

文章编号: 0258-7025(2007)05-0715-04

# 飞秒激光诱导波纹状微突起结构

韩泽华<sup>1,2</sup>, 周常河<sup>1</sup>, 戴恩文<sup>1</sup>

(<sup>1</sup> 中国科学院上海光学精密机械研究所, 上海 201800; <sup>2</sup> 中国科学院研究生院, 北京 100039)

**摘要** 利用飞秒激光振荡器产生的脉冲对镀有铬层的玻璃和石英基片进行微加工, 发现两种样品表面均有波纹状的微突起结构产生。这些微突起结构离开样品表面的高度为 10~300 nm 不等, 并且随着激光功率的增大而增加, 在一定功率下达到饱和状态。它们的形貌、尺寸和高度取决于入射飞秒激光的能流以及飞秒脉冲的参数。通过化学方法证明了这些微突起结构是由玻璃和石英的主要成分 SiO<sub>2</sub> 组成的, 并非样品表面的铬元素。此外, 通过选取适当的飞秒激光功率和样品加工速度, 制作了两种不同周期和线宽的光栅结构, 显示出飞秒激光振荡器良好的加工性能。

**关键词** 超快光学; 飞秒激光; 微突起; 波纹结构

中图分类号 TN 249 文献标识码 A

## Microripple Structures Induced by Femtosecond Laser Pulses

HAN Ze-hua<sup>1,2</sup>, ZHOU Chang-he<sup>1</sup>, DAI En-wen<sup>1</sup>

(<sup>1</sup> Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, The Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China)  
(<sup>2</sup> Graduate School of the Chinese Academy of Sciences, Beijing 100039, China)

**Abstract** Periodic microripple structures were formed on the sample surface after micromachining on Cr-coated glass and fused silica by trains of femtosecond laser pulses from the oscillator. The heights of these microripple structures varied from 10 nm to 300 nm by increasing the laser power and saturated at a higher laser power. The morphology, sizes and heights of these microstructures are depended on the irradiation fluences and parameters of the femtosecond laser pulses. Chemical methods proved that the microripple structures are composed of not chromium material but the substrate material of glass or fused silica. Furthermore, two kinds of grating with different periods and linewidths were fabricated by selecting the laser power and micromachining speed properly, which indicated the good micromachining performances of the femtosecond laser oscillator.

**Key words** ultrafast optics; femtosecond laser; microbump; ripple structures

## 1 引言

近年来, 由于飞秒激光技术的发展, 稳定可靠的飞秒激光系统已经被广泛应用于微加工研究中<sup>[1~3]</sup>。与通常的加工方法相比, 利用超短脉冲进行微加工, 具有许多独特的优点: 超高的精确度, 极小的间接热损害, 移除效率高, 可实现直接刻划, 工序简单, 能够加工各种材料。正因为具备上述特点, 超短脉冲在微加工领域显示出了极大的潜力, 并成为研究的热点。国内外许多课题组已经开展了利用飞秒激光脉冲实现材料表面和内部烧蚀的研究, 并

在此基础上制作了各种光学元件<sup>[4~6]</sup>。

目前, 多数利用飞秒脉冲进行微加工的激光系统重复频率都在千赫兹左右, 即采用经过放大器放大后的飞秒脉冲, 单脉冲能量可以达到毫焦量级, 脉宽在几十到上百飞秒之间。然而, 在对烧蚀阈值较低的材料进行微加工或研究阈值附近材料的加工特性时, 就没必要使用如此大的脉冲能量, 而且加入放大系统后, 无疑会使飞秒激光系统变得复杂和昂贵。

本文使用直接由振荡器产生的纳焦飞秒激光脉冲, 对镀有铬层的玻璃和石英分别进行了烧蚀研究。

收稿日期: 2006-11-22; 收到修改稿日期: 2006-12-12

作者简介: 韩泽华(1981—), 男, 河南人, 博士研究生, 研究方向为飞秒信息处理技术。E-mail: zehuan@siom.ac.cn

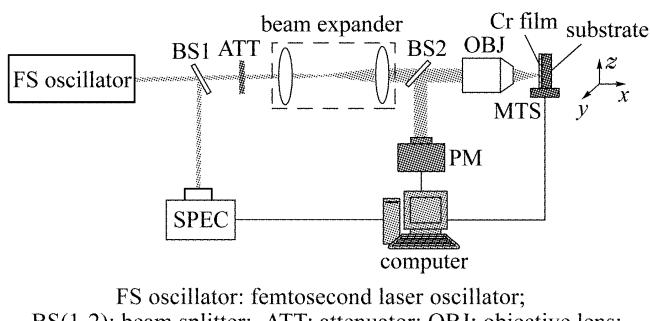
导师简介: 周常河(1966—), 男, 浙江人, 研究员, 博士生导师, 研究方向为衍射光学、微光学和飞秒信息处理技术。

E-mail: chazhou@mail.shcnc.ac.cn

实验发现,无论是玻璃衬底还是石英衬底,在样品表面所加工的线条处均产生了周期性的微突起结构。为此,还研究了激光功率与微突起结构幅度的关系。此外,通过适当控制飞秒激光功率和曝光时间,还制作了两种不同周期和线宽的光栅结构。

## 2 实验装置

实验装置如图 1 所示。实验中采用美国相干公司的 76 MHz 钛宝石飞秒激光振荡器(FSO),它产生中心波长在 800 nm,脉冲宽度 90 fs,单脉冲能量为 1.3 nJ(相当于激光功率 100 mW)的飞秒脉冲,脉冲的参数由实验室自制的达曼频率分辨光栅(FROG)装置测得<sup>[7]</sup>,单脉冲的能量通过中性衰减片(ATT)来调整。为了获得较小的焦斑尺寸,采用了倒置的望远镜先进行扩束,然后再通过 40× 的显微物镜(数值孔径为 0.65)聚焦,使光束垂直入射到样品表面。实验所用样品为镀有 145 nm 厚铬膜的玻璃和石英基片,样品固定在具有 30 nm 精度的三维移动平台(MTS)上,平台由计算机通过 PCI-7344 和伺服放大系统进行控制。



FS oscillator: femtosecond laser oscillator;  
BS(1-2): beam splitter; ATT: attenuator; OBJ: objective lens;  
PM: power meter; MTS: motorized translation stage;  
SPEC: spectrometer

图 1 实验装置

Fig. 1 Experimental setup

加工过程中,通过功率计(PM)观察从样品表面反射的激光功率变化来确定焦点的位置。具体方法为:飞秒脉冲在样品表面被反射后,经物镜(OBJ)和分束器(BS2)后进入功率计,当沿 x 轴调整样品的位置时,入射到样品表面上的激光功率密度随之改变,并在焦点正好位于样品的表面时达到极大值,这时就会发生铬层的烧蚀。随着烧蚀的发生,样品表面的反射功率减少,透射功率增加,并且烧蚀现象越明显,反射功率变化越快。通过这种方式,把样品调整到反射功率开始变化并且下降到最小时,即可认为样品表面正好位于聚焦物镜的焦平面上。

## 3 实验结果与讨论

实验在室温和空气环境中进行。加工后样品表面的形貌和轮廓分别由扫描电子显微镜(SEM)和 Taylor Hobson 台阶仪测得。在一定范围的激光功率下,飞秒脉冲照射样品表面后产生的周期性微结构可以在扫描电子显微镜图中清晰地看到,如图 2 所示。这些微结构沿表面向上突起,其几何形状和高度与入射到样品表面的激光能流 F 有很大的依赖关系。实验中,可通过控制移动平台的运动速度 V 来调节入射到样品表面的激光能流 F,它们之间满足  $F = 4P/\pi V d_0$ ,这里 P 为飞秒激光的功率,  $d_0$  为聚光光斑的尺寸。在 30 mW 飞秒激光功率下对样品进行加工,移动平台的运动速度从 3 μm/s 变化到 300 μm/s,实验发现随着激光能流的增加,样品表面上首先出现周期性的波纹结构 ( $F > 3.64 \times 10^3 \text{ J/cm}^2$ ),如图 2(a) 所示;然后开始出现皱褶状突起结构 ( $F > 1.82 \times 10^4 \text{ J/cm}^2$ ),如图 2(b) 所示。图 3 给出了不同激光入射功率下两种基片上产

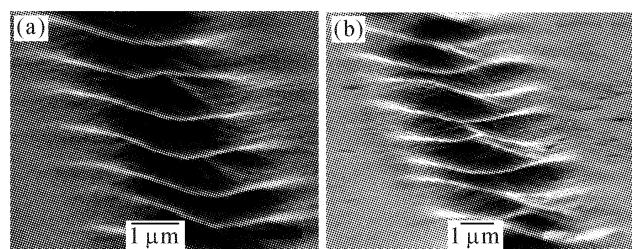


图 2 不同入射激光功率下产生的周期性微结构的扫描电子显微镜图片

(a) 波纹状突起结构;(b) 皱褶状突起结构

Fig. 2 SEM images of periodic microstructures formed on the sample surface at different laser power  
(a) rippled structures; (b) bump-like corrugated structures

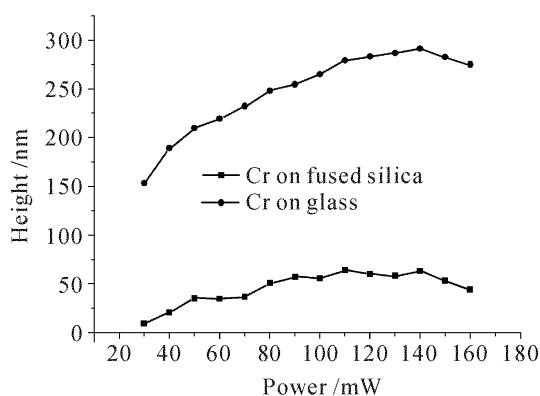


图 3 不同入射激光功率下石英和玻璃两种基片上微结构突起高度的变化曲线

Fig. 3 Heights of the microstructures formed on two kinds of sample's surface with the different laser powers

生的微结构的突起高度变化曲线,很明显,两种基片上产生的微结构突起高度在饱和以前都随着入射飞秒激光功率的增大而增加,但在激光功率超过140 mW时就开始减少,当激光功率持续不断地增大时,样品表面的周期性微结构将变得不稳定或者被破坏掉。从图3还可以看出,玻璃和石英两种基片上产生的微结构突起高度相差一个数量级,这是因为石英材料的结构比玻璃更加致密和紧凑。

为了更好地了解样品表面微突起结构的形成机制,在60 mW的飞秒激光功率下,制作了两片表面具有微突起结构的样品,并在 Taylor Hobson 台阶仪下测出其表面轮廓。然后,将一片放入实验室配

制的去铬溶液中;另一片放入体积分数为10%的氢氟酸溶液。过20 min后取出两片样品再分别在台阶仪下进行测量,并与放入溶液之前测量的结果进行对比,如图4所示。结果发现放入去铬溶液的那一片样品的表面形貌基本保持不变,只是微结构的突起高度增加了约一层铬膜的厚度;而放入氢氟酸溶液中的那一片样品的表面形貌则出现了截然相反的变化,样品表面原来的微突起结构在经过氢氟酸溶液处理后变成了凹陷。这从化学上证明了,样品表面经飞秒激光加工后所形成的微突起结构是由玻璃和石英的主要成分 $\text{SiO}_2$ 组成的,而不是由其表面的金属铬组成。

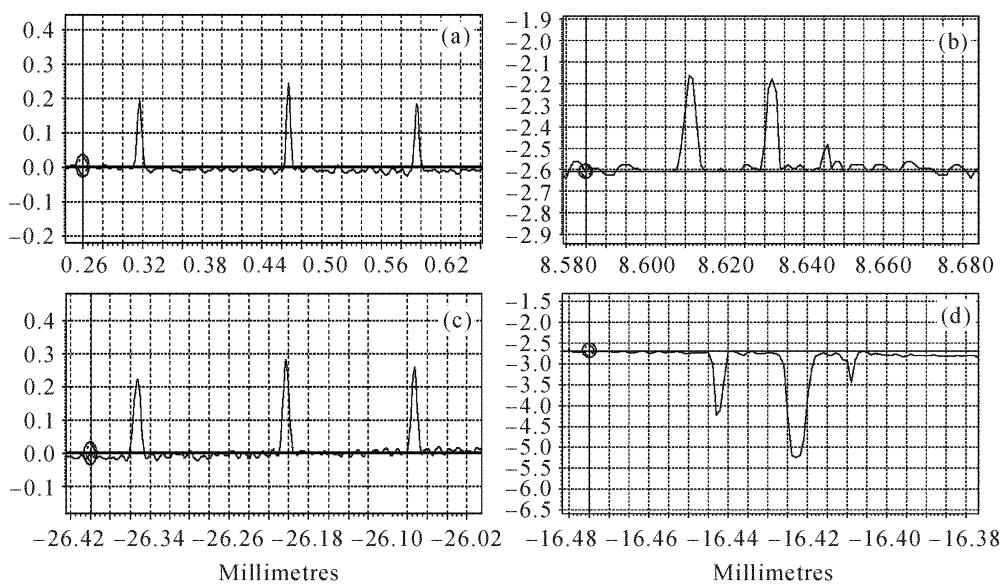


图4 样品放入溶液处理前后 Taylor Hobson 测得的其表面形貌的对比

(a)和(b)分别是样品放入去铬溶液前后的表面轮廓;(c)和(d)分别是样品放入体积分数为10%氢氟酸溶液前后的表面轮廓

Fig. 4 Comparisons of surface profiles of each sample measured by Taylor Hobson step height standard

(a) and (b) are the first sample's surface profile before and after put into chromium-removed solution, respectively;

(c) and (d) are the second sample's surface profile before and after put into hydrofluoric acid of 10% in concentration

通过飞秒激光脉冲对金属和透明材料加工纳米结构,已有很多文献报道<sup>[8~12]</sup>。利用聚焦的飞秒脉冲直接烧蚀材料可产生亚微米的孔和周期性微结构,并且最小尺寸可以做到100 nm左右,包括微突起和纳米喷嘴。然而,文献所报道的微突起结构,均是由样品表面的金属膜形成的,我们在实验中却发现造成微突起结构的并不是样品表面的金属膜,而是由样品的衬底材料产生的。而在同样的实验条件下,利用飞秒激光脉冲对洗去铬膜的样品进行加工时,其表面却没有任何现象和变化发生。所以可以推断,样品表面铬层的存在帮助了这种周期性微突起结构的形成。在高重复频率情况下,入射到铬层上的飞秒激光脉冲充当一个点热源,铬层吸收能

量除用于自身的烧蚀外,还传导给衬底材料,并导致衬底表面的熔化,从而促使了样品表面微突起结构的形成。从图2(a)还可以看出,这种波纹状突起结构具有垂直于入射电场方向(飞秒激光为水平方向偏振)的波矢,并且呈现出飞秒激光波长量级的周期。不难推断这种周期性波纹结构的形成包含了入射波被熔化的样品表面散射而转换为表面波的过程,入射波和表面等离子波(surface-plasma waves)的干涉对光强的调制促使了波纹结构的快速增长,而且波纹结构的增长又增强了对入射波的散射,形成一个正反馈效应,最终产生的周期性波纹结构随着材料的凝固而被固定下来。实验中,还发现这种周期性的波纹结构在较低的激光能流下形成,在较

高激光能流时退化成皱褶状突起结构,随着入射到样品表面的飞秒脉冲数的持续增加,激光能流累积到一个更高的水准,就会破坏掉样品表面所形成的微突起结构。这意味着周期性波纹结构的形成存在着一个激光能流的上限,并且这一上限略大于铬层的烧蚀阈值。这些波纹状突起结构的形貌、尺寸和高度取决于入射飞秒激光的能流,以及飞秒脉冲的参数,如脉冲宽度、重复频率等。适当选取这些参数,可以在样品上获得形状规则并且可控的高密度波纹状突起结构,这为利用飞秒激光快速制作表面纳米器件提供了实验基础。我们通过选取适当的飞秒激光功率和样品加工速度,还制作出了两种不同周期和线宽的光栅结构,如图 5 所示,可以看出在光栅线条的边缘处具有很好的均匀性和质量,显示了飞秒激光振荡器具有良好的加工性能。

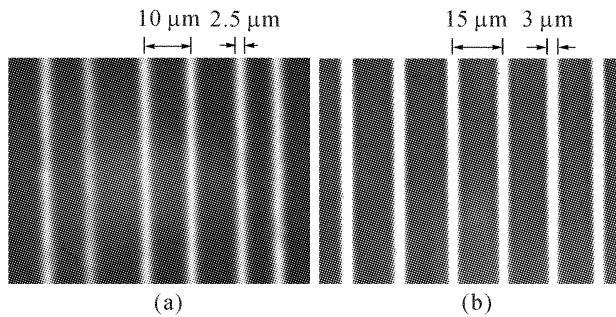


图 5 飞秒激光振荡器制作的两种不同周期和线宽的光栅结构

Fig. 5 Optical microscope images of grating structures formed on chromium layers with different periods and linewidths

## 4 结 论

使用直接由振荡器产生的纳焦飞秒激光脉冲,对镀有铬层的玻璃和石英分别进行了烧蚀研究。实验发现在两种样品表面所加工的线条处,均产生了周期性的微突起结构。为此,还研究了飞秒激光功率与微突起结构幅度的关系,这些微突起结构离开样品表面的高度从 10~300 nm 不等,并且随着激光功率的增大而增加,在一定功率下达到饱和状态。通过化学方法证明了这些微突起结构是由玻璃和石英的主要成分  $\text{SiO}_2$  组成的。这些波纹状突起结构

的形貌、尺寸和高度取决于入射飞秒激光的能流,以及飞秒脉冲的参数,如脉冲宽度、重复频率等。适当选取这些参数,可以在样品上获得形状规则并且可控的高密度波纹状突起结构,这为利用飞秒激光快速制作表面纳米器件提供了实验基础。通过选取适当的飞秒激光功率和样品加工速度,还制作了两种不同周期和线宽的光栅结构,显示出飞秒激光振荡器良好的加工性能。

## 参 考 文 献

- 1 M. D. Perry, B. C. Stuart, P. S. Banks *et al.*. Ultrashort-pulse laser machining of dielectric materials [J]. *J. Appl. Phys.*, 1999, **85**(9):6803~6810
- 2 B. N. Chichkov, C. Momma, S. Nolte *et al.*. Femtosecond, picosecond, and nanosecond laser ablation of solids [J]. *Appl. Phys. A*, 1996, **63**:109~115
- 3 Sun Xiaohui, Zhou Changhe, Yu Bingkun. The latest development of femtosecond laser processing [J]. *Laser and Optoelectronics Progress*, 2004, **41**(9):37~45  
孙晓慧,周常河,余炳琨. 飞秒激光加工最新进展[J]. 激光与光电子学进展, 2004, **41**(9):37~45
- 4 K. Venkatakrishnan, N. R. Sivakumar, B. Tan. Fabrication of planar gratings by direct ablation using an ultrashort pulse laser in a common optical path configuration [J]. *J. Appl. Phys. A*, 2003, **76**:143~146
- 5 Jonathan B. Ashcom, Rafael R. Gattass, Chris B. Schaffer *et al.*. Numerical aperture dependence of damage and supercontinuum generation from femtosecond laser pulses in bulk fused silica [J]. *J. Opt. Soc. Am. B*, 2006, **23**(11):2317~2322
- 6 Xiaohui Sun, Changhe Zhou, Huayi Ru *et al.*. Laser writing system for fabrication of diffractive optics elements [J]. *Chin. Opt. Lett.*, 2004, **2**(1):4~6
- 7 Enwen Dai, Changhe Zhou, Guomei Li. Dammann SHG-FROG for characterization of the ultrashort optical pulses [J]. *Opt. Express*, 2005, **13**(16):6145~6152
- 8 S. Nolte, B. N. Chichkov, H. Welling *et al.*. Nanostructuring with spatially localized femtosecond laser pulses [J]. *Opt. Lett.*, 1999, **24**(13):914~916
- 9 J. Koch, F. Korte, T. Bauer *et al.*. Nanotexturing of gold films by femtosecond laser-induced melt dynamics [J]. *Appl. Phys. A*, 2005, **81**:325~328
- 10 Ingolf V. Hertel, Razvan Stoian, David Ashkenasi *et al.*. On the physics of material processing with femtosecond lasers [J]. *RIKEN Review No. 32: Focused on Laser Precision Microfabrication (LPM2000)*, 2001, **1**:23~30
- 11 Ajit P. Joglekar, Hsiao-hua Liu, Edgar Meyhöfer *et al.*. Optics at critical density: Applications to nanomorphing [J]. *PNAS*, 2004, **101**:5856~5861
- 12 A. Y. Vorobyev, Chunlei Guo. Femtosecond laser nanostructuring of metals [J]. *Opt. Express*, 2006, **6**(6):2164~2169