

# 高能飞秒激光脉冲对硅和玻璃的附带损伤\*

王延深<sup>1</sup> 王波<sup>1</sup> 董申<sup>1</sup>  
梁迎春<sup>1</sup> 吴文智<sup>2</sup> 孙涛<sup>1</sup>

(1. 哈尔滨工业大学精密工程研究所 哈尔滨 150001;

2. 哈尔滨工业大学凝聚态科学与技术研究中心 哈尔滨 150001)

**摘要:**采用高能飞秒激光脉冲对硅片和载玻片的未抛光表面进行了烧蚀,对烧蚀后样品的表面形貌和纳米力学性能进行了检测。用显微镜对烧蚀后样品的表面形貌进行检测,硅片烧蚀后正面形貌随位置不同发生渐变,而烧蚀后玻璃正面烧蚀区与未烧蚀区有明显界限。用原子力显微镜对烧蚀后样品的预抛光背面进行了检测,发现硅片烧蚀前后背面形貌未发生显著变化;而玻璃烧蚀前后背面形貌发生了明显改变,且烧蚀区与未烧蚀区的背面形貌有较为明显的界限。利用原位纳米力学测量仪对样品抛光背面的纳米力学性能进行了测量,发现硅片背面纳米力学性能有与正面烧蚀区渐变形貌相对应的规律性变化,而玻璃烧蚀前后背面的纳米力学性能则无显著变化。样品表面微观形貌和纳米力学性能的规律性变化在一定程度上反映了高能飞秒激光脉冲在样品背面产生附带损伤的分布情况。

**关键词:**飞秒激光 附带损伤 表面形貌 纳米压痕

**中图分类号:** V211

## 0 前言

飞秒激光具有极短的作用时间、极高的瞬时功率和强度。它以区别于传统长脉冲激光的优良特性而越来越广泛地应用于微细加工领域<sup>[1]</sup>。利用飞秒激光可以加工出三维光波导<sup>[2]</sup>、光子晶体结构<sup>[3]</sup>、具有高纵横比的微孔<sup>[4]</sup>、血管支架<sup>[5]</sup>和打印机喷嘴<sup>[6]</sup>等传统加工方法难以加工的微细结构。

飞秒激光烧蚀的详细机制目前尚不明确,现在存在两种不同的观点<sup>[7]</sup>。一种观点认为超短脉冲激光烧蚀微加工是冷加工,飞秒激光与材料的作用过程中不存在热效应和冲击波等不利于微加工的不良效应。一些学者通过理论分析认为,飞秒激光的脉冲宽度小于电子—晶格散射时间和热扩散时间,作用时间内热能来不及从作用区域扩散到周围<sup>[8]</sup>。而另一种观点则认为超短脉冲激光微加工时存在着微弱的热效应。一些学者在试验中观测到飞秒激光烧蚀区周围有非常小的附带损伤区,认为飞秒激光与材料相互作用时存在热效应<sup>[9]</sup>,只是不太显著。针对这一争议问题,利用飞秒激光对硅、玻璃进行加工,并利用原子力显微镜和纳米原位力学测量系统对加工后的附带损伤及分布情况进行了研究。

由于超精密加工的要求非常高,飞秒激光加工

时产生的很小的附带损伤仍然会对器件的加工质量、精度和性能产生一定的不良影响。因此研究飞秒激光烧蚀材料时所带来的附带损伤情况及其变化规律对于飞秒激光超精密加工有重要意义。

## 1 试验装置和试验过程

### 1.1 激光烧蚀样品

单晶硅是一种应用于微加工和制作 MEMS 的重要材料,玻璃是一种用于在表面和内部加工出二维和三维光学器件和微流体芯片的常用材料。试验样品采用单面抛光的硅片和载玻片。硅片和载玻片厚度分别为 0.26 mm 和 1 mm。烧蚀面采用磨沙面,可减小镜面反射,充分利用激光束的能量;而抛光的背面则利于检测表面微观形貌和纳米力学性能。

试验中飞秒激光由 Ti:Sapphire 再生放大器(Spectra physics, Spitfire)产生。激光器输出光束的中心波长 $\lambda=800$  nm,脉冲宽度(FWHM) $t=120$  fs,重复频率 $f=10$  Hz。采用样品移动的方式来进行激光脉冲扫描,所用的工作台为北京卓立汉光公司 TSA30-C 型二维平移系统,工作台的分辨率为 6.25  $\mu\text{m}$ 。聚焦透镜的焦距 $d=5$  cm,入射激光束的直径约为 1 cm。采用高能飞秒激光脉冲(40 mJ/脉冲)在空气中对硅片和玻璃未抛光表面进行烧蚀,烧蚀后的样品用于进行形貌和纳米力学性能检测。

### 1.2 样品的形貌和纳米力学特性检测

单晶硅片和玻璃在飞秒激光脉冲的作用

\* 国家自然科学基金委与中国工程物理研究院联合基金(10576011)和黑龙江省自然科学基金(E200526)资助项目。20051027 收到初稿,20051220 收到修改稿

下微观形貌和纳米力学性能的变化会比较显著, 从而可以更方便地检测到这些变化。

利用光学显微镜观察烧蚀后样品正面形貌变化。利用原子力显微镜(Digital Instruments, Nano Scope IIIa)检测样品背面的微观形貌, 观察样品的背面在高能飞秒激光脉冲作用下的微观形貌及粗糙度的变化。

利用原位纳米力学测量仪(Hysitron, TriboIndenter)对样品抛光背面的纳米力学性能进行测量。系统的载荷分辨率小于 1 nN, 载荷噪声水平 100 nN, 热漂移小于 0.05 nm/s, 位移分辨率 0.000 2 nm, 位移噪声水平 0.2 nm。试验采用金刚石玻氏压针, 压痕试验在常温下进行。

## 2 试验结果及讨论

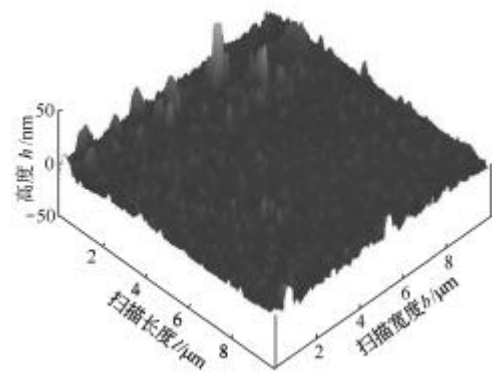
### 2.1 样品的形貌变化

利用光学显微镜对硅片正面烧蚀区附近进行观察, 发现方形烧蚀区域周围产生了一圈明显的变质区, 而变质区外围区域的形貌几乎与样品未加工之前的相同。这个变质区的尺寸约为 1 mm。变质区内生成层状或粒状半透明玻璃态物质, 其形貌发生渐变。在显微镜下可看到烧蚀区中的样品颗粒明显比未烧蚀区中的颗粒大, 两个区域无明显界限。利用原子力显微镜检测样品烧蚀区及其周围区域背面的微观形貌。在单晶硅背面的不同区域分别进行多组试验, 所测得的表面形貌和粗糙度并无显著差异, 认为在试验中高脉冲能量飞秒激光烧蚀对样品背面的表面形貌无显著影响。

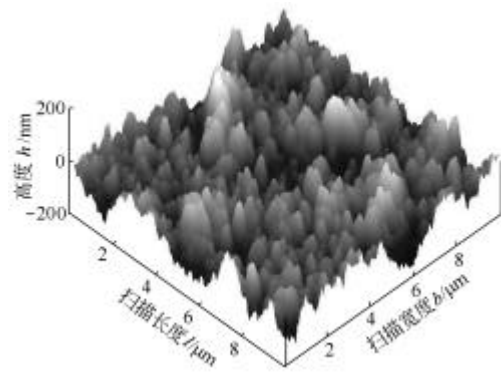
在光学显微镜下看到载玻片正面烧蚀区被飞秒激光烧蚀掉了很薄的一层。载玻片正面烧蚀区域与未烧蚀区域有明显的界限, 烧蚀区内的颗粒比未烧蚀区磨沙表面上的颗粒更细小而且分布更加均匀。利用原子力显微镜检测了载玻片烧蚀区及其周围区域背面的微观形貌, 发现载玻片烧蚀区背面的形貌与未烧蚀区背面的形貌有较大差异。图 1 给出了载玻片烧蚀区和未烧蚀区背面的形貌图。

经检测, 图 1a 中的形貌与未进行激光烧蚀的样品背面的形貌无显著差异。样品烧蚀区背面的表面粗糙度较之未烧蚀区背面的表面粗糙度明显增大, 同时表面起伏也比较大。烧蚀区背面的形貌呈颗粒状均匀分布, 小颗粒尺寸大约 200~300 nm。飞秒激光烧蚀载玻片时, 一部分能量会透过载玻片照到样品背面, 这部分较弱的光会对样品背面的形貌产生一定影响。由于照射到背面的光斑很大, 在激光烧蚀样品正面的过程中样品的背面会被这些能量较

弱的大光斑多次重复覆盖。这可能是形成图 1b 中均匀分布颗粒结构的重要原因。



(a) 未烧蚀区背面的形貌



(b) 烧蚀区背面的形貌

图 1 高能飞秒激光脉冲烧蚀后载玻片的背面微观形貌

### 2.2 样品背面的纳米力学性能

压痕试验采用的载荷为 3 000  $\mu\text{N}$ , 加载、保持和卸载时间均为 10 s。在样品烧蚀区背面每隔一定距离的位置上进行压痕, 在每个位置附近的 20  $\mu\text{m}$  范围内做几组压痕, 这个位置的弹性模量和硬度值由这几组数据取算术平均值得出。这些位置呈直线排列, 贯穿整个烧蚀区背面; 即从未烧蚀区域的背面到烧蚀区背面, 最后再到未烧蚀区域背面。硅片和载玻片背面每个压痕位置的间隔分别为大约 400  $\mu\text{m}$  和 500  $\mu\text{m}$ 。硅片和载玻片背面不同压痕位置的纳米力学特性如图 2 所示。

图 2a 和图 2b 分别为硅片和载玻片背面的弹性模量随压痕位置的变化图。从图 2 中可以看出烧蚀后硅片背面的弹性模量随压痕位置不同有规律性的变化, 而载玻片背面的弹性模量则随位置不同起伏很小, 几乎为恒定值。

对于硅片, 图 2a 中 1.6~4.8 mm 区域位于烧蚀区的背面。硅片背面的弹性模量在 0~1.6 mm 区域逐渐增大, 1.6~4.8 mm 区域保持恒定, 4.8~6.5 mm 区域逐渐减小。数据点相连接所形成的图线大致呈“等腰梯形”。经测量得知“梯形”的“上底”与两个“腰”的交界处(位置 1.6 mm 和 4.8 mm)大致与

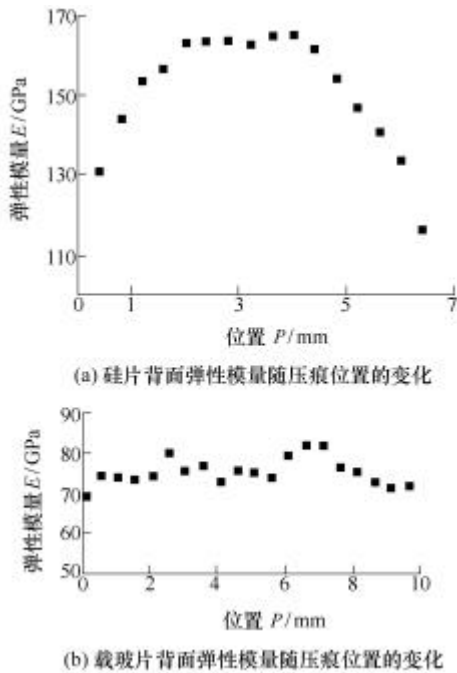


图2 样品背面不同压痕位置的纳米力学特性变化

正面的烧蚀区边缘相对应。“梯形”的“上底”处各个数据点对应的压痕位置位于烧蚀区背面，“梯形”的两“腰”处各个数据点对应的压痕位置与正面变质区中相应位置对应，数值随位置变化而逐渐变化，这与样品正面的变质区渐变相对应。

对于载玻片，图2b中2.0~7.5 mm区域位于烧蚀区的背面。0~2.0 mm和7.5~9.5 mm区域的弹性模量波动较小，而2~7.5 mm区域的弹性模量波动较大。这是由于烧蚀区背面的表面形貌和粗糙度发生了变化，从而引入了更大的试验误差。总体来看，载玻片背面的弹性模量相对于图2a中硅片背面的弹性模量变化不大，在误差范围之内可以认为弹性模量是定值。即载玻片经过高脉冲能量烧蚀后，背面的纳米力学性能未发生显著变化。

### 2.3 讨论

尺寸过大的光斑边缘能量较弱部分对样品曝光或者高脉冲能量烧蚀时产生的不良效应(以热烧蚀为主)都能在烧蚀区周围产生附带损伤。单晶硅片的导热性良好，热通过传导会影响到样品背面。而玻璃的导热性不好，且载玻片比较厚，热影响不能传导到样品的背面。因此，高能量飞秒激光脉冲与样品相互作用时产生的热烧蚀等不良效应对硅片的影响比对载玻片的影响更为显著。由于载玻片对入射激光是透明的，透射过来的部分能量较弱的光束会对样品背面产生影响。

飞秒激光烧蚀硅片时产生的热量会向四周扩散，这导致了样品正面烧蚀区周围区域随位置不同而受

附带损伤程度不同，从而使样品正面烧蚀区周围形貌出现渐变。由于硅片的厚度小于烧蚀时的变质区域的尺寸，高能量飞秒激光烧蚀时的热效应、冲击波等不利于微加工的效应也会对样品的背面产生影响。硅片背面的纳米力学性能也出现了与正面形貌相类似的变化规律，这可能是因为烧蚀区及其周围的背面产生了与其相应正面区域相类似的变质区。推测烧蚀区背面的变质层较薄，从而弹性模量较大；而未烧蚀区背面的变质层较厚，弹性模量较小。由于高能量飞秒激光脉冲作用于样品时会产生超高温、超高压和冲击波，上述现象也可能是由超高温、超高压和冲击波所产生的应力波传递到样品背面<sup>[10]</sup>，从而引起单晶硅的晶格变化所致。然而此时样品背面的表面形貌却未发生显著变化，即飞秒激光作用于硅片时产生的热烧蚀等不良效应对纳米力学性能产生了影响却不会对样品背面形貌产生影响。

高能量飞秒激光脉冲照射在样品磨沙表面上，其中大部分能量被吸收和散射，只有一小部分能量照射到样品光滑背面。由于样品背面位于透镜焦点之外，激光照射到背面形成的斑点会很大，因此照射到背面单位面积上的能量会非常小。同时载玻片透明、光滑的背面会极大减小对激光的吸收，这样就仅有很少的能量会对样品背面产生影响。在这部分能量的作用下，载玻片背面的形貌和粗糙度发生了很大变化，出现了如图1b中所示的均匀分布颗粒结构。

## 3 结论

采用高能量飞秒激光脉冲对硅片和玻璃未抛光表面进行烧蚀，并对烧蚀后样品的形貌和背面纳米力学特性进行了检测。检测结果证明在飞秒激光的作用下，样品烧蚀区周围的形貌和纳米力学特性发生了显著的规律性改变。样品背面的微观形貌和纳米力学性能的规律性变化在一定程度上反映了高能量飞秒激光在样品背面产生附带损伤的分布情况。这有力地支持了飞秒激光微加工中存在热效应等附带损伤这一观点。这种利用微观形貌和纳米力学性能进行材料附带损伤间接检测的方法可用于对飞秒激光超精密加工时不同参数下的附带损伤变化进行研究。下一步还应研究在高能量飞秒激光作用后，样品背面表层的化学成分和内部结构的变化。若有新的化学成分生成则测定其分布规律，并研究其厚度和分布对于表面纳米力学性能的影响。

## 参 考 文 献

- [1] SHAH L, TAWNEY J, RICHARDSON M, et al. Femtosecond laser deep hole drilling of silicate glasses in air[J]. *Applied Surface Science*, 2001, 183 : 151-164.
- [2] DAVIES K M, MIURA K, SUGIMOTO N, et al. Writing waveguides in glass with a femtosecond laser[J]. *Opt. Lett.*, 1996, 21 (21) : 1 729-1 731.
- [3] MISAWA H, SUN H B, JUODKAZIS S, et al. Microfabrication by femtosecond laser irradiation[J]. *Proc. SPIE*, 2000, 3 933 : 246-260.
- [4] ZHANG Y, LOWE R M, HARVEY E, et al. High aspect-ratio micromachining of polymers with an ultrafast laser[J]. *Applied Surface Science*, 2002, 186 : 345-351.
- [5] TONSHOFF H K, OSTENDORF A, NOLTE S, et al. Micro-machining using femtosecond lasers[J]. *Proc. SPIE*, 2000, 4 088 : 136-139.
- [6] BURGHARDT B, SCHEEDE S, SENCZUK R, et al. Ablation plume effects on high precision excimer laser-based micromachining[J]. *Appl. Phys. A*, 1999, 69 : S137-S140.
- [7] HONG M H, SUGIOKA K, LU Y F, et al. Laser microfabrication of transparent hard materials and signal diagnostics[J]. *Applied Surface Science*, 2002, 186 : 556-561.
- [8] STUART B C, FEIT M D, HERMAN S, et al. Optical ablation by high-power short-pulse lasers[J]. *J. Opt. Soc. Am. B*, 1996, 13 : 459-468.
- [9] HIRAYAMA Y, OBARA M. Heat effects of metals ablated with femtosecond laser pulses[J]. *Applied Surface Science*, 2002, 197/198 : 741-745.
- [10] VANAGAS E, KAWAI J, TUZHILIN D, et al. Glass cutting by femtosecond pulsed irradiation[J]. *J. Microlith., Microfab., Microsyst.*, 2004, 3(2) : 358-363.

## HIGH-ENERGY FEMTOSECOND LASER INDUCED COLLATERAL DAMAGES ON SILICON AND GLASS

WANG Yanshen<sup>1</sup> WANG Bo<sup>1</sup> DONG Shen<sup>1</sup>  
LIANG Yingchun<sup>1</sup> WU Wenzhi<sup>2</sup> SUN Tao<sup>1</sup>  
(1. Precision Engineering Research Institute,  
Harbin Institute of Technology, Harbin 150001;  
2. Center for Condensed Matter Science and  
Technology, Harbin Institute of Technology,  
Harbin 150001 )

**Abstract** : High-energy laser pulses are utilized to ablate the unpolished surface of silicon wafer and slide glass and morphology and nanomechanical properties of the sample surface are characterized. The morphology on the ablated front surface is measured by a microscope. The morphology on the front surface of silicon wafer varies with positions, yet there is a distinct boundary between the ablated and unablated areas on the front surface of slide glass. The morphology on the smooth back surface is characterized by AFM. After irradiation, there are no prominent changes in morphology on the back surface of silicon wafer. While, the morphology on the back surface of slide glass is markedly changed by laser pulses, and there is also a clear boundary between the back of the ablated zone and the back of the unablated zone. Nanomechanical properties on the back surface of the two samples are measured by a commercial nanomechanical test system. Regular variations in nanomechanical properties corresponding to that in morphologies on the ablated front surface occur on the back surface of silicon wafer. Yet such regular variations do not appear on the back surface of slide glass. The regular changes in morphology and nanomechanical properties, to some extent, show the distribution of collateral damages, which is induced by the ill effects during high-energy femtosecond laser ablation.

**Key words** : Femtosecond laser Collateral damage

Surface morphology Nano-indentation

作者简介：王延深，男，1978年出生，博士研究生。主要研究方向为飞秒激光超精密微加工。

E-mail : wangyanshen@sina.com

王波，男，1971年出生，副研究员。主要研究方向为超精密加工、测量与控制技术。

董申，男，1939年出生，教授。主要研究方向为精密/超精密加工，微纳制造。