CVD 金刚石薄膜锥形阵列微孔激光加工实验研究

王 鹏 张凤林 刘文广 欧阳承达

广东工业大学机电工程学院,广东广州 510006

摘要 采用光纤脉冲激光器对化学气相沉积金刚石薄膜进行了锥形微孔阵列加工,研究了激光扫描速度、扫描次数和脉冲宽度等参数对微孔形状和尺寸的影响规律。研究发现,激光扫描速度对微孔尺寸的影响不明显。而激光 扫描次数对微孔出口直径影响明显。随着激光脉宽的增加,微孔深度和出口直径均增加,但微孔锥度减小。 关键词 激光技术;阵列锥形微孔;光纤激光;CVD 金刚石薄膜;微细加工

中图分类号 O439 文献标识码 A doi: 10.3788/LOP53.111402

Experimental Study on Laser Processing Arrayed Conical Micro-Holes of CVD Diamond Films

Wang Peng Zhang Fenglin Liu Wenguang Ouyang Chengda

School of Electromechanical Engineering, Guangdong University of Technology, Guangzhou, Guangdong 510006, China

Abstract The arrayed conical micro-holes are drilled by pulse fiber laser on chemical vapor deposition diamond films. The influence of such parameters as laser scanning speed, scanning times and pulse width on the shape and size of micro-holes are investigated. The results show that the laser scanning speed has less obvious influence on the micro-hole dimension, in contrast, laser scanning times have significant influence on the micro-hole exit diameter. With the increment of laser pulse width, the micro-hole depth and exit diameter both increase, but the micro-hole conical degree decreases.

Key words laser technique; arrayed conical micro-holes; fiber laser; CVD diamond film; micro-machining OCIS codes 140.3390; 140.3460; 140.3510

1引言

金刚石除了拥有极高的硬度,还具有优异的物理、化学性能,如低摩擦系数、高纵波声速和极高的热传导 率及透射率^[1-3]。天然金刚石价格昂贵,很难广泛应用。关于化学气相沉积(CVD)金刚石薄膜的研究已持 续多年,CVD薄膜合成技术日益趋向成熟^[4]。使用 CVD 法制备的金刚石薄膜的硬度、热导率、弹性模量等 物理参数接近或达到了天然金刚石的标准,金刚石薄膜材料在光学、声学、化学、电学以及生物学等领域得到 广泛的应用^[5-7]。

目前,激光加工技术在国民经济和工业发展中发挥着重要作用。激光打孔是最早实现实用化的激光加 工技术之一。邢松龄等^[8]利用飞秒激光在石英玻璃中加工微孔,发现脉冲能量和打孔速度对微孔深径比有 较大影响。王禹茜等^[9]研究了飞秒激光能量密度及辅助气压对 TiC 陶瓷微孔的影响。肖磊等^[10]采用 CO₂ 激光器和光纤激光器分别对陶瓷材料进行脉冲打孔,发现光纤激光器脉冲打孔可以获得更高的打孔速度。 尽管金刚石在较宽的光谱范围内是光学透明的,但短脉冲激光的高峰值能量密度和强烈的热效应能够确保

收稿日期: 2016-07-18; 收到修改稿日期: 2016-07-26; 网络出版日期: 2016-10-21

基金项目:国家自然科学基金(51275096)、广东省自然科学基金(2015A030313491)、广东省科技计划(2013B010204025) 作者简介:王 鹏(1991—),男,硕士研究生,主要从事激光加工钎焊金刚石砂轮方面的研究。

E-mail: wangpenggdut@foxmail.com

导师简介: 张凤林(1972—),男,博士,教授,硕士生导师,主要从事硬质合金与超硬材料方面的研究。 E-mail: zhangfl@gdut.edu.cn(通信联系人) 金刚石材料的有效去除[11-15]。

Kononenko 等^[16-17]采用波长在深紫外到红外范围内的纳秒脉冲激光器对微波等离子体 CVD 金刚石进 行钻孔加工,发现材料烧蚀速率和激光波长无关,但与加工的孔深度有关。倪晓昌等^[18]对飞秒激光加工深 孔进行了研究。目前国内外关于激光加工 CVD 薄膜锥形微孔的研究鲜有报道。本文在改变激光扫描速 度、扫描次数及激光脉冲宽度的基础上,利用超短脉冲激光在 CVD 薄膜上加工出阵列锥形微孔,分析了激 光工艺参数对阵列微孔形状、尺寸的影响规律。

2 实验方法

实验采用光纤脉冲激光器,波长为 1064 nm,最大功率为 20 W,脉宽为 4~200 ns 可调,重复频率为 10~5000 kHz可调。

实验材料为经过抛光处理的 CVD 金刚石薄膜,尺寸为 10 mm×5 mm×0.2 mm。实验前先将 CVD 薄膜浸入酒精进行超声波清洗(清洗时间为 5 min),再将薄膜进行干燥。激光加工完成后再用超声波清洗机 清洗 5 min,干燥后用激光共聚焦显微镜(OLS4000, OLYMPUS,日本)观察薄膜表面微孔入口及出口形貌, 用扫描电镜[S-3400N(II),HITACHI,日本]对微孔入口、出口及阵列锥形微孔横截面进行观察。

当激光频率为 20 kHz 时,分别改变激光扫描速度、扫描次数和脉宽三组参数,观察这些参数对激光扫描加工阵列锥形微孔的影响,三组参数变量见表 1。改变任一组参数时,对应的其他参数固定不变:改变激光扫描速度时,对应的扫描次数为 600,激光脉宽为 50 ns;改变扫描次数时,对应的扫描速度为 300 mm/s,激光脉宽为 50 ns;改变激光脉宽时,对应的扫描速度为 300 mm/s,扫描次数为 600。

表1 激光扫描过程中三组参数变量

 Table 1
 Three groups of parameter variables in laser scanning process

Scanning speed /(mm \cdot s ⁻¹)	100	200	300	400	500
Number of laser scanning	200	400	600	800	1000
Pulse width /ns	14	20	30	50	100

将光纤激光器功率设为 20 W,激光脉冲宽度设为 1064 nm。利用制图软件设计激光加工路径,设计孔 径为 0.02 mm、孔径间距为 0.1 mm。扫描前将 CVD 薄膜水平放置于激光器工作平台上,调节激光振镜高度,使激光焦点落在 CVD 薄膜表面,通过调节平台 XY 方向来选择激光加工 CVD 薄膜的位置。将制图软件上设计好的图形导入激光器操作平台,采用轮廓迂回扫描方法加工微孔,激光沿着圆弧轨迹扫描,扫描完一个圆周记作加工一次,待激光将预定的扫描次数完成,微孔加工完成。当脉冲激光作用于材料表面时,光能量在材料表面产生熔化和气化区域;当脉冲继续作用于材料时,光能量会被熔融状态的材料吸收,此时材料内部气化压力增大,促使材料喷溅出来,形成凹坑^[14]。CVD 薄膜激光扫描阵列锥形微孔加工示意图如图 1 所示。在激光作用下,薄膜表面材料蒸发或气化。在微孔底部,激光通过孔内壁的反射来扫描加工,所以底部能量小,扫描出的微孔孔径较小,由此形成了顶部孔径大底部孔径小的圆锥形微孔。利用扫描电子显微镜(SEM)观察断面形貌,并测量微孔孔径尺寸,CVD 薄膜微孔的截面示意图如图 2 所示,其中 D 为激光在入口处扫描出的孔径,d 为薄膜被打穿时锥形微孔底部直径,h 为锥形微孔深度。



图 1 阵列锥形微孔加工示意图 Fig. 1 Schematic diagram of machining arrayed conical micro-holes



图 2 锥形微孔截面示意图

Fig. 2 Schematic diagram of cross sections of conical micro-holes

3 结果分析与讨论

3.1 激光扫描速度对微孔的影响

在 5 组不同扫描速度下,利用 SEM 可以观察到 CVD 薄膜均被穿透,激光扫描速度对阵列微孔入口直 径 D 的影响如图 3 所示。在不同扫描速度下,CVD 薄膜表面入口孔径表面形貌如图 4 所示。从图 4 可以看 出,当扫描速度为 100 mm/s 时,获得的入口孔径最大,达到了 56 μm;当扫描速度为 400 mm/s 时,得到最小 人口孔径 54 μm,两者相差不大。结合图 3,4 可以看出,随着扫描速度的增加,入口孔径略有下降但基本持 平。扫描速度对微孔出口直径的影响如图 5 所示。当扫描速度为 300 mm/s 时,达到最大出口孔径 7 μm;当速度为 500 mm/s 时,得到最小出口孔径 5 μm,5 组扫描速度下的出口孔径稳定在 5 ~ 7 μm 之间。不同 扫描速度下 CVD 薄膜被激光打通时底部形貌如图 6 所示。从图 5,6 可以看出,微孔出口孔径没有随扫描速 度的增大而增大。5 组微孔截面 SEM 图如图 7 所示,从图中可以看出,微孔内部类似于锥形结构,上部入口 处孔径最大,从入口至微孔中部孔径迅速缩小,从中部到底部孔径收缩趋势放缓。5 组不同扫描速度下的微 孔截面形貌相似,在底部薄膜被打穿,出口处孔径极小。在不同扫描速度下,激光入口及出口处孔径比较稳 定且薄膜均被打穿,微孔深度达到 200 μm,不同扫描速度下的锥度范围为 12.5°~13.7°,如图 8 所示。





Fig. 3 Influence of laser scanning speed on micro-hole entrance diameter

根据微孔的 SEM 图可知,锥形微孔的形貌几乎不随激光扫描速度的增大而变化,扫描速度从200 mm/s 增大到 500 mm/s,入口孔径、出口孔径以及微孔内部形貌均相似,微孔锥度维持在 12°~14°。在激光能量密 度和扫描速度相同的情况下,激光扫描速度不会对被加工物体的形貌产生明显影响,但可以利用提高扫描速 度的方式来提高加工效率。 激光与光电子学进展



图 4 不同激光扫描速度下微孔入口形貌。(a) 100 mm/s; (b) 200 mm/s; (c) 300 mm/s; (d) 400 mm/s; (e) 500 mm/s Fig. 4 Micro-hole entrance morphologies under different laser scanning speeds. (a) 100 mm/s; (b) 200 mm/s; (c) 300 mm/s; (d) 400 mm/s; (e) 500 mm/s



图 5 激光扫描速度对微孔出口孔径的影响

Fig. 5 Influence of laser scanning speed on micro-hole exit diameter



图 6 不同扫描速度下微孔出口形貌。(a) 100 mm/s; (b) 200 mm/s; (c) 300 mm/s; (d) 400 mm/s; (e) 500 mm/s Fig. 6 Micro-hole exit morphologies under different laser scanning speeds. (a) 100 mm/s; (b) 200 mm/s;

(c) 300 mm/s; (d) 400 mm/s; (e) 500 mm/s



图 7 不同激光扫描速度下微孔截面形貌。(a) 100 mm/s; (b) 200 mm/s; (c) 300 mm/s; (d) 400 mm/s; (e) 500 mm/s Fig. 7 Micro-hole cross sectional morphologies under different laser scanning speeds. (a) 100 mm/s; (b) 200 mm/s; (c) 300 mm/s; (d) 400 mm/s; (e) 500 mm/s





Fig. 8 Influence of laser scanning speed on micro-hole conical degree

3.2 激光扫描次数对微孔的影响

激光扫描微孔后入口处孔径与扫描次数关系如图 9 所示。从图中可以看出,在 5 组扫描次数下,微孔孔 径维持在 50 µm 左右。在不同扫描次数下,薄膜的微孔形貌如图 10 所示,由图可以看到,随着扫描次数的 增加,微孔内部锥角逐渐减小而内部孔径逐渐增大,微孔形状由锥形过渡到圆柱形。扫描次数对阵列微孔出 口孔径大小的影响如图 11 所示,由图可以看到,出口孔径随着扫描次数的增加而增大。当扫描 200 次时,出 口孔径为 4.6 µm;当扫描达到 1000 次时,孔径达到 8.1 µm,是扫描 200 次时的 1.8 倍。不同扫描次数下微孔 出口处的形貌如图 12 所示,由图可以看到,随着扫描次数的增加,孔径增加越明显,扫描次数越多出口孔径 越大,但微孔内部锥度随扫描次数增加而逐渐减小。扫描 200,600,1000 次的断面 SEM 形貌如图 13 所示, 由图可以看出,微孔上端孔径随扫描次数的增加而迅速减小,微孔呈现出具有一定弧度的类似喇叭口的形 状。随扫描次数的增加,微孔内壁弧度变化不明显,而底部孔径逐渐增大。不同扫描次数下的微孔锥度如图 14 所示,微孔锥度随扫描次数的增加而减小,扫描 1000 次的锥度比扫描 200 次减小了近 2°。





Fig. 9 Influence of number of laser scanning on micro-hole entrance diameter



图 10 不同激光扫描次数下微孔入口形貌。(a) 200 次;(b) 400 次;(c) 600 次;(d) 800 次;(e) 1000 次 Fig. 10 Micro-hole entrance morphologies under different number of laser scanning. (a) 200 times; (b) 400 times; (c) 600 times; (d) 800 times; (e) 1000 times



图 11 激光扫描次数对出口孔径的影响

Fig. 11 Influence of number of laser scanning on micro-hole exit diameter

由以上分析可知,随着扫描次数的增加,微孔入口孔径几乎无变化,内部孔径及孔深度会增大,而微孔锥 度会逐渐减小,这一结果和宫磊^[19]的研究结果一致。增加扫描次数意味着脉冲个数的增加,脉冲使材料分 层气化,所以孔的深度逐渐加深,其最终深度由总脉冲数决定。此外,孔的直径依赖于激光束在扫描区域的 直径和焦散面形状,所以入口孔径几乎不会随着扫描次数的变化而变化。



图 12 不同扫描次数下微孔出口形貌图。(a) 200 次;(b) 400 次;(c) 600 次;(d) 800 次;(e) 1000 次 Fig. 12 Micro-hole exit morphologies under different number of laser scanning. (a) 200 times; (b) 400 times; (c) 600 times; (d) 800 times; (e) 1000 times



图 13 不同激光扫描次数下微孔截面图。(a) 200 次; (b) 600 次; (c) 1000 次

Fig. 13 Micro-hole cross sectional morphologies under different number of laser scanning. (a) 200 times; (b) 600 times; (c) 1000 times



图 14 扫描次数对微孔锥度的影响

Fig. 14 Influence of number of laser scanning on micro-hole conical degree

3.3 激光脉宽对微孔的影响

不同脉宽激光扫描后 CVD 薄膜表面微孔入口孔径如图 15 所示,当脉宽为 14~100 ns 时,入口孔径维持在 50~55 μm 之间。微孔入口表面形貌如图 16 所示。从图 16 可以看出,脉宽为 14 ns 时微孔锥角较大, 微孔呈现出明显的喇叭口形状;随着脉宽的增大,锥角减小,喇叭口形状变得不明显,微孔内部孔径增大。当脉宽为 50 ns 和 100 ns 时,薄膜才能被打穿,如图 17 所示,脉宽为 50 ns 时出口孔径约为 5.7 μm,脉宽为 100 ns时出口孔径达到 10.6 μm。

不同脉宽激光刻蚀微孔深度的变化如图 18 所示。从图 18 可以看出,当脉宽小于 50 ns 时,微孔深度随脉宽的增加而增加;当脉宽达到 50 ns 时,CVD 薄膜被打穿,说明微孔深度达到 200 μm。锥形微孔在不同脉宽下的形貌如图 19 所示,从图中可以看出,脉宽越大微孔内部孔径越大。微孔锥度随脉宽的变化如图 20 所示,从图中可以看出,微孔锥度随着脉宽的增大而减小。

对不同脉宽激光加工的 CVD 薄膜上的阵列微孔进行观察,发现激光脉宽对锥形微孔形貌会产生较大影响。激光脉宽越大激光能量越大,扫描出来的锥形微孔内部孔径和深度也越大。Döring 等^[20-21]研究发





Fig. 15 Influence of laser pulse width on micro-hole entrance diameter



图 16 不同激光脉宽下微孔入口形貌图。(a) 14 ns; (b) 20 ns; (c) 30 ns; (d) 50 ns; (e) 100 ns Fig. 16 Micro-hole entrance morphologies under different laser pulse widths. (a) 14 ns; (b) 20 ns; (c) 30 ns; (d) 50 ns; (e) 100 ns



图 17 不同激光脉宽下微孔出口形貌。(a) 50 ns; (b) 100 ns





图 18 激光脉宽对微孔深度的影响 Fig. 18 Influence of laser pulse width on micro-hole depth



图 19 不同激光脉冲宽度下微孔截面形貌。(a) 20 ns; (b) 30 ns; (c) 50 ns; (d) 100 ns Fig. 19 Micro-hole cross sectional morphologies under different laser pulse widths. (a) 20 ns; (b) 30 ns;

(c) 50 ns; (d) 100 ns





Fig. 20 Influence of laser pulse width on micro-hole conical degree

现,利用超短脉冲激光进行深微孔加工时,微孔深度主要由单脉冲能量决定。该研究结果与实验结果吻合, 即可通过选择合理的激光脉宽和脉冲能量来获得质量较好的微孔。

4 结 论

在一定参数下,光纤激光可以在 CVD 薄膜上刻蚀加工出微米量级的锥形阵列微孔,微孔入口尺寸为 45~55 μm,出口尺寸可控制在 10 μm 内,锥度小于 20°。激光扫描速度对锥形微孔入口和出口尺寸的影响 不明显,激光扫描次数和激光脉宽均对出口直径和微孔深度有明显影响。锥形微孔深度和出口处孔径均随 扫描次数和激光脉宽的增大而增大,而锥形微孔锥度却随扫描次数和激光脉宽的增大而减小。所以当薄膜 打通时,脉宽的继续增加会使微孔底部孔径持续增大,直至扫描成接近于圆柱形的通孔。实验结果表明,利 用脉宽、脉冲能量和激光扫描次数可以控制锥形微孔的出口直径。

致谢 感谢中山汉通公司提供的激光器,感谢谢小柱老师及罗志良宝贵的意见和建议。

参考文献

1 Ma Guoxin, Xiang Peng, Qiu Shengbao, et al. Development of preparative technique and application of chemical vapor deposition diamond (film)[J]. Vacuum Electronics, 2009(5): 5-11.

马国欣,向 鹏,邱胜宝,等. CVD 金刚石(膜)制备技术及应用进展[J]. 真空电子技术, 2009(5): 5-11.

2 Lü Fanxiu. Progress in research and application development of CVD diamond film[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2010, 31(1): 15-28.

吕反修.化学气相沉积金刚石膜的研究与应用进展[J].材料热处理学报,2010,31(1):15-28.

- 3 Ding Guifu, Cao Ying, Li Xinyong, *et al.* Progress of the research on the micro-mechanical machining technique for CVD diamond film[J]. Diamond & Abrasives Engineering, 2003, 133(1): 6-11.
 丁桂甫,曹 莹,李新永,等. CVD 金刚石薄膜的微机械加工技术研究进展[J]. 金刚石与磨料磨具工程, 2003, 133(1): 6-11.
- 4 Badzian A. Diamond challenged by hard materials: A reflection on developments in the last decades [J]. Materials

Chemistry and Physics, 2001, 72(2): 110-113.

- 5 Liao M Y, Meng X M, Zhou X T, et al. Nanodiamond formation by hot-filament chemical vapor deposition on carbon ions bombarded Si[J]. Journal of Crystal Growth, 2002, 236(1): 85-89.
- 6 Wu Xiaojun, Zuo Dunwen, Xu Feng, et al. FEM analysis on the temperature field of CVD diamond film laser drilling[J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2010, 29(1): 83-88.

吴小军, 左敦稳, 徐 锋, 等. CVD 金刚石膜激光打孔温度场有限元仿真[J]. 硅酸盐通报, 2010, 29(1): 83-88.

7 Song Yanjun, Tao Longfeng, Wang Lisheng. Problems and prospect for industrial application of CVD diamond film[J]. Cemented Carbide, 2013, 30(4): 230-236.

宋彦军,陶隆凤,王礼胜. CVD 金刚石膜产业化应用问题分析及展望[J]. 硬质合金, 2013, 30(4): 230-236.

8 Xing Songling, Liu Lei, Zou Guisheng, et al. Effects of femtosecond laser parameter 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.

9 Wang Yuqian, Zhang Junzhan, Liu Yongsheng, et al. Effect of femtosecond laser parameters on TiC ceramic micro-hole drilling[J]. Chinese J Lasers, 2014, 41(10): 1003010.

王禹茜,张军战,刘永胜,等.飞秒激光工艺参数对加工 TiC 陶瓷微孔的影响[J]. 中国激光, 2014, 41(10): 1003010.

10 Xiao Lei, Zhao Jiantao, Yan Zhenfeng, et al. Technologic investigation of laser micro-drilling on the thin ceramic plate [J]. Acta Optica Sinica, 2014, 34(s1): s114012.

肖 磊,赵建涛,闫振峰,等.薄板陶瓷微孔的激光加工工艺研究[J].光学学报,2014,34(s1):s114012.

- 11 Park J K, Ayres V M, Asmussen J, et al. Precision micromachining of CVD diamond films[J]. Diamond and Related Materials, 2000, 9(3): 1154-1158.
- 12 Ohfuji H, Okuchi T, Odake S, *et al.* Micro-/nanostructural investigation of laser-cut surfaces of single-and polycrystalline diamonds[J]. Diamond and Related Materials, 2010, 19(7-9): 1040-1051.
- 13 Zhang Wei. Structuring of coarse-grained diamond wheel surface via laser machining methods [D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2012.

张 伟. 基于激光加工方法的大磨粒金刚石砂轮表面结构化研究[D]. 哈尔滨:哈尔滨工业大学, 2012.

14 Dong Haiyun. Study on minitaper laser drilling technique and technology [D]. Changchun: Changchun University of Science and Technology, 2004.

董海云.小锥度激光打孔技术及工艺研究[D].长春:长春理工大学,2004.

- 15 Xin Fenglan. Research on the laser drilling of high quality[D]. Beijing: Beijing University of Technology, 2006.
 辛凤兰. 高质量激光打孔技术研究[D]. 北京:北京工业大学, 2006.
- 16 Kononenko T V, Ralchenko V G, Vlasov I I, et al. Ablation of CVD diamond with nanosecond laser pulses of UV-IR range[J]. Diamond and Related Materials, 1998, 7(11-12): 1623-1627.
- 17 Kononenko T V, Komlenok M S, Pashinin V P, et al. Femtosecond laser microstructuring in the bulk of diamond [J]. Diamond and Related Materials, 2009, 18(2-3): 196-199.
- 18 Ni Xiaochang, Hong Ru, Wang Qingyue, et al. Research of deep processing technology for femtosecond laser[J]. Journal of Tianjin University of Technology and Education, 2008, 18(3): 5-8.

倪晓昌,洪 茹,王清月,等.飞秒激光深孔加工技术研究[J].天津工程师范学院学报,2008,18(3):5-8.

19 Gong Lei. Research on the laser drilling of Nd: YAG[D]. Changchun: Changchun University of Science and Technology, 2008.

宫 磊.Nd:YAG 激光器激光打孔实验研究[D].长春:长春理工大学,2008.

- 20 Döring S, Richter S, Nolte S, et al. In situ imaging of hole shape evolution in ultrashort pulse laser drilling[J]. Optics Express, 2010, 18(19): 20395-20400.
- 21 Döring S, Richter S, Tünnermann A, *et al.* Influence of pulse duration on the hole formation during short and ultrashort pulse laser deep drilling [C]. SPIE, 2012, 8247: 824717.