超臨界流体を利用した超深穴レーザー加工

Deep laser drilling in supercritical fluid

兵庫県立大学大学院工学研究科　助教　吉木啓介
Keisuke Yoshiki

We proposed deep laser drilling in supercritical carbon dioxide which promote the removal of debris toward the outside of drilled hole. Extremely high Rayleigh number of supercritical carbon dioxide causes free convection driven by residual heat of laser machining. Although the convection flow inside the hole helps removal of machining debris, but inhibits the penetration of light into the hole. To proceed processing with the best coupling the light into the hole, the repetition ratio and duty of periodic ON/OFF of incident light were controlled to prevent the convection and jet flow of supercritical carbon dioxide. In this report, we observed flow inside and outside of the hole to find the best condition of incident light by high-speed camera, and obtained deeper hole compared to that processed in air.

要旨

超臨界二酸化炭素中でレーザー加工を行うことにより，加工中の穴内において激しい流動が発生することが理論的に予測できる．これは，空気中や水中では起こらない現象であり，この流動が加工屑の排出を助けることにより，従来より深い穴あけ加工を行える可能性がある．また，精密な流動の制御により穴内に導波路を形成し，加工レーザー光の減衰を抑制し，より深い穴あけ加工を実現できる可能性がある．一方で，穴の外部に発生する対流は，加工穴に入射する光の屈折，散乱を招き，加工ビームの加工穴に対するカップリング効率を低下させる．本研究では，穴内，および穴外における超臨界二酸化炭素の流動を高速度カメラによって観察することにより，空気中，水中では発生しない穴内対流の発生を確認し，高効率加工の可能性を示すと同時に，加工穴内への加工ビームの入射効率の向上を目的とし，加工パルス光入射直後の超臨界流体の対流，噴流を回避する加工条件を決定した．具体的にはナノ秒パルスレーザーの間欠照射を行い，レーザーパルスの繰り返し周波数と，間欠照射時の繰り返し周期，およびデューティ比を調整することによって，レーザー加工によって発生した噴流，および対流とレーザー光が干渉しない照射条件を見出した．その結果，超臨界流体中においてパルス周期が短く，低デューティ比の間欠照射において，最も深い穴あけ加工ができることが確認出来，空気中に勝る深穴加工ができることを確認した．

1．背景

近年，半導体，自動車等の分野でパルスレーザーによる高アスペクト比の深穴加工の需要が高まっている．しかし，従来の空気中におけるレーザーを用いた穴加工では穴深さが増大するにつれて切りくずの目詰まりや除去された被削材の再堆積等が起こりやすくなり，ある穴深さに到達すると加工が停止する．そこで，加工穴のような狭い空間内でも対流を発生することができる超臨界二酸化炭素を雰囲気流体に用い，切りくずの排出性を高めることで深穴加工性能の向上が期待される．すでにフェムト秒レーザーによるガラスの背面入射加工において，従来加工技術の10倍以上の深穴加工が確認されたため[1]，現在は不透明材料の正面入射加工への適用を試みている．その結果，正面入射の場合，加工表面において発生した対流が加工ビームの正常な集光を阻害することが明らかとなった．

そこで本研究では，レーザーパルス照射後に発生するプルーム噴流の成長過程を観察することにより，最適繰り返し周波数の探索方法を開発した．また，加工穴内に発生し加工を進展させる穴内対流の様子は不明なままであったため，超臨界二酸化炭素雰囲気中におけるレーザー加工において穴内に発生する対流の観察方法を検討し，微細粒子を用いた穴内対流観察装置の開発，および観察実験を行った．さらに，噴流観察実験より得られた知見をもとに，繰り返し周波数の改善および間欠照射の適用を行い，加工実験における本手法の効果を検討した．

２．温度・圧力が対流特性に及ぼす影響

対流の起こりやすさの指標となる無次元数がLighthillによって提唱されており，

$$t_1(\alpha/l) = \frac{\alpha g}{\nu\kappa}\frac{(T_0 - T_1)a^4}{l} = \mathrm{Ra}$$

の形で表される[2]．ここで，a および l は加工穴の径，および長さ，Ra は a を代表長さとするレイリー数，T_0 および T_1 は加工穴内壁の温度および雰囲気流体の温度，α は体積膨張率，g は重力加速度，ν は動粘度，κ は温度拡散率である．t_1 の状態量の部分を評価するため，t_1 から雰囲気流体に依存する量のみを取り出した値 $t_1 l/(a^4(T_0-T_1)) = \alpha g/\nu\kappa$ を P-T 平面内にプロットした図を図１に示す．本実験では主に，図中の条件 3，6，9 の 3 つの温度・圧力条件を使用した．それぞれ圧力は 14.39 MPa, 8.45 MPa, および 4.27 MPa である．また，温度は 37.2 ℃に固定した 14.39 MPa および 8.45 MPa は超臨界状態であり，4.27 MPa では気体である．

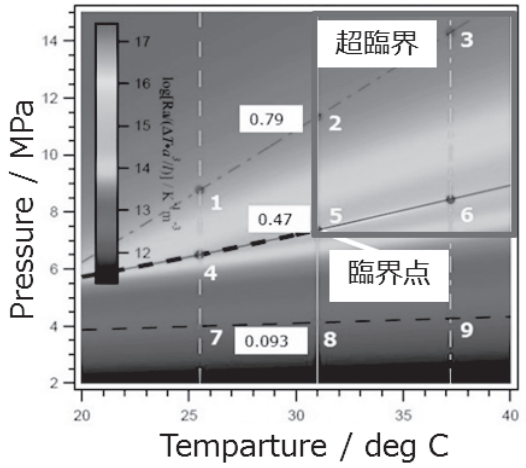


図１ 超臨界二酸化炭素の対流特性

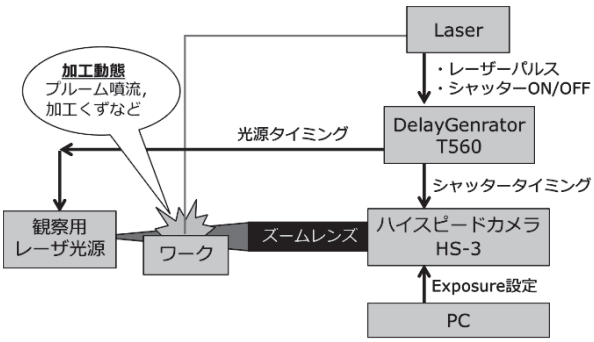


図２ 加工レーザーと同期した加工状態観察システム

３　加工レーザーと同期した撮影システムの開発

超臨界二酸化炭素雰囲気中のレーザー加工においては，加工初期パルスの照射と同時にプルーム噴流発生し，成長を始めるため，パルス間隔が狭すぎる場合，2 パルス目以降の後続パルスが噴流の影響を受けると考えられる．そこで，単一パルスのレーザー光が発生させるプルーム噴流の成長過程を観察し，完全に消失するまでの時間を計測した．実際に加工を行う際に，パルス間隔をこの時間よりも大きく設定することにより，後続パルスに悪影響を与えることがない好適条件での連続照射を行うことができると考えられる．

そこで，レーザーパルス照射タイミングとカメラのシャッタータイミングをディレイジェネレーターによって制御し，レーザーパルス照射後の任意の時間における噴流の状態を撮影できる観察システムを開発した．開発した観察システムの概略を図２に示す．

本装置を用いて，実際に単一パルスのレーザーによるプルーム噴流の成長過程の観察を行った．圧力 14.39 MPa，温度 37.2 ℃におけるプルーム噴流の成長過程を図３に示す．レーザー照射後 0 s の画像においては，プラズマおよび散乱光が強く映り込んでいる．10 μs 以降は，ディレイタイムに応じて噴流は成長していくが，その成長速度は減少していくことがわかる．これは流体の粘性により噴流を構成する流体が周囲の抵抗を受けるためと考えられる．

さらに 150 μs 以降の噴流の様子についても撮影を行ったところ，1 ms 程度までは噴流が存在していることがわかったが，5 ms ではほとんど噴流は見られなかった．この結果から，パルスエネルギー1 mJ，圧力 14.39 MPa および温度 37.2℃において，噴流が完全に消失するのに 1 ms 以上必要であることがわかった．実際に加工を行う際には，パルス間隔が 1 ms 程度，つまり 1 kHz で加工を行うことによって，それ以上の繰り返し周波数で加工を行う場合に比べて噴流とレーザーの干渉を抑えることができ，加工穴深さの増大が期待できる．

4　微細粒子を用いた穴内対流観察装置

加工くず排出を行う穴内対流を可視化することで，加工くずを排出するための好適な加工条件を調査することができる．加工穴内部を可視化するため，厚み500 μm から1000 μm 程度のステンレス板に厚みと同じ幅の穴を開け，透明材料で挟み込むことで，横から観察可能な直方体型の穴を作成し，穴径も実際の加工穴に近い200 μm 程度とした．次に，微細粒子を雰囲気流体である二酸化炭素中に拡散させ，横から観察光源を入射する明視野観察を行った．この状態で観察試料に加工用レザー光を照射するか，もしくは試料を電熱材料とし，加工レーザーと同程度の電力を投入することで，穴内が加熱され，対流が発生すると考えられる．溝内に対流が発生した場合，微細粒子が流動に追従する様子が足目から観察できるため，穴内の流れ場が可視化できると考えられる．

分散する微細粒子として夜光塗料（根本特殊化学製，LumiNova-GLL-300FF）を用いた．平均粒径は2 μm であるが，実際には数十 μm レベルの凝集体が多くみられた．また，粒子を流体中に拡散するため，加工容器底面に攪拌子を設置し，容器外部に回転速度を制御可能な自作のスターラーを設置した．

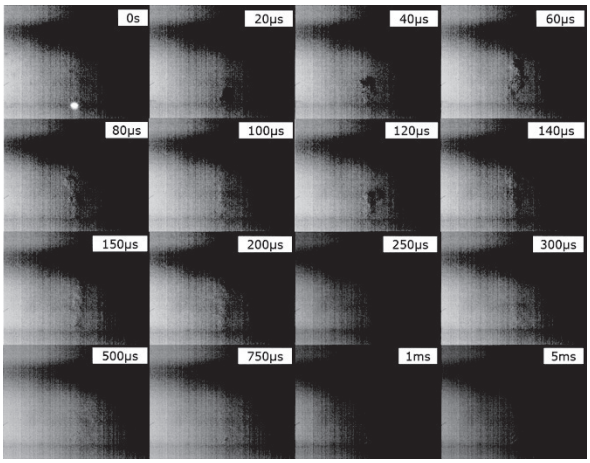


図3 超臨界二酸化炭素中の噴流成長過程

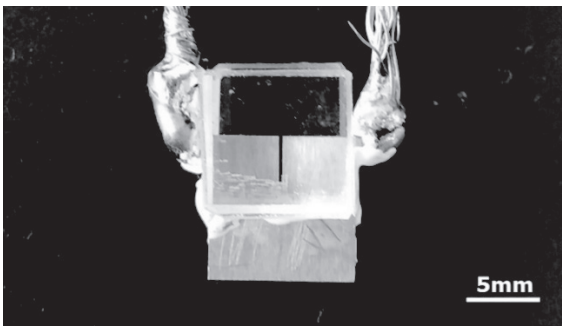


図4 カンタルを用いた観察チップ

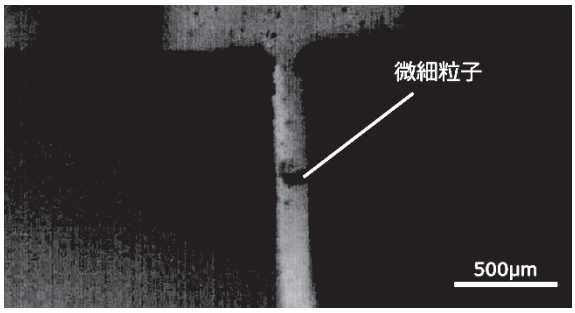


図5 電流による穴内対流の発生

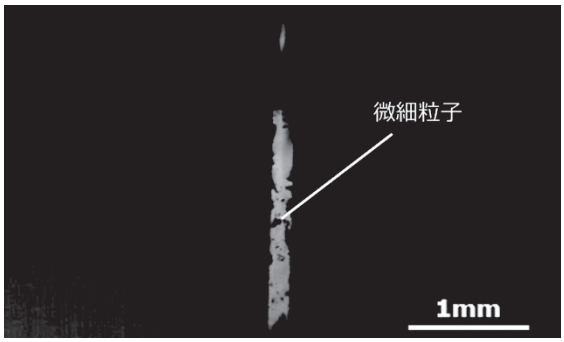


図6 加工レーザーによる穴内対流の発生

次に，穴内対流の可視化実験のため，薄い金属板に幅の狭い溝が加工された観察用チップを作製した．材質は快削鋼（日立金属製，FDAC）および電熱材料（ニラコ製，カンタル）を用い，加工は全てワイヤー放電で行った．厚み0.5 mm の薄板を作製したのち，この薄板をクランプし，ワイヤー放電を用いて溝を作製する．ワイヤー径0.1 mm のワイヤーカットで作製できる最小の溝幅は0.2 mm 程度であるため，実際に作製を行い，溝の開始点と終点付近を光学顕微鏡（Supereyes 製，B011）で撮影し溝幅の計測を行った．その結果，溝幅はいずれの点でも約200 μm となったため，穴底から穴上部まで一様な溝が作製できたといえる．作製したチップを図4に示す．

次に，微細粒子を拡散した状態で，穴内対流を発生させた．粒子の拡散を行うため，回転速度を自由に設定できるスターラーを自作し，加工容器下部に設置した．

電流を用いて対流を発生させた場合の結果を図5に示す．穴内対流が発生したことにより粉末が穴内部へ吸い込まれることが確認できた．また，穴内に流れ込んだ粒子の一部は上昇流に乗り，穴外へ排出されていった．さらに，レーザー光を用いて対流を発生させる場合についても図6に示す．電流を用い

た場合と同様に穴内に粒子が吸い込まれる様子と，排出される様子がみられた．

電流による対流の発生では，単純に溝内壁面と流体の熱伝導のみによって対流が発生する．一方，レーザー光による穴内対流の発生では穴内壁と流体の温度差のほかに，流体中でレーザー光が穴内の粒子に吸収され，流動が複雑化する可能性もあった．しかし，電流を用いた対流発生装置でもレーザー光を用いた場合と同様の流動が観察されたため，穴内対流は主に，穴内壁面からの熱伝達が支配的であることが確認できた．これらの結果より，レーザー加工において穴内壁がレーザー光によって加熱されることにより，穴内対流が発生することが確認できた．

5　連続照射による加工実験

単一パルス加工における噴流観察により，プルーム噴流消失に1 ms程度必要という結果が得られたため，パルス間隔を1 ms(繰り返し周波数1 kHz)として連続照射による加工を行う．この条件では，噴流の影響が低減され，加工結果が改善されると考えられる．加工条件を表1に，また，これらの条件による加工結果を図7および図8にそれぞれ示す．10 kHzにおいては，条件3，6，および9ですべて加工に失敗し，散乱されたレーザー光によるものと思われる窪みのような加工痕が得られた．条件9が最も深い加工痕となったが，やはり窪みしか得られず，穴加工としては失敗といえる．しかしながら，1 kHzにおいては条件9において穴加工に成功した．また，条件6でもある程度深さのあるすりばち型の穴が加工されており，10 kHzでの加工に比べて加工結果が改善されていることがわかった．1 kHzにおける加工では，先行パルスが発生させた噴流が収まってから後続パルスが入射されるため，10 kHzに比較して正常に集光され，加工に使用されるパルスの割合が高くなるためと考えられる．空気中においては周波数によらず同程度の穴が加工されたが，10 kHzにおける加工のほうが平均出力が高いため，より高温状態での加工となり，より穴径が大きくなったと考えられる．

1 kHzの実際の加工においては，母材が加熱されるため，加工が進むにつれて流動が成長する．実際の連続照射実験ではこのような流動が発生しているため，条件3や6など対流が激しくなり易い条件ではレーザー光の集光が阻害されやすいと考えられる．そのため，より低い周波数における加工を行うことで，さらなる加工結果の改善が行えると考えられる．

表1 連続照射加工条件

波長[nm]	1064	
パルス幅[ns]	120	
パルスエネルギー[mJ]	0.84	
繰り返し周波数[kHz]	1	10
パルス数	120万	
加工時間[s]	1200	120

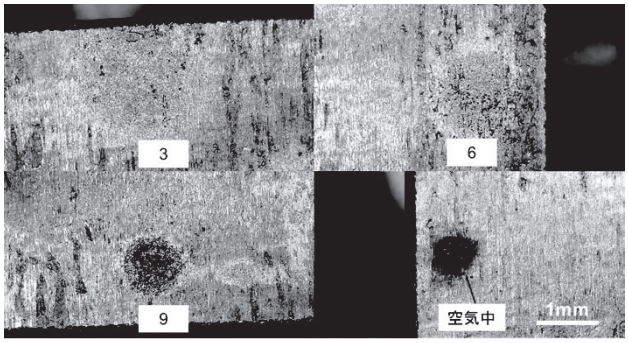


図7 連続照射(10 kHz)による加工結果

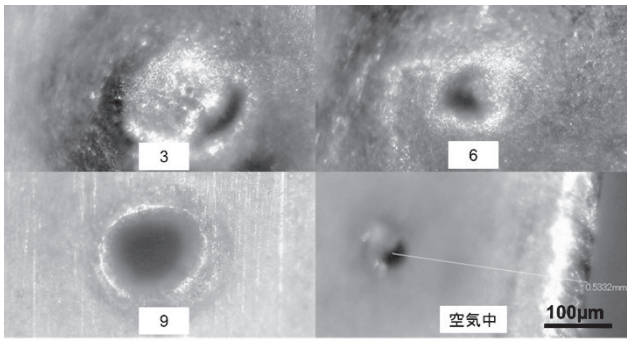


図8 連続照射(1 kHz)による加工結果

6　間欠照射による加工実験

さらに加工結果を改善するために，レーザーを連続的に照射するのではなく，数パルス照射するごとに母材に冷却時間を与える間欠照射を行う．図9に間欠照射のタイミングチャートを示す．10および100のパルス列が入射されたのち，対流が連続照射に比べてある程度収まるまで待機してから次のパルス列を入射した．このようにして一定の繰り返し周波数のレーザーパルス列を一定のモジュレーション周波数で照射することにより，対流の影響を低減しながら加工を行うことができると考えられる．加工条件

を表2に示す．間欠パルス数10と100の場合では，それぞれ各パルス列が母材に与える熱量が変化するため，発熱量も変化する．間欠パルス数が大きいことによって母材はより高温になり，対流の影響も大きくなると考えられる．また，パルス列の初期パルスが発生させた噴流に，後続のパルスは干渉され，集光が妨げられるため，間欠パルス数をあまり大きくしても，後続のパルスは加工に寄与できなくなると考えられる．

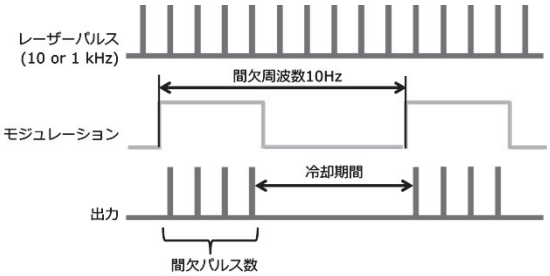


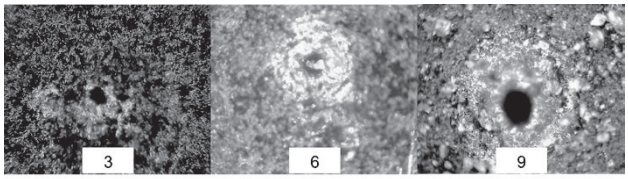
図9 間欠照射のタイミングチャート

図10(a)および図10(b)に間欠パルス数100における10 kHzおよび1 kHzでの加工結果を示す．10 kHzにおいては，すべての条件で広い範囲に加工が起こり，加工痕がみられた．また，中央部には穴径の小さい穴がみられた．これは対流が十分に発達していない加工初期，もしくは前のパルス列の発生させた噴流から影響を受けない，各パルス列の初期のパルスによって加工されたものだと考えられる．1 kHzにおいても条件3，6では加工に失敗したが，条件9では穴加工に成功した．また，加工に失敗した条件3，6においても，皿型に加工が行われており，除去体積としては10 kHzより改善された結果となった．

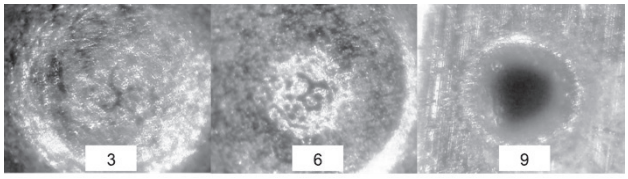
次に，間欠パルス数10における10 kHzおよび1 kHzでの加工結果を図11(a)および図11(b)に示す．間欠パルス数10の加工では，レーザーの繰り返し周波数によらず，すべての雰囲気条件において穴加工に成功した．しかしながら，依然として穴周辺の加工痕はみられるため，間欠パルス数10においても，母材に与えるエネルギーのうちの一部は不完全な集光によって浪費されているといえる．以上より，間欠照射においては，連続照射に近くなるほど，各パルスが次のパルスに与える悪影響が大きくなっていくと考えられる．また，各周波数における条件ごとの違いをみると，すべての照射条件において，条件9では黒変部の直径が最も小さくなっている．これは条件9の流体が比較的低密度で，ほかの雰囲気条件に比べると集光に与える悪影響が少ない条件であるためと考えられる．

表2 間欠照射加工条件

波長[nm]	1064			
パルス幅[ns]	120			
パルスエネルギー[mJ]	1			
繰り返し周波数[kHz]	1		10	
間欠パルス	10	100	10	100
間欠周波数[Hz]	10	5	10	
パルス数	30万			
加工時間[s]	3000	600	3000	300

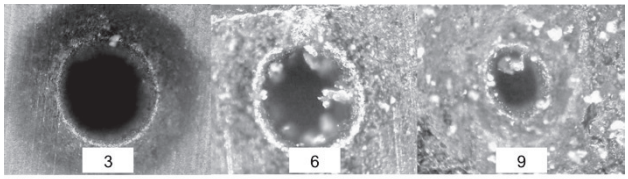


(a) 間欠パルス数100, 10 kHz

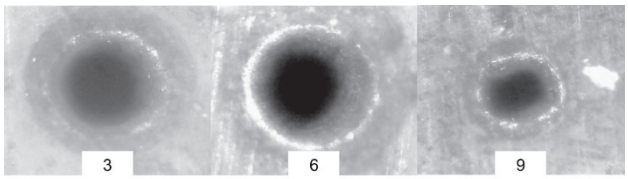


(b) 間欠パルス数100, 1 kHz

図10 間欠パルス数100による加工結果



(a) 間欠パルス数10, 10 kHz



(b) 間欠パルス数10, 1 kHz

図11 間欠パルス数10による加工結果

7 結言

加工レーザーと同期しレーザー照射直後の噴流成長過程を10 μsステップで撮影可能な観察装置を用い，シングルショット加工後の噴流発生から消失までを観察した．また，透明材料と金属材料を用いた横から観察可能な穴内対流発生装置を作製した．温度37.2 ℃，圧力14.39 MPaの二酸化炭素中で微細

粉末が穴内対流によって穴外へ排出される様子を撮影した.
また，連続照射を用いて行った10 kHzおよび1 kHzの加工においては，温度37.2 ℃，圧力4.27 MPaの条件では1 kHzにおいて加工結果が改善された．しかしながら温度37.2 ℃,圧力14.39 MPaおよび8.45 MPaの条件ではいずれの周波数を用いても加工に失敗した.

また,間欠照射を用いて行った10 kHzおよび1 kHzの加工においては，より低い周波数の加工によって加工穴上部の噴流が抑制されたため，1 kHzにおいて加工結果が改善された．以上，間欠照射実験を行うことにより超臨界流体中のレーザー加工の効果が確認されたが，今後は，さらに噴流の影響を低減することのできる最適加工周波数を模索する必要がある.

発表論文

[1] K. Yoshiki, W. Kitahara, A. Ito, H. Furuta,"The effect of intermittent irradiation in laser drilling of metal in high pressure carbon dioxide (Oral) SPIE Phonoics west 2018 (USA, San Francisco, Jan. 2018)

参考文献

(1) K. Yoshiki, "High-aspect ratio laser drilling of glass assisted by supercritical carbon dioxide", Proc. SPIE 10092, 100921K.
(2) M. J. Lighthill, The quarterly journal of mechanics and applied mathematics 6.4 (1953): 398-439.