

ИЗМЕРЕНИЕ УГЛА РАЗОРИЕНТАЦИИ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ ПЛОСКОСТИ ОПТИЧЕСКИХ МОНОКРИСТАЛЛОВ НА Θ - 2Θ ДИФРАКТОМЕТРЕ

А. Евдокимовс, Н.С. Сочивко
ООО «Глобалтест»,
ул. Мелецжа 1, Минск 220113, Беларусь,
ea@globaltest.by, sns@globaltest.by

В статье представлен метод определения угла разориентации оптических монокристаллов с использованием дифрактометра GNR Explorer в геометрии θ - 2θ сканирования. Исследование направлено на решение актуальной задачи контроля структурного совершенства кристаллов, применяемых в микроэлектронике и оптическом приборостроении. Методика основана на анализе углового положения дифракционных максимумов от различных кристаллографических плоскостей. Показано, что использование высокоточного дифрактометра GNR Explorer [1] позволяет определять углы разориентации с погрешностью не более $0,005^\circ$ благодаря современному torque-гониометру. Особое внимание уделено вопросам подготовки образцов и оптимизации параметров измерений. Приведены результаты экспериментальных исследований монокристаллов DKDP и CaCO_3 , демонстрирующие эффективность предложенного подхода. Полученные данные имеют практическое значение для предприятий микроэлектронной промышленности, в частности для ОАО «Планар», где контроль угла разориентации критически важен для производства оптических элементов, которые в дальнейшем используются в литографах.

Ключевые слова: рентгеновская дифрактометрия; монокристалл; разориентация; θ - 2θ сканирование; GNR Explorer; структурный анализ.

MEASUREMENT OF THE MISORIENTATION ANGLE OF THE CRYSTALLINE PLANE OF OPTICAL SINGLE CRYSTALS ON A Θ - 2Θ DIFFRACTOMETER

Antons Jevdokimovs, Nikita Sochivko
Globaltest LLC,
1 Melezha Str., 220113 Minsk, Belarus
ea@globaltest.by, sns@globaltest.by

This article presents a method for determining the misorientation angle of optical single crystals using a GNR Explorer diffractometer operating in θ - 2θ scanning geometry. The research addresses a pressing issue in the control of structural perfection in crystals used in microelectronics and optical instrumentation. The proposed methodology is based on the analysis of the angular positions of diffraction maxima from various crystallographic planes. It is demonstrated that the use of the high-precision GNR Explorer diffractometer enables the measurement of misorientation angles with an accuracy of no more than 0.005° , significantly surpassing the precision of conventional techniques. Special attention is given to sample preparation and the optimization of measurement parameters, which are critical for ensuring reliable and reproducible results. The experimental section provides detailed results of studies conducted on DKDP (deuterated potassium dihydrogen phosphate) and CaCO_3 (calcium carbonate) single crystals. These findings clearly confirm the effectiveness of the proposed approach for accurate angular diagnostics. The obtained results are of practical importance for the microelectronics industry, particularly for enterprises such as JSC «Planar», where strict control of the crystal misorientation angle is essential for the fabrication of high-precision optical components. These components are subsequently used in lithographic equipment, where even minimal deviations in crystal orientation can adversely affect system performance. The proposed method offers a reliable, high-precision, and relatively accessible solution for quality control in the production of optical-grade single crystals. Its implementation can significantly enhance the accuracy of angular alignment in optical devices and contribute to the improvement of overall product quality in high-tech manufacturing processes.

Keywords: X-ray diffractometry; single crystal; misorientation; θ - 2θ scanning; GNR Explorer; structural analysis.

Введение

В процессе производства оптических монокристаллов на предприятии ОАО «Планар» исследуется ориентация кристаллической плоскости образцов относительно их поверхности. Для контроля качества используется метод дифрактометрического анализа, при котором поверхность образца исследуется на рентгеновском дифрактометре.

В случае несоответствия кристалла заданным требованиям проводится ручная шлифовка поверхности для устранения угла разориентации с последующим повторным контролем. Существенный угол разориентации контролируемой поверхности относительно кристаллической плоскости может привести к ухудшению оптических параметров монокристаллов.

Основные требования к контролю качества включают:

- высокую скорость выполнения измерений;
- точность определения угла разориентации (допустимое отклонение не должно превышать 0.03°).

Для обеспечения этих условий при конструировании дифрактометра необходимо учитывать следующие особенности:

- размеры образцов варьируются от $2 \times 2 \times 0.5$ см до $14 \times 14 \times 7$ см;
- масса образцов составляет от 0.01 кг до 1 кг;
- возможность оперативной доработки поверхности (шлифовки) последующим повторным контролем.

Для соблюдения данных требований был разработан специализированный стол для фиксации образцов (рис. 1).

Его конструкция позволяет анализировать поверхность без дополнительного выравнивания, что сокращает время контроля, исключает необходимость перенастройки прибора и обеспечивает возможность оперативной доработки образца.

Результаты и их обсуждение

За основу было выбрано ω -сканирование [2] — метод, основанный на вращении

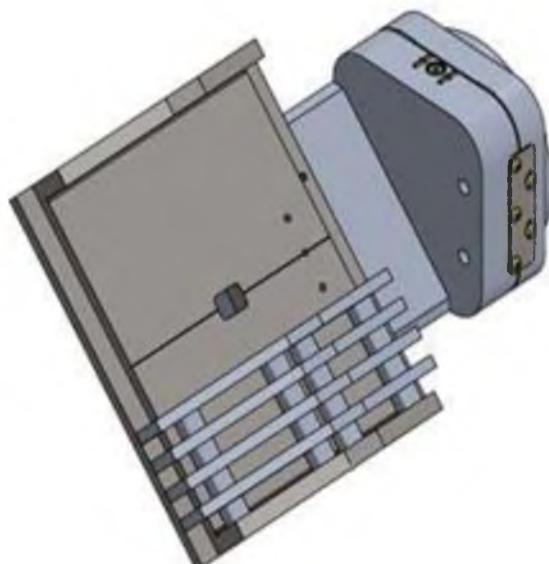


Рис. 1. Изометрическое изображение специализированного стола для анализа различных монокристаллов

образца в горизонтальной плоскости при фиксированном положении детектора под углом дифракции. При этом регистрируются отражения от кристаллической решетки, а отклонение их положения от расчетных значений указывает на наличие угла разориентации [3].

Однако из-за особенностей обработки поверхности метод вращения образца оказался неприменим, так как на стандартном тетта-2тетта дифрактометре данный метод предполагал бы постоянную регулировку и выравнивание стола для образцов относительно поверхности образца после каждой обработки исследуемого кристалла. В связи с этим методика была модифицирована следующим образом:

- один край поверхности принимался за нулевое положение (0°), и проводился анализ;
- образец вручную поворачивался на 180° относительно этой точки, после чего выполнялся повторный замер;
- разница между полученными углами дифракции позволяла определить величину и направление разориентации, что указывало на необходимую коррекцию при шлифовке.

В ходе испытаний было обнаружено, что отражения от кристаллических плоскостей не изменяли своего положения, что потребовало дальнейшей корректировки метода. В итоге была применена схема, при которой:

- источник рентгеновского излучения фиксировался вблизи угла дифракции;
- детектор перемещался в заданном диапазоне.

В результате была получена дифрактометрическая картина (рис. 2, 3), на которой наблюдались два максимума:

- первый — отражение от поверхности образца;
- второй — отражение от кристаллической решетки.

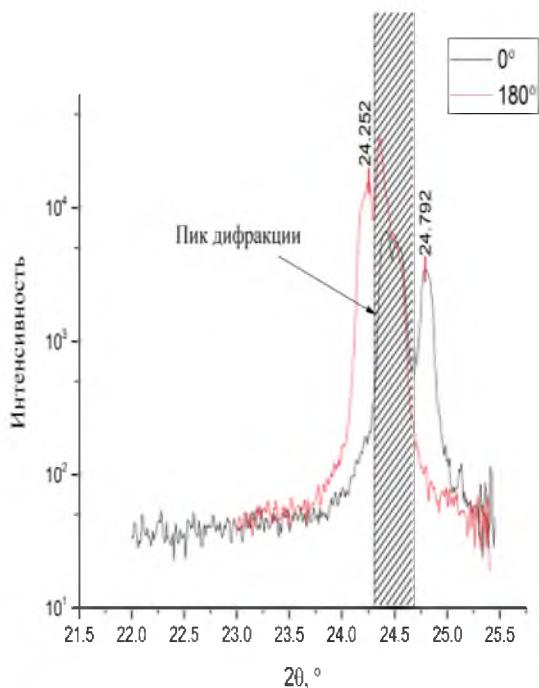


Рис. 2. Дифрактограммы исследованных образцов DKDP (100) с соответствующими углами поворота образцов

В процессе шлифовки отражение от поверхности смешалось в сторону основного пика и сливалось с ним. При этом интенсивность дифракционного максимума возрастила, что свидетельствовало об устранении разориентации.

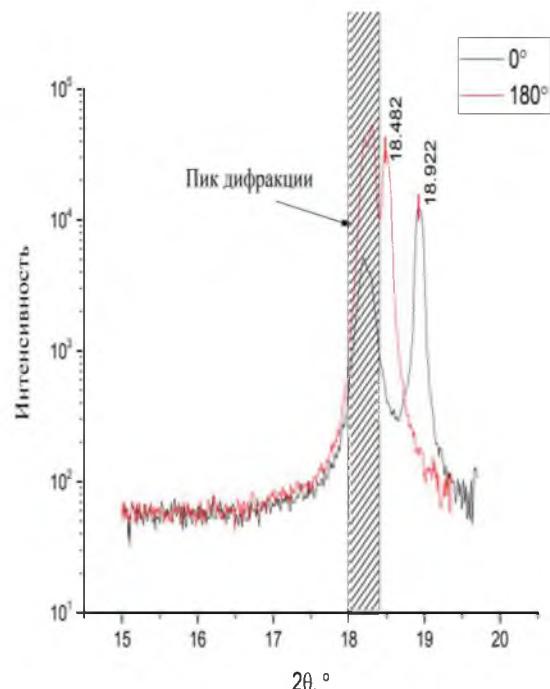


Рис. 3. Дифрактограммы исследованных образцов CaCO_3 (100) с соответствующими углами поворота образцов

В ходе исследования было выявлено влияние $\text{K}\alpha_2$ -отражения на точность измерений. Поскольку в работе использовался дифрактометр без монохроматора, на дифрактограммах присутствовали $\text{K}\alpha_2$ - отражения. В некоторых случаях отражение от поверхности сливалось с $\text{K}\alpha_2$ -пиком (рис. 2, 3, выделено штрихом), что могло снижать точность измерений на разницу между $\text{K}\alpha_1$ и $\text{K}\alpha_2$ - пиком порядка 3 угловых минут.

Для повышения точности в дальнейшем планируется внедрение монохроматора.

Заключение

Преимущества данного метода заключается в скорости и удобстве для оператора, что способствует повышению точности контроля и, соответственно, качества продукции.

Также к преимуществам стоит отнести универсальность данного метода, так как его можно использовать на стандартных тетта-2тетта дифрактометрах различных производителей.

Библиографические ссылки

1. GNR s.r.l. Explorer – X-Ray Diffraction diffractometer [электронный ресурс]. Доступно на: https://gnr.it/gnr_product/explorer/ (дата обращения: 17.07.2025).
2. Berger H, Bradaczek HA, Bradaczek H. Omega-Scan: An X-ray tool for the characterization of crystal properties. *Journal of Material Science: Materials in Electronics* 2008; 19: 351-355.
3. Covalent Metrology Services. *X-Ray Diffraction Offcut Measurement: The Impact of Semiconductor Wafer Offcut*. Sunnyvale: Covalent Metrology Services; 2021. 9 с.