

短パルス UV レーザによる単結晶材料の加工

龍見 雅美*、佐々木 徹**、高山 恭宜**

LASER PROCESSING ON SINGLE CRYSTALS BY UV PULSE LASER

Masami Tatsumi, Toru Sasaki and Yasunori Takayama

Laser processing by using UV pulsed laser was carried out on single crystal such as sapphire and diamond in order to understand the fundamental laser processing on single crystal. The absorption edges of diamond and sapphire are longer and shorter than the wave length of UV laser, respectively. The processed regions by laser with near threshold power of processing show quite different state in each crystal.

1. はじめに

Laser Processing による加工は多くの材料に適用でき、切断、穴開け、溶接、焼き入れ等を非接触で行うことが可能であり、光学系の制御により加工の自動化が容易で加工形状に対する制約が少なく高速・高効率な加工が可能であり、多岐にわたる生産現場で実用化されている。さらにレーザの特性を生かして材料や部品（デバイス）の改質や特性向上あるいはレーザアブレーションによる薄膜形成等新材料/新デバイスの創製等研究開発においても多用されている¹⁾。Laser Processing はレーザ光と対象とする材料との相互作用の結果であるから高精度・高品質な加工や新規なプロセスの開発のためにはその材料物性を基にしたメカニズムの解明が不可欠¹⁾と考えられる。本研究では Laser Processing による数十 μm オーダの微細加工あるいは改質により材料特性および微細構造によるデバイス特性向上を目指して、まず通常のレーザ加工における現象論的な検討を単結晶材料について行うべく加工条件の基礎検討を実施した。

2. レーザ加工

一般に固体にレーザ光が照射されるとレーザ光の波長あるいはパワー密度（光電界強度）に応じて1光子や多光子吸収あるいは電子のプラズマ振動による逆制動放射により電子系に貯えられたエネルギーはピコ秒オーダでフォノン系に伝達され格子振動エネルギーが増加し物質のレーザ光照射領域の温度が上昇する。この微小領域で発生した熱は物質中の熱拡散と周囲気体との熱伝導・対流及び輻射で周囲に拡散してゆき入射レーザビームのエネルギーの大きさとのバランスで到達温度が決まる。さらにレーザ光のエネルギーが供給されると温度上昇が続き熱的なプロセスにより物質の融解・気化（蒸発）が始まる（アブレーション加工）。紫外領域の短波長レーザによる化学結合の切断を伴ったアブレーションやフェムト秒レーザのような短パルスで熱拡散より短い時間内で熔融からアブレーションへのプロセスが進行する場合は材料への熱的影響は比較的小さいと考えられる。レーザ照射の熱的なプロセスにおいてレーザのパルス

*電気電子工学科 **電気電子工学科学生

幅 τ_p の間に発生した熱が物質中を拡散する熱拡散距離 L_D は $L_D = (D_F \tau_p)^{1/2}$ で表される。ここで D_F は熱拡散係数 ($D_F = K_T / \rho C_p$ K_T : 熱伝導率、 ρ : 密度、 C_p : 定圧熱容量) である。パルス幅数十 ns のレーザーの場合熱拡散距離はアルミで約 $2 \mu\text{m}$ 、ダイヤモンドで約 $7 \mu\text{m}$ 、サファイアで約 $0.4 \mu\text{m}$ 程度となり熱伝導による加工領域への熱的影響を考慮する必要がある。

レーザーが照射された物質表面は図1のようになり、溶融部は表面からの蒸発の反力で窪み、表面張力とのバランスで決まるキーホールと呼ばれる深い穴が形成され加工が進行する。ここで蒸発した気体によりプルームと呼ばれるプラズマ密度の高い領域ができる。このプラズマ密度が高くなるとプラズマ振動数が高くなりレーザー光はシールドされ表面に到達しなくなる。シングルモードのレーザー光はその強度は Gaussian 分布であり加工形状も軸対称になるはずであるが単結晶のように熱伝導あるいは結晶面による融解の異方性が顕著な場合は軸対称から形状がずれる可能性がある。また単結晶には壁開性を示すものがあり熱的な条件によってはクラックをともなった加工痕を発生することがある。

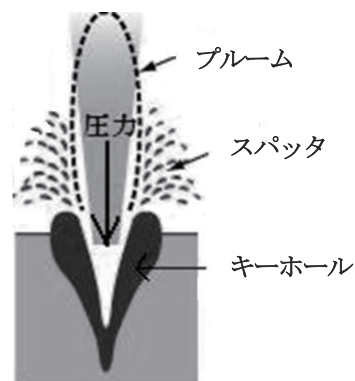


図1. レーザ加工プロセス

レーザー加工において使用するレーザー光波長に対して材料が透明か否かで加工状況が変化するため、特にワイドギャップの材料についてはその吸収メカニズムを把握しておくことは重要である。

今回の実験ではバンドギャップ及び熱伝導率が異なるサファイアとダイヤモンドの単結晶についてレーザー加工を行い、その差異を検討した。

3. 実験

加工実験にはレーザー光源として紫外線短パルスレーザー (Coherent 社 AVIA 355-7000、波長: 355nm 、平均出力: 7W 、パルス幅: 35ns 、ビーム径 ($1/e^2$): 3.5mm 、ビーム拡がり角: $<0.3\text{mrad}$) を用いた。パルスエネルギーは励起用半導体レーザー強度、励起時間、パルスの繰返し周波数に依存しており、これらのパラメータを組み合わせ、励起時間により微調整して制御した。パルスエネルギーの制御範囲は数十～ $250 \mu\text{J}$ である。レーザー光の照射位置およびショット数制御にはガルバノメータユニット (GSI 社 HC/3, Silloptics 社 Telecentric Scan Lense f80mm 搭載) を用いた。図2にレーザー加工の実験系を示す。ガルバノメータユニット透過後のレーザービームの拡がり角及びビームウェスト位置を市販のレーザーアライメントペーパー及びポリイミドフィルムを用い、レーザー照射位置をレーザー光の光路に沿って相対的 (z で表示) に変化させその加工痕から測定した。加工領域近傍でのレーザー光の拡がり角 (全角): 27mrad 、ビームウェスト位置: $z = 12.0\text{mm}$ (相対位置) での加工痕直径は $30 \sim 35 \mu\text{m}$ (パルスエネルギー: $22 \mu\text{J}$) が得られた。なおポリイミドの加工閾値はパルスエネルギーで $12 \mu\text{J}$ であった。

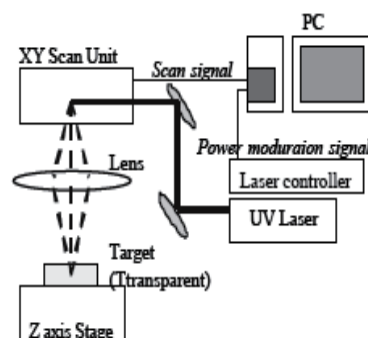


図2. レーザ加工実験系

加工に用いた試料はサファイア単結晶のC(0001)面、R(1-102)面、A(10-10)面の厚さ $350 \mu\text{m}$ (表面: polish, 裏面: lap) 及び素素ドープ ($1 \sim 10^2 \text{ppm}$) された I b type の高圧合成単結晶ダイヤモンド (as received) の(111)面である。ダイヤモンドは厚さ約 1mm であり、晶癖を示し表面は step 成長の段差が存在している。今回は試料表面の影響をみるため、試料の有機洗浄を徹底して行い表面汚染の影響を少なくした。加工は主にレーザーの繰返し周波数 10kHz 、1shot のパルス (パルスエネルギー: 数十～ $250 \mu\text{J}$) の条件でビームウェスト近傍で行った。加工痕は光学顕微鏡及び非接触三次元測定装置 (三鷹光器 NH-3SP) で評価した。

4. 結果と考察

サファイアの A 面、R 面、C 面をパルスエネルギー：200～210 μJ の 1 shot のビームウェスト位置でのパルスで照射した時の表面の加工痕形状を図 3 に示す。A 面、R 面ともにほぼ円形の形状の加工痕を示し、段差測定から深さ 2 μm 、直径約 30 μm の大きさを持ち、加工痕外周部に 1 μm 以下のわずかな盛り上がりが見られる(図 4)ことから、照射部が融解していると判断される。

サファイア A 面表面の加工痕直径のビームウェスト位置(112mm)に対する高さ依存性を図 5 に示す。図の加工痕直径(d)がゼロの点は表面に加工痕が観測されて

いないことを示す。表面に加工痕が観測されるのはビームウェスト近傍のレーザパワー密度の高い領域のみである。表面に加工痕が観測されない位置ではウエハーの裏面に直径 40～70 μm

の比較的大きな加工痕が発生する。この状況は R 面について

も全く同様である。このことはサファイアが波長 220nm 以上の光に透明であり今回加工に用いた 355nm の UV レーザに対して基本的に結晶中で吸収は起こらないことに因っている。しかし結晶表面は表面準位、加工ダメージ層や表面汚染による結晶内部にはない吸収が存在する可能性が高く、パワー密度の高い領域では吸収による熱加工が起これる。今回用いたウエハーは裏面は lap 仕上げであり加工ダメージが大きく微小なクラックが多数存在しており、加工閾値が非常に低くなっていると考えられ、裏面での加工痕発生の原因となっている。すなわち荒れた裏表面はプレメルティングの範囲が広くレーザのパワー密度に対する加工閾値が表面よりも低く、結晶内部での吸収によるパワー密度の低下がほとんどないため裏面で加工痕が発生したと考えられる。表面での加工痕が浅い原因はレーザパワー密度が低く表面での加工閾値にたいするマージンが少ないためと考えられる。

一方 C 面は同じパワー密度の照射に対してすべて表面に加工痕が形成されており、すべての加工痕に結晶の対称性を反映した 3 回対称のクラックが発生している。加工痕の深さは約 10 μm と他の面に比べて深い。クラックの面は C 面となす角度から R 面でありこの面が弱い壁開性を示すと推定される。C 面での表面に形成される深い加工痕の原因はレーザが照射された瞬間にクラックが発生し、表面で吸収したレーザ光エネルギーがクラックで囲まれた内部で断熱されるため内部すべてが熔融/蒸発していると考えられる。図 6 に C 面のビームウェスト位置での加工痕の SEM 写真を示す。最表面の融解と 3 回対称で R 面が現われていることがわかる。

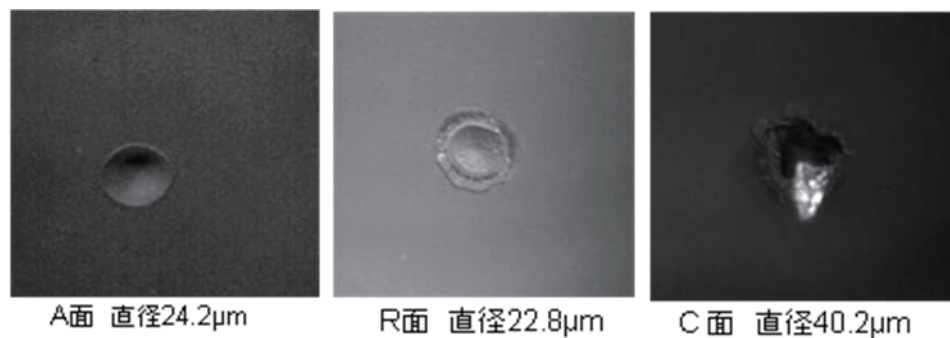


図 3. サファイア表面の加工痕 (ビームウェスト位置)

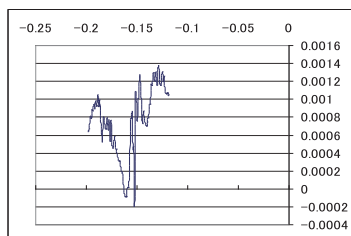


図 4. R 面加工痕段差形状

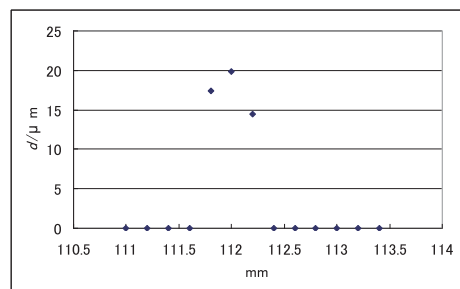


図 5. A 面加工痕直径の高さ依存性

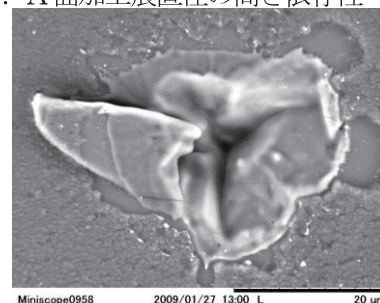


図 6. C 面加工痕の SEM 像

合成ダイヤモンド(Ib)は窒素ドーピングされているため天然のダイヤモンド(Ia型)と違い窒素の準位による影響で吸収端は400nm付近にあり355nmのレーザ光はほぼ100%吸収する。したがってサファイアの場合と異なりダイヤモンド表面でレーザ光が吸収され加熱される。この熱はダイヤモンドの高い熱伝導率により結晶内に拡散してゆく。図7に加工に用いた(111)の合成ダイヤモンド(厚さ:1mm)の透過率の測定結果を示す。ダイヤモンド(111)面のパルスエネルギー200~205 μJ 、1shot

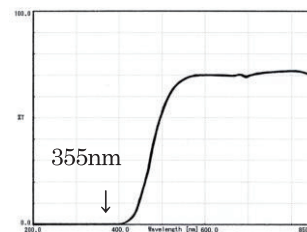


図7.ダイヤモンドの透過率

での加工痕形状を図8に示す。前回報告した結果²⁾では240 μJ のパルスエネルギーでクラックを伴った加工痕が表面に観測された。今回の条件では1shotの加工痕は同様にクラックを伴っているが、ほとんどの加工痕が表面ではなく結晶内部に発生していることが特徴である。代表的な加工痕形状の顕微鏡像を図8に示す。内部の加工痕については顕微鏡のfocus位置より結晶表面からの深さを測定した。図9にレーザのビームウェストに対して試料表面位置を変化させたときの加工痕の深さ変化を示す。また、加工痕が図9の深さにあり孤立した点であることを結晶端面よりレーザ光を表面に平行に入射して観測される散乱像より再確認した。内部で加工が発生する場合透明材料でレーザのパワー密度が高くなる焦点位置で多光子吸収等で進行すると考え

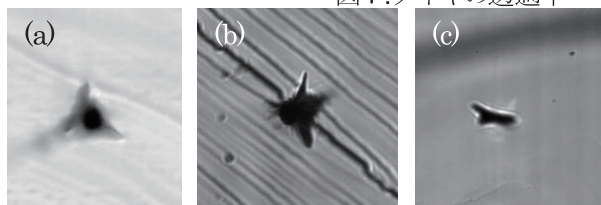
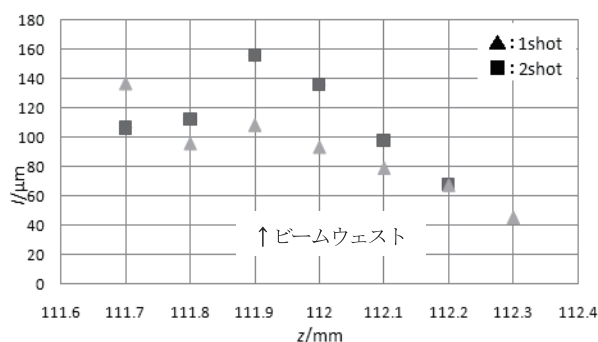
図8. ダイヤ加工痕(a)表面(240 μJ), (b), (c)内部

図9. 加工痕深さのz依存性

られるが、ダイヤモンドの吸収率からそのプロセスは起こり得ない。顕微鏡像で一部融解あるいは変質領域が存在するようにも見られるがクラックが内部で発生しそれによる散乱光が原因と推定される。クラックの面は(111)及び(110)の壁開面である。図9の深さのz依存性では表面でのパワー密度の最も高いビームウェスト位置で最も加工痕が深くその両側のパワー密度が低下する条件では照射面積が広がるとともに浅くなっている。ダイヤモンドの表面加工痕のクラックは冷却時に発生している²⁾ことから表面の加熱による熱歪が原因であり、到達温度、加熱領域に依存して結晶内部の熱応力の分布が変化し、壁開発生を越える深さが変化した結果と推定される。表面で加工痕が観測された前回の実験との違いは試料は溶液成長のas grownの結晶であり表面のダメージは同程度と考えられるため、パルスエネルギーが240 μJ と若干大きいことと表面汚染の可能性が考えられるが今後の検討が必要である。

5. まとめ

単結晶表面あるいは内部に微細な加工あるいは改質を制御性よく行うことにより微細構造をもった素子を実現できる可能性がある。レーザを用いる場合対象である結晶の特性との関係を理解することが重要であり、今回の加工閾値近傍のレーザパワーの実験により基本的な加工条件、結晶特性に対する課題が把握できたので今後の微細加工条件の検討にいかしてゆく。

参考文献

- (1) 増原 宏: “レーザプロセッシング応用便覧” NGT (2006)
- (2) 龍見雅美: 福井工業大学紀要, 38 39 (2008)

(平成 21 年 3 月 31 日受理)