

# フェムト秒レーザーを用いた サブミリシリアルセクションニング技術の最適化



## Optimization of Submillimeter Serial Sectioning Technique using Femtosecond Laser

原由佳<sup>1</sup>、柿沼洋<sup>1,2</sup>、原 徹<sup>1</sup>、出村雅彦<sup>1</sup> <sup>1</sup>NIMS, <sup>2</sup>東北大学

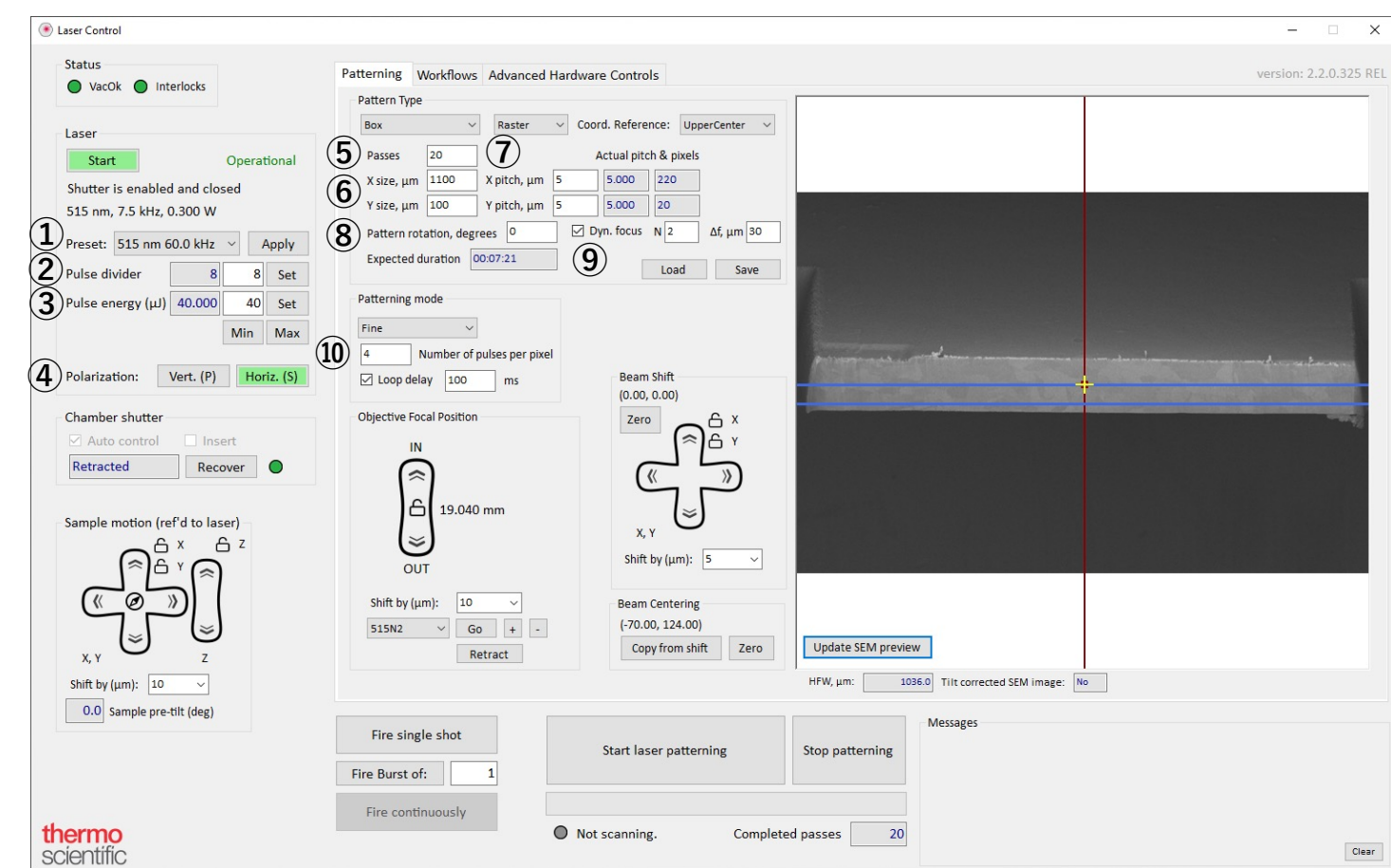
◆ 目的 構造材料の変形・破壊研究に貢献するため、サブミリメートル領域の三次元組織・方位解析を高分解能で実現する。

◆ 方法 PFIBでも困難な大体積加工をフェムト秒レーザーを使用して行う。

◆ 課題 フェムト秒レーザー加工は、LIPSS、テーパーなどの問題を生じるため、材料（Ni）に応じた加工条件最適化が必要である。

### ◆ 検討項目

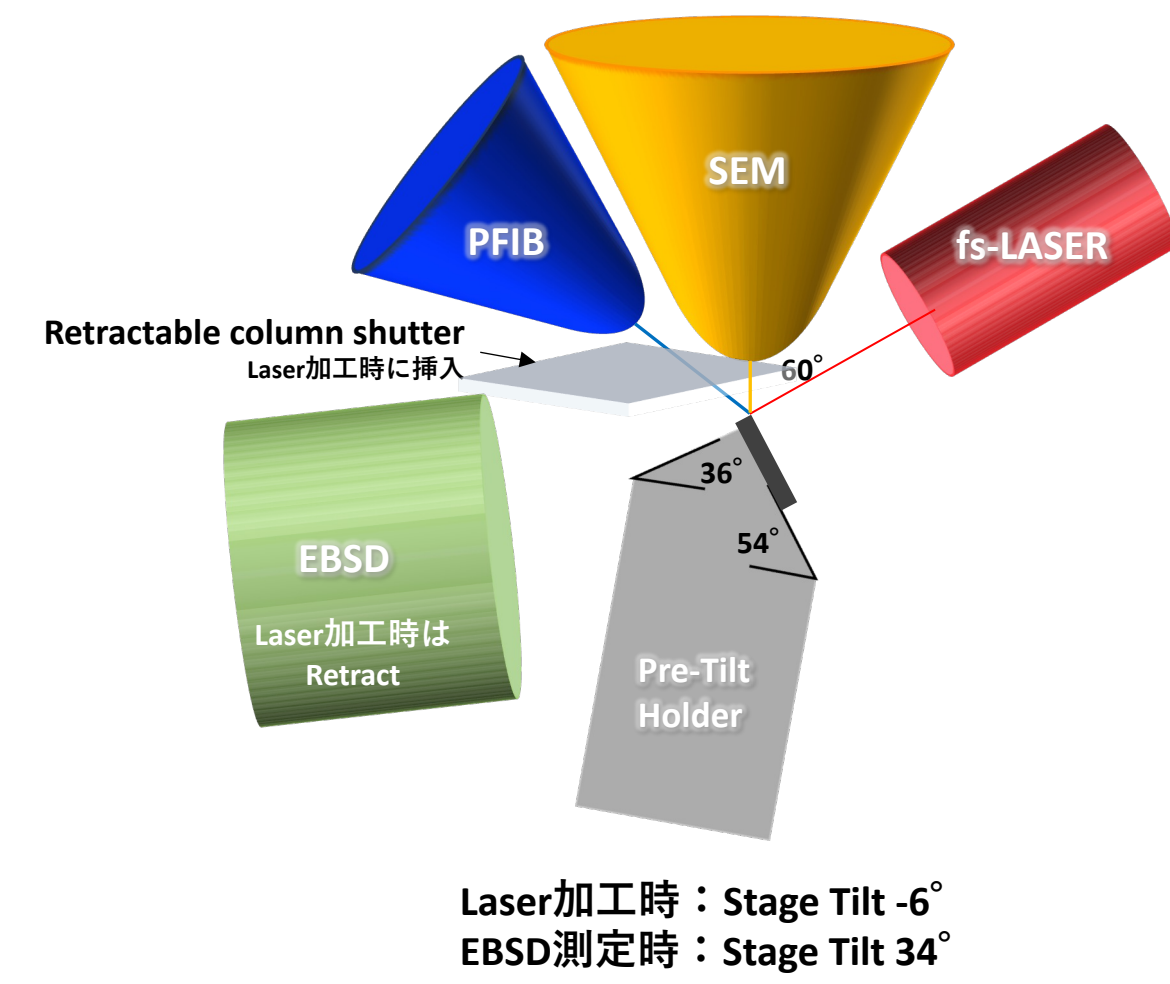
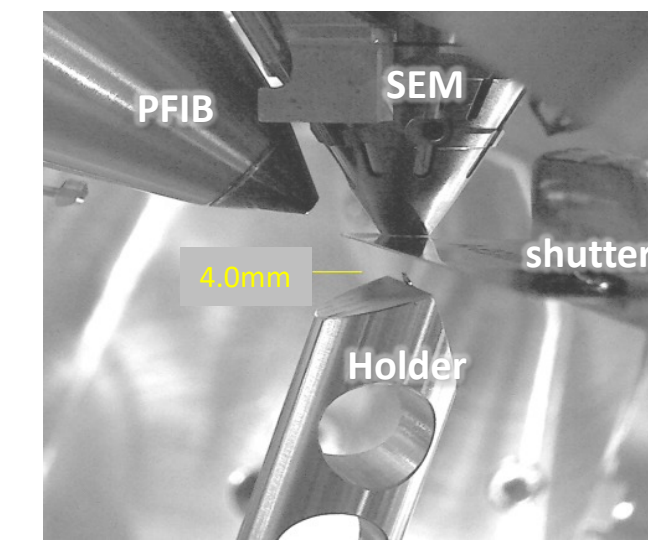
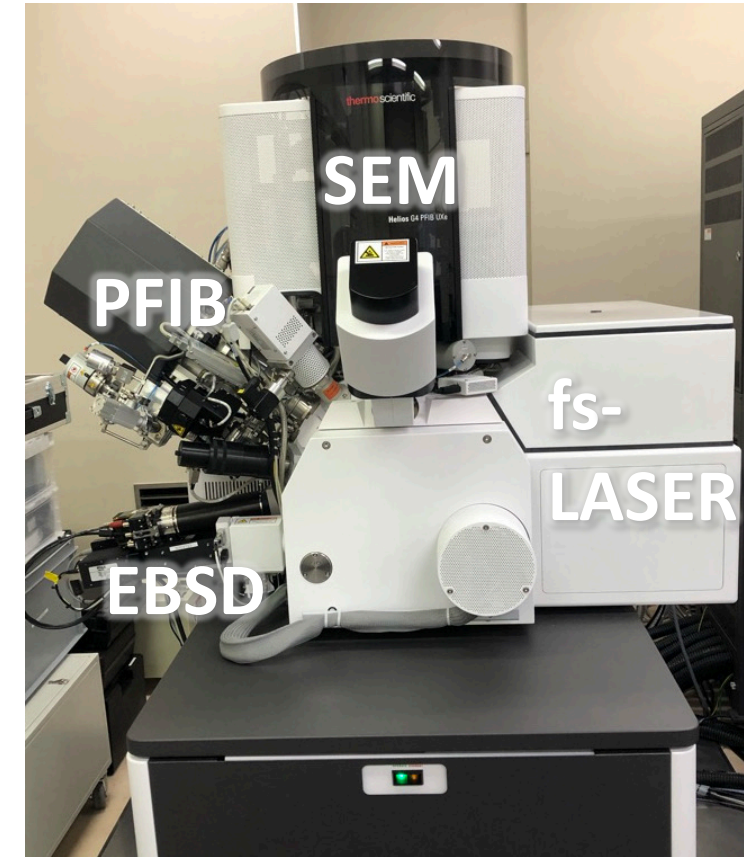
- ① 波長
- ② Pulse divider
- ③ Pulse energy
- ④ Polarization
- ⑤ 加工パス数
- ⑥ 加工サイズ
- ⑦ ピッチ
- ⑧ 向き
- ⑨ Dynamic focus
- ⑩ Number of Pulses Per Pixel



Laser Control画面と設定条件

### ◆ 使用装置

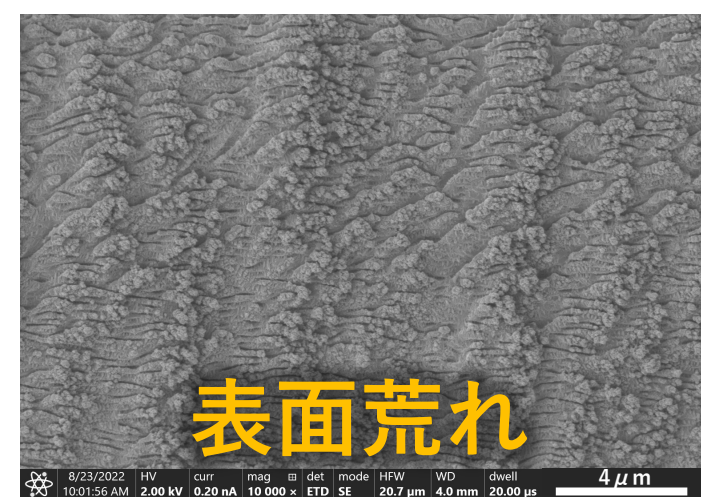
Thermo Fisher Scientific, Helios5 PFIB Laser



装置外観とチャンバー内機器配置

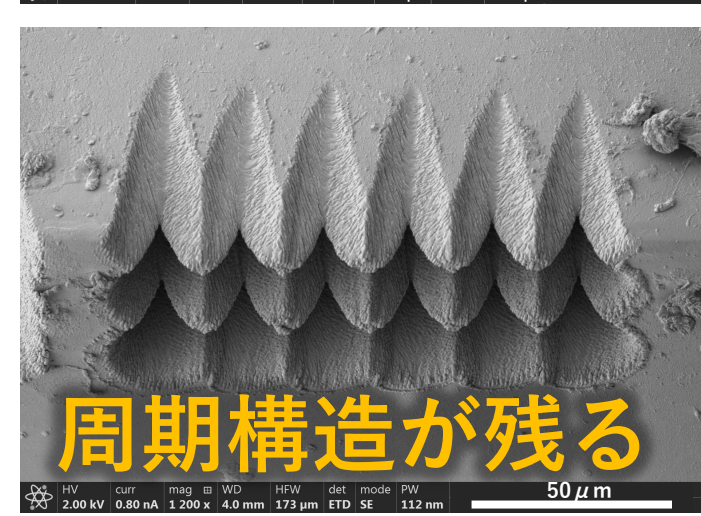
*fs-Laser* パルス幅：220fs以下, 波長：515nm, 1030nm  
*EBSD* EDAX Velocity (CMOS)

### 解決すべき課題



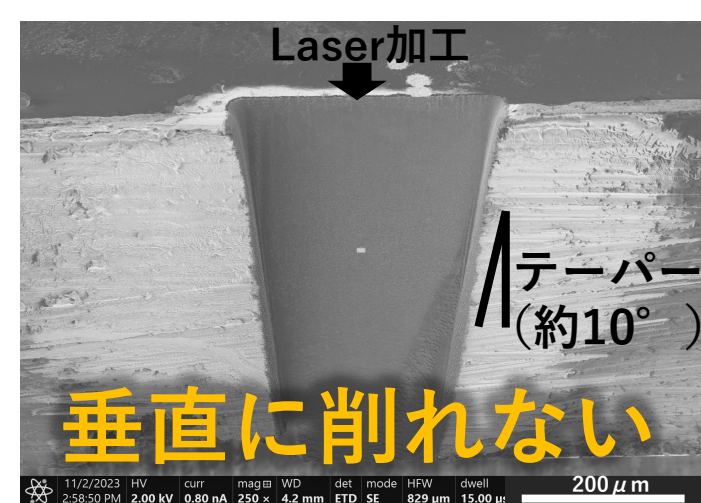
#### LIPSS

- ◆ 515nm, 15  $\mu$ J, Vertical, 3  $\mu$ m pitch, Fine 200Pulses Per Pixel



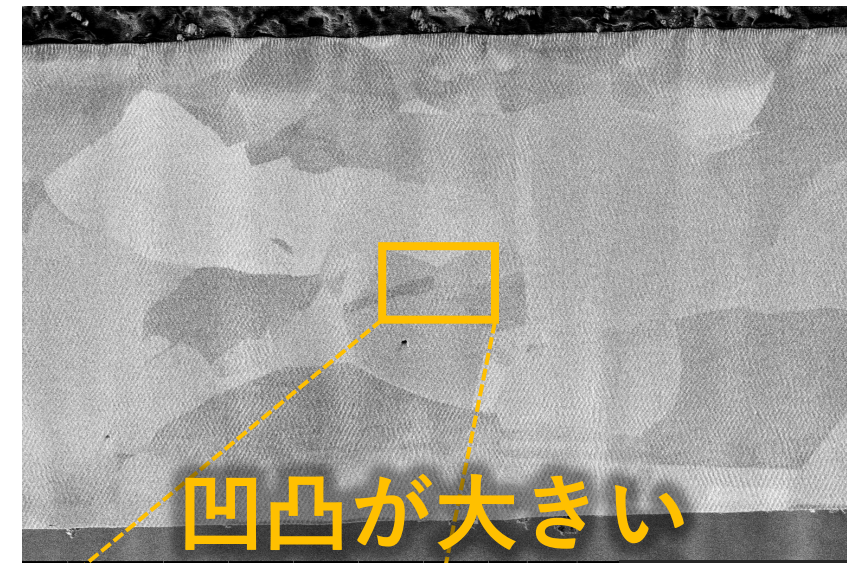
#### ピッチ依存性

- ◆ 515nm, 15  $\mu$ J, Vertical 50pass, 15  $\mu$ m pitch, Fine 200PPP



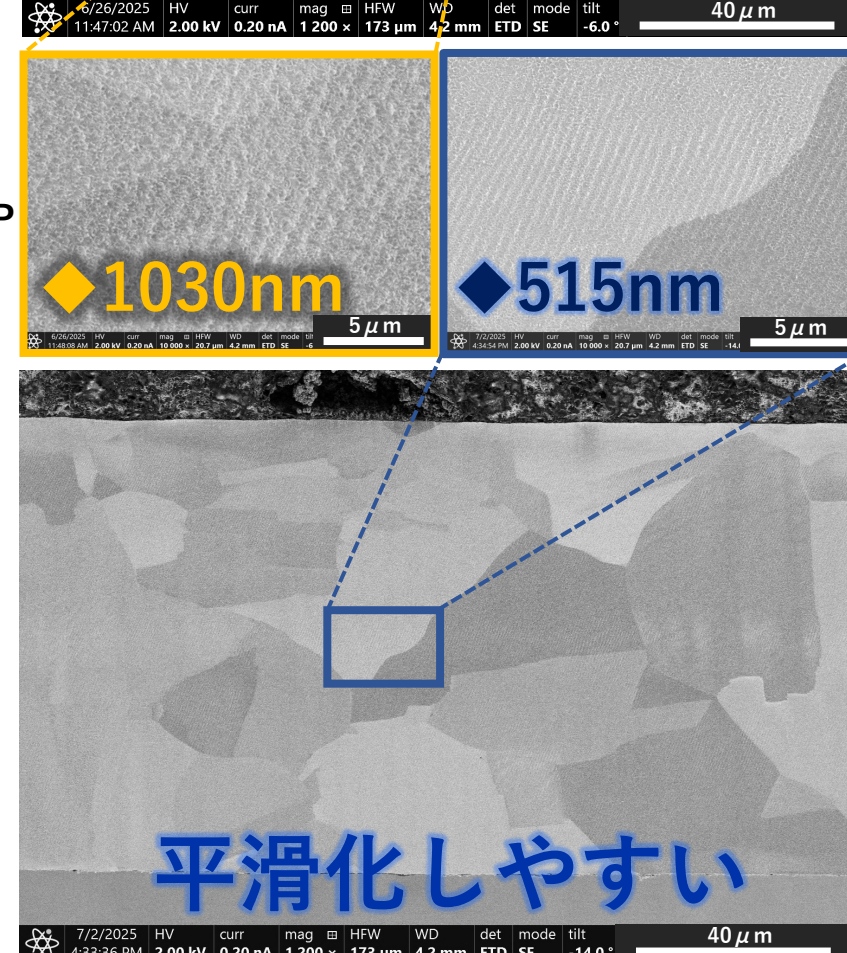
#### テーパー

- ◆ 1030nm, 20  $\mu$ J, 5  $\mu$ m pitch



#### ◆1030nm

- ◆ 7.5kHz, 0.375W, 50  $\mu$ J, Horizontal, 50pass, 10  $\mu$ m pitch, Dynamic Focus n12  $\Delta$ 40  $\mu$ m, Fine 4PPP

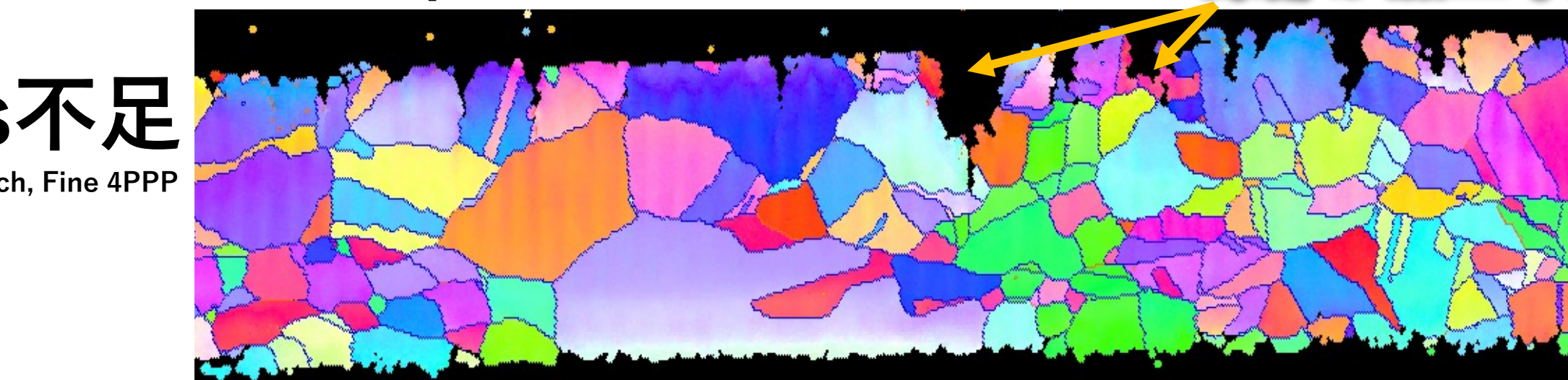


#### 波長依存性

#### ◆515nm

- ◆ 7.5kHz, 0.3W, 40  $\mu$ J, Horizontal, 20pass, 10  $\mu$ m pitch, Dynamic Focus n5  $\Delta$ 50  $\mu$ m, Fine 4PPP

#### IPF map



Laser加工 100  $\mu$ m

深部が加工不良

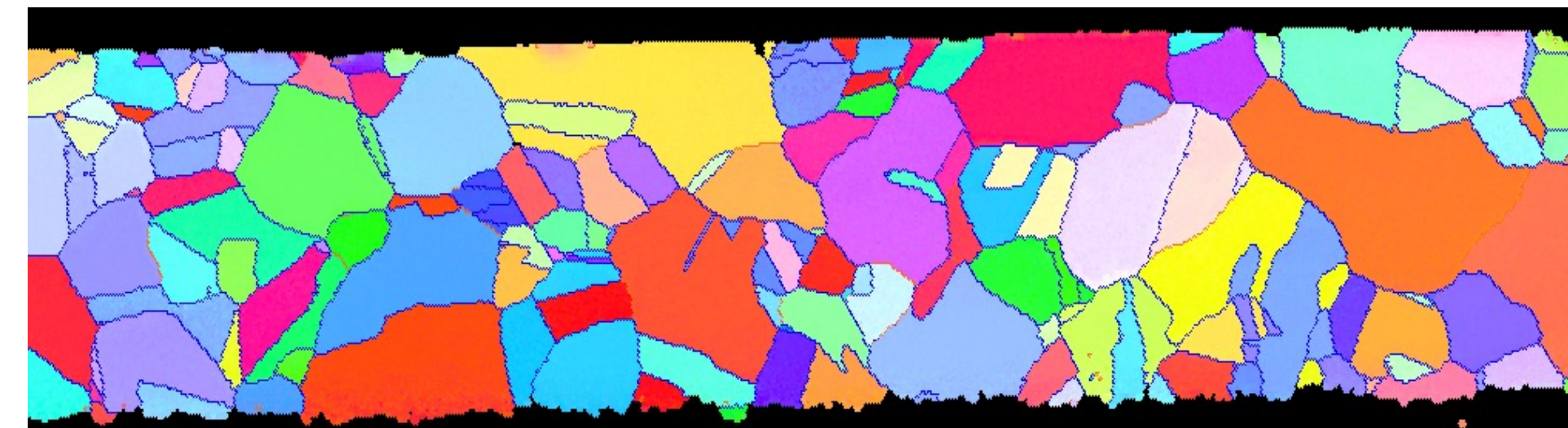
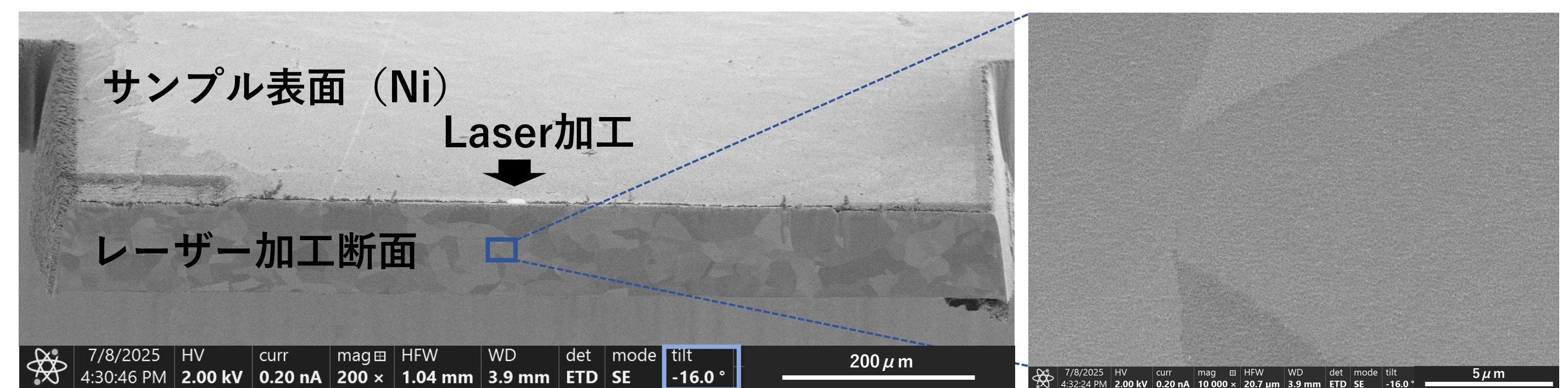
Dynamic Focus不足

- ◆ 1030nm, 60kHz, 25  $\mu$ J, Horizontal, 10  $\mu$ m pitch, Fine 4PPP

### 条件最適化後

LIPSSの抑制された広範囲平滑面を形成し、PFIBクリーンアップなしで明瞭な組織観察とEBSD測定が可能となった！

- ◆ テーパー補正10° (Stage Tiltにて対応), 515nm, Horizontal, pitch5  $\mu$ m, 20pass, Dynamic Focus n2  $\Delta$ 30  $\mu$ m, Fine 4PPP, 7min.21s.



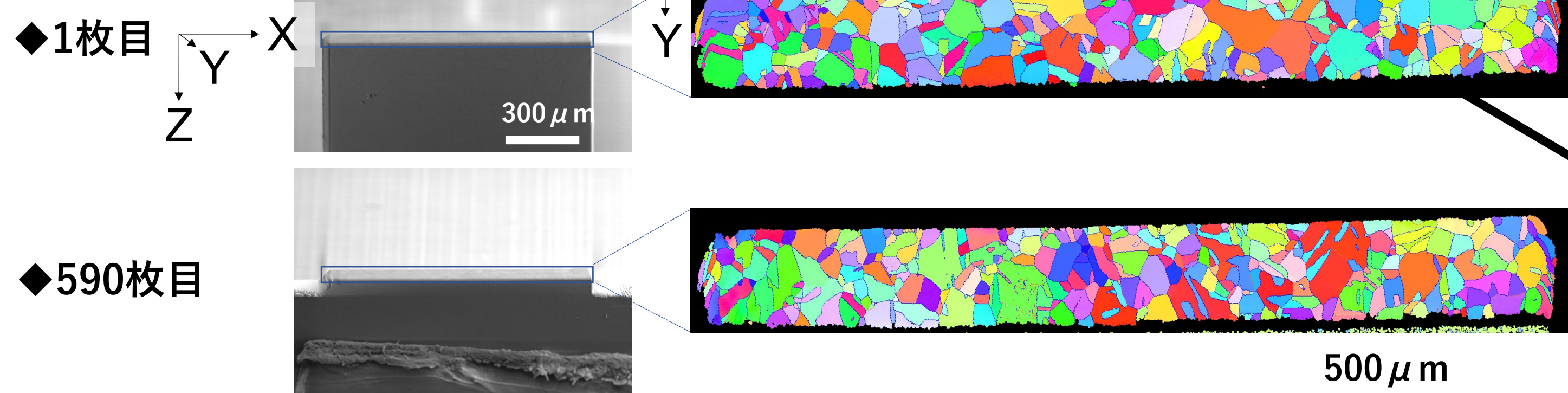
条件最適化後のSEM像とEBSD測定結果

Laser加工 100  $\mu$ m

### ◆ 結果

SEM (EBSD測定時)

IPF+GB map  
測定幅1.1mm

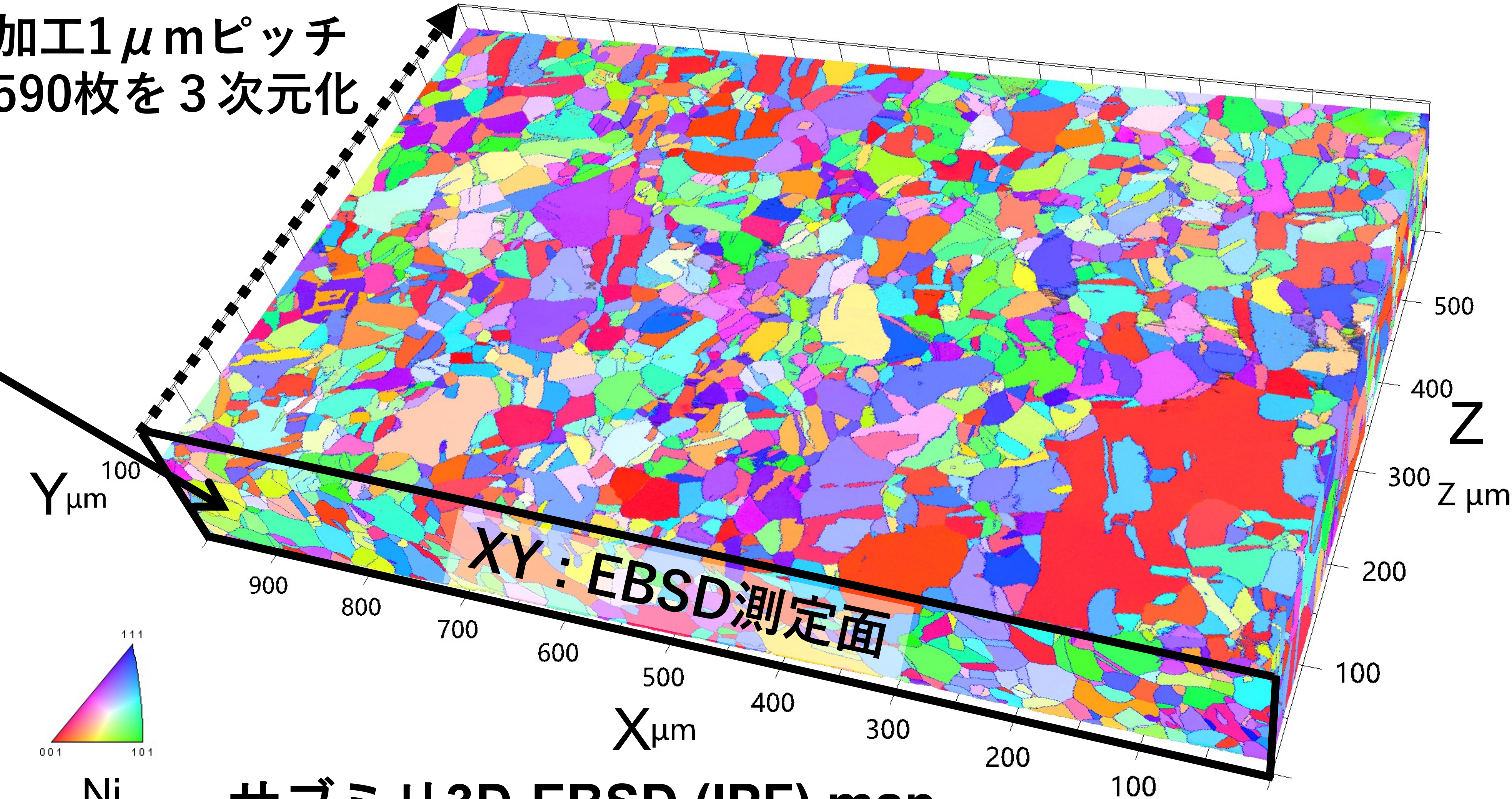


レーザー加工条件  
1  $\mu$ m step, テーパー補正10°, 515nm, 7.5kHz, 0.187W, 25  $\mu$ J, Horizontal, 1150  $\times$  100  $\mu$ m, pitch5  $\mu$ m, 20pass, Dynamic Focus n2  $\Delta$ 30  $\mu$ m, Fine 4PPP, 7min.42s.

EBSD測定条件  
Acc20kV 51nA, 1100  $\times$  280  $\mu$ m, 1  $\mu$ m step, 2min.44s.

レーザーを用いたシリアルセクションニング結果  
(1枚目と590枚目)

Z: 削り込み方向  
加工1  $\mu$ mピッチ  
590枚を3次元化



サブミリ3D-EBSD (IPF) map

### ◆ まとめ

1. Ni薄板に対してフェムト秒レーザーの加工条件を最適化した。
2. LIPSSとテーパーを抑制し、PFIBクリーンアップなしでEBSD測定可能な広範囲平滑面を形成した。
3. サブミリメートル領域の3D-EBSD測定を実現した。
4. 本手法は、構造材料の変形・破壊研究における広域3D方位解析へ展開が期待される。

謝辞：本研究は「JST BOOST若手研究者支援」課題番号「JPMJBY24B9」の支援を受けて実施しました。