

## イッテルビウム (Yb) ファイバーレーザー のセラミックスへの応用

木戸 博康

地方独立行政法人 大阪市立工業研究所  
連絡先 kido@omtri.or.jp

### 1. はじめに

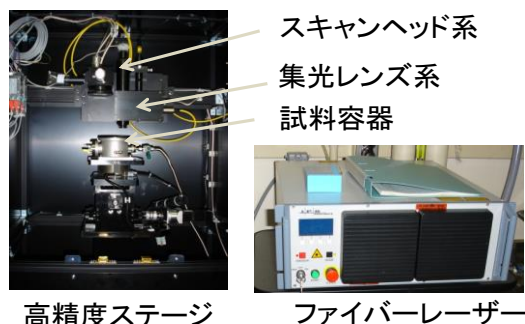
Yb ファイバーレーザーは、レーザー特性や経済性、操作性などにおいて従来の CO<sub>2</sub> や YAG レーザーよりも極めて優れており、金属の切断や 3D 造形など様々な分野で利用が拡大している。セラミックスへの応用では、切断や穿孔などの加工の他、新材料合成、焼結、造形、局所構造や物理的・化学的特性の改質などへの応用が期待される。ZrC の焼結<sup>1)</sup>、ナノ粒子の製造<sup>2, 3)</sup>、ガラス中の結晶化<sup>4, 5)</sup>、ZnO や TiO<sub>2</sub> の電気的性質の改質<sup>6-11)</sup>、β-FeSi<sub>2</sub> のレーザーパターニング<sup>12)</sup> などが報告されている。

また、セラミックスは一般に高融点でその製造や加工には多量のエネルギーを必要とするという特徴があり、より短時間に、より低温で省エネルギー的に製造や加工ができる方法が求められている。ファイバーレーザーは、高融点のセラミックスでも瞬時に熔融することができ、生産工程の短縮や省エネルギー化、高機能化への重要な手段になる。本稿では、ファイバーレーザーを用いた TiO<sub>2</sub> や AlN 上への導電ラインの作製やアルミナ基板上への鉄シリサイド温度センサの作製法などについて紹介する。

### 2. 市工研のファイバーレーザーの特徴

大阪市立工業研究所に設置されている連続波 Yb ファイバーレーザー (IPG YLR-300-SM) 及びステージ (レザック) の特徴を図 1 に示す。最大レーザー出力は 300W、発振波長は 1070nm、最小スポットサイズは約 6μm である。

レーザー照射は集光レンズ系 (ステージが動く) とスキャンヘッド系 (ワイ・イーデータ MIRAMOTION、鏡でレーザー光線を走査する) の 2 系統で行うことができる。走査速度は、集光レンズ系の場合 5mm/s~20mm/s で、スキャンヘッド系では最高 5m/s である。また、雰囲気調整用の試料容器を用いて、真空中や種々のガス雰囲気中での照射実験が可能である。



#### Ybファイバーレーザーシステムの特徴

- ・ 安定した出力 300W ±3%
- ・ 高い電力変換効率 25%
- ・ 安定した発信波長 1070nm ±4nm
- ・ 高いビーム品質 M<sup>2</sup><1.1
- ・ 空冷で取扱いが簡単
- ・ 最小スポットサイズ 約6μm
- ・ 高精度5軸制御ステージ  
X軸, Y軸, Z軸 分解能 0.1μm  
θ軸 0.003度, φ軸 0.01度

図 1 Yb ファイバーレーザーの特徴

### 3. セラミックスのレーザー改質実験の注意

レーザー改質には、改質が可能となるレーザー出力（エネルギー）の閾値が存在する。閾値以上のエネルギーを与えないと熔融や改質は起こらない。小さなレーザー出力から、少しずつ改質が起こり、レーザー出力とともに改質の領域が増していくのではない。また、セラミックスは耐熱衝撃性が比較的小さいので、レーザー処理による超高速加熱・高速冷却プロセスでは、亀裂の発生や割れが起こり易い。レーザー照射部に発生した熱応力が、材料の曲げ強さよりも大きくなると、欠けやそこを起点とした全体的な破壊が起る。一般に、熱膨張係数が大きいものは、耐熱衝撃性が小さくなる。熱膨張係数の大きな  $MgO$ 、 $Al_2O_3$ 、 $TiO_2$  では比較的小さなレーザー出力で割れや欠けが起こり易く、一方小さな  $ZnO$  や  $SnO_2$  では比較的破壊が起り難いといえる。セラミックスの改質では、できるだけ亀裂が発生し難い、あるいは亀裂の発生を抑えるのが無理なら、大きな亀裂ができない照射条件を探す。具体的には、レーザー出力が小さくて、走査速度が速いところで、最適領域を求めることになる。レーザー出力は、閾値ぎりぎりのところで改質する。

### 4. $TiO_2$ や $AlN$ 上への導電ラインの作製

ここでは、二つの異なる機構によるセラミックスの導電化の例を紹介する。最初は、 $TiO_2$  の場合である。 $TiO_2$  にファイバーレーザーを照射すると、閾値以上のレーザー出力で熔融と再結晶化が進行し、酸素欠損やそれに伴う電子状態の変化が起こる。レーザープロセスは高速なのでこのような変化が室温まで保持され、照射部を導電化することができる。 $TiO_2$  焼結体のレーザー照射前の電気抵抗率は約  $3 \times 10^9 \Omega \text{ cm}$  であったが、大気中で照射後は  $1.9 \Omega \text{ cm}$  に低下した。真空中で処理すると  $10^{-2} \Omega \text{ cm}$  台まで減少し、導電ラインが作製できた（図 2）。

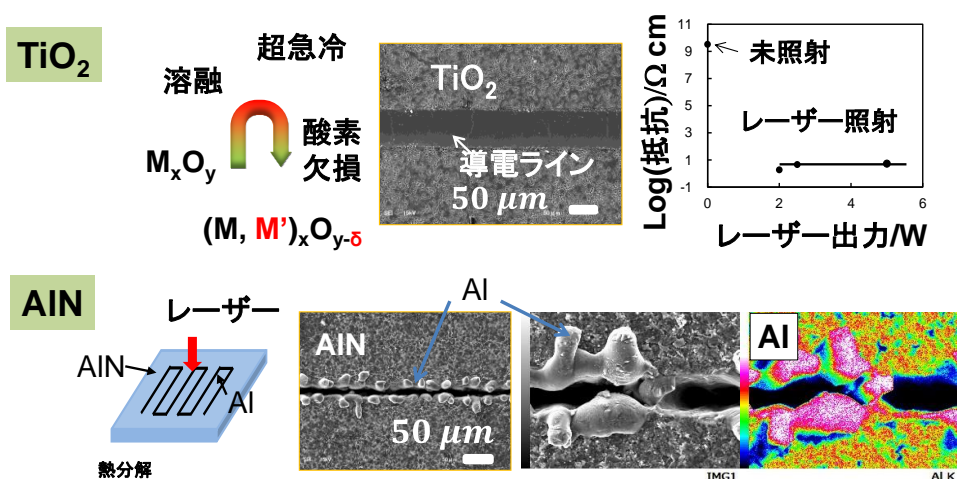


図 2  $TiO_2$  及び  $AlN$  上へ導電ラインの作製

次に、 $AlN$  の場合である。 $AlN$  は電氣的に絶縁体でありかつ放熱性にも優れた材料である。 $AlN$  にレーザー照射し、照射部の温度が約 2790K 近くになると  $AlN$  の熱分解が始まり、金属  $Al$  と  $N_2$  ガスが生成する。この  $Al$  をうまく連ならせることで  $AlN$  表面を導電化できる。 $CO_2$  レーザーや  $YAG$  レーザーを用いた報告例<sup>13-15)</sup>は僅かに存在するが、 $Yb$  ファイバーレーザーを用いた例は無いと思う。従来の研究によると、レーザー照射で得られた改質層の電気抵抗は、金属  $Al$  の数倍程度とかなり低く、レーザー照射のみで金属並みの抵抗値を持つ配線が可能となる。ただし、膜厚が薄いか表面が均一でないなどの問題点がある。さて、ファイバーレーザーを  $AlN$  に照射した場合、図 2 に示すように閾値以上のエネルギーで、照射部には溝と

その周囲に金属 Al の層が形成された。金属 Al 層は、導電配線などとして利用できるのではと考えられる。

## 5. アルミナ基板上へ鉄シリサイド温度センサの作製

鉄シリサイドは熱電材料としてよく知られている。従来、厚膜の  $\text{FeSi}_2$  温度センサは、スクリーン印刷法によりアルミナ基板上に、センサ材料を塗布し、真空中  $1170^\circ\text{C}$  付近での焼成によりアルミナ基板上に固定していたが、熱処理時間が長い、工程数が多い、密着性のためにガラスを添加する必要があるなどの課題があった。レーザーパターニングでは、 $\text{FeSi}_2$  粉末をアルミナ基板上に敷き、Ar 中でレーザー照射することにより、短時間で基板上に固定できるようになった。また、アルミナ基板の表面は僅かに熔融し、シリサイドと強固に結合できた。

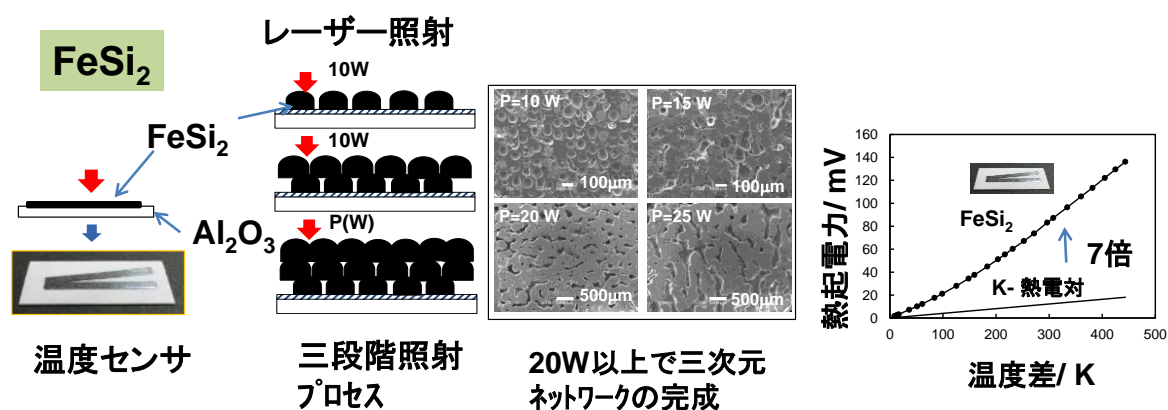


図3 アルミナ基板上へ温度センサの作製

レーザーパターニングのポイントは、図3に示した多段階の照射プロセスである。シリサイド粉末をレーザー照射で熔融し、アルミナ基板上に緻密に付けようとすると、アルミナ基板の耐熱衝撃性が低いので、すぐに割れてしまう。そこで、3段階のレーザー照射プロセスを開発した。まず、アルミナ基板上に約  $50\ \mu\text{m}$  のシリサイド粉末を敷き、アルミナ基板が割れないレーザー出力の範囲で、1回目のレーザー照射を行った。シリサイド粉末 ( $8\ \mu\text{m}$ ) は熔融と凝集で粒径約  $100\ \mu\text{m}$  の液滴状のシリサイドを形成する。このときアルミナ表面も一部熔融し、シリサイドと強固な結合を形成した。次に2層目の粉末を敷き、焦点を粉末表面に合わせ2度目の照射を行う。焦点位置はアルミナ基板から  $100\ \mu\text{m}$  離れた状態になり、熱衝撃が減少する。基板が破壊するレーザー出力値は増し、液滴状のシリサイド粒子同士の結合が生まれた。しかしながら、この段階ではシリサイドの3次元的な繋がりはないので、試料全体での導電性は無かった。さらに、粉末を  $50\ \mu\text{m}$  敷きレーザー照射を行うと、液滴状の粒子間の3次元的な結合が完成し、試料全面での導電性が実現された。得られた素子はK熱電対の約7倍の熱起電力を示し、温度センサとして利用できる。

## 6. おわりに

ファイバーレーザーは、セラミックスの高機能化への重要な手段となるだけでなく、製造・加工プロセスの省エネルギー化に寄与すると考えられる。世界に先駆けて日本のセラミックス産業で盛んに利用されることを願う。なお、大阪市工研のファイバーレーザーシステムは、経済産業省近畿地域イノベーション創出共同体形成事業「次世代改質加工技術によるものづくり基盤の形成」(平成20年度)により設置されたものです。

## 参考文献

- 1) A. Bacciochini, N. Glandut and P. Lefort, *J. European Ceram. Soc.*, **29**, 1507-1511 (2009).
- 2) M. Boutinguiza, J. del Val, A. Riveiro, F. Lusquiños, F. Quintero, R. Comesaña, and J. Pou, *Physics Procedia*, **41**, 780-786 (2013).
- 3) M. Boutinguiza, B. Rodriguez-Gonzalez, J. del Val, R. Comesaña, F. Lusquiños and J. Pou, *Applied Surface Science*, **258**, 9484-9486 (2012).
- 4) M. Pang, R. Suzuki, M. Saito, K. Machida, H. Hanzawa, Y. Nojiri and S. Tanase, *J. Appl. Phys.*, **103**, 013112 (2008).
- 5) F. Suzuki, T. Honma and T. Komatsu, *J. Am. Ceram. Soc.*, **96**, 1339-1341 (2013).
- 6) H. Kido, M. Takahashi, J. Tani, N. Abe and M. Tsukamoto, *Mater. Sci. Eng.*, **18**, 072014 (2011).
- 7) 木戸博康, 科学と工業, **84**, 493-499 (2010).
- 8) 木戸博康, 科学と工業, **86**, 202-207 (2012).
- 9) 木戸, OPTRONICS, No.4, 169-172 (2014).
- 10) 木戸, セラミックス, **49**, 564-566 (2014).
- 11) H. Kido, M. Takahashi, J. Tani, M. Chigane, N. Abe, and M. Tsukamoto, *J. Ceram. Soc. Japan.*, **122**, 21-24 (2014).
- 12) H. Kido, M. Takahashi, J. Tani, Y. Sawairi and M. Iwasaki, *J. Ceram. Soc. Japan.*, **122**, 802-805 (2014).
- 13) N. Morita, T. Watanabe, and Y. Yoshida, *Appl. Phys. Lett.*, **54**, 1974-1975 (1989).
- 14) H. Yabe, A. Takahashi, T. Sumiyoshi, M. Obara, and K. Ishii, *Appl. Phys. Lett.*, **71**, 2758-2760 (1997).
- 15) P. Koziol, A. Antończak, P. Szymczyk, B. Stępak, and K. M. Abramski, *Applied Surface Science*, **287**, 165– 171 (2013).