

超短パルスレーザーを用いる Si および Ni 基合金の微細加工^{*,**}

目黒 和幸^{***}

超短パルスレーザーを用いた加工を産業に応用する上で、各材質において十分な加工能率と精度を有する加工パラメータを探索することは重要である。同じ照射フルーエンスでもビームスポットの重なり量(移動速度・繰返し周波数)やレーザーパルス幅などの各条件が異なると熱影響の範囲(HAZ)に違いが現れる。ここでは、シリコンおよびニッケル基合金に対する最適加工条件について調査を行い、超短パルスレーザーによる加工性は材料の熱的性質が主要因となることを報告する。

キーワード：超短パルスレーザー、微細加工、ニッケル基合金

Microfabrication of Si wafer and Ni-Based Alloy using Ultrashort Pulsed Laser

Kazuyuki Meguro

Applying ultrashort pulsed laser processing to precision mechanics requires the identification of laser-machining conditions that offer the desired processing and precision for each material. Depending on the overlap between the beam spot (scan speed and repetition rate) and the laser pulse width, different thermal effects (e.g., the heat-affected zone) appear at equivalent fluence. This study investigates the optimum processing conditions for silicon wafer and nickel-based alloys. The workability of these materials by ultrashort pulsed lasers is dominated by the thermal properties of the material.

key words : ultrashort pulsed laser, micro-machining, nickel-based alloys

1 緒 言

従来の Nd:YAG レーザや CO₂ レーザを用いた加工と比べて、超短パルスレーザーによる加工では、熱影響が少なく¹⁾、微細加工が可能であることや透明体の表面あるいは内部への加工が可能であるなど、産業に応用する上で非常に魅力的な加工手法である。これまでの超短パルスレーザー光源としては主に研究用として使われている Ti:Sapphire レーザ(波長 800 nm 付近)を用いた報告例が中心であった。近年、産業用に開発された高安定・高出力・高効率な Yb 系超短パルスレーザー(波長 1,030 nm)が普及し始めているものの、これらのレーザーを用いた際の各種素材に対する最適加工条件はまだ十分に調査されていない。

レーザー加工においては、照射フルーエンス(J/cm²)に対する除去体積を計測することで加工除去能や加工閾値の評価を、ビームスポットの重なり量(移動速度・繰返し周波数)を変化させて加工精度および熱影響範囲(HAZ: Heat Affected Zone)の評価を行うのが一般的である。超短パルスレーザー加工の場合には、これらに加えて HAZ の形成に対する

パルス幅の影響についての調査が重要である。これは、パルス幅が電子-格子間衝突緩和時間(τ_{e-p})よりも短い場合に格子系に効率良くエネルギーが投入され²⁾、数 ps を境にして HAZ の様相が変化することが考えられるためである。また、超短パルスレーザー加工では、低フルーエンス領域で高精度の加工が可能であるもののアブレーションレートが低く、高フルーエンス領域では熱影響が大きくなることから、パルス幅・繰返し周波数・照射パワー・走査速度など多くのレーザー加工パラメータの最適値を見出すことが必要である。

そこで本研究では、シリコン、金属、合金に対して、各レーザー加工パラメータを変化させた際に加工レートおよび精度、加工部周辺の HAZ について系統的に調査を行い、最適加工条件の探索を行った。

2 実 験

超短パルスレーザーによる微細加工実験には、(株)ラステック社製の LPF-2 を使用した。搭載されているレーザー発振器は、最大出力 4 W、中心波長 1,030 nm の Yb:KGW レーザ(Light Conversion 社、

* 平成 23~25 年度 公益財団法人天田財団 一般研究開発助成 AF-2011216

** 平成 24 年度 基盤的・先導的技術研究開発事業

*** ものづくり基盤技術第 1 部 (現 機能表面技術部)

PHAROS-4W)である。このレーザーは、fs 発振したレーザー光をチャープパルス増幅する際、再生増幅部で繰返し周波数を 1~200 kHz、パルス圧縮器でパルス幅を 259 fs~10 ps の範囲に可変できる。レーザー光は可変アッテネータでパワーを調整した後、空間フィルターによるビーム整形とビーム・エキスパンダーによるビーム径調整を経て、レンズで集光されて試料表面へ照射される。集光レンズは対物レンズ(ミットヨ M Plan Apo NIR 10×, f = 20)と f-θ レンズ(ジオマテック FT-100, f = 101.3)を、ビーム走査はガルバノスキャナ(最大 4,000 mm/s)と XY ステージ(最大 200 mm/s)を使い分けることが可能であるが、本研究ではすべての実験において対物レンズによる集光と XY ステージによる走査を選択した。

加工対象は、MEMS や電子デバイスで多用されるシリコンと、耐食性・耐熱性等に優れるニッケル基合金材料である。シリコンは、厚さ 0.75 mm の n 型 Si(100)ウェハを硫酸と過酸化水素の混合液で洗浄した後、バッファードフッ酸で酸化膜を除去したものをを用いた。金属試料は、厚さ 0.1 mm の板材を機械的に切断し、中性洗剤および有機溶媒による脱脂洗浄したものをガラス板上へワックス固定したものをを用いた。

3 結果と考察

3-1 シリコンの加工結果

図1に高フルーエンス領域(< 10 J/cm²)において溝加工を行った際の典型的な加工痕の電子顕微鏡(SEM)像を示す。このSEM像はレーザー加工後に試料を純水および有機溶媒中で超音波洗浄してから観察を行ったものであり、加工溝内部および周辺部に強固に付着したデブリの存在が確認できる。Si 表面にアブレーション閾値を超えたレーザー光を照射すると、多光子吸収イオン化を引き金に逆制動放射による電子加速と衝突イオン化でアバランシェイオン化を生じる³⁾ことでSiが激しく蒸発除去される。レーザービームの強度プロファイルはほぼガウス分布形状(M²<1.2)をしているため、V字状の溝が形

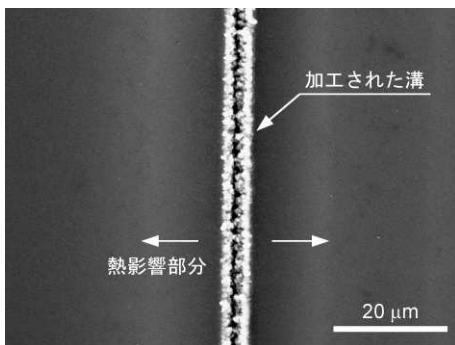


図1 シリコンへの溝加工時の典型例

成されている。加工溝の周辺にはコントラストが違って見える部分が見られるが、表面形状は未加工部と同じ高さで平坦性を保っている。この領域はレーザーパルス継続中の急激な温度上昇とレーザーパルス終了後の急冷によってSiがアモルファス化^{4, 5)}したため、SEM像でコントラストの変化として観察されたものであると考えられる。超低フルーエンスでのレーザー照射においてレーザー照射部のみアモルファス化する場合もあることが報告されている⁶⁾が、今の場合加工部からの熱伝導の影響でHAZが広がったものであると考えられる。

繰返し周波数200 kHz、スキャン速度 10 mm/s に固定し、照射フルーエンスに対する加工溝幅(groove width)とHAZの幅(HAZ width)をパルス幅 260 fsおよび10 ps で比較を行った結果を図2に示す。ここで照射フルーエンスは、ビームの強度プロファイルを理想的なガウス型と仮定し、溝加工痕の幅と照射パワーからクレーター法⁷⁾を用いて算出した。パルス幅260 fsの時は、パルス幅10 ps と比べてアブレーション閾値が低フルーエンス側に移動し、溝幅も10~20 %広く加工されていることがわかる。これは、照射フルーエンス F (J/cm²) がパルス幅 τ(s) とピークパワー密度 I₀ (W/cm²) の積であることから、同一の照射フルーエンスを比較したときに260 fsの方が約40倍のピークパワー密度、即ち約1,600倍もの高強度光電場にさらされているため、より低いフルーエンスでアブレーションが始まりパワー密度の低いレーザーの裾野領域でも加工されるためである。また、熱影響に関しては低フルーエンス領

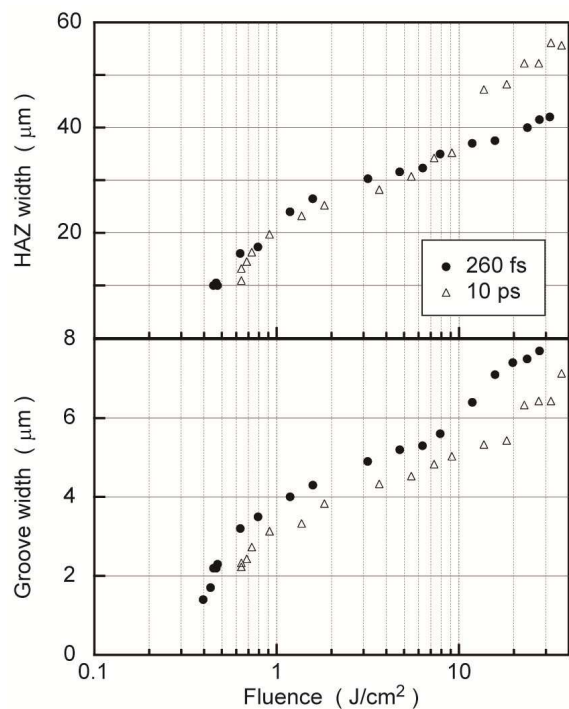


図2 シリコンにおける照射フルーエンスに対する加工溝幅と HAZ 幅の関係

域ではパルス幅の違いでの大きな差は見られないが、 10 J/cm^2 を超えたあたりから 10 ps の時に熱影響の増大が見られた。これは、アブレーション加工に使われる以上の余剰な光エネルギーが蓄熱される効果はパルス幅が長いときに顕著に表れることを示している。蓄熱の影響はレーザスポットの重なり率(オーバーラップ・レート)の方がより大きな影響を示すと考えられる。オーバーラップ・レートは走査速度と繰返し周波数の比で決定されるので、スキャン速度を $10\sim 100 \text{ mm/s}$ に増大させて同様の実験を行ったところ、加工閾値の変化が見られた他、パルス幅が短くなるにつれてHAZの幅が減少する傾向が見られることが確かめられた。これにより超短パルスレーザ加工において非熱加工を実現するにはパルス幅が短いことは重要であるが、必要以上にオーバーラップ・レートを上げるとプラズマが発生してアブレーション除去が生じないばかりか蓄熱が促進されることがわかった。

3-2 ニッケル合金の加工結果

予備実験としてニッケル板材に対する溝加工時の典型的な加工痕のレーザ顕微鏡観察結果を図3に示す。図中の観察像は右に行くに従って照射フルエンスが増大した時の表面形状を示しており、低フルエンス領域ではきれいなV溝が形成されているがフルエンスの増大に伴って溝のエッジ部に盛り上がりが発生し、ついには元の面より高い山状に膨れ上がってしまう。この原因は、過剰なエネルギーにより高温となった箇所が熔融するよりも早く大気中の酸素と反応して酸化が促進されたものであると考えられる。これをより詳細にまとめたものを図4に示す。加工条件は繰返し周波数 200 kHz 、パルス幅 260 fs 、スキャン速度 10 mm/s に固定し、照射パワーを変化させて溝形状の評価を行ったものである。前節と同様にクレーター法で照射フルエンスへの換算を試みたが、表面酸化の影響でビームスポット径算出が困難であったため、横軸は照射パワーのまま表示して

ある。加工部の断面プロファイル評価のために、幅や高さを次のように定義した。W1は本来の試料表面位置での溝幅、W2は試料表面から盛り上がりまで含めた最大開口幅、W3は加工部近傍の盛り上がりが生じる最大幅、Dは本来の試料表面位置からの溝深さ、Hは盛り上がりの最大高さである。10 mW付近でアブレーション加工が始まり、照射パワーの増加に伴って溝深さDと溝幅W1が増加していく。その後200 mWでDが最大となって加工効率が最も良くなるが、それ以上のパワーを投入しても蓄熱と酸化の促進に使われて溝ではなく山が形成されていく様子が分かる。また、HAZの幅W3については照射パワーの増加に伴って片対数プロットで直線的な関係性が確認できる。即ち、HAZの幅は照射パワーに対して指数関数的に増大することを表している。試料表面へのレーザパルス照射は 10 ps 以下の極く短い時間であるが、HAZの評価は十分に熱的平衡に達してから観察していることを考えれば、熱拡散方程式はラプラス方程式に帰着できる。照射パワーによるHAZの幅は、空間的な最大到達温度の分布はレーザ照射位置から指数関数的に減少することが影響していると説明できる。300 mW以上でHAZの幅が一定値に収束することを説明するためには、試料の熱伝導の他に対流や放射を考慮する必要がある。

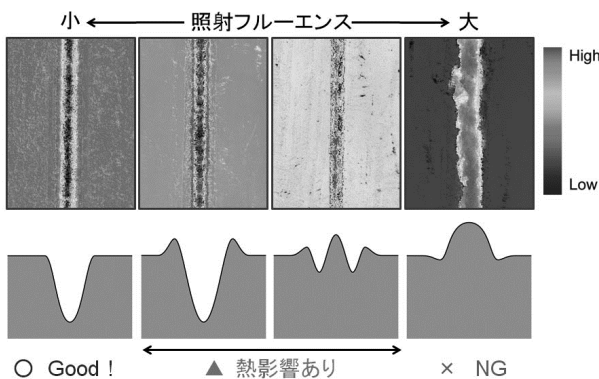


図3 ニッケル材の加工溝形状の様子

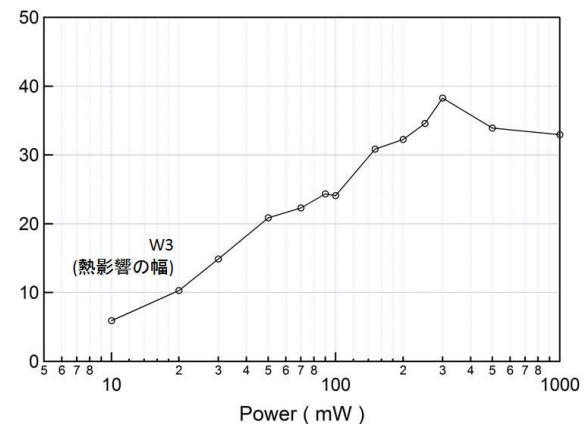
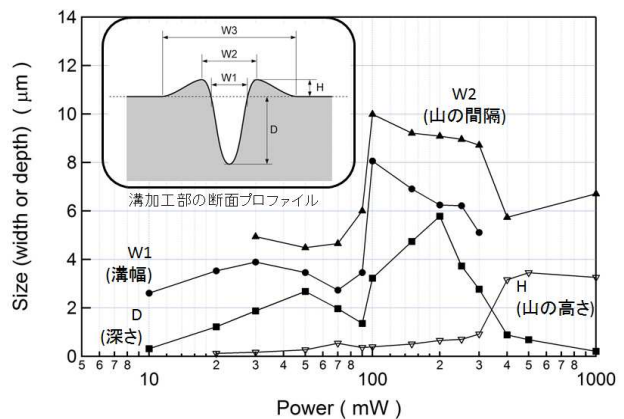


図4 ニッケル材の加工溝形状と照射パワーの関係

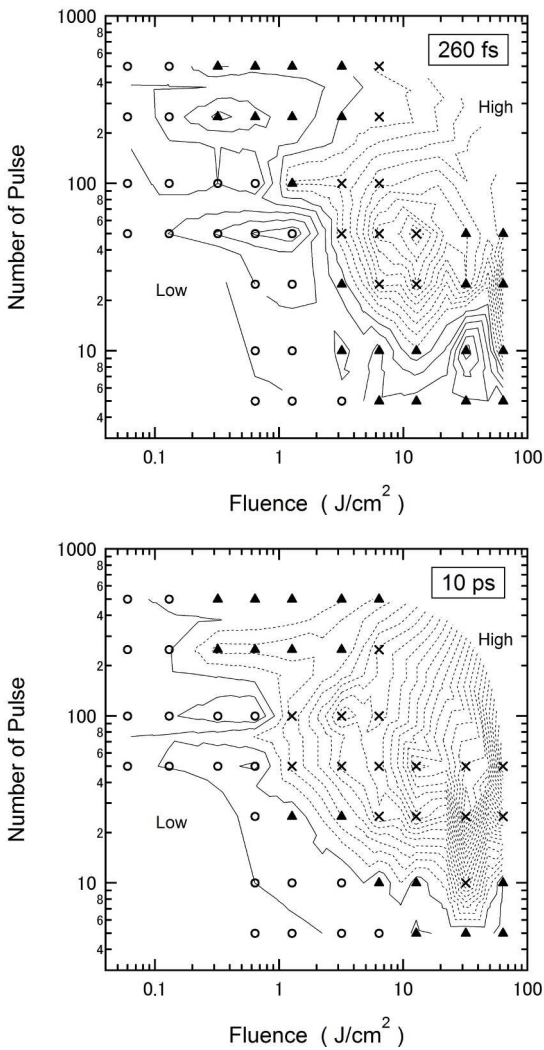


図5 Inconel-600材の加工形状評価結果

次に、ニッケル基合金の加工結果について述べる。ニッケル基合金として、Inconel-600, Hastelloy C-276, Super-Invar, Invar-42を準備した。レーザーの加工条件として、繰返し周波数を10, 100 kHzの2水準、パルス幅を260 fs, 10 psの2水準、照射パワーを10, 20, 50, 100, 200, 500, 1000 mWの7水準、走査速度を1, 2, 5, 10 mm/sの4水準を取り、各条件で溝加工した際の加工形状をレーザー顕微鏡により評価を行った。Inconel-600における加工形状評価の結果を図5に示す。繰返し周波数 f (Hz)、走査速度 V (mm/s)、ビームスポット径 a (mm)の場合、オーバーラップ・レートは $1 - V/(f \times a)$ と表されることから、加工点1点に当たるパルス数は $(f \times a)/V$ となる。この量を縦軸に取り、横軸に照射フルーエンスとして繰返し周波数、照射パワー、走査速度の加工条件を縮約して一つの図に表したものである。厳密には、繰返し周波数10 kHzと100 kHzの時でプラズマの発生状況などが異なるはずである。しかしながら、本実験で繰返し周波数の違いによって加工形状に差異が認められなかった

め、これからの議論では便宜的にこの表示法を採用することとした。加工形状の評価は、先の図3に示したようにきれいな溝形状になる場合を良条件(○印)、溝のエッジ部に盛り上がりがあるなど溝と山が同時に生じる場合を境界条件(△印)、レーザー照射部が山になる場合を不良条件(×印)と判断し、それぞれの加工条件の位置に印を表示した。また、加工溝の深さを等高線として表示し、境界領域において谷と山の高さの差がゼロとなる条件のときを境にして、谷が形成されている場合を実線、山が形成されている場合を破線として表示した。照射フルーエンスが大きいほど、また加工点へのパルス数が多いほど試料表面へ与えられる熱量が多くなるため、

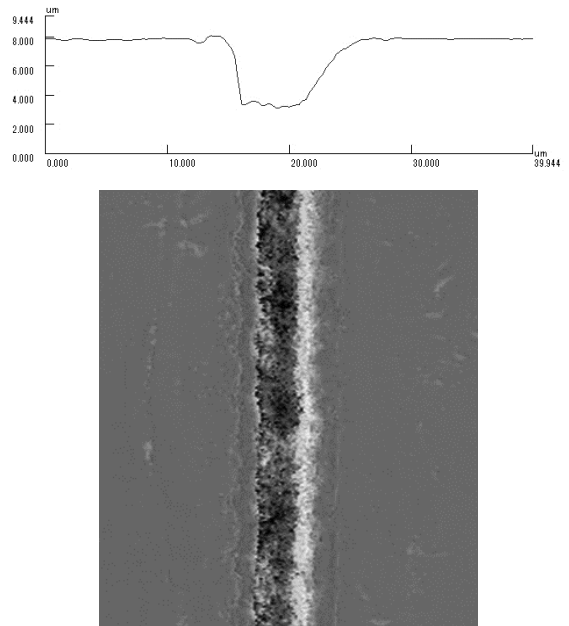


図6 Inconel-600材の加工条件①の加工形状

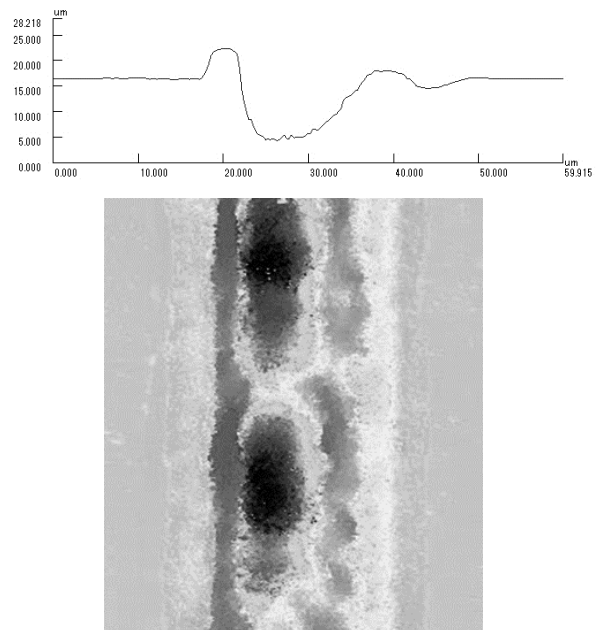


図7 Inconel-600材の加工条件②の加工形状

パルス幅に関わらず図の右上に行くほど熱影響が大きく加工不可条件(×印)になっていくことがわかる。さらに、パルス幅 10 ps のときは×印の領域が広く、等高線も破線と実線の境界が左下に移動していることから、パルス幅が長いと同じ加工条件でも熱影響が大きくなることが明瞭に示されている。パルス幅 260 fs のときに溝深さが深くなる加工条件が、①良条件(パルス数 50, フルーエンス 1.3 J/cm²)と②境界条件(パルス数 10, フルーエンス 32 J/cm²)に存在する。図 6 に加工条件①における加工形状、図 7 に加工条件②における加工形状評価結果を示す。加工条件①においては、深さ約 4.8 μm の均一な溝形状を有し、熱影響部が最も少ない最適加工条件であることが分かった。一方、加工条件②においては、深さ約 11.9 μm とかなり深い溝形状加工が実現されているが、溝幅が広く、熱影響による山部の形成と走査方向に不均一な溝になっていることから良い加工条件とは言えないことが分かった。パルス幅 10 ps の場合でもほぼ同様の結果であり、最適加工条件はパルス数 100, フルーエンス 0.64 J/cm²であった。

同様に Hastelloy C-276 材での結果を図 8 に、Super-Invar 材の結果を図 9 に、Invar-42 材の結果を図 10 に示す。これら他のニッケル基合金においても大まかな傾向は類似しており、図の右上に行くほど熱影響が大きく、パルス幅が長い方が熱影響は大きいことがわかる。これらの合金における最適加工条件は、260 fs のときはパルス数 50, フルーエンス 1.3 J/cm²、10 ps のときはパルス数 100, フルーエンス 0.64~1.3 J/cm²であった。この結果で興味深い点は、合金の種類に関わらずほぼ同じような加工条件で最適な加工が実現できたことである。一口にニッケル基合金と言っても、耐食性・耐熱性等に優れる Inconel-600 や Hastelloy C-276 と、低熱膨張性の Super-Invar や Invar-42 では、Ni 以外の金属(Cr や Mo 等)の含有量が大きく異なり、その結果として硬さや弾性係数などの機械的物性や化学的物性も大きな違いがある。しかしながらこれらの合金は、融点(1350~1450℃)、比熱(430~460 J/(kg・℃))、熱伝導率(11.1~14.8 W/(m・K))など熱膨張率以外の熱的物性が類似していることから、レーザ加工性には熱的物性だけでほぼ決定

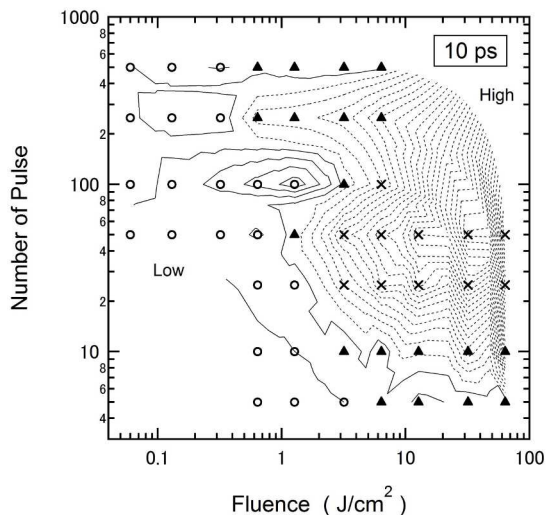
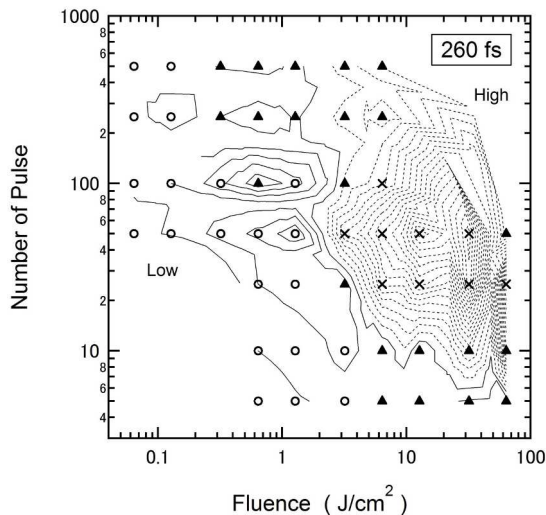


図 8 Hastelloy C-276 材の加工形状評価結果

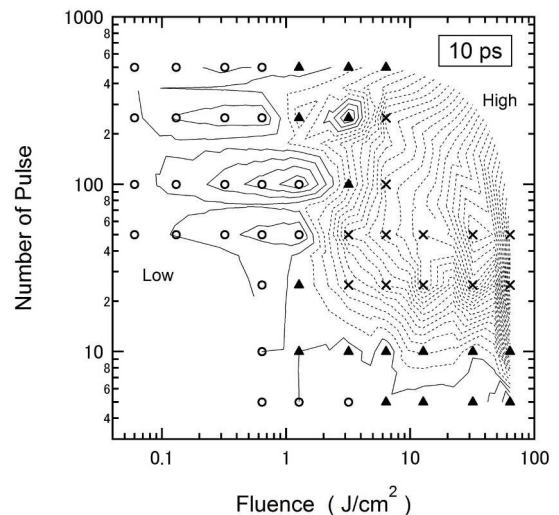
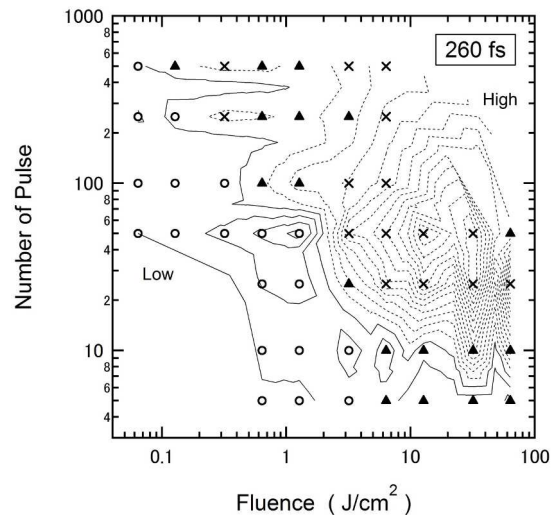


図 9 Super-Invar 材の加工形状評価結果

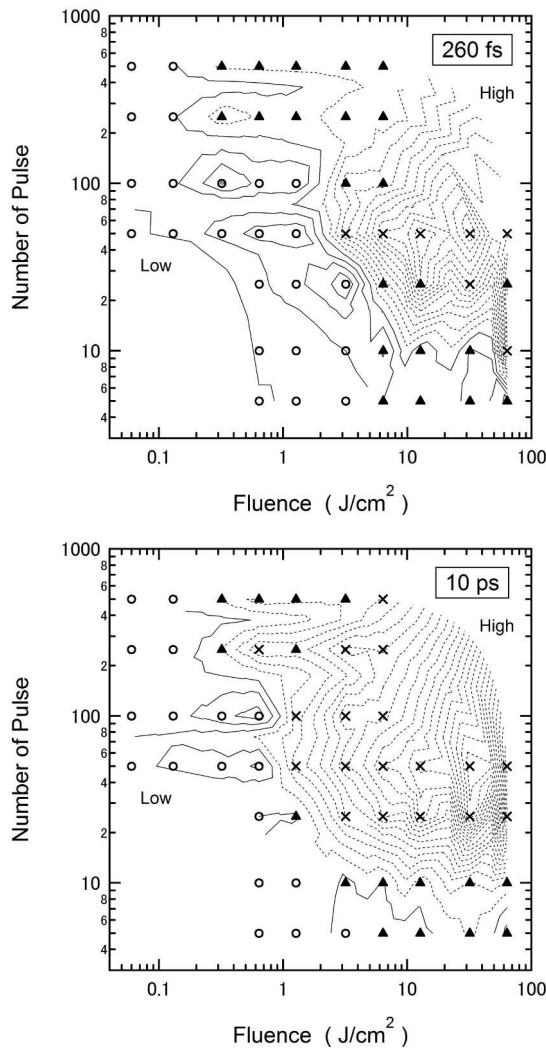


図10 Invar-42材の加工形状評価結果

することが考えられる。一方、パルス幅に関しては260 fsの方がパルス重なり数が少ない条件で最適となることから、10 psと比べて2~3倍のスピードで加工できることが明らかとなった。これはフェムト秒レーザーを使用するとピコ秒レーザーよりも加工精度が高く加工スピードも向上できることを示しており、産業に応用する上で有利と言える結果である。

4 結 言

シリコンおよびニッケル基合金に対して超短パルスレーザーによる微細加工の最適化条件の探索を行った。シリコン、ニッケル基合金共にパルス幅10 psでの加工に比べて260 fsの加工で熱影響が少ないことがわかった。各種ニッケル基合金の加工の結果、材料の熱的性質が近ければ同程度のレーザー加工性が得られることが分かった。

超短パルスレーザー加工において非熱加工を実現するにはパルス幅が短いことは重要であるが、オーバーラップ・レートを必要以上に上げないことがアブレーション加工には有効である。パルス幅260 fsでの加工では、フルーエンス2 J/cm²以下、パルス数100以下で精細な加工が可能である。これらの結果から、フェムト秒レーザーはピコ秒レーザーよりも加工精度が高く加工スピードも向上できると言える。

謝 辞

本研究の一部は公益財団法人天田財団平成23年度一般研究開発助成(AF-2011216)を受けて行われたものです。ここに感謝の意を表します。

文 献

- 1) B.N. Chichkov et al., Appl. Phys. A **63**, (1996) 109.
- 2) C. Momma et al., Opt. Commun. **129**, (1996) 134.
- 3) I. Miyamoto, J. Jpn. Laser Proc. Soc. **20** (1) (2013) 1-10.
- 4) A. G. Cullis et al., Phys. Rev. Lett. **49**, (1982) 219.
- 5) K. Murakami, J. Plasma Fusion Res. **79** (10), (2003) 1035-1042.
- 6) Y. Izawa et al., Appl. Phys. Lett. **90**, (2007) 044107.
- 7) M. Fujita and M. Hashida, J. Plasma Fusion Res. **81**, Suppl. (2005) 195-201.