

# 248 nm 准分子激光刻蚀的无裂损石英玻璃 表面微通道

杨桂栓, 陈涛, 陈虹

北京工业大学激光工程研究院, 北京 100124

**摘要** 利用 248 nm 纳秒准分子激光, 采用掩模投影和石英玻璃前表面直写刻蚀的方法, 研究了激光脉冲能量密度、重复频率、扫描次数对微通道裂损的影响规律, 分析了石英玻璃激光刻蚀及裂损的机理。结果表明, 248 nm 纳秒准分子激光刻蚀石英玻璃的机理为光致电离及热烧蚀的共同作用; 无裂损刻蚀 JGS1 型石英玻璃的激光能量密度阈值范围为  $16\sim 30\text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ , 刻蚀率可达每脉冲 500 nm; 随着激光重复频率及扫描次数的增加, 微通道容易因热积累及等离子体微爆炸冲击作用而裂损。基于优化的激光加工参数, 当微通道宽度小于  $100\ \mu\text{m}$  时, 可以实现无裂损的直线型(深度小于或等于  $50\ \mu\text{m}$ )及圆弧型(深度小于或等于  $28.5\ \mu\text{m}$ )微通道的加工。

**关键词** 激光技术; 石英玻璃刻蚀; 准分子激光微加工; 无裂损加工

中图分类号 TN249

文献标识码 A

doi: 10.3788/CJL201744.0902004

## Crack-Free Silica Glass Surface Micro-Grooves Etched by 248 nm Excimer Lasers

Yang Guishuan, Chen Tao, Chen Hong

*Institute of Laser Engineering, Beijing University of Technology, Beijing 100124, China*

**Abstract** With the method of mask projection and direct-writing etching on the front surface of silica glass by a 248 nm nanosecond excimer laser, the influence laws of laser pulse energy density, repetition frequency, scanning times on micro-groove cracks are studied, and the mechanisms of laser etching and cracking of silica glass are analyzed. The results show that the mechanism of silica glass etched by a 248 nm nanosecond pulse excimer laser is the joint effects of photoionization and thermal ablation. The laser energy density threshold range for the crack-free etching of JGS1 silica glass is  $16\sim 30\text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$  and the etching rate can be up to 500 nm per pulse. With the increase of laser repetition frequency and scanning times, the micro-grooves are easily cracked because of the heat accumulation and plasma micro-explosion shocking. Based on the optimized laser processing parameters, when the width of micro-grooves is less than  $100\ \mu\text{m}$ , the processing of crack-free linear-type (the depth is less than or equal to  $50\ \mu\text{m}$ ) and circular-arc-type (the depth is less than or equal to  $28.5\ \mu\text{m}$ ) micro-grooves can be achieved.

**Key words** laser technique; silica glass etching; excimer laser micromachining; crack-free processing

**OCIS codes** 140.3390; 140.2180; 140.3330; 160.4670

## 1 引言

微流控芯片技术具有微型化、集成化、高效率等优势<sup>[1-2]</sup>, 在生物医学检测、化学反应等领域得到了广泛关注。玻璃材料具有良好的透光性、亲水性、电绝缘性、化学稳定性等优势<sup>[3]</sup>, 尤其是高纯度的熔融石英玻璃在紫外波段具有良好的透光性, 是微流控芯片的理想基底材料之一。近年来, 利用激光对玻璃材料微纳结构进行加工成为了国内外学者的研究热点之一。目前, 采用高能激光束加工石英玻璃微结构的方法主要有激

收稿日期: 2017-03-10; 收到修改稿日期: 2017-05-05

基金项目: 国家重大科学仪器设备开发专项(2011YQ030112)

作者简介: 杨桂栓(1990—), 男, 硕士研究生, 主要从事激光微加工技术方面的研究。E-mail: yguishuan@126.com

导师简介: 陈涛(1970—), 男, 博士, 教授, 博士生导师, 主要从事激光微技术、生物芯片技术及光学工程等方面的研究。

E-mail: chentao@bjut.edu.cn(通信联系人)

光诱导等离子体加工、超短脉冲激光加工和纳秒脉冲紫外激光加工。激光诱导等离子体加工主要采用激光诱导固体或液体靶材产生等离子体,从而间接刻蚀石英玻璃。2007年,Kawaguchi等<sup>[4]</sup>报道了利用较高吸收率的靶溶液在石英片上进行激光诱导背部湿刻蚀,成功完成了宽度为9 μm、深度为300 μm的高深宽比微槽的刻蚀加工,但该方法的刻蚀效率非常低,刻蚀率仅为每脉冲10 nm。超短脉冲激光加工主要是将飞秒脉冲激光聚焦光敏玻璃材料内部来直写改性材料<sup>[5-7]</sup>,并通过酸腐蚀制作玻璃内部微通道。该方法获得的三维微通道无需键合,而且可以得到三维立体结构的微流控芯片。然而,目前飞秒激光加工系统的加工效率和稳定性较低。近年来,关于飞秒激光<sup>[8]</sup>和皮秒激光<sup>[9]</sup>对玻璃材料的直接损伤也在不断研究中,其工业化应用还有待发展。纳秒脉冲紫外激光加工主要采用准分子气体激光器及固体激光器,如Lan等<sup>[10-11]</sup>采用355 nm三倍频固体激光器直写刻蚀石英玻璃表面微通道,但玻璃边缘裂损现象比较严重;Ihlemann等<sup>[12]</sup>采用248 nm(KrF)纳秒准分子激光直接刻蚀石英玻璃时也存在裂损的情况,单独采用157 nm(F<sub>2</sub>)<sup>[13]</sup>或193 nm(ArF)<sup>[12,14]</sup>纳秒脉冲准分子激光器可以直接实现石英玻璃无裂损的刻蚀加工,但刻蚀率较低(157 nm、193 nm激光的刻蚀率分别小于每脉冲80 nm、200 nm);而Zhang等<sup>[15]</sup>利用157 nm(F<sub>2</sub>)及248 nm(KrF)两种准分子激光和双光束复合的方法,也实现了对石英玻璃的无裂损刻蚀,但该方法所使用的加工系统复杂程度高,且调试难度大。到目前为止,玻璃微流控芯片的激光加工,由于受加工效率、系统稳定性方面的制约,未能实现工业化。

目前,248 nm纳秒脉冲准分子激光器成为了微加工领域主要的工业应用激光器,具有输出稳定、单脉冲能量高等优势。本文深入分析了248 nm纳秒脉冲准分子激光刻蚀石英玻璃过程的机理,研究了无裂损刻蚀石英玻璃的方法以及激光直接加工石英玻璃发生裂损的影响因素,实现了不同形状的石英玻璃表面微通道的无裂损加工。利用该技术制作微流控芯片,具有结构质量好、加工效率高等优势。

## 2 实验材料及方法

### 2.1 实验材料及处理方法

实验中使用的石英玻璃材料为1 mm厚的江苏宜兴晔辉玻璃仪器厂生产的JGS1型熔融石英玻璃片,试样尺寸为20 mm×20 mm。JGS1型熔融石英玻璃具有较高的纯度和均匀性,其中SiO<sub>2</sub>的质量分数不低于99.96%,另含有极少量的金属杂质离子及羟基,该石英玻璃在190~2500 nm波段范围内的透光性良好。实验前将石英玻璃试样放入无水乙醇中超声清洗10 min,然后取出风干。

### 2.2 实验装置及研究方法

采用准分子激光掩模投影直写加工系统,实验装置示意图如图1所示,主要由指示光氦氖激光器、准分子激光器、掩模、反射镜、聚焦投影物镜、三维电控位移台及位移台电机驱动器、控制计算机组成。

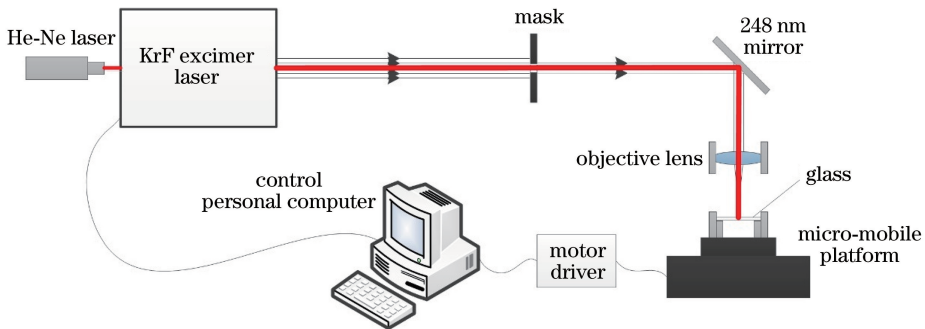


图1 248 nm准分子激光加工玻璃装置示意图

Fig. 1 Schematic of setup for glass processed by 248 nm excimer laser

激光器为美国Coherent公司生产的LPXpro型准分子激光器(工作气体:KrF,波长:248 nm,激光脉冲工作重复频率:1~50 Hz,脉宽:30 ns,最大输出单脉冲能量:1200 mJ),其实物图如图2(a)所示,加工平台如图2(b)所示。掩模为边长为2 mm的方形孔掩模,反射镜为248 nm波长的高反射平面镜,聚焦投影物镜的倍率为20,三维电控位移台的X、Y、Z轴精度均为1 μm。系统采用自主研发的准分子激光加工控制界面,

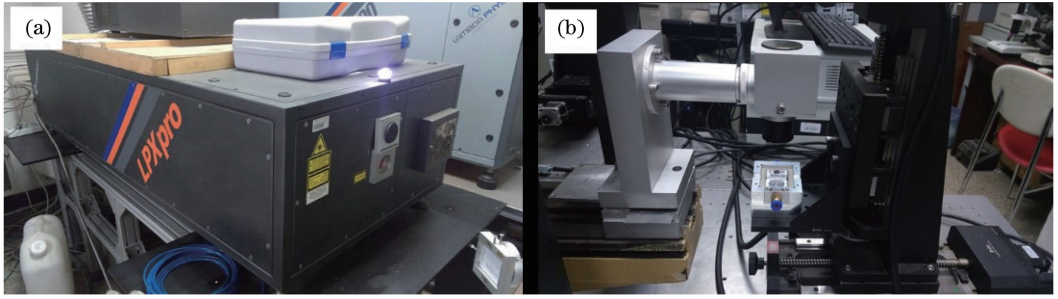


图 2 实验主要装置。(a)准分子激光器;(b)加工平台

Fig. 2 Main experimental setups. (a) Excimer laser; (b) processing platform

该界面可实现多种运动方式与准分子激光器发射激光脉冲的同步编程控制。

加工前调节掩模孔位置,使所透过的激光束为准分子激光器输出激光束的中心区域,该区域光束的激光能量密度较高且分布相对均匀。加工时试样悬空放置(即上下表面均为空气),且其上表面位于掩模投影的像面附近,调节激光输出脉冲能量大小及样品位置,使试样上表面处的激光能量密度达到石英玻璃的刻蚀阈值。

实验时,分别采用激光束相对样品静止的静态点刻蚀方法及激光扫描直写方法,以研究刻蚀机理及无裂损刻蚀石英玻璃的激光能量阈值。然后采用激光扫描直写的方法研究无裂损加工石英玻璃表面微通道的方法,并观察刻蚀加工过程中的实验现象。加工实验完成后,利用光学显微镜及日本日立公司 S-3400N 扫描电子显微镜(SEM)观察石英玻璃表面加工后的表面形貌并分析成分元素含量,采用美国 Veeco 公司的 Wyko NT1100 白光干涉仪测量石英表面微结构的尺寸参数,利用美国 Newport 公司的 1918-R 激光能量计测量刻蚀位置处的激光单脉冲能量。实验中测得刻蚀处聚焦投影正方形激光光斑的边长为  $95 \mu\text{m}$ ,测得的刻蚀处激光单脉冲能量除以正方形光斑的面积即可获得刻蚀位置的激光平均能量密度。

### 3 实验结果与分析

#### 3.1 248 nm 纳秒脉冲准分子激光与石英玻璃作用过程的机理

不同激光能量密度作用于石英玻璃的刻蚀结果如图 3 所示,所测得的激光能量密度为刻蚀光斑内的平均能量密度。图 3(a)~(d)所示为在不同激光能量密度下激光刻蚀 20 个脉冲(激光重复频率为 3 Hz)后的石英玻璃表面的光学显微镜照片。图 3(e)所示为激光对石英玻璃的刻蚀率(单脉冲刻蚀材料的平均深度)随激光能量密度的变化情况,可以看到,刻蚀率随着激光能量密度的增大而增大。当激光能量密度低于  $12 \text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$  时,石英玻璃表面不会发生材料刻蚀,此时氦氛激光束及准分子激光束均可透过石英玻璃片,石英玻璃表面无变化。但当激光能量密度接近  $12 \text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$  时,激光作用后的石英玻璃表面的形貌如图 3(a)所示,呈熔融状,表明激光作用于石英玻璃材料时有一定的光热效应并产生积累,导致材料发生熔融。当激光能量

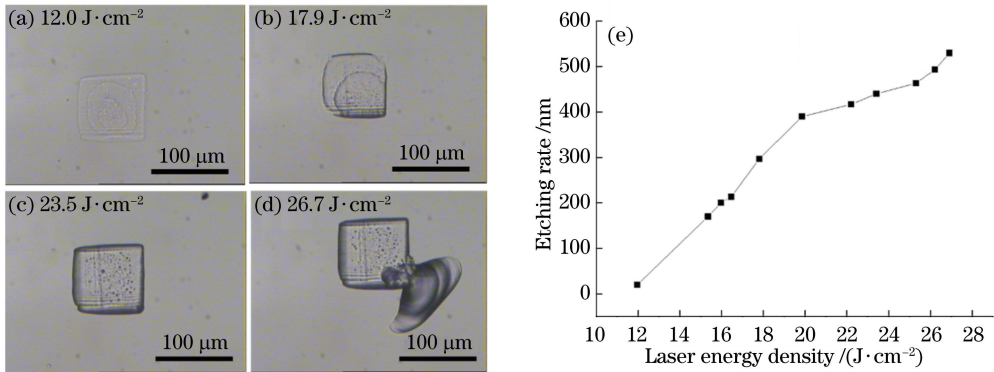


图 3 (a)~(d)不同激光能量密度下的刻蚀石英玻璃表面后的光学显微镜照片;(e)激光对石英玻璃的刻蚀率随激光能量密度的变化情况

Fig. 3 (a)-(d) Optical microscope photographs of silicon glass etched under different laser energy densities; (e) laser etching rate for silica glass versus laser energy density

密度在  $12\sim 20\text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$  之间时,如图 3(b)所示,辐照区域内的材料发生部分刻蚀,说明实验时所用激光的能量密度分布不均匀;实验过程中脉冲激光作用在玻璃样品表面产生了白紫色等离子体火焰,并伴随着清脆的微爆炸声,该现象说明较高的激光能量密度诱发石英玻璃材料发生了光致电离现象;图 3(e)中该部分的刻蚀率随激光能量密度变化的斜率较大,说明该区间是诱发石英玻璃发生光致电离现象的初始阶段,能量密度的增大能够提高材料光致电离的强度。当激光能量密度在  $20\sim 26\text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$  之间时,如图 3(c)所示,辐照区域内的材料均发生刻蚀,而图 3(e)中该部分的刻蚀率随激光能量密度变化的斜率变小,说明该能量密度区间的激光能使材料发生有效完全刻蚀,并且此时激光诱发光致电离的能量密度趋于饱和,能量密度的增加并不能有效提高光致电离的强度。当激光能量密度稍大于  $26\text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$  时,刻蚀率又有较大提升,激光对石英玻璃的刻蚀率可达每脉冲  $500\text{ nm}$ ,辐照区域内较高能量密度的激光对材料的刻蚀穿透能力加强,但此时过强的激光能量密度也使得等离子体微爆炸而产生强烈的冲击作用,边缘发生裂损的几率增加,图 3(d)所示为刻蚀石英玻璃边缘发生裂损的情况。

以上所测得的激光能量密度为其刻蚀光斑内的平均值。由白光干涉仪测量的静态刻蚀微槽底部的形貌如图 4 所示,可知微槽底面在 Y 方向上近似为倾斜的平面,刻蚀光斑的能量密度分布在 Y 方向上也呈均匀递减,激光光斑平均能量密度  $f_{\text{Average}}$  的表达式为

$$f_{\text{Average}} = \frac{f_{\text{Max}} + f_{\text{Min}}}{2}, \tag{1}$$

式中  $f_{\text{Max}}$  为激光光斑能量密度的最大值,  $f_{\text{Min}}$  为激光光斑能量密度的最小值。从开始刻蚀到整个光斑区域全部发生刻蚀时,作用于石英玻璃的激光能量密度变化区间为  $12\sim 20\text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ ,则激光光斑内激光能量密度变化值  $\Delta f$  的计算公式为

$$\Delta f = f_{\text{Max}} - f_{\text{Min}}. \tag{2}$$

由(1)~(2)式可知

$$\begin{cases} f_{\text{Max}} = f_{\text{Average}} + \frac{\Delta f}{2} \\ f_{\text{Min}} = f_{\text{Average}} - \frac{\Delta f}{2} \end{cases} \tag{3}$$

由(3)式可得,当  $f_{\text{Average}}$  为  $12\text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$  时,  $f_{\text{Max}}$  为  $16\text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ ,即为激光刻蚀石英玻璃的能量密度阈值;当  $f_{\text{Average}}$  为  $26\text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$  时,  $f_{\text{Max}}$  为  $30\text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ ,即为激光刻蚀石英玻璃易发生裂损的阈值。因此可得出,  $248\text{ nm}$  纳秒脉冲准分子激光无裂损刻蚀 JGS1 型石英玻璃的激光能量密度阈值范围为  $16\sim 30\text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ 。

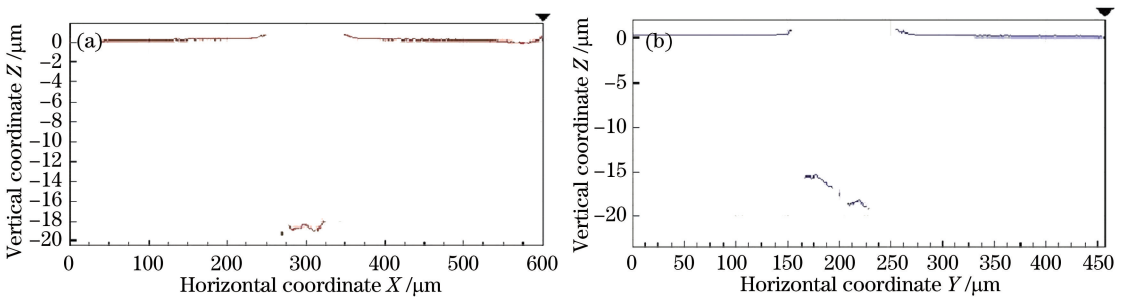


图 4 静态刻蚀微槽的底部形貌在(a) X 及(b) Y 方向上的变化趋势

Fig. 4 Changing trends of bottom morphology of statically etched micro-groove in X and Y directions

激光刻蚀石英玻璃的表面形貌及分析如下。石英玻璃发生无裂损刻蚀的微观结构形貌如图 5 所示,其中图 5(a)所示为静态刻蚀结果,图 5(b)所示为扫描直写刻蚀结果。可以看出,在微槽的底部及边缘沉积着散落的微细颗粒及熔融状附着层,且沉积量随着激光对材料刻蚀量的增加而增加。利用 SEM 观察散落的微颗粒,结果如图 6(a)所示,微颗粒呈冷凝状,其尺寸在  $1\text{ }\mu\text{m}$  以下,可以直接用压缩空气流吹掉或擦拭掉。而熔融状附着层如图 6(b)所示,结构不致密,呈粘附状,难以直接擦除,可以采用低浓度(质量分数约为 5%)的 HF 酸溶液清洗  $5\text{ min}$  去除干净,从而得到光洁的石英玻璃刻蚀表面。熔融状附着物的产生说明激光刻蚀石英玻璃的过程伴随有较强的热效应。

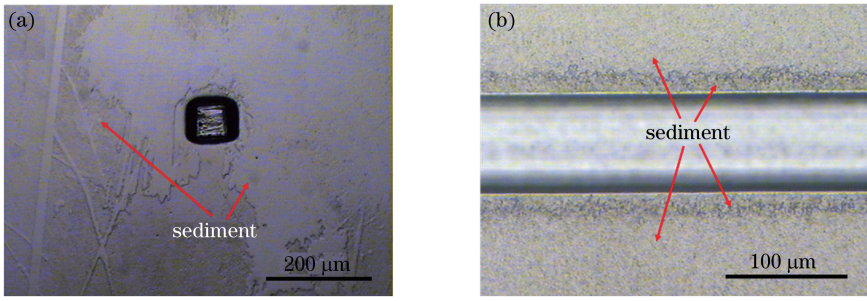


图 5 石英玻璃刻蚀的光学显微镜照片。(a)静态刻蚀方槽的周边沉积物的形貌;(b)直写刻蚀微通道沉积物的形貌  
Fig. 5 Optical microscope photographs of etched silica glass. (a) Morphology of sediment surrounding statically etched groove; (b) morphology of sediment of direct-writing etched micro-groove

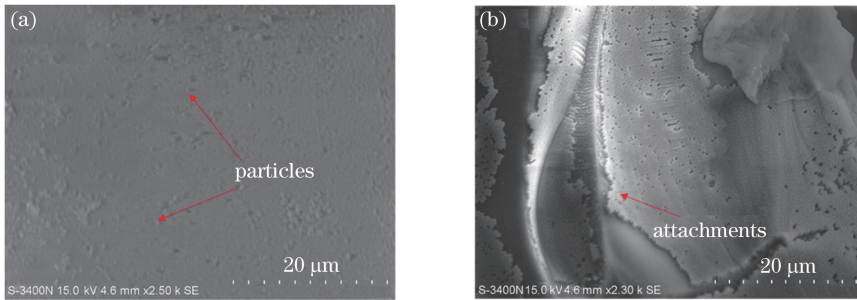


图 6 石英玻璃刻蚀后沉积物的局部 SEM 照片。(a)散落的微颗粒;(b)熔融的附着物

Fig. 6 Local SEM photos for sediment of etched silica glass. (a) Scattered particles; (b) fused attachments

通过 SEM 对石英玻璃的基底物质及刻蚀后表面附着层物质进行能谱分析,结果见表 1,其中 Au 原子的存在是测试时对石英玻璃喷金所致。由表 1 可知,刻蚀后生成的附着物中 O、Si 含量比值  $C$  明显增加,表明激光刻蚀过程中材料发生了光致电离,之后材料吸收空气中的氧气又发生氧化反应,从而引入了更多的氧原子。

表 1 石英玻璃刻蚀前后的化学成分含量(原子数分数,%)

Table 1 Chemical compositions of silica glass before and after etching (atomic fraction, %)

Position	O	Si	Au	C
Substrate	59.56	39.19	1.24	1.52
Attachments at micro-groove edge	63.59	34.75	1.66	1.83
Attachments at micro-groove bottom	64.27	33.99	1.74	1.89

基于以上实验现象及结果可知,248 nm 纳秒准分子激光刻蚀石英玻璃过程中的光致电离存在多种电离机制。石英玻璃中含有微量的金属杂质离子缺陷对紫外激光具有较强的吸收作用,可以引起光致离子缺陷电离。石英玻璃中主要成分硅氧键的键能为 4.7 eV,而 248 nm 波长的光子能量约为 5.0 eV,略高于硅氧键的键能。但由于石英玻璃的微观结构是硅氧四面体以顶角相连形式组成的无规则三维网络结构,当较低能量密度激光辐照时,离子无法摆脱硅氧四面体网络结构的束缚,石英玻璃不能发生电离刻蚀。当激光能量密度较高时,激光对石英玻璃的光化学电离速率大于其束缚结合速率,可以使材料发生电离刻蚀;并且由于激光脉冲作用的时间为纳秒量级,光致电离物质对辐照的激光产生重吸收而发生强烈的等离子体团爆炸现象,同时此过程也伴随有热烧蚀而产生熔融状的生成物。因此,激光能量密度是决定石英玻璃材料发生刻蚀以及产生碎裂的关键因素之一。

### 3.2 248 nm 准分子激光静态刻蚀石英玻璃发生裂损的相关诱因

图 7 所示为激光能量密度约为  $23.5 \text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$  时,静态刻蚀不同脉冲个数后微槽的形貌。可以看出,材料底部出现了一些麻点状的小坑,麻点的数量随着刻蚀脉冲个数的增加(微槽刻蚀深度同时增大)而增多,并且分布呈现一定的规律性。该现象表明,受刻蚀激光能量密度分布不均匀的影响,较高的激光能量密度能够诱发石英玻璃内部的吸收前驱<sup>[16]</sup>(主要为在材料内部均匀分布的金属杂质离子缺陷)产生较强的激光吸收,从

而发生较强的光致缺陷电离,导致较多的材料去除和麻点状的小坑。微槽底部麻点数量的增加,使玻璃内部结构的抗压强度逐渐降低,底面粗糙度增大,使微槽底部玻璃材料对光束的能量吸收率增大,产生的等离子体爆炸强度也增大。另外,随着刻蚀深度的增加,激光刻蚀材料时产生的等离子体火焰团逐渐深入到玻璃内部,其爆炸所产生的冲击力对石英玻璃微槽侧壁的冲击强度逐渐增大,最终导致石英玻璃的裂损几率也增大。

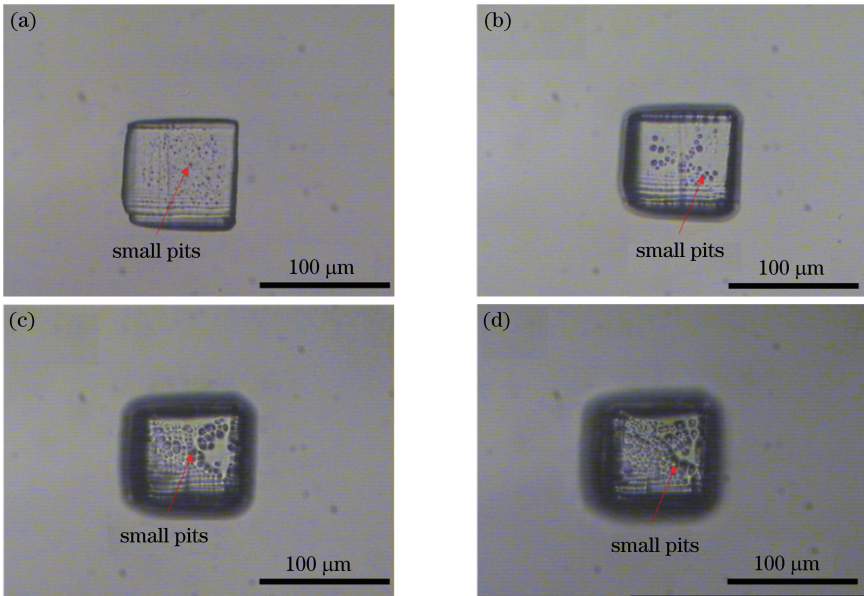


图 7 不同激光脉冲个数作用下微槽底部的形貌。(a) 20 个脉冲;(b) 40 个脉冲;(c) 80 个脉冲;(d) 120 个脉冲

Fig. 7 Bottom morphologies of micro-grooves under different numbers of laser pulses.

(a) 20 pulses; (b) 40 pulses; (c) 80 pulses; (d) 120 pulses

石英玻璃原始表面的结构缺陷(裂纹和微碎块)对激光加工玻璃产生裂损情况的影响也非常大。如图 8(a)所示,在有微裂块的玻璃表面,当激光能量密度为  $23.5 \text{ J} \cdot \text{cm}^{-2}$  时,10 个激光脉冲作用就可以产生图 8(b)、(c)所示的裂损。这主要是因为结构缺陷破坏了玻璃表面的应力分布,降低了玻璃表面的抗压强度,同时缺陷对激光束能量的吸收率大大增加,等离子体爆炸强度增大而诱发玻璃发生裂损。因此,实验前应选择表面无明显缺陷的石英玻璃。

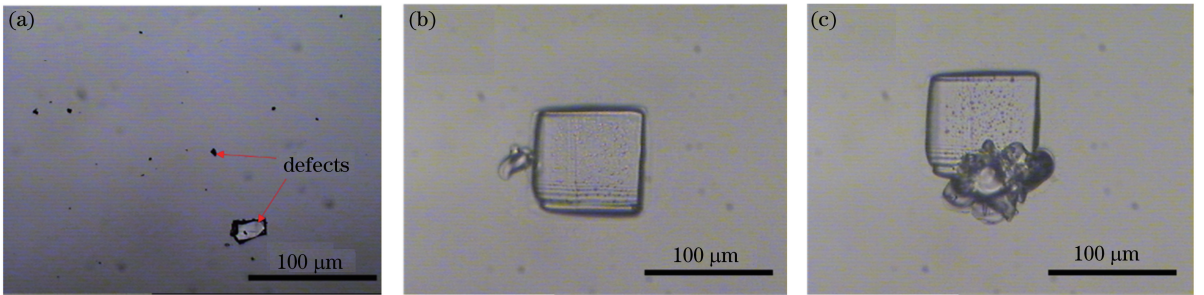


图 8 石英玻璃表面有缺陷时的裂损情况。(a)原始表面;(b)刻蚀后的裂损情况 1;(c)刻蚀后的裂损情况 2

Fig. 8 Crack conditions of silica glass surface with defect. (a) Original surface;

(b) crack condition 1 after etching; (c) crack condition 2 after etching

静态刻蚀所使用的准分子激光器的脉冲触发模式为激光器内部信号触发,脉冲重复频率最高只有 10 Hz,改变激光重复频率对刻蚀结果基本无影响。这主要是由于该模式下脉冲间隔最短约为 1 ms,远大于激光脉冲的脉宽(30 ns)、激光与材料的作用时间(10 fs~10 ns)及等离子体的膨胀和辐射时间(1 ns~100 μs)<sup>[17]</sup>,因此产生的热积累较弱,重复频率的改变对石英玻璃静态刻蚀结果的影响不明显。

### 3.3 248 nm 准分子激光无裂损直写刻蚀石英玻璃的表面微通道

激光扫描直写刻蚀石英玻璃微通道受激光脉冲重复频率和扫描速率变化的影响较大。激光扫描直写刻

蚀位置处的实际激光光斑尺寸为  $95\ \mu\text{m} \times 95\ \mu\text{m}$ , 激光器的脉冲触发方式为外部触发, 重复频率最高为  $50\ \text{Hz}$ , 此时激光器的最高工作电压为  $21\ \text{kV}$ , 激光能量密度为  $23.5\ \text{J} \cdot \text{cm}^{-2}$ , 扫描速率为  $6\ \text{mm} \cdot \text{min}^{-1}$ , 在不同激光重复频率下扫描一次获得的石英玻璃微通道如图 9 所示。由图 9(a)、(b)可以看出, 当重复频率小于  $10\ \text{Hz}$ , 即相邻两个刻蚀脉冲光斑的重叠率小于  $90\%$  时, 微通道的底面及侧壁边缘存在重叠状的波纹, 波纹周期随着重复频率的增大而减小; 当重复频率大于  $10\ \text{Hz}$  时, 波纹逐渐消失, 其原因是脉冲光斑重叠率的增大以及等离子体团爆炸的冲刷作用, 使激光脉冲刻蚀点之间的分辨能力下降。由图 9(c)、(d)可知, 随着重复频率的增大, 所得微通道两侧沉积的附着物逐渐增多, 尤其是熔融状附着物明显增多, 说明激光重复频率的增大引起了热积累的快速增加。

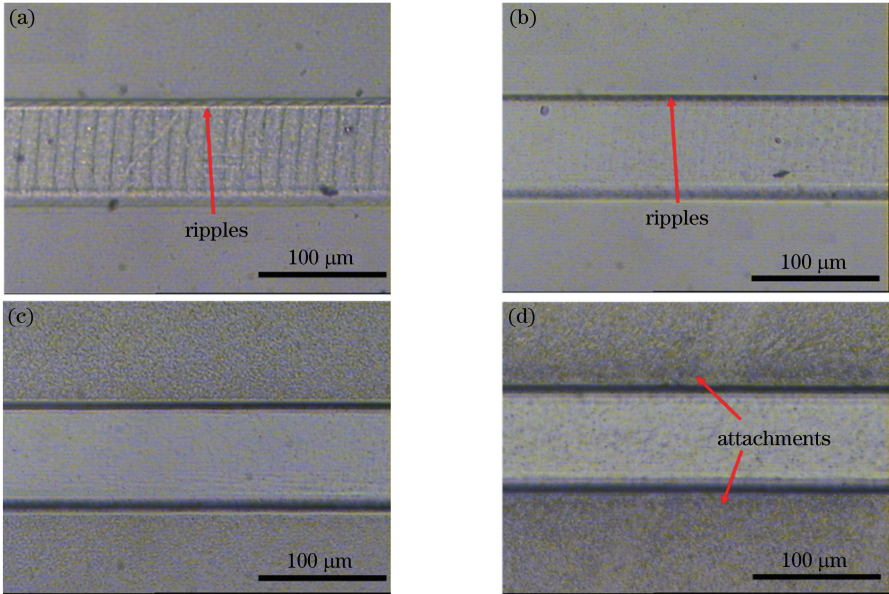


图 9 不同激光重复频率下石英玻璃微通道的形貌。(a)  $6\ \text{Hz}$ ; (b)  $10\ \text{Hz}$ ; (c)  $20\ \text{Hz}$ ; (d)  $50\ \text{Hz}$

Fig. 9 Morphologies of silicon glass micro-grooves under different laser repetition frequencies.

(a)  $6\ \text{Hz}$ ; (b)  $10\ \text{Hz}$ ; (c)  $20\ \text{Hz}$ ; (d)  $50\ \text{Hz}$

当激光重复频率和扫描速率一定时, 通过多次反复扫描直写不同形状的表面微通道来研究微通道裂损情况随刻蚀深度的变化规律。图 10(a)~(c)所示为扫描速率为  $6\ \text{mm} \cdot \text{min}^{-1}$ 、重复频率为  $20\ \text{Hz}$  时, 不同扫描次数下的直线型微通道形貌。图 10(d)所示为重复频率分别为  $20\ \text{Hz}$ 、 $50\ \text{Hz}$  时, 微通道深度随扫描次数的变化规律。可以看出, 在微通道不发生裂损的情况下, 微通道深度随扫描次数的增加基本呈线性增加。当重复频率为  $20\ \text{Hz}$ 、扫描次数大于 8 (微通道深度为  $50\ \mu\text{m}$ ) 时, 微通道开始发生裂损; 而当重复频率为  $50\ \text{Hz}$  时, 扫描次数大于 2 (微通道深度为  $27\ \mu\text{m}$ ) 时, 微通道就已发生裂损。由以上实验结果可知, 微通道深度及重复频率的增大共同加剧了微通道裂损程度, 说明随着刻蚀深度的增加, 激光刻蚀材料产生的等离子团逐渐深入到材料内部, 微通道侧壁所受冲击强度逐渐增强, 侧壁的抗压强度下降; 另外, 随着重复频率的增大, 热积累的增加更易引起微通道的裂损, 因此微通道的裂损深度阈值随着重复频率的增大而减小。

激光直写圆形微通道时, 系统采用圆弧插补的运动方式进行多次重复扫描, 结果如图 11 所示。采用圆弧插补的运动方式时, 多次重复扫描的轨迹较难完全重合, 图 11(b)所示为两次重复扫描所获得的微通道, 其轨迹发生偏差, 导致边缘不整齐, 此时圆形微通道的深度最大可达  $28.5\ \mu\text{m}$ 。如图 11(c)所示, 即使重复频率降低为  $30\ \text{Hz}$ , 轨迹仍发生较大偏离, 进而发生炸裂。这说明当激光进行 2 次以上扫描时, 轨迹发生了较大偏离。此时, 高能量密度的激光束将辐照微通道的底面及边缘, 而侧壁为阶跃的结构, 不同部位对光的吸收率差异较大, 容易产生较大的热内应力, 而玻璃对应力的承受能力较差, 因此玻璃微通道的边缘极易发生炸裂。

基于以上研究, 设计了优化的激光加工参数, 进行了直线段及圆弧段复合连接的石英玻璃表面微通道的加工研究。图 12 所示为在激光光斑边长为  $100\ \mu\text{m}$ 、平均激光能量密度为  $23.5\ \text{J} \cdot \text{cm}^{-2}$ 、扫描速率为

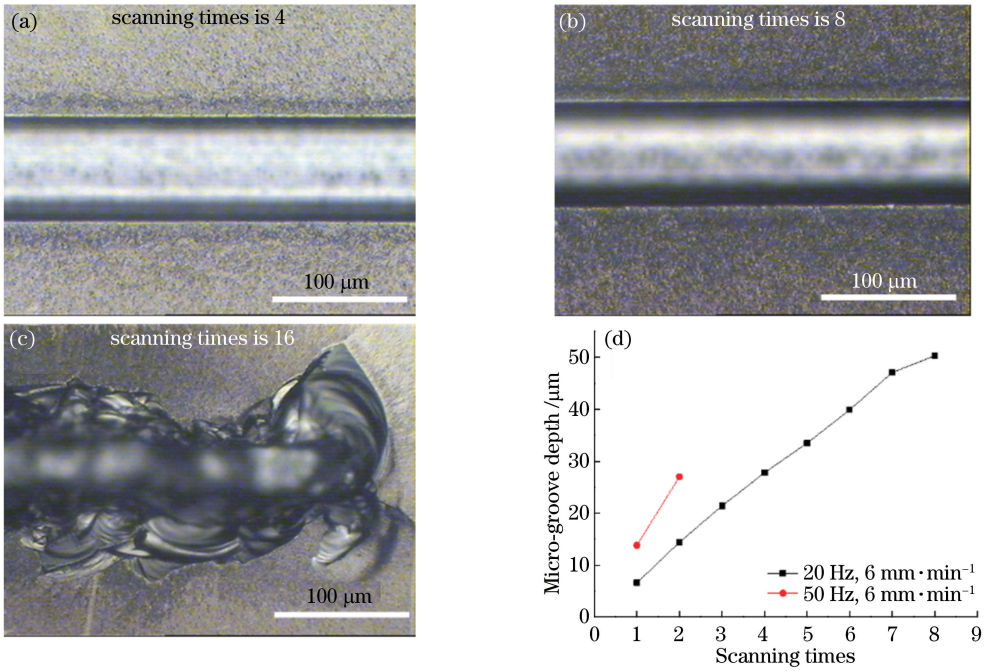


图 10 (a)~(c)当重复频率为 20 Hz 时,不同扫描次数下的微通道光学显微镜照片;(d)微通道深度随扫描次数的变化  
 Fig. 10 (a)-(c) Optical microscope photos of micro-grooves under different scanning times at repetition frequency of 20 Hz; (d) micro-groove depth versus scanning times

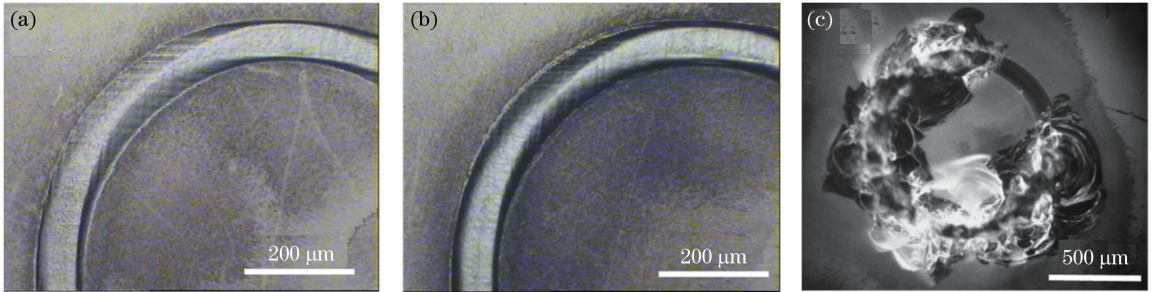


图 11 当重复频率为 50 Hz、扫描次数为(a)1 和(b)2 时,圆形微通道的光学显微镜照片;  
 (c)当重复频率为 30 Hz、扫描次数为 3 时,圆形微通道的光学显微镜照片

Fig. 11 Optical microscope photos of circular micro-grooves when scanning times is (a) 1 and (b) 2 at repetition frequency of 50 Hz; (c) optical microscope photo of circular micro-groove when scanning times is 3 at repetition frequency of 30 Hz

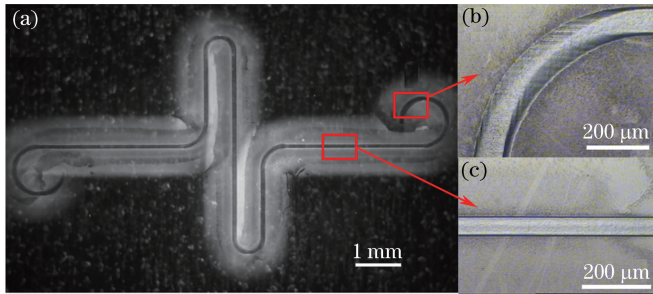


图 12 当激光能量密度为  $23.5 \text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ 、扫描速率为  $6 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$  时,无裂损石英玻璃表面微通道的光学显微镜照片。  
 (a)整体结构;(b)圆弧段(激光重复频率 50 Hz);(c)直线段(激光重复频率 40 Hz)

Fig. 12 Optical microscope photos of crack-free silica glass micro-grooves when laser energy density is  $23.5 \text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$  and scanning speed is  $6 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$ . (a) Overall structure; (b) circular arc section (laser repetition frequency is 50 Hz); (c) straight line section (laser repetition frequency is 40 Hz)



6 mm·min<sup>-1</sup>、圆弧段激光重复频率为 50 Hz 而直线段重复频率为 40 Hz 的情况下,扫描一次获得的无裂损石英玻璃表面微通道。图 12(a)所示为微通道的整体结构图,微通道周围的白色物质为刻蚀沉积物,其总长度超过 21 mm,平均宽度为 102 μm,平均深度为 13.5 μm。单脉冲的刻蚀率约为每脉冲 350 nm,其加工效率相对 157 nm 及 193 nm 准分子激光的<sup>[11-12]</sup>有较大幅度提高。因此,利用该方法制作的微流控芯片,具有结构质量好、加工效率高等优势。

## 4 结 论

实验研究了 248 nm 纳秒脉冲准分子激光无裂损加工 JGS1 型石英玻璃表面微通道的方法,结论如下。

1) 准分子激光刻蚀石英玻璃的机理为光致电离及光热效应的共同作用,激光能量密度决定了电离产生的等离子体冲击强度,激光重复频率决定了加工过程中的热积累程度,通过调节激光能量密度及重复频率可以实现对石英玻璃的无裂损刻蚀加工。

2) 激光能量密度是决定石英玻璃发生刻蚀及裂损的主要因素之一。无裂损刻蚀石英玻璃的激光能量密度阈值区间为 16~30 J·cm<sup>-2</sup>,激光能量低于该区间时不能发生有效刻蚀,高于该区间容易引发材料的裂损;激光对石英玻璃的刻蚀率随着激光能量密度的增大而增大,最大刻蚀率可达每脉冲 500 nm。

3) 诱发激光加工石英玻璃发生裂损的因素还有:石英玻璃材料原始表面的缺陷,刻蚀激光光斑能量密度的不均匀分布所导致的小麻点状缺陷,多次重复扫描时轨迹的不重合;另外,随着刻蚀深度的增加,等离子体团爆炸对玻璃微通道侧壁的冲击强度增大,而侧壁受激光冲击次数增多,其耐疲劳性能及抗压能力降低,也容易发生裂损。

4) 基于优化的激光加工参数,当石英玻璃表面微通道的宽度小于 100 μm 时,可以实现无裂损直线型(深度小于或等于 50 μm)及圆弧型(深度小于或等于 28.5 μm)微通道的加工,扫描一次获得的直线段及圆弧段复合连接的无裂损石英玻璃表面微通道的总长度超过 21 mm。

研究结果为高效率激光加工玻璃微流控芯片及硬脆性材料微结构器件提供了一定的参考。

## 参 考 文 献

- [1] Zheng Xiaolin, Yan Jiawen, Hu Ning, *et al.* Research progress of materials and fabrication methods of materials and fabrication methods of microfluidic chip[J]. *Transducer and Microsystem Technologies*, 2011, 30(6): 1-4, 7.  
郑小林, 鄢佳文, 胡 宁, 等. 微流控芯片的材料与加工方法研究进展[J]. *传感器与微系统*, 2011, 30(6): 1-4, 7.
- [2] Geng Lina, Quan Zongliang, Hou Ni, *et al.* Improvement of microfluidic chip fabrication for protein separation[J]. *Transactions of Beijing Institute of Technology*, 2013, 33(4): 436-440.  
耿利娜, 全宗良, 侯 妮, 等. 蛋白质分离玻璃微流控芯片的制作方法[J]. *北京理工大学学报*, 2013, 33(4): 436-440.
- [3] Cheng J Y, Yen M H, Wei C W, *et al.* Crack-free direct-writing on glass using a low-power UV laser in the manufacture of a microfluidic chip[J]. *Journal of Micromechanics & Microengineering*, 2005, 15(6): 1147-1156.
- [4] Kawaguchi Y, Niino H, Sato T, *et al.* A deep micro-trench on silica glass fabricated by laser induced backside wet etching (LIBWE)[J]. *Journal of Physics: Conference Series*, 2007, 59(1): 380-383.
- [5] 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.
- [6] Cai Hailong, Yan Xueliang, Wang Sumei, *et al.* Advances in femtosecond laser fabrication of microchannels[J]. *Transactions of Beijing Institute of Technology*, 2012, 32(10): 991-1003.  
蔡海龙, 闫雪亮, 王素梅, 等. 飞秒激光微通道加工研究进展[J]. *北京理工大学学报*, 2012, 32(10): 991-1003.
- [7] He S G, Chen F. Fabrication of three-dimensional helical microchannels with arbitrary length and uniform diameter inside fused silica[J]. *Optics Letters*, 2012, 37: 3825-3827.
- [8] Huang Yuanyuan, Qian Jing, Shao Chongyun, *et al.* Femtosecond laser induced defects in pure silica glass with different hydroxyl concentrations[J]. *Chinese J Lasers*, 2017, 44(1): 0102011.  
黄媛媛, 钱 静, 邵冲云, 等. 飞秒激光在不同羟基浓度纯石英玻璃内部诱导缺陷研究[J]. *中国激光*, 2017, 44(1): 0102011.

- [9] Hao Yanfei, Sun Mingying, Shi Shuang, *et al.* Research on rear surface damage in picosecond laser ablation of K9 glass [J]. *Chinese J Lasers*, 2017, 44(1): 0102015.  
郝艳飞, 孙明营, 时 双, 等. 皮秒激光烧蚀 K9 玻璃后表面损伤研究 [J]. *中国激光*, 2017, 44(1): 0102015.
- [10] Lan B, Hong M H, Ye K D. Laser precision engineering of glass substrates [J]. *Japanese Journal of Applied Physics*, 2004, 43(10): 7102-7106.
- [11] Wang Shan. A study on laser etching and polishing quartz glasses technology [D]. Wuhan: Huazhong University of Science & Technology, 2012.  
王 汕. 激光刻蚀抛光石英玻璃工艺研究 [D]. 武汉: 华中科技大学, 2012.
- [12] Ihlemann J, Wolff B, Simon P. Nanosecond and femtosecond excimer laser ablation of fused silica [J]. *Applied Physics A*, 1992, 54(4): 363-368.
- [13] Dai Yutang, Xu Gang, Cui Jianlei. 3D micro ablation technique of transparent materials using deep ultraviolet laser [J]. *Applied Laser*, 2009, 29(5): 411-414.  
戴玉堂, 徐 刚, 崔健磊. 透明材料的深紫外激光三维微刻蚀工艺 [J]. *应用激光*, 2009, 29(5): 411-414.
- [14] Ihlemann J. UV-laser ablation of fused silica mediated by solid coating absorption [C]. *SPIE*, 2007, 6458: 64580E.
- [15] Zhang J, Sugioka K, Takahashi T, *et al.* Dual-beam ablation of fused silica by multiwavelength excitation process using KrF excimer and F<sub>2</sub> lasers [J]. *Applied Physics A*, 2000, 71(1): 23-26.
- [16] Liu Zhichao, Xu Qiao, Ouyang Sheng, *et al.* Morphology of UV laser initiated damage in fused silica [J]. *High Power Laser and Particle Beams*, 2009, 21(7): 1207-1211.  
刘志超, 许 乔, 欧阳升, 等. 熔石英紫外激光初始损伤形态分析 [J]. *强激光与离子束*, 2009, 21(7): 1207-1211.
- [17] Wang Cong. First-principles calculations and their validations for ultrafast micro/nanofabrication based on electron dynamics control [D]. Beijing: Beijing Institute of Technology, 2014: 19-26.  
王 聪. 基于电子动态调控的超快激光微纳制造新方法的第一性原理计算及其验证 [D]. 北京: 北京理工大学, 2014: 19-26.