

石英陶瓷激光刻蚀加工技术研究

孔令瑞 张菲 段军 曾晓雁

(华中科技大学武汉光电国家实验室, 湖北 武汉 430074)

摘要 尝试了利用激光进行石英陶瓷刻蚀加工的方法,采用紫外激光器和光纤激光器进行了刻蚀加工实验。加工样品的测试由台阶测试仪以及扫描电镜(SEM)完成,主要观测加工样品的刻蚀深度、刻蚀底面的微观形貌等。实验结果表明,利用激光对石英陶瓷进行刻蚀加工,相对于砂纸或金刚石刻蚀其优点在于激光可以刻蚀出设定的准三维立体结构,刻蚀尺寸、深度可以精确控制。刻蚀量与激光的能量密度、扫描速度等有密切关系。光化学作用与光热作用原理的不同是造成紫外激光和光纤激光的刻蚀结果不同的主要因素。

关键词 激光技术;激光微加工;石英陶瓷;刻蚀;表面质量

中图分类号 TN249 文献标识码 A doi: 10.3788/LOP50.111402

Research on Etching of Quartz Ceramic by Laser Beam

Kong Lingrui Zhang Fei Duan Jun Zeng Xiaoyan

(Wuhan National Laboratory for Optoelectronics, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan, Hubei 430074, China)

Abstract Attempts are made to research the laser etching of quartz ceramic. Ultraviolet (UV) laser and fiber laser are used in the etching of quartz ceramic. Step tester and scanning electron microscope (SEM) are used to test the samples processed by lasers. The information of depth, accuracy and microstructure is obtained through the test. The result shows that quartz ceramic can be processed by UV laser and fiber laser. Compared with traditional means, using laser etching, quasi-three-dimensional structures can be achieved and the etching depth and area can be controlled with higher accuracy. The etching quality and quantity have a close relationship with the laser pulse, scanning speed and other parameters. The difference between photochemical and photothermal effect is the main factor leading to the different results of UV laser and fiber laser.

Key words laser technique; laser microprocessing; quartz ceramic; etching; surface quality

OCIS codes 140.3390; 140.3610; 140.7090

1 引言

石英陶瓷作为一种新型耐高温材料,具有导热性差、膨胀系数小、热稳定性好且成本较低等优点,已广泛应用到冶金、建材、化工、国防、科研等众多领域,例如:连续注钢的浸入式水口砖、长型水口;浮法玻璃生产中的闸板砖、盖板砖、压缝砖等;器皿玻璃熔窑成形料碗、料盆、匀料筒;特种玻璃熔化用的石英陶瓷坩埚;水平钢化炉用的石英陶瓷辊;生产铝用的氧化炉砖等^[1]。石英陶瓷是一种多孔材料,气孔率达 17.38%,硬度和断裂韧性比一般陶瓷低^[2]。传统石英陶瓷加工主要采用车削、切削、刻蚀、钻孔等机械方法,其工艺相对简单,加工效率较高,对此类方法的研究较为广泛。近年来,随着对石英陶瓷部件加工形状复杂度、超薄厚度和尺寸精度的要求越来越高^[3],传统的机械加工方法已经难以满足要求,无法进行复杂图形加工,易产生崩裂等缺陷。激光先进加工技术以其无接触、对材料损伤小、较易实现微图案加工等优点得到了广泛的研究和应

收稿日期: 2013-05-30; 收到修改稿日期: 2013-06-20; 网络出版日期: 2013-09-10

基金项目: 国家自然科学基金重点项目(51135005)

作者简介: 孔令瑞(1989—),男,硕士研究生,主要从事硬脆性材料激光精密制造方面的研究。

E-mail: 13163387792@163.com

导师简介: 段军(1956—),男,教授,博士生导师,主要从事激光微加工设备与技术等方面的研究。

E-mail: duans@mail.hust.edu.cn. (通信联系人)

用^[4-7]。本实验室前期也进行了超薄氧化铝陶瓷等材料的精密切割实验研究,通过激光处理和化学腐蚀相结合的方法将切割侧壁粗糙度降至 $0.16 \mu\text{m}$ ^[8]。目前对于激光加工陶瓷材料的研究主要集中在氧化铝陶瓷等常见陶瓷的激光打孔、切割方面,对激光刻蚀加工石英陶瓷的研究较少见到。本文利用紫外(UV)激光和红外光纤激光对石英陶瓷的刻蚀加工进行了对比研究,得出激光加工参数对刻蚀深度的影响规律,就两种激光的刻蚀作用对石英陶瓷刻蚀质量以及对加工区域的影响做了对比分析。

2 实验设备及方案

2.1 实验设备及材料

实验采用的激光微加工设备为自主研发的紫外激光微加工设备和红外光纤激光微加工设备,其系统结构示意图如图 1 所示,均采用二维振镜扫描结合 X-Y-Z 三维加工平台的控制方式,实际加工时由高速振镜控制光束偏移。其中紫外激光器波长 355 nm ,在 30 kHz 时最大输出功率 9.5 W ,脉冲宽度随频率增加由 15 ns 增至 56 ns ,聚焦光斑直径约为 $10 \mu\text{m}$;光纤激光器波长 1064 nm ,功率范围为 $0 \sim 42 \text{ W}$,重复频率 50 kHz ,脉宽 150 ns ,聚焦光斑直径约为 $30 \mu\text{m}$ 。

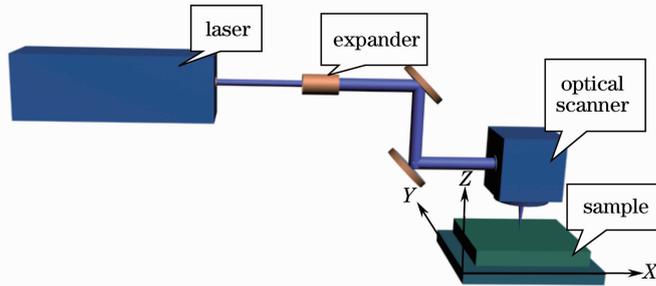


图 1 激光加工系统结构示意图

Fig. 1 Schematic diagram of laser machining system

实验所用材料为 $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$ 的石英陶瓷片,主要成分 SiO_2 含量(质量分数)不小于 99.5% 。其机械特性如表 1 所示^[9]。

表 1 石英陶瓷机械特性

Table 1 Mechanical characteristics of quartz ceramic

Parameter	Elastic modulus E / GPa	Poisson ratio μ	Vickers hardness /GPa	Flexural strength /MPa	Fracture characteristics / ($\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$)
Value	70	1.58	7.31	50	4.8

2.2 实验方案

按照设定的激光加工参数进行实验探究,分别利用紫外激光和红外光纤激光进行石英陶瓷的刻蚀加工,利用台阶仪(Dektak150)检测实验样品的刻蚀深度以及表面粗糙度,利用扫描电镜(SEM, Quanta 200)观察刻蚀表面的微观形貌。激光刻蚀图案以及刻蚀后的样品如图 2 所示,图中方形凹槽即为激光刻蚀区域,加工

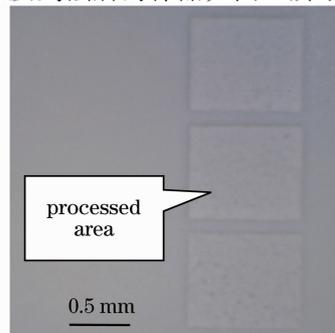


图 2 紫外激光刻蚀样品

Fig. 2 Sample processed by UV laser

方式为横向直线填充扫描加工。

3 实验结果及其分析

3.1 紫外激光刻蚀石英陶瓷实验结果

紫外激光刻蚀石英陶瓷的结果如图 3 所示。图 3(a)中随着激光脉冲能量密度的增加,激光的去蚀作用逐渐增强,刻蚀深度由 $7.13 \mu\text{m}$ 显著增加至 $157.75 \mu\text{m}$;图 3(b)中,石英陶瓷的刻蚀深度随扫描速度的增加而减小,速度的增加使材料得到的激光能量减少,因而刻蚀深度呈下降趋势。

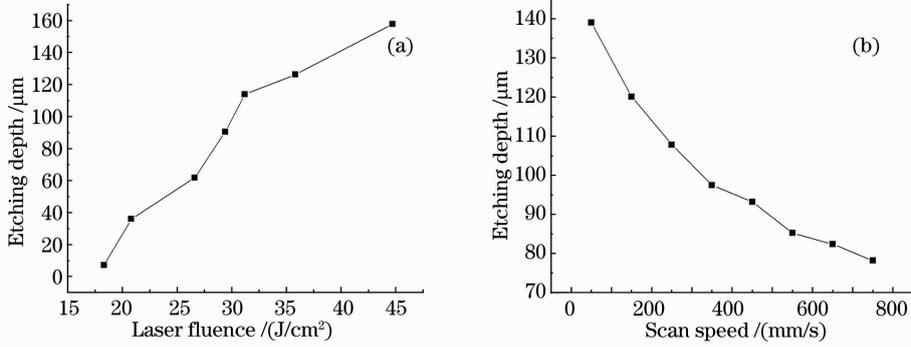


图 3 刻蚀深度随紫外激光(a) 脉冲能量密度和(b) 扫描速度变化图

Fig. 3 Etching depth changing with (a) laser fluence and (b) scan speed for UV laser

3.2 红外激光刻蚀石英陶瓷实验结果

红外光纤激光刻蚀石英陶瓷的实验结果如图 4 所示。由图 4(a)可知,光纤激光刻蚀深度随激光脉冲能量密度的增加而明显增大,增长逐渐趋势放缓。相对于紫外激光刻蚀结果,光纤激光单脉冲能量密度较低但刻蚀面得到的平均能量较高,故其刻蚀深度较大,可达 $400 \mu\text{m}$ 以上。图 4(b)中,激光刻蚀深度随着扫描速度的增加而明显降低,扫描速度的增加使得单位面积得到的激光能量降低,进而降低了材料的去蚀作用,使刻蚀深度逐渐降低。

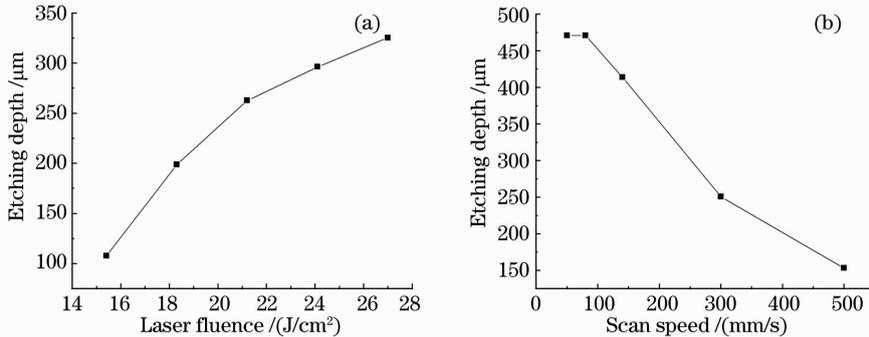


图 4 刻蚀深度随光纤激光(a)脉冲能量密度和(b)扫描速度变化图

Fig. 4 Etching depth changing with (a) laser fluence and (b) scan speed for fiber laser

3.3 激光刻蚀加工石英陶瓷表面形貌分析

图 5 为两种激光刻蚀区域的微观形貌图。图 5(a)、(c)为紫外激光刻蚀区域分别在 600 倍与 12000 倍下的照片,图 5(b)、(d)为红外光纤激光刻蚀区域 600 倍与 12000 倍图片,图 5(e)为未刻蚀区域 12000 倍照片。紫外激光刻蚀主要参数为:脉冲能量密度 44.7 J/cm^2 ,扫描速度 200 mm/s ;红外光纤激光刻蚀经参数为:脉冲能量密度 24.1 J/cm^2 ,扫描速度 500 mm/s 。经测量,图 5(a)刻蚀区域粗糙度 $R=10.91 \mu\text{m}$,刻蚀深度 $D=157.75 \mu\text{m}$ 。图 5(b)刻蚀区域粗糙度 $R=16.39 \mu\text{m}$,刻蚀深度 $D=153.31 \mu\text{m}$ 。

对比图 5(a)和(b)可知,紫外激光与光纤激光的刻蚀表面形貌有较大差异,在刻蚀深度相近的情况下紫外激光刻蚀面的粗糙度比光纤激光小,紫外激光刻蚀的边缘比较齐整,底面无明显的烧蚀痕迹;在光纤激光刻蚀结果中可以明显的发现边缘破损现象与底面的刻蚀痕迹。对比图 5(c)、(d)和(e),在高倍显微照片下

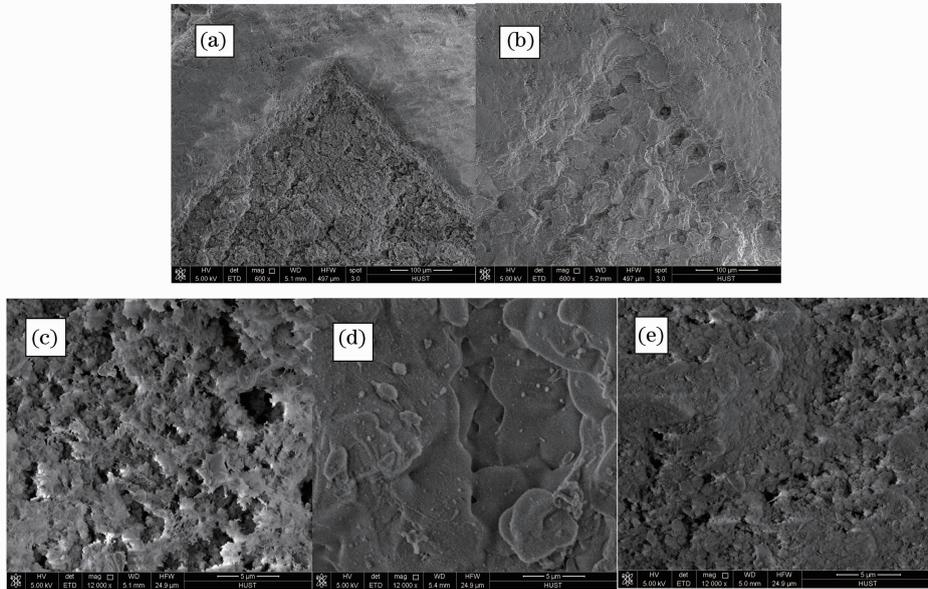


图5 不同激光刻蚀区域微观形貌对比。(a) 紫外刻蚀, 600×;

(b) 光纤激光刻蚀, 600×; (c) 紫外刻蚀, 12000×; (d) 光纤激光刻蚀, 12000×; (e) 未刻蚀区域, 12000×

Fig.5 SEM images of the surface of different laser. (a) Processed by UV laser, 600×; (b) processed by fiber laser, 600×; (c) processed by UV laser, 12000×; (d) processed by fiber laser, 12000×; (e) unprocessed area, 12000×

观察到微观状态下激光对石英陶瓷材料刻蚀作用的特点。光纤刻蚀的图5(b)相对于紫外刻蚀的图5(c)和未刻蚀的图5(e)有明显的熔化特征,图5(c)相对于图5(e)只是表面变得毛糙,并没有熔化痕迹,这也从微观角度说明了紫外激光与红外激光的材料去除方式有较大的不同。下面将对此进行探讨。

3.4 紫外、红外激光与石英陶瓷的作用机理分析

对于石英陶瓷等材料,其对激光的吸收除与波长有关外,也与表面粗糙度和温度的变化有很大关系,粗糙度较大时,表面凹凸不平必然会产生较多次的反射与吸收,从而宏观表现为对光的吸收率较高^[10]。温度的上升则会造成材料分子间振动加剧,进而材料对激光的吸收率增加。室温下对石英陶瓷坯体进行了光谱吸收率测试。测试结果发现其对紫外激光的吸收率为15%,而对波长1064 nm的红外激光吸收率不足1%。355 nm紫外激光器和1064 nm均为脉冲工作方式,其峰值功率密度很高,分别可达 $1.2 \times 10^7 \text{ W/cm}^2$ 和 $5.9 \times 10^6 \text{ W/cm}^2$,高功率密度激光照射在材料表面使表面温度快速升高,进而使材料表面对激光的吸收率升高。在激光刻蚀加工过程中,表面的粗糙度也逐渐上升,也会增加陶瓷表面对激光的吸收。

对于激光加工中材料的去除,随着激光波长的不同而有着不同的去除方式。当产生光热作用时,材料被熔化甚至气化,通过激光脉冲本身的压力或者辅助气体的作用便可以达到去除的目的。而光化学作用发生时,激光直接破坏材料结合的分子键实现去除。对于石英陶瓷来说,其分子键为共价键,键能值约为9.3 eV,属于绝缘体材料,而355 nm紫外激光和1064 nm红外激光所放出的光子能量 E_p 可由下式得出

$$E_p = h\nu = \frac{hc}{\lambda}, \quad (1)$$

式中 h 为普朗克常量, c 为真空中的光速, λ 为激光波长。为将二者波长代入(1)式可知紫外激光光子能量约为3.5 eV,红外激光光子能量约为1.2 eV。显然,二者单光子能量均小于石英陶瓷的分子键能,不能直接破坏材料结合的分子键,理论上是不能发生光化学作用的。但Bronnon等^[11]指出,宽能带的材料可能因为材料掺杂和自身缺陷的存在,在原来无法停留电子的能带中产生新的能带结构。这种新的能带一般出现在靠近常规能带的中间位置。其作用就如同在单晶硅中掺杂硼或磷充当受体,来帮助价电子吸收光子能量,从而激发到存在于能带内的“缺陷能带”中做短暂停留,随即再吸收第二个光子的能量,然后跃迁到导带。这种因为吸收两个以上的光子能量才能发生的反应,称为“多光子吸收”。在多光子吸收过程中,材料分子必须同时或连续吸收多个光子才能发生断裂。根据量子跃迁的微扰理论, n 光子跃迁过程中的跃迁概率 W_n 为

$$W_n = \sum_n n_0^n + O(n_0^n), \quad (2)$$

式中 n_0 是光子流密度, \sum_n 是 n 阶跃迁截面。若不存在中间态,则可以省略 $O(n_0^n)$ 项,即

$$W_n = \sum_n n_0^n = \sum_n \left(\frac{I}{h\nu}\right)^n. \quad (3)$$

从(3)式可以看出, n 光子的跃迁概率 W_n 和激光能量密度 I 的 n 次方成正比。单光子的吸收截面值在 $10^{-16} \sim 10^{-22} \text{ cm}^2$ 之间,双光子吸收截面值在 $10^{-47} \sim 10^{-58} \text{ cm}^2$ 之间。而 \sum_n 的值随着 n 的增大而大幅度减小。通常多光子现象是观察不到的。只有当激光脉冲的功率密度足够大时 ($I > 10^6 \text{ W/cm}^2$),才可能出现比较明显的多光子吸收现象^[12]。

本文使用的紫外激光器功率可达 9.5 W,其光斑直径约为 $10 \mu\text{m}$,最大脉冲功率密度可达 $1.2 \times 10^7 \text{ W/cm}^2$ 。故当紫外激光作用于石英陶瓷表面时,满足产生多光子吸收的条件,因而可以产生光化学作用去蚀。而红外激光最大功率为 42 W,光斑直径约为 $30 \mu\text{m}$,其脉冲功率密度最高为 $5.9 \times 10^6 \text{ W/cm}^2$,并且其光子能量仅为 1.2 eV,难以满足多光子吸收条件,去蚀机理只能是光热作用,即材料被激光高能量照射熔化甚至气化达到去除的目的。实验结果也表明采用红外光纤激光刻蚀会出现明显的熔化痕迹和边缘破损,如图 5(b)、(d)所示,而采用紫外激光激光刻蚀则不会出现熔化痕迹和边缘破损,如图 5(a)、(c)所示。因此,光纤激光对石英陶瓷作用机理以光热作用为主,而紫外激光对石英陶瓷作用机理为光化学作用为主。

3.5 特定准三维结构刻蚀加工

从实际应用出发,利用加工平台的准三维加工功能,焦点位置层层递进,理论上可以实现平台限位以内任意厚度石英陶瓷的刻蚀。利用本实验室的微纳加工平台可以将平面图形尺寸的加工误差保持在 $10 \mu\text{m}$ 以下。图 6 为此次研究利用紫外激光加工平台制作出的石英陶瓷准三维结构。

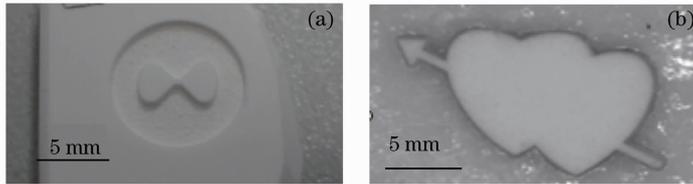


图 6 特殊准三维结构刻蚀

Fig. 6 Special quasi three-dimensional structure processed by UV laser

4 结 论

1) 对于紫外激光和红外光纤激光刻蚀来说,激光的脉冲能量密度、激光扫描速度等对刻蚀深度影响较大。紫外激光加工结果显示刻蚀样品无崩裂边缘,无明显热影响区;光纤激光一般可以得到较大的刻蚀深度,但其对加工区域的热损伤较大,加工边缘破损严重,影响刻蚀质量。

2) 从光化学作用与光热作用的角度分析了两种激光的刻蚀机理,紫外激光因其可以达到多光子吸收的条件,所以其主要是靠光化学作用去除材料,而红外激光主要是利用光热作用进行材料的熔化、气化去蚀。

3) 利用激光准三维的加工方式,使用紫外激光加工系统可以加工传统机械手段无法得到的准三维图形,实现高精度刻蚀加工,无裂纹及边缘破损。

参 考 文 献

- 1 Yan Hanjun. The influence of the properties to quartz-ceramics for adding SiN[J]. Shandong Ceramics, 2007, 30(1): 19-20.
颜汉军. 石英陶瓷烧结过程中氮化硅的影响[J]. 山东陶瓷, 2007, 30(1): 19-20.
- 2 Zhu Aiju. Research on Surface Etching of SCFS with Diamond Wheel[D]. Tianjin: Tianjin University, 2005.
朱爱菊. 金刚石砂轮平面刻蚀石英陶瓷的研究[D]. 天津: 天津大学, 2005.
- 3 Wang Ruigang, Pan Wei, Jiang Mengning, *et al.*. Development in machinable ceramics and machining technology of engineering ceramics[J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2001, (3): 7-10.

- 王瑞刚, 潘伟, 蒋蒙宁, 等. 可加工陶瓷及工程陶瓷加工技术现状及发展[J]. 硅酸盐通报, 2001, (3): 7-10.
- 4 Luo zhihai, Yang Runze. Present condition & developments of machining technologies for engineering ceramics [J]. Ceramics, 2010, (10): 7-10.
- 罗志海, 杨润泽. 工程陶瓷加工技术的现状与发展[J]. 陶瓷, 2010, (10): 7-10.
- 5 Liu Kui, Feng Guoying, Deng Guoliang, *et al.*. Difference in microstructures induced by femtosecond laser scanning on silicon surface at different temperatures[J]. Chinese J Lasers, 2012, 39(8): 0803003.
- 柳 焜, 冯国英, 邓国亮, 等. 飞秒激光扫描不同温度下的硅片诱导形成微结构的差别[J]. 中国激光, 2012, 39(8): 0803003.
- 6 Hong Lei, Li Lijun. Research on laser cutting tests for engineering ceramics[J]. Chinese J Mechanical Engineering, 2000, 11(12): 14-17.
- 洪 蕾, 李力钧. 工程陶瓷激光切割工艺的试验研究[J]. 中国机械工程, 2000, 11(12): 14-17.
- 7 Marzellus Grosse Holthaus, Laura Treccani, Kurosch Rezwan, *et al.*. Comparison of micropatterning methods for ceramic surfaces[J]. J European Ceramic Society, 2011, 31(5): 2809-2817.
- 8 Fei Zhang, Jun Duan, Xiaoyan Zeng, *et al.*. UV laser microprocessing and post chemical etching on ultrathin Al₂O₃ ceramic substrate[J]. J European Ceramic Society, 2011, 31(9): 1631-1639.
- 9 Wang Xiaofeng, Zhu Aiju, Ding Tongmei, *et al.*. Computer simulation of surface roughness of quartz ceramic etching with diamond[J]. Superhard Material Engineering, 2006, 18(6): 5-8.
- 王晓峰, 朱爱菊, 丁同梅, 等. 金刚石刻蚀石英陶瓷表面粗糙度计算机模拟[J]. 超硬材料工程, 2006, 18(6): 5-8.
- 10 Chen Jun. Research on Absorptivity of Laser During Laser Treatments [D]. Hangzhou: Zhejaing University of Technology, 2008.
- 陈 君. 激光热处理过程中材料的激光吸收率研究[D]. 杭州: 浙江工业大学, 2008.
- 11 J H Bronnon, J R Lankard, *et al.*. Excimer laser etching of polyimide[J]. Appl Phys, 1985, 58(5): 2036-2043.
- 12 Xiang Shibiao. Principle and Practice of Laser Ignition[M]. Xi'an: The Yellow River Water Conservancy Press, 2004. 23-24.
- 项仕标. 激光点火原理与实践[M]. 西安: 黄河水利出版社, 2004. 23-24.