

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 29 日現在

機関番号：13102

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2014～2015

課題番号：26630023

研究課題名(和文) 赤外フェムト秒レーザーの非線形吸収によるシリコンの三次元加工への挑戦

研究課題名(英文) 3D Microfabrication on silicon by a femtosecond laser via non-linear processes

研究代表者

伊藤 義郎 (ITO, YOSHIRO)

長岡技術科学大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：60176378

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,000,000円

研究成果の概要(和文)：赤外フェムト秒レーザーを、シリコン(Si)基板の内部あるいは裏面に集光することで、Siの三次元加工を実現することを目的とした。赤外顕微鏡に、空間光位相変調器を用いて、精密な収差補正を試みた。厚さ300マイクロメートルのSi基板の裏面に集光し、走査加工を行ったところ、加工幅が狭くなり集光度が向上した。操作部には微細な周期構造が形成された。基板表面、すなわちレーザー入射面に対するレーザー照射の影響はなく、裏面でのみ変化が観察され、位置選択的な局所加工が実現した。加工効率を上げるためにKOH水溶液を用いた湿式エッチングを試みた。2マイクロメートル以上の加工溝深さがえられ加工速度が大きく向上した。

研究成果の概要(英文)：Silicon (Si) is transparent for radiation longer than 1127 nm. Using tightly focused short laser pulses at infrared wavelength, 3D microfabrication via non-linear absorption processes would be possible on rare surface as well as inside the substrate. We tried to machine rare surface of a Si substrate for the first step of the 3D machining of Si. A problem was aberration of laser light due to high refractive index of Si. We tried to avoid the aberration by using an objective lens with a correction collar or using a spatial light modulator. Even using these equipment, machining of a groove on the rare surface is not achieved. Instead, fine periodic structures with 300 nm interval is formed with no change on laser-irradiated front surface. Properties and conditions where the structure is formed are elucidated. To machine the rare surface, laser-assisted wet etching using KOH solution was tried. Grooves with some micrometer deep are formed without any effect on the front surface.

研究分野：レーザー加工

キーワード：赤外フェムト秒レーザー シリコン 3D 加工 非線形吸収 湿式エッチング レーザー誘起表面周期構造

1. 研究開始当初の背景

シリコン(以下Si)は、現代社会の「産業の米」と呼ばれるほど、科学技術に不可欠な材料であり、その加工技術も基盤技術として発展してきた。特に半導体電子部品分野では、リソグラフィ技術による微細加工が発展し、広範に用いられている。近年ではSiは半導体電子部品に限らず、MEMS、 μ -TAS、フォトニック素子、さらには微細構造材料としての利用も進んできている。

リソグラフィ技術は、より微細で精密な加工を実現する方向で発展を続けているが、本質的には表面に対する多数の工程からなる2次元加工であり、かつ多くの薬品や洗浄行程が必要な、環境に対する負荷の高い方法である。

一方、マイクロメートルサイズの3D構造の創成は、Siを構造材として用いた電子回路以外の微細素子の作製に必要とされており、Si基板内部への導波路などの構造形成も、フォトニック素子と電子回路やMEMSとの一体化に必要な技術として、開発が望まれている。

波長1552nmの赤外フェムト秒レーザーを用いたシリコン(Si)基板の加工は、Siのバンドギャップエネルギーが波長1127nmに相当するため、2光子以上の非線形吸収過程による必要があり、レーザー光の焦点近傍での強い光電場によってのみ、引き起こされる。従って、赤外短パルスレーザー光を、Siの基板の背後、あるいは裏面、内部、表面など任意の位置に集光することで、Siの3次元の位置選択的な局所加工が可能になる筈である。

我々は既に、Si基板を通してレーザーを集光照射することで、Si基板の表面、および、その背後においた別の材料を、微細加工できることを示し、Siパッケージ内の水晶振動子の周波数調整に応用できることを実証している[1,2]。本研究計画は、これを発展させ、Siの裏面、あるいは内部の3次元加工の実現を目指したものである。

2. 研究の目的

本研究の目的は、Siの三次元(3D)微細形状加工を目標に、赤外フェムト秒レーザーを用いた新しい非線形加工技術の開発に挑戦することであった。

Siは可視光では不透明なため、表面以外はレーザー微細加工の研究対象ではなかったが、赤外光領域では透明である。そこで、Siを透過する波長である1552nmの赤外フェムト秒パルスレーザーを用いて、Siの内部や裏面に対する非線形吸収による局所加工を試みた。Si内部への光導波路やブラッグ・グレーティングの形成、フォトニック結晶、及び微細3D構造の創成の実現を図り、3D-Siエレクトロフォトニクス素子の開発への道を開くことを、最終的な目標とし、その端緒を開くことが目的であった。

そのため、空間光位相変調器などを用いて、

赤外フェムト秒レーザーをSi基板内部及び裏面に精密に集光し、集光点近傍における局所的な除去及び変質加工を目指した。

3. 研究の方法

Si基板の内部あるいは裏面に、非線形吸収過程による局所加工を行う上で、Siの大きな屈折率に起因する収差の補正が非常に重要であることが判明した。

そこでまず、集光用対物レンズに、補正環付きの赤外用対物レンズを用いることで、収差の補正を試みた。Si基板裏面や内部へ3D構造加工を行うためには、収差補正を連続的に行う必要があり、これは補正環付き対物レンズでは実現できない。そこで、さらに空間光位相変調器であるLCOS-SLMを用いてSi中の収差補正を試みた。

レーザーの集光には赤外用対物レンズ(倍率:100, N.A.:0.85)を使用した。レーザーの径がLCOS-SLMの有効領域に対して小さいため、拡大光学系(拡大率約2)を通過させLCOS-SLMに入射した。LCOS-SLMによって計算機合成ホログラム(Computer Generated Hologram:以下CGH)の補正パターンに合わせて位相変調されたレーザーは、結像系(縮小率約1/2)によって対物レンズの瞳面に結像される。顕微鏡の鏡筒内にはダイクロイックミラー(波長1552nmは反射, 1100~1300nmは透過)があり、下部に観察用の赤外カメラ(有効最長感度1100nm)を設置することで、赤外レーザー加工と赤外光観察を同時に行うことができる。

実験はSi基板(厚さ110 μ m)の裏面に焦点を合わせ、走査速度100 μ m/s, 繰返し数500kHz, 照射設定パルスエネルギー4 μ Jで走査加工を行った。その際、LCOS-SLMで出力するCGHは逆光線追跡法⁽¹⁾を用いて作成した。

4. 研究成果

4-1 基板裏面へのLIPSS形成現象の発見

Si基板の裏面へ、基板を通してレーザー光を集光、走査したところ、照射部に微細な周期構造が形成された。この微細周期表面構造は、従来、Laser Induced Periodic Surface Structure (LIPSS)として知られているものと類似していたが、周期間隔が小さく形成される方向がレーザーの偏光方向と平行である、などの差異が見られた。LIPSSはこれまで試料表面にレーザーを照射した場合に、形成されており、試料裏面への照射で形成されたのは、初めてである。この際、レーザーが基板に入射する表面側には何らの変化も観察されなかった。試料の裏面にLIPSSが形成されたという報告は、これまでになく、新規な現象の発見である。

表面に形成されるLIPSSは、通常、入射レーザー光の偏光方向に対して、垂直な方向に溝が形成される。しかし、Si裏面に形

成された LIPSS は、レーザーの偏光方向と平行な向きに並んでいた。また、微細周期の間隔は、およそ 300nm であり、レーザー波長の 1/5 以下の小さいものであった。通常の LIPSS の周期間隔は、波長程度か、あるいはいくらか小さいことが知られており、この点でも一般的な表面 LIPSS とは異なった特徴である。

我々の場合、レーザーは基板内部から界面に入射している点が、通常の場合とは異なる。このような場合、界面を伝播する電磁波は、試料内部を伝わるのか(試料の屈折率の影響を受けるのか)それとも外部へ伝播した電磁波が試料界面のサーフェスプラズモンと相互作用するのか(屈折率は大気中の値)は、明らかではない。仮に試料内部の場合、電磁波の波長は真空中の波長を屈折率で割ったものになる。Si の屈折率は 3.5 に近いので、1552nm のレーザー光の内部での波長は 444nm 程度になる。この場合は、観測された周期間隔に近くなる。裏面 LIPSS の形成メカニズムについては、さらに検討する必要がある。

4-2 空間光位相変調器による収差補正の試み

先に述べた様に、Si 基板の内部あるいは裏面に、非線形吸収過程による局所加工を行う上で、Si の大きな屈折率に起因する収差の補正が非常に重要である。収差を補正するための補正環が組み込まれた対物レンズを用いれば、補正はある程度可能であるが、これでは焦点位置の基板表面からの深さは固定されてしまい、連続的に変えることはできず、任意の 3D 構造を加工することはできない。そこで、空間光位相変調器による収差補正を試みた。

収差補正の効果を調べるために、収差補正を行わない場合と、これまでの補正環付き対物レンズによる収差補正の場合、空間光位相変調器による収差補正の場合、についての比較を行った。Si 基板(厚さ 110 μm)の裏面に焦点を合わせ、走査速度 100 $\mu\text{m}/\text{s}$ 、繰返し数 500kHz、照射設定パルスエネルギー 4 μJ で走査加工を行った。その際、LCOS-SLM で出力する CGH は逆光線追跡法を用いて作成した。位相差の計算において、Si の収差を無視した名目上の焦点位置 d が Si 表面より 26 μm 内側になるように対物レンズを配置した場合に、裏面に集光されることが分かった。

裏面の加工痕は溝形状ではなく微細な粒状構造になっていた。集光の程度は加工痕の幅で評価した。空間光位相変調器による収差補正は、これまでの補正環付き対物レンズによる収差補正の結果と同様で、わずかに幅が狭かった。収差補正無し、補正環付き対物レンズ及び LCOS-SLM で収差補正した場合の裏面加工痕を比較すると、いずれの場合も表面に加工は入っておらず、裏

面のみが選択的に加工されていた。LCOS-SLM で補正環付き対物レンズと同等の収差補正ができることが分かった。

4-3 Si 基板裏面への形状加工

Si 基板裏面への形状加工に関しては、補正環付き対物レンズを用いて赤外顕微鏡にレーザーを導入し、顕微鏡下での溝加工を試みた。単に裏面に集光しただけでは、4-1 で述べたように照射部に LIPSS が形成されたが、溝加工としてみた場合には、その中心部に深さ 100 nm 程度の溝加工しか実現できなかった。焦点位置、照射回数や繰返し率、走査速度などを変えて、加工溝の深さに対する効果を検討したが、著しい効果は見いだせなかった。

そこで、加工速度を上げるために、KOH 水溶液を用いたレーザー誘起湿式エッチングを試みた。その結果、同じレーザー照射条件で、KOH 水溶液の存在下では、加工溝深さは 2 マイクロメートル以上となり加工速度が大きく向上した。しかし、得られた溝深さは 1.5 ~ 3.0 マイクロメートルの間で変動しており、安定した加工にならなかった。

加工と同時に赤外カメラによる観察を行った結果、Si と KOH 水溶液との反応によって生じた気泡が、加工を妨げていることが判明した。そこで、KOH 水溶液を流動させて気泡の除去効率を上げることを目指して、新規の照射セルを設計、製作した。これはまだ、十分な結果が得られていないが、これまでの結果では、加工溝の深さの変動は減少し、加工深さもいくらか深くなっている。これにより、Si 基板の裏面加工がより高効率に、かつ安定的に行えるようになることを期待している。

5 . 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 2 件)

1. Khanh Phu LUONG, Rie TANABE, Yoshiro ITO, Machining on Rear Surface of a Silicon Substrate by an Infrared Femtosecond Laser via Non-linear Absorption Processes;, doi.:10.11061/j.procir.2016.02.19, Procedia CIRP **42**, 73-76 (2016)

2. Yoshiro ITO, Hiroki SAKASHITA, Ryosuke SUZUKI, Mitsuru UEWADA, Khanh Phu LUONG and Rie TANABE, Modification and Machining on Back Surface of a Silicon Substrate by Femtosecond Laser Pulses at 1552 nm, [DOI:10.2961/jlmn.2014.02.0004] JLMN-Journal of Laser Micro/Nano-engineering Vol. **9**, No. 2, 98-102 (2014)

〔学会発表〕(計 5 件)

1. 片岡大熙, CHIAH Sin Ying, 田辺里枝,

伊藤義郎、赤外フェムト秒レーザーを用いた Si 基板の 3 次元選択加工における空間光位相変調器による収差補正の効果と Si 基板裏面形成された LIPSS、精密工学会 2015 年春季学術講演会 (2015)

2. 片岡大熙、チア シン イン、服部智哉、田辺里枝、伊藤義郎：赤外フェムト秒レーザーによってシリコン裏面に形成された周期構造、2014 年度精密工学会秋季大会学術講演論文集 N16 (2014)
3. R. Tanabe, M. Uewada, Y. Ito, LIPPS formation on back surface of a silicon substrate by ultrashort pulse laser at 1552 nm, LPM2014- 15th International Symposium on Laser Precision Microfabrication, 17-20, June 2014, Radisson BLU Hotel Lietuva, Vilnius, Lithuania
4. Chiah Sin Ying, Kataoka Daiki, Tanabe Rie , Ito Yoshiro, Formation of fine periodic structure on rear-surface of silicon substrate by femtosecond laser at 1552nm, LAMP2015 The 7th International Congress on Laser Advanced Materials Processing LPM2015-The 16th International Symposium on Laser Precision Microfabrication HPL2015-The 7th International Symposium on High Power Laser Processing May 26 - 29, 2015 Kitakyushu, Fukuoka, Japan
5. Khanh Phu LUONG, Rie TANABE, Yoshiro ITO, Machining on Rear Surface of a Silicon Substrate by an Infrared Femtosecond Laser via Non-linear Absorption Processes; 18th CIRP Conference on Electro Physical and Chemical Machining (ISEM XVIII), April 19-23 (2016) doi:10.11061/j.procir.2016.02.19, Procedia CIRP **42**, 73-76 (2016)

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

出願状況(計 0 件)

取得年月日：
国内外の別：

〔その他〕
ホームページ等

http://mcweb.nagaokaut.ac.jp/j/laboratory/laboratory_10
<http://mcweb.nagaokaut.ac.jp/~itoy/>

6. 研究組織

(1)研究代表者

伊藤義郎 (長岡技術科学大学工学研究院
機械創造工学専攻教授)

研究者番号：60176378

(2)研究分担者

田辺里枝 (長岡技術科学大学工学研究院
機械創造工学専攻助教)

研究者番号：70432101