

超短光パルスマイクロ接合法を用いたダイヤモンドの溶接

奈良工業高等専門学校 電子制御工学科

助教 玉木 隆幸

(平成 19 年度 一般研究開発助成 AF-2007212)

キーワード：超短光パルス，マイクロ接合，ダイヤモンド

1. 研究の目的と背景

ダイヤモンドは耐摩耗性に優れ、かつ、摩擦係数が小さいため、切削加工に用いられる工具（バイトの刃先など）の材料として有用である。しかし、ダイヤモンドは極めて硬いという性質も併せもつため、ダイヤモンドを複雑な形状に加工にすることは困難である。そこで、難削材であるダイヤモンドを微細に加工するために、超短光パルスの利用を考える。超短光パルスとは、ピコ秒以下のパルス幅をもつ光パルスをいい、その極短のパルス幅ゆえに、非常に高いピークパワーをもつ。この超短光パルスを被加工材料表面、あるいは、内部に集光照射すれば、多光子イオン化、トンネルイオン化などの非線形吸収現象を集光点近傍に生じさせることができる。つまり、集光点近傍への光エネルギーの蓄積により、集光点近傍の被加工材料を熔融させることができ、選択的かつ局所的な材料加工を実現することができる。さらに、集光点を三次元的に移動することにより、被加工材料に複雑な三次元構造を形成することも可能である。しかし、最近の民生品、産業機器を見てもわかるように、1つの材料からなる部材だけでは実現困難な構造、特性を複数の部材を重層化、複合化することにより実現し、様々な製品を製造、開発していることが明らかである。つまり、超短光パルスによってマイクロ加工された部材を重層化、複合化できるマイクロ接合技術の開発も望まれている。そこで本研究では、(1) 難削材であるダイヤモンドを高精度に加工できる可能性をもつ超短光パルスを用いたレーザープロセッシングに関する知見を蓄積する。超短光パルスを用いた透明材料内部へのレーザープロセッシングは、1996年に京都大学の平尾一之教授らにより世界で初めて報告され¹⁾、国内外の研究者により現在も研究開発が進められている。被加工材料をダイヤモンドに限定すれば、アイオワ州立大学の Molian 博士らのグループ²⁾をはじめとする国内外の複数の研究者により超短光パルスマイクロ加工に関する知見集積が図られているが、部材の重層化、複合化を目指すマイクロ接合を目的とするものではなく、ダイヤモンド間のマイクロ接合につながる知見を得る必要がある。さらに、このレーザープロセッシングに関する知見は、ダイヤモンドの性質上、高硬度材料・難削材料の研削、切削分野のみならず、電子素子分野にとっても重要であると考えられる。(2) 超短光パルスを用いたダイヤモンド間のマイクロ接合に関する知見を得る。とくに、光照射条件と接合強度に関する知見を集積し、超短光パルスマイクロ接合に最適な加工条件を明らかにする。そして加工条件より接合プロセスを探索する。

2. 実験方法

2・1 超短光パルスマイクロ加工光学系

超短光パルスを用いたダイヤモンドへのマイクロ加工を行う光学系を図1に示す。光源（波長 1064 nm、パルス幅 250 fs、繰返し周波数 1 MHz、最大出力 2 W）から出射されたレーザー光は、半波長板（HWP: Half Wave Plate）と偏光板（P: Polarizer）により強度を調整され、対物レンズ（OL: Objective Lens）により試料表面、および、試料内部に集光照射される。入射パルスエネルギーは、対物レンズ透過後のパルスエネルギーをパワーメーター（PM: Power Meter）により、測定する。また、レーザー光源の損傷を防止するために、光アイソレータ（OI: Optical Isolator）により光路上にて発生する光源への戻り光を遮断する。試料はゴニオステージ（GS: Gonio Stage）上に設置された治具により把持され、ゴニオステージの角度調整を行うことにより、試料表面がレーザー光の進行方向に対し垂直となるよう設定する。加工の際、自動 xy ステージと自動 z ステージを電子計算機（Computer）によりプログラム制御することにより、三次元的な加工が可能となる。また、試料を白色の LED（Light Emitting Diode）により照射し、CCD（Charge Coupled Device）カメラ 1 により試料上面を、CCD カメラ 2 により試料側面を観察する。なお、各 CCD カメラの画素数は、縦 640 Pixel、横 480 Pixel である。

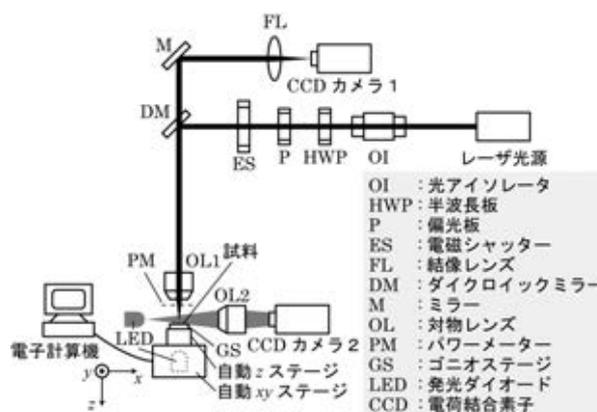


図1 ダイヤモンドへの超短光パルスマイクロ加工用光学系

2・2 対物レンズとダイヤモンドの仕様

ダイヤモンドを加工し、加工後の試料を観察し、最適な接合位置を探索するために用いた対物レンズの仕様を表1に示す。ここで、表1における1 Pixelあたりの長さとは、各対物レンズを加工用対物レンズOL1として用いた時、CCDカメラ1上において観察される画素1 Pixelあたりの被写体の長さである。つぎに、被加工材料として用いたダイヤモンドの仕様を表2に示す。

表1 実験に用いた対物レンズの仕様

開口数 [-]	0.25	0.40
倍率 [倍]	10	20
動作距離 [mm]	18.5	8.1
瞳径 [mm]	10.8	8.1
1 Pixelあたりの長さ [μm]	0.66	0.32

表2 ダイヤモンドの仕様

結晶特性	合成単結晶
ヤング率 [GPa]	1 050
ヌーブ硬度 [GPa]	120
密度 [kg/m^3]	3.515×10^3
比抵抗 [$\Omega \cdot \text{m}$]	10^{14} 以上
熱伝導率 [$\text{W}/\text{m} \cdot \text{K}$]	2 000
熱膨張率 [$1/\text{K}$]	1.5×10^{-6} @78 °C
屈折率 [-]	2.41 @波長 656.3 nm

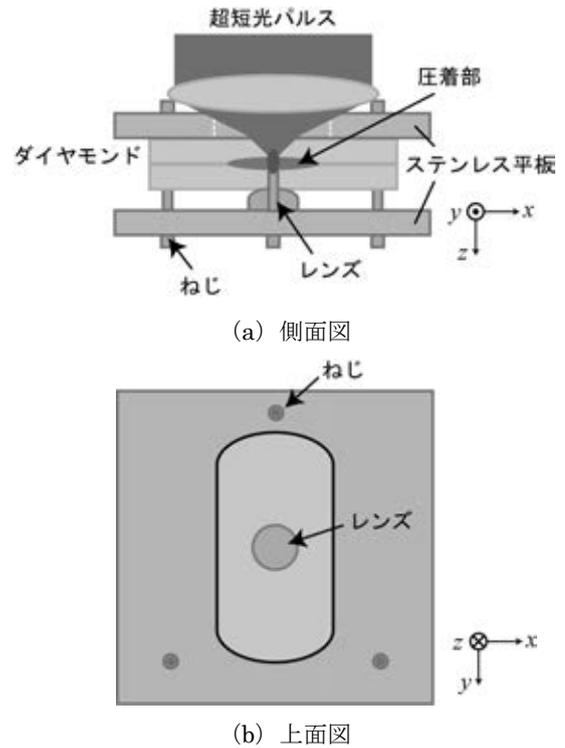


図2 ダイヤモンド間の超短光パルスマイクロ加工に用いる治具の概念図

2・3 ダイヤモンドへの超短光パルスマイクロ加工方法

ダイヤモンド間のマイクロ接合を実施するために、超短光パルスとダイヤモンド間の相互作用を探索する。探索パラメータとしては、露光時間と走査速度である。露光時間依存性をみるために、2.1節において述べた光学系を用い、ダイヤモンド表面に露光時間を1秒から600秒まで変化させ、超短光パルスを定点照射する。つぎに、走査速度依存性をみるために、自動xyステージの走査速度を10 $\mu\text{m}/\text{s}$ から10 mm/s まで変化させ、集光点を300 μm 移動させる。これらの加工により、各パラメータに対する相互作用を明らかにする。

2・4 ダイヤモンドへの超短光パルスマイクロ接合方法

2・4・1 ダイヤモンド固定用治具

ダイヤモンド間の超短光パルスマイクロ接合を実施するために必要となる治具の概念図を図2に示す。マイクロ接合時、被接合試料であるダイヤモンドは2枚のステンレス平板に挟まれ把持される。このとき、ステンレス平板に備えられたレンズ上の被接合試料間隙は、接合が可能とされる100 nm以下となり、試料間隙に超短光パルスを集光した場合においても、試料境界面における表面損傷を抑制し、接合の実現を容易にしている。

2・4・2 接合強度の評価方法

接合された試料の接合強度を測定するために、図3に示す試験方法を用いる。接合された試料は引張り試験機の把持部に接着され、下側の把持部を固定し、上側の把持部を上方向に移動させることにより、試料に

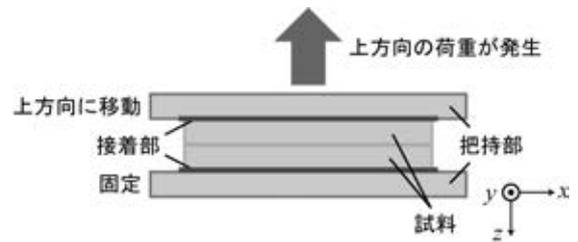


図3 接合強度を測定するための試験方法

対し垂直方向の引張り荷重を作用させる。接合強度は、試料が分離した時の引張り荷重を接合面積により除算することにより算出する。

2・4・3 最適な接合位置の探索と超短光パルスマイクロ接合の実施

超短光パルスを用いてダイヤモンドなどの透明材料間をマイクロに接合させるためには、被接合材料間の適切な位置に集光点を設定する必要があると考えられる。それは、本研究において用いる超短光パルスマイクロ接合法が、多光子イオン化、トンネルイオン化などの非線形吸収現象を利用していることに起因している。つまり、超短光パルスを被加工材料の表面、および、内部に集光照射した場合、集光点近傍に非線形吸収現象などにより、原子中の原子核と電子が離散した状態であるプラズマが発生する(図4(a))。このプラズマに後続の光パルスが吸収されれば、熱や衝撃波が生じ、それらが集光点近傍の局所領域を溶融させる(図4(b))。光パルス照射後は材料が再凝固するため、被接合材料間の接合が可能となる(図4(c))。

このため、高速、高精度、非接触加工というレーザマイクロ接合法の特長にくわえ、被接合試料の母材を溶解させることなく、その境界面だけを溶解させるという利点をあわせもつ。しかし、被接合試料境界面だけを正確に溶解させるためには、集光点位置も正確に境界面に定める必要がある。そこで、ガラス試料(厚み $700\ \mu\text{m}$ 、屈折率 $1.516 @$ 波長 $587.56\ \text{nm}$)を用いて、マイクロ接合を行い、適切な集光点位置を探索する。探索手法としては、2枚のガラス試料を2.4.1節において述べた治具により固定し、光パルス入射側の試料表面から対物レンズを光軸に沿って光パルス出射側に $450\ \mu\text{m}$ から $485\ \mu\text{m}$ 下げ、接合実験を行う。ここで、試料表面は、対物レンズを下げた場合に、図1における CCD カメラ1において、何らかの変化が初めて見られる位置と定めることとする。さらに、この場合の接合条件としては、入射パルスエネルギー $1.68\ \mu\text{J}$ 、接合形状を図5に示す溝幅 $50\ \mu\text{m}$ の渦巻形状とし、 $2\ \text{mm} \times 2\ \text{mm}$ の領域を接合する。この場合の接合の可否は、簡易に判断するために2.4.2節において述べた方法を用いず、接合された試料の片方を静かに手で持ち上げた際、もう片方の試料が自重により分離すれば失敗、分離しなければ成功として評価を行うこととする。ダイヤモンド間の接合実験は、このガラス間の接合実験より得られる最適な集光点位置をもとに対物レンズの下げ幅を定め、2.3節から得られる最適なダイヤモンドの加工条件を接合条件に設定することとする。

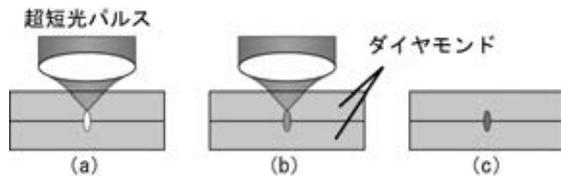


図4 超短光パルスマイクロ接合法の概念図。(a) 集光点近傍にプラズマ発生、(b) 溶融と再凝固、(c) 接合の完了

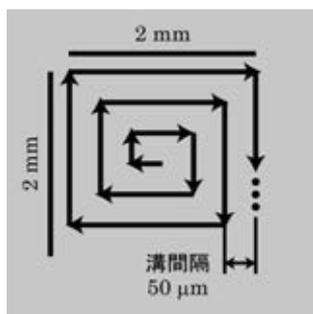


図5 接合形状

3. 実験結果、および、考察

3.1 ダイヤモンドへの超短光パルスマイクロ加工

ダイヤモンド表面への超短光パルスマイクロ加工において、露光時間依存性を調査するために、2.3節において述べた各露光時間の間、表1に示す2種類の対物レンズを用い、ダイヤモンド表面に入射パルスエネルギー $1.68\ \mu\text{J}$ にて定点照射を行った。各露光時間間に加工された穴の直径と露光時間との関係を図6に示す。

図6より明らかなように、開口数が大きな対物レンズを用いれば、大きな穴加工を実現可能である。これは、パルスエネルギーを集光点直径により除し得られるフルエンス値が、開口数の大きな対物レンズでは大きくなり、効率的な除去加工が実現された結果である。つぎに、超短光パルスを露光する時間が増加するにしたがい、穴の直径は非線形に増加していることがわかる。この非線形性は、熱蓄積効果の影響であると考えられる。熱蓄積効果とは、パルスの繰返し周波数が少ない領域、すなわち低繰返し領域での加工では、集光点からの熱拡散に要する時間よりもパルスの間隔が長いいため、集光点近傍のみに熱影響が生じるのに対し、高繰返し領域では集光点からの熱拡散に要する時間よりもパルス間隔が同程度、もしくは短いため、集光点において熱の蓄積が生じ、集光点よりも大きな溶融領域が形成される現象である。つまり、今回用いた超短光パルス光源は $1\ \text{MHz}$ の繰返し周波数をもつため、集光点からの熱拡散よりもパルス間隔が短くなり、熱蓄積効果が生じたものと考えられる。

つぎに、自動 xy ステージの走査速度と加工痕の大きさの関係を求めるために、開口数 0.40 の対物レンズを用い、パルスエネルギー $1.68\ \mu\text{J}$ の超短光パルスを試料表面に照射し、 $300\ \mu\text{m}$ 長の溝加工を行った。各走査速度に対する加工痕の光学顕微鏡像を図7に示す。図7より明らかなように、走査速度を増加させても、加工痕の溝幅に大きな変化は見られない。しかし、接合実験時には、 $1\ \text{mm/s}$ 、 $5\ \text{mm/s}$ 、 $10\ \text{mm/s}$ 、 $50\ \text{mm/s}$ の走査速度を用い、接合実験を行うこととした。

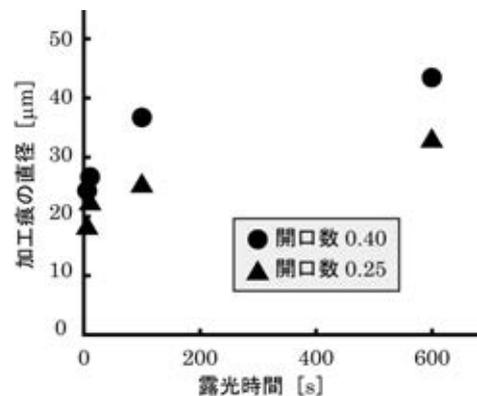


図6 露光時間と加工痕の直径の関係

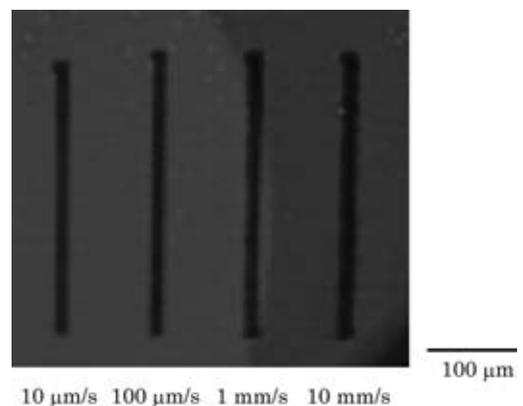


図7 走査速度と加工線幅の関係

3・2 最適な接合位置の探索実験

2・3・4 節において述べたように、超短光パルスマイクロ接合法において重要な集光点位置の探索実験の結果を図8に示す。図8より、対物レンズを光パルス入射側の試料表面より465から480 μm下げた位置において、高い成功率をもって接合が実現されていることがわかる。つぎに、この集光点位置と幾何光学より求められる集光点位置を比較する。幾何光学により集光点位置を求めるために、被接合試料に入射する光線の入射角、試料の屈折率等を図9のように定義する。このとき、スネルの法則等を用いることにより集光点位置は式1を用いて求めることができる。

$$z1 = \frac{z2 \tan\left(\sin^{-1} \frac{NA}{n}\right)}{\tan(\sin^{-1} NA)} \quad (1)$$

空気の屈折率を1とし、ガラスの屈折率 $n = 1.516$ 、対物レンズの開口数 $NA = 0.40$ 、試料の厚み $z2 = 700 \mu\text{m}$ を式1に代入すれば、この集光点位置は $438 \mu\text{m}$ となり、実験から得られた最適な集光点位置とほぼ同様の値となる。つまり、式1を用いれば、ダイヤモンド間の超短光パルスマイクロ接合であっても、最適な集光点位置を求めることができると考えられる。

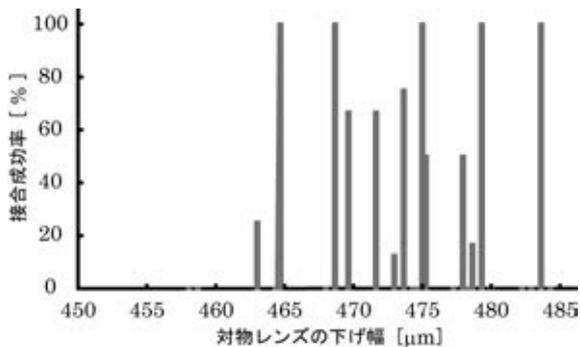


図8 集光点位置と接合成功率の関係

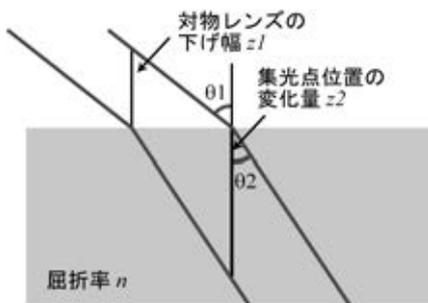


図9 被接合試料における光線の概念図

3・3 ダイヤモンド間の超短光パルスマイクロ接合

開口数0.40の対物レンズを用い、2枚重ねたダイヤモンドの境界面に超短光パルスを集光照射し、自動xyステージを二次元的に走査することにより、2.3.4節において述べた接合領域を形成した。この時、パルスエネルギーを $1.68 \mu\text{J}$ とした。その後、2.4.2節において述べた測定方法において接合強度を求めた。得られた

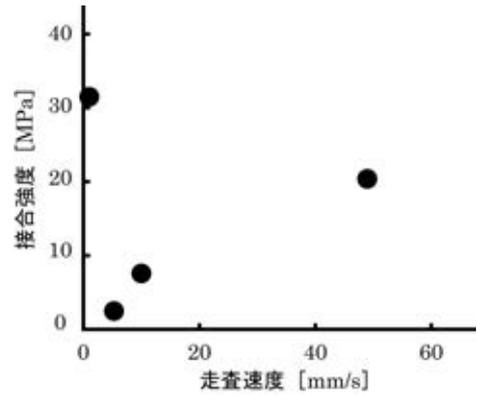


図10 走査速度と接合強度の関係

接合強度を図10に示す。図10より、最大31 MPaの接合強度が得られているため、強固なダイヤモンド間の接合が実現されたといえる。

4. 結言

ダイヤモンド間の超短光パルスマイクロ接合を実現させるのに先立ち、ダイヤモンド表面のレーザプロセッシングを実施し、露光時間、および、自動xyステージの走査速度に対する加工形状の変化を明らかにした。結果、高い繰返し周波数をもつ超短光パルス光源を用いれば、熱蓄積効果がダイヤモンド加工においても生じることが明らかになった。この知見は、ダイヤモンドの性質上、高硬度材料・難削材料の研削、切削分野の発展につながると考えられる。さらに、超短光パルスマイクロ接合を行うために必要となる集光点位置を探索し、幾何光学において求められる集光点位置と同等の位置において接合が可能であることを明らかにした。また、この集光点位置の知見を用い、ダイヤモンド間のマイクロ接合を実施し、31 MPaの最大接合強度を得た。このため、本接合法を用いれば、強固にダイヤモンド間を接合可能であることを実証した。この知見は、高い熱伝導性をもつダイヤモンドの性質を考え合わせれば、高い放熱性能をもつ電子素子の開発につながると期待される。

謝辞

本研究を実施するにあたり、本校電子制御工学科の学生、村上智亮君、芝創吾君とともに実験を行いました。ここに両名に感謝致します。

参考文献

- 1) K.M. Davis, K. Miura, N. Sugimoto, and K. Hirao: Writing waveguides in glass with a femtosecond laser, *Opt. Lett.*, **21**-21 (1996), 1729-1731.
- 2) A.M. Ozkan, A.P. Malshe, T.A. Railkar, W.D. Brown, M.D. Shirk, and P.A. Molian: Femtosecond laser-induced periodic structure writing on diamond crystals and microclusters, *Appl. Phys. Lett.*, **75** (1999), 3716.