

紫外纳秒激光加工金刚石微槽工艺参数优化研究

韦新宇, 温秋玲*, 陆静, 黄国钦, 崔长彩, 姜峰

华侨大学制造工程研究院, 福建 厦门 361021

摘要 金刚石微槽在微电子散热器件和光学器件等领域都有非常大的潜在应用价值。系统研究了激光脉冲能量、扫描速度、扫描次数、重复频率和离焦量对金刚石微槽形貌、微槽宽度、微槽深度及微槽深度与宽度的比值的规律。研究表明, 金刚石微槽的深度与激光脉冲能量、扫描次数呈正相关, 随着激光脉冲能量和扫描次数的增大, 微槽深度逐渐增加, 并且当激光脉冲能量达到 $200 \mu\text{J}$, 扫描次数增加到 30 时, 微槽深度趋于稳定; 金刚石微槽的深度与扫描速度呈负相关, 当扫描速度为 5 mm/s 时, 可获得深度较大的微槽; 微槽的深度随着激光重复频率的增大而增加, 当激光重复频率达到 60 kHz 时, 微槽的深度趋于稳定。当离焦量从负值变化到正值时, 微槽的深度先增加后减小, 当离焦量为 -1 mm 时, 微槽的深度达到最大。在激光脉冲能量为 $200 \mu\text{J}$, 扫描速度为 5 mm/s , 扫描次数为 30, 重复频率为 60 kHz , 离焦量为 -1 mm 的优化参数下, 能够获得微槽深度与微槽宽度的比值大于 12 的金刚石微槽。

关键词 激光技术; 紫外纳秒激光; 单晶金刚石; 微槽; 激光工艺参数

中图分类号 TN249

文献标志码 A

DOI: 10.3788/CJL202249.1002406

1 引言

生物传感器、三维微型电池、光子晶体和集成电子等领域对高深宽比微结构的需求越来越多^[1-3]。例如, 以高深宽比三维电极阵列为基础的三维微型电池相比于二维薄膜电池, 在相同电极基底面积上能够提供更多的能量和功率^[4-5]。在散热材料上制造高深宽比微通道能够极大提高散热片的散热性能^[6-8]。金刚石是面心立方结构, 每个碳原子与 sp^3 杂化轨道上的其他四个碳原子形成共价键, 这种特殊的晶体结构使其具有极高的硬度、极好的导热性、极高的电子迁移率、极宽的透过光谱和高化学稳定性等优异性能^[9-10]。近年来, 金刚石微结构在微电子器件和光学器件等领域引起了广泛的关注^[11-13]。然而, 由于金刚石的极高硬度和高化学稳定性, 很难使用传统的机械和化学加工方法。因此, 目前主要是利用激光刻蚀和离子刻蚀等特殊加工方法来实现金刚石的微细加工。利用离子刻蚀能够在金刚石上制作出高深比和高质量的微结构^[14-15], 但是离子刻

蚀设备成本高、刻蚀效率低且需要在真空环境中进行, 不利于工业化生产。激光刻蚀加工效率高、工艺简单、成本较低、易于实现自动化等优点使其在金刚石加工领域备受青睐^[16]。许多学者研究了激光工艺参数对金刚石微槽尺寸及形貌的影响规律^[17-18]。例如, 姜海涛等^[8]开展了飞秒激光加工多晶金刚石微槽的工艺研究, 通过优化工艺参数获得了加工一致性高、表面无裂纹和崩边的金刚石微槽。激光加工金刚石是通过表面石墨化的方式实现材料去除。相比于飞秒激光, 紫外纳秒激光的脉冲宽度更长, 导致紫外纳秒激光加工金刚石的热影响更大, 使得金刚石更容易石墨化, 因此紫外纳秒激光加工金刚石的烧蚀效率显著高于飞秒激光^[19]。此外纳秒激光器还具有稳定性更好、设备成本更低等优点。Xing 等^[20]研究了红外纳秒激光的工艺参数对激光烧蚀金刚石微通道的表面形貌、尺寸、材料去除率和表面粗糙度的影响。Zhang 等^[21]采用红外纳秒脉冲激光在单晶金刚石表面加工微槽, 研究了激光能量密度、脉冲频率、扫描速度和扫描次数对微槽尺寸和形

收稿日期: 2021-12-01; 修回日期: 2022-01-09; 录用日期: 2022-01-14

基金项目: 国家自然科学基金重点项目(51835004)、福建省自然科学基金(2021J01322)

通信作者: *qlwen@hqu.edu.cn

貌的影响,利用优化后的激光参数制备出了表面少裂纹和均匀性好的微槽结构。相比于红外纳秒激光,紫外纳秒激光的光子能量更大,并且金刚石对紫外激光的吸收率明显高于对红外激光的吸收率^[22],因此相比红外纳秒激光,紫外纳秒激光加工金刚石微槽的效率更高、热积累更少、质量更好。但是,关于紫外纳秒激光加工金刚石微槽的系统研究鲜有报道。本文系统地研究了紫外纳秒激光脉冲能量、扫描次数、扫描速度、重复频率和离焦量等工艺参数对单晶金刚石微槽的形貌、宽度和深度的影响规律,进一步获得了金刚石微槽的较优加工工艺参数。本文的研究结果可为金刚石微结构的制作及相关金刚石器件的制备提供技术支持。

2 实验装置及方法

实验样品材料是河南黄河旋风股份有限公司提供的单晶金刚石,其尺寸为 $3\text{ mm} \times 3\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ (长 \times 宽 \times 厚)。单晶金刚石片是通过化学气相沉积(chemical vapor deposition, CVD)方法生长得到的,并且单晶金刚石片双面都进行了抛光,抛光后的金刚石表面粗糙度小于 2 nm 。在进行激光加工实验前,金刚石样品分别在丙酮溶液和无水乙醇中超声处理 10 min ,再用去离子水冲洗后,放置烘干箱中烘干。清洗完成后,干净的金刚石样品被安装在三维移动台上,通过计算机控制金刚石样品沿 x , y , z 三个方向精确运动。实验采用的激光加工系统如图 1 所示,其中激光器使用的是世纪镭杰明科技有限公司提供的紫外纳秒激光器,激光的主要技术参数如表 1 所示。激光器发出的紫外纳秒激光经扩束镜和若干反射镜后进入到扫描振镜中,然后通过 $F-\theta$ (F 是系统焦距, θ 是光束的入射角度)物镜聚焦到金刚石样品上表面,聚焦光斑直径约为 $30\text{ }\mu\text{m}$,最后通过调节激光加工工艺参数,在金刚石表面加工出一系列微槽。实验中激光从金刚石方片的边缘外 0.5 mm 处开始加工微槽,这样可以保证微槽起始处和中间部分的激光辐照脉冲数一致。激光加工出微槽后,对金刚石样品进行超声清洗,从金刚石样品表面测量微槽宽度,从金刚石样品侧面测量微槽的截面形貌和微槽的深度。此外,为了观测金刚石中间部分的微槽截面形貌,我们还利用紫外纳秒激光在金刚石中间部分切开微槽。本文使用日本日立公司生产的 SU5000 场发射扫描电子显微镜对化学气相沉积金刚石微槽的表面及内部微观形貌进行观察;使用日本浩视公司生产的 KH-8700 三维视频显

微镜测量 CVD 金刚石微槽截面形貌以及微槽的宽度和深度;使用德国 WITec 公司生产的 Alpha 300RA 扫描探针显微拉曼光谱仪对激光加工金刚石的烧蚀产物进行成分分析。

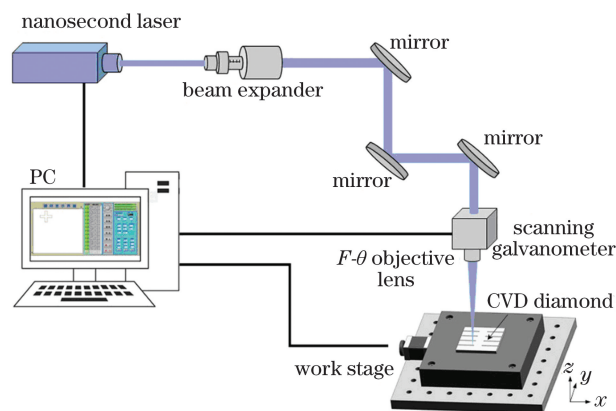


图 1 紫外纳秒激光加工 CVD 金刚石的装置示意图
Fig. 1 Device diagram of ultraviolet nanosecond laser processing of CVD diamond

表 1 紫外纳秒激光的主要技术参数

Table 1 Main technical parameters of ultraviolet nanosecond laser

Technical parameter	Value
Wavelength λ /nm	355
Frequency f /kHz	20-70
Pulse duration τ /ns	23
Pulse energy E_p / μJ	0-300

3 分析与讨论

3.1 激光脉冲能量对金刚石微槽的影响

激光脉冲能量对金刚石微槽的形貌和尺寸有重要影响。为了研究激光脉冲能量对 CVD 金刚石微槽形貌和尺寸的影响规律,采用控制变量法,固定激光重复频率为 30 kHz ,扫描速度为 5 mm/s ,扫描次数为 1,激光脉冲能量范围设置为 $30\sim 300\text{ }\mu\text{J}$ 。图 2(a) 是当激光脉冲能量 $E_p = 50\text{ }\mu\text{J}$ 时加工得到的金刚石微槽超声清洗前的扫描电子显微镜(SEM)图像。可以看出,微槽边缘无裂纹和崩边,但是微槽周围沉积了大量烧蚀颗粒。图 2(b)是图 2(a)中微槽表面(矩形框 b 处)的局部放大图,可以看出金刚石微槽表面存在大量的颗粒,颗粒尺寸分布在 $200\sim 1000\text{ nm}$ 的范围内。图 2(c)、(d)分别是图 2(a)中微槽边缘(矩形框 c 处)和侧壁(矩形框 d 处)的局部放大图,可以看出,在微槽边缘及内部都附着大量致密的纳米颗粒,颗粒尺寸为 $200\sim 800\text{ nm}$ 。

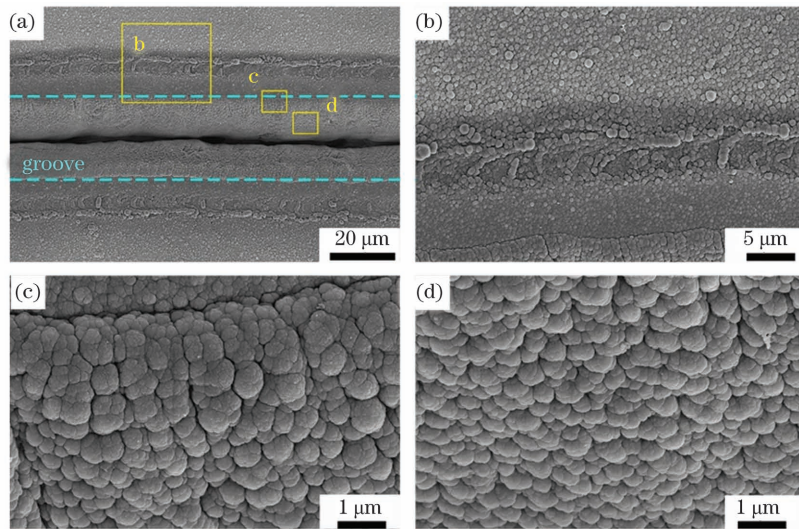


图 2 金刚石微槽 SEM 形貌图。(a)微槽全貌;(b)微槽表面;(c)微槽入口;(d)微槽侧壁

Fig. 2 SEM images of diamond microgroove. (a) Overall view of microgroove; (b) surface of microgroove; (c) entrance of microgroove; (d) sidewall of microgroove

为了确定激光加工金刚石微槽表面及内部附着的颗粒物的物质成分,采用扫描探针显微拉曼光谱仪检测了金刚石微槽表面和内部的拉曼光谱,结果如图 3 所示,其中 P1~P4 代表金刚石微槽表面的不同位置点,P5 为金刚石微槽底部中心点。P1 点位置测得的拉曼光谱如图 3(b)所示,它表示原始 CVD 单晶金刚石的拉曼光谱,包含有两个特征峰: 1332 cm^{-1} 和 1424 cm^{-1} 。 1332 cm^{-1} 处的特征峰是

金刚石本身的特征峰, 1424 cm^{-1} 处的特征峰是由 CVD 金刚石本身的内部缺陷引入的。微槽表面 P2~P4 点的拉曼光谱都含有 1350 cm^{-1} 和 1580 cm^{-1} 特征峰,分别对应 sp^2 碳的 D 峰 (A_{1g} 模式)和 G 峰 (E_{2g} 模式)^[23],并且在金刚石微槽底部中心位置 P5 处也检测出了 D 峰和 G 峰。这意味着微槽表面和底部都存在无序石墨,说明紫外纳秒激光加工金刚石是通过金刚石非晶化和石墨化来实现材料去除的^[24-25]。

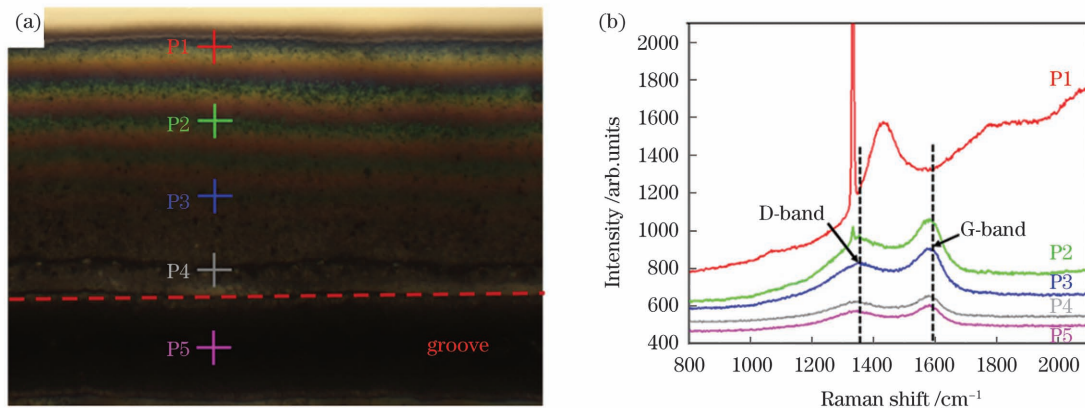


图 3 金刚石微槽不同位置处的拉曼光谱。(a)微槽不同位置的表面形貌;(b)不同位置处的拉曼光谱

Fig. 3 Raman spectra at each position of diamond microgroove. (a) Surface topographies of microgrooves at different positions; (b) Raman spectra at different positions

图 4 为激光脉冲能量为 30, 100, 300 μJ 时超声清洗后的金刚石微槽的 SEM 图像。从图 4(d)~(f) 可以看到,激光加工的金刚石微槽都呈“V”型,这是因为激光光斑的能量呈高斯分布,即激光光斑中心处的能量最高,边缘处能量低,所以在激光烧蚀过程中,光斑中心处金刚石的烧蚀深度比边缘处更深。金刚石的微槽宽度(D)是指金刚石表面的微槽

宽度[图 4(a)],微槽的深度(H)是金刚石微槽表面到微槽底部的距离[图 4(d)],微槽深度 H 与微槽表面宽度 D 的比值为 S ,即 $S = H/D$ 。图 4(a)、(d) 分别是脉冲能量为 30 μJ 时加工出的金刚石微槽的俯视图和侧视图,测量得到的微槽宽度和深度分别为 16.6 μm 和 13.2 μm , S 为 0.8,微槽锥角约为 34° 。当激光脉冲能量增加至 100 μJ 时,图 4(b)、

(e)所示的金刚石微槽的宽度和深度分别增加至 $31.7 \mu\text{m}$ 和 $51.0 \mu\text{m}$,微槽深度与宽度的比值 S 约为 1.6,锥角约为 26° 。当激光脉冲能量继续增加到 $300 \mu\text{J}$ 时,图 4(c)、(f)所示的金刚石微槽的宽度和深度分别增加到 $40.4 \mu\text{m}$ 和 $121.8 \mu\text{m}$, S 增加到 3.0,微槽锥角降低至 8° 。因此,随着激光脉冲能

量的增加,微槽深度与宽度的比值逐渐增大,并且微槽的锥角逐渐减小。此外,从图 4(f)可以看出,金刚石微槽里面残留大量石墨,这主要是因为高激光脉冲能量作用下,微槽深度与宽度的比值较大,而微槽的锥角较小,导致石墨的排出越来越困难。

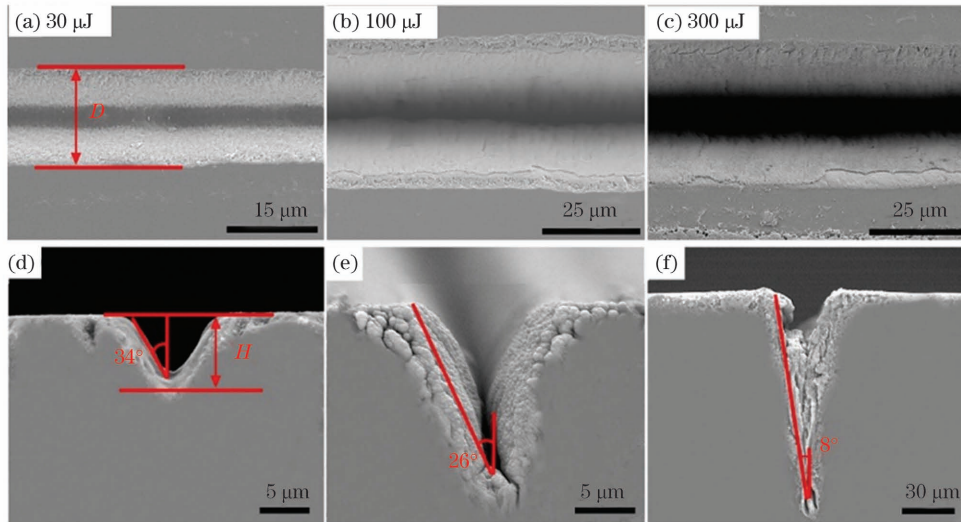


图 4 不同脉冲能量下金刚石微槽的 SEM 形貌图。(a)~(c)俯视图;(d)~(f)侧视图

Fig. 4 SEM morphologies of diamond microgrooves processed with different pulse energies. (a)~(c) Top views; (d)~(f) side views

图 5(a)给出了金刚石微槽宽度和深度随激光脉冲能量的变化曲线,当激光脉冲能量从 $30 \mu\text{J}$ 增加到 $300 \mu\text{J}$ 时,微槽的宽度从 $16.5 \mu\text{m}$ 增加到 $40.4 \mu\text{m}$,微槽的深度从 $28.2 \mu\text{m}$ 增加到 $121.8 \mu\text{m}$ 。图 5(b)是微槽深度与宽度的比值 S 随激光脉冲能量的变化曲线,可以看出,随着激光脉冲能量的增大, S 先快速增加,当激光脉冲能量

达到 $200 \mu\text{J}$ 后 S 基本稳定在 3 左右。这是由于随着单脉冲能量的增加,激光作用在金刚石上的能量密度增大,因此微槽的深度和宽度快速增加,然后随着微槽深度的增大,到达微槽底部的激光能量密度逐渐减小,微槽的深度逐渐趋于稳定。因此,实验上选择用 $200 \mu\text{J}$ 的激光脉冲能量去制作金刚石微槽。

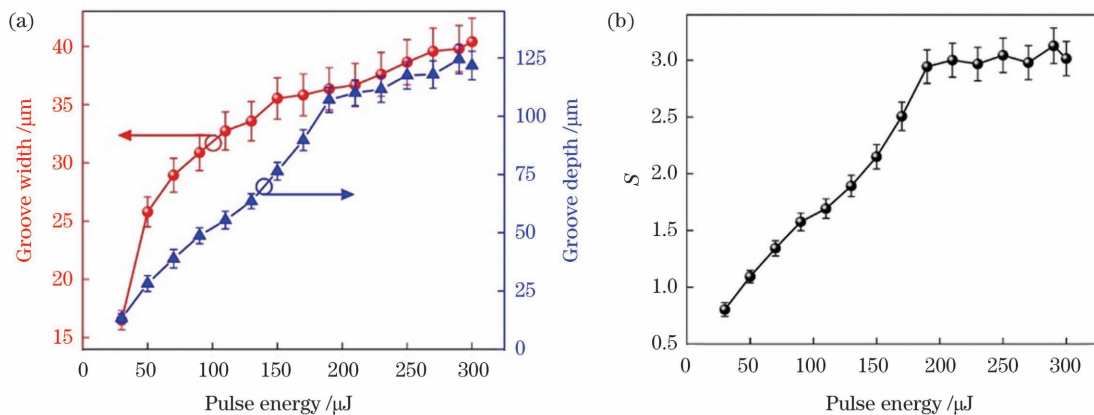


图 5 激光脉冲能量对微槽尺寸的影响。(a)脉冲能量与微槽深度和宽度的关系;(b)脉冲能量与微槽 S 的关系

Fig. 5 Effects of laser pulse energy on size of microgroove. (a) Depth and width of microgroove versus pulse energy;

(b) S of microgroove versus pulse energy

3.2 扫描速度对金刚石微槽的影响

为了进一步探究激光扫描速度对激光加工金刚石微槽的影响规律,在加工过程中固定激光重复频

率为 30 kHz ,扫描次数为 5,激光脉冲能量为 $100 \mu\text{J}$,激光扫描速度从 5 mm/s 增加到 100 mm/s 。图 6 是不同扫描速度下加工得到的金刚石微槽侧面的光学

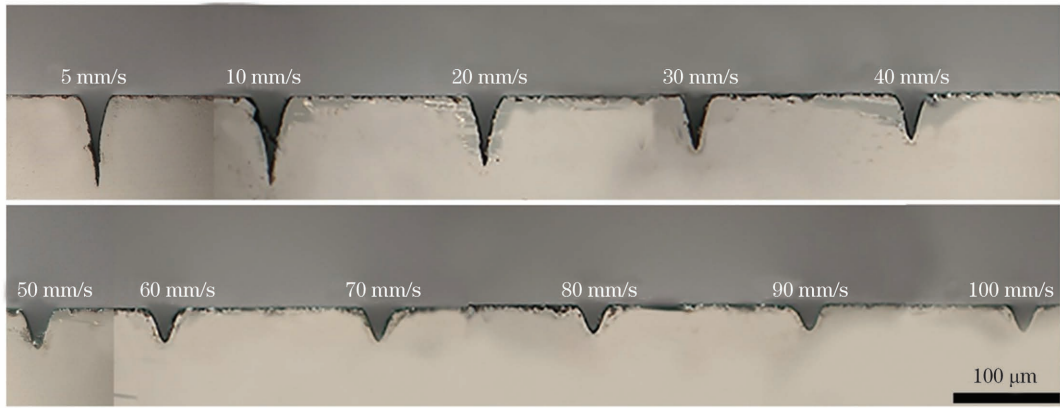


图 6 不同扫描速度下金刚石微槽侧面的光学图像

Fig. 6 Side views of optical images of diamond microgrooves processed at different scanning speeds

图像。当扫描速度为 5 mm/s 时,微槽的宽度为 $37.5 \mu\text{m}$ 、深度为 $90.5 \mu\text{m}$ 、微槽深度与宽度的比值 S 为 2.2。当扫描速度增加到 100 mm/s 时,微槽的宽度降低到 $30.0 \mu\text{m}$,微槽的深度减小到 $25.1 \mu\text{m}$, S 降低到 0.8。图 7 给出了微槽的宽度 D 、深度 H 及微槽深度与宽度的比值 S 随扫描速度的变化曲线。可以看出,随着扫描速度的增大,微槽的深

度、宽度和 S 都逐渐减小。这主要是因为随着激光扫描速度的增大,加工区域的激光停留时间变短,相应的等效脉冲数减小,所以金刚石微槽的宽度、深度和 S 变小。因此降低激光扫描速度有利于获得 S 较大的微槽,综合考虑激光加工效率和加工质量,实验上选用 5 mm/s 的扫描速度来制作金刚石微槽。

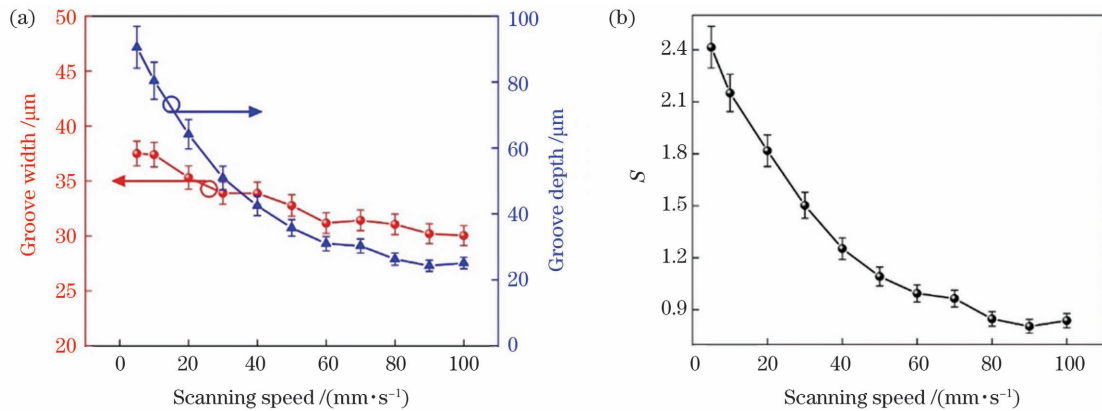
图 7 扫描速度对微槽尺寸的影响。(a)扫描速度与微槽深度、宽度的关系;(b)扫描速度和微槽 S 的关系

Fig. 7 Effects of scanning speed on size of microgroove. (a) Depth and width of microgroove versus scanning speed;

(b) S of microgroove versus scanning speed

3.3 扫描次数对金刚石微槽的影响

激光的扫描次数也是影响激光加工金刚石微槽的重要因素。为了研究激光扫描次数对加工金刚石微槽的影响,设定激光重复频率为 30 kHz,扫描速度为 5 mm/s,激光脉冲能量为 $100 \mu\text{J}$,焦平面在金刚石样品上表面,设置扫描次数范围为 1~75,间隔为 5 次。不同扫描次数下加工得到的金刚石微槽的侧面形貌如图 8 所示。进一步得到金刚石微槽的宽度 D 、深度 H 及微槽深度和宽度的比值 S 随激光扫描次数的变化曲线,结果如图 9 所示。从图 9(a)可知,当扫

描次数从 1 增加到 30 时,微槽的宽度从 $30.8 \mu\text{m}$ 增加到 $36.6 \mu\text{m}$,微槽的深度从 $39.4 \mu\text{m}$ 迅速增加到 $163.5 \mu\text{m}$ 。当扫描次数超过 30 后,微槽的宽度和深度趋于稳定。这是因为随着激光扫描次数的增加,作用在金刚石上的脉冲数增加,微槽的深度也增加,而到达微槽底部的激光能量密度不断减小,所以微槽的深度不会无限增加,而是慢慢趋于饱和^[26]。从图 9(b)中可知,随着扫描次数的增加,金刚石微槽的 S 先快速增大,当扫描次数增加到 30 时, S 到达最大值 4.5,之后继续增加扫描次数, S 不再增加。

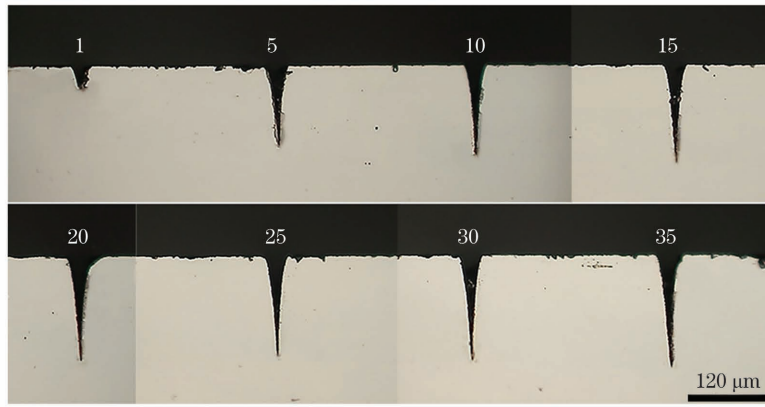


图 8 不同扫描次数下金刚石微槽的侧面光学图像

Fig. 8 Side views of optical images of microgrooves processed with different numbers of scanings

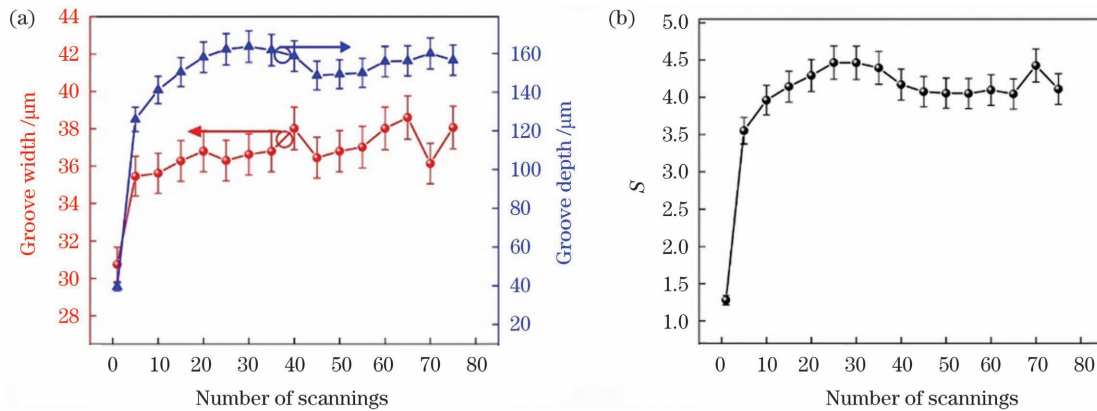


图 9 扫描次数对微槽尺寸的影响。(a)扫描次数与微槽深度和宽度的关系;(b)扫描次数和微槽 S 的关系

Fig. 9 Effects of number of scanings on size of microgroove. (a) Depth and width of microgroove versus number of scanings; (b) S of microgroove versus number of scanings

3.4 重复频率对金刚石微槽的影响

激光的重复频率对金刚石微槽的加工也有一定的影响。为了探究激光重复频率对金刚石微槽的影响,在实验中设定激光的脉冲能量为 100 μJ,扫描速度为 5 mm/s,扫描次数为 5,激光光斑聚焦在金刚石样品上表面,重复频率的调节范围为 20~70 kHz,间隔为 10 kHz。图 10 是不同激光重复频率下加工得到的金刚石微槽的侧面光学图像。由图 10 可以进一步得到微槽的宽度 D 、深度 H 及微槽深度与宽度的比值 S 随激光重复频率的变化曲线,结果如

图 11 所示。从图 11(a)可以看出,激光的重复频率对微槽的宽度几乎没有影响,微槽的宽度基本保持在 38 μm。当重复频率从 20 kHz 增加到 60 kHz 时,微槽的深度从 72.3 μm 增加到 96.0 μm,继续增加重复频率,微槽深度基本保持不变。从图 11(b)可以看出, S 随激光重复频率的增加而增加,当重复频率增加至 60 kHz 时, S 稳定在 2.5 左右。这说明适当增加激光重复频率有利于增加微槽的 S 。因此实验中采用 60 kHz 的激光重复频率加工金刚石微槽。

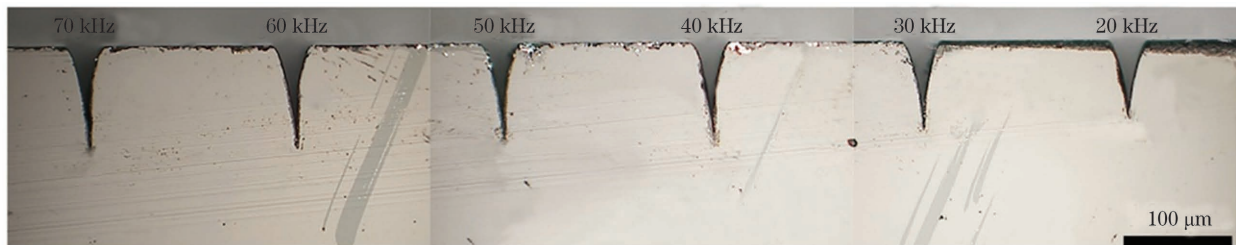


图 10 不同重复频率下金刚石微槽的侧面光学图像

Fig. 10 Side views of optical images of microgrooves processed with different repetition frequencies

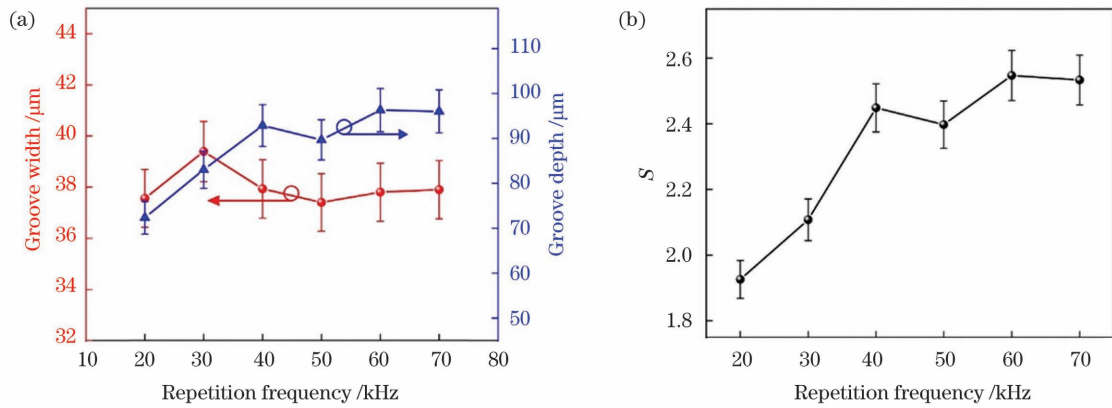


图 11 重复频率对微槽尺寸的影响。(a)重复频率与微槽深度和宽度的关系;(b)重复频率和微槽 S 的关系

Fig. 11 Effects of repetition frequency on size of microgroove. (a) Depth and width of microgroove versus repetition frequency; (b) S of microgroove versus repetition frequency

3.5 离焦量对金刚石微槽的影响

研究表明,离焦量是影响激光加工金刚石微槽的重要因素^[8]。离焦量是指样品上表面距离激光焦平面的距离,若样品上表面位于焦平面的下方,称为正离焦,若样品上表面在焦平面的上方,则称为负离焦。实验上是通过移动金刚石样品在 z 轴方向的位置来调节离焦量的大小。为了探究激光离焦量对金刚石微槽的宽度 D、深度 H 及微槽深度与宽度的比值 S 的影响,固定激光脉冲能量为 100 μJ,扫描速度为 5 mm/s,扫描次数为 5,重复频率为 30 kHz,

设置离焦量为 2, 1.5, 1, 0.5, 0, -0.5, -1, -1.5, -2 mm,加工结果如图 12 所示,当离焦量为 2 mm、1.5 mm、1 mm 时,激光无法加工出微槽。从图 12 可以看出,当离焦量为 -1 mm 时,微槽烧蚀深度最大,微槽深度与宽度的比值最大;当离焦量为 -2 mm 和 0.5 mm 时,微槽深度最小。离焦量对微槽宽度 D、深度 H 及微槽深度与宽度的比值 S 的影响规律如图 13 所示,随着金刚石样品向上移动,离焦量先减小后增大,导致微槽的宽度先减小后增加,而微槽的深度也是先增加后减小。实验发现,

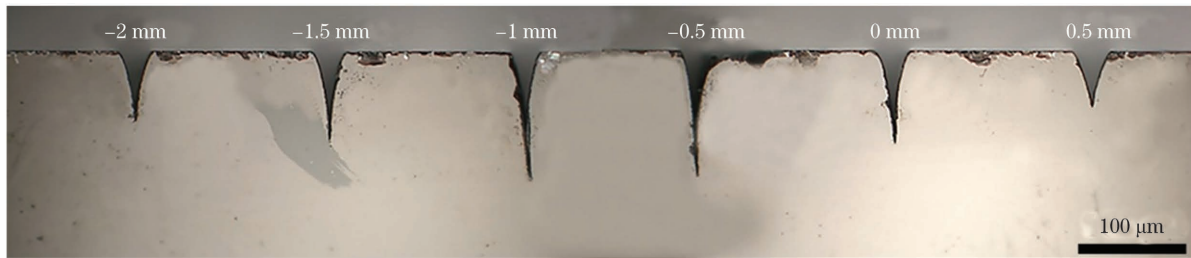


图 12 不同离焦量下金刚石微槽侧面的光学图像

Fig. 12 Side views of optical images of diamond microgrooves processed with different defocus distances

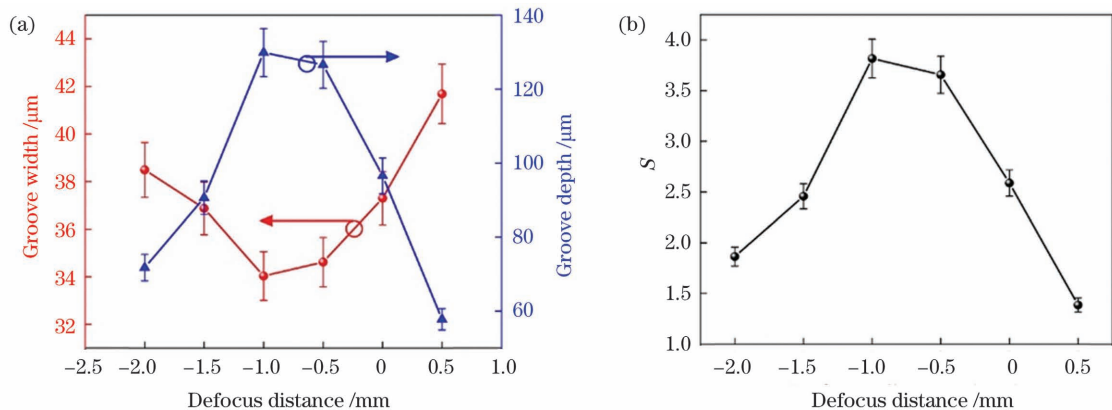


图 13 离焦量对微槽尺寸的影响。(a)离焦量与微槽深度和宽度的关系;(b)离焦量与微槽 S 的关系

Fig. 13 Effects of defocus distance on size of microgroove. (a) Depth and width of microgroove versus defocus distance; (b) S of microgroove versus defocus distance

当离焦量为 -1 mm 时, 金刚石微槽有最小宽度 $34.0\ \mu\text{m}$ 、最大深度 $92.9\ \mu\text{m}$ 和最大微槽深度与宽度的比值 3.8 。这是因为在正离焦情况下, 随着激光焦平面与金刚石表面的距离增加, 金刚石表面的光斑面积变大, 激光的能量密度减小, 所示微槽的深度减小, 宽度增大。反之, 在负离焦情况下, 相应的最大激光能量密度的位置下移, 微槽的深度增加, 宽度减小, 说明适当的负离焦量有利于提高 S , 但是离焦量过大会导致金刚石样品上的激光能量密度迅速降低, 反而不利于金刚石材料的去除^[27]。因此, 实验中采用离焦量为 -1 mm 制作金刚石微槽。

3.6 金刚石微槽阵列的制作

通过上述研究, 获得了加工深度和宽度比值较大的金刚石微槽的较优加工工艺参数: 激光脉冲能量 $200\ \mu\text{J}$, 扫描速度 5 mm/s , 扫描次数 30 , 激光重复频率 60 kHz , 离焦量 -1 mm 。因此, 我们利用优化后的工艺参数进行了金刚石微槽阵列的加工实

验, 结果如图 14 所示。从图 14(a) 可见, 金刚石微槽阵列的表面质量较好, 微槽表面无沉积物、裂纹和崩边等缺陷。图 14(b) 是在同一优化参数下加工的 5 个金刚石微槽侧面的 SEM 图像, 金刚石微槽的入口处宽度为 $41\ \mu\text{m}$, 中部宽度约为 $8\ \mu\text{m}$, 底部宽度约为 $5\ \mu\text{m}$ 。微槽的最小深度为 $508\ \mu\text{m}$, 微槽的最大深度为 $596\ \mu\text{m}$, 微槽深度与宽度的比值 S 最小值为 12.4 , S 最大值为 14.5 。微槽顶部锥角约为 8° , 微槽底部的锥角约为 3° 。从微槽截面的局部放大图 [图 14(c)] 可知, 金刚石微槽中部以下区域有明显的石墨残留。图 14(d) 是金刚石中间部分微槽的截面图, 微槽的最小深度和最大深度分别为 $502\ \mu\text{m}$ 和 $558\ \mu\text{m}$, S 最小值为 12.2 , S 最大值为 13.6 。金刚石样品中间部分微槽的深度比金刚石侧面微槽的深度略有减小。这是由于金刚石样品边缘处比中间部分更有利于石墨的排除, 因此金刚石边缘处观察到微槽深度略大于金刚石中间部分的微槽深度。

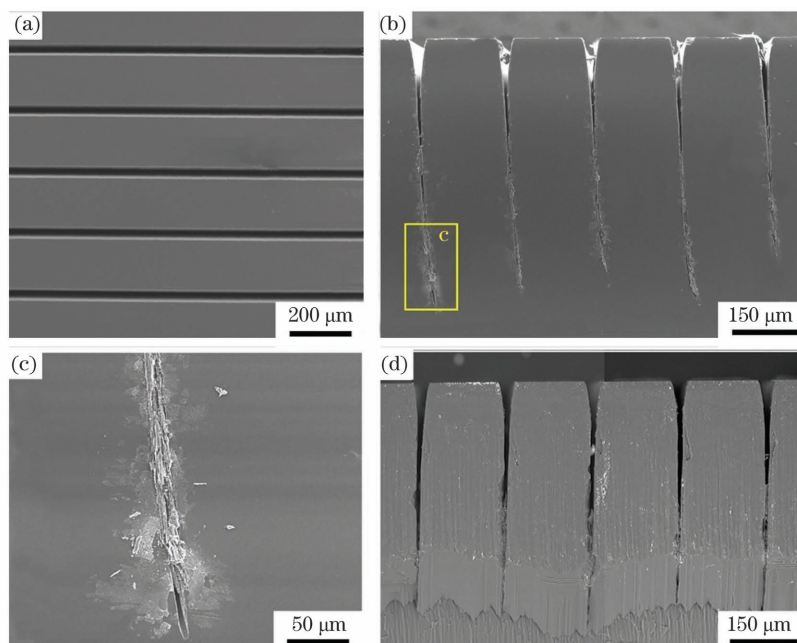


图 14 优化工艺参数下加工得到的金刚石微槽。(a)微槽俯视图;(b)金刚石边缘处的微槽截面图;(c)金刚石边缘处的微槽底部放大图;(d)金刚石中间部分的微槽截面图

Fig. 14 Diamond microgrooves machined with optimized processing parameters. (a) Top view of microgrooves; (b) cross-sectional view of microgrooves at edge of diamond; (c) enlarged view of bottom of microgroove at edge of diamond; (d) cross-sectional view of microgrooves in middle part of diamond

4 结 论

采用紫外纳秒激光在单晶 CVD 金刚石上加工微槽, 研究了激光脉冲能量、扫描速度、扫描次数、重复频率和离焦量对金刚石微槽的形貌、宽度、深度及微槽深度与宽度的比值的影响规律, 并利用优化后

的激光工艺参数制作高质量金刚石微槽。研究结果如下。

1) 随着激光脉冲能量和扫描次数的增加, 微槽深度与宽度的比值 S 快速增加, 当脉冲能量增加至 $200\ \mu\text{J}$ 、扫描次数增加至 30 时, S 趋于稳定; 随着扫描速度的增加, S 逐渐减小; 随着激光重复频率的增

加, S 逐渐增大, 当重复频率达到 60 kHz 后 S 趋于稳定; 当离焦量从负值变化到正值时, S 先增加后减小, 当激光的离焦量为 -1 mm 时, 金刚石微槽深度与宽度的比值 S 较大。

2) 根据激光工艺参数对金刚石微槽深度与宽度的比值 S 的影响规律, 得到了金刚石微槽较优的加工工艺参数为: 激光脉冲能量 $200 \mu\text{J}$, 扫描速度 5 mm/s , 扫描次数 30, 重复频率 60 kHz, 离焦量 -1 mm 。利用优化后的工艺参数加工金刚石微槽, 获得了表面质量好且 S 大于 12 的金刚石微槽。

3) 拉曼光谱结果显示, 激光加工金刚石微槽的烧蚀产物是石墨, 说明紫外纳秒激光加工金刚石是通过表面石墨化进行的。当微槽的 S 较大时, 金刚石微槽底部石墨的排出较困难, 导致微槽中部以下区域有明显的石墨堆积。

通过优化紫外纳秒激光的加工工艺参数, 可以制作出表面一致性好、边缘完整、无裂纹和崩边及 $S > 12$ 的金刚石微槽。但是实验发现, 金刚石微槽中部以下区域的石墨堆积现象比较明显, 因此下一步工作的重点是研究如何将金刚石微槽中的石墨移除。

参 考 文 献

- [1] 孙广毅. 高深宽比微纳结构模拟、加工及应用[D]. 天津: 南开大学, 2010: 3-9.
Sun G Y. High-aspect-ratio micro-and nanostructures: simulation, fabrication, and application[D]. Tianjin: Nankai University, 2010: 3-9.
- [2] 穆继亮, 郭茂香, 刘冰, 等. 高深宽比硅基微纳结构制造方法及其应用[J]. 半导体技术, 2013, 38(5): 321-327.
Mu J L, Guo M X, Liu B, et al. Fabrication methods and applications of silicon micro/nanometer structures with high aspect ratio[J]. Semiconductor Technology, 2013, 38(5): 321-327.
- [3] Kayes B M, Filler M A, Putnam M C, et al. Growth of vertically aligned Si wire arrays over large areas ($>1 \text{ cm}^2$) with Au and Cu catalysts[J]. Applied Physics Letters, 2007, 91(10): 103110.
- [4] Chamran F, Yeh Y, Min H S, et al. Fabrication of high-aspect-ratio electrode arrays for three-dimensional microbatteries[J]. Journal of Microelectromechanical Systems, 2007, 16(4): 844-852.
- [5] 崔晶, 李勇, 熊英. 一种高深宽比微细槽的电火花加工工艺[J]. 北京工业大学学报, 2010, 36(3): 289-293.
Cui J, Li Y, Xiong Y. Processing approach of deep micro slit by micro EDM [J]. Journal of Beijing University of Technology, 2010, 36(3): 289-293.
- [6] Yu W, Desmulliez M P Y, Druft A, et al. High-aspect-ratio metal microchannel plates for microelectronic cooling applications [J]. Journal of Micromechanics and Microengineering, 2010, 20(2): 025004.
- [7] Yang Q, Zhao J Q, Huang Y P, et al. A diamond made microchannel heat sink for high-density heat flux dissipation [J]. Applied Thermal Engineering, 2019, 158: 113804.
- [8] 姜海涛, 崔健磊, 殷东平, 等. 雷达功率组件的金刚石微通道热沉激光加工工艺[J]. 中国机械工程, 2021, 32(3): 261-268.
Jiang H T, Cui J L, Yin D P, et al. Femtosecond laser processing technology of diamond micro-channel heat sink based on radar power module [J]. China Mechanical Engineering, 2021, 32(3): 261-268.
- [9] Zhang Z, Zhang Q L, Wang Q W, et al. Investigation on the material removal behavior of single crystal diamond by infrared nanosecond pulsed laser ablation [J]. Optics & Laser Technology, 2020, 126: 106086.
- [10] Coe S E, Sussmann R S. Optical, thermal and mechanical properties of CVD diamond[J]. Diamond and Related Materials, 2000, 9(9/10): 1726-1729.
- [11] Forsberg P, Karlsson M. High aspect ratio optical gratings in diamond [J]. Diamond and Related Materials, 2013, 34: 19-24.
- [12] 袁明文. 金刚石电子器件的研究进展[J]. 微纳电子技术, 2012, 49(10): 643-672.
Yuan M W. Research progress of diamond based electronic devices [J]. Micronanoelectronic Technology, 2012, 49(10): 643-672.
- [13] 王鹏, 张凤林, 刘文广, 等. CVD 金刚石薄膜锥形阵列微孔激光加工实验研究[J]. 激光与光电子学进展, 2016, 53(11): 111402.
Wang P, Zhang F L, Liu W G, et al. Experimental study on laser processing arrayed conical micro-holes of CVD diamond films [J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2016, 53(11): 111402.
- [14] Kawasegi N, Niwata T, Morita N, et al. Improving machining performance of single-crystal diamond tools irradiated by a focused ion beam [J]. Precision Engineering, 2014, 38(1): 174-182.
- [15] Martin A A, Bishop J, Burnett W, et al. Ultra-high aspect ratio pores milled in diamond via laser, ion and electron beam mediated processes [J]. Diamond and Related Materials, 2020, 105: 107806.
- [16] Mouhamadali F, Equis S, Saeidi F, et al. Nanosecond pulsed laser-processing of CVD diamond [J]. Optics and Lasers in Engineering, 2020, 126: 105917.

- [17] 陈妮, 闫博, 李振军, 等. 基于高斯脉冲的激光刻蚀 CVD 金刚石研究[J]. 中国激光, 2020, 47(12): 1202007.
Chen N, Yan B, Li Z J, et al. Gaussian pulsed laser etching of CVD diamonds [J]. Chinese Journal of Lasers, 2020, 47(12): 1202007.
- [18] 韩源, 马玉平, 王海航, 等. 飞秒激光刻蚀纳米金刚石涂层材料去除率的研究[J]. 激光与光电子学进展, 2021, 58(11): 1114001.
Han Y, Ma Y P, Wang H H, et al. Material removal rate of nano-diamond coating ablated by femtosecond laser [J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2021, 58(11): 1114001.
- [19] Kononenko V V, Kononenko T V, Pimenov S M, et al. Effect of the pulse duration on graphitisation of diamond during laser ablation [J]. Quantum Electronics, 2005, 35(3): 252-256.
- [20] Xing Y Q, Liu L, Hao X Q, et al. Micro-channels machining on polycrystalline diamond by nanosecond laser[J]. Optics & Laser Technology, 2018, 108: 333-345.
- [21] Zhang Z, Zhang Q L, Wang Q W, et al. Surface microstructuring of single crystalline diamond based on the accumulated energy homogenization in the nanosecond pulsed laser ablation[J]. Optics & Laser Technology, 2021, 138: 106839.
- [22] 屠菊萍, 刘金龙, 邵思武, 等. 高质量单晶金刚石的合成、结构与光学性能研究[J]. 光学学报, 2020, 40(6): 0631001.
Tu J P, Liu J L, Shao S W, et al. Synthesis, structure, and optical properties of a high-quality single-crystal diamond[J]. Acta Optica Sinica, 2020, 40(6): 0631001.
- [23] Odake S, Ohfuji H, Okuchi T, et al. Pulsed laser processing of nano-polycrystalline diamond: a comparative study with single crystal diamond [J]. Diamond and Related Materials, 2009, 18(5/6/7/8): 877-880.
- [24] 温秋玲, 韦新宇, 王华禄, 等. 皮秒激光加工 CVD 单晶金刚石的特征和机理研究[J]. 光子学报, 2021, 50(6): 0650113.
Wen Q L, Wei X Y, Wang H L, et al. Characteristics and mechanism of CVD single crystal diamond processed by picosecond laser [J]. Acta Photonica Sinica, 2021, 50(6): 0650113.
- [25] Wang H L, Wen Q L, Xu X P, et al. Ablation characteristics and material removal mechanisms of a single-crystal diamond processed by nanosecond or picosecond lasers [J]. Optics Express, 2021, 29(14): 22714-22731.
- [26] Iwai Y, Mizuno T, Arai T, et al. Scribing characteristics of ceramics with Nd: YLF laser [J]. Proceedings of SPIE, 2003, 5063: 509-513.
- [27] 谢小柱, 李力钧, 魏昕, 等. 有机玻璃激光气化切割前沿[J]. 中国激光, 2008, 35(6): 925-930.
Xie X Z, Li L J, Wei X, et al. Evaporative front of laser cutting PMMA [J]. Chinese Journal of Lasers, 2008, 35(6): 925-930.

Research on Parameters Optimization of Diamond Microgrooves Processed by Ultraviolet Nanosecond Laser

Wei Xinyu, Wen Qiuling*, Lu Jing, Huang Guoqin, Cui Changcai, Jiang Feng
Institute of Manufacturing Engineering, Huaqiao University, Xiamen 361021, Fujian, China

Abstract

Objective Diamond has excellent properties such as extremely high hardness, good thermal conductivity, extremely high electron mobility, broadband transparency and high chemical stability, which makes diamond widely used in the fields of microelectronic components, field emitters, high-power semiconductor equipment and cutting tools. High-aspect-ratio diamond microgrooves have more usable area in the vertical dimension, so that they can meet the heat dissipation requirements of high-power microelectronics devices. However, due to the extremely high hardness and chemical stability of diamond, it is difficult to process diamond microstructures with traditional mechanical and chemical methods. As a result, the laser processing and ion beam etching have become mainstream methods for diamond machining. However, ion etching equipment has high cost, low etching efficiency, and requires a vacuum environment, which is not suitable for industrial production. Laser processing has been widely used in diamond processing because of its advantages of high processing efficiency, simple processing technology, low cost and easy automation. In this study, the influences of laser processing parameters such as laser pulse energy,

scanning speed, scanning times, repetition frequency and defocus distance on diamond microgrooves are systematically studied. The research results in this paper can provide technical support for the fabrication of high-aspect-ratio diamond microstructures and diamond related devices.

Methods The experimental material is chemical vapor deposition (CVD) single-crystal diamond. First, a series of microgrooves are directly processed on the surface of CVD diamond plates using an ultraviolet nanosecond laser. Then, a scanning electron microscope is used to observe the surface and internal microscopic morphologies of diamond microgrooves, the width and depth of diamond microgrooves are measured using a three-dimensional video microscope, and the ablation products of ultraviolet nanosecond laser processing of diamond are analyzed using a Raman spectrometer.

Results and Discussions The diamond microgrooves processed by ultraviolet nanosecond laser have no cracks and chippings, but a large number of ablation particles with diameters of 200-1000 nm are observed around and within the microgrooves (Fig. 2). Raman spectroscopy shows that the ablation products on the surface of diamond microgrooves are mainly graphite (Fig. 3), indicating that the diamond material removal is through surface graphitization of diamond induced by ultraviolet nanosecond laser. The width, depth, and ratio of depth-to-width of diamond microgrooves increase rapidly with the increase of pulse energy, and then stabilize (Fig. 5). The width (D), depth (H) and ratio of depth-to-width (S) of diamond microgrooves gradually decrease with the increase of laser scanning speed (Fig. 7). As the number of scannings increases, the depths of diamond microgrooves first increase rapidly and then gradually stabilize (Fig. 9). The laser repetition frequency has little effect on the width of diamond microgroove. With the increase of repetition frequency, the H and S of microgroove first increase and then tend to be stable (Fig. 11). The defocus distance also has a great influence on the width, depth and ratio of depth-to-width of the microgrooves processed by ultraviolet nanosecond laser. As the diamond sample moves upward, the defocus distance first decreases and then increases, resulting in the widths of diamond microgrooves first decrease and then increase, and the depths of the microgrooves first increase and then decreases. When the defocus distance is -1 mm, the ratio of depth-to-width of the microgrooves is the largest (Fig. 13). Microgrooves with ratio of depth-to-width of over 12 can be obtained by machining diamond with optimized parameters.

Conclusions In this study, an ultraviolet nanosecond laser is used to process microgrooves on the diamond surface, and the effects of laser pulse energy, scanning speed, scanning times, repetition frequency and defocus distance on the width, depth and ratio of depth-to-width of diamond microgrooves are studied. With the increases of laser pulse energy and scanning times, the ratio of depth-to-width of the microgrooves increases rapidly and then tends to be saturated as the pulse energy increases to $200 \mu\text{J}$ and the number of scannings reaches 30. As the scanning speed increases, the ratio of depth-to-width of the microgrooves gradually decreases. As the laser repetition frequency increases, the ratio of depth-to-width of the microgrooves gradually increases and then tends to be stabilized when the repetition frequency reaches 60 kHz. The ratio of depth-to-width of the microgrooves first increases with the decrease of negative defocus distance and then it decreases with the increase of positive defocus distance. When the negative defocus distance is -1 mm, the ratio of depth-to-width of diamond microgroove is maximum. Therefore, the laser parameters used for processing diamond microgrooves are as follows: the laser pulse energy is $200 \mu\text{J}$, the scanning speed is 5 mm/s , the number of scannings is 30, and the repetition frequency is 60 kHz, the defocus distance is -1 mm. The experimental results show that the ratio of depth-to-width of diamond microgrooves is greater than 12 and the diamond microgrooves have no cracks and chipping using the optimized processing parameters. Raman spectroscopy shows that the ablation products of diamond microgrooves are graphite, indicating that the laser processing of diamond is carried out by surface graphitization. There are obvious graphite residues in the microgrooves because it is difficult to remove the graphite from the bottom of diamond microgrooves with high aspect ratio.

Key words laser technique; ultraviolet nanosecond laser; single-crystal diamond; microgroove; laser processing parameters