飞秒激光参数对石英玻璃微孔加工的影响

邢松龄'刘 磊^{1*} 邹贵生'张学谦' 白海林'YN Zhou^{1,2}

'清华大学机械工程系先进成形制造教育部重点试验室,北京 100084

²Department of Mechatronics and Mechanical Engineering, University of Waterloo, Canada, N2L 3G1

摘要 微孔加工是微器件加工中的重要环节,飞秒激光的强烈非线性吸收和"冷加工"特性使其在玻璃微纳加工方面有独特的优势和应用前景。选用石英玻璃作为试验材料,研究飞秒激光参数对微孔深径比及形貌的影响。结果表明,飞秒激光脉冲能量、打孔速度对微孔深径比存在较大影响。随着激光能量和打孔速度的增加,微孔深径比均呈现减小趋势。通过选择适当参数,可以获得深径比大于25:1 且孔形较好、无明显裂纹的长直微孔。为了获得更好的聚焦效果,采用倍频晶体 BBO获得了400 nm 波长的飞秒激光。用相同聚焦透镜时400 nm 飞秒激光加工的微孔比 800 nm 更小。此外,也对飞秒激光微孔加工中常见的缺陷进行了分析。 关键词 超快光学;飞秒激光;微孔加工;石英玻璃;倍频

中图分类号 0439 文献标识码 A

doi: 10.3788/CJL201542.0403001

Effects of Femtosecond Laser Parameters on Hole Drilling of Silica Glass

Xing Songling¹ Liu Lei¹ Zou Guisheng¹ Zhang Xueqian¹ Bai Hailin¹ Y N Zhou^{1,2}

¹Ministry of Education Key Laboratory of Advanced Materials Processing, Department of Mechanical Engineering, Tsinghua University, Beijing 100084, China

²Department of Mechatronics and Mechanical Engineering, University of Waterloo, Canada, N2L 3G1

Abstract Micro-hole drilling is an important process for microfluidic device fabrication. Owing to its strong nonlinear absorption and 'cold' processing on materials, femtosecond laser is a promising tool for micromachining of glass. In the present study, effects of femtosecond laser parameters on hole drilling of silica glass are studied. The results show that both laser energy and processing speed affect the hole diameter and depth. When selecting proper parameters, long and straight micro-holes with no obvious crack and aspect ratio over 25:1 can be obtained. Furthermore, in order to obtain better focusing-condition, the frequency doubling crystal beta-barium borate (BBO) is used to obtain 400 nm wavelength femtosecond laser. Compared with 800 nm wavelength, 400 nm femtosecond laser can get smaller hole diameter under the same focusing lens. Defects during femtosecond laser hole drilling are discussed as well.

Key words ultrafast optics; femtosecond laser; micro-hole drilling; fused silica; frequency-double **OCIS codes** 320.7090; 140.3390; 160.2750

1 引

近年来,在微流体器件制造、电子封装等领域对高深径比、高精度微孔加工的需求越来越多^[1-2]。微孔一

收稿日期: 2014-10-08; 收到修改稿日期: 2014-11-18

基金项目:国家自然科学基金(51375261)、北京市自然科学基金(3132020)、博士点专项科研基金(20130002110009)、清华大学自主科研计划(2013Z02-1)

作者简介:邢松龄(1992—),男,博士研究生,主要从事超快激光微纳成形制造与器件等方面的研究。

E-mail: xingsl14@mails.tsinghua.edu.cn

言

导师简介: 邹贵生(1965—), 男, 教授, 主要从事微/纳(连接)成形制造及其应用等方面的研究。

E-mail: zougsh@mail.tsinghua.edu.cn

* 通信联系人。E-mail: liulei@tsinghua.edu.cn

般指直径小于 300 μm 的孔,在精密加工领域,尤其对微孔的尺寸及质量提出了很高的要求。传统打孔方法 包括机械钻孔、电火花打孔、电子束打孔等,然而都存在一定的局限性^[3]。特别在一些特殊材料上,如玻璃, 使用传统方法加工高精度微孔显得尤为困难。与传统方法相比,使用飞秒激光进行微孔加工是一种更为高 效的方法。飞秒激光则很好地克服了传统加工方法中的困难,能够适应不同材料并能在相对普通环境下进 行高精度微孔加工,特别是对直径 30 μm 以下的微孔,飞秒激光是最适合的加工手段。吉林大学孙洪波等^[4-6] 使用飞秒激光直写技术,制备出了多种以蛋白质、磁性化聚合物为基底的三维微光学器件,并验证了其优越 的生物及机械性能。西安交通大学陈烽等^[7]利用飞秒激光诱导材料改性辅助化学刻蚀方法,得到三维螺旋 微通道结构,进而制备金属微器件。如今,飞秒激光微孔加工已在我国航空航天、汽车、医疗等领域得到重 要应用,使得一些关键零部件加工制造的技术瓶颈得到突破^[8-14]。

飞秒激光作为超快激光的典型代表,具有普通激光不具备的优势。飞秒激光具有极短的脉冲宽度、极高的峰值能量,加工过程中表现出强烈的非线性效应^[15]。由于飞秒激光的脉冲宽度小于多数物理化学过程的特征时间,因此加工时热影响区极小,加工质量大大提高^[16]。飞秒激光能够聚焦到透明介质内部,可以实现三维空间内几乎任意形状的加工,为高深径比微孔通道的加工提供了可能。飞秒激光的加工过程主要表现为对材料的烧蚀,因此激光光斑的能量密度须超过材料的损伤阈值^[17]。若根据飞秒激光高斯光斑特性,通过控制峰值能量,进而控制加工区域,则可实现微米尺度内孔的精加工。

本文针对微器件加工基础部分研究的需要,研究影响微孔深径比、形貌、质量的工艺参数,并对其进行分析。此外,在国内公开发表的研究成果中,尚未出现针对400 nm这一特定波长条件下飞秒激光微孔加工的示例。与800 nm波长相比,400 nm波长飞秒激光具有更好的聚光性,可以降低石英玻璃的烧蚀阈值。基于上述特点,还进行了400 nm波长条件下微孔加工的工艺探索。



图 1 飞秒激光钻孔方式。 (a) 自上而下; (b) 自下而上 Fig.1 Schematic of femtosecond laser drilling method. (a) Top to bottom; (b) bottom to top



图2 试验中打孔过程示意图。 (a)常规加工; (b)水辅助法加工 Fig.2 Schematic of drilling process in experiment. (a) Traditional; (b) liquid-assisted

2 试验方法

试验使用JGS2型石英玻璃,将其切成尺寸约为60 mm×10 mm×2 mm的长方形条,并用压缩空气吹除试 样表面灰尘,保证试样上下表面无附着物,使激光光路在玻璃内部传输良好。加工微孔所使用激光器脉冲 宽度为50 fs,脉冲重复频率为1 kHz,波长为800 nm,腔外可使用BBO晶体倍频至400 nm。飞秒激光试验用 显微物镜的数值孔径(NA)为0.25。

飞秒激光在常温常压下对微孔进行加工。微孔加工的过程包括对焦、编程控制位移台的移动、电子快 门控制激光开关。通常,飞秒激光孔加工扫描方式分为两种,一是从顶面自上而下加工,二是从底面自下而 上加工,如图1所示。试验中常规加工法采用第一种扫描方式,如图2(a)所示,将激光焦点对至试样上表面, 而后下移焦点自上至下进行材料去除加工。试验中液体辅助法采用第二种扫描方式,如图2(b)所示,首先加 入液体使液体在试样下表面良好铺展,而后激光焦点对至试样下表面以下,上移焦点自下至上进行材料去 除加工,加工过程中试样底部的水由于毛细作用进入微孔,带走碎屑。试验使用金相显微镜、扫描电子显微 镜(SEM)对微孔形貌、尺寸、表面质量进行表征,同时表征孔的入口截面(xy平面)与空的侧剖面(xz平面)。

3 试验结果与讨论

3.1 800 nm 波长条件下微孔深径比与激光参数的关系

飞秒激光与石英玻璃的作用过程表现为对材料的烧蚀去除,即能量密度超过材料损伤阈值使材料直接 气化,而不是主要依靠热效应进行熔化¹¹⁸¹。此外,烧蚀过程中产生的碎屑需通过已加工通道排出。因此,激 光能量和焦点相对试样移动速度(以下称打孔速度)对微孔的深径比存在较大影响。前期试验观察到,采用 常规自上而下的加工方法[图 2(a)],利用 800 nm 飞秒激光很难加工出深径比大于 10:1 的微孔,因此 800 nm 激 光部分采用了液体辅助法[图 2(b)]进行玻璃微孔加工。

图 3 和图 4 分别为激光平均功率、打孔速度与微孔直径的变化关系。试验采用蒸馏水辅助法,结果表 明,入射激光能量的改变对孔径影响较大,随着入射激光能量的增加,玻璃入口处孔径增大,且变化明显。 与之相比,打孔速度的变化对孔径影响不明显。分析认为这种现象的产生,是由飞秒激光对材料的"烧蚀" 机制决定的。由于高斯光斑的能量特性,增大能量时,焦平面处超过玻璃损伤阈值的直径增加,微孔孔径明 显增大。事实上考虑脉冲激光的连续作用,即使单脉冲的能量密度低于玻璃的损伤阈值,长时间照射也能 改变玻璃的结构甚至降低损伤阈值。因此降低打孔速度时孔径也会增加,但打孔速度对孔径的影响比功率 对孔径的影响小很多。



图3 微孔孔径与激光能量的关系









图 5 和图 6 分别为激光平均功率、打孔速度与微孔深度(该参数下的最大孔深)的变化关系。由图 5 可知, 入射激光能量对孔深的影响趋势与打孔速度相关联:当速度小于 20 μm/s时,孔深随激光能量增加呈现增大 趋势;当速度大于 20 μm/s时,孔深基本不随能量而改变,仅在较小的范围内波动。打孔速度对孔深的影响 与使用的能量关系不大(图 6),不同能量下,打孔速度越大孔深越小,且能量大于 20 mW 时,这种趋势更明显。



由以上结果可见,孔深、孔径以及深径比是不同激光参数综合作用的结果,这与液体辅助的机理有关。 液体辅助法可以保证加工前段光路的完整性,同时由于毛细作用,水会进入已加工的微孔,及时带走玻璃的 烧蚀碎屑。基于此,能量越大,入口孔径越大,因此进入微孔的水增多,起到更好地带走碎屑的效果,微孔孔 深增大。但对于过高的激光能量,会在同一点产生更强的烧蚀,使微孔内壁形貌变差,粗糙度增加,反而阻 碍水的进入,因此对孔深的增加产生轻微不利影响。打孔速度的降低,会给激光烧蚀玻璃和蒸馏水排出碎 屑足够的时间,孔深增大。然而能量较大时,光斑在某一位置停留过长的时间又会导致气泡产生过多,使水 与加工前段不能接触完全,因此在大能量(大于80 mW)的低打孔速度(小于10 μm/s)范围内,孔深变化不明 显。打孔速度的增加,造成激光烧蚀玻璃时间过短,能量在某一特定烧蚀点不稳定,即在一个烧蚀点玻璃尚 未完全气化,等离子体已经移动到下一个烧蚀点。因此碎屑未能及时排出,堵塞微孔,使水不能再辅助微孔 加工,之后烧蚀碎屑就停留在对应的空间位置,形成一条明显的"烧蚀线",如图7所示。事实上,虽然随着打 孔速度增大,孔深有减小趋势,但是在打孔速度大于40 μm/s时,微孔孔深不再具有统计规律。

由以上分析可知,获得高深径比微孔的关键在于选用低的打孔速度(5 μm/s)、高的激光能量(大于 20 mW), 如图 8 所示。试验中成功加工出孔径为 72 μm,深度为 1824 μm 的微孔,深径比达到 25.3:1,如图 9 所示。



图 9 高深径比微孔。 (a) 剖面形貌; (b) 人口截面形貌(平均功率102.8 mW,打孔速度5μm/s,甲醇辅助) Fig.9 High aspect ratio micro-holes. (a) Section view; (b) entrance view (laser energy of 102.8 mW, processing speed of 5μm/s, methanol-assisted

3.2 400 nm 波长条件下微孔形貌

激光波长越小,焦点处光斑尺寸越小,加工精度越高。采用BBO晶体对800 nm激光进行倍频,获得了400 nm飞秒激光,并对400 nm飞秒激光微孔加工进行了初步试验。然而与800 nm激光不同,在相同水辅助试验条件下无法利用400 nm飞秒激光获得较好的微孔。图10是使用蒸馏水辅助法的试验结果,试样近水一侧表面并未形成微孔,仅仅呈现出椭圆状深色痕迹;远水一侧表面则与800 nm波长激光作用结果相似,出现微孔结构与热影响区。通过低温退火试验证实,试样近水一侧表面深色区域并非熔化区,而是激光作用 后产生的色心缺陷。由于石英玻璃的损伤阈值与波长有较大的关系,400 nm光的良好聚光性使能量分布过



图 10 400 nm 波长条件下水辅助法加工微孔显微图片。(a) 近水侧;(b) 远水侧 Fig.10 Micro-holes on 400 nm wavelength condition with water-assisted. (a) Water side; (b) back to water

于集中,在等离子体到达近水表面附近时,上表面的能量密度已经超过石英玻璃的损伤阈值,因此飞秒激光 仅直接对石英玻璃上表面进行加工。

使用常规方法加工微孔,获得了不同于液体辅助法的形貌,如图11所示。微孔入口处呈现很大锥度,深 入约40μm后微孔直径变为10μm。在焦点移动过程中,微孔入口处光斑面积增大,烧蚀范围增加;微孔内 部光束不规则且停留时间较短,因此内部直径较小。由此认为利用400nm激光的紧聚焦性可直接加工更小 孔径的微孔,同时用旋切法获得质量较高的微孔。



图 11 400 nm 波长激光加工微孔形貌

Fig.11 Morphology of micro-holes on 400 nm wavelength condition

3.3 微孔缺陷分析

玻璃微孔加工常见的缺陷有孔型不圆、崩边、裂纹等,如图12所示。形成这些缺陷的原因与光束质量、 加工工艺及参数有关。



图 12 微孔缺陷示意图 Fig.12 Schematic of micro-holes defects

试验中微孔加工方式为叩击式加工,光束焦点仅在竖直方向移动,因此加工微孔对于光束质量要求很高。对于高斯能量分布的光斑,边缘处能量不稳定,会在阈值附近轻微波动,加之玻璃材料的硬脆性,因此边缘处出现形状不规则及崩边的情况。

裂纹的出现情况多集中在小于60 mW的激光能量与大于80 μm/s的打孔速度加工的区域,且同时存在于 微孔入口表面与内部,如图13所示。对于飞秒激光玻璃微孔加工的裂纹产生机制,目前尚未有研究提及。初 步认为与焦深、液体、玻璃材料特性等方面有关。试验测得所使用物镜在实际加工过程中焦深约为140 μm。 打孔速度较慢时,同样的Δt时间内材料烧蚀较少,玻璃与水的蒸气的压强较小,对孔壁及入口冲击较小;打孔 速度较快时,Δt时间内烧蚀材料增多,一定质量的玻璃蒸气集中在很小区域内产生很大压强,对孔壁及入口造 成较大冲击力,产生裂纹。此外,玻璃装卡本身产生一定的应力,高温高压的等离子体在对材料进行烧蚀加工 的同时,由于边缘处能量不稳定,造成接触边缘冷热分布不均,在应力的作用下也使之产生裂纹。



图 13 孔内壁微裂纹扫描电镜图 Fig.13 Scamming electron microscope images of crack on the micro-hole wall

4 结 论

1) 在 800 nm 波长飞秒激光条件下,利用水辅助法可以加工高深径比微孔。在加工过程中,激光能量与 打孔速度对孔径、孔深有着较大影响。

2) 相比于 800 nm, 400 nm 飞秒激光可直接加工更小(10 μm)的孔径。

3) 能量控制在 80~100 mW 时孔型较圆且崩边现象不明显;小于 20 μm/s 的打孔速度有利于减少裂纹。 缺陷形成机制有待进一步探讨。

参考文献

1 C Rubbia, E Fermi. Corrosion news[J]. Materials and Corrosion, 2013, 64(11): 1039.

2 An Ran. Femtosecond Laser Fabrication of Elements of Glass Microfluidic Chips[D]. Beijing: Peking University, 2006.

- 安 然. 玻璃中微流控芯片元件的飞秒激光制备[D]. 北京: 北京大学, 2006.
- 3 Xia Bo, Jiang Lan, Wang Sumei, *et al.*. Femtosecond laser drilling of micro-holes[J]. Chinese J Lasers, 2013, 40(2): 0201001. 夏 博,姜 澜, 王素梅, 等. 飞秒激光微孔加工[J]. 中国激光, 2013, 40(2): 0201001.
- 4 Sun Siming, Sun Yunlu, Liu Dongxu, *et al.*. Protein functional devices manufactured by femtosecond laser direct writing[J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2013, 50(8): 080003.

孙思明,孙允陆,刘东旭,等.飞秒激光直写制备蛋白质功能化器件[J].激光与光电子学进展,2013,50(8):080003.

- 5 Y L Sun, D X Liu, W F Dong, et al.. Tunable protein harmonic diffractive micro-optical elements[J]. Opt Lett, 2012, 37(14): 2973-2975.
- 6 H Xia, J Wang, Y Tian, *et al.*. Ferrofluids for fabrication of remotely controllable micro-nanomachines by two-photon polymerization [J]. Advanced Materials, 2010, 22(29): 3204-3207.
- 7 K Liu, Q Yang, Y Zhao, *et al.*. Three-dimensional metallic microcomponents achieved in fused silica by a femtosecond-laser-based microsolidifying process[J]. Microelectronic Engineering, 2014, 113: 93-97.
- 8 A C Forsman, E H Lundgren, A L Dodell, *et al.*. Double-pulse format for improved laser drilling-Second pulse enhances both drilling speed and hole quality[J]. Photonics Spectra, 2007, 41(9): 72-+.
- 9 I Miyamoto. Laser materials processing in Japan[J]. Laser Technik Journal, 2008, 5(3): 16-20.
- 10 T Juhasz, L H Loesel, R M Kurtz, et al.. Corneal refractive surgery with femtosecond lasers[J]. IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics, 1999, 5(4): 902-910.
- 11 A Heisterkamp, I Z Maxwell, E Mazur, et al.. Pulse energy dependence of subcellular dissection by femtosecond laser pulses[J]. Opt Express, 2005, 13(10): 3690-3696.
- 12 Wei Di, Cheng Ping, Chen Xiangdong, et al.. Study on femtosecond laser processing of nonmetal vascular stent[J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2013, 50(9): 091403.
 - 位 迪,程 萍,陈向东,等.基于飞秒激光加工非金属血管支架的工艺研究[J].激光与光电子学进展,2013,50(9):091403.
- 13 Wang Feng, Luo Jianjun, Li Ming. High-precision method of machining taper holes of diesel engine nozzle with femtosecond laser [J]. Acta Photonica Sinica, 2014, 43(4): 0414003.

王 锋,罗建军,李 明.飞秒激光高精细加工柴油机喷油嘴倒锥孔法[J].光子学报,2014,43(4):0414003.

- 14 Lin Jindu, Wu Haizhu. The process development of laser in fine micro-hole[J]. Printed Circuit Information, 2014, (1): 26-29. 林金堵, 吴海珠. 精细微孔的激光加工的发展[J]. 印制电路信息, 2014, (1): 26-29.
- 15 C B Schaffer, A Brodeur, E Mazur. Laser-induced breakdown and damage in bulk transparent materials induced by tightly focused femtosecond laser pulses[J]. Measurement Science and Technology, 2001, 12(11): 1784.
- 16 B N Chichkov, C Momma, S Nolte, *et al.*. Femtosecond, picosecond and nanosecond laser ablation of solids[J]. Applied Physics A, 1996, 63(2): 109-115.
- 17 He Fei, Cheng Ya. Femtosecond laser micromachining: frontier in laser precision micromachining[J]. Chinese J Lasers, 2007, 34(5): 595-622.

何 飞,程 亚.飞秒激光微加工:激光精密加工领域的新前沿[J].中国激光,2007,34(5):595-622.

18 K H Leitz, B Redlingshöfer, Y Reg, *et al.*. Metal ablation with short and ultrashort laser pulses[J]. Physics Procedia, 2011, 12: 230-238. 栏目编辑: 宋梅梅