

采用化学腐蚀辅助皮秒激光成丝技术获得蓝宝石亚微米级精细切面的研究

燕天阳¹, 季凌飞¹, Li Lin^{1,2}, Amina¹, 王文豪¹, 林真源¹, 杨强¹

¹北京工业大学激光工程研究院, 北京 100124;

²曼彻斯特大学激光加工研究中心, 曼彻斯特 M13 9PL, 英国

摘要 以波长为 1064 nm 的超短脉冲激光(脉宽为 10 ps)作为成丝激发源, 引导自聚焦效应在蓝宝石内部产生了突破瑞利长度限制的成丝线迹。利用成丝区因相变而造成的与材料其他区域物相的不同, 辅以化学腐蚀的方法, 获得了切面粗糙度为 800 nm 的蓝宝石切割件, 该技术可实现自由路径切割。分析了皮秒激光的成丝特征和技术实现的工艺参数, 确定了皮秒激光在蓝宝石内的自聚焦阈值功率为 2.78×10^6 W, 探究了激光峰值功率、聚焦位置及辐照点脉冲数对皮秒激光在蓝宝石内部成丝起始位置和切割质量的影响, 获得了实现蓝宝石高精度切割的工艺参数。

关键词 激光技术; 超快激光; 成丝效应; 蓝宝石; 化学腐蚀; 高精度切割

中图分类号 TN249 **文献标识码** A

doi: 10.3788/CJL201744.1002002

Submicron Fine Cutting-Surface of Sapphire Obtained by Chemical Corrosion Assisted Picosecond Laser Filamentation Technology

Yan Tianyang¹, Ji Lingfei¹, Li Lin^{1,2}, Amina¹, Wang Wenhao¹,
Lin Zhenyuan¹, Yang Qiang¹

¹Institute of Laser Engineering, Beijing University of Technology, Beijing 100124, China;

²Laser Processing Research Center, The University of Manchester, Manchester M13 9PL, United Kingdom

Abstract The ultra-short pulse laser with the wavelength of 1064 nm and the pulse width of 10 ps is used as filamentation excitation source to induce the self-focusing effect inside sapphire creating a long filamentation trace, and the length of the filamentation trace breaks through the limitation of Rayleigh length. On the basis of different phases between filamentation region and the rest of the sapphire, we obtain fine cutting-surface of sapphire with roughness of 800 nm with the help of chemical corrosion. Arbitrary cutting paths can be achieved by this technique. The filamentation characteristics of picosecond laser and the processing parameters for the presented technique are studied. The laser power threshold of self-focusing effect is determined to be 2.78×10^6 W. The effects of picosecond laser peak power, focusing position and the number of pulses on the initial position of filamentation and cutting quality are investigated. The processing parameters for realizing high precision cutting of sapphire are obtained.

Key words laser technique; ultrafast laser; filamentation effect; sapphire; chemical corrosion; high precision cutting

OCIS codes 140.3390; 140.7090; 320.7110

收稿日期: 2017-04-08; 收到修改稿日期: 2017-06-14

基金项目: 国家自然科学基金(51575013, 51275011)

作者简介: 燕天阳(1993—), 男, 硕士研究生, 主要从事超快激光精密加工非金属材料方面的研究。

E-mail: yantianyang@emails.bjut.edu.cn

导师简介: 季凌飞(1971—), 女, 博士, 研究员, 博士生导师, 主要从事材料激光制造科学与技术等方面的研究。

E-mail: ncltji@bjut.edu.cn(通信联系人)

1 引言

蓝宝石又称刚玉,为六方紧密堆积结构的氧化铝单晶($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$),具有较高的强度、硬度,以及优良的高温稳定性、化学惰性和透光性,广泛应用于微流体、显示屏、发光二极管(LED)衬底等航天尖端科技及现代电子制造领域^[1-3]。目前,对蓝宝石的加工需求正朝着大厚度、高精度等方向发展,而蓝宝石的高硬度、高脆性及稳定的化学性能使其精细加工面临着极大挑战。

激光切割为高能量、非接触式加工,可以尽量减少因接触加工而产生的应力伤害等,具有可加工硬脆材料的优势^[4],将激光切割技术应用于蓝宝石的精细加工一直是研究人员积极探索的方向。脉宽在纳秒量级以上(含纳秒量级)的激光对材料的去除作用以热效应为主。2010年,哈尔滨工业大学的李长青等^[5]采用脉宽为1.1 ms的Nd:YAG脉冲激光对蓝宝石进行切割,并对断口进行了分析,观察了不同保护气氛下切割断口的物相和形貌,扫描电镜图显示样品切面具有明显的切痕条纹和微小颗粒,蓝宝石未切透的部分会在热应力作用下裂开。广东工业大学的谢小柱等^[6-7]系统地研究了波长为532 nm的纳秒激光对蓝宝石基片的划切过程,样品厚度为432 μm ,激光划切深度约为141 μm ,样品最终以裂片方式断开,研究结果表明纳秒绿激光烧蚀蓝宝石的机理主要是光热作用。

已有研究表明,热去除机制的激光会对蓝宝石产生严重的热损伤,导致蓝宝石不可避免地产生微裂纹、崩边及热影响区等^[8-11]。以飞秒脉宽激光为代表的超短脉冲激光可以有效抑制蓝宝石在切割加工中的热损伤^[12-14],更重要的是,当超短脉冲激光能量密度超过一定阈值后^[15],会与透明克尔介质(如空气^[16]、蓝宝石^[17]等)作用,产生一系列的非线性效应,超快激光成丝现象就是其中之一。目前,激光成丝传输的物理模型主要有自引导模型^[16]、移动焦点模型^[18]和动态空间补偿模型^[19]等。虽然至今尚没有一种模型能够清晰地阐明成丝机制,但Béjot等^[20]指出,对于脉宽相对较大的激光(脉宽不小于1.2 ps)的成丝现象,采用离子体散焦与激光自聚焦相平衡的经典模型更合适。在克尔自聚焦、等离子体散焦及非线性吸收等作用的动态平衡下^[21],超快激光在透明介质中传输时会形成几倍瑞利长度的高能量密度通道,这一具有高深宽比和高能量密度的成丝通道,有望为蓝宝石等高硬脆透明介质材料的高精度加工带来新突破^[22]。在王燕玲等^[23]的实验中,波长为268 nm、带宽为1.5 nm、单脉冲能量为0.58 mJ的紫外激光经过凹面镜聚焦后注入样品气氛池中,由强场非线性效应诱导形成了等离子体通道,研究了气体压力、聚焦长度、气体种类等对光丝的影响;实验结果表明,气体压力和聚焦长度的增加都有利于等离子体通道的延长,有利于光谱展宽。Wang等^[24]在飞秒激光剥蚀(LA)蓝宝石的研究中发现,能量密度为 $4.38\text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ 的飞秒激光脉冲会在蓝宝石表面留下微米级的微孔,分析认为该现象源于超快激光在空气中的自聚焦效应。Rapp等^[25]在研究中采用单脉冲能量为2 μJ 的贝塞尔光束(140 fs),通过高数值孔径($NA=0.8$)物镜将光束直接聚焦于蓝宝石内部,获得了长为30 μm 、直径为300 nm的微爆炸线迹,该微爆炸线迹的体积占整个光束改性区体积的16%。Liu等^[26]基于Raman谱和X射线衍射(XRD)谱指出,飞秒激光在蓝宝石表面划线区域的物相为 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$,它由原材料中的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 转变而成。在Hörstmann-Jungemann等^[27-28]的实验中,最大平均功率为1.5 W、脉宽为450 fs的超短脉冲激光经数值孔径 $NA=0.6$ 的显微物镜聚焦后获得了光斑直径为1 μm 的紧聚焦光束,用该光束辐照蓝宝石,辐照区蓝宝石因紧聚焦光束的多光子或雪崩吸收等场致电离效应而使能量沉积在材料中,使材料由结晶态转变为非晶态,通过超声酸化学腐蚀辐照非晶区域后可以获得高精度的空微结构。本课题组将这种方法称为原位选择性激光刻蚀(ISLE),并认为蓝宝石与辐照后非晶区的化学刻蚀比最大可达1:10000^[29-30]。皮秒激光作为超快激光中的另一大类,其单脉冲能量可达到几十甚至上百微焦耳,且稳定可靠,在工业领域具有非常广阔的应用前景。皮秒激光的脉宽在 $10^{-12}\sim 10^{-10}$ s量级,对自聚焦及成丝等非线性效应控制的难度更大,尤其是在固体克尔介质中的激发与控制。目前对皮秒激光的应用研究主要集中在其本征的超短脉宽冷去除机制,通过参数优化和工艺改进来获得材料的高质量加工^[31-35],但如何有效利用皮秒激光在蓝宝石内的非线性效应来获得更高精度的切割还鲜有报道。Murazawa等^[36]研究了紧聚焦($NA=0.8$)皮秒激光束偏振态对蓝宝石刻线的影响,发现当激光偏振方向垂直于蓝宝石晶面取向时,可以获得最细的切线,线直径约为7 μm 。Lott等^[37]利用提升焦点和螺旋切割路径相结合的方法,采用1030 nm波长的皮秒激光(脉冲宽度为0.8 ps)在厚度为430 μm 的蓝宝石上加工出了直径为400 μm 的圆孔,孔形规则,在单孔加工时间为4~6 s的条件下存在小于5°的孔壁锥度,但切面精度有待提高。

本研究从高功率皮秒激光激发蓝宝石成丝传输的阈值条件入手,分析了成丝工艺条件及成丝特征;在优化的成丝激光工艺条件下,按照“离散通孔”光束辐照方式^[38-39]沿加工路径移动光束;将相邻成丝线迹连接成相变区,在确定相变区晶相的基础上,采用合适的化学腐蚀方法实现了蓝宝石的高精度切割,切面的粗糙度 R_a 仅为几百纳米,切壁垂直度接近零锥度。

2 实验装置及方案

实验所用激光器为 1064 nm 皮秒激光器(EdgeWave,德国),配置可升降激光切割头及高精度平面数控机床。激光脉宽为 10 ps,光束质量因子 M^2 为 1.2,脉冲重复频率为 0.1~2 MHz,最大输出功率可达 100 W。数控移动平台 x 轴、 y 轴的定位精度和重复定位精度均为 $\pm 1 \mu\text{m}$ 。研究中所用 1064 nm 透镜的聚焦长度为 100 mm,未采用大数值孔径的物镜聚焦,因其仅用于常规聚焦,聚焦后的光斑直径为 20 μm 。材料样品是厚度分别为 2 mm 和 500 μm 的蓝宝石晶片。

实验所用激光的波长为 1064 nm,其在蓝宝石中的透过率约为 90%,因此激光能量注入的热效应不明显。当激光峰值功率大于自聚焦阈值功率 P_c ,且材料的非线性折射系数 n_2 取正值(聚焦作用)时,光束克服本身的衍射效应不断会聚,产生自聚焦效应。本研究采用的激光脉宽为 10 ps,由 B ejot 等^[20]的探测光谱实验可知此时不用考虑高阶克尔非线性效应。自聚焦阈值功率 P_c 的表达式^[40]为

$$P_c = \frac{3.77\lambda^2}{8\pi n_0 n_2}, \quad (1)$$

式中 λ 为激光波长; n_0 为蓝宝石的线性折射率,当波长为 1064 nm 时, $n_0 = 1.775$; $n_2 = 3.44 \times 10^{-20} \text{ m}^2 \cdot \text{W}^{-1}$ 为蓝宝石的非线性折射系数^[41]。由(1)式可计算得到 1064 nm 激光在蓝宝石中的自聚焦阈值功率为 $2.78 \times 10^6 \text{ W}$,重复频率为 200 kHz。将皮秒激光聚焦于蓝宝石上表面,并按设定峰值功率入射到蓝宝石中,通过优化工艺引导皮秒激光在蓝宝石内部激发成丝,获得一条自上而下的超细线迹;观察线迹的质量和直径,根据线迹质量确定单辐照点的激光功率和脉冲数;根据所测线迹的直径、加工路径长度及设定的线迹横向重叠率确定完成加工路径所需的激光辐照点脉冲数和光束移动速度。通过控制数控移动平台移动激光头,按照“离散通孔”的加工方式沿加工路径完成激光束对蓝宝石的移动辐照,将相邻超细线迹连接成“面”,得到沿加工路径自上表面起始到下表面为止的改性区域;测定改性区域的晶相,根据晶相的化学腐蚀特征,将激光辐照后的样品放在质量分数为 25% 的 HF 溶液中腐蚀 12 h,获得依循加工路径分离的高精度切割样件。

采用 Leica 公司的 DM2700 型偏光显微镜观察光丝的局部特征;采用 Olympus 公司的 OLS-3100 型激光扫描共聚焦显微镜(CLSM)测量光丝和切割面的特征参数;采用 Bruker 公司的 D8 Advance 型 X 射线衍射仪(XRD)对蓝宝石加工区域进行物相分析;采用 Hitachi 公司的 SU8020 型扫描电子显微镜(SEM)观察加工区域表面的微观形貌。

3 实验结果与讨论

峰值功率为 $1.25 \times 10^7 \text{ W}$ 的皮秒激光聚焦在 2 mm 厚蓝宝石表面获得的成丝线迹如图 1 所示,在图中可清晰地观察到平均线宽为 7 μm 、最大长度为 1575 μm 的光丝线迹,该长度远超过了激光在蓝宝石中衍射传播的瑞利长度(524 μm)。

由图 1 可见,在成丝开始前,激光的辐照使样品产生了明显的裂纹,裂纹宽度约为 50 μm ,长度约为

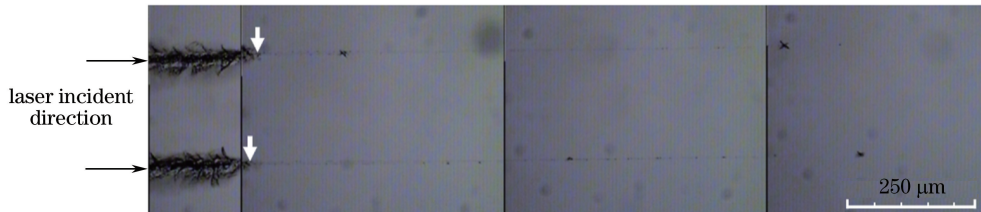


图 1 皮秒激光在蓝宝石内部激发的成丝线迹

Fig. 1 Filamentation traces in internal sapphire induced by picosecond laser irradiation

200 μm 。这是因为激光入射点附近的功率最大,过高的能量输入导致材料发生直接刻蚀及相应的应力损伤。从现象上看,激光对材料的直接刻蚀掩盖了光束传输的非线性效应,同时也造成了传输过程中的能量损失。当能量损失到一定程度但仍高于自聚焦阈值功率时,电离散焦因强度钳制抑制了光强的进一步提高,导致激光内部的光强被钳制在某一稳定值,即出现直径骤然缩小(如图1中白色箭头所示)后保持不变、但传输长度远超瑞利长度的光丝线迹。图1所示光丝线迹有不均匀的现象,这主要与成丝传输机制有关,而且材料的不均匀性也会对光丝线迹的均匀性产生一定影响。当激光的自聚焦效应和等离子体的散焦效应达到动态平衡时会形成稳定的自引导传输,当自聚焦效应占主导时,光束直径变小,能量密度增加,在蓝宝石中留下的线迹比较明显;当等离子体散焦效应占主导时,光束直径变大,能量密度降低,在蓝宝石中留下的线迹比较模糊。虽然光丝能量密度会随光束直径的变化而发生变化,但因强度的钳制作用,光丝能量密度被稳定在一定范围内,从而形成保持一定线宽的稳定的光丝传输。

定义高斯光束自聚焦的起始位置[即成丝起始位置 $Z_f(P)$]与入射激光峰值功率 P 的关系^[40]:

$$Z_f(P) = \frac{0.367ka_0^2}{[(\sqrt{P/P_c} - 0.852)^2 - 0.0219]^{1/2}}, \quad (2)$$

式中 $k = 2\pi/\lambda$ 为波数, a_0 为激光强度 $1/e$ 处的光束半径。由(2)式可知,当自聚焦阈值功率 P_c 确定后,自聚焦起始位置随入射激光峰值功率 P 的增大而减小。因此,选择合适的激光峰值功率可以使成丝起点尽可能地接近激光聚焦入射点,缩短图1中的裂纹。实验设定激光峰值功率为 $2.5 \times 10^6 \sim 7.5 \times 10^6$ W,在此范围内研究激光峰值功率、离焦量、辐照点脉冲数对成丝现象的影响。

图2所示为激光峰值功率对成丝直径和成丝长度的影响。设定激光重复频率为 200 kHz,辐照点脉冲数为 2000,样品为 500 μm 厚的蓝宝石晶片。由图2可见,当峰值功率为 2.5×10^6 W(略低于自聚焦阈值的计算值 2.78×10^6 W)时,样品中也会出现较短的成丝线迹。造成实验结果和计算结果偏差的原因是计算过程中未考虑介质中的高阶克尔非线性效应而进行了简化处理,但这并不影响对成丝整体特征及演变趋势的分析。

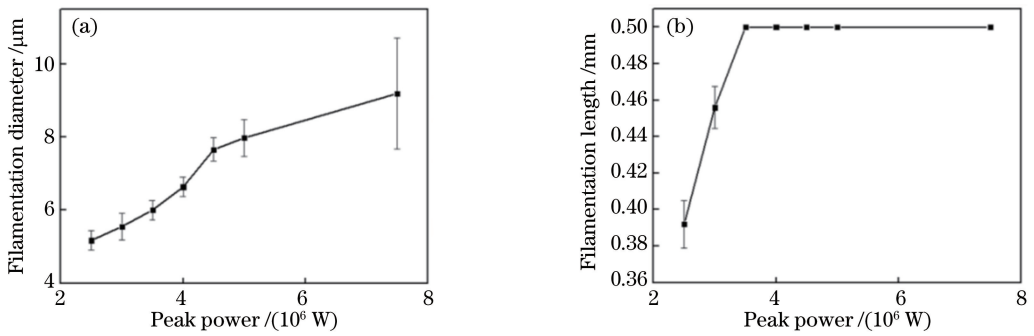


图2 皮秒激光峰值功率对蓝宝石(a)成丝直径和(b)成丝长度的影响

Fig. 2 Effects of picosecond laser peak power on (a) filamentation diameter and (b) filamentation length of sapphire

从图2(a)可以看出:成丝直径随激光峰值功率的增加而增大,当峰值功率由 2.5×10^6 W 增大到 3.5×10^6 W 时,成丝直径由 5.2 μm 增大至 6.1 μm ;当峰值功率大于 3.5×10^6 W 后,成丝直径大幅增大,说明较高的激光功率会在蓝宝石中产生更加复杂的非线性效应,除了维持成丝的长距离传输外,亦会增大传输介质的非线性折射率,从而在空间中出现具有更加细小的光丝分裂现象,但激光共聚焦显微镜的分辨率不够高,导致观察到的现象为光丝直径增大。由图2(b)可知:当峰值功率高于自聚焦阈值功率且小于 3.5×10^6 W 时,成丝长度小于 500 μm ,这是由于相对较低的激光能量不能及时补偿激光散焦及蓝宝石非线性吸收损耗的能量,导致成丝内部的动态平衡过早地被破坏而不能维持长距离传输;当峰值功率达到 3.5×10^6 W 时,激光激发的成丝长度可以穿透 500 μm 厚的蓝宝石样品,此时成丝直径最均匀,测量值约为 6.1 μm 。根据上述分析可以确定优化的峰值功率为 3.5×10^6 W。

在 3.5×10^6 W 激光峰值功率下,设定激光的重复频率为 200 kHz,辐照点脉冲数为 2000,将激光焦点位置设定在蓝宝石内部,逐次提升焦点位置对蓝宝石进行辐照,测量成丝出现的起始位置,探讨激光聚焦位置

对成丝起始位置的影响,获得的实验数据如图3所示。

当激光焦点位置位于蓝宝石表面以下 0.2~0.4 mm 时,激光成丝起始于激光聚焦前的蓝宝石内部。从激光入射的上表面到成丝起始点之间的区域为未聚焦光束辐照区,蓝宝石对 1064 nm 红外光具有很高的透过率^[42],因此该区域没有得到有效的激光改性,会导致后期化学腐蚀过程中的腐蚀速率较低或无法实现腐蚀去除。当激光聚焦位置位于蓝宝石表面以下 0~0.2 mm 以及蓝宝石表面以上 0~0.2 mm 时,成丝全都起始于蓝宝石上表面,且延伸至下表面,腐蚀液可分别从成丝线迹的上下两端对改性区域进行有效腐蚀,从而获得高精度的材料分离。

设定激光焦点位于蓝宝石表面以下 0.2 mm 处,激光峰值功率为 3.5×10^6 W,重复频率为 200 kHz,探究辐照点脉冲数对皮秒激光成丝直径的影响,如图4所示。当辐照点脉冲数为 2200 时,成丝直径约为 $6.3 \mu\text{m}$;当脉冲数小于 2200 和大于 2400 时,在其他激光工艺参数相同的情况下,成丝直径均发生了较大变化,特别是当脉冲数大于 2400 后,成丝直径大幅增加。由于实验所用激光本身具有较高的单脉冲能量($35 \mu\text{J}$),随着脉冲数累积,能量超出了成丝动态平衡的要求,造成激光成丝因强度钳制而在一定范围内增大,抑制了激光成丝的持续传播。最终确定最优的脉冲数为 2200。完成每点辐照的时间为 0.011 s,依据蓝宝石热损伤阈值反比于激光辐照时间的原理可知,激光辐照时间越短,热损伤阈值越大。因此,在皮秒激光辐照蓝宝石过程中,当激光能量为一定值时,缩短辐照时间可以减少激光能量的热累积,从而可以有效地降低热效应。

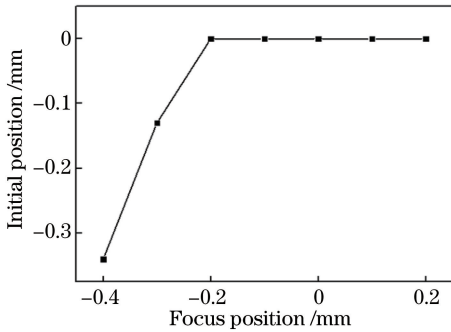


图3 激光聚焦位置对成丝起始位置的影响

Fig. 3 Effect of laser focusing position on initial position of filamentation

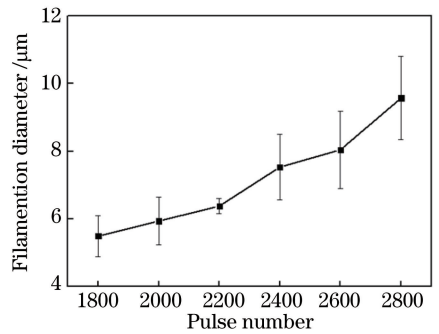


图4 激光脉冲数对成丝直径的影响

Fig. 4 Effect of laser pulse number on filamentation diameter

在前述优化的激光参数条件下,对 $500 \mu\text{m}$ 厚蓝宝石进行单点辐照,得到了成丝直径为 $6.3 \mu\text{m}$ 且上下贯穿的成丝线迹。采用 XRD 分析激光成丝线迹区的物相,并与原料蓝宝石晶片的物相进行对比。图 5(a) 为原料蓝宝石晶片的 XRD 谱,根据衍射角 $2\theta = 43.36^\circ$ 处(006)晶面的衍射特征峰可知原料蓝宝石的物相为 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 单晶。图 5(b) 为激光成丝线迹区的 XRD 谱,该图谱中未见 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 的(006)晶面特征峰,但出现了新的取向明显的(022)和(400)晶面衍射特征峰。对比标准卡片可知,激光成丝线迹区的主晶相为以(022)晶面特征峰为代表的 $\kappa\text{-Al}_2\text{O}_3$ 和以(400)晶面特征峰为代表的 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$,这说明经过成丝辐照后的蓝宝石发生了相变。蓝宝石的禁带宽度 E_g 约为 8.8 eV ^[43],Al—O 键的键能约为 $585 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$,即 6.063 eV ,而波长为 1064 nm 的脉冲红外激光光子能量为 5.2 eV ,因此难以通过单光子吸收达到改性蓝宝石的目的。实验所用激光脉宽 $\tau = 10 \text{ ps}$,峰值功率密度约为 $1.1 \times 10^{12} \text{ W} \cdot \text{cm}^{-2}$,远大于多光子吸收的功率密度($10^6 \text{ W} \cdot \text{cm}^{-2}$),在极高的光子简并度条件下,蓝宝石的价带电子会同时吸收多个入射光子的能量,当其动能超过蓝宝石禁带宽度时即脱离原子的束缚,被电离至导带,导致蓝宝石中激光成丝传输区域的物相发生改变。 $\kappa\text{-Al}_2\text{O}_3$ 和 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 具有多孔且高度分散的结构,常被用作净化剂和吸附剂的主要成分^[44],容易遭受化学腐蚀。

在样件的切割过程中,需要根据激光加工硬脆材料的“离散通孔”工艺设计线迹重叠率,将相邻的成丝线迹连接起来,形成沿加工路径贯通蓝宝石上下表面的成丝线迹区域。图 6 所示为相邻线迹重叠率对腐蚀后蓝宝石切面粗糙度的影响。

由图 6 可知,当相邻线迹的重叠率从 20% 增大到 40% 时,蓝宝石切面的粗糙度明显减小;当重叠率超过 40% 后,切面粗糙度有所增大,但增幅平缓。超快激光微爆炸线迹的体积占整个光束改性区体积的 16%^[25],

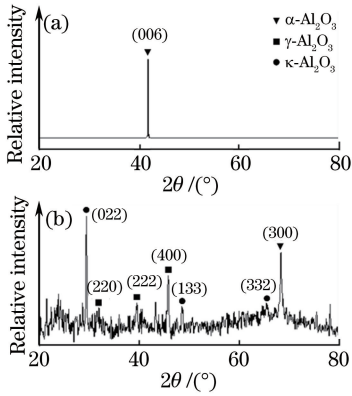


图 5 (a)原料蓝宝石与(b)激光成丝迹区的 XRD 谱

Fig. 5 XRD spectra of (a) crude sapphire and (b) laser filamentation area

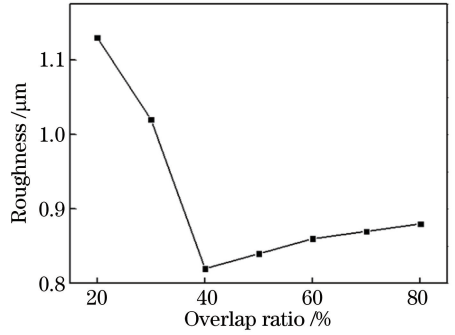


图 6 相邻线迹重叠率对蓝宝石切面粗糙度的影响

Fig. 6 Effect of overlap ratio of adjacent filamentation on roughness of sapphire cutting-surface

即微爆炸改性区域的实际大小不仅局限于光丝线迹,亦会影响到其周围区域。因此,图 6 所示的相邻线迹的重叠率无需过大就可以获得大面积的激光改性效果。兼顾切割效率,最终确定优化的相邻线迹的重叠率为 40%。激光的加工速度 v_{rel} 由激光辐照点脉冲数 n 、成丝半径 ω_0 及相邻线迹的重叠率 R 共同决定,由重叠率公式^[45]推导出的激光加工速度为

$$v_{rel} = \frac{2\omega_0 f (1 - R)}{n} \quad (3)$$

当相邻光丝线迹的重叠率 R 为 40%、激光频率 f 为 200 kHz、成丝半径 ω_0 为 3.15 μm、辐照点脉冲数 n 为 2200 时,计算得到的激光加工速度 v_{rel} 为 0.33 mm · s⁻¹。该切割速度可以保证设定的激光辐照点脉冲数在辐照点处全部注入,既保证了成丝质量及晶片的整体加工质量,又兼顾了加工效率。

综上所述,化学腐蚀辅助皮秒激光成丝切割蓝宝石的过程需要综合考虑多个因素的影响,将皮秒激光成丝优化工艺辐照后的蓝宝石浸入质量分数为 25% 的 HF 溶液腐蚀 12 h,获得了按照加工路径分离的高精度切割样件,图 7(a)所示为部分样件。由图 7(b)可以清晰地看出,加工样品的切缝整齐,无残渣堆积,无崩边及裂纹,切面具有良好的垂直度,呈现为近零锥度的切缝。由图 7(c)可知切面粗糙度 R_a 低至 800 nm。

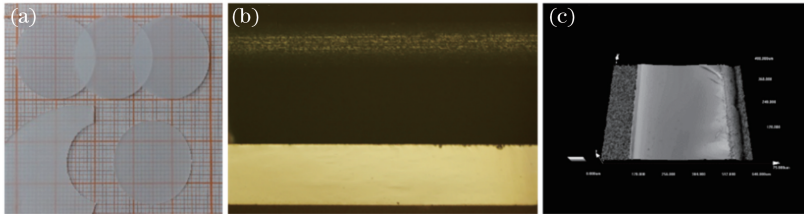


图 7 蓝宝石加工试样图。(a)激光成丝加工蓝宝石部分样件;(b)原料样品边缘表面(上)与加工试样切面(下)的光学显微镜;(c)加工试样切面的激光共聚焦显微测试图

Fig. 7 Processing sample diagrams of sapphire. (a) Partial sapphire samples processed by laser filamentation cutting; (b) optical micrograph of the surface of crude sapphire edge (top) and cutting-surface of processed sample (bottom); (c) laser scanning confocal micrograph of cutting-surface of processed sample

4 结 论

采用化学辅助皮秒脉冲激光成丝切割技术在不移动焦点位置的情况下成功地实现了切割厚度远超瑞利长度的蓝宝石的高精度加工,切面的粗糙度低至亚微米级(800 nm),切缝整齐,无残渣堆积,切面垂直度较高。该技术在保证成丝质量及蓝宝石切割件整体加工质量的同时,兼顾了材料的加工效率,激光加工速度可达 0.33 mm · s⁻¹。最终确定的优化工艺参数为:激光峰值功率 3.5 × 10⁶ W、激光焦点位置 -0.2 mm、辐照点脉冲数 2200、相邻线迹重叠率 40%。激光成丝区域的物相由六方紧密堆积结构的

α -Al₂O₃ 转变为耐蚀性低的 κ -Al₂O₃ 和 γ -Al₂O₃。根据不同物相的耐蚀性差异,采用质量分数为 25% 的 HF 溶液腐蚀激光成丝样品,实现了蓝宝石的高精度切割。该技术为蓝宝石等硬脆材料的加工提供了一条值得探索的新途径。

参 考 文 献

- [1] Khattak C P, Shetty R, Schwerdtfeger C R, *et al.* World's largest sapphire for many applications[J]. *Journal of Crystal Growth*, 2016, 452: 44-48.
- [2] Akselrod M S, Bruni F J. Modern trends in crystal growth and new applications of sapphire[J]. *Journal of Crystal Growth*, 2012, 360: 134-145.
- [3] Gao Huiying. The trends and the state of China's LED substrate [J]. *Equipment for Electronic Products Manufacturing*, 2011, 40(7): 1-6.
高慧莹. 国内 LED 衬底材料的应用现状及发展趋势[J]. *电子工业专用设备*, 2011, 40(7): 1-6.
- [4] Ji Lingfei, Yan Yinzhou, Bao Yong, *et al.* Research and consideration on laser cutting technique of ceramics[J]. *Chinese J Lasers*, 2008, 35(11): 1686-1692.
季凌飞, 闫胤洲, 鲍勇, 等. 陶瓷激光切割技术的研究现状与思考[J]. *中国激光*, 2008, 35(11): 1686-1692.
- [5] Li Changqing, Wu Wanliang, Zuo Hongbo, *et al.* Analysis of fracture surface for sapphire cut by long pulse laser[J]. *Journal of Synthetic Crystals*, 2010, 39(4): 997-1001.
李长青, 武万良, 左洪波, 等. 长脉冲激光切割蓝宝石的断口分析[J]. *人工晶体学报*, 2010, 39(4): 997-1001.
- [6] Xie Xiaozhu, Huang Xiandong, Chen Weifang, *et al.* Study on scribing of sapphire substrate by pulse green laser irradiation[J]. *Chinese J Lasers*, 2013, 40(12): 1203010.
谢小柱, 黄显东, 陈蔚芳, 等. 脉冲绿激光划切蓝宝石基片过程研究[J]. *中国激光*, 2013, 40(12): 1203010.
- [7] Xie Xiaozhu, Gao Xunyin, Chen Weifang, *et al.* Study on scribing parameters of sapphire substrate with pulse green laser[J]. *Laser Technology*, 2014, 38(5): 632-637.
谢小柱, 高勋银, 陈蔚芳, 等. 脉冲绿激光划切蓝宝石基片的工艺参量研究[J]. *激光技术*, 2014, 38(5): 632-637.
- [8] Kopitkovas G, Lippert T, David C, *et al.* Surface micromachining of UV transparent materials[J]. *Thin Solid Films*, 2004, 453/454: 31-35.
- [9] Horisawa H, Emura H, Yasunaga N. Surface machining characteristics of sapphire with fifth harmonic YAG laser pulses[J]. *Vacuum*, 2004, 73(3/4): 661-666.
- [10] Cai Zhixiang, Gao Xunyin, Yang Wei, *et al.* Study on fiber laser cutting of sapphire substrate [J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2015, 52(8): 081403.
蔡志祥, 高勋银, 杨伟, 等. 光纤激光切割蓝宝石基片的工艺研究[J]. *激光与光电子学进展*, 2015, 52(8): 081403.
- [11] Tamhankar A, Patel R. Optimization of UV laser scribing process for light emitting diode sapphire wafers[J]. *Journal of Laser Applications*, 2011, 23(3): 032001.
- [12] Cao Xiaowen, Zhang Lei, Yu Yongsen, *et al.* Application of micro-optical components fabricated with femtosecond laser[J]. *Chinese J Lasers*, 2017, 44(1): 0102004.
曹小文, 张雷, 于永森, 等. 飞秒激光制备微光学元件及其应用[J]. *中国激光*, 2017, 44(1): 0102004.
- [13] Xing Songling, Liu Lei, Zou Guisheng, *et al.* Effect of femtosecond laser parameters on hole drilling of silica glass[J]. *Chinese J Lasers*, 2015, 42(4): 0403001.
邢松龄, 刘磊, 邹贵生, 等. 飞秒激光参数对石英玻璃微孔加工的影响[J]. *中国激光*, 2015, 42(4): 0403001.
- [14] 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.
- [15] Kasparian J, Sauerbrey R, Chin S L. The critical laser intensity of self-guided light filaments in air[J]. *Applied Physics B*, 2000, 71(6): 877-879.
- [16] Braun A, Korn G, Liu X, *et al.* Self-channeling of high-peak-power femtosecond laser pulses in air[J]. *Optics Letters*, 1995, 20(1): 73-75.
- [17] Gražulevičiūtė I, Garejev N, Majus D, *et al.* Filamentation and light bullet formation dynamics in solid-state dielectric media with weak, moderate and strong anomalous group velocity dispersion[J]. *Journal of Optics*, 2015, 18(2): 025502.
- [18] Brodeur A, Chien C Y, Ilkov F A, *et al.* Moving focus in the propagation of ultrashort laser pulses in air[J]. *Optics Letters*, 1997, 22(5): 304-306.
- [19] Mlejnek M, Wright E M, Moloney J V. Dynamic spatial replenishment of femtosecond pulses propagating in air[J]. *Optics Letters*, 1998, 23(5): 382-384.

- [20] Béjot P, Hertz E, Kasparian J, *et al.* Transition from plasma-driven to Kerr-driven laser filamentation[J]. *Physical Review Letters*, 2011, 106(24): 243902.
- [21] Zergioti I, Kyrkis K D, Papazoglou D G, *et al.* Structural modifications in fused silica induced by ultraviolet fs laser filaments[J]. *Applied Surface Science*, 2007, 253(19): 7865-7868.
- [22] Hosseini S A, Herman P R. Method of material processing by laser filamentation: US CA 2805003 A1[P]. 2012-01-19.
- [23] Wang Yanling, Zhou Xugui, Wu Hong, *et al.* Experimental research of ultraviolet filamentation of intense femtosecond laser in Ar gas[J]. *Acta Optica Sinica*, 2009, 29(9): 2635-2639.
王燕玲, 周绪桂, 吴洪, 等. 氩气中飞秒超强紫外激光成丝的实验研究[J]. *光学学报*, 2009, 29(9): 2635-2639.
- [24] Wang X C, Lim G C, Zheng H Y, *et al.* Femtosecond pulse laser ablation of sapphire in ambient air[J]. *Applied Surface Science*, 2004, 228(1): 221-226.
- [25] Rapp L, Gamaly E G, Guist R G, *et al.* Ultrafast laser-induced microexplosion: material modification tool[C]. *Bragg Gratings, Photosensitivity, and Poling in Glass Waveguides*, 2016: BT3B.4.
- [26] Liu M Y, Hu Y W, Sun X Y, *et al.* Chemical etching mechanism and properties of microstructures in sapphire modified by femtosecond laser[J]. *Applied Physics A*, 2017, 123(1): 99.
- [27] Hörstmann-Jungemann M, Gottmann J, Wortmann D. Nano- and microstructuring of SiO₂ and sapphire with fs-laser induced selective etching[J]. *Journal of Laser Micro/Nanoengineering*, 2009, 4(2): 135-140.
- [28] Hörstmann-Jungemann M, Gottmann J, Keggenhoff M. 3D-microstructuring of sapphire using fs-laser irradiation and selective etching[J]. *Journal of Laser Micro/Nanoengineering*, 2010, 5(2): 145-149.
- [29] Juodkazis S, Nishimura K, Misawa H, *et al.* Control over the crystalline state of sapphire[J]. *Advanced Materials*, 2006, 18(11): 1361-1364.
- [30] Mazilu M, Juodkazis S, Ebisui T, *et al.* Structural characterization of shock-affected sapphire[J]. *Applied Physics A*, 2007, 86(2): 197-200.
- [31] Wlodarczyk K L, Brunton A, Rumsby P, *et al.* Picosecond laser cutting and drilling of thin flex glass[J]. *Optics and Lasers in Engineering*, 2016, 78: 64-74.
- [32] Stoian R, Ashkenasi D, Rosenfeld A, *et al.* Coulomb explosion in ultrashort pulsed laser ablation of Al₂O₃[J]. *Physical Review B*, 2000, 62(19): 13167.
- [33] Hu Xiaobao, Hao Qiang, Guo Zhengru, *et al.* Dicing of LED sapphire wafer by using an all fiber picosecond laser[J]. *Chinese J Lasers*, 2017, 44(1): 0102003.
胡小豹, 郝强, 郭政儒, 等. 全光纤皮秒激光切割蓝宝石晶圆的实验研究[J]. *中国激光*, 2017, 44(1): 0102003.
- [34] Ashkenasi D, Kaszemeikat T, Mueller N, *et al.* Machining of glass and quartz using nanosecond and picosecond laser pulses[C]. *SPIE*, 2012, 8243: 82430M.
- [35] Moorhouse C. Advantages of picosecond laser machining for cutting-edge technologies[J]. *Physics Procedia*, 2013, 41: 381-388.
- [36] Murazawa N, Takahashi K. Ultrafast laser processing and metrology for consumer applications[C]. *SPIE*, 2015, 9351:935118.
- [37] Lott G, Falletto N, Devilder P J, *et al.* Optimizing the processing of sapphire with ultrashort laser pulses[J]. *Journal of Laser Applications*, 2016, 28(2): 022206.
- [38] 季凌飞, 鲍勇, 闫胤洲, 等. 一种硬脆性非金属材料激光切割方法:101077551A[P]. 2007-07-06.
- [39] Ji L F, Yan Y Z, Bao Y, *et al.* Crack-free cutting of thick and dense ceramics with CO₂ laser by single-pass process [J]. *Optics and Lasers in Engineering*, 2008, 46(10): 785-790.
- [40] Brodeur A, Chin S L. Ultrafast white-light continuum generation and self-focusing in transparent condensed media[J]. *Journal of the Society of America B*, 1999, 16(4): 637-650.
- [41] de Salvo R, Said A A, Hagan D J, *et al.* Infrared to ultraviolet measurements of two-photon absorption and n_2 wide bandgap solids[J]. *IEEE Journal of Quantum Electronics*, 1996, 32(8): 1324-1333.
- [42] 多布文斯卡亚, 李托维诺夫, 皮斯奇克. 蓝宝石: 材料、制造、应用[M]. 张明福, 译. 北京: 科学出版社, 2013.
- [43] Han J C, Li C Q, Zhang M F, *et al.* An investigation of long pulsed laser induced damage in sapphire[J]. *Optics & Laser Technology*, 2009, 41(3): 339-344.
- [44] Li Bo, Shao Lingling. Appraisal of alumina and aluminum hydroxide by XRD[J]. *Inorganic Chemicals Industry*, 2008, 40(2): 54-57.
李波, 邵玲玲. 氧化铝、氢氧化铝的 XRD 鉴定[J]. *无机盐工业*, 2008, 40(2): 54-57.
- [45] Suttman O, Moalem A, Kling R, *et al.* Drilling, cutting, welding, marking and microforming[M]//Sugioka K, Meunier M, Piqué A. *Laser Precision Microfabrication*. Berlin: Springer Berlin Heidelberg, 2010: 311-335.