

機関番号：82670

研究種目：若手研究（B）

研究期間：2010～2011

課題番号：22760106

研究課題名（和文） レーザ加工とエッチングを併用した3次元鏡面微細形状創成法

研究課題名（英文） Development of the micro-fabrication method for making specular surface by laser processing and wet etching

研究代表者

若林 正毅 (WAKABAYASHI MASAKI)

地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター・開発第一部電子半導体技術グループ・研究員

研究者番号：50560140

研究成果の概要（和文）：レーザ加工とエッチングを併用した鏡面加工法の加工自由度を高めるため、ガラス材料やレーザ吸収物質の選定を行い、鏡面溝加工の可能性について検討した。銅やクロムをガラス表面に成膜することで、YAG レーザでガラスの表面加工が可能であることを見出したが、鏡面溝加工には至らなかった。一方、石英ガラス表面に塗布したエポキシ系樹脂をレーザで部分的にパターニングし、その後ウェットエッチングを行うことでマイクロ流路チップに適用可能な幅 373  $\mu\text{m}$ 、深さ 31  $\mu\text{m}$ 、表面粗さ 33nmRa の鏡面溝が形成できることを見出した。

研究成果の概要（英文）：To enable processing of various mirror shapes in the micro-fabrication method for making specular surface by laser processing and wet etching, I investigated a combination of glass materials and the laser absorbing materials. The glass surface which was sputtered with copper or chrome was processed by YAG laser. However, it was difficult to fabricate mirror groove or cavity. On the other hands, a part of the epoxy based resin on the fused silica was removed by YAG laser, after wet etching for 4 hours, it was able to form 373  $\mu\text{m}$  in width, 31  $\mu\text{m}$  in depth, 33nmRa in surface roughness, a mirror groove as micro flow channels.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	2,400,000	720,000	3,120,000
2011年度	900,000	270,000	1,170,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,300,000	990,000	4,290,000

研究分野：生産工学・加工学

科研費の分科・細目：機械工学・生産工学・加工学

キーワード：レーザ加工、微細加工、精密加工、ガラス、Nd:YAG レーザ、エッチング

## 1. 研究開始当初の背景

ガラス製の微小光学部品（グレーティング、マイクロレンズ）やマイクロ流路部品は樹脂材料製品と比較して、可視光や紫外光の透過

性に優れ、耐薬性、耐熱性を有することから、高性能品に用いられており、フォトリソグラフィ技術や金型成形によって作製されている。今後、微小光学部品やマイクロ化学チップ

プのさらなる高機能・高感度化には、マイクロレンズと反射防止構造の複合化や、レンズと流路などを複合した複雑な構造が求められる。従来の加工法ではこうした複合化には高価なフォトマスクや金型が複数必要で工程が煩雑となるため、設計の変更に多大なる時間やコストを要してしまう。製品サイクルの短縮化や商品の多様化に対応した多品種少量生産に適した安価な加工法、すなわち、マスクレスで複雑な形状を創成可能なガラスの鏡面微細加工技術の開発が急務であると言える。

ガラスのマスクレス加工技術には、機械加工やレーザ加工が挙げられる。機械加工では、延性モード切削により鏡面加工が可能である。しかし、マイクロ化学チップや光学部品のさらなる微小化・薄型化を考えた場合、脆性破壊やバリ、工具磨耗の影響などが問題となる。レーザ加工では、硬脆材料の加工が容易である一方、鏡面加工が難しく、熱影響層による屈折率変化が生じるため、光学部品の創成が難しいという問題がある。

## 2. 研究の目的

研究代表者が提案するレーザ加工とエッチングを併用したガラスのマスクレス鏡面微細加工法の形状制御性をより高め、自由度の高い3次元構造の形成法を実現するとともに、光学機能と流路機能などを複合した新規高機能デバイス形成法の確立を目的とする。

## 3. 研究の方法

### (1) レーザ微細加工装置の設計と構築

本研究は研究代表者が大学修了後に初めて着手する研究であり、新規にレーザ発振器や加工光学系を構築する必要があった。本研究ではまず、レーザ光をガラスの所望の位置に集光し、かつ正確に走査するためのレーザ微細加工装置の設計と構築を行った。

### (2) 制御プログラムの開発

レーザ光を所望の位置に所望の時間照射するシステムを実現するため、ガルバノスキャナの位置決めとレーザ発振を同期させる必要がある。そこで、D/Aボード（コンテック社製、DAI16-4）を用い、PCよりスキャナとレーザ発振器を制御するためのプログラムをVisualStudio2005にて作成した。

### (3) ガラスの透過率評価

分光光度計（島津製作所社製、3700DUV）を用いて各種ガラスの透過率を評価した。

### (4) ガラスのエッチング実験

各種のガラスをフッ酸水溶液3wt%で1時間エッチングし、表面粗さの変化を調査した。実験では均一にエッチングが行われるよう

ホットスターラにより300rpmでの攪拌と40℃の加熱を行った。粗さの測定には接触式段差計（Veeco社製、Dektak150）を用いた。

### (5) ガラスのレーザ加工実験

石英ガラス、ホウケイ酸ガラス、ソーダ石灰ガラス、結晶化ガラス、赤外カットガラスの計5種類のガラスにレーザを照射して加工が可能かどうか確かめた。レーザ出力は照射可能な最大出力であるCW7.1W、QSW周波数1kHzで0.93Wとした。また、走査速度1mm/s、ドウェル2ms、焦点はガラス表面に合わせ1mm×1mmの領域を25μmピッチで走査した。

### (6) ガラスへのレーザ吸収物質成膜実験

ガラスをYAGレーザの基本波で加工可能にするため、吸収物質をガラス表面に塗布することにした。吸収材としては一般的な電極材料である銅とフォトマスク材料であるクロムを選定した。成膜にはスパッタ成膜装置（アルバック社製、SX-200）を用い、DC出力1kW、プロセスガスAr、成膜圧力0.67Pa、ターゲットサンプル間距離120mm、基板回転10rpmとし、銅の成膜時間を30秒、クロムの成膜時間を60秒に設定して成膜した。ガラスは石英ガラス、ホウケイ酸ガラス、ソーダ石灰ガラスとした。

### (7) 成膜したガラスのレーザ加工及びエッチング実験

吸収材を塗布した石英ガラス、ホウケイ酸ガラス、ソーダ石灰ガラスにレーザを照射して加工が可能かどうか確かめた。レーザ出力はCW発振の時0.2W～7.1W、QSW周波数1kHzの時0.93Wとした。また、走査速度は1～20mm/s、ドウェル2ms、焦点はガラス上に成膜した吸収材表面に合わせ1mm×1mmの領域を25μmピッチで走査した。レーザ照射後、吸収材を溶液（塩化第二鉄、クロムエッチャント）で除去し、フッ酸水溶液3wt%にて1時間エッチングを行い、レーザ照射部における変化を観察した。

### (8) エポキシ系樹脂をレーザ吸収材とした場合の加工実験

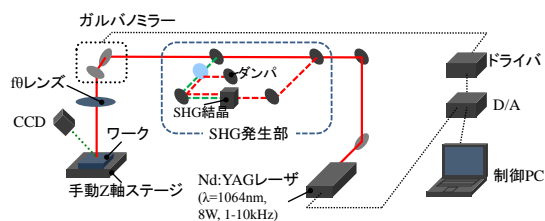
石英ガラス表面にエポキシアクリレート系樹脂をスピコートにて塗布し、加熱硬化した。その後表面の樹脂をレーザ照射にてパターンニングして除去し、バッファードフッ酸20%にて4時間エッチングを行った。

## 4. 研究成果

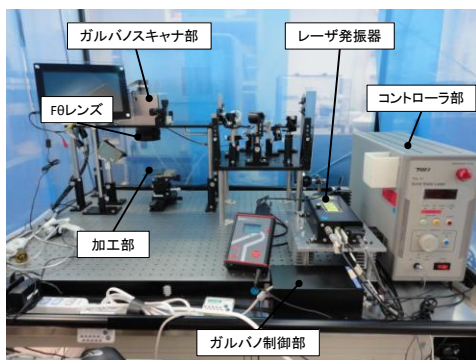
### (1) レーザ微細加工装置の設計と構築

レーザ発振器には安価で高い安定性が得られる空冷DPSSレーザ（東英工業株式会社製、TDL-01A）を選定した。主な仕様はレーザ出力8W（CW時の最大出力）、波長1064nm、

発振周波数 1kHz~20kHz、 $M^2 < 2$  である。光学系には、ガルバノスキャナ (Cambridge Technology 社製、6450) とテレセントリック  $f$   $\theta$  レンズを組み合わせた高速走査が可能なレーザ照射方式を採用した。また、スキャナ用ミラーは非常に高額であるため、イオンビーム成膜装置で石英基板にアルミ薄膜を成膜し、スキャナ用のミラーを自作して搭載した。スキャナの走査範囲と加工の位置決め精度はトレードオフであるため、スキャナの振れ角は  $\pm 15$  度とした。このときの位置決め分解能は  $0.87 \mu\text{m}$ 、加工範囲は  $\phi 54\text{mm}$ 、スポット径は実測で約  $20 \mu\text{m}$  である。SHG 結晶による第二高調波 (532nm) の発生を試みたが、変換効率が悪く数 mW の出力しか得られなかった。この原因はアライメント不良に加えて、SHG 結晶の潮解性によって変換効率が落ちたものと推測される。図 1 に構築したレーザ微細加工装置の外観を、表 1 に装置の仕様を示す。



(a) 装置構成



(b) 装置外観図

図 1 構築したレーザ微細加工装置

表 1 構築したレーザ微細加工装置性能

レーザ出力	CW8Wmax
レーザ波長	1064nm
Q-SW周波数	1kHz~20kHz
集光レンズ	f=100mm
XY位置決め分解能	$0.87 \mu\text{m}$
加工範囲	$\phi 54\text{mm}$

## (2) 制御プログラムの開発

作成した制御プログラムのスクリーンショットを図 2 に示す。本プログラムで制御可能な主な機能を以下に示すが、レーザ走査速

度・走査ピッチ・1 か所あたりのレーザ照射時間設定機能、フリーハンド作図・文字・図形描画機能、画像ファイルの二値化及びグレートーン描画機能、フォーカス合わせ機構、ガイド光による加工領域表示機能、加工データの保存・読込機能、初期化ファイルによる加工条件やキャリブレーション係数の保存・読込機能などを有している。特に、1 か所あたりの照射時間設定機能 ( $400 \mu\text{s}$  以上でドwell秒設定が可能) は市販のレーザマーカでは搭載していない機能であり、試料に対して照射するレーザのエネルギーを精密に調整可能である点で優れている。また、キャリブレーション用の加工データを実行することで、加工サイズの補正係数取得が容易に行えるシステムとなっている。

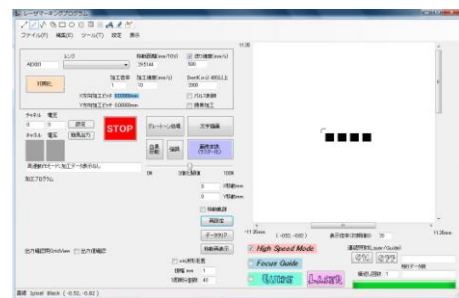


図 2 作成した制御プログラムの GUI

## (3) ガラスの透過率評価

分光光度計によって石英ガラス、ホウケイ酸ガラス、ソーダ石灰ガラス、結晶化ガラス、鉄を含有する赤外カットガラスの各種ガラスに対して波長 250nm~1200nm における透過率を測定した結果を図 3 に示す。レーザ波長 1064nm に対する透過率は石英ガラスが 93.8% と最も高く、ホウケイ酸ガラスとソーダ石灰ガラス、結晶化ガラスも 87% 以上であることが分かった。赤外線カットガラスでは透過率が 5.5% とレーザ光を吸収することが分かった。

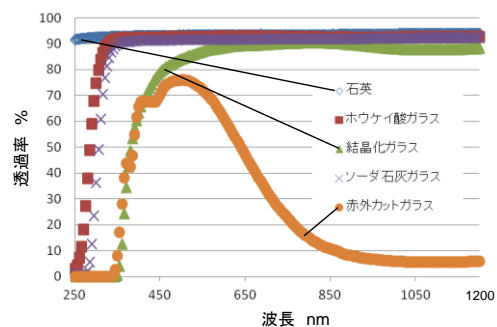
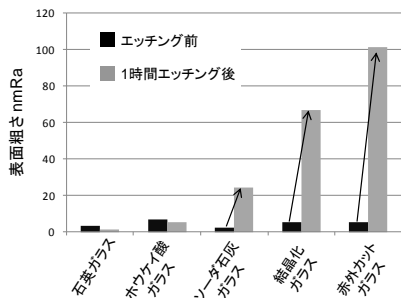


図 3 各種ガラスの透過率

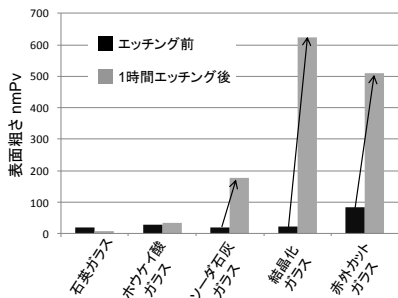
## (4) ガラスのエッチング実験

算術平均粗さ  $R_a$  の変化を図 4 (a) に、最大谷深さ  $P_v$  の変化を同図 (b) に示す。石英ガラス及びホウケイ酸ガラスはエッチング前後

で表面粗さがほとんど変化しないのに対し、ソーダ石灰ガラスと結晶化ガラス、赤外カットガラスでは表面粗さが大幅に増加することが分かった。これはガラス中の不純物であるFeやAl、Caなどの成分によりエッチングにムラが生じたためと推察される。本研究はエッチング後に鏡面の溝や平面を得ることを目的としているため、エッチングで表面粗さが増大する結晶化ガラスや赤外カットガラスは不適であることが分かった。エッチングレートを10点測定した平均値は石英ガラスで1.3 $\mu\text{m}/\text{h}$ 、ソーダ石灰ガラスは56.7 $\mu\text{m}/\text{h}$ であることが分かった。



(a) 算術平均粗さ Ra



(b) 最大谷深さ Pv

図4 エッチング前後での表面粗さ変化

### (5) ガラスのレーザ加工実験

いずれの加工条件でも5種類すべてのガラスの表面を加工することはできなかった。(3)の透過率測定結果より、赤外カットガラスにおいてはレーザ波長における透過率が低く加工の可能性があるが、加工できなかった。この原因として、本研究で用いた赤外カットガラスは板厚が8mmと厚く、板厚方向全体ではレーザ光を95%程度吸収するものの、レーザの焦点深度(レイリー長: スポット半径  $w$  が  $\sqrt{2}$  倍となる距離  $b=2\pi w^2/(\lambda M^2)$ )は約150 $\mu\text{m}$ であるため、焦点近傍では十分吸収が生じず、加工できなかったと考えられる。レーザ照射後の赤外カットガラスを触ると温度が上昇していたが、これは板厚方向全体でレーザ光が吸収されたことを示すものであると言える。

### (6) ガラスへのレーザ吸収物質成膜実験

成膜した銅の膜厚は40nm $\pm$ 3nm、クロムの膜厚は50nm $\pm$ 5nmであった。石英ガラス及びホウケイ酸ガラス表面に銅とクロムをそれぞれ成膜したときの透過率測定結果を図5に示す。波長1064nmにおける透過率は成膜前に92%以上であったが、成膜後はいずれも4.8%以下となり、成膜部においてレーザが吸収される可能性が得られた。同図でホウケイ酸ガラスに銅を成膜した透過率が他と比較して高くなっているのは、成膜した銅の一部に傷や成膜ムラが生じたためと推察される。

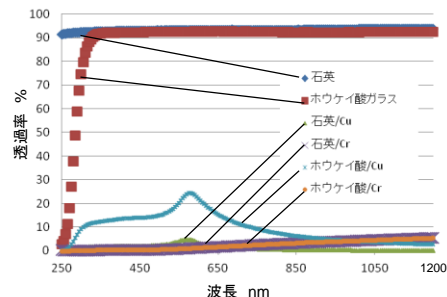


図5 成膜部の透過率測定結果

### (7) 成膜したガラスのレーザ加工及びエッチング実験

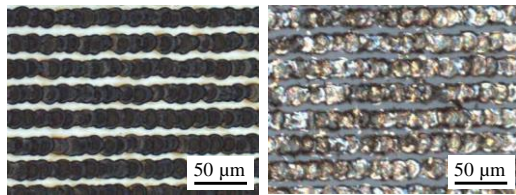
いずれのレーザ照射条件においても表面の吸収材は除去された。レーザ出力0.2W(CW)、走査速度1mm/s、吸収材にクロムを成膜した各ガラスの加工結果をそれぞれ図6に示す。左図はレーザ照射後、右図はフッ酸で1時間エッチング後の観察結果である。エッチング後の石英ガラス表面には溶融した痕が残っており、鏡面溝の創成には至らなかった。ホウケイ酸ガラスではエッチング後のガラス表面に10 $\mu\text{m}$ 以下の細かな粒のような荒れが生じ、鏡面溝とはならなかった。ソーダ石灰ガラスではレーザ照射で生じたと思われる加工部のクラックがエッチング後に20~40 $\mu\text{m}$ 程度の大きな球面になり、一部では鏡面溝のようになったが、任意の場所に形成したり、方向を制御することは困難であった。ソーダ石灰ガラスは材料中に炭酸カルシウムや炭酸ナトリウムなどのエッチングレートの異なる成分が含有しているため、これらの影響により加工制御が難しいものと推察される。

### (8) エポキシ系樹脂をレーザ吸収材とした場合の加工実験

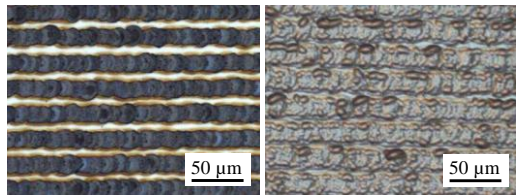
図7にエッチング前と4時間エッチング後にエポキシ樹脂を剥離した石英ガラスの外観を、図8にエッチング後のSEM観察結果を示す。エポキシ系樹脂をマスクとすることで、4時間エッチング後にエッチング後に幅373 $\mu\text{m}$ 、深さ31 $\mu\text{m}$ 、底部の表面粗さが33nmRa



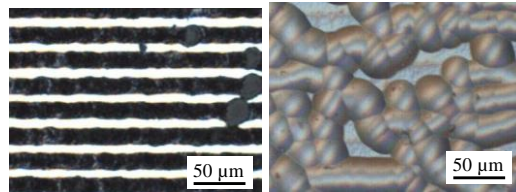
の鏡面溝が形成できることを見出した。これは、医療用の流路チップに十分適用可能なサイズである。また、レーザ照射を千鳥配列にするとアレイパターンが形成できた。本手法は石英ガラス表面にマスクを形成する意味ではフォトリソグラフィであるが、レーザ照射により直接マスクを除去するためフォトマスクが不要な加工というメリットがある。



(a) 石英ガラス



(b) ホウケイ酸ガラス



(c) ソーダ石灰ガラス

図6 加工実験結果

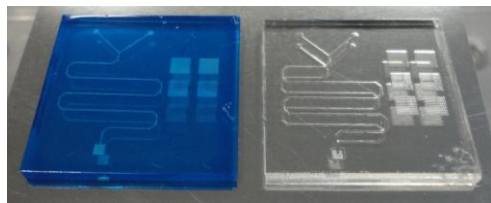


図7 レーザによるパターニング後（左）と4時間エッチング後（右）の試料外観

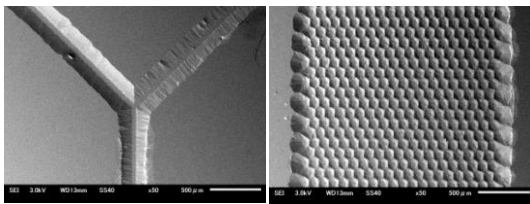


図8 鏡面溝(左)と100μm千鳥パターン(右)

## 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計0件)

[学会発表] (計0件)

[図書] (計0件)

[産業財産権] (計0件)

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

若林 正毅 (WAKABAYASHI MASAKI)  
地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター・開発第一部電子半導体技術グループ・研究員  
研究者番号：22760106

### (2) 研究分担者 なし

### (3) 連携研究者 なし