

Računalno kontrolirana mikro-obrada materijala pulsnom laserskom ablacijom

Karla Filipović*

Fizički odsjek, Prirodoslovno-matematički fakultet, Bijenička cesta 32, Zagreb

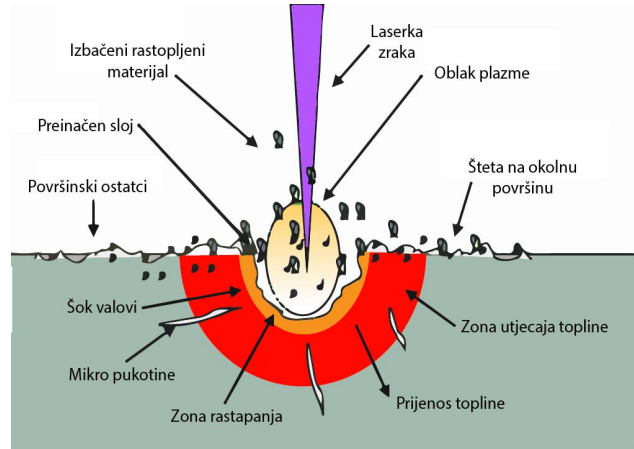
Mentor : doc. dr. sc. Vedran Đerek

10. siječnja 2024.

Potreba za vrlo preciznom strojnom obradom materijala vrlo je raširena u znanosti i industriji. Korištenjem fokusiranog laserskog snopa obrađujemo silicij i borosilikatno staklo laserskom ablacijom. Izrađen je program za računalnu kontrolu pomičnog postolja XY mikrokontrolerima i za kontrolu lasera preko signal generatora. Komadi stakla i silicija s testnim uzorcima analizirani su optičkim profilometrom i elektronskim mikroskopom kako bi okarakterizirali dobivene kratere. Korištenjem dobivenih informacija, proces ćemo optimizirati za oba materijala.

1 Uvod

Laserska ablacija je termalan ili netermalan proces uklanjanja atoma ozračivanjem površine krutog materijala kontinuiranom ili pulsnom laserskom zrakom. Vrlo je važna tehnika kod obrade materijala koja se može koristiti za bušenje, graviranje ili rezanje materijala, proizvodnju nanočestica ili pripremu površine materijala na mikrometerskoj skali^[4]. U ovom seminaru kao alat za mikroobradu materijala koristimo pulsni laser. Fokusiranjem laserskog snopa i preciznim pozicioniranjem uzorka laserskom ablacijom strojno obrađujemo materijal stvarajući na površini karakteristične kratere. Interakcija laserske zrake i materijala je vrlo kompleksna i uključuje brojne procese kao što su zagrijavanje, taljenje, isparavanje, izbacivanje atoma, iona i molekula, šok valove te stvaranje i ekspanziju plazme. Različiti procesi koji se javljaju kod laserske ablacije prikazani su na slici 1. Karakteristike kratera i plazme koji nastaju ovise o parametrima laserskog snopa (snazi, trajanju i valnoj duljini), o svojstvima materijala i o okruženju u kojem se nalazi (vakuum, tekućina ili zrak)^[2].



Slika 1: Ilustracija mehanizama laserske ablacije za nanosekundne pulseve^[3].

Kad ozračimo materijal pulsom svjetlosti dužine nekoliko nanosekundi intenziteta većeg od 10^9 W/cm^2 , dolazi do eksplozije na površini materijala. Trenutno dolazi do rasta temperature iznad temperature vrelišta preko linearne jedno-fotonske apsorpcije, više-fotonske apsorpcije, dielektričnog proboja i drugih mehanizama. Pobuđeni elektroni prenose energiju na fonone elektron-fonon relaksacijom jer je vrijeme pulsa duže od relaksacijskog vremena fonona (oko 10^{-13} s). Energija se prenosi kroz rešetku

*kfilipov.phy@pmf.hr

Svojstvo	Mjerne jedinice	Silicij (čvrsto stanje)	Borosilikatno staklo
Gustoća	g cm^{-3}	2.32	2.23
Talište	K	1683	1500
Toplinska vodljivost	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	150	1.25
Toplinska difuzivnost	$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$	8.5×10^{-5}	0.75×10^{-6}
Specifična toplina	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	712	746

Tablica 1: Termofizikalna svojstva silicija^[4] i borosilikatnog stakla^[5] pri $T=300 \text{ K}$.

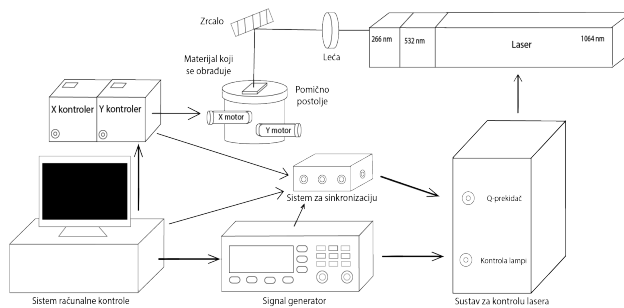
vibracijama čime se toplina vodi kroz uzorak. Temperatura vrelišta se postigne dok zraka i dalje traje. Disipacija energije preko isparavanja je spora u usporedbi s trajanjem pulsa. Prije nego što površinski materijal stigne ispariti, materijal ispod njega će se već zagrijati do temperature vrelišta. Temperatura i tlak materijala ispod površine rastu iznad kritičnih iznosa i površina eksplozira. Povratni tlak na ozračenu površinu koji stvara evaporirani materijal može doseći 10^5 MPa zbog čega dolazi do radijalnog izbacivanja čestica iz ozračenog područja. Eksplozivna interakcija se klasificira kao netermalna interakcija i kao rezultat nje ne bi trebali vidjeti otopljeni materijal na rubovima kratera. Međutim, tijekom procesa eksplozije dolazi do stvaranja plazme čije temperatura prelazi 10^4 K . Vrijeme života plazme je nekoliko mikrosekundi, unutar kojih dolazi do plazma-materijal interakcija i prijenosa topline. Dolazi do daljnjeg uklanjanja materijala, no sada termalnim procesima^[6].

U ovom seminaru radimo ablaciju na borosilikatnom staklu i siliciju. Mikrostrukturirano staklo se koristi u biomedicini, biokemiji, MEMS uređajima te kao mikroleće i optički valovodi. Silicij se koristi u poluvodičkoj industriji, u proizvodnji solarnih ćelija i različitih čipova. Provedena su razna istraživanja koje proučavaju efekte laserskih pulseva različite duljine na siliciju. Za minimizaciju zone utjecaja topline i taloženja

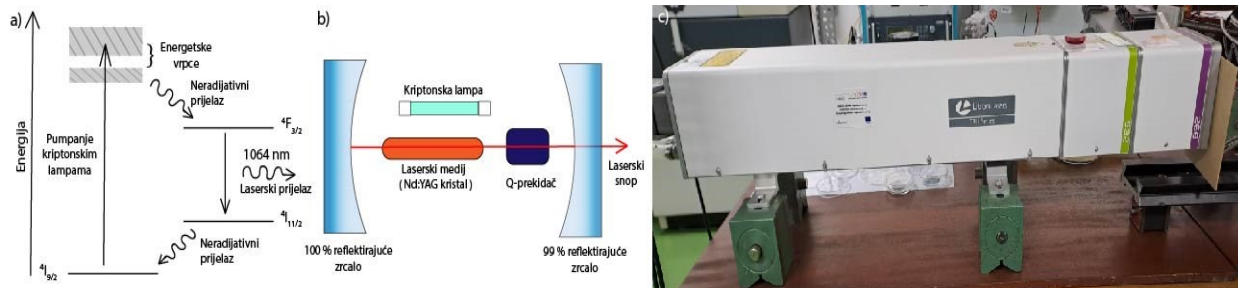
rastopljenog materijala, optimalni su pulsevi u UV području i duljine kraće od 15 ns ^[7] kakve koristimo. Neka od relevantnih svojstava oba materijala navedena su u tablici 1. Možemo primijetiti najveću razliku u iznosima toplinske vodljivosti i difuzivnosti zbog kojih očekujemo uklanjanje veće količine materijala na siliciju u usporedbi sa staklom.

2 Eksperimentalni postav i metode mjerenja

Za računalno kontroliranu obradu materijala laserskom ablacijom koristimo Nd:YAG pulsni laser, leću žarišne daljine 15 cm , pomično postolje, dva koračna motora s mikrokontrolerima, Arduino ploču, signal generator i računalo. Shema postava prikazana je na slici 2.



Slika 2: Shema postav s računalnom kontrolom lasera i postolja.



Slika 3: Kao alat za mikrobradu koristimo Nd:YAG pulsni laser. a) Prikaz 4 levela odgovornih za laseriranje. b) Shema optičkog rezonatora s Q-prekidačem. c) Laser korišten za proizvodnju uzoraka.

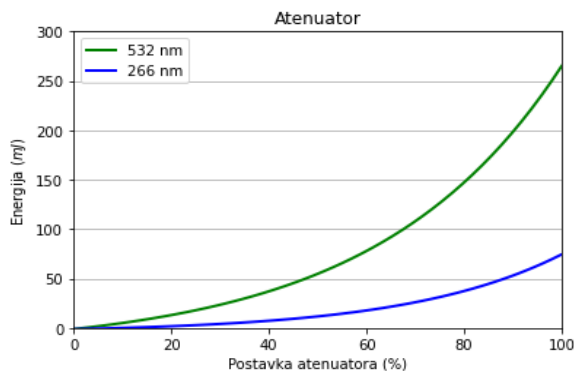
2.1 Nd:YAG pulsni laser

Nd:YAG laseri napravljeni su od štapića itrij-aluminijevog granata ($Y_3Al_5O_{12}$) dopiranog ionima neodimija (Nd^{3+}). Neodimij je tehnološki vrlo važan lantanoid čiji ion Nd^{3+} ima konfiguraciju $[Xe] 4f^3$. Vjerojatnost da se 4f elektroni nalaze unutar popunjenih ljuski je velika, zbog čega su ovi ioni zaštićeni od polja kristala te ih možemo aproksimirati slobodnim ionima. Koristeći Hundovo pravilo, dobivamo osnovno stanje $4I_{9/2}$. Sva druga moguća stanja angularnog momenta za $4f^3$ konfiguraciju su pobuđena stanja. Laserski prijelaz se odvija između $4F_{3/2}$ i $4I_{11/2}$ stanja prijelazom kojih dobivamo fotone valne duljine 1064 nm. Nd:YAG laseri imaju četiri energetska nivoa koja su prikazana na a) dijelu slike 3. Inverzija naseljenosti se postiže kriptonskim lampama [8].

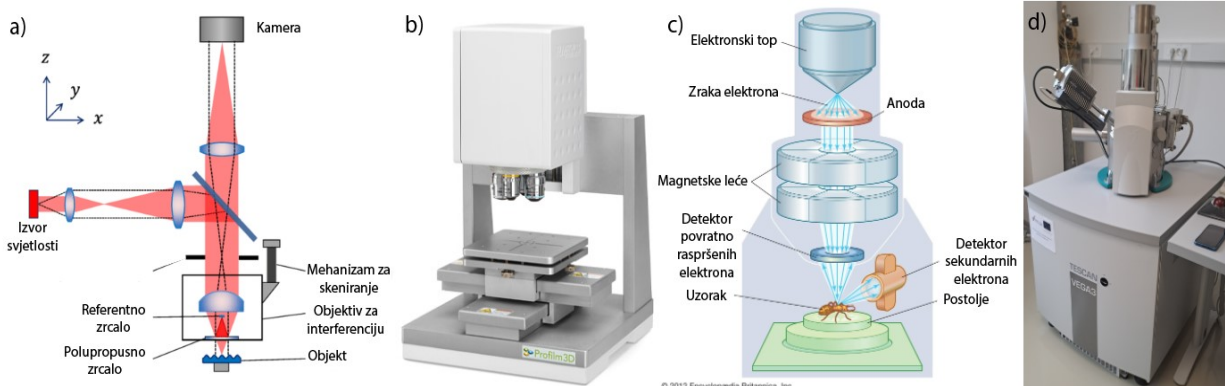
Za dobivanje pulseva se koristi Q-prekidač koji je u korištenom sustavu Pockelsova ćelija umetnuta u optički rezonator. Ćelija može promijeniti polarizaciju svjetlosti, čime sprječava laseriranje, ali raste broj pobuđenih atoma. Pri postizanju dovoljno visoke inverzije naseljenosti, ćelija će propustiti zraku bez promjene polarizacije. Rezultat su pulsevi velike snage duljine nekoliko nanosekundi. Ilustracija optičkog rezo-

natora lasera prikazana je na b) dijelu slike, a korišteni Litron TRLi G 450-10 laser s pulsevima duljine 5-6 ns na c) dijelu slike 3.

Na laser su spojena dva harmonička modula s kojima možemo dobiti svjetlost valne duljine 532 nm ili 266 nm. Unutar modula za nastanak drugog harmonika se nalazi nelinearni kristal u kojem dva fotona iste frekvencije interagiraju s nelinearnim materijalom i dobivamo jedan foton duplo veće energije. Dobivamo četvrti harmonik spajanjem dva modula za dobivanje drugog harmonika. Laser ima izlaznu frekvenciju 10 Hz i maksimalnu energiju pulsa 450 mJ za 1064



Slika 4: Graf ovisnosti energije o postavci attenuatora za 532 nm i 266 nm [9].



Slika 5: Za analizu uzoraka koristili smo profilometar i SEM. a) Shema optičkog profilometra s Mirau objektivom^[10] b) Filmetrics Profilim 3D profilometar koji smo koristili^[11] c) Shema SEM-a^[12] d) Tescan Vega3 SEM koji smo koristili.

nm, 220 mJ za 532 nm i 60 mJ za 266 nm. Unutar modula se također nalaze atenuatori s kojima kontroliramo energiju pulsa. Ovisnost energije pulsa o postavci atenuatora prikazana je na slici 4.

2.2 XY mikromanipulator

Na pomično postolje su postavljena dva koračna Thorlabs ZFS25B motora koja kontroliramo preko Thorlabs KST101 kontrolera koje možemo vidjeti na slici 6. Jedan mikrokorak motora prijeđe udaljenost od 0.46 nm s ponovljivošću manjom od $5 \mu\text{m}$ i mrtvim hodom manjim od $15 \mu\text{m}$. Profil brzine motora je trapezoidalan što je bilo potrebno uzeti u obzir pri namještanju da motori dođu na zadanu lokaciju u x i y smjeru u isti trenutak. Na kontrolerima je uključena opcija 'okidača', tj. kontroleri daju signal od 5 V kad se motor prestane kretati što koristimo za sinkronizaciju rada lasera i pomicanja postolja.

2.3 Kontrola rada lasera i sinkronizacija s postoljem

Koristimo signal generator Rigol DG1022Z kako bi kontrolirali Q-prekidač lasera i kriptonske

lampe. Uređaj ima dva kanala koje namještamo da proizvode pulseve širine $20 \mu\text{s}$, frekvencije 10 Hz i snage 5 V s time da jedan kanal kasni za drugim $220 \mu\text{s}$. Kašnjenje je bilo potrebno jer za optimalan rad lasera Q-prekidač treba propustiti puls $220 \mu\text{s}$ nakon bljeska lampi. Kanal sa signalom bez kašnjenja spojen je direktno na kontroler lasera te kontrolira lampe, a drugi kanal je spo-



Slika 6: Pomično postolje s koračnim motorima i mikrokontrolerima.

jen na kutiju s mikrokontrolerom. Za sinkronizaciju koristimo Arduino Nano Every mikrokontroler. On kao ulazne signale uzima signal iz x i y kontrolera i signal sa signal generatora, a na izlaz je spojen Q-prekidač na kontroleru lasera. Kad oba motora stanu, Arduino omogućava laseriranje i kontrolira broj propuštenih pulseva preko Q-prekidača.

2.4 Optički profilometar

Optički profilometar je uređaj koji bez kontakta s površinom uzorka precizno mjeri površinski profil. Koristimo Filmetrics Profilm 3D profilometar s objektivom Nikon 10x DI i veličinom piksela projiciranom na uzorak $0.88 \mu\text{m}$ koji vidimo na a) i b) dijelu slike 5. Profilometar radi na principu interferometra koristeći bijelu svjetlost. Koriste se posebni interferometrijski objektiv, u korištenom uređaju Mirau objektiv, kako bi se odredila elevaciju promatranog objekta. Između uzorka i ulazne optike nalazi se polupropusno zrcalo te iznad njega referentno zrcalo. Dio upadne svjetlosti putuje do uzorka, a dio do referentnog zrcala. Nakon refleksije zrake se rekombiniraju u polupropusnom zrcalu. Zbog velike širine frekvencijskog područja, dobivamo interferencijsku sliku samo kad su udaljenost između polupropusnog zrcala i uzorka i polupropusnog zrcala i referentnog zrcala jednake. Interferencijski uzorak se snima s elektroničkim senzorom te se procesira putem računalnog programa^[13]. Za analizu podataka dobivenih s profilometra koristimo aplikaciju Profilm Online^[14].

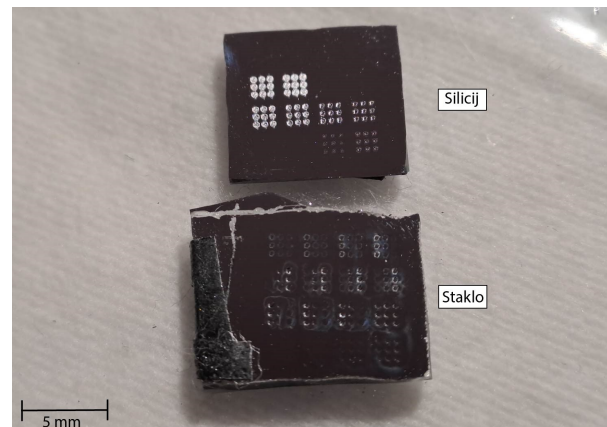
2.5 Pretražni elektronski mikroskop

Pretražni elektronski mikroskop (SEM) koristi fokusiranu zraku elektrona visokih energija za analizu površine uzorka. Iz interakcija elektrona s uzorkom možemo dobiti informacije o teksturi, kemijskom sastavu i kristalnoj strukturi. Shemu

rada SEM-a i korišteni uređaj vidimo na c) i d) dijelu slike 5. Elektroni izlaze iz elektronskog topa i ubrzavaju se prolazeći kroz uređaj na koji je postavljen naponu akceleracije (koristili smo napone od 10 i 20 kV-a). Snop se fokusira prolaskom kroz magnetske leće. Ubrzani elektroni nose veliku količinu kinetičke energije koja se može trošiti na različite načine dok se usporavaju u uzorku. Mogu nastajati sekundarni elektroni, elektroni raspršeni unazad, fotoni karakterističnog X-zračenja, vidljiva svjetlost i toplina. Sekundarni elektroni pružaju informacije o morfologiji i topologiji uzorka te ćemo koristiti podatke s detektora sekundarnih elektrona za dobivanje slika^[15].

3 Rezultati i diskusija

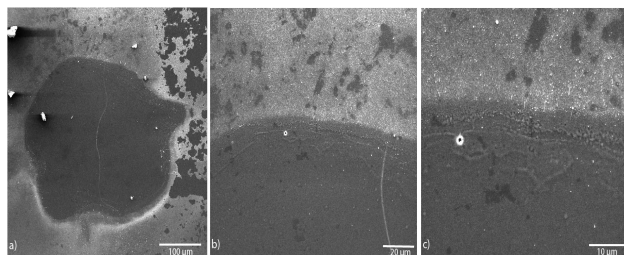
Uzorke smo napravili na komadima borosilikatnog stakla i silicija očišćenima izopropanolom. Nakon ablacije, uzorke smo očistili u ultrazvučnoj kadi Hellmanex III otopinom za čišćenje optičkih komponenti i deioniziranom vodom. Na njih smo evaporirali 40 nm aluminija kako bi dobili kvalitetnije slike na profilometru i SEM-u. Dobiveni uzorci prikazani su na slici 7.



Slika 7: Komadi silicija i borosilikatnog stakla na kojima smo laserskom ablacijom proizveli uzorke.

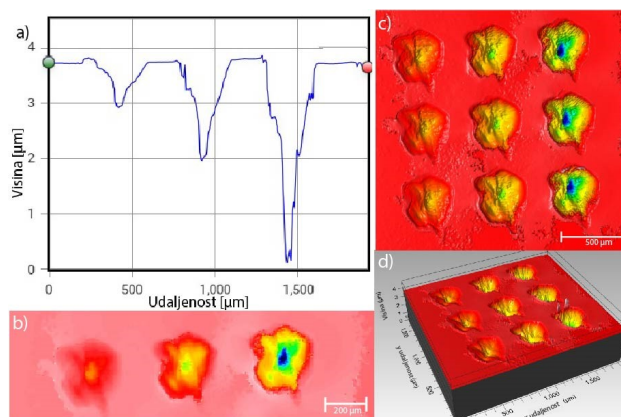
3.1 Analiza uzoraka na staklu

Na staklu se jedan puls s 100% postavkom atenuatora vrlo slabo vidi golim okom, pa smo odlučili raditi uzorke s različitim brojem pulseva. Slika kratera napravljenog s 4 pulsa i 55% postavkom atenuatora slikana SEM-om prikazana je na slici 8. Možemo vidjeti da je staklo nakon ablacije vrlo glatko, čak i na slici s najvećim povećanjem. Linija koja se proteže duž kratera je najvjerojatnije mikropukotina. Nepravilan oblik kratera je posljedica termalnih procesa i promjene oblika zrake prolaskom kroz harmoničke module.



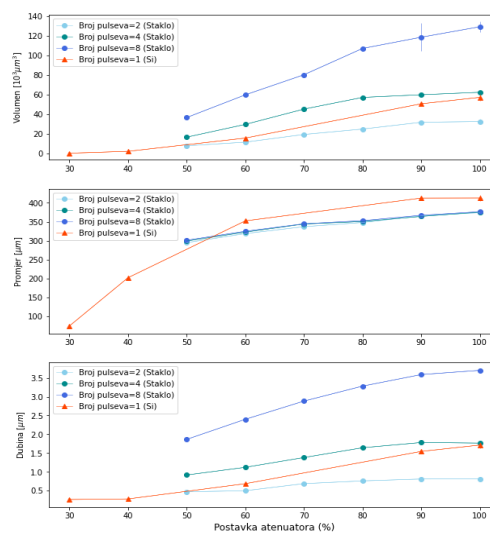
Slika 8: SEM slika kratera proizvedenog s 4 pulsa na 55 % postavci atenuatora s povećanjem a) 417 puta b) 1540 puta c) 3530 puta.

Potom promatramo podatke dobivene profilometrom, primjer kojih možemo vidjeti na slici 9. Oko kratera na svim promatranim energijama pulsa možemo vidjeti sloj abliiranog materijala čija debljina raste s energijom i brojem pulseva te je za 100% postavku atenuatora i 8 pulseva oko 150 nm. Očitavamo iznose abliiranog volumena, promjera i dubine kratera u Profilom Online aplikaciji. Ovisnost mjerenih veličina o postavci atenuatora za staklo i silicij možemo vidjeti na slici 10. Porastom energije pulsa dobivamo dublje kraterne s većim promjerom te je abliirano više volumena. Možemo primijetiti da je iznos promjera vrlo blizak za istu postavku atenuacije i različit broj pulseva na staklu. Ovisnost promjera i ostalih mjerenih veličina o broju pulseva



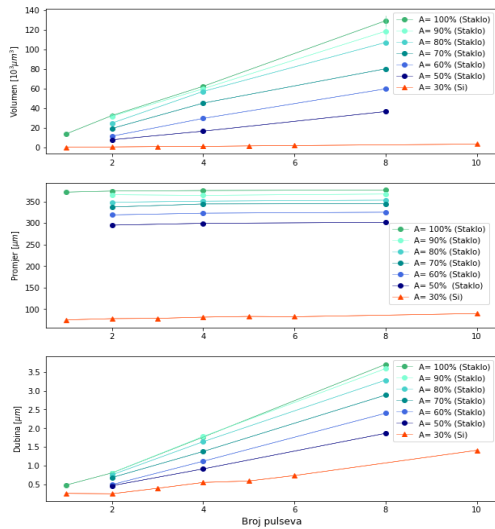
Slika 9: Prikaz podataka dobivenih profilometrom za staklo. a) Graf ovisnosti dubine o udaljenosti za uzorke proizvedene s 100% energije i 2, 4 i 8 pulseva. b) 2D prikaz kratera izmjenjen na grafu. c) i d) 3D prikaz uzorka s 100% energije i 2, 4 i 8 pulseva.

možemo detaljnije promotriti na slici 11. Iznos abliiranog volumena i dubina kratera na staklu



Slika 10: Ovisnost abliiranog volumena, promjera i dubine kratera o postavci atenuacije lasera na borosilikatnom staklu i siliciju.

jednoliko raste, dok se promjer vrlo malo povećava rastom broja pulseva.



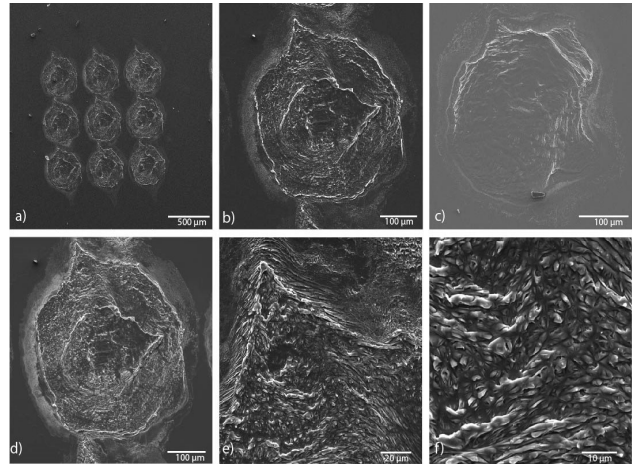
Slika 11: Ovisnost abliiranog volumena, promjera i dubine kratera o broju pulseva na borosilikatnom staklu i siliciju.

3.2 Analiza uzoraka na siliciju

Silicij ima visoku termalnu vodljivost te se već pri 30% snage lasera golim okom vidi proizvedeni uzorak zbog čega smo odabrali na siliciju raditi uzorke s jednim pulsom i različitim postotcima atenuacije. SEM slika uzorka proizvedenog s 1 pulsom i 100% i 60% energije pulsa vidimo na slici 12.

Možemo primijetiti da je dobiveni uzorak vrlo hrapav u usporedbi sa staklom. Krater dobiven pri 60% postavci atenuatora koji vidimo na c) dijelu slike je značajno glađi od 100% koji vidimo na b) dijelu. Nagnuli smo uzorak za 10° kako bi vidjeli detalje nepravilnosti površine. Nepravilnosti su malih dimenzija i možemo ih detaljnije promotriti na e) i f) dijelovima slike.

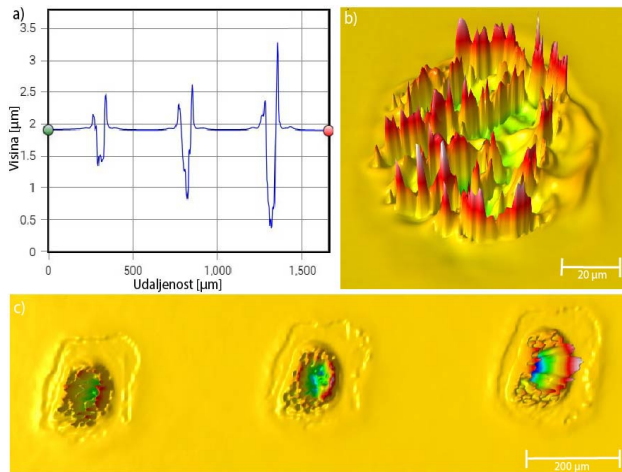
Hrapavost stvara probleme na profilometru koji



Slika 12: SEM slika kratera proizvedenih na siliciju s 1 pulsom za 100 % energije (a-b,d-f) s povećanjem a) 84 puta b) 354 puta d) 384 puta e) 1550 puta i f) 3550 puta. Slike d-f su pod kutem od 10°. c) Krater napravljen s 1 pulsom i 60% atenuacije s povećanjem 506 puta.

zbog ograničene rezolucije ne može vidjeti nepravilnosti već dobivamo šiljke za koje smo potvrdili da ne postoje slikama sa SEM-a. Prikaz podataka s profilometra nalazi se na slici 13. Na b) dijelu slike vidimo krater proizveden s 1 pulsom i 30% postavke atenuatora. U području oko kratera vidimo rastopljeni materijal te ne možemo vidjeti ablatirani materijal koji smo kod stakla mogli vidjeti na svakoj postavci atenuatora. Na 100% postavke atenuatora imamo oko 30 nm abliiranog materijala.

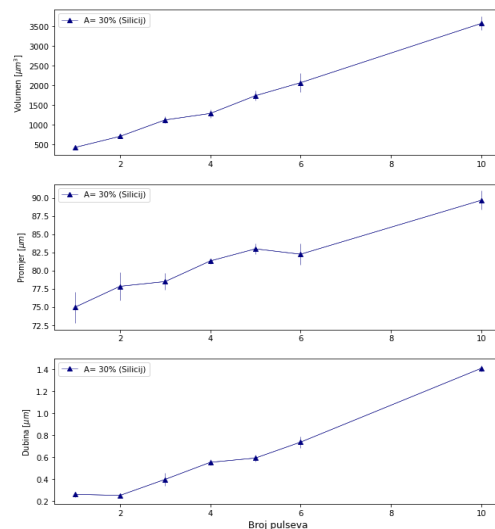
Ovisnost abliiranog volumena, dubine i promjera kratera o postavci atenuatora na siliciju vidimo na slici 10. Možemo zaključiti da silicij ima niži prag ablacije nego staklo. Jednim pulsom na siliciju s 100% postizemo dubinu kao s 4 pulsa na staklu čime potvrđujemo pretpostavku iz uvoda. Ovisnost dubine i abliiranog volumena o postavci atenuatora izgleda vrlo slično kao kod stakla, oko energije praga imamo brzi rast kratera, dok su



Slika 13: Prikaz podataka dobivenih profilometrom na siliciju. a) Graf ovisnosti dubine o udaljenosti za uzorke proizvedene s 30% postavke atenuatora i 5, 6 i 10 pulseva. b) Uvećani prikaz kratera s 1 pulsom na 30% atenuatora. c) 3D prikaz kratera izmjenjenih na grafu.

na najvećim energijama (90 % i 100 %) iznosi dubine i volumena bliski. Ovisnost promjera kratera izgleda drugačije pri energijama blizu praga ablacije u usporedbi sa staklom, ali na većim energijama iznosi i ovisnost postaju bliži.

Na siliciju smo napravili uzorak s minimalnim postotkom snage koji vidimo golim okom (30%) s različitim brojem pulseva. Ovisnost mjerenih veličina o broju pulseva u usporedbi sa staklom možemo vidjeti na slici 11. Detaljniji prikaz samo silicija možemo vidjeti na slici 14. Ablatirani volumen i dubina jednoliko rastu s povećanjem broja pulseva kao i na staklu, no dobivamo krater manjeg promjera s dubinom usporedivom s dubinama dobivenim na staklu, ali s tri reda veličine manjim iznosom ablatiranog volumena. Iznos promjera raste s brojem pulseva. Imamo veće nepreciznosti kod ovih mjerenja zbog manjeg broja proizvedenih kratera.



Slika 14: Ovisnost ablatiranog volumena, promjera i dubine kratera o broju pulseva za atenuaciju namještenu na 30% na siliciju.

4 Zaključak

U ovom seminaru smo napravili računalnu podršku za pomično postolje i pulsni laser s kojima smo na površini borosilikatnog stakla i silicija proizveli testne uzorke. Promatrajući uzorke profilometrom i pomičnim elektronskim mikroskopom, vidjeli smo izgled kratera dobivenih ablacijom i odredili ablatirani volumen, dubinu i promjer kratera za različite postavke atenuatora i broj pulseva. Krateri koje dobivamo su široki nekoliko stotina mikrometara i duboki nekoliko mikrometara. Iznosi ablatiranog volumena i dubine rastu s porastom energije i broja pulseva za oba materijala. Promjer kratera raste s porastom energije te je približno stalan za različit broj pulseva. Krateri na staklu su glatki za sve energije pulsa, dok su na siliciju vrlo hrapavi za veće energije te postaju glađi prema nižim energijama. Koristimo nanosekundne pulseve kod kojih može doći

do stvaranja mikropukotina, koje smo vidjeli na primjeru stakla, kontaminacije površine i uklanjanje materijala s većeg područja od onog definiranog laserskim snopom. Korištenjem kraćih pulseva, pikosekundnih ili femtosekundnih, riješili bi neke od ovih problema i dobili bolje definirane kraterne. Mikropukotine možemo eliminirati korištenjem kraćih laserskih pulseva ili dopiranjem stakla elementima kao što je kobalt^[7]. Buduće prilagodbe postava bile bi dodavanje motora i mikrokontrolera na z os postolja i korištenje leće kraćeg fokusa kako bi pokušali smanjiti promjer kratera te implementacija kontrole atenuatora lasera u kod za kontrolu postolja i Q-prekidača kako bi ubrzali proces izrade.

Literatura

- [1] D. Zhang and L. Guan. 4.06 - Laser Ablation. In *Comprehensive Materials Processing*, page 125. Elsevier, (2014).
- [2] X. J. Zeng, X. Mao, R. Greif, and R. E. Russo. Ultraviolet femtosecond and nanosecond laser ablation of silicon: ablation efficiency and laser-induced plasma expansion. In *High-Power Laser Ablation V*, volume **5448**, pages 1150–1158. SPIE, (2004).
- [3] M. Shaheen, J. Gagno, and B. Fryer. Femtosecond (fs) lasers coupled with modern ICP-MS instruments provide new and improved potential for in situ elemental and isotopic analyses in the geosciences. *Chemical Geology*, **330-331**:263–267, (2012).
- [4] K. C. Mills and L. Courtney. Thermophysical properties of silicon. *ISIJ international*, **40**(Suppl):S136, (2000).
- [5] A. Ben-Yakar, A. Harkin, J. Ashmore, R. Byer, and H. Stone. Thermal and fluid processes of a thin melt zone during femtosecond laser ablation of glass: The formation of rims by single laser pulses. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **40**:1452, (2007).
- [6] R. E. Russo. Laser ablation. *Applied Spectroscopy*, **49**(9):14A–28A, (1995).
- [7] L. Řiháková and H. Chmelickova. Laser micromachining of glass, silicon, and ceramics. *Advances in Materials Science and Engineering*, **2015**:1–6, (2015).
- [8] Mark Fox. *A student's guide to atomic physics*, chapter Supplementary notes, pages 21–22. Cambridge University Press, (2018).
- [9] J. Henson. *TRLi Series User Manual*. Litron Lasers Ltd., (2018).
- [10] P. De Groot, X. C. de Lega, R. Su, J. Coupland, and R. Leach. Fourier optics modelling of coherence scanning interferometers. In *Applied Optical Metrology IV*, volume **11817**, page 2. SPIE, (2021).
- [11] *Filmetrics Profilm 3D Optical Profilometer*. KLA Corporation. URL <https://www.kla.com/products/instruments/optical-profilers/profilm3d#options>.
- [12] B. J. Ford, D. C. Joy, and S. Bradbury. Scanning electron microscope. Encyclopedia Britannica, (2023). URL <https://www.britannica.com/technology/scanning-electron-microscope>.
- [13] R. Paschotta. Optical profilometers. RP Photonics Encyclopedia, (2019). URL https://www.rp-photonics.com/optical_profilometers.html.

[14] URL <https://www.profilmonline.com/>.

[15] Scanning electron microscopy. URL <https://www.nanoscience.com/techniques/scanning-electron-microscopy/>.