HAL
open science

Etude de l'interaction laser-matière en régime d'impulsions ultra-courtes : application au micro-usinage de matériaux à destination de senseurs

Yoan Di Maio

To cite this version:

Yoan Di Maio. Etude de l'interaction laser-matière en régime d'impulsions ultra-courtes : application au micro-usinage de matériaux à destination de senseurs. Autre. Université Jean Monnet - Saint-Etienne, 2013. Français. NNT : 2013STET4004 . tel-00994999

HAL Id: tel-00994999

https://theses.hal.science/tel-00994999v1

Submitted on 22 May 2014

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Université Jean Monnet de Saint-Étienne

THÈSE

présentée pour obtenir le grade de

Docteur en optique photonique hyperfréquences

par

Yoan DI MAIO

Étude de l'interaction laser-matière en régime d'impulsions ultra-courtes : Application au micro-usinage de matériaux à destination de senseurs

---

Soutenue le 31 Mai 2013 devant la commission d'examen :

Rapporteurs	**M. SENTIS**	*Directeur de recherche CNRS, lab. LP3*
	Y.J. BELLOUARD	*Professeur à l'université d'Eindhoven*
Examinateurs	**L. BERTHE**	*Chargé de recherche, lab. PIMM*
	F. PIGEON	*Directeur, lab. Hubert Curien*
	J.P. COLOMBIER	*Co-directeur, lab. Hubert Curien*
	C. MAUCLAIR	*Co-encadrant, lab. Hubert Curien*
Invité	**M. LAHIRIGOYEN**	*Ingénieur d'étude SAGEM-DS*

Résumé

Étude de l'interaction laser-matière en régime d'impulsions ultra-courtes : Application au micro-usinage de matériaux à destination de senseurs

Le laser à impulsions ultra-courtes constitue un procédé innovant et très avantageux pour la découpe de céramiques piézoélectriques PZT. Grâce à un fort confinement spatio-temporel de l'énergie au cours de l'interaction, ce système minimise les dégâts collatéraux et préserve l'intégrité physique du matériau sur des échelles micrométriques.

Néanmoins, une propagation de faisceau mal maîtrisée, associée à des mécanismes d'interaction complexes fonction de la cible irradiée, peuvent impliquer de fortes disparités sur la qualité d'usinage. Dans le cadre d'une application industrielle donnée, ces travaux nous ont donc permis d'approfondir les principales étapes d'optimisation d'un tel procédé selon des critères de reproductibilité, de qualité et de rapidité.

Pour cela, nous avons tout d'abord souligné l'influence des propriétés gaussiennes des faisceaux et de leur perturbation afin de définir la distribution énergétique au niveau des plans de focalisation. Aussi, la quantification de l'interaction via les critères de seuil et de taux d'ablation, d'incubation et de saturation a contribué à comprendre la réaction du matériau de manière macroscopique. Les problèmes méthodologiques inhérents à leurs calculs ont été mis en évidence et ont permis par la suite d'anticiper les formes d'usinage ainsi que les temps de procédé.

Dans un second temps, l'optimisation des paramètres laser s'est appuyée sur des caractérisations aussi bien qualitatives pour l'aspect visuel que quantitatives avec l'estimation de la stœchiométrie et des contraintes résiduelles au niveau des flancs d'usinage. Nous avons en outre tiré profit de la piézoélectricité afin de développer une méthode d'observation in situ de la réponse à l'onde de choc laser contribuant à la compréhension des fissurations apparentes. Nous proposons au terme de ce travail un jeu de paramètres optimal pour la découpe de PZT assurant une bonne répétabilité du procédé tout en minimisant les défauts d'usinage comme la fissuration, les dépôts de surface et les irrégularités de bords.

Des essais sur la mise en forme spatio-temporelle de faisceau sont enfin abordés principalement en tant que perspective d'accélération du procédé et encouragent son utilisation pour une future industrialisation.

Mots clés :

Impulsions laser ultra-courtes	Interaction laser-céramique
Optimisation découpe laser	Mise en forme de faisceau
Onde de choc laser	Contrainte matériau irradié
Seuil et taux d'ablation	PZT piézoélectrique

Abstract

Laser matter interaction study with ultrashort laser pulses : Application to the cutting of materials used in sensors

Lasers delivering ultrashort pulses are innovative and very attractive tools for cutting piezoelectric PZT ceramics. Thanks to an efficient spatiotemporal confinement of the energy during the interaction, these systems reduce collateral damage and preserve the physical integrity of the material on a micrometric scale.

Nevertheless, uncontrolled beam propagation associated with complex interaction mechanisms depending on the irradiated target can involve large disparities on machining quality. In the context of an industrial application, this study describes the main steps of optimization of such a process according to criteria of reproducibility, quality and speed.

To this purpose, we first pointed out the influence of Gaussian beam properties and their disturbance to define the energy distribution at focal planes. Thus, the quantification of the interaction with the ablation threshold, the ablation rate, incubation and saturation helped to understand the reaction of the material macroscopically. Methodological issues coming from their calculations have been highlighted while machining shapes and processing times were anticipated.

Secondly, the optimization of laser parameters was based on both qualitative and quantitative characterizations. Electronic microscopy was rather used for visual appreciations whereas stoichiometry and residual stress estimations were employed to quantify the quality of side walls. We also took benefit from piezoelectricity to develop an in situ observation method which succeeded in detecting the electrical response to the laser shock wave and mainly contributed to the understanding of visible cracks. We finally propose an optimum set of parameters for cutting PZT ensuring good repeatability of the process while minimizing machining defects such as cracking, surface recast and jagged sides.

Tests with spatiotemporal beam shaping were finally presented primarily as perspectives of processing time decrease so as to promote its use for future industrialization.

Key words :

Ultrashort laser pulses	Laser-ceramic interaction
Laser cutting optimization	Spatiotemporal beam shaping
Laser shock wave	Irradiated material stress
Ablation threshold and rate	Piezoelectric PZT

Le doute est le commencement de la sagesse.

Aristote
(384 - 322 av. J.C.)

L'ignorant affirme, le savant doute, le sage réfléchit.

Aristote
(384 - 322 av. J.C.)

Le savant est fier d'avoir tant appris ;
Le sage est humble d'en savoir si peu.

William Cowper
(1731 - 1800)

Remerciements

Ces travaux de doctorat ont été réalisé conjointement entre le laboratoire Hubert Curien de Saint-Étienne et l'entreprise Sagem Défense et Sécurité dont la composante R&D est majoritairement basée sur Paris. A ce titre, de nouvelles interactions ont pu être initiée, permettant dès lors aux compétences scientifiques stéphanoises de rayonner dans un milieu industriel de pointe.

Je suis fier d'avoir pu participer à un tel transfert technologique, transfert qui n'aurait pu aboutir sans les multiples échanges entre les différents acteurs du projet.

Malgré de multiples perturbations en matière de management au sein de la Sagem, je tiens à remercier chaleureusement l'ensemble de mes responsables industriels m'ayant encadré au mieux au cours de ces 3 années : José Beitia, porteur initial du projet sans qui je ne serai pas ou je suis aujourd'hui ; Guillaume Rochat, qui assura la transition avec intelligence ; Paul Cazottes, qui a su allier exigence et bienveillance à l'égard de mes réalisations ; Béatrice Bourgeteau, qui a accordé une grande confiance et écoute quant à mon expertise et Maité Lahirigoyen, qui m'accompagna avec assurance jusqu'au terme de cette aventure. Je tiens également à mentionner l'ensemble des personnes de l'entreprise avec qui j'ai eu à échanger de manière étroite pour mes besoins techniques ou humains : Florent Rampillon, Stéphane Rayet, Nicolas Blanzat, Pierre Loisel, Paul Vandebeuque, Pilar Laurent, Carole Labonne...

La majorité de mon emploi du temps s'étant déroulé au sein du laboratoire, j'ai ainsi pu y développer de multiples relations, certaines d'autant plus amicales que professionnelles.

Malgré un départ remarqué sur la fin de mes travaux, je souhaite en premier lieu remercier mon directeur de thèse, Mr Eric Audouard qui m'a épaulé personnellement et orienté professionnellement depuis mon stage de fin d'étude. J'ai de ce fait fortement apprécié sa façon de m'encadrer, alliant écoute et soutien dans les moments de doute, exigence et rigueur dans les périodes de résultats.

Je souhaite aussi remercier chaleureusement mon co-directeur, Jean Philippe Colombier, une des rares personnes à m'avoir suivi de bout en bout et qui a poursuivi dans la continuité la responsabilité de mes travaux après l'absence de mon directeur. Il a également su être un support scientifique de confiance, une oreille des plus attentive ainsi qu'un estimable conseiller d'orientation !

Je souhaite aussi remercier vivement Cyril Mauclair qui, à la force des choses, a dû fortement s'impliquer, de la rédaction de mon manuscrit et la finalisation de ma soutenance.

Bien évidemment, je remercie toute l'équipe de la plateforme femtoseconde (scientifiques et industriels avec la société Impulsion) pour la bonne humeur et la complicité qui

découlèrent de nos échanges : Nicolas Faure, David Pietroy, Benjamin Dusser, Sébastien Landon, David Bruneel, Aurélien Bernard, Julien Granier, Gregory Egaud, Hervé Soder, Romain Jouglet, Anthony Da Silva...

Un grand merci également aux membres du laboratoire avec qui il m'a été donné de travailler et/ou d'interagir : Sabine Palle et l'équipe confocale, Aziz Boukenter, Youcef Ouerdane, Razvan Stoian, Frederic Celle, Claude Pedri, Gerard Bernaud... ainsi que toute l'équipe administrative et informatique.

Un merci particulier à l'ensemble des membres du jury pour avoir pris le temps de corriger mon mémoire et leur participation à ma soutenance, ainsi qu'au directeur du laboratoire, Mr Florent Pigeon, pour avoir pris l'initiative d'encadrer mon doctorat à défaut de présence de Mr Audouard.

Enfin, un merci sincère à ma famille, ma compagne et mes amis pour leur présence et leur soutien. Ils ont su m'accompagner, que ce soit jour après jour ou ponctuellement,entre les joies, les colères, les doutes et les motivations qui ont jalonné cette période très formatrice de ma vie.

Encore une fois, merci à tous !

Publications scientifiques

1. **Di Maio, Y.** Colombier, J.P. Cazottes, P. Audouard, E., *"Ultrafast laser ablation characteristics of PZT ceramic : Analysis methods and comparison with metals."*, *Optics and Lasers in Engineering*, 50(11) : 1582-1591, Novembre 2012.

2. Pietroy, D. **Di Maio, Y.** Moine, B. Baubeau, E. Audouard, E., *"Femtosecond laser volume ablation rate and threshold measurements by differential weighing."*, *Optics Express*, 20(28) : 29900-29908, Décembre 2012.

3. **Di Maio, Y.** Colombier, J.P. Audouard, E., *"Estimation of generated stress under femtosecond irradiation by piezoelectric response."*, *en cours.*

4. **Di Maio, Y.** Mauclair, C. Audouard, E., *"Ultrafast laser cutting with multi-spot beam shaping."*, *en cours.*

Conférences / Séminaires

1. **Oral + Poster :** *"Étude de l'interaction laser-PZT en régime d'impulsions ultra-courtes."*, Séminaire interne SAGEM SAFRAN, Argenteuil, 7-8 Décembre 2010.

2. **Oral :** *"An investigation of piezoelectric cutting by femtosecond laser"*, SPIE Photonics West, San Francisco USA, 22-27 Janvier 2011

3. **Poster :** *"Micro-usinage de matériau céramique piézoélectrique par laser femtoseconde"*, Journée de la recherche, Saint Etienne, 19 Mai 2011.

4. **Poster + Proceeding :** *"Femtosecond laser optimization of piezoceramic cutting"*, **Di Maio, Y.** Colombier, J.P. Cazottes, P. Audouard, E., ISOT International Symposium on Optomechatronic Technologies, Hong Kong, 1-3 Novembre 2011.

5. **Oral + Poster :** *"Étude de l'interaction laser matière en régime d'impulsions ultra-courtes : Application au micro usinage de matériaux à destination de senseurs"*, Séminaire interne SAGEM SAFRAN, Massy, 20-21 Mars 2012.

Table des matières

Introduction 1

1 Les lasers femtosecondes comme outils de découpe 7

1.1 Le milieu concurrentiel de la découpe 7

1.1.1 Micro-usinage par ablation mécanique 8

1.1.2 L'électro-érosion 11

1.1.3 L'attaque chimique ou "etching" 13

1.1.4 Usinage par radiation 13

Radiation non laser 13

Radiation laser 14

1.1.5 Méthodes hybrides 17

1.2 Physique des lasers ultra-brefs et interaction avec la matière 18

1.2.1 Principes de génération d'impulsions femtosecondes 18

1.2.2 Propriétés spatiales des faisceaux lasers et propagation 21

Équations de propagation 21

Approximation gaussienne et notion de fluence 22

Focalisation et plan d'usinage 25

1.2.3 Interaction laser - matière dans les milieux diélectriques 30

Mécanismes d'absorption dans les milieux diélectriques 31

Modèle à 2 températures : ionique et électronique 32

Profondeur de pénétration et zone affectée thermiquement 33

1.3 Application aux céramiques ferroélectriques PZT 34

1.3.1 De la matière cristalline à la notion de ferroélectricité 34

1.3.2 La piézoélectricité sur mesure : le cas du PZT 38
Cristallographie 39
Structure de bande 40
1.3.3 Absorption optique et simulation de la profondeur de pénétration ... 41
1.4 Conclusion partielle 44

2 Contexte et paramétrisation des usinages 46
2.1 Problématique industrielle d'usinage 46
2.2 Banc d'usinage laser et caractérisation in-situ 48
2.2.1 Gestion de la puissance 49
2.2.2 Durée d'impulsion 49
2.2.3 Analyse spatiale de faisceau 50
2.2.4 Visualisation de la zone d'usinage 52
2.3 Paramétrisation de l'usinage laser 52
2.3.1 Seuils d'usinage et phénomènes associés 53
État de l'art et définitions 53
Méthodologie employée et résultats 54
2.3.2 Taux d'ablation 58
Métrologie de surface 59
Taux d'ablation volumique 62
Taux d'ablation en profondeur 65
2.3.3 Accumulation d'impulsions : incubation et saturation 78
Incubation 78
Saturation 80
Comparaison des résultats statiques et dynamiques 80
2.3.4 Découpes estimées et simulées 82
2.4 Caractérisation de la qualité de coupe 85
2.4.1 Techniques usuelles de caractérisation post-mortem 85
2.4.2 Développement d'un moyen de mesure in-situ : réponse piézoélectrique transitoire 88
Expérimentation de la détection d'onde de choc 89
Modèle équivalent à la piézoélectricité 90
Réponse transitoire simulée et expérimentale d'un impact 92
Application à la mesure de contrainte 97
2.5 Conclusion partielle 97

3 Optimisation des paramètres de découpe et perspectives ... 100

3.1 Jeu de paramètres du faisceau gaussien ... 101

3.1.1 Pré-requis sur le positionnement et l'inclinaison du wafer ... 101

3.1.2 Influence des électrodes en nickel-phosphore ... 104

3.1.3 Effets de la focalisation et du plan d'usinage ... 105

3.1.4 Effets de la polarisation ... 110

3.1.5 Effets de la durée d'impulsion et de la longueur d'onde ... 112

3.1.6 Effets de la puissance et de la fluence ... 113

3.1.7 Effets du recouvrement sur la qualité ... 122

3.1.8 Analyses complémentaires des méthodes d'usinage ... 127

3.2 Accélération de procédé par mise en forme de faisceau ... 129

3.2.1 Mise en forme temporelle par double impulsion ... 130

3.2.2 Mise en forme spatiale de faisceau ... 133

3.3 Multiplication des lignes d'usinage ... 137

3.4 Conclusion partielle ... 138

Conclusion générale ... 140

A Principes généraux d'émission laser ... 146

Amplification par émission stimulée ... 146

Intensité de saturation et cavité résonnante ... 148

B Interface d'analyses des mesures confocales ... 152

Affichage 3D ... 152

Traitement des volumes ... 154

Traitement des profondeurs ... 154

C Interface de simulation des seuils et diamètres d'ablation ... 156

D Interface de calcul des taux d'ablation ... 158

Bibliographie ... 160

Introduction

Les domaines de l'aéronautique et de la défense excellent dans le contrôle du mouvement au travers de systèmes de navigation ultra-compacts et perfectionnés. Outre la navigation absolue dépendante de références externes telles que les satellites ou les amers marins, la navigation à l'estime s'articule autour de centrales inertielles qui exploitent la propriété de certains phénomènes physiques à être immuable dans l'espace, servant dès lors de référentiels absolus. L'accélération, la rotation et la vitesse angulaire sont répertoriées au travers d'accéléromètres, de gyroscopes et de gyromètres dans 3 directions orthogonales, permettant ainsi d'en déduire position, altitude, direction et vitesse de déplacement.

En particulier, la technologie embarquée dans les gyroscopes et gyromètres est responsable de leur performance en matière de précision et se quantifient principalement en vitesse de dérive (degrés par heure °/h). On distingue alors les classes basses performances (de 1000 °/h à 10 °/h) avec le pilotage automatique, la stabilisation de véhicules et les optiques d'imagerie ou encore les capteurs de mouvement pour le divertissement multimédia. Les classes à très hautes performances peuvent descendre jusqu'à 10^{-5} °/h et interviennent dans des applications plus critiques de l'aéronautique, de l'aérospatiale et de la défense comme le guidage missile ou la navigation satellitaire et sous-marine (Fig. 1) [1].

D'un point de vue physique, c'est Léon Foucault en 1851 qui démontra pour la première fois que le plan d'oscillation de son célèbre pendule restait fixe dans un référentiel galiléen par rapport au référentiel terrestre. En 1852, il inventa le gyroscope à toupie dont l'axe de rotation est également fixe dans l'espace. Encore de nos jours, cette découverte est à la base de nombreuses technologies inertielles visant à mesurer l'écart angulaire entre un référentiel mobile et l'axe de rotation d'une telle toupie. Les précisions peuvent atteindre 10^{-2} à 10^{-4} °/h tandis que leur fabrication et leur maintenance restent complexes et coûteuses. L'effet Sagnac découvert en 1913 est quant à lui exploité dans les gyrolasers et les gyromètres à fibre [2]. Le principe réside dans la différence de marche générée par un système de deux faisceaux parcourant en sens inverse un circuit fermé. Bien que sa mise en œuvre reste relativement simple, les phénomènes optiques permettent d'atteindre des précisions de l'ordre de 10^{-3} °/h.

Néanmoins, les besoins d'intégration, de réduction des coûts et d'accroissement des performances ont conduit à la définition de nouvelles technologies toujours plus efficaces.

C'est ainsi que s'est développée dans les années 1950 une nouvelle famille de gyroscopes mécaniques, les gyroscopes vibrants, basés sur les principes de Coriolis [1]. Alors qu'un corps est maintenu dans un état de résonance initiale selon un mode donné, son entraînement par rotation engendre un transfert d'énergie vers un nouveau mode de vibration, détectable par la simple mesure des écarts relatifs. La force de ces nouvelles technologies réside dans la multitude de designs envisageables, offrant une plus grande flexibilité d'intégration et un accroissement des performances.

En particulier chez Sagem Défense et Sécurité, le Quapason est un gyroscope monolithique simple et fiable, constitué de quatre poutres métalliques en oscillation. Sa petitesse et sa robustesse en font un élément industriellement exploitable au fort potentiel applicatif à basses performances, pouvant atteindre des précisions de l'ordre de 300 °/h selon le modèle. Les modes d'oscillation sont entretenus et détectés par 16 pastilles de céramique $Pb(Zr_{1-x}Ti_x)O_3$ (PZT) brasées uniformément sur chacune des faces externes des poutres. Ces pastilles sont reliées par *bonding* à un circuit intégré 3D disposé au pied du Quapason, le tout étant mis sous vide pour limiter au maximum les dérives dues à l'amortissement.

En effet, le PZT est un matériau diélectrique piézoélectrique, il a donc la capacité de se déformer sous l'action d'un champ électrique (effet piézoélectrique inverse) ou de générer un déplacement de charges électriques en réponse à une contrainte mécanique (effet piézoélectrique direct) [3]. Cet effet résulte du caractère anisotrope de sa structure cristalline au sein de laquelle les ions peuvent se déplacer relativement les uns des autres et ainsi induire une polarisation macroscopique. La ferroélectricité est une sous classe de la piézoélectricité à laquelle appartient cette céramique, ce qui implique qu'elle peut afficher des propriétés de polarisation permanente.

La première démonstration de l'effet piézoélectrique direct est attribuée aux frères Curie en 1880 sur des cristaux naturels de quartz, tourmaline, topaze et sel de Rochelle [4]. 40 ans plus tard, en 1921, c'est au tour de l'effet ferroélectrique d'être découvert par Valashek sur le sel de Rochelle [5]. Pourtant aucune répercussion importante ne fit suite à ces travaux, longtemps considérés comme spécifiques au matériau et difficilement reproductibles de par la disparition de ces propriétés lors de faibles fluctuations stœchiométriques. Il faudra attendre une vingtaine d'années avec l'avènement des oxydes ferroélectriques de type pérovskite tel que le titanate de plomb ($PbTiO_3$) ou le titanate de baryum ($BaTiO_3$) pour voir apparaître les premières interprétations théoriques avec Kurchatov en 1933 [6] et phénoménologiques avec Ginzburg en 1945 [7]. Ces matériaux aux propriétés cristallographiques simplifiées rendent compte d'un potentiel important et ouvrent ainsi la voie aux céramiques industrielles (on parle également de céramiques techniques).

Parmi elles, les premières PZT furent synthétisées dès 1954 avec pour objectifs l'amélioration des propriétés capacitives et piézoélectriques comparativement aux matériaux déjà existants [8]. De nos jours, elles sont massivement présentes dans de nombreux domaines tels que l'électronique avec notamment les analyseurs de bruit, les filtres "SAW", les mémoires, les dalles tactiles ou les hauts parleurs. Elles sont exploitées pour la génération de micro-déplacements en mécanique ou de vibrations à hautes fréquences pour les échographies et "Ablatherm" en médecine. Nous citerons également leur utilisation dans le nettoyage ultrasonique, les alarmes, les capteurs de gaz et de pression... La défense et l'aérospatial restent enfin des milieux fortement demandeurs pour les accéléromètres, les gyroscopes, les sonars ou l'imagerie, bien que de nouveaux matériaux toujours plus

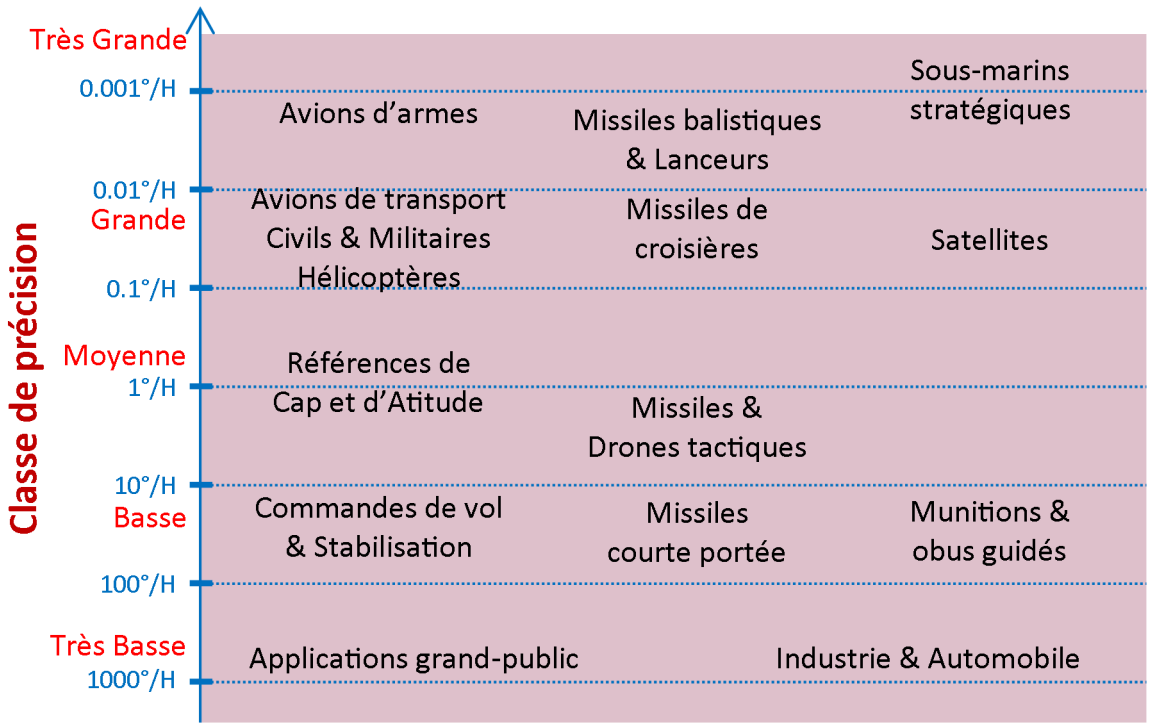


Figure 1 – Classes de précision et principales applications des senseurs gyroscopiques.

extraordinaires font leur apparition (PMN-PT, PZN-PT, PVDF...).

En particulier dans notre application pour les senseurs inertiels, la qualité des signaux émis et réceptionnés est fortement liée à la qualité de ces lames piézoélectriques en PZT.

Une des directions d'amélioration des performances du capteur a été de développer de nouveaux procédés d'usinage afin de limiter les dégradations dues à leur usinage. Historiquement, un wafer brut revêtu d'électrodes de Nickel-Phosphore (NiP) était découpé par scie mécanique alors que des études ont montré un effet traumatisant sur les lames finales avec l'apparition de fissurations détériorant les performances de fonctionnement sous vide. La découpe par impulsions femtosecondes a dès lors été envisagée. Cette technologie résulte de la rapide évolution des procédés lasers qui, depuis le succès expérimental de Mainman en 1960, ont su se diversifier et ainsi répondre à de nombreux domaines d'application [9].

Les lasers se basent sur l'amplification de la lumière par émission stimulée dans des milieux à gain qui peuvent être aussi bien solides (Nd :YAG à 1064 nm, Ytterbium :YAG à 1030 nm, Ti :Saphir à 780 nm, fibre dopée Erbium à 1540 nm...), liquides (lasers à colorant accordables) ou gazeux (Hélium-Néon à 632.8 nm ; Argon à 364, 488, 514 nm ; CO_2 à 10.6 µm, lasers à excimères ArF à 193 nm ou XeCl à 308 nm...). Les plages de longueur d'onde d'émission, les dimensions des systèmes ainsi que les puissances crêtes accessibles définissent leurs utilisations [10]. Par exemple, les lasers à semi-conducteur associent forte intégration et faibles énergies pour ainsi être exploités dans le transport de l'information (télécommunications, spectroscopie, multimédia CD/DVD/BD...) ou pour le pompage des lasers solides. On distingue également les applications à basse énergie, purement artistiques ou de pointage, tandis que les lasers de hautes intensités s'imposent

pour le micro-usinage de matériaux inorganiques et biologiques. Notons que ces derniers sont dans la plupart des cas des lasers pulsés dont le but est de générer d'autant plus d'ablation que l'énergie est concentrée dans des durées d'impulsions courtes [11].

C'est au cours des années 70 que les premières impulsions ultra-courtes font leur apparition grâce à l'approche par "Mode locking" [12,13]. Associées au "Chirping" les amplifiant davantage, des puissances crêtes instantanées de l'ordre du GW peuvent être atteintes, suffisantes pour générer des effets non linéaires toujours à l'étude comme l'effet Kerr, l'autofocalisation, la génération de seconde harmonique ou l'absorption multiphotonique...La médecine avec le *Lasik*, la biologie avec la microscopie à 2 photons et l'avènement de la femto-chimie, le nucléaire avec la fusion inertielle (*Laser Méga-Joule* en France et le *National Ignition Facility* aux États-Unis) ou encore l'environnemental avec le *Lidar Teramobile* font partie des récents développements des lasers ultra-brefs en plus de leur fort attrait dans les milieux de la recherche [14]. Dans le domaine du micro-usinage, il a été démontré que l'interaction ultra-brève engendrée par de telles durées et intensités crêtes autorise l'ablation de tout type de matériau avec des endommagements collatéraux minimisés en comparaison des lasers usuels [15].

Ce travail de thèse se centre sur l'optimisation de la découpe de matériaux piézoélectriques à destination de senseurs par laser femtoseconde. Le laser utilisé est un laser *Bright* de chez *Thalès* émettant des impulsions à une longueur d'onde centrale de 780 nm, cadencées à 5 kHz sur des durées moyennes de 150 fs.

Ce manuscrit s'articule autour de trois parties principales :

Dans la première partie, nous nous intéressons au secteur concurrentiel de la découpe en y recensant les différentes technologies accessibles, qu'elles soient de type abrasif, ultrasonique, chimique ou radiatif. Nous y situons ainsi le procédé laser grâce à un comparatif non exhaustif des caractéristiques de chacune. La génération d'impulsions femtosecondes est ensuite abordée avec les descriptions succinctes du "Q-switching", du "Mode-locking" et du "Chirping". L'interaction laser-matière est en outre fortement dépendante des caractéristiques spatio-temporelles des faisceaux. Les propriétés spatiales de leur propagation jusqu'au point d'impact après focalisation permet de se rendre compte de l'évolution de la forme du faisceau et des paramètres influents. D'un autre côté, les temps ultra-brefs de l'interaction impliquent des mécanismes d'échanges radiatifs spécifiques, en particulier dans les matériaux diélectriques comme le PZT où des effets non linéaires comme l'ionisation par avalanche et l'absorption multiphotonique prédominent. Des simulations simples d'absorption optique dans le PZT sont enfin proposées après avoir défini les propriétés cristallographiques de ce matériau.

Dans la deuxième partie, nous introduisons les objectifs propres à l'étude de la découpe de PZT par lasers à impulsions ultra-courtes ainsi que les principaux moyens mis à disposition pour son optimisation. En particulier, nous détaillons les méthodes de contrôle, qu'elles précèdent l'usinage comme l'analyse spatio-temporelle du faisceau, ou qu'elles lui succèdent. Parmi ces dernières, nous distinguons les caractérisations qualitatives telles que les observations microscopiques, des caractérisations quantitatives comme l'estimation des contraintes résiduelles, de la cristallinité ou de la composition chimique des flancs d'usinage. Un protocole de détection des ondes de pression se propageant après irradiation est également proposé comme procédé original rendant compte de l'effet de certains

paramètres lasers sur le matériau. Aussi, nous introduisons le lecteur à la paramétrisation de l'interaction laser-matière avec le seuil d'ablation, le taux d'ablation et le facteur d'incubation afin d'identifier quantitativement les propriétés de l'interaction. Des simulations d'usinage en sont déduites après avoir débattu des problèmes méthodologiques inhérents à leur définition.

La dernière partie traite de l'optimisation de l'usinage en soi étayée par les résultats des méthodes de caractérisation décrites dans le chapitre précédent. Les paramètres accessibles y sont testés tels que la puissance, le plan d'usinage, la polarisation, la focale ou la vitesse d'usinage et des plages optimisées de découpe sont proposées. Des perspectives de mise en forme de faisceau permettent enfin d'évoquer les possibilités d'accélération du procédé. Le *parallel-processing*, obtenu par modulation de phase ou par sélection de polarisation, démultiplie spatialement le faisceau afin de tirer profit d'une plus grande partie des capacités de puissance du laser. Dans le domaine temporel, le dédoublement de l'impulsion est également analysé dans cette optique mais aussi du fait de la possible amélioration de la vitesse d'usinage et de sa qualité en jouant sur les propriétés de l'interaction.

Nous concluons enfin sur les réussites et défauts liés à ces travaux puis recensons les perspectives entrevues, qu'elles soient d'ordre scientifique pour la recherche, ou technologique pour l'industriel.

CHAPITRE 1

Les lasers femtosecondes comme outils de découpe

Dès la fin du XXème siècle, le monde industriel a su mettre à disposition des produits toujours plus perfectionnés et polyvalents intégrés sur des dimensions sans cesse réduites, posant la question des limites expérimentales des micro-systèmes les composant. De cette tendance est née la micro/nano-science qui peut être définie comme l'ensemble des études de ces dispositifs à l'échelle micronique et sub-micronique. A titre d'exemple, les motifs des transistors constituant les processeurs de dernières générations (2012) atteignent désormais 22 nm [16] et peuvent être perturbés par des signaux aussi faibles que le rayonnement cosmique.

Cette évolution ne serait envisageable sans l'avancée parallèle des méthodes de fabrication et de caractérisation toujours plus résolues spatialement. En outre, deux procédés de fabrication se complètent : l'assemblage de pièces minimalistes et l'usinage de matériaux massifs dans lequel l'émergence d'une multitude de technologies a pu être constatée. Parmi elles, la famille des lasers et en particulier les systèmes picosecondes et femtosecondes ont été reconnus pour leur précision d'usinage et leur polyvalence. Nous verrons dans la suite de ce chapitre que la nature particulière de l'interaction laser matière dans ce dernier régime autorise l'usinage de tout type de matériau en limitant grandement les effets thermiques notoires. Certes les échelles microniques atteintes restent plus limitées qu'avec d'autres méthodes mais la flexibilité des paramètres en fait un procédé néanmoins compétitif sur certaines applications, ce pourquoi des versions industrielles matures sont désormais proposées. La découpe de céramiques piézoélectriques PZT destinées aux senseurs inertiels en constitue un exemple.

1.1 Le milieu concurrentiel de la découpe

Il existe une multitude de technologies d'usinage ayant chacune leurs avantages et inconvénients sur des critères aussi variés que le panel de matériaux usinables, leur degré de dégradation, les dimensions et la précision atteintes, la vitesse d'exécution, la complexité du mécanisme et surtout leur coût d'utilisation [18, 19]. Aucune ne répond à toutes ces sollicitations, c'est pourquoi il est nécessaire de bien sélectionner la méthode à employer

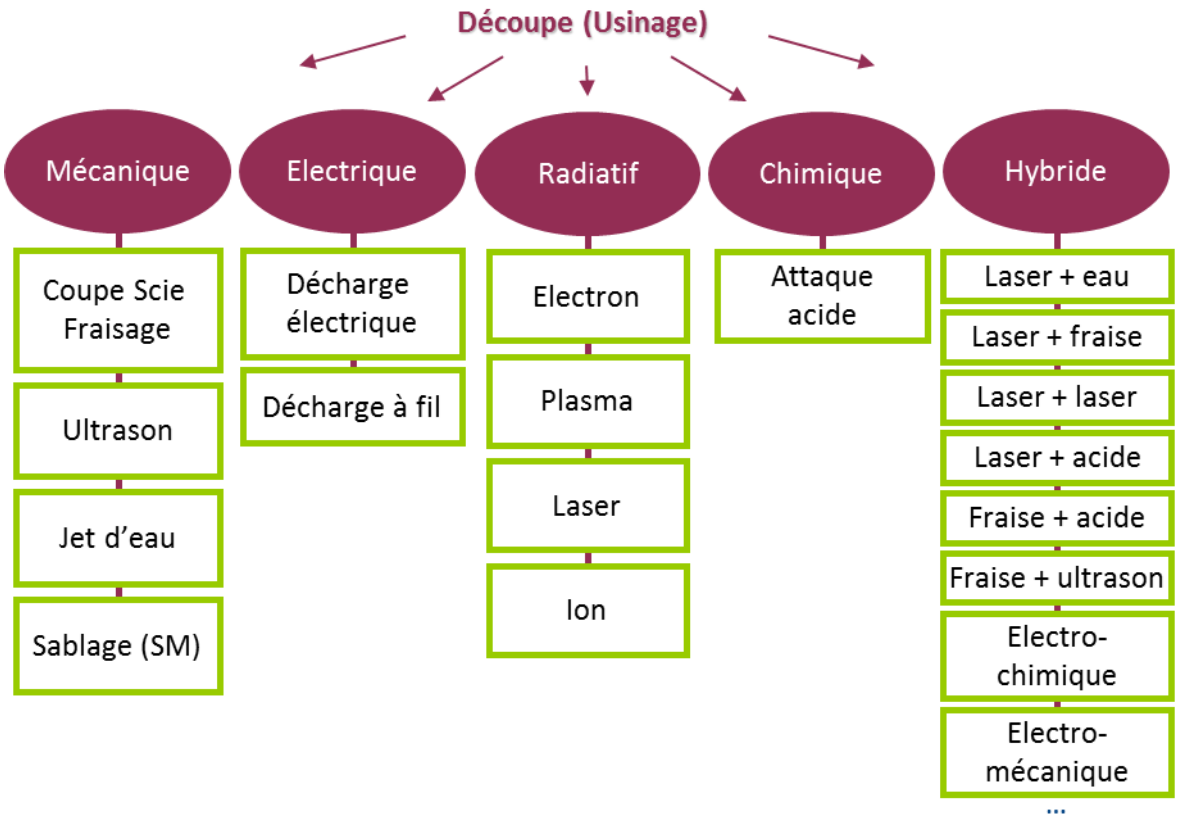


Figure 1.1 – Récapitulatif non exhaustif des principales techniques de découpe recensées dans la littérature. Classement selon la nature de leur interaction. Inspiré de [17].

en fonction du besoin. Dans cette partie, nous ferons un bref état de l'art des techniques avec une attention particulière pour le domaine des céramiques tout en nous efforçant d'identifier les forces et faiblesses de chacune. La démarche entreprise pour la comparaison distingue la nature des interactions entre l'outil et le matériau : mécanique (abrasive), chimique, électrique ou radiative avec enfin un bref aparté sur les technologies hybrides qui tentent de tirer profit de plusieurs techniques conventionnelles simultanément (Fig. 1.1). Leur évolution avec les années est au cœur du progrès technologique et croît aussi rapidement que les produits se perfectionnent. Aussi est-il nécessaire de garder à l'esprit que ce comparatif n'est en rien exhaustif mais se base sur une littérature existante et sujette à de constantes améliorations.

1.1.1 Micro-usinage par ablation mécanique

Les matières abrasives sont au cœur de ces techniques. Ce sont des particules très dures et très résistantes qui, au contact de l'échantillon, génèrent suffisamment de contraintes pour arracher la matière par rupture. On y retrouve notamment la découpe à la scie mécanique ("*saw dicing machining*"), le fraisage ("*grinding machining*"), l'usinage ultrasonique ("*ultrasonic machining*") et par jet d'eau ("*abrasive waterjet machining*") ou encore le micro sablage ("*sandblasting machining*"). Les matériaux principalement utilisés comme abrasifs sont le diamant et des céramiques de dureté très élevée comme le carbure de silicium SiC, le nitrure de silicium Si_3N_4 et l'alumine Al_2O_3. Deux méthodes ressortent : soit ces matières sont fixées sur un outil de forme adaptée (Scie et fraise), soit elles sont

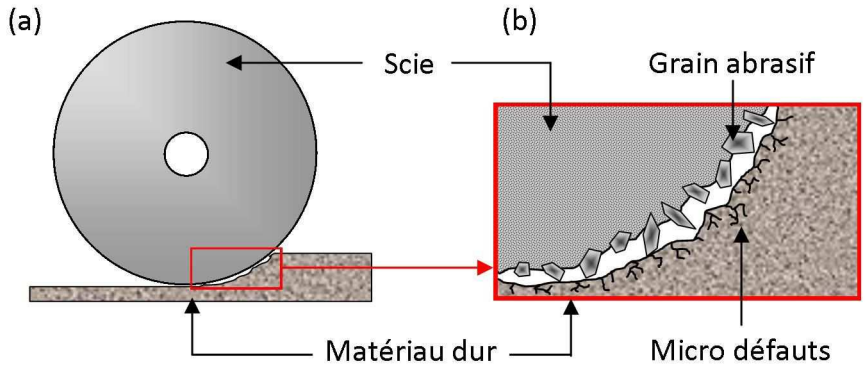


Figure 1.2 – Principe d'usinage par scie mécanique (SD). (a) Vue d'ensemble ; (b) Zoom sur la zone d'interaction entre l'abrasif et le matériau à usiner avec apparition de micro-défauts en régime non ductile. Inspiré de [20].

projetées par différents moyens comme les ultrasons, l'eau ou encore l'air comprimé.

Scies et fraises. La première famille présente l'intérêt principal de réaliser des motifs en lien direct avec la forme de l'outil (Fig. 1.2). Les scies les plus fines peuvent actuellement atteindre la dizaine de microns de largeur et permettent d'usiner dans une direction des rainures inférieures à la cinquantaine de µm avec une excellente précision [21, 22]. Les micro-fraises ont un diamètre plus large, autour de 100 µm au minimum mais peuvent épouser des trajectoires plus complexes [23].

Les inconvénients sont néanmoins nombreux : ce sont des technologies coûteuses du fait de l'usure de l'outil dont la taille et la précision joueront nécessairement sur le prix d'achat. De par leur principe, elles induisent des fissurations dans la profondeur du matériau, des déformations plastiques et d'importantes contraintes résiduelles [24, 25]. La plus grande quantité de ces micro fractures inter et/ou trans-granulaires à l'extrême surface de la région d'usinage est appelée pulvérisation et résulte de contraintes de compression et de cisaillement élevées. B. Zhang *et al.* soulignent qu'à ces micro fissures s'ajoutent des micro cavités qui peuvent apparaître jusqu'à 30 µm sous la zone usinée sur des céramiques polycristallines [26]. La friabilité du matériau et la taille des grains de l'abrasif sont mis en avant, sachant qu'un matériau sera d'autant moins endommagé que l'abrasif sera fin et la vitesse de rotation rapide [27]. Des simulations s'appuyant sur des mesures électriques de matériaux actifs estiment entre autre qu'une zone affectée thermiquement adjacente de 10 µm subsiste tandis que les propriétés piézoélectriques sont grandement affectée sur 5 µm.

Le concept d'abrasion en régime ductile, pour palier à ces endommagements, a dès lors suscité de nombreux efforts [26, 28]. Il suppose qu'une déformation plastique existe localement pour de faibles volumes ablatés en maintenant des conditions optimales et une densité stable de particules abrasives. La technologie actuellement la plus aboutie est la technologie ELID ("*Electrolytic In Process Dressing*") qui permet d'atteindre des rugosités de surface proches miroir par fraisage sur des matériaux même sensibles et friables comme le PZT [20].

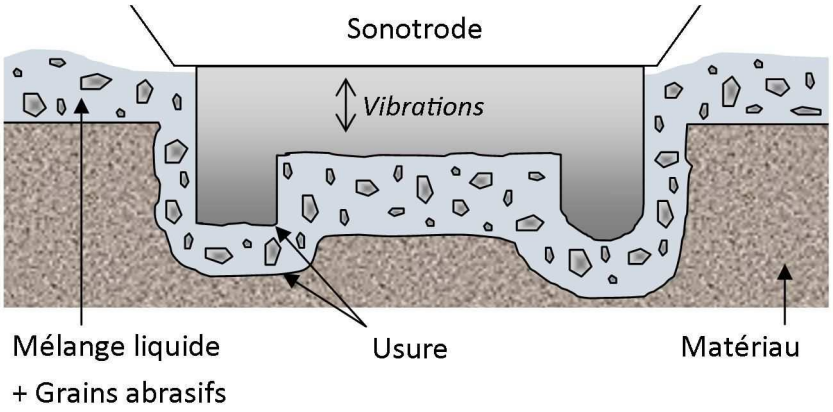


Figure 1.3 – Principe d'usinage par ultrason (USM). L'abrasif est propulsé sans contact sur le matériau par l'ultrason généré par l'outil sonotrode (ici de forme arbitraire). Inspiré de [29] et [30].

Ultrasons. Bien que basée sur la même méthode d'abrasion, la technologie ultrasonique est particulièrement bien adaptée pour les matériaux friables, durs et non conducteurs tels que les céramiques mais aussi les métaux [29]. Une énergie électrique à haute fréquence est convertie en vibrations mécaniques par transduction et focalisée par un outil appelé sonotrode (Fig. 1.3). Une onde longitudinale d'environ 20 kHz transmet son énergie à une matière abrasive en suspension dans un mélange d'eau ou d'huile qui est dès lors accélérée en direction de la cible [30]. Bien que l'ablation se produise par micro-écaillage (matériau dur, [31]) ou déformation plastique (matériau ductile), un minimum d'endommagement thermique et de contraintes semble en résulter. La chimie du matériau et les propriétés physiques n'en sont également que peu affectées. La forme d'usinage dépend directement de la forme de la sonotrode constituée de matériaux de haute dureté comme le carbure de tungstène.

L'inconvénient principal réside donc dans cet outil propre au besoin et nécessitant une maintenance importante du fait d'une usure rapide au contact de l'abrasif. Ce procédé est relativement long avec une vitesse d'ablation moyenne d'environ 50 mm^3/min [30]. La finition de la surface dépend principalement de la taille de l'abrasif et du matériau usiné. La largeur minimale moyenne d'un motif est d'environ 100 µm et sa profondeur peut excéder le mm bien que l'état de l'art évoque la possibilité d'usiner des trous de 5 µm de diamètre [32]. Boy *et al.* présentent des structures cylindriques dans le PZT de 280 µm de large sur 6 mm de long avec une conicité réduite grâce au contrôle de l'usure de la sonotrode [33]. Cette technologie offre d'intéressantes perspectives pour l'usinage de matériaux céramiques type PZT mais nécessite tout de même d'approfondir l'impact du procédé sur les propriétés physiques en bord de coupe.

Jet d'eau. Le jet d'eau exploite le principe d'érosion en projetant à haute vitesse sur la cible de la matière abrasive contenue dans un filet d'eau. Cette technique est équivalente à l'ultrason en matière de procédé d'ablation bien que moins précise et plus violente. Les derniers progrès permettent cependant d'atteindre théoriquement des largeurs de coupe concurrentielles d'environ 100 µm avec une précision de 10 µm. Tout comme l'ultrason, l'embouchure de l'outil est sujette à usure du fait de son contact avec les particules abra-

sives baignant dans l'eau sous pression. C'est une technologie moins coûteuse et rapide qui engendre tout de même des défauts typiques de l'abrasion comme la fracturation. A cela s'ajoute la saturation en profondeur pour de petits motifs, probablement due aux interactions entre la matière sortante et la matière entrante. La forme de l'usinage, la conicité, la rugosité peuvent être améliorées en fonction de la pression de l'eau, la vitesse de déplacement, la distance à l'échantillon, l'abrasif et les dimensions du jet [34,35]. Une étude comparative entre jet d'eau et scie mécanique montre que bien que le taux d'ablation fusse 20 fois plus important que celui de la scie, la finition y est d'un ordre de grandeur supérieure (3 µm par jet d'eau vs 0.3 µm par scie) [36]. Comparé au laser CO_2, le jet d'eau est également plus coûteux et plus grossier (200 µm de diamètre au laser contre 600 µm au jet d'eau) bien que les effets thermiques soient moindres et les profondeurs usinées plus importantes [37]. Une autre étude donne un point de vue différent sur des matériaux composites trop endommagés par laser [38]. Finalement, le jet d'eau abrasif a longtemps été exploité pour des usinages davantage macroscopiques que microscopiques. La qualité y reste grossière à ces échelles bien que d'importants progrès en termes dimensionnels soient à constater.

Micro-sablage. La technologie par micro-sablage est une technologie récente qui présente de bonnes perspectives dans le domaine de la micro-découpe et de la micro-texturation. Le principe tient dans la projection de particules de céramiques neutres à 200 m/s à partir d'un stylet. Ces particules se heurtent à un masque adapté au besoin et permettant d'usiner sélectivement les zones d'intérêt selon des trajectoires plus ou moins complexes. La taille minimale des usinages rivalisent avec l'ultrason avec 100 µm de largeur et une précision de 10 µm tandis que l'angularité des flancs ne peut être inférieure à 15°. Le procédé peut être parallélisé, ce qui induit une réduction importante des coûts de fabrication et est adaptable à de nombreux matériaux comme le verre, le silicium, la céramique, le métal, les plastiques durs et les matières composites.

Le principal défaut de ces techniques d'abrasion réside finalement dans la génération de contraintes locales dues aux chocs avec les abrasifs et provoquant fissurations et écaillages. Les matériaux polycristallins en céramique y sont d'autant plus sensibles qu'ils sont friables et cassants. Certaines d'entre elles comme l'ultrason sont tout de même proposées pour l'usinage efficace de matériaux fragiles, ce qui tend à prouver que de nombreuses études doivent encore être menées dans ce domaine.

1.1.2 L'électro-érosion

L'électro-erosion ("*electro discharge machining*") est une technique bien établie dans l'industrie depuis 1943 et permet d'usiner sans contact des matériaux très durs sous diverses formes [19,39]. Son inconvénient majeur réside dans l'usinage de matériaux conducteurs ayant des résistances maximales de l'ordre de 100 Ω.cm. Elle est donc peu recommandée pour le micro-usinage de céramiques diélectriques, bien que certaines études aient été menées dans ce sens [40, 41].

Son principe se base sur celui de la foudre : le matériau chargé est baigné dans un fluide diélectrique auquel on approche une électrode en opposition de charges à une dizaine de µm. La différence de potentiel associée à des intensités élevées (dizaines d'ampères) engendre la formation d'une multitudes d'étincelles des suites du claquage du fluide di-

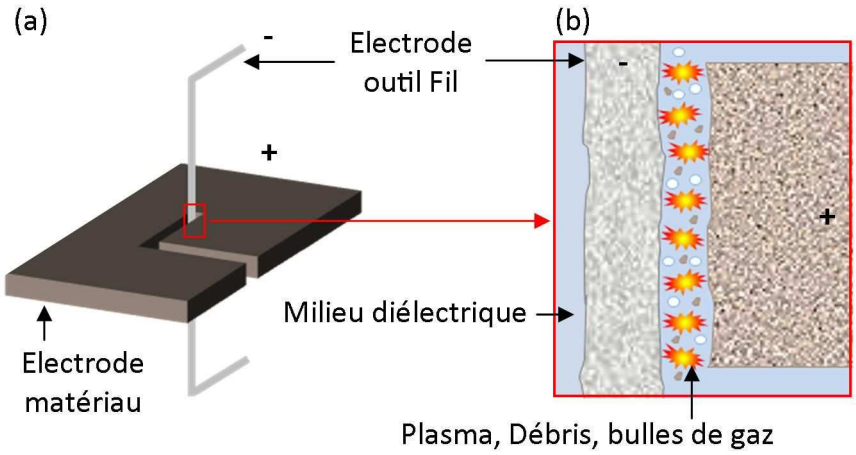


Figure 1.4 – Principe d'usinage par Electro-érosion à fil (WEDM). (a) Vue d'ensemble ; (b) Zoom sur la zone d'interaction avec ablation par décharges électriques.

électrique. Les particules libres, ions et électrons, sont alors accélérées à de très hautes vitesses et forment un chemin conducteur d'électricité entre les deux électrodes dont une est le matériau à usiner. Parmi les théories existantes, la multitude de collisions fait alors monter la température autour des 10000 °C fondant la matière environnante tandis qu'un plasma se forme ainsi que des bulles de vapeur (Fig. 1.4(b)). Dès lors que le courant pulsé sur la dizaine de kHz est coupé, la température et la pression chutent, le plasma s'effondre et les bulles de gaz implosent de sorte qu'une partie de la matière fondue soit éjectée dans le diélectrique. Selon certaines études, 60 % de la matière modifiée serait néanmoins resolidifiée dans la zone d'ablation. Le fluide est constamment renouvelé afin d'éliminer les résidus mais également afin de conserver les propriétés diélectriques stabilisant la précision d'usinage.

L'électro-érosion s'emploie dans une multitude de configurations : perçage, rectification, fraisage, découpe avec des vitesses d'ablation variant de 400 mm^3/min à 2 mm^3/min pour les applications les plus précises. L'électrode peut être de 2 types : massive, épousant la forme de l'usinage ou filaire, adaptée à la découpe (Fig 1.4(a), on parle de WEDM pour "*wire electro discharge machining*" [42]). Les électrodes à fil peuvent atteindre une dizaine de µm de diamètre au minimum, avec une moyenne standard de 150 µm. En conséquence, elles permettent des découpes relativement fines sur de fortes épaisseurs avec une très faible conicité et un ratio d'aspect (profondeur/diamètre) pouvant atteindre 100. De même, les perçages les plus fins peuvent atteindre jusqu'à 5 µm de diamètre [32]. Associée à des systèmes de translations-rotations, l'électro-érosion est capable d'usiner des objets aux géométries 3D complexes avec une rugosité de surface inférieure au µm [43].

Cette technologie présente certes du potentiel pour les matériaux conducteurs mais reste inexploitable pour les isolants. De plus, la zone affectée thermiquement au passage de l'électrode modifie clairement la structure du matériau qui devient amorphe. Des défauts d'usinage comme des cratères ou des fissurations induites par les étincelles peuvent modifier la rugosité de surface et la finition sur des échelles micrométriques [44]. Enfin, l'usure de l'outil est à prendre en considération et pose la question du coût à long terme.

1.1.3 L'attaque chimique ou "etching"

Cette méthode d'ablation repose sur la décomposition de matière par réaction chimique avec des acides, bases et autres composants. Le matériau, initialement trempé dans un bain de réactifs, est protégé par un masque à l'image de l'usinage (souvent imprimé par réactions photosensibles sur une résine), les zones non cachées étant préférentiellement attaquées. Elle est utilisée sur une grande variété de métaux avec des profondeurs ne dépassant pas quelques millimètres d'épaisseur. Une des applications les plus connues et des plus simples est la gravure de circuits intégrés pour l'électronique. Elle peut être exploitée par extension au cas de la découpe. Elle a comme principaux avantages une ablation relativement douce, l'absence de modification des propriétés mécaniques, l'absence de déformations et de contraintes intrinsèques au procédé ainsi qu'une rugosité de surface faible. Elle est cependant longue, le taux de dissolution par réaction chimique étant relativement faible, et nécessitant beaucoup de consommables à renouveler. Baude *et al.* montrent la possibilité d'attaquer le PZT avec une solution de HCl-HF avec des taux de dissolution d'environ 5 µm/min mais avec des finitions relativement grossières [45]. Une quinzaine d'année plus tard, Cai *et al.* exploitent les propriétés de nouveaux mélanges et parviennent à graver des motifs de 5 µm de large avec des taux allant de 10 à 600 nm/min en fonction des concentrations et de la température [46].

Bien qu'intéressante, l'attaque chimique reste anecdotique dans le cadre de la microdécoupe car complexe à mettre en place. Les réactifs à employer dépendent des matériaux à usiner dont la structure doit être bien connue et nécessite dès lors de perpétuelles optimisations de procédés afin de profiter d'un taux de dissolution suffisamment grand pour être industriellement exploitable.

1.1.4 Usinage par radiation

L'usinage par radiation peut tout d'abord être scindé en deux procédés principaux : direct et indirect. Nous retrouvons dans le premier cas les procédés lasers dont les densités d'énergies après focalisation seront capables d'éjecter la matière. Dans le second, la lumière est diffuse et permet simplement d'activer des réactions chimiques comme c'est le cas pour la photolithographie. L'industrie des semiconducteurs utilise cette technologie afin de designer des motifs électroniques très fins comme les transistors suite à la réaction entre des résines photosensibles et les rayonnements UV. Elle a été employée avec succès dans l'usinage de structures nanométriques de PZT, dont la composition sous forme de gel était sensible à l'UV [47].

L'usinage par radiation est un procédé qui s'affranchit de l'usure de l'outil, des forces de contact et des vibrations mécaniques. Elle résulte de l'interaction préférentiellement thermique entre des particules incidentes et la pièce à usiner et peut donc poser le problème de la modification du matériau à proximité de la zone ablatée sur des échelles micrométriques. Cependant, le développement important de ces technologies ainsi que la compréhension de l'interaction permettent désormais de mieux appréhender les mécanismes d'usinage et donc d'optimiser les procédés selon les besoins.

Radiation non laser

D'autres technologies plus récentes mais coûteuses et peu développées exploitent des particules différentes des photons et se centrent davantage sur l'échelle nano que micro. Il

s'agit des électrons que l'on retrouve dans les canons à électrons des microscopes électroniques et les ions utilisés dans les FIB ("*Focused Ion Beam*", faisceau d'ions focalisé) [18]. La lithographie par faisceau d'électrons repousse les limites de la diffraction de la lumière atteinte par photolithographie dans le domaine des semiconducteurs. Elle est généralement associée au procédé de microfabrication LIGA [48] utilisant initialement des rayons X synchrotron comme méthode d'irradiation lithographique et permettant d'atteindre des ratios d'aspect de 100, des angles très abrupts et une rugosité de surface de l'ordre de 10 nm pour des dimensions de dizaines de nanomètres. Les faisceaux d'ions sont utilisés principalement dans la préparation d'échantillon pour la microscopie. Il est tout de même nécessaire de les citer puisque cette méthode est destructive (due à l'implantation ionique agissant schématiquement comme un abrasif infinitésimal et de très haute énergie) et permet d'atteindre des dimensions extrêmement petites de l'ordre du nanomètre [18].

Radiation laser

La majorité des lasers commerciaux comme le laser ruby, l'hélium-néon, le CO_2, le Nd :Yag, l'ion-argon ou les excimers, sont apparus entre les années 1960 et 1980 et se sont vus attribués un panel d'applications extrêmement varié [49,50]. Deux grandes catégories d'utilisation se distinguent néanmoins : les applications nécessitant de hautes énergies visant à interagir avec un matériau et les applications basses énergies où la lumière émise est exploitée comme un moyen d'éclairement, de mesure ou de transport/lecture d'informations.

Longueur d'onde. Parmi les technologies à hautes énergies se trouve la catégorie des usinages où les lasers sont très compétitifs et polyvalents. Les possibilités d'usinage des matériaux ne reposent non plus sur leurs propriétés mécaniques mais sur leurs propriétés optiques et/ou thermiques. Dès lors, les céramiques, même isolantes et de hautes duretés peuvent être irradiées par des lasers adaptés [17]. En particulier, sur des échelles où la densité d'énergie ne permet pas la génération d'effets non linéaires (nous verrons plus tard que ce n'est pas le cas des lasers ultra-brefs), la longueur d'onde d'émission λ du laser doit pouvoir coïncider avec l'énergie nécessaire pour dépasser la bande interdite du matériau notée E_{gap} :

$$E_{laser} = h\nu = \frac{hc}{\lambda} \geq E_{gap} \ , \tag{1.1}$$

avec ν la fréquence de l'onde lumineuse (Hz), c la célérité de la lumière ($\approx 3 \times 10^8$ m/s) et h la constante de Planck (6.63×10^{-34} J.s). Un matériau semiconducteur comme le silicium de bande interdite 1.12 eV requiert une radiation de longueur d'onde maximale de 1100 nm pour que celle-ci soit absorbée. Le diamant, isolant de bande interdite 5.5 eV, n'est absorbant qu'à l'UV, en dessous de 226 nm, ce qui explique en partie sa transparence dans le domaine du visible (400-800 nm). Bien que particulièrement vrai pour les diélectriques et les semiconducteurs, les métaux eux ne souffrent pas de cette propriété sachant que cette bande interdite leur est par définition inexistante. Les photons sont absorbés par les électrons libres qui à leur tour transmettent leur énergie au réseau. L'énergie lumineuse est finalement transformée en agitation thermique qui conduira à l'ablation. Leur découpe peut donc être réalisée avec des lasers de faible énergie photonique comme les lasers à CO_2 très exploités dans le milieu industriel. Ils émettent sur 2 plages de longueurs d'onde : 9.4 µm et 10.6 µm, ce qui équivaut à 0.13 eV et 0.11 eV. Ce sont les lasers les plus puissants du marché pouvant atteindre une puissance moyenne d'une centaine de

kW dans l'infrarouge et sont particulièrement appréciés pour la coupe ou la soudure de tôles industrielles. Ils génèrent un fort échauffement dans la zone d'éclairement jusqu'à ce que le matériau rentre en fusion puis en ébullition, portant les dégâts collatéraux sur des dizaines de µm autour de la surface irradiée. Les lasers Nd :YAG émettent à des longueurs d'onde de 1064 nm (ainsi que plusieurs autres moins courantes) et sont également largement utilisés dans ces domaines mais offrent la possibilité supplémentaire d'être adaptés en longueur d'onde par doublage ou triplage fréquentiel [51].

L'usinage, à l'inverse d'être photothermique comme décrit précédemment, peut devenir photochimique lorsque les photons ont suffisamment d'énergie pour venir briser les liaisons des molécules [52] plutôt que de les exciter par chauffage. Les lasers excimers qui émettent dans l'UV constituent le principal moyen d'y parvenir [53, 54]. Les effets thermiques sont réduits au minimum ainsi que l'endommagement résiduel dans le matériau, pendant et après l'ablation. Une seconde option pour atteindre ces niveaux d'énergie se base sur des phénomènes non linéaires ou plusieurs photons viennent s'additionner pour autoriser le passage inter-bande. C'est l'absorption multiphotonique, permise à partir d'intensités crêtes extrêmement élevées de l'ordre du GW de certains lasers pulsés [55].

Durée d'impulsion. De manière générale, les lasers pulsés constituent la majeure partie des lasers conventionnels utilisés dans l'industrie. L'énergie est concentrée dans des impulsions plus ou moins longues, allant de la seconde à la femtoseconde (10^{-15} s). Cependant, la génération d'impulsion attoseconde (10^{-18} s) a déjà été démontrée en laboratoire.

La durée de l'impulsion laser a une forte influence sur la qualité d'usinage [56]. Un laser nanoseconde ne peut atteindre que de faibles intensités crêtes sur une longue durée à puissance moyenne et énergie constante. L'impulsion étant temporellement plus longue que les échanges thermiques dans le matériau, ceux-ci sont donc entretenus au cours de l'interaction et créent un endommagement local. De plus, le plasma résultant de l'ablation interagit avec le laser et crée un phénomène d'écrantage dégradant soit la qualité du faisceau incident, soit le taux d'usinage [15]. Les lasers à impulsions ultra-courtes dont le fonctionnement et les avantages seront détaillés dans la seconde partie de ce chapitre évitent ces problèmes : l'interaction avec la matière s'effectue avant le transfert de chaleur par les électrons tandis que l'expansion du plasma n'a pas débutée [57, 58]. Les hautes intensités générées et transmises en premier lieu aux électrons permettent de plus de chauffer très rapidement le matériau de sorte que la quantité de matière éjectée devienne très importante et limite le transfert de la chaleur dans le matériau. L'excellente qualité d'usinage obtenue par de tels lasers ultra-brefs devient alors équivalente à une ablation photochimique engendrée par les lasers UV de plus longues durées d'impulsions [59].

Cadence. La fréquence des impulsions est également un facteur affectant la qualité d'usinage : un régime kHz laissera un délai de l'ordre de la milliseconde au matériau pour se relaxer tandis qu'un régime MHz peut engendrer une accumulation de chaleur par palier [60].

Alors que nous venons d'entrevoir les effets principaux de la longueur d'onde, de la durée d'impulsion et de la cadence qui restent des paramètres intrinsèques au cristal laser et à la technologie employée, d'autres critères peuvent affecter la qualité et la précision d'usinage. La polarisation, la focalisation, la puissance, la vitesse de translation

du faisceau, la dynamique d'usinage, l'environnement en font entre autre partie et sont fortement relatés dans la littérature [54, 61–64].

Polarisation. A titre d'exemple, la polarisation du faisceau affecte l'absorption de la radiation lumineuse en fonction de l'angularité entre les flancs d'usinage et le faisceau incident [65–67]. Des travaux ont conduit à des structures de polarisation très spécifiques permettant de mettre en évidence son impact sur la conicité des flancs et l'efficacité de découpe. Aussi, elle est à priori responsable de la formation de nanostructurations de surface appelées ripples dont l'origine fait toujours débat [68].

Focalisation et densité d'énergie. La focalisation, qui permet de réduire la taille du faisceau sur l'échantillon et d'augmenter la densité d'énergie, engendre des structures d'une finesse de l'ordre de la limite théorique de diffraction donnée par le rayon de la tache d'Airy : $r_{Airy} = 1.22\lambda f/2D$ où D est le diamètre du faisceau à l'entrée de la lentille de distance focale f. Plusieurs degrés d'endommagement résultent de la densité d'énergie appliquée sur le matériau : seuil de modification (oxydation, amorphisation, changement d'indice optique), seuil de marquage, de fonte, d'ablation [69]... La limite théorique de la dimension d'usinage peut être dépassée en jouant sur ces seuils de sorte que seule la partie la plus énergétique du faisceau interagisse avec le matériau. Des structures de centaines de nanomètres de diamètre ont déjà été démontrées.

Dans les milieux scientifiques et industriels, un point d'honneur est porté sur les moyens de quantifier l'interaction et d'estimer les vitesses d'usinage. Il y est décrit entre autre que : l'usinage est d'autant plus rapide que la densité d'énergie est grande jusqu'à saturation ; l'environnement sous vide accélère l'usinage qui n'est plus gêné par l'absorption et l'écrantage du plasma chaotique d'ionisation de l'air ; l'accumulation d'impulsions en un point réduit les seuils d'endommagement... Remarquons aussi que l'utilisation de focales plus courtes génère des saturations en profondeur plus rapides par effet de diffraction au cours de l'usinage [70].

Procédé. La qualité et la vitesse d'usinage sont également fortement dépendantes du procédé utilisé. Dans le cas de l'usinage de cavités, on pourra par exemple utiliser la percussion où le faisceau sera fixe ou la trépanation où le faisceau se déplacera sur le pourtour de la cavité [60]. Ce dernier engendre des cavités plus uniformes sur la profondeur par rabotage des bords et s'applique à d'autres formes comme pour le rainurage.

Le ratio d'aspect, généralement faible avec un faisceau classique à cause de la saturation de forme gaussienne de l'usinage est actuellement étudié grâce à la mise en forme de faisceau. Les faisceaux de Bessel atteignent actuellement dans le verre des ratios proches de 100 en une impulsion. La vitesse d'usinage y est alors de 30 µm par impulsion sur un diamètre de moins de 500 nm [71, 72]. D'autres techniques de mise en forme de faisceaux sont exploitées pour augmenter ces performances. Cela peut aller de la simple image d'un masque [60, 73] à l'utilisation de technologies plus ambitieuses comme les SLM (Spatial light modulator) où l'amplitude et/ou la phase de l'onde lumineuse sont modulées par réflexion ou transmission dans des matrices de cristaux biréfringents. Des faisceaux carrés, triangulaires, en forme de donut, voire même la parallélisation de procédé sont dès lors accessibles grâce à cette technologie [74, 75].

Dans le domaine laser, la vitesse d'usinage, le ratio d'aspect et la qualité peuvent être très variables en fonction de tous ces paramètres et il est difficile de tirer des tendances

générales connaissant la nature dépendante de l'interaction avec le matériau. Chaque pièce à usiner présente son seuil propre à une longueur d'onde et une durée d'impulsion données. La profondeur d'usinage peut aller de la dizaine de nanomètre pour les applications les plus fines et de basse énergie et atteindre plusieurs µm/impulsion pour le micro-usinage. Elle peut néanmoins être encore plus importante sur des lasers à CO_2 qui rivalisent de vitesse mais au détriment d'effets thermiques et mécaniques collatéraux inadaptés à l'échelle du micromètre.

Les lasers constituent finalement la technologie d'usinage la plus polyvalente mais nécessitent une optimisation fine des conditions d'irradiation. Il existe une multitude de lasers dont l'interaction avec les matériaux diffère tandis que chacun d'entre eux possède une grande quantité de paramètres internes à optimiser [76]. Néanmoins, ils peuvent usiner n'importe quel type de matériau, sans contact, et sur des critères de qualités et d'efficacité extrêmement variables. La connaissance des propriétés de ces faisceaux mais aussi des matériaux contribue à la compréhension des mécanismes d'absorption et au développement de ces technologies au fort potentiel d'adaptation.

1.1.5 Méthodes hybrides

Parmi les technologies évoquées précédemment, il arrive que certaines soient associées afin de pallier leurs défauts respectifs. Évoquons quelques-unes de ces combinaisons de manière non exhaustive.

Tout d'abord, l'érosion électro-chimique ("*electro chemical discharge machining*") est présentée comme un moyen d'usiner des matériaux de haute dureté et non conducteurs comme les céramiques [19, 40, 77]. Le matériau est baigné dans un électrolyte et la formation locale d'étincelles aux abords de la zone à usiner avec l'électrode outils provoque l'ablation de la matière. Cette technique reste cependant peu efficace, la majorité de l'énergie étant employée pour la génération de ces étincelles qui ne transmettent pas l'intégralité de leur énergie à l'ablation. L'électro-érosion peut également être associée à un usinage mécanique où l'action conjointe de l'abrasif et des décharges permettent d'attaquer la matière même non conductrice [78]. Yan *et al.* exploitèrent l'électro-érosion pour la fabrication d'un outil utilisé ensuite pour l'usinage de trous à l'ultrason dans une seule et même procédure [79]. L'ultrason peut assister les procédés abrasifs, comme résumés pour le rodage ou pour la découpe à la scie [80, 81]. Le faible taux d'ablation de l'ultrason est amélioré de 40 à 200% par Choi *et al.* qui fragilisèrent le matériau par attaque d'un acide fluorhydrique avant abrasion [82]. Un laser adapté peut également venir remplacer le solvant. La technologie C3M utilise une attaque chimique afin de modifier en surface les propriétés du matériau après quoi un outil mécanique vient raboter de manière ductile la matière [83]. Elle évite les remontées de matière en bord d'usinage, limite la fracturation et rend les flancs plus abrupts. L'usinage laser peut être associé à des liquides réactifs ou non afin de limiter les zones affectées thermiquement et évacuer la matière ablatée [84, 85]. Bellouard *et al.* réalisèrent des usinages sur SiO_2 aux forts ratios d'aspect après que celui-ci fut irradié par un laser ultra-bref suivi d'une attaque à l'acide fluorhydrique [86]. Hibi *et al.* démontrèrent la possibilité de faire du poli miroir sur des céramiques dures et friables comme le SiC par interaction entre de l'eau déionisée et un laser à excimères [87]. L'eau est aussi exploitée en tant que guide d'onde à basse pression pour améliorer la conicité des usinages laser en maintenant une trajectoire rectiligne dans le matériau sans générer de contraintes mécaniques [88]. Des essais ont enfin été faits par association de l'ablation laser avec la vibration ultrasonique du matériau [89]. Il semble en outre que les dépôts

	Femto	Laser	Scie	Ultrason	Jet d'eau	Acide	Décharge
	Thermique		Mécanique / abrasif			Chimique	Electrique
Coût	-	+-	+	+	+	--	+-
Usure	++	++	-	-	+	++	--
Qualité	++	+-	-	++	-	+	-
Adaptabilité	++	+	+-	+	++	+-	-
Vitesse	-	+-	++	+	+	--	+
Précision	++	+	-	++	-	+	+-
Dommages	+-	-	-	+-	-	+	--

Avantage Inconvénient

Figure 1.5 – Comparatif des techniques principales d'après les critères de coûts d'achat et d'entretien, d'usure de l'outil, de qualité des réalisations, d'adaptabilité en matière de matériaux et de formes d'usinage, de vitesse, de précision et d'endommagements à l'échelle microscopique. Le laser femtoseconde et l'ultrason se distinguent en particulier pour l'usinage de matériaux durs et fragiles comme les céramiques.

de matière soient moins importants lors de la vibration de l'échantillon et que le taux d'usinage soit amélioré de 15%.

En conclusion de cette revue, la Fig. 1.5 offre une vue qualitative des avantages et inconvénients des techniques conventionnelles vis à vis du micro-usinage de matériaux diélectriques. Alors que les lasers femtosecondes et l'ultrason ressortent positivement, l'électro-érosion et la scie mécanique cumulent les inconvénients.

1.2 Physique des lasers ultra-brefs et interaction avec la matière

Les impulsions ultra-courtes sont issues de la manipulation des propriétés des systèmes lasers déjà existants. Alors que nous ne reviendrons pas sur leurs principes initiaux d'émission (voir Annexe A), nous insisterons cependant sur la théorie et les moyens spécifiques à la génération de faisceaux impulsionnels, en particulier à très courtes durées et à très hautes puissances instantanées. Les caractéristiques de propagation jusqu'au matériau à usiner y seront ensuite détaillées pour enfin terminer sur les mécanismes d'interaction avec la matière.

1.2.1 Principes de génération d'impulsions femtosecondes

A partir d'un laser traditionnel, trois étapes sont nécessaires à l'obtention d'un faisceau femtoseconde : le "Q-switching", le "Mode-locking" et le "Chirping". Alors que le premier est responsable du cadencement et indépendant des origines du faisceau, nous

verrons que le "Mode-locking" et le "Chirping" tirent partie de la largeur spectrale d'émission permise par le milieu amplificateur. En outre, une impulsion sera d'autant plus brève et intense que la radiation sera polychromatique.

A l'allumage d'un laser, le pompage par une source externe initie l'excitation d'un milieu amplificateur à l'origine de l'effet d'émission stimulée. Associée à une inversion de population et à une cavité résonante, la radiation laser se stabilise en un état d'équilibre dépendant des propriétés du système (flux d'excitation, vitesse de décroissance du niveau excité, dimensions de la cavité). Dans la plupart des lasers solides cependant, l'intensité de saturation ne coïncide pas avec la densité maximale de population du niveau excité N_u accessible. En d'autres termes, le milieu amplificateur pourrait émettre un faisceau encore plus intense. La densité de photons peut donc être théoriquement améliorée en entretenant l'amplification avec minimisation des pertes puis en expulsant cette forte densité sous forme d'impulsion très énergétique.

Q-switching. Le "Q-switching" est représentatif de ce principe où Q est le rapport entre l'énergie stockée et l'énergie dissipée. Le système oscille alors entre un fort puis un faible facteur Q en ouvrant et fermant la cavité (lorsque la cavité est fermée, l'énergie stockée augmente tandis que l'énergie dissipée est presque nulle et inversement). Ce principe permet d'atteindre des impulsions au mieux de l'ordre de la nanoseconde [11] selon diverses méthodes dites passives ou actives. Les absorbants saturables sont des moyens passifs, c'est à dire qu'ils engendrent le "Q-switching" sans intervention mécanique ou électrique mais seulement par évolution de leurs propriétés devant l'intensité du faisceau. La transmission de ces matériaux augmente dès lors que l'intensité dépasse un certain seuil. Il existe à l'inverse une multitude de technologies actives de "Q-switching". Nous distinguons les miroirs rotatifs dont la vitesse de rotation est liée au taux de décroissance du niveau excité ou les systèmes jouant sur la polarisation du faisceau. Parmi ces derniers, les shutters électro-optiques et les cellules de Pockels sont capables de faire tourner la polarisation à chaque traversée dans la cellule. Associé à des cristaux aux extrémités usinées avec des angles de Brewster (transmission si polarisation dans le plan d'incidence, sinon réflexion), le changement de polarisation permet ou non d'évacuer la lumière et donc de passer d'un fort facteur Q à un faible facteur Q.

Mode-locking. Pour atteindre des durée d'impulsions encore plus faibles, le "Mode-locking" exploite la mise en phase des modes longitudinaux de la cavité laser. En effet, ses dimensions n'autorisent l'entretien que de certaines longueurs d'onde vérifiant la relation (A.18) donnée en annexe. De plus, un laser n'est jamais purement monochromatique mais émet sur une plage de longueur d'onde $\Delta\lambda$ dépendante des propriétés du cristal amplificateur. Nous supposons donc qu'il existe N modes de fréquence ν_n qui oscillent librement dans la cavité, ce nombre étant limité par la largeur spectrale $\Delta\lambda$. Chaque mode peut être représenté par un champ électrique sinusoïdal $E(t)$ de fréquence variable :

$$E(t) = E_0 \sum_{n=0}^{N-1} e^{i(2\pi\nu_n t + \phi_n)} \ , \tag{1.2}$$

avec ϕ_n déphasage de l'onde n, $\nu_{n+1} - \nu_n = c/2nd$ d'après l'éq. (A.18) et $\phi_{n+1} - \phi_n$ aléatoire.

En fixant $\phi_n = \phi_0$, des interférences constructives apparaissent en certains points de la cavité à l'image de la Fig. 1.6 [12, 13]. L'intensité, liée au carré du module du champ électrique $I(t) = |E(t)|^2$, vaut alors NE_0^2 dans le cas où le déphasage est aléatoire alors qu'elle sera modulée dans le second cas selon l'équation :

$$I(t) = E_0^2 \frac{\sin^2(N\Delta\omega t/2)}{\sin^2(\Delta\omega t/2)} \ , \tag{1.3}$$

avec $\Delta\omega = 2\pi(\nu_{n+1} - \nu_n)$, l'écart entre deux pulsations successives (Hz). Nous en déduisons alors que les maxima apparaissent pour $\Delta\omega t/2 = k\pi$, soit avec une période de $T = 2nd/c$.

Surtout, la largeur temporelle de ces pics d'intensités vaut $\Delta t = 2\pi/\Delta\omega N$, ce qui est équivalent à l'inverse de la bande spectrale du milieu amplificateur. Une impulsion mode-lockée est donc d'autant plus courte que la plage d'émission du cristal est grande, ce pourquoi les lasers Ti :Saphir sont particulièrement adaptés puisqu'ils émettent sur une plage importante de longueurs d'onde d'environ 200 nm. La durée minimale théorique de ces impulsions ultra-courtes approche alors la femtoseconde.

Expérimentalement, la mise en phase des modes longitudinaux est réalisée de façon équivalente au "Q-switching" avec l'utilisation d'un obturateur actif ou passif à l'intérieur de la cavité.

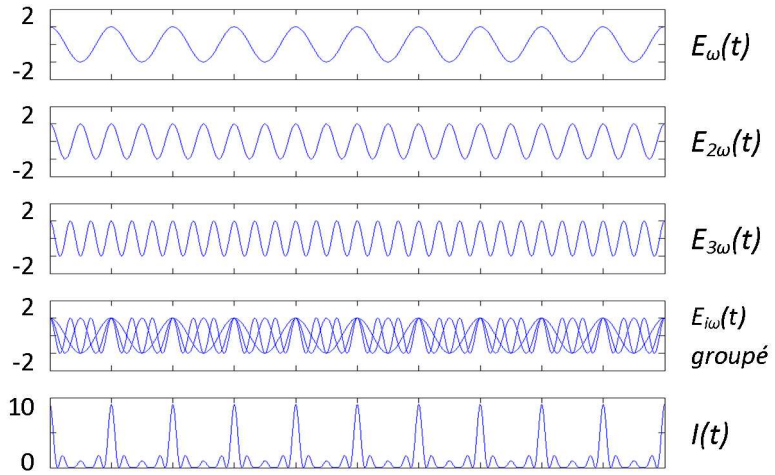


Figure 1.6 – Principe du Mode Locking. De haut en bas : 3 modes longitudinaux de pulsation ω à 3ω, les trois modes regroupés et intensité totale $I(t) = |E(t)|^2$. Les modes sont en phase à chaque marque d'abscisse, l'intensité y est maximale en ces points.

Chirping. Après "Mode-locking", l'énergie contenue dans une impulsion ultra-courte devient insuffisante pour permettre un usinage efficace de la matière après focalisation. Or son amplification pose également problème du fait de sa durée excessivement courte. En effet, les puissances crêtes instantanées deviennent très importantes de sorte que le faisceau risque d'endommager un éventuel cristal amplificateur.

Pour amplifier néanmoins ces impulsions, Strickland et Mourou développèrent en 1985 une technique d'amplification appelée "Chirping" et qui exploite à nouveau la propriété de polychromatisme des impulsions ultra-brèves [90]. L'impulsion est étirée temporellement

grâce à une paire de réseaux arrangée de sorte à ce que les basses fréquences soient en avance devant les hautes fréquences. L'allongement résultant est estimée entre 10^3 et 10^5 par rapport à l'impulsion originale. L'énergie étant conservée, la puissance crête devient largement réduite afin d'éviter les problèmes d'endommagement. Une amplification supplémentaire d'un facteur 10^6 ou plus à la traversée de milieux actifs complémentaires peut désormais être réalisée suivie enfin d'une recombinaison des fréquences par un système de réseaux semblable à l'étirement.

La forme temporelle finale de l'impulsion étant assimilable à une gaussienne, elle s'exprime en matière de puissance par :

$$P(t) = P_{max} e^{-4ln(2)\frac{t^2}{\tau_{FWHM}^2}} , \tag{1.4}$$

avec τ_{FWHM} pour "*Full Width Half Maximum*", largeur temporelle à mi-hauteur. Or la mesure de puissance donnée par un puissance-mètre est constante car moyennée sur une grande quantité d'impulsions. Nous pouvons donc en conclure que l'énergie contenue dans une impulsion, soit l'intégrale de l'éq. (1.4), est égale à l'énergie issue du produit entre la puissance moyenne P_{moy} et l'écart temporel T' entre 2 impulsions ($T' \gg FWHM$) :

$$\begin{aligned} \int_{-T'/2}^{T'/2} P_{max} e^{-4ln(2)\frac{t^2}{\tau_{FWHM}^2}} dt &\approx \int_{-\infty}^{\infty} P_{max} e^{-4ln(2)\frac{t^2}{\tau_{FWHM}^2}} dt & (1.5) \\ &= P_{max} \frac{\tau_{FWHM}}{2} \sqrt{\frac{\pi}{ln(2)}} & (1.6) \\ &= P_{moy} T' . & (1.7) \end{aligned}$$

Nous pouvons dès lors en conclure que :

$$P_{max} \tau_{FWHM} \approx 0.94 P_{moy} T' \approx P_{moy} T' . \tag{1.8}$$

Finalement, les impulsions ultra-courtes amplifiées en sortie d'un laser commercial atteignent en moyenne des durées allant d'une dizaine à plusieurs centaines de femtosecondes, des énergies E_p de l'ordre du dixième de mJ pour des puissances moyennes de l'ordre du W, à des cadences $\Delta\nu = 1/T'$ oscillant autour du kHz. Pour un faisceau de diamètre $D = 1$ cm émettant des impulsions de 100 fs cadencées à 1 kHz et de puissance moyenne 1 W, les puissances et intensités crêtes instantanées P_{max} et $I_{\text{crête}}$ atteignent alors respectivement 10 GW et 13 GW/cm^2, rendant aisément accessibles de nombreux effets non-linéaires exploités dans les milieux scientifiques et industriels.

1.2.2 Propriétés spatiales des faisceaux lasers et propagation

Équations de propagation

En 1864, Maxwell définit pour la première fois la lumière comme une onde électromagnétique [91] dont les propagations des champs électriques $\vec{E}$ et magnétiques $\vec{B}$ sont régis par 4 lois bien connues : Maxwell-Gauss, Maxwell-Thomson, Maxwell-Faraday et Maxwell-Ampère. La manipulation de ces équations locales dans le vide permet de déduire

l'équation de propagation de Helmholtz dans laquelle interviennent les composantes spatiales et temporelles de chacun des champs. En particulier dans le système de coordonnées cartésiennes (x, y, z) et temporelle t, le vecteur $\vec{E}$ s'exprime selon :

$$\vec{\Delta}\vec{E}(x, y, z, t) - \mu_0\epsilon_0 \frac{\partial^2 \vec{E}(r, \theta, z, t)}{\partial^2 t} = \vec{0} \,, \tag{1.9}$$

où $\mu_0\epsilon_0 = \dfrac{1}{c^2}$ et $\vec{\Delta}$ désigne un Laplacien vectoriel.

L'équation de Helmholtz admet en outre pour solution l'onde sphérique divergente de la forme :

$$E(x, y, z, t) = \frac{E_0}{r} e^{-ikr} e^{i\omega t} \,, \tag{1.10}$$

$$\text{avec} \;\; r = \sqrt{x^2 + y^2 + z^2} \;\; ; \;\; \omega = 2\pi\nu = \frac{2\pi c}{\lambda} \;\; \text{et} \;\; k = \frac{2\pi}{\lambda} = \frac{\omega}{c} \,. \tag{1.11}$$

r symbolise la distance au point d'observation et ω la pulsation de l'onde lumineuse, reliée à sa fréquence ν. k est appelé vecteur d'onde et est inversement proportionnel à la longueur d'onde à 2π près.

Nous nous plaçons dans le cas où la propagation s'effectue sur une direction z, x et y décrivant le plan transverse à cette direction. Dans le cadre de l'approximation paraxiale, l'observation s'effectue à proximité de l'axe optique, ce qui implique que les coordonnées x et y restent très petites devant z. Un développement limité au voisinage de zéro nous permet finalement de réécrire r par :

$$r = z\sqrt{1 + \frac{x^2 + y^2}{z^2}} \approx_0 z + \frac{x^2 + y^2}{2z} \,. \tag{1.12}$$

Le champ électrique de l'éq. (1.10) s'exprime alors par :

$$E_{\text{paraxial}}(x, y, z, t) = \frac{E_0}{z} e^{-ikz} e^{-ik\dfrac{x^2 + y^2}{2z}} e^{i\omega t} \,. \tag{1.13}$$

Approximation gaussienne et notion de fluence

Les faisceaux lasers peuvent généralement être modélisés par des faisceaux gaussiens, solutions approchées de l'équation de Helmholtz dans le cadre de l'approximation paraxiale [92]. Ils ont pour origine l'utilisation des cavités résonantes utilisées pour l'amplification et n'autorisant que certains modes de propagations. En outre, nous avons vu précédemment qu'il existait des modes longitudinaux dans une telle cavité. La réalité est légèrement plus complexe puisqu'un autre type de mode existe, dit transverse et noté TEM_{ij}. Pour $i = j = 0$, la répartition d'éclairement est une gaussienne de révolution, mode naturel le plus commun aux émissions lasers. Le champ électrique du TEM_{00} suit alors la solution (1.13) avec en coordonnées cylindriques (r, θ, z) où r vaut désormais

$\sqrt{x^2+y^2}$) une partie spatiale égale à :

$$\begin{aligned} E(r,\theta,z) &= E(r,z) && (1.14)\\ &= E_z e^{i\zeta(z)} e^{-ik\frac{r^2}{2q(z)}} e^{-ikz} && (1.15)\\ &= E_0 \frac{\omega_0}{\omega(z)} e^{i\zeta(z)} e^{-ik\frac{r^2}{2R(z)}} e^{-\frac{r^2}{n\omega^2(z)}} e^{-ikz} , && (1.16)\\ \text{où } \frac{1}{q(z)} &= \frac{1}{R(z)} - \frac{\lambda}{n\pi\omega^2(z)} i = \frac{1}{q_0+z} . && (1.17) \end{aligned}$$

Décrivons les différents termes de l'éq. (1.16) :

- E_0 est l'amplitude du champs électrique en $z = r = 0$.
- $\frac{\omega_0}{\omega(z)}$ est un terme de normalisation, l'amplitude du champ électrique variant indirectement avec la propagation z à partir de ω qui n'est ici pas la pulsation lumineuse mais le rayon de la gaussienne spatiale en e^{-2}.
- $e^{i\zeta(z)}$ est un terme de déphasage absolu dit de "Gouy".
- $e^{-ik\frac{r^2}{2R(z)}}$ est représentatif de la phase spatiale de l'onde dont R(z) est le rayon de courbure réel.
- $e^{-\frac{r^2}{n\omega^2(z)}}$ traduit la forme gaussienne du champ dans le plan transverse à la direction de propagation z et de rayon $\omega(z)$.
- Enfin, e^{-ikz} est le terme définissant la direction de propagation en z.

$q(z)$ donné à l'éq. (1.17) est appelé rayon de courbure complexe. En $z = 0$, le rayon transverse ω_0 de la gaussienne est minimal, on parle alors de *waist*, et le rayon de courbure de la phase spatiale vaut $R_0 = \infty$. Nous en déduisons la valeur de $q(0)$ puis en associant les parties réelles et imaginaires de cette même équation, l'évolution de $\omega(z)$ et $R(z)$:

$$\begin{aligned} \omega(z) &= \omega_0\sqrt{1+\frac{z^2}{z_R^2}} , && (1.18)\\ R(z) &= z + \frac{z_R^2}{z} . && (1.19) \end{aligned}$$

$z_R = \frac{n\pi\omega_0^2}{\lambda}$ est la distance de Rayleigh pour laquelle $\omega(z_R) = \sqrt{2}\omega_0$. La surface du faisceau est alors doublée par rapport à sa valeur en $z = 0$. L'indice de réfraction n est fixé à 1 pour simplifier l'étude. Nous remarquons que pour $z \ll z_R$, le rayon de courbure tend vers l'infini et s'approche d'une onde plane progressive. A l'opposé, lorsque $z \gg z_R$, $\omega(z)$ croît, le rayon de courbure tend vers z et la phase s'assimile à celle d'une onde sphérique.

La divergence θ loin du waist ω_0 définit l'ouverture angulaire du faisceau :

$$\theta = \lim_{z\to+\infty} \frac{2\omega(z)}{z} = \frac{2\lambda}{\pi\omega_0} . \qquad (1.20)$$

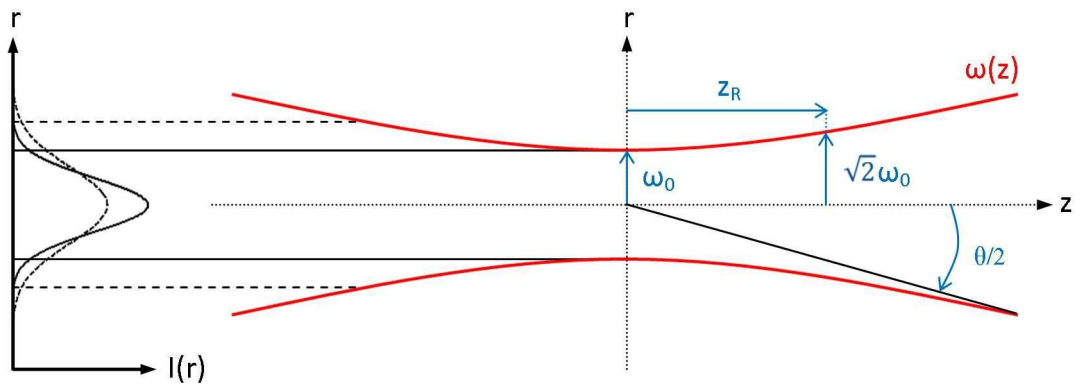


Figure 1.7 – A droite : évolution du rayon d'un faisceau gaussien $\omega(z)$ avec la distance z. A gauche : variations de la distribution gaussienne en intensité en $z = 0$ et z arbitraire.

L'intensité (W/cm^2) d'une telle onde est enfin reliée au carré du module du champ électrique, d'où :

$$I(r,z) = I_0 \left(\frac{\omega_0}{\omega(z)}\right)^2 e^{-2\frac{r^2}{\omega^2(z)}} \ . \tag{1.21}$$

Les caractéristiques de propagation d'un faisceau gaussien parfait sont résumées Fig. 1.7.

Nous définissons la fluence F comme la densité d'énergie par unité de surface, exprimée en J/cm^2 :

$$F(r,z) = F_{\text{crête}}(z) e^{-2\frac{r^2}{\omega^2(z)}} \ . \tag{1.22}$$

La fluence moyenne F_{moy} en un plan transverse à z fixé est calculée à partir de la puissance moyenne P_{moy}, la cadence laser $\Delta\nu$, et la taille du faisceau $\omega(z)$ de sorte que :

$$F_{moy}(z) = \frac{E_p}{\Delta\nu\pi\omega^2(z)} = \frac{P_{moy}}{\Delta\nu\pi\omega^2(z)} \ . \tag{1.23}$$

L'énergie contenue dans ce plan est aisément déductible en coordonnées cylindriques par un changement de variable judicieux du type $u = r^2$:

$$E_p = \int_0^{+\infty} F(r,z).2\pi r\, dr = F_{\text{crête}}(z)\frac{\pi\omega^2(z)}{2} \ . \tag{1.24}$$

Nous obtenons finalement la relation liant la fluence moyenne F_{moy} à la fluence crête $F_{\text{crête}}$:

$$F_{\text{crête}}(z) = \frac{2E_p}{\pi\omega^2(z)} = 2F_{moy}(z) \ . \tag{1.25}$$

La propagation des faisceaux gaussiens TEM_{00} selon les équations vues ci-dessus constitue le cas idéal en limite de diffraction. La grande majorité des lasers présentent cependant d'autres modes d'ordre supérieur qui ne se propagent pas de manière gaussienne. Un paramètre, noté M^2, rend néanmoins compte de l'écart entre un faisceau théorique

parfaitement gaussien et un faisceau laser réel. On utilise pour cela le produit ouverture angulaire × waist :

$$\theta_{\text{réel}}\omega_{\text{réel}} = M^2\theta_{\text{th}}\omega_{\text{th}} = M^2\frac{2\lambda}{\pi} \ , \tag{1.26}$$

$$\text{Egalement, } z_R = \frac{\pi\omega_0^2}{M^2\lambda} \ . \tag{1.27}$$

Le M^2 d'un faisceau gaussien est généralement compris entre 1 et 2, 1 étant le cas parfait. Un faisceau laser de M^2 supérieur à 1 aura un waist ω_0 plus grand, une distance de Rayleigh z_R plus courte et une divergence θ plus importante qu'un faisceau idéal.

Enfin, il arrive que les faisceaux en sortie des lasers soient entachés de défauts dus par exemple à de la diffraction sur les bords suite à des problèmes d'alignement interne. On utilise dès lors des diaphragmes afin de filtrer la partie centrale. Dans l'hypothèse d'un faisceau parfaitement collimaté, sa taille est alors clairement définie par le diamètre de ce diaphragme. Belland *et al.* démontrèrent qu'un diaphragme peut grandement modifier les propriétés de propagation d'un faisceau gaussien en fonction du rapport a/ω_a où a est le rayon de l'ouverture et ω_a celui du faisceau dans le même plan [93]. Il conclut que pour un ratio $a/\omega_a > 3$, les effets de diffraction sont négligeables et les propriétés du faisceau gaussien sont inchangées. Si $1.6 < a/\omega_a < 3$, le faisceau présente des caractéristiques légèrement différentes alors qu'un rapport inférieur à 1.6 implique que le profil ne soit plus gaussien mais présente des effets de diffraction importants.

Focalisation et plan d'usinage

Considérons un laser femtoseconde présentant des caractéristiques similaires à celui de notre étude : cadence d'impulsions de 5 kHz ; puissance moyenne de 1 W ; faisceau collimaté de 7 m de diamètre. L'éq. (1.25) nous permet d'estimer une fluence crête de 1.04×10^{-3} J/cm^2. Comme il le sera remarqué plus tard dans ce document, les seuils d'usinage de la majorité des matériaux inorganiques employés dans l'industrie sont dans le cas d'impulsions ultra-brèves davantage de l'ordre de 0.1 J/cm^2 voire supérieurs. La fluence requise pour une découpe est donc insuffisante, ce pourquoi il est nécessaire pour la plupart des applications de focaliser le faisceau en vue de concentrer son énergie. La focalisation par des lentilles minces convergentes peut produire des aberrations chromatiques si la source possède plusieurs longueurs d'onde (source polychromatique), c'est à dire que chaque longueur d'onde ne va pas être focalisée au même point. L'énergie s'en retrouverait donc étalée et la fluence au plan focale, inférieure à la valeur attendue. Or nous avons vu précédemment que les impulsions femtosecondes sont d'autant plus brèves que la bande d'émission en longueur d'onde est grande. Ces aberrations peuvent être réduites grâce à l'emploi de doublets achromatiques, ou achromats, qui sont constitués d'un couple de lentilles convexes et concaves accolées l'une à l'autre.

Les matrices ABCD sont un moyen simple et pratique de traduire l'évolution des propriétés des rayons lumineux lors de leur propagation et de leur interaction avec divers éléments optiques. Elles se caractérisent par :

$$\begin{bmatrix} r_2 \\ \theta_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A & B \\ C & D \end{bmatrix} \begin{bmatrix} r_1 \\ \theta_1 \end{bmatrix} \ , \tag{1.28}$$

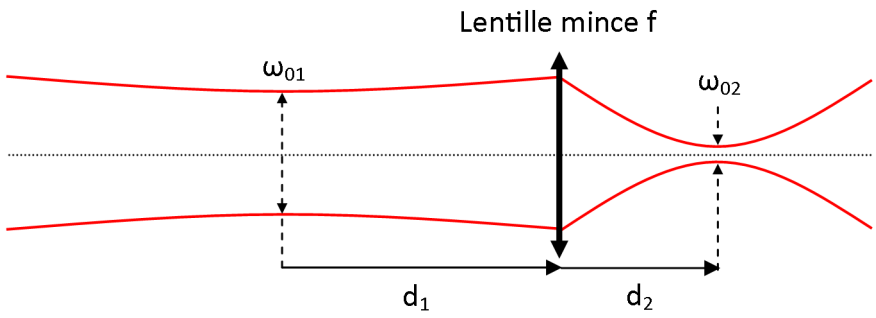


Figure 1.8 – Principe de focalisation d'un faisceau gaussien par une lentille mince convergente.

où r et θ sont respectivement la distance et la direction angulaire par rapport à l'axe optique, les indices 1 et 2, l'état initial et l'état final. Plusieurs types de matrices ABCD peuvent finalement être définis comme par exemple :

$$\begin{array}{ccc} \text{Translation} & \text{Dioptre} & \text{Lentille mince} \\ \begin{bmatrix} 1 & d \\ 0 & 1 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & \frac{n_1}{n_2} \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ -\frac{1}{f} & 1 \end{bmatrix} \end{array},$$

où d est la distance parcourue, n_1 et n_2 sont les indices optiques avant et après le dioptre et f la focale de la lentille ($f > 0$ pour une lentille convergente et $f < 0$ pour une lentille divergente).

L'évolution des faisceaux gaussiens au cours de leur propagation peut être également décrite par les matrices ABCD moyennant la relation reliant les nouvelles caractéristiques du rayon de courbure du faisceau $q_2(z)$ par rapport aux caractéristiques initiales $q_1(z)$:

$$q_2(z) = \frac{Aq_1(z) + B}{Cq_1(z) + D} \,. \tag{1.29}$$

D'après (1.17), $q_1(z)$ et $q_2(z)$ peuvent avoir des rayons de courbures $R_1(z)$ et $R_2(z)$ ainsi que des rayons transverses $\omega_1(z)$ et $\omega_2(z)$ différents. A l'image de la Fig. 1.8, la focalisation par une lentille convergente de focale f est précédée et suivie de propagations dans l'air. Notons que l'étude est simplifiée à une lentille mince plutôt qu'à un doublet achromatique. Connaissant les propriétés du faisceau dans le plan du waist ω_{01}, les nouvelles propriétés en ω_{02} peuvent être déterminées en multipliant entre elles les matrices des différents systèmes rencontrés :

$$\begin{bmatrix} A & B \\ C & D \end{bmatrix}_{TOTALE} = \begin{bmatrix} 1 & d_2 \\ 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ -\frac{1}{f} & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 & d_1 \\ 0 & 1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 - \frac{d_2}{f} & d_1 + d_2 - \frac{d_1 d_2}{f} \\ -\frac{1}{f} & 1 - \frac{d_1}{f} \end{bmatrix} . \tag{1.30}$$

Les plans distants de d_1 et d_2 correspondent aux largeurs minimales $2\omega_{01}$ et $2\omega_{02}$ et l'onde y est plane. Nous pouvons donc négliger la partie réelle de $q_1(z)$ et $q_2(z)$ en considérant $R_1(z) = R_2(z) \approx \infty$. En distinguant les parties réelles et imaginaires de l'éq.

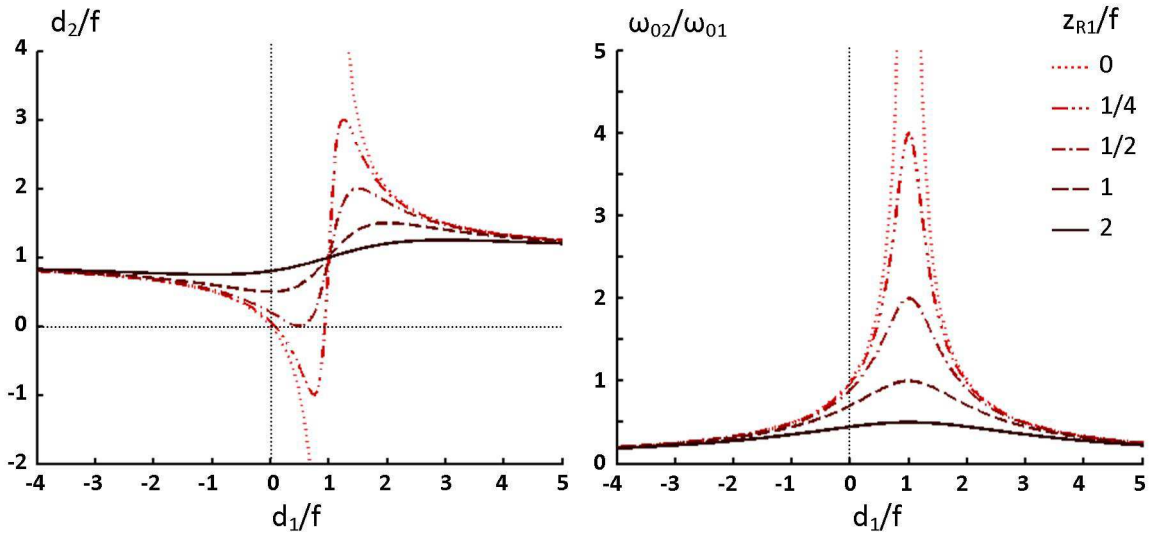


Figure 1.9 – Graphiques des caractéristiques de propagation d'un faisceau gaussien focalisé d'après les éq. (1.31) et (1.32). Évolution de la position du plan focal d_2 à gauche et de la taille du waist image ω_{02} à droite en fonction de la position du waist objet d_1 pour différentes valeurs du paramètre z_{R1}/f.

(1.29), nous obtenons finalement :

$$\frac{d_2}{f} = 1 + \frac{d_1/f - 1}{(1 - d_1/f)^2 + (z_{R1}/f)^2} \ , \tag{1.31}$$

$$\frac{\omega_{02}}{\omega_{01}} = \frac{1}{\sqrt{(1 - d_1/f)^2 + (z_{R1}/f)^2}} \ . \tag{1.32}$$

La Fig. 1.9 représente ces relations sous forme de famille de courbes paramétrées par le facteur z_{R1}/f. Le plan dans lequel le faisceau est le plus étroit et où la fluence est la plus importante est le *plan focal image*. Il est à noter que dans la majorité des cas, $z_{R1} \gg f$. Au vue de la Fig. 1.9, les fluctuations de d_2 et ω_{02} sont beaucoup moins marquées et nous pouvons en déduire une estimation du waist image en simplifiant le dénominateur de l'éq. (1.32) :

$$\omega_{02} \approx \frac{\lambda f}{\pi \omega_{01}} \approx \frac{\lambda}{\pi (NA)} \ , \tag{1.33}$$

où NA est l'ouverture numérique de la lentille, équivalente à $d/2f$ avec d estimable à $2\omega_{01}$ dans le cas d'un faisceau ayant une très faible divergence. Cette relation est très employée car elle permet d'estimer la taille de la tache focale avec une bonne approximation. Néanmoins, une mesure expérimentale est toujours préconisée lorsque les variations de fluence sont critiques pour l'application visée.

Les simulations de la Fig. 1.10 décrivent l'évolution de la distribution de fluence autour du plan focal en fonction de la présence ou non d'un diaphragme en amont. Les données principales ont été obtenues grâce au logiciel de tracés optiques Zemax et mises en forme avec le logiciel de traitements numériques Matlab. Les paramètres considérés sont les suivants : $\lambda = 780$ nm, $\omega_{01} = 2.2$ mm, $M^2 = 1.46$, $f = 50.8$ mm, $P_{moy} = 1$ W, $a = 2.7$ mm. Ils font suite aux diverses analyses expérimentales et ont été identifiés comme correspondant aux paramètres du faisceau au moment de l'étude. Remarquons que les simulations présentées ne prennent pas en compte le M^2 de 1.46, exploitable sous Zemax

préférentiellement sous format numérique que graphique. $\omega(z)$ avec le M^2 est néanmoins tracé en bleu pour comparaison. Du fait de l'élargissement du faisceau avec ce facteur, les amplitudes sont sensiblement différentes de la simulation théorique tandis que les formes transverses de faisceau ne sont pas affectées.

Comme souligné plus haut par les travaux de Belland *et al.* [93], un diaphragme peut grandement modifier les propriétés de propagation d'un faisceau gaussien. Nous montrons ici ces variations autour du point de focalisation. ω_a au niveau du diaphragme a été mesuré expérimentalement à 3.7 mm, ce qui implique que le ratio $a/\omega_a \approx 0.7$, et donc que les effets diffractifs ne sont plus négligeables. La Fig. 1.10(c) indique clairement que la distribution de la fluence en plusieurs plans n'est plus du tout gaussienne lors de la présence de ce diaphragme alors qu'elle reste fidèle à la théorie en son absence. Un comparatif succinct des Fig. 1.10(a) et (b) indiquent aussi une forte dispersion de l'énergie, un élargissement et un éloignement de la tache focale ainsi qu'une baisse de sa fluence crête. Cet élargissement peut théoriquement s'expliquer par la relation (1.33) puisque la dimension du faisceau en entrée de la lentille est réduite par le diaphragme.

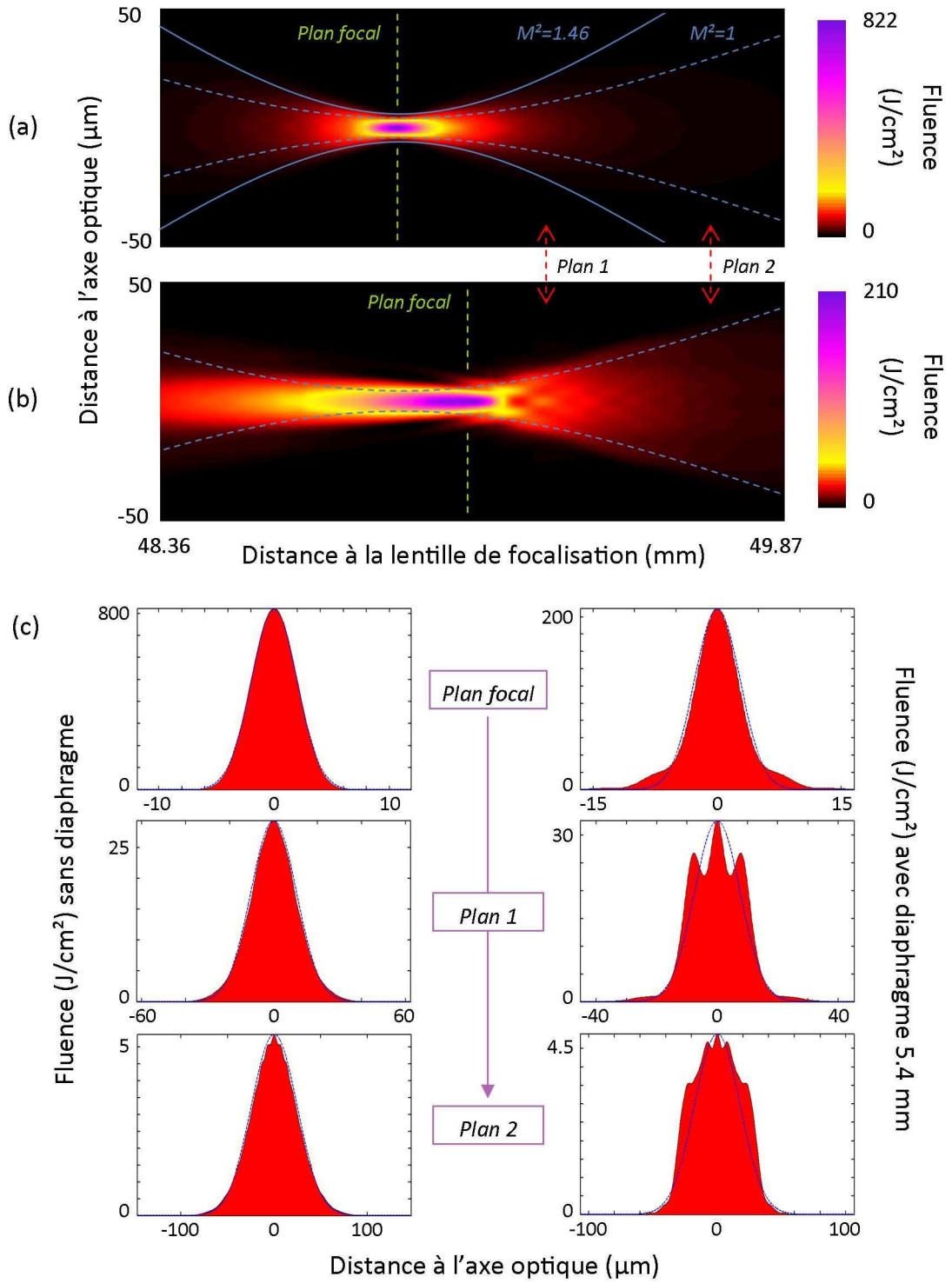


Figure 1.10 – Simulation de propagation d'un faisceau gaussien de $M^2 = 1$ après focalisation par un doublet achromatique de 50.8 mm. (a) Sans présence d'un diaphragme filtrant avant focalisation. (b) Avec présence d'un diaphragme de 5.4 mm de diamètre ≈ 4 m avant focalisation. Les tracés bleus représentent $\omega(z)$ pour un $M^2 = 1.46$ et 1. (c) Coupes transverses des formes de faisceau pour 3 plans des cas (a) et (b).

L'énergie totale étant constante en chaque plan, la fluence crête diminue donc à mesure que le faisceau s'élargit. La distribution d'énergie au plan focal où la fluence crête y est maximale n'est plus tout à fait gaussienne comme le montre la Fig. 1.10(c) et des

"pieds" parasites apparaissent suite aux phénomènes de diffraction. Aussi, même si le faisceau est gaussien, nous pouvons approximer l'existence d'un plan image du diaphragme après la lentille de focalisation par conjugaison selon les lois de Newton-Descartes applicables en optique géométrique. Si le diaphragme est suffisamment petit, nous considérons souvent que la distribution d'énergie en ce plan est non plus gaussienne mais *tophat*, c'est à dire que cette distribution est constante sur un diamètre défini par la taille de l'objet. Cette propriété est exploitée en particulier en marquage laser dans le but d'uniformiser un usinage, mais reste peu employée en découpe. En effet, le plan image est unique et ne se vérifie pas dans la profondeur, il est de forme approximative et fortement dépendant de la diffraction. Sa fluence crête est aussi rapidement limitée sachant que le diamètre du faisceau y est bien plus large qu'au plan focal. Le plan image estimé par les lois de l'optique géométrique est donné sur la Fig. 1.10(c) pour le plan 2. Effectivement, le faisceau n'est plus gaussien mais s'uniformise au niveau de la fluence maximale avec des flancs plus abrupts.

L'effet d'un diaphragme très réducteur affecte fortement la propagation du faisceau. Le plan focal y est toujours exploitable, même si ses caractéristiques sont moins intéressantes qu'en l'absence de filtrage. L'existence d'un plan image proche d'une distribution *tophat* peut être attrayante dans certaines applications mais pas en découpe, celui-ci n'ayant pas de sens sur la profondeur. A l'inverse, le faisceau évolue peu sur la distance de Rayleigh autour du plan focal. La réalité d'usinage montre cependant qu'il reste très souvent nécessaire de filtrer les bords du laser. Un diaphragme le plus large possible est donc recommandé pour simplifier au mieux la zone de focalisation en évitant les effets de diffraction.

1.2.3 Interaction laser - matière dans les milieux diélectriques

La base de l'usinage laser et en particulier la découpe s'appuie sur un retrait de matière plus ou moins conséquent dans la zone d'éclairement. En outre, cette *ablation* ne peut être possible que si l'énergie radiative est efficacement absorbée par la cible. Les propriétés uniques des lasers ultra-brefs, à savoir des durées d'impulsion et des puissances crêtes respectivement de l'ordre de 10^{-15} s et 10^{9} W, permettent d'optimiser à la fois l'absorption par effets non linéaires mais également l'ablation en évitant l'interaction avec le plasma d'usinage.

Les matériaux inorganiques sont organisés selon 3 classes principales : les métaux, les semi-conducteurs et les diélectriques. Ils se distinguent par des structures en bandes d'énergie relativement différentes, comme il l'a été entrevu dans la première partie.

En particulier, les métaux possèdent à l'équilibre une grande quantité d'électrons libres puisque les bandes de valence et de conduction sont en partie superposées. Dans le cas des semi-conducteurs, ces bandes sont distinctes mais relativement proches. Avec l'ajout volontaire d'impuretés, le matériau présente une quantité plus limitée mais non moins existante d'électrons libres. L'absorption de la lumière s'effectue essentiellement par excitation de ces électrons dans ces matériaux. Le nuage électronique qui n'est pas ou peu soumis aux forces d'attraction atomique peut ainsi graviter sans contrainte et associé à une faible masse, reste très sensible aux hautes fréquences des ondes électromagnétiques. Au cours de l'interaction, il en résulte alors un échauffement local, puis une liquéfaction

qui conduira enfin à l'éjection de matière à supposer que la température atteigne le seuil de vaporisation du matériau. Nous considérons pour ces deux types de matériaux que l'absorption radiative y est linéaire.

Mécanismes d'absorption dans les milieux diélectriques

Dans les matériaux diélectriques, il n'existe pas ou très peu d'électrons libres dans la bande de conduction. Pour en générer, il faut exciter la matière et fournir une énergie supérieure à la bande interdite pour faire traverser les électrons dans la bande de conduction. Il est possible de satisfaire linéairement cette excitation via l'éq. (1.1) mais la fréquence de la radiation doit être relativement élevée, limitant le choix des lasers pour l'usinage. Dans le cas contraire, le matériau est transparent à la longueur d'onde et n'absorbe pas.

Les lasers à impulsions ultra-brèves autorisent néanmoins cette absorption malgré une énergie photonique inférieure à la bande interdite. Ce passage d'un état non absorbant à un état absorbant est appelé claquage optique. Bien que ce phénomène soit complexe, des hypothèses cohérentes avec l'expérience et basées sur des mécanismes non linéaires semblent être majoritairement acceptées par la communauté scientifique [55, 57, 94]. On distingue en particulier deux processus de génération d'électrons libres : l'ionisation multiphotonique et l'ionisation par avalanche.

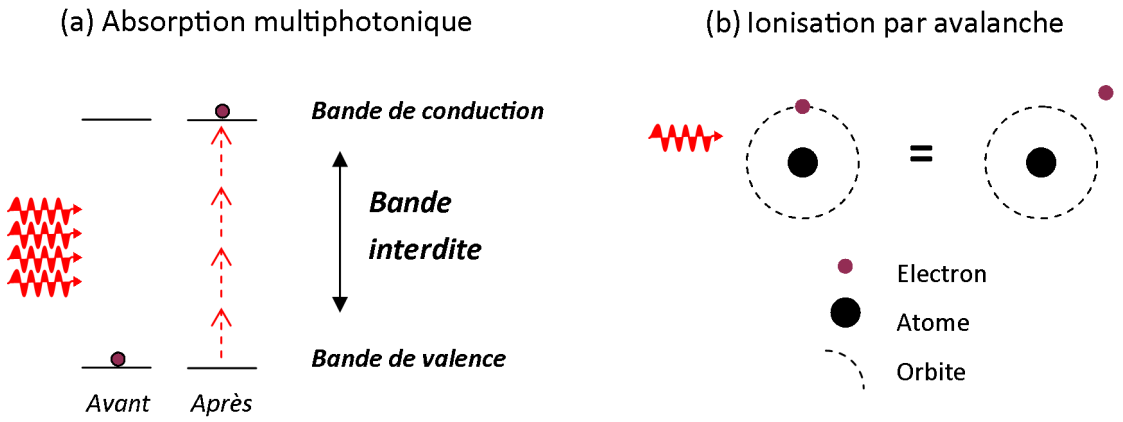


Figure 1.11 – Principaux mécanismes de génération d'électrons libres dans les matériaux diélectriques : (a) Absorption multiphotonique. (b) Ionisation par avalanche.

En réalité, il existe toujours quelques électrons libres provenant essentiellement des impuretés dans le matériau. Alors qu'une faible intensité lumineuse ne devrait pas perturber cette petite population, il existe une probabilité pour que certains électrons absorbent par effet "Bremsstrahlung" inverse. Celui-ci suppose qu'une charge puisse interagir avec la matière environnante moyennant une modification de sa vitesse et de sa direction, ces changements pouvant impliquer soit un rayonnement (effet direct) lors d'un freinage soit une absorption (effet inverse) lors d'une accélération. Dès lors, ces électrons accroissent leur énergie cinétique malgré de faibles intensités jusqu'à atteindre une énergie supérieure à l'énergie d'ionisation.

Aux très fortes intensités accessibles en régime femtoseconde, les électrons de la bande de valence peuvent être directement ionisés par absorption multiphotonique (Fig 1.11(a)). Schématiquement, l'énergie de plusieurs photons s'additionnent et complètent la bande

interdite pour le transfert dans la bande de conduction. Il est donc possible d'usiner n'importe quel matériau, qu'il soit transparent ou non à la longueur d'onde de travail.

L'ensemble des électrons libres générés peuvent également contribuer à l'accroissement de leur population via l'ionisation par avalanche (Fig. 1.11(b)). Les électrons libres ayant une énergie cinétique supérieure à l'énergie nécessaire pour l'ionisation peuvent en effet en transmettre une partie à un électron lié avec lequel ils entrent en collision. Bien que chaque électron se retrouve avec une énergie cinétique relativement faible, ce mécanisme contribue à augmenter le nuage électronique libre dans le matériau. D'après Stuart *et al.*, l'ionisation multiphotonique reste prépondérante face aux autres mécanismes lors d'un usinage avec un laser à impulsions ultra-brèves [94] alors que le mécanisme majoritaire sera l'ionisation par avalanche avec des impulsions longues. Enfin, un plasma se forme, pouvant dépasser la densité critique d'électrons ($\eta_c = 1.7 \times 10^{21}$ e$^-$/cm^3 à 800 nm), le matériau devient fortement absorbant et l'ablation s'opère. On considère souvent qu'à ce stade, le matériau diélectrique est proche d'un métal en matière de mécanisme d'ablation.

Modèle à 2 températures : ionique et électronique

L'énergie accumulée par les électrons libres est transmise au réseau par collisions, ce qui permet son échauffement jusqu'à l'ablation. Les électrons libres sont capables d'absorber l'énergie lumineuse très rapidement, de l'ordre de la dizaine de femtosecondes, tandis que leur relaxation dans le réseau oscille entre 1 et 10 ps. L'emploi d'impulsions ultracourtes inférieures à ces temps de transfert supposent donc un découplage entre les températures électroniques T_e et ioniques T_i pour la première fois évoqué par Kaganov [95]. Les équations régissant ces transferts énergétiques sont :

$$C_e \frac{\partial T_e}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial z}\left(k_e \frac{\partial T_e}{\partial z}\right) - \gamma(T_e - T_i) + S(z,t) \ , \tag{1.34}$$

$$C_i \frac{\partial T_i}{\partial t} = \gamma(T_e - T_i) + \left[\frac{\partial}{\partial z}\left(k_i \frac{\partial T_i}{\partial z}\right)\right] \ , \tag{1.35}$$

avec C_e et C_i les capacités calorifiques volumiques électroniques et ioniques, k_e la conductivité thermique de l'électron, $S(z,t)$ la forme de l'irradiation au contact avec le matériau et γ le coefficient de couplage électron-phonon régissant les échanges entre les électrons et le réseau. Nous négligeons en particulier la diffusion thermique des ions symbolisée par le second terme de l'équation régissant la variation de T_i. Nous retrouvons bien les hypothèses selon lesquelles les électrons sont responsables en premier lieu de l'absorption avec le terme $S(z,t)$ et que l'augmentation de température est transmise au sein du réseau par le couplage γ.

Pour des durées d'impulsion supérieures à la dizaine de picosecondes (nous généraliserons aux impulsions nanosecondes), on ne distingue qu'un seul régime électron-réseau en équilibre et porté à une température T [96]. L'ablation est lente et passe clairement par une étape de fusion avant l'éjection de matière. Une partie importante de la chaleur est diffusée dans le matériau et constitue la principale source de perte énergétique.

Pour des durées d'impulsions de l'ordre du femtoseconde à quelques picosecondes, les températures T_e et T_i sont théoriquement dissociées. Il faut également souligner que la capacité calorifique des électrons C_e est bien plus faible que celle du réseau C_i, ce qui explique que la température électronique puisse être très importante, supérieure à $10^4 K$.

Également, l'inertie du système cristallin implique que le chauffage se limite tout d'abord aux électrons. C'est seulement à partir de leur relaxation après environ 1 ps que l'énergie est transférée à la matrice via une efficacité de couplage définie par γ et qui vient augmenter sa température sur une dizaine de picosecondes. L'échauffement n'est ici non plus entretenu par la durée de l'impulsion mais par les processus de transfert. Les pertes par diffusion sont notamment fortement réduites. La matière récupère localement l'énergie des électrons ayant accumulé une énergie suffisante pour permettre sa vaporisation sans que le régime de fusion ne soit prépondérant. Il est souvent considéré que ces durées d'impulsions offrent dès lors un usinage presque athermique du fait du processus d'ablation quasi direct de solide à vapeur [97].

Il faut souligner enfin que l'impulsion femtoseconde est terminée pendant cette relaxation de l'énergie contrairement au régime nanoseconde et donc que l'expansion du plasma résultant de l'ablation n'est pas gênée. Réciproquement, l'impulsion laser n'est pas perturbée par le plasma pouvant devenir absorbant et constituer une source supplémentaire de perte d'énergie et donc d'efficacité d'usinage.

Profondeur de pénétration et zone affectée thermiquement

La décroissance de l'intensité lumineuse avec la profondeur est régie par le coefficient d'atténuation Γ (m^{-1}) selon la loi de Beer-Lambert :

$$I(\lambda, z) = I_0(\lambda)e^{-\Gamma z} \ , \tag{1.36}$$

où I_0 est l'intensité transmise dans le matériau (W/m^2), et z la profondeur. Ce coefficient d'atténuation englobe 2 phénomènes distincts, à savoir l'absorbance (coefficient d'absorption α) et la diffusion (coefficient de diffusion τ). L'absorbance est le processus par lequel l'énergie radiative est absorbée par le matériau avant d'être libérée sous une autre forme comme par effet Joule avec libération de chaleur. La diffusion résulte de la déviation aléatoire de la lumière par réflexion sur les particules du milieu de sorte qu'aucun signal ne soit mesuré en sortie du matériau. Elle est généralement négligée dans les cas simples, ce pourquoi le coefficient d'atténuation est souvent confondu avec le coefficient d'absorption.

La profondeur de pénétration δ ou profondeur de peau est la distance critique à partir de laquelle l'intensité se retrouve inférieure à I_0/e^2 (on distingue aussi la longueur d'atténuation qui caractérise la profondeur critique en I_0/e). Alors qu'elle n'excède pas la dizaine de nanomètre dans les métaux, elle est beaucoup plus profonde dans les diélectriques pouvant ainsi atteindre plusieurs µm.

A partir de la zone d'absorption de l'énergie lumineuse, la chaleur se diffuse dans toutes les directions, que ce soit longitudinalement dans la profondeur du matériau, ou transversalement autour de la zone d'impact.

Dans l'épaisseur du matériau z, la chaleur se propage selon une profondeur de diffusion déduite de l'équation de la chaleur $d_{diff} = \sqrt{4D_t t_{diff}}$ où t_{diff} est le temps de diffusion. D_t est la diffusivité thermique (m^2/s) exprimée par $\lambda_c/(\rho C)$ avec λ_c la conductivité thermique ($Wm^{-1}K^{-1}$), ρ la masse volumique ($kg.m^{-3}$) et C la chaleur massique ($Jkg^{-1}K^{-1}$). La diffusivité thermique, qui représente en quelque sorte la vitesse de propagation de la chaleur, est grande pour un métal (100×10^{-6} m^2/s) comparativement à un diélectrique (0.5×10^{-6} m^2/s). Ceci s'explique en particulier par le fait que le transfert de la chaleur est rapidement porté par les électrons libres dans le métal tandis que ce sont les vibrations

du réseau qui en sont responsables dans les diélectriques, celui-ci ayant une inertie bien plus importante.

La zone affectée thermiquement (ZAT ou HAZ en Anglais pour "*Heat Affected Zone*") constitue la région périphérique transverse à l'usinage. Dans le cas d'une découpe, elle est d'autant plus critique qu'elle traduira des défauts de bords plus ou moins importants. Cependant dans la gamme d'impulsions ultra-courtes, cette diffusion reste très négligeable d'après les principes de l'interaction ultra-brève évoqués plus haut. Valette *et al.* mesurèrent par EBSD ("Electron Backscattered Diffraction") une ZAT de 25 µm en régime nanoseconde comparativement à 1.5 µm en régime femtoseconde dans un mono-cristal d'aluminium [98]. Également, la taille des grains dans de l'aluminium poly-cristallin a permis à Le Harzic *et al.* d'identifier des ZAT de 40 et 2 µm autour d'usinages respectivement nanosecondes et femtosecondes [99]. Ces observations expérimentales coïncident avec les simulations de Ihtesham *et al.* sur le transfert de chaleur des lasers femtosecondes dans les métaux [100]. Ses résultats montrent que le fort échauffement quasi instantané du réseau par les électrons conduit à un "super-chauffage" au cours duquel la matière entrée en fusion dépasse son seuil d'ébullition. A des températures suffisamment élevées, le liquide devient très instable et dégénère en une mixture liquide vapeur. Cette état dit d'*explosion de phase* semble être a priori atteint même à fluence moyenne pour des impulsions très courtes (≈ 1 J/cm^2).

L'interaction laser matière à ces durées d'impulsions apporte donc des avantages considérables en termes de qualité et de polyvalence (usinage de tout type de matériau) mais aussi en termes d'efficacité d'usinage. Stuart *et al.* démontrèrent que les seuils de réactions sont fortement réduits à mesure que la durée d'impulsion Δt diminue [94], confirmé par Kautek *et al.* [101]. Au delà de 10 ps, le seuil de fluence est proportionnel à $\sqrt{\Delta t}$ mais se stabilise à un minimum pour des durées inférieures. Également, l'ablation y est plus efficace comme le souligne Yang *et al.* sur les métaux [102] et Zeng *et al.* sur le silicium [103]. Finalement, la communauté scientifique s'est fortement intéressée aux différences qualitatives et quantitatives entre les régimes d'impulsion et a engendré de nombreuses publications avec dans la grande majorité des cas des constats similaires [15, 104, 105].

1.3 Application aux céramiques ferroélectriques PZT

Avant d'entrer dans le détail de l'usinage laser, il est nécessaire de comprendre les caractéristiques du matériau d'étude car la nature de l'interaction en sera dépendante. De plus, les PZT sont des matériaux ayant une propriété active atypique qu'est la ferroélectricité. Il faut donc garder à l'esprit qu'un endommagement important serait critique pour l'application visée.

1.3.1 De la matière cristalline à la notion de ferroélectricité

La ferroélectricité naît de la nature cristalline de certains matériaux diélectriques [106]. Un solide peut être considéré comme un ensemble neutre de particules électriquement chargées telles que les ions ou les électrons, classables en deux catégories : charges libres et charges liées. Il existe dans un conducteur une grande quantité de charges libres susceptibles de se déplacer sous l'action d'un champ électrique $\vec{E}$. A l'inverse, un matériau diélectrique, ou isolant électrique, contient une majorité de charges liées, si bien que l'action d'un champ extérieur n'a aucune influence ou ne génère qu'un déplacement relatif

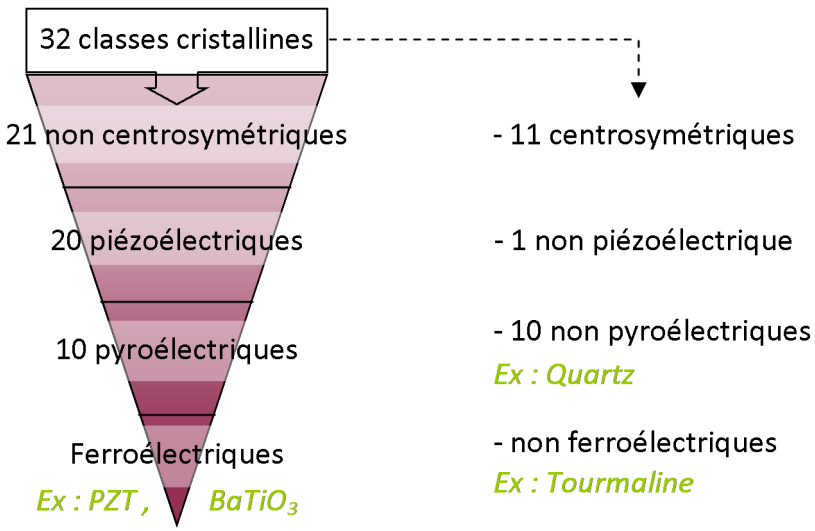


Figure 1.12 – Classes cristallines et positionnement de la ferroélectricité.

de ces charges, essentiellement ioniques. Ce phénomène de dissociation est appelé polarisation. Un exemple classique de polarité mais électronique est celui de la molécule d'eau. Bien que globalement neutre, l'oxygène est légèrement plus électronégative que l'hydrogène et attire les électrons des liaisons covalentes. La molécule accumule donc en moyenne davantage de charges négatives vers l'atome d'oxygène et davantage de charges positives vers les atomes d'hydrogène et constitue dès lors une molécule dipolaire.

La cristallinité d'un matériau est due à la constitution régulière et organisée de sa structure atomique en motifs primitifs. Il existe 32 classes de symétries cristallines dépendantes des rapports de longueurs et d'angularité au sein d'une même maille et qui furent regroupées par Bravais en 14 réseaux aux propriétés similaires en 1848. Sur ces 32 classes, 21 ne sont pas centrosymétriques (matériau anisotrope) dont la grande majorité présente des caractéristiques piézoélectriques (Fig. 1.12) [1]. Si on applique une force de compression sur de tels matériaux, la maille cristalline se déforme de telle sorte que les barycentres des charges positives et négatives des ions s'éloignent. Leur mobilité relative engendre dès lors un moment dipolaire qui se manifeste macroscopiquement par une accumulation de charges de signes opposés sur les électrodes en surface. C'est l'effet piézoélectrique direct (Fig. 1.13(a)). Si au contraire il est volontairement créé une différence de potentiel aux bornes des deux surfaces externes, la maille s'auto-déforme pour équilibrer la distribution des charges. C'est l'effet piézoélectrique inverse (Fig. 1.13(b)). La piézoélectricité est donc finalement une pure conversion d'énergie mécanique en énergie électrique, représentée par plusieurs équations d'états, dont les plus connues :

$$S = s^E T + dE \ , \tag{1.37}$$

$$D = \varepsilon^T E + dT \ , \tag{1.38}$$

avec S, la déformation mécanique relative, D le déplacement électrique (C/m^2) en fonction de T, la contrainte mécanique (Pa) et E, le champ électrique (V/m). Les coefficients s^E [compliance (m^2/N)], d [constante de charge (Vm)] et ε^T [constante diélectrique (F/m)] sont des tenseurs représentatifs du matériau piézoélectrique. La direction d'observation et la direction de la perturbation (électrique ou mécanique) en fonction de la direction de la

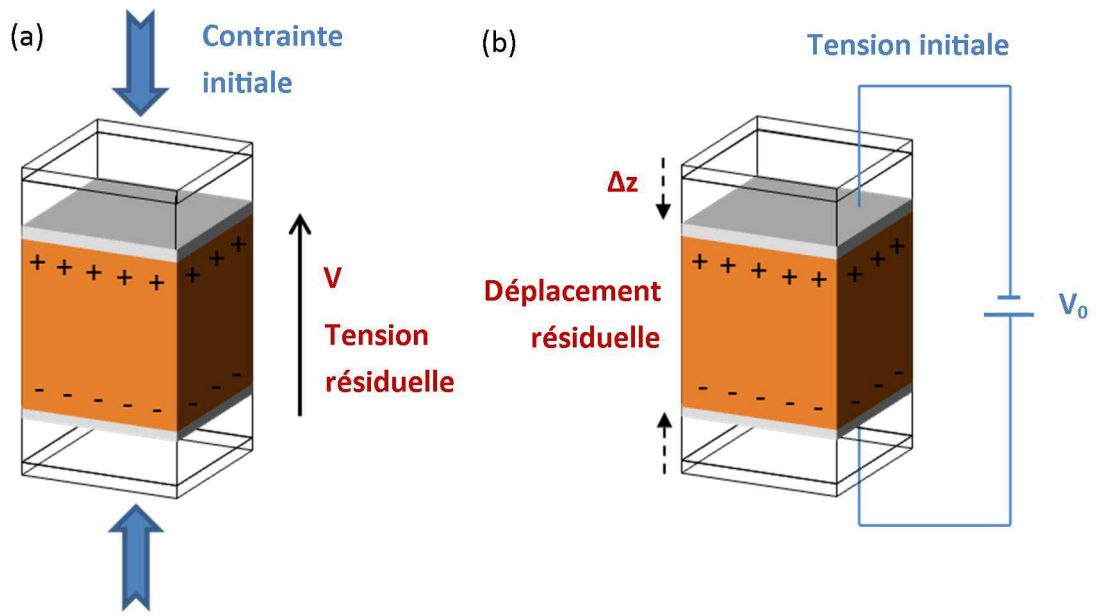


Figure 1.13 – Principe de la piézoélectricité. (a) Génération d'une tension aux bornes des électrodes sous l'effet d'une contrainte ; (b) Déformation du matériau sous l'effet d'un champ électrique.

polarisation impliquent que ces coefficients ne garderont pas les mêmes valeurs du fait de l'anisotropie. Aussi nous ne nous intéresserons pas au détail de ces équations tensorielles dans ce manuscrit, bien décrites dans de nombreux ouvrages [107].

L'allume-gaz en est une des applications courantes utilisant la force de pression dans le but de produire des étincelles. Ce phénomène permet également de mesurer la pression par conversion en tension électrique ou d'entretenir des pulsations régulières comme dans les montres à quartz. La multiplicité des applications, militaires ou civiles, permet d'estimer à plus de 15 milliards de dollars les recettes engendrées par ce marché depuis 2010.

Parmi ces classes piézoélectriques, la moitié est dite pyroélectrique. Du grec *pyr* (feu), ces matériaux ont la capacité de se polariser et donc de générer des charges en fonction non plus seulement de la pression exercée mais des variations de température. Parmi leurs multiples utilisations, certains sont optimisés pour répondre aux besoins des capteurs infrarouges ou dans la production d'électricité.

En l'absence de contrainte, leur polarisation peut être considérée comme nulle sur une échelle macroscopique. Il est une classe cependant où la polarisation peut être permanente : la ferroélectricité, dernière classe issue de la pyroélectricité. A titre d'exemple dans un matériau PZT de structure cubique centrée à faces centrées, la taille relative des ions Ti^{4+} (ou Zr^{4+}) et O^{2-} est telle que l' ion Ti^{4+} n'occupe pas exactement le centre de la maille alors que les ions O^{2-} ne se trouvent pas exactement au centre des faces (Fig. 1.16(a)). Il s'ensuit que le centre de gravité des charges positives ne coïncide pas avec celui des charges négatives, ce qui fait qu'un dipôle ionique existe dans la maille élémentaire. Aussi, chaque grain est constitué d'une multitude de mailles polarisées selon certaines directions privilégiées dépendantes de la cristallographie. Les régions de même orientation présentent une polarisation spontanée et sont appelées domaines de Weiss. Les interfaces séparant ces zones sont des parois qui par extension peuvent également inclure les joints de grain [106]. Bien que la somme vectorielle de toutes ces directions s'annule au premier abord, l'action d'un champ électrique intense, de plusieurs milliers de V/m, peut venir

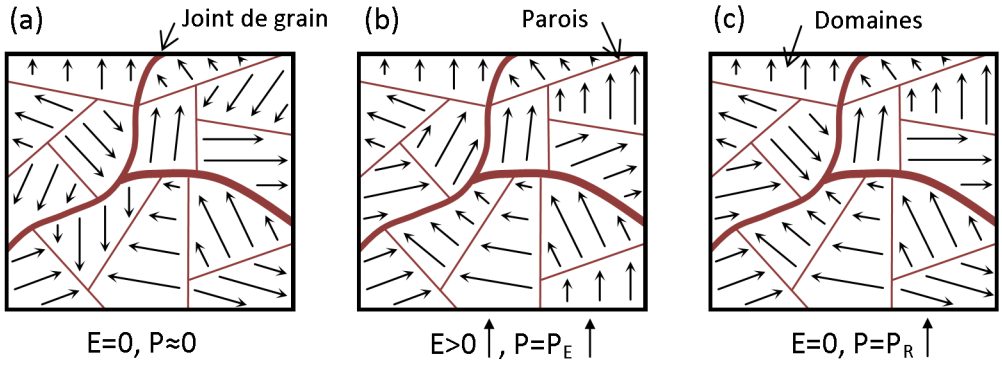


Figure 1.14 – Orientation des domaines ferroélectriques.(a) A l'état initial, en l'absence de champ électrique, l'orientation est quasi aléatoire et la polarisation macroscopique quasi nulle ; (b) Réorientation des domaines en présence d'un champ électrique ; (c) Polarisation rémanente suite à un champ électrique intense.

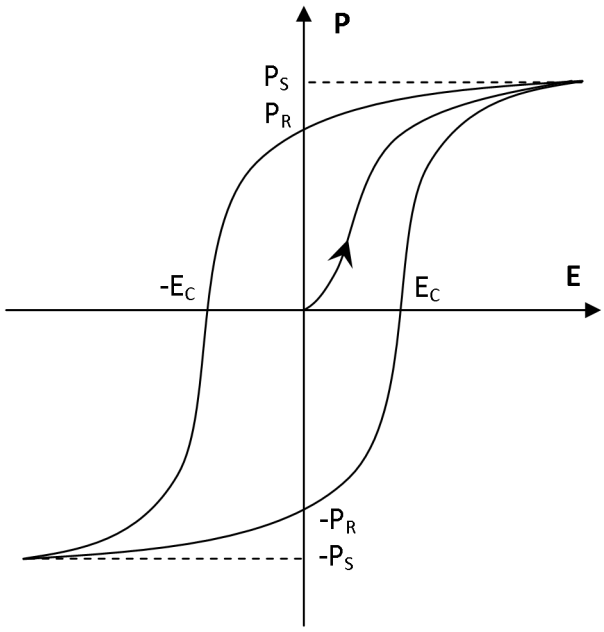


Figure 1.15 – Courbe d'hystérésis de la polarisation en fonction du champ électrique d'un matériau ferroélectrique. P_S : Polarisation de saturation ; P_R : Polarisation rémanente ; E_C : Champ coercitif.

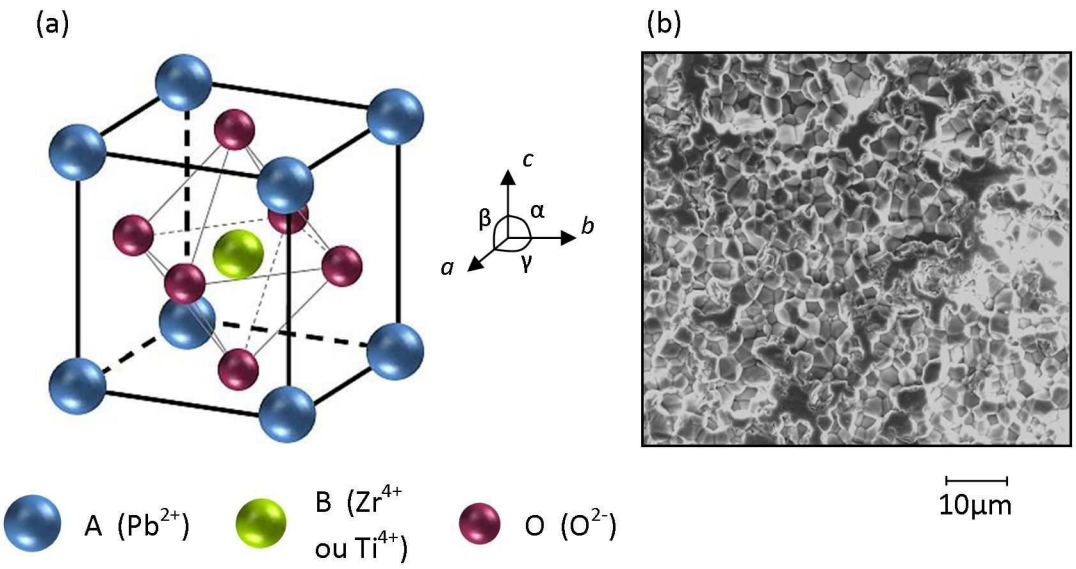


Figure 1.16 – (a) Structure cristalline de la maille pérovskyte de PZT (b) Image MEB de la structure polycristalline du PZT d'étude fabriqué par frittage.

réorienter ces domaines dans la même direction (on rappelle que $\vec{P} = \chi\varepsilon_0\vec{E}$ où χ est la susceptibilité en régime linéaire, ε et ε_0 sont la permittivité du matériau et du vide respectivement) de sorte à ce qu'une polarisation macroscopique permanente persiste après contrainte (Fig. 1.14).

Le matériau rentre alors dans un cycle d'hystérésis. A fort champ, la polarisation atteint une polarisation maximale notée P_S, polarisation de saturation où tous les domaines sont orientés dans la même direction. Lorsque le champ est annulé, certains domaines se réorientent tout de même, diminuant la polarisation jusqu'à atteindre une polarisation permanente P_R dite polarisation rémanente. L'annulation de cette polarisation est enfin permise une fois le champ coercitif atteint, noté E_C (Fig. 1.15).

La ferroélectricité ne peut être maintenue que sur une plage de température inférieure à la température dite de Curie, après quoi soit un désordre soit une modification de la structure cristallographique s'opère. La polarisation rémanente disparaît et le matériau devient alors para-électrique. A titre d'exemple, le quartz piézoélectrique en phase α perd cette caractéristique en phase β passée la température critique de Curie de 573°C.

1.3.2 La piézoélectricité sur mesure : le cas du PZT

La céramique PZT sur laquelle est basée cette étude est un matériau polycristallin ferroélectrique qui n'existe pas à l'état naturel. Elle fait partie de la famille des céramiques techniques synthétisées industriellement afin de répondre à une pluralité d'applications. Elle se caractérise en particulier par une permittivité relative (=constante diélectrique) et des coefficients de couplage électro-mécanique très élevés, surpassant une grande partie des matériaux de classe équivalente comme le quartz ou le PVDF. Elle attire par la grande modularité de ses propriétés en fonction de sa stœchiométrie, des éléments dopants et par son coût de fabrication relativement faible. Un dopage en accepteurs (PZT dur) limite le mouvement des domaines, ce qui a pour effet de diminuer les pertes diélectriques mais aussi les constantes piézoélectriques tandis que l'inverse se produit avec un dopage en

donneurs (PZT doux). Le PZT est généralement élaboré sous forme massique mais peut se dériver en films minces ou en gel polymérisé [47, 108]. Des méthodes de fabrication diversifiées ont en outre été déployées afin de tirer profit des meilleures performances du matériau sur des dimensions variées [109].

La version massique de cette céramique résulte principalement du procédé de fabrication par frittage (Fig. 1.16(b)). Des poudres de PbO, TiO_2, ZrO_2 et éventuellement dopants sont au préalable enrobées d'une solution aqueuse d'alcool polyvinylique (APV) facilitant leur agglomération et leur manipulation. Après plusieurs séchages et compactages permettant entre autre d'éliminer le liant, l'ensemble est porté à environ 1000° en vue de permettre la coagulation des différents constituants. Le profil de température et de pression ainsi que l'atmosphère utilisés lors du frittage influent directement sur la dimension des grains, la densité et l'homogénéité du matériau. La matière résultante est ensuite mise en forme, entourée éventuellement d'électrodes et polie avant les tests de validation.

Cristallographie

La céramique PZT de formule $Pb(Zr_{1-x}Ti_x)O_3$ est composée en réalité de deux solutions solides de $PbZrO_3$ et $PbTiO_3$ en proportion normalisée et possédant toutes deux une structure cristallographique de type pérovskyte ABO_3 (Fig. 1.16(a)). Les cations A (Pb^{2+}) sont situés sur les huit angles de la maille. Les anions d'oxygène (O^{2-}) sont eux disposés au centre des faces tandis que le centre de la maille est occupé par le cation B (Zr^{4+} ou Ti^{4+}). En fonction de la température et de la proportion de Zr et Ti dans le matériau, la forme du cristal varie (Fig. 1.17) [110], ce qui nous permet de distinguer selon la proportion x de $PbTiO_3$:

- x>0.55 : riche en titane ; la cristallisation est de forme quadratique ($a = b \neq c$; $\alpha = \beta = \gamma = 90°$) (voir Fig. 1.16(a)) ;
- x<0.45 : riche en zirconium ; la cristallisation est de forme rhomboédrique ($a = b = c$; $\alpha = \beta = \gamma \neq 90°$) ;
- 0.45<x<0.55 : Zone d'équilibre des deux réseaux appelée frontière de phase morphotropique. C'est dans cette région que les propriétés piézoélectriques et ferroélectriques des PZT sont les plus intéressantes. De récents travaux ont cependant mis en évidence la présence d'une phase monoclinique au niveau de cette jonction ($a \neq b \neq c$; $\alpha = \gamma = 90° \neq \beta$) ;
- x indifférent mais $T>T_c$: Région paraélectrique du PZT de structure cristallographique cubique ($a = b = c$; $\alpha = \beta = \gamma = 90°$) ;). Le matériau est dès lors centro-symétrique, les propriétés de piézoélectricité disparaissent.

En fonction des conditions de fabrication, une phase de type pyrochlore $A_2B_2O_6$ peut être présente et peut diminuer les propriétés piézoélectriques du matériau [111].

Bien que la composition du matériau d'étude soit inconnue en première approximation, des essais par diffraction de rayons X (XRD : "X-Ray Diffraction") ont permis de montrer que le matériau était essentiellement de structure quadratique en accord avec les bases de donnée pour x=0.48 ou x=0.56. Les dimensions de la maille sont estimées à $a = 4.03106$ nm et $c = 4.12734$ nm. Nous pouvons donc supposer à juste titre que la composition du matériau est bien dans la zone morphotropique, là où les propriétés piézoélectriques sont les plus fortes.

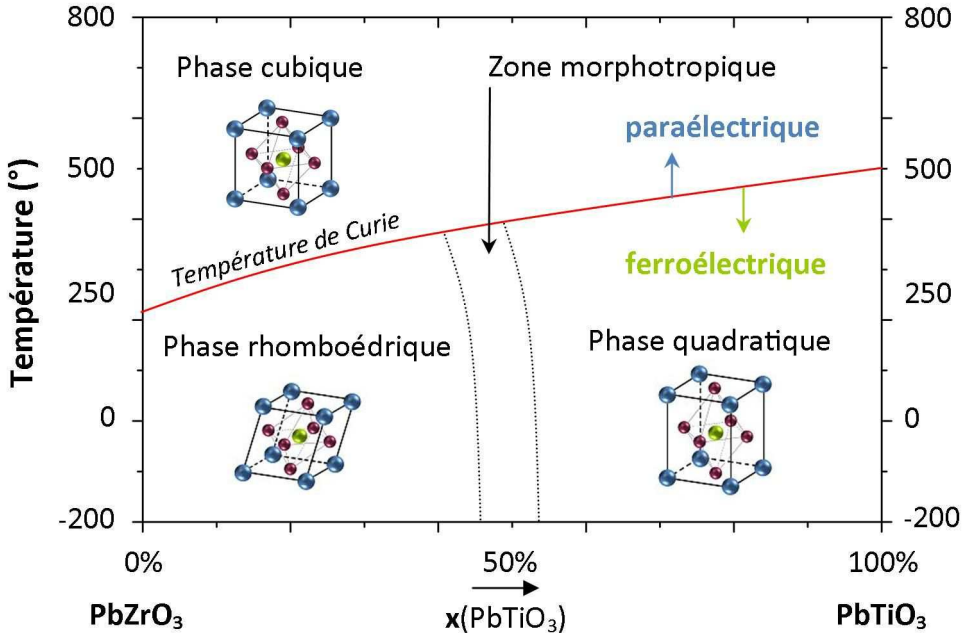


Figure 1.17 – Diagramme de phase du PZT. La zone morphotropique produit les propriétés piézoélectriques les plus intéressantes.

Structure de bande

D'après la littérature, la structure de bandes du PZT est équivalente à celle d'un matériau diélectrique [112]. Les simulations présentées Fig. 1.18 montrent des bandes de conduction et de valence bien distinctes avec une bande interdite variant en moyenne entre 2.5 et 6 eV. A titre comparatif, le band gap du silicium, semi-conducteur, se situe autour de 1.15 eV tandis que celui du diamant, isolant, oscille autour de 5.5 eV. Nous pouvons également remarquer que pour un même vecteur d'onde au point Γ, les deux solutions sont à band gap direct, c'est-à-dire que le maximum d'énergie de la bande de valence coïncide avec le minimum de la bande de conduction. L'évolution du band gap en fonction de la proportion en zirconium est simulée Fig. 1.18(c) et est maximale dans la zone morphotropique. Finalement, pour qu'une radiation lumineuse puisse être absorbée linéairement dans la céramique, il faudrait qu'elle soit bien plus énergique que celle du laser d'étude à 780 nm :

$$\lambda = 780 \text{ nm} \;\Rightarrow\; E = 1.59 \text{ eV} \;\Rightarrow\; 3 \text{ photons} = 4.77 \text{ eV} > E_{\text{gap}^{x=0.5}} \approx 3.9 \text{ eV} \,.$$

L'absorption multiphotonique de l'interaction laser matière en régime ultra-bref est alors un mécanisme prépondérant. Les intensités crêtes très élevées engendrent des effets non linéaires qui permettent de faire passer les électrons de la bande de valence à la bande de conduction bien que l'énergie d'un photon soit insuffisante. En réalité, 3 photons simultanés sont nécessaires. Théoriquement donc, de tels lasers devraient pouvoir être capable de rivaliser avec les qualités d'usinage des lasers UV connus pour leur ablation davantage photochimique que photothermique.

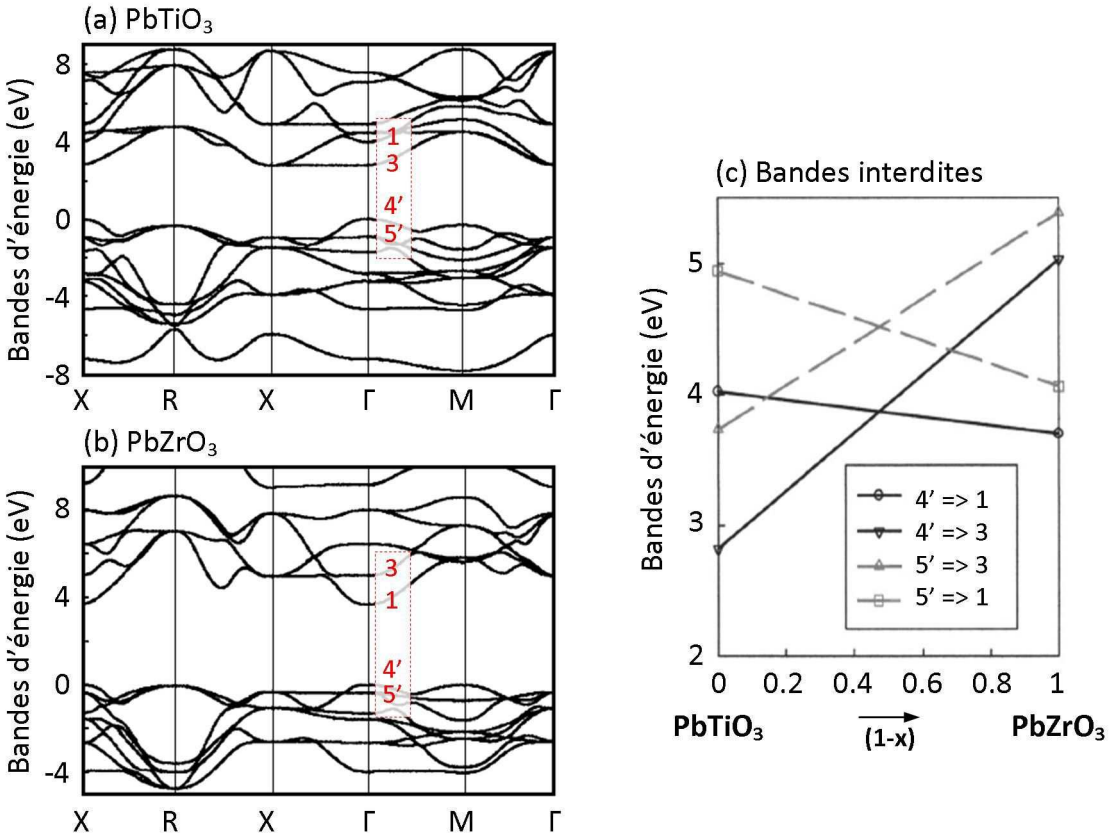


Figure 1.18 – Diagramme de bandes du (a) $PbTiO_3$ et (b) $PbZrO_3$ avec bande interdite directe en Γ. (c) Simulation de l'évolution des passages inter-bandes autorisés en fonction de la composition du PZT [112].

1.3.3 Absorption optique et simulation de la profondeur de pénétration

La Fig. 1.19 présente le spectre de Transmission-Réflexion du PZT d'étude obtenu par Spectrométrie UV-Vsible-IR. A 780 nm, longueur d'onde du laser employé, nous constatons que l'atténuation est d'environ 50%, bien qu'aucune information ne puisse être déduite sur la proportion d'absorption et de diffusion. Cependant, le matériau est polycristallin et légèrement transparent à l'observation, ce qui suppose que la diffusion ne soit pas totalement négligeable devant l'absorption. Nous négligerons néanmoins cette composante dans notre simulation afin d'avoir un ordre d'idée de la profondeur de pénétration optique du laser.

La permittivité ε et l'indice optique n d'un matériau sont définis dans le cas général par des valeurs complexes de la forme :

$$\varepsilon = \varepsilon_1 - i\varepsilon_2 \,, \tag{1.39}$$

$$n = \eta - ik = \sqrt{\varepsilon} \,, \tag{1.40}$$

où η est l'indice de réfraction couramment employé et k est le coefficient d'extinction lié à l'absorption dans un milieu. ε_1 est la permittivité du milieu et ε_2 est associée aux pertes diélectriques, bien inférieure à ε_1 pour un matériau diélectrique, sa conductivité restant

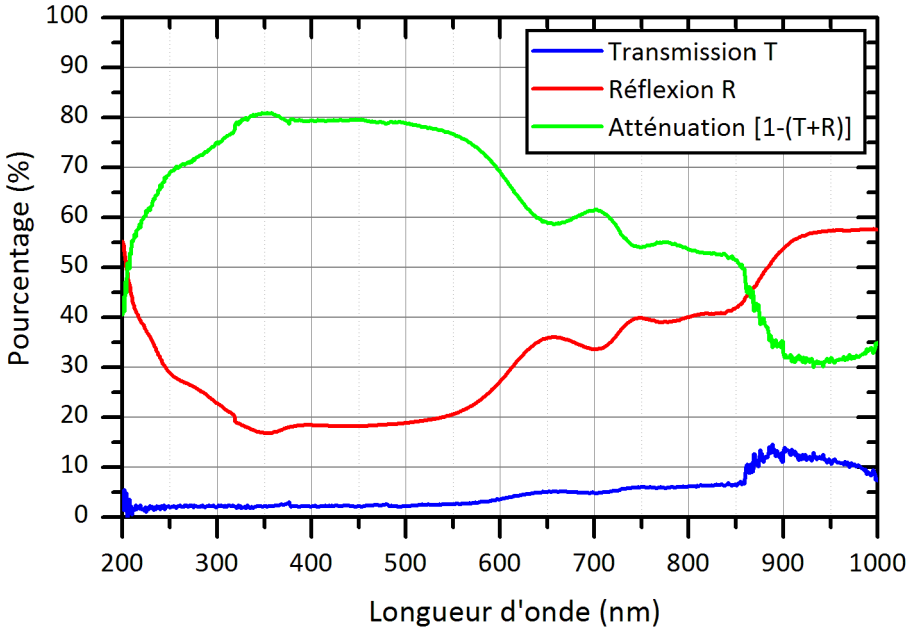


Figure 1.19 – Graphique de transmission / réflexion réalisé par spectrométrie UV-Visible-IR du PZT étudié. A 780 nm, les coefficients d'atténuation et de réflexion sont proches.

très faible. Ces équations sont liées les unes aux autres par :

$$\varepsilon_1 = \eta^2 - k^2 \ , \tag{1.41}$$

$$\varepsilon_2 = 2\eta k \ . \tag{1.42}$$

Les coefficients de Fresnel r et t interviennent dans la description des phénomènes de réflexion-transmission des ondes électromagnétiques à l'interface avec un milieu en se basant sur les principes de réfraction de Snell-Descartes :

$$r = \frac{E_r}{E_i} \ \text{ et } \ t = \frac{E_t}{E_i} \ , \tag{1.43}$$

où E_i E_r et E_t sont respectivement les amplitudes de l'onde incidente, réfléchie et transmise. Dans notre étude, le faisceau laser se propage dans l'air et est toujours en incidence normale par rapport à la cible. Il est donc possible d'en déduire deux relations particulières de réflexion/transmission en intensité :

$$R = |r|^2 = \frac{(\eta - 1)^2 + k^2}{(\eta + 1)^2 + k^2} \ \text{ et } \ T = |t|^2 = \frac{4\eta}{(\eta + 1)^2 + k^2} \ . \tag{1.44}$$

La puissance moyenne par unité de volume dissipée par effet Joule dans le matériau s'exprime en fonction du champ électrique transmis E_t et de la conductivité électrique σ du matériau par :

$$P = Re(\sigma)|E_t|^2 = \varepsilon_0 \omega_0 \varepsilon_2 |E_t|^2 = 2\eta k \varepsilon_0 \omega_0 |E_t|^2 \ , \tag{1.45}$$

avec ε_0 et ω_0 respectivement la permittivités du vide (8.8542×10^{-12} $\mathrm{m^{-3}kg^{-1}s^4}$) et la pulsation de l'onde. Notons que σ est également un nombre complexe dont seule la partie réelle intervient ici. $|E_t|^2$ est proportionnel à $|E_i|^2$ par le coefficient de transmission T et

décroît avec la propagation dans le matériau d'après la loi de Beer-Lambert (1.36). $|E_i|^2$ est proportionnel à l'intensité laser I selon :

$$|E_i|^2 = \frac{2I}{c\varepsilon_0} \ . \tag{1.46}$$

La distribution radiale de I à l'interface avec le matériau est connue comme étant de forme gaussienne et donnée par l'éq. (1.21). Enfin le coefficient d'absorption définit dans l'éq. (1.36) s'exprime en fonction de k et est dépendant de la longueur d'onde λ, tout comme la longueur de peau δ, selon :

$$\alpha = \frac{4\pi k}{\lambda} \quad \text{et} \quad \delta = \frac{\lambda}{2\pi k} \ . \tag{1.47}$$

Finalement, nous pouvons simuler la pénétration optique dans le PZT en fonction de son indice de réfraction η et de son coefficient d'extinction k et à partir de conditions initiales sur le faisceau telles que sa dimension et son intensité crête.

$$\begin{aligned} P(r,z) &= 2\eta k\varepsilon_0\omega_0 T|E_i(r)|^2 e^{-\Gamma z} && (1.48)\\ &= 2\eta k\varepsilon_0\omega_0 \times \frac{4\eta}{(\eta+1)^2+k^2} \times \frac{2I(r)}{c\varepsilon_0} \times e^{-\alpha z} && (1.49)\\ &= CI_{\text{crête},z_0} e^{-2\frac{r^2}{\omega^2(z_0)}} e^{-2z/\delta} \ , && (1.50) \end{aligned}$$

avec $C = \dfrac{16\eta^2 k\omega_0}{c[(\eta+1)^2+k^2]}$ et $I_{\text{crête},z_0} = \dfrac{P_{moy}}{\Delta\nu \ \tau_{FWHM} \ \pi\omega^2(z_0)}$.

$\omega(z_0)$ est le rayon du faisceau laser à l'interface air-matériau tandis que ω_0 est la pulsation de la radiation. η et k sont déduits des permittivités ε_1 et ε_2 simulées dans l'étude [112] et sont estimées respectivement à 6.015 et 0.075 $\text{m}^{-3}\text{kg}^{-1}\text{s}^4$. Les conditions initiales laser sont : $\lambda = 780$ nm, FWHM=150 fs, $\Delta\nu = 5$ kHz, $P_{moy} = 500$ mW, $\omega(z_0) = 10$ µm. La variation d'intensité résultante est présentée Fig. 1.20 ainsi que les résultats obtenus sur le nickel, le cuivre et le silicium à titre de comparaison.

Comme attendu, la pénétration optique du PZT est supérieure à celle des métaux qui oscille autour de la dizaine de nanomètres. Il faut cependant garder à l'esprit que cette simulation prend en considération une absorption linéaire de la radiation, ce qui peut être relativement différent en régime ultra-court. Également, la valeur du coefficient d'extinction est largement approximée graphiquement alors que sa fluctuation influence beaucoup les propriétés de pénétration. Cette simulation nous permet néanmoins d'aborder les échelles de profondeur d'absorption optique en fonction du matériau irradié à la longueur d'onde λ d'étude. La diffusion de chaleur à partir de cette surface engendre enfin une zone affectée thermiquement qui, bien que fortement réduite par laser femtoseconde, reste visible sous fort grossissement et potentiellement problématique pour un usinage de qualité.

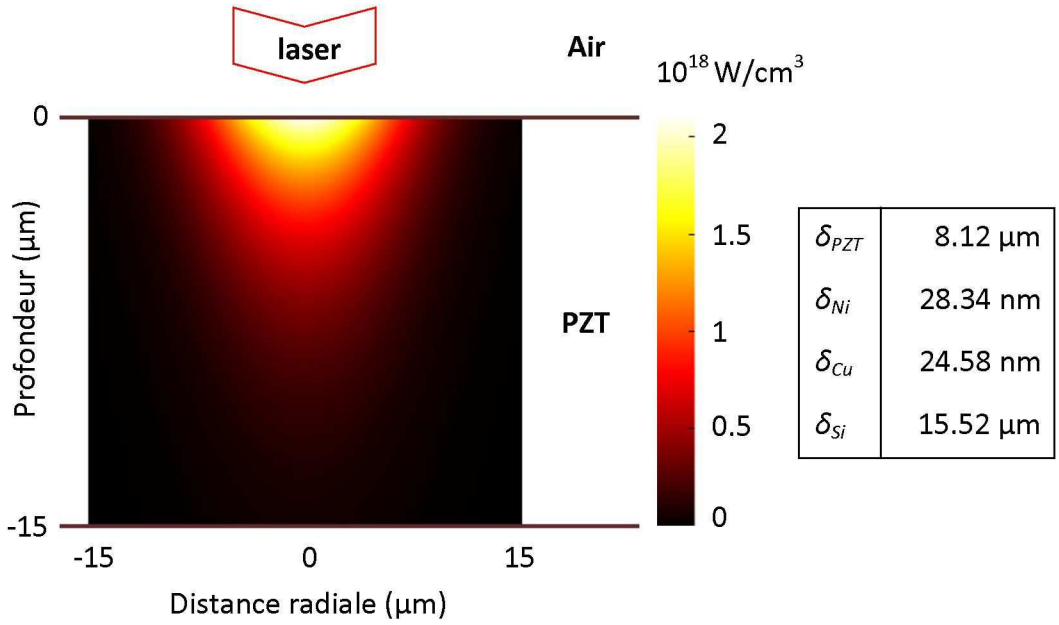


Figure 1.20 – Simulation de la pénétration optique dans le PZT d'étude. Paramètres lasers : $\lambda = 780$ nm, FWHM=150 fs, $\Delta\nu = 5$ kHz, $P_{moy} = 500$ mW, $\omega(z_0) = 10$ µm. Un comparatif avec les longueurs de peau obtenues sur d'autres matériaux est également proposé.

1.4 Conclusion partielle

Chaque matériau et chaque besoin peut trouver une technologie de micro usinage adaptée. Un matériau non friable et non fragile pourra aisément être usiné par des méthodes abrasives comme la scie mécanique, le jet d'eau, le sablage ou l'ultrason tandis qu'un matériau conducteur pourra être attaqué par l'électro-érosion. L'attaque chimique nécessite de bien connaître la composition chimique du matériau alors que le procédé laser réclame la connaissance de ses propriétés optiques. Ces solutions sont perpétuellement soumises à amélioration en termes de qualité, précision, vitesse... et tendent à devenir plus polyvalentes avec le temps. Des tests combinant certaines d'entre elles permettent de neutraliser leurs principaux défauts au détriment de leur complexification. D'autres n'ont pas encore révélées toutes leurs possibilités. C'est le cas en particulier des lasers qui, bien que récents, ouvrent sans cesse de nouveaux champs d'investigations. Les durées d'impulsions ultra-courtes constituent une des perspectives de micro-usinage concurrentielles.

Ces technologies sont basées sur des lasers conventionnels dont certaines propriétés ont été exploitées et retravaillées en vue d'en tirer de meilleures performances. La cavité résonante dans laquelle s'effectue l'amplification laser voit apparaître des obturateurs dont les objectifs sont de générer des impulsions d'intensité plus élevée qu'en mode continu. Bien utilisés, ils permettent également de réduire les durées d'impulsion sur des échelles temporelles infimes grâce au Mode locking, et amplifiées par la suite par Chirping. Les lasers émettent des ondes électromagnétiques gaussiennes ayant des propriétés de propagation légèrement différentes de celles connues en optique géométrique. Il est donc nécessaire de bien connaître les lois associées afin de pouvoir anticiper au mieux les concentrations d'énergie après focalisation. En particulier, la disposition de diaphragmes sur le trajet, placés dans le but d'améliorer l'allure du faisceau, peut avoir des effets diffractifs très importants et donc modifier la distribution d'énergie au plan d'usinage.

L'interaction laser-matière dans ce régime offre de nombreux avantages : ablation de tout type de matériau, zone affectée thermiquement minimale, amélioration de la vitesse d'ablation et réduction des seuils de réaction. Comparativement aux autres lasers, les impulsions ultra-courtes sont finalement particulièrement adaptées pour le micro usinage en minimisant les effets notoires sur des échelles micrométriques tout en améliorant l'efficacité de l'interaction.

Les lasers sont des techniques dont l'efficacité dépend des propriétés optiques du matériau cible. Les céramiques PZT sont des matériaux diélectriques polycristallins, fabriqués industriellement afin d'exploiter leurs propriétés ferroélectriques. D'après leur structure de bande, l'absorption multiphotonique permise par la dynamique non linéaire de ce régime d'interaction semble être le mécanisme prépondérant de l'absorption. La pénétration optique à la longueur d'onde d'étude est estimée à une dizaine de µm alors que la diffusion de la chaleur est considérée comme inférieure au micromètre suite à l'ablation ultra-brève.

Alors que le contexte des travaux, les caractéristiques du laser et les propriétés du matériau ont été clairement identifiés, nous pouvons aborder la problématique ainsi que les conditions expérimentales spécifiques à l'étude.

CHAPITRE 2

Contexte et paramétrisation des usinages

Quel est l'objectif de l'étude ? Que cherche-t-on à optimiser et par quels moyens ? Telles sont les quelques questions auxquelles il nous est tout d'abord nécessaire de répondre. La définition préliminaire du contexte des travaux rend plus efficace la démarche d'optimisation en conjuguant modification d'un paramètre et caractérisation associée. Il en résulte également une plus grande maîtrise de par la connaissance fine des facteurs, contrôlés ou non, impactant sur la reproductibilité du procédé. La définition claire des caractéristiques de l'interaction permet enfin d'identifier mais également d'anticiper de manière plus efficace les plages d'usinage à analyser.

Dans ce chapitre, nous nous intéressons aux attentes vis à vis de la découpe de PZT par laser ultra-bref ainsi qu'aux moyens de contrôle des usinages. Nous discutons des seuils et taux d'ablation du PZT grâce à des modèles déterministes dans ce régime d'impulsions, tout en soulignant dans un état de l'art l'ambiguïté de leur définition. Enfin, nous décrivons les moyens mis à disposition et les outils développés pour la caractérisation des qualités de coupe. L'exploitation de ces méthodes pour l'optimisation sera traitée dans le chapitre suivant, ce qui nous permettra d'insister davantage sur l'influence globale de chaque paramètre d'usinage plutôt que sur les résultats propres à chaque technique.

2.1 Problématique industrielle d'usinage

La céramique industrielle PZT joue un rôle clé dans le fonctionnement du Quapason qui constitue un des gyrosocopes proposés dans la gamme de produits de Sagem Défense et Sécurité (Fig. 2.1(b)). Elle se présente sous la forme d'un wafer de 40 mm de côté et de 170 µm d'épaisseur. Ses surfaces sont recouvertes de couches conductrices en nickel-phosphore (NiP) d'environ 5 µm pour l'emploi et la mesure des tensions résultantes des principes de piézoélectricité. N éléments rectangulaires de 1.25 mm × 2.5 mm doivent y être découpés de manière identique et selon les critères suivants :

- Dispersions autorisées de 2 µm dans la longueur et 1 µm dans la largeur ;
- Un minimum de 320 lames doit résulter de la découpe complète d'un wafer ;
- Le procédé doit être compatible avec une cadence de plusieurs dizaines de wafers par mois ;

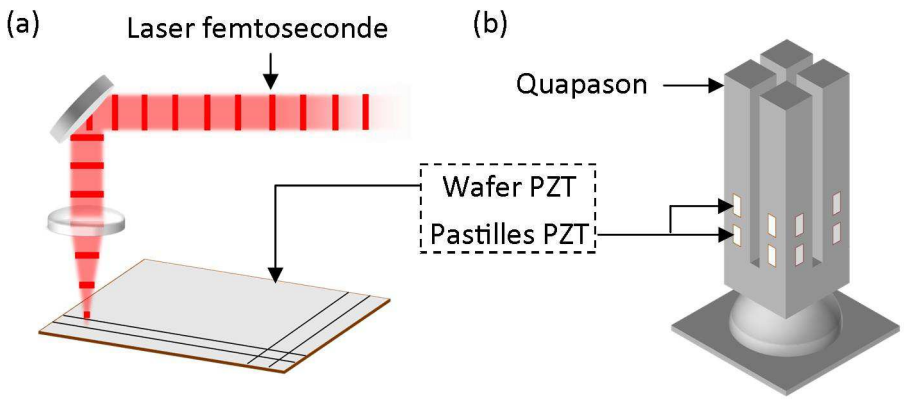


Figure 2.1 – Contexte de l'étude. (a) Principe simplifié de l'usinage laser d'un wafer de PZT. (b) Lames PZT découpées disposées sur le produit final de Sagem.

- Absence de fentes, fissures ou d'écaillages sur les flancs ;
- Absence d'éclats, de rayures et de changements de couleur du revêtement ;
- Conicité des flancs inférieure à 15°.

Ces critères démontrent clairement que l'optimisation devra jouer à la fois sur la vitesse des usinages, leur qualité, leur reproductibilité et leur rentabilité. Afin d'éviter le mouvement des lames une fois découpées, les wafers de PZT sont au préalable collés sur un support en silicium de 800 µm d'épaisseur.

Jusqu'à ce jour, les découpes étaient réalisées par une scie mécanique de 100 µm de large et usinant en 1 passage une profondeur de 600 µm aux vitesses de translation-rotation respectivement de 2 mm/s et 30000 tours/min. Plusieurs problèmes sont apparus à la suite de ces découpes : l'abrasion à l'origine de l'ablation engendrait suffisamment de contraintes pour provoquer des amorces de fissures et un décollement du revêtement de NiP. Des essais parallèles ont alors été entrepris en vue de trouver une méthode de découpe plus à même de satisfaire à la fragilité inhérente au matériau. Il en vint le choix de se porter sur une technologie non abrasive, le laser, et en particulier dans un régime d'impulsions où les effets thermiques sont grandement limités, la gamme femtoseconde (Fig. 2.1(a)). Néanmoins, l'absence d'optimisation a permis de constater que ces lasers pouvaient engendrer des résultats très contrastés : parmi les défauts recensés, nous distinguons des irrégularités des tranches (Fig. 2.2(a)), un fort dépôt de matière (Fig. 2.2(b)), un écaillage de la surface d'entrée (Fig. 2.2(c)) ou des flancs (Fig. 2.2(d)) des suites de la propagation de fissures trop importantes. Ainsi, une étude plus approfondie a été sollicitée afin de mieux comprendre les caractéristiques de l'interaction et de définir des plages de paramètres adaptés répondant aux exigences définies plus haut.

Nous ne retrouvons que très peu d'études d'usinage laser sur PZT dans la littérature, et en particulier pour des durées d'impulsions ultra-brèves. Les quelques travaux publiés traitent essentiellement de l'interaction avec des lasers à excimères (ArF, 193 nm à 20 ns [54], KrF, 248 nm à 30 ns [113]) ou UV (Nd :YAG triplé, 355 nm à 60 ns [52]). Seuls Uppal *et al.* ont proposé une étude avec un laser proche de celui utilisé dans le cadre de nos travaux et dont un des objectifs était de déterminer le seuil d'ablation du PZT pour la découpe de roues micrométriques [114].

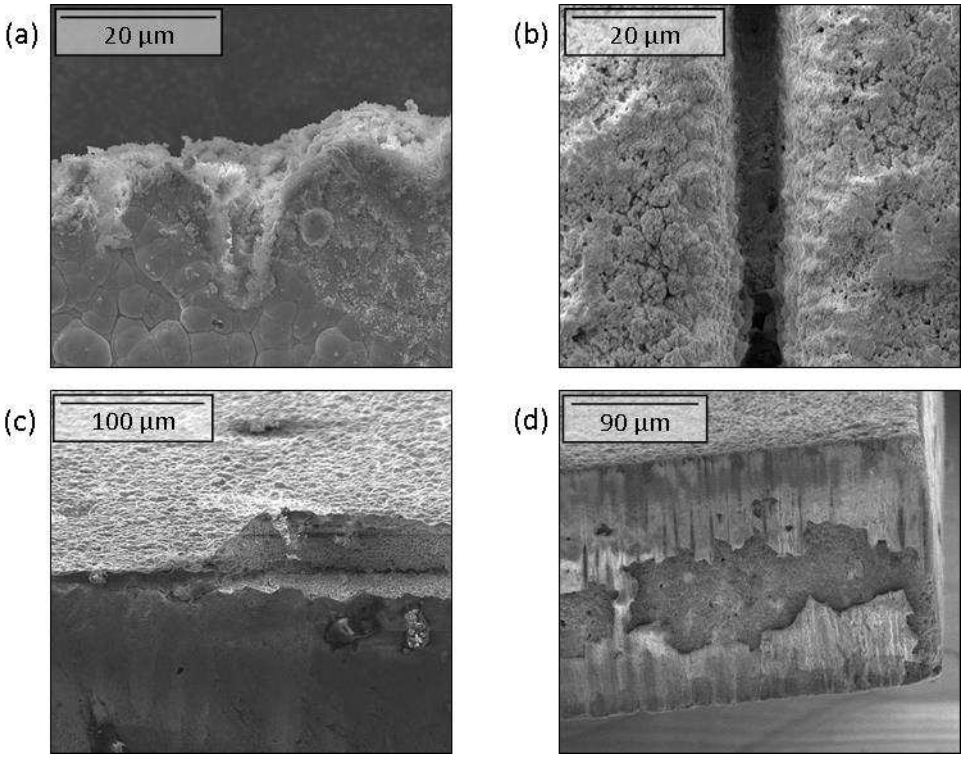


Figure 2.2 – Observations MEB des principaux défauts rencontrés par usinage laser. (a) Vue de dessus d'un usinage laser aux bords de coupe irréguliers. (b) Vue de dessus d'une rainure laser ayant engendrée de forts dépôts en surface. (c) Vue de coté d'une découpe laser avec soulèvement de la couche NiP. (d) Flanc de découpe laser avec un fort écaillage des bords.

2.2 Banc d'usinage laser et caractérisation in-situ

Le laser industriel *Bright* de chez *Thalès* émet des trains d'impulsions de 150 fs de durée à une cadence de 5 kHz. La longueur d'onde d'émission est de 780 nm et le mode dominant est le TEM_{00} gaussien. Il délivre une puissance moyenne entre 1.5 et 2 W non modifiable, soit une énergie de 0.2 mJ par impulsion.

La plateforme sur laquelle les études ont été réalisées est composée de plusieurs stations de travail prototypes designées dans la modularité afin de répondre à des demandes à la fois scientifiques et industrielles. Le faisceau peut y être démultiplié et son trajet jusqu'à l'usinage est éventuellement entrecoupé de miroirs flip-flop FF_i (miroirs rabattables) et de lames dichroïques LD_i (lames de réflexion ou transmission en fonction de la longueur d'onde) utilisés pour le contrôle du procédé (Fig. 2.3).

Parmi les stations disponibles, celle employée dans cette étude présente un portique permettant de rendre le faisceau vertical pour l'usinage. Le matériau à usiner est positionné sur des platines de translation xyz *Schneeberger* d'une répétabilité de 1 µm pour des vitesses maximales de 20 mm/s (Fig. 2.4(a)). Une seconde platine de translation *Aerotech* employée pour le nano-usinage est également disponible sur une deuxième station avec une répétabilité bien supérieure de 50 nm pour des vitesses maximales de 33 mm/s. Deux méthodes d'usinage peuvent être employées sur la première station : soit le faisceau est dirigé sur un doublet achromatique et le matériau est déplacé par translation des platines ; soit le faisceau est dirigé dans un scanner (*Scanlab*, 1 m/s de vitesse maximale, focales de 88 mm ou 160 mm) qui prend en charge les déplacements du faisceau tandis que le matériau reste statique. Il a été choisi dans cette étude de travailler davantage sur

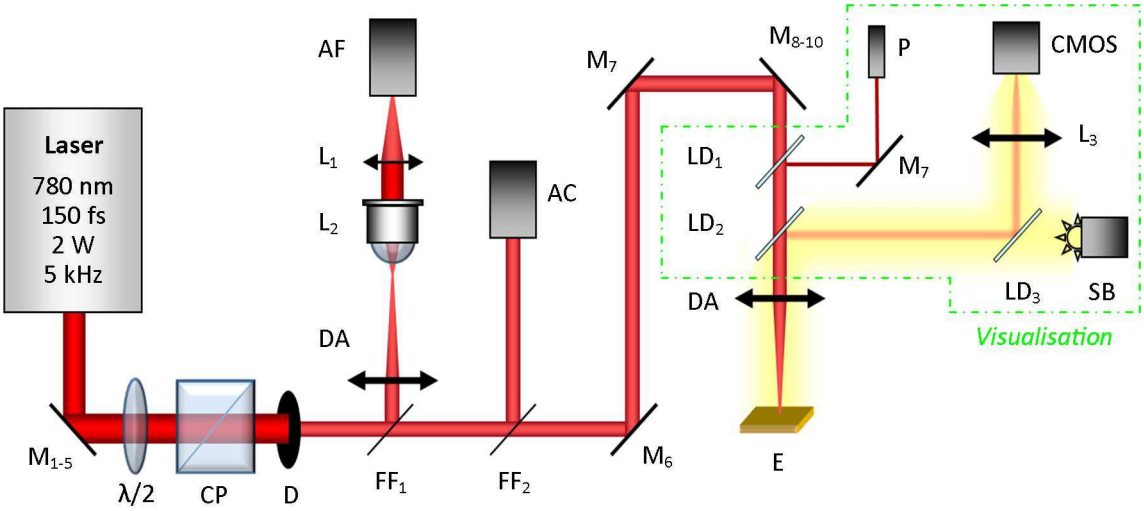


Figure 2.3 – Plan d'expérience simplifié. M_i : Miroirs. M_{i-j} abrège les distances entre miroirs ; $\lambda/2$: lame demi-onde ; CP : Cube polarisant ; D : Diaphragme ; FF_i : Miroirs flip-flop ; DA : Doublet achromatique d'usinage ; L_i : Lentilles convergentes ; AF : Analyseur de faisceau ; AC : Autocorrélateur ; LD_i : Lames dichroïques ; P : Pointeur laser ; $CMOS$: Caméra ; SB : Source en lumière blanche ; E : Echantillon à usiner.

les platines de translation de par la plus grande flexibilité des paramètres de focalisation analysables dans le cadre d'une optimisation.

2.2.1 Gestion de la puissance

Le laser émettant une puissance constante, sa gestion au niveau de l'échantillon doit être réalisée par un module extérieur, composé ici du couple $\lambda/2 - CP$ indiqué Fig. 2.3. Grâce aux propriétés de biréfringence des matériaux les composant, la lame demi-onde permet de contrôler la rotation de la polarisation rectiligne du faisceau tandis que le cube polariseur projette cette dernière sur deux axes orthogonaux, un premier transmettant le signal et le second le réfléchissant.

2.2.2 Durée d'impulsion

La durée des impulsions est mesurée par un autocorrélateur (AC) *pulseCheck* de chez *APE*. Sa résolution est inférieure à 1 fs et peut mesurer des impulsions allant de 150 fs à 15 ps. Pour mesurer de telles durées, ce système utilise les principes d'un interféromètre de Michelson : le faisceau est divisé en deux puis focalisé dans un cristal non linéaire avec la même polarisation. L'autocorrélation est obtenue par mesure de la puissance moyenne du signal doublé en fréquence. Ce dernier est maximal quand les deux impulsions génèrent des interférences constructives. L'amplitude totale du champ électrique est alors doublée par rapport à une unique impulsion, soit quadruplée en terme d'intensité, et enfin $\times 16$ après le doublage de fréquence. Par opposition, lorsque la différence de marche est trop importante et que les interférences disparaissent, l'intensité après le doublage de fréquence ne sera que de $\times 8$. La variation de ces amplitudes permet finalement de définir les limites de la durée de l'impulsion.

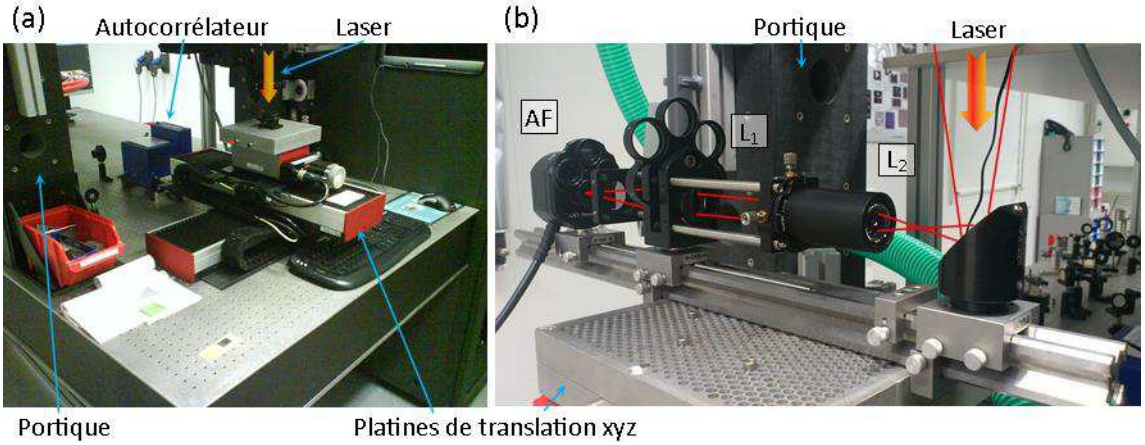


Figure 2.4 – Photographies : (a) Platines de translation *xyz Schneeberger*. Le portique à proximité permet d'amener le faisceau verticalement jusqu'à l'échantillon ; (b) Banc d'analyse de faisceau positionné sur les platines.

2.2.3 Analyse spatiale de faisceau

L'analyse spatiale permet de déterminer les principales caractéristiques du faisceau : forme, dimension, propriétés de propagation. Elle peut être réalisée en deux temps, à savoir avant et après focalisation. La plus courante se situe après la focalisation car elle mesure la valeur exacte de la taille du faisceau et sa forme au niveau du plan d'usinage. Pour cela, un banc d'analyse a été développé exclusivement à cet effet en vue d'être déplaçable sur chacune des stations de travail. Ce banc est représenté schématiquement Fig. 2.3 par l'ensemble $[L_2 - L_1 - AF]$ et en photographie sur la Fig. 2.4(b). L'analyseur de faisceau (AF) est une caméra *Newport LPB Series* dédiée à ce genre d'analyse et constituée d'un capteur CCD de 720×576 pixels de dimensions 9.0515 × 8.3 µm. La taille relativement large de ces pixels implique une faible résolution au niveau du plan focal où les dimensions ne dépassent généralement pas quelques dizaines de microns. Un grossissement est dès lors nécessaire, satisfait par le couple $(L_2 - L_1)$: L_2 est une lentille boule de distance focale très courte tandis que L_1 est une lentille convergente de 100 mm. L'ensemble équivaut à un grossissement de ×4.5 à ×5 dans les conditions normales d'utilisation et est remesuré à chaque expérience, les optiques étant sujettes à de possibles déplacements sur le banc. Une comparaison relative des translations entre la réalité des platines et l'observation sur le capteur permet une estimation simple et rapide de ce grossissement. Une variation de la position du capteur autour du plan focal permet d'observer l'élargissement de la taille du faisceau d'après l'éq. (1.18) moyennant l'intégration du M^2 introduit par (1.27). Une régression polynomiale du second degré associe les diverses constantes :

$$\omega(z)^2 = \frac{\omega_0^2}{z_R^2}(z - z_0)^2 + \omega_0^2 \,, \tag{2.1}$$

$$[2\omega(z)]^2 = \left(\frac{2\omega_0 M^2 \lambda}{\pi\omega_0^2}\right)^2 z^2 - 2z_0 \left(\frac{2\omega_0 M^2 \lambda}{\pi\omega_0^2}\right)^2 z + \left[(2\omega_0)^2 + \left(\frac{2\omega_0 M^2 \lambda z_0}{\pi\omega_0^2}\right)^2\right] \tag{2.2}$$

$$= az^2 + bz + c \,. \tag{2.3}$$

Nous pouvons déduire de cet ajustement et de sa dérivée les caractéristiques principales du faisceau connaissant (1.26) :

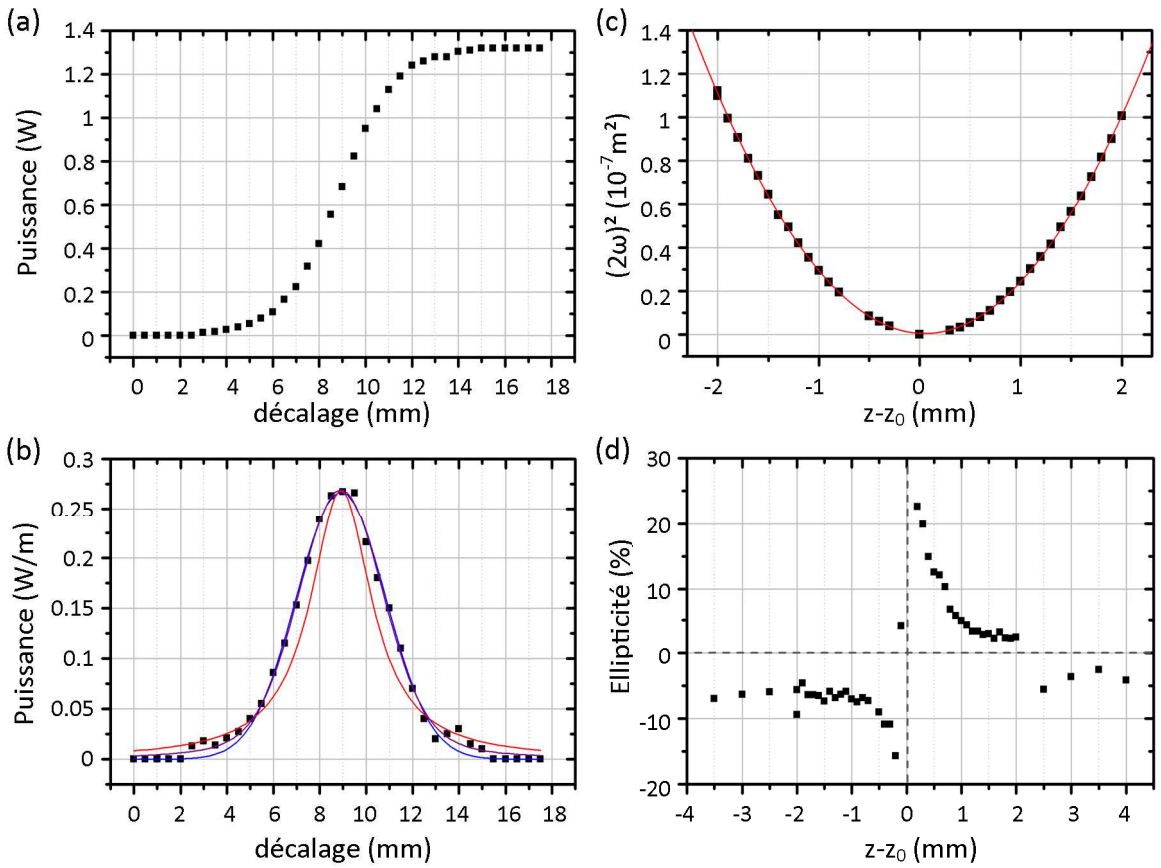


Figure 2.5 – Résultats d'analyse de faisceau à la sortie du laser (graphiques (a) (b), au 08/2010) et après focalisation (graphiques (c) (d) au 06/2011). (a) Variation de la puissance transmise au détecteur en fonction du décalage du cache par la méthode dite *du couteau*. (b) Dérivée de la courbe (a) associée à 3 fonctions d'ajustement : Gaussienne en bleu, Lorentzienne en rouge, de Voigt en violet. (c) Tracé du diamètre de faisceau au carré autour du plan focal en z_0 d'une lentille de 50 mm et régression polynomiale équivalente. (d) Évolution de l'ellipticité du faisceau autour du plan focal pour cette même lentille.

$$\theta_{\text{réel}} = \sqrt{a} \qquad z_0 = -\frac{b}{2a} \qquad M^2 = \frac{\pi\theta_{\text{réel}}\omega_{\text{réel}}}{2\lambda} \ .$$

La Fig. 2.5(c) montre les résultats de diamètres de faisceau obtenus après focalisation d'une lentille de 50 mm ainsi que la régression associée. Le M^2 étant indépendant de la focalisation contrairement à θ, nous ne donnerons que la valeur déduite pour ce premier qui est d'environ 1.3. Celui-ci peut aisément fluctuer en fonction des conditions environnementales ou des interventions de maintenance, impliquant une divergence plus ou moins prononcée au cours de la propagation. La taille du faisceau à l'entrée du doublet achromatique de focalisation pourra dès lors être différente, ce qui aura pour conséquence un changement de la tache focale au niveau de l'échantillon, approximé par l'éq. (1.33).

L'ellipticité tracée Fig. 2.5(d) est donnée par la différence entre le waist (ou diamètre) mesuré entre une direction et sa perpendiculaire selon l'équation :

$$E(z) = 100 \times \left[1 - \frac{\omega_{Hor.}(z)}{\omega_{Vert.}(z)}\right] \ . \tag{2.4}$$

Nous remarquons que le faisceau présente une ellipticité constante d'environ -5% loin du plan focal, se déforme fortement à proximité et est quasiment circulaire en ce plan.

Pour des analyses spatiales en sortie de laser non focalisé, les dimensions de la caméra sont trop petites pour contenir l'intégralité du faisceau. Une seconde méthode, dite *du couteau*, est préférentiellement employée. Elle consiste à écranter progressivement et transversalement à l'axe de propagation le faisceau au cours d'une mesure de puissance. En fonction de la position du cache, la photodiode ne verra que partiellement le faisceau, d'où une baisse des valeurs de mesures, comme illustrée Fig. 2.5(a). La puissance moyenne mesurée n'est autre que l'intégrale de la forme gaussienne, il suffit donc de dériver la courbe obtenue pour trouver la forme et les dimensions du faisceau. La Fig. 2.5(b) résulte de la dérivation de la Fig. 2.5(a). Le diamètre du faisceau en $1/e^2$ est d'environ 7 mm et révèle de légers défauts de bords probablement dus à des effets diffractifs. Il a donc été décidé d'utiliser un diaphragme de 7 mm afin de limiter ces défauts. Bien que le ratio défini par Belland *et al.* soit ici de 1, il n'est pas constaté de perturbations notables au plan focal qui tend toujours vers une forme gaussienne.

Ces mesures permettent de conclure qu'il est essentiel pour un procédé laser répétable de bien connaître les propriétés du faisceau au minimum au niveau du plan d'usinage qui peut être largement modifié en fonction d'une fluctuation du M^2, de la qualité du faisceau en sortie du laser, ou de problèmes d'astigmatisme à l'origine de l'ellipticité.

2.2.4 Visualisation de la zone d'usinage

La visualisation de la zone d'intérêt est permise par l'ensemble des éléments situé dans l'encadré de la Fig. 2.3. Elle comprend une diode laser P servant de pointeur de premier réglage et émettant dans le rouge visible. Elle est assistée d'une caméra CMOS monochrome *Thorlabs* faisant l'image de la zone d'impact au niveau du plan focal par la lentille L_3. L'ensemble est éclairé par une source blanche SB non collimatée.

Le positionnement de l'échantillon au niveau du plan focal laser peut finalement être obtenu de deux manières. Soit nous nous fions à l'élargissement du faisceau autour du plan focal comme décrit par la courbe 2.5(c) et usinons un matériau test permettant de détecter l'impact de plus faible diamètre. Soit nous nous basons sur la netteté de la caméra de visualisation positionnée de sorte que le contraste soit optimal au plan focal. Dans nos travaux, la première méthode à été préférentiellement exploitée. L'image de l'usinage est reproduite sur un matériau test nous permettant d'avoir une vérification supplémentaire de la forme de l'impact et pouvant légèrement différer de la forme du faisceau enregistrée au préalable. Aussi, le champ de netteté de la caméra lors de l'utilisation d'une longue focale est trop important de sorte que l'estimation du positionnement du plan focal est nettement moins précise.

2.3 Paramétrisation de l'usinage laser

Les caractéristiques de l'interaction entre le laser femtoseconde et la céramique PZT peuvent être regroupées en 3 critères principaux : la fluence seuil, le taux d'ablation et le facteur d'incubation. Ils traduisent à une longueur d'onde, une durée d'impulsion et une cadence données, l'évolution des dimensions et des vitesses d'usinage en fonction des paramètres principaux d'influence, à savoir la densité d'énergie, le nombre d'impulsions ou la forme de faisceau. Pour un procédé, leur connaissance est essentielle car ils permettent de justifier des paramètres d'ablation choisis et d'anticiper les temps de procédé.

Cependant, nous verrons dans cette section que leur définition n'est pas toujours claire et peut donc engendrer des erreurs d'interprétation.

2.3.1 Seuils d'usinage et phénomènes associés

État de l'art et définitions

Le procédé laser étant un procédé radiatif, il est évident d'affirmer qu'aucune modification ne sera engendrée sur un matériau irradié tant que la densité d'énergie au point d'impact sera trop faible. A mesure que celle-ci est augmentée, la matière franchit différents seuils critiques dont chacun trouve un panel varié d'applications industrielles. Bien que ces seuils n'existent pas pour tous types de matériau du fait de différences structurelles, nombre d'entre eux restent universels et peuvent être obtenus grâce à la forme gaussienne du faisceau comprenant différents niveaux de fluence. C'est ce que constatèrent Bonse *et al.* dans leur étude sur la réactivité du silicium avec des impulsions femtosecondes et sur laquelle nous baserons notre état de l'art [69].

Nettoyage. Le seuil de plus faible fluence considéré est le seuil de nettoyage, résultant de l'effet photomécanique que l'onde de choc liée au plasma crée au voisinage de la surface. Les particules peu adhérentes sont alors expulsées ou repoussées à proximité de la zone d'impact comme le prouve le positionnement des débris d'usinage d'aluminium des travaux de Yang *et al.* [102].

Marquage. A plus forte fluence, le matériau subit un endommagement irréversible de sa structure. Sur le silicium, l'amorphisation est définie comme le seuil à partir duquel l'élévation de température est suffisante pour générer la fonte du matériau mais trop faible de sorte que la vitesse de refroidissement ne permettent pas sa recristallisation. Le matériau est alors dans un état amorphe. Le seuil de recristallisation peut être néanmoins atteint en augmentant davantage la fluence. Ces deux seuils sont rarement distingués sur d'autres matériaux probablement dû à des mécanismes d'interaction différents. Néanmoins, nous distinguons toujours un seuil de marquage où la matière est modifiée sans pour autant qu'il y ait d'ablation prononcée.

A ces densités, le phénomène le plus relaté dans la littérature est sans nul doute celui des nanostructures auto-organisées périodiques couramment appelées "*Laser Induced Periodic Surface Structures*" (LIPSS) ou ripples et illustrées sur inox et PZT Fig. 2.6 [115]. Favorisées par des durées d'impulsions courtes, elles présentent des propriétés très singulières comme leur apparition sur la grande majorité des matériaux usinés, une orientation dépendante de la polarisation incidente ou encore une périodicité variable en fonction des paramètres du faisceau. Citons par exemple les travaux de Wang *et al.* qui recensèrent de tels motifs sur des métaux comme le cuivre, l'argent et l'or à partir d'impulsions de 60 fs à 800 nm ou encore Dusser *et al.* qui exploitèrent leurs propriétés diffractives en colorimétrie [116–118]. Sur semi-conducteurs et diélectriques, nous citerons également Borowiec *et al.* ainsi que Costache *et al.* pour leurs fortes contributions à l'étude de telles structures [119–121].

Nous verrons plus tard dans ce manuscrit que ces ripples pourront être exploités comme marqueurs de qualité, témoins d'usinages à basse fluence dans le contexte de la découpe des céramiques PZT.

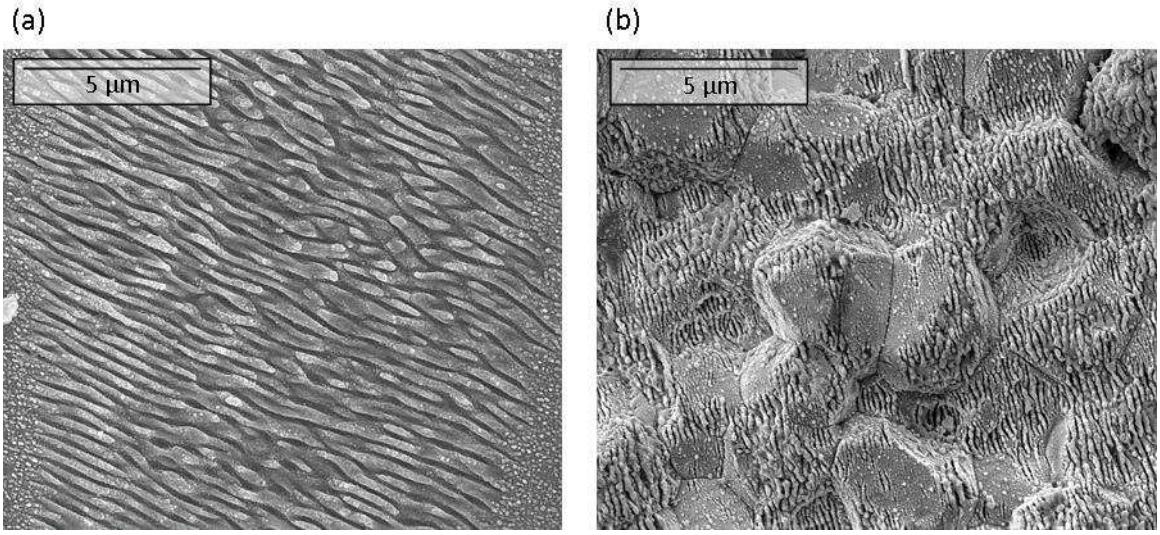


Figure 2.6 – Nanostructurations de surface "*ripples*" ou "*Laser Induced Periodic Surface Structures*" (LIPSS). (a) Sur Inox 316L. (b) Amorces sur le PZT d'étude.

Ablation. Le dernier seuil qui nous intéresse tout particulièrement est le seuil d'ablation, à partir duquel la fluence est suffisamment importante pour éjecter la matière. Plusieurs méthodes de détermination ont cependant été reportées dans la littérature, ce pourquoi des résultats différents peuvent apparaître pour des matériaux similaires. De plus, l'ablation étant au préalable précédée des seuils que nous venons d'énumérer, il est bien souvent difficile de définir une valeur clairement identifiée.

En 1982, Liu *et al.* interpolèrent pour la première fois un seuil d'ablation qu'ils identifièrent comme l'énergie à l'origine d'un diamètre nul à partir de la régression du diamètre d'ablation au carré en fonction du logarithme de l'énergie sur des faisceaux gaussiens [122]. Jee *et al.* introduisirent en 1988 une méthode innovante statistique basée sur la probabilité d'obtenir une surface endommagée [123, 124]. 2 seuils en furent déduits : le premier de probabilité nulle où aucun endommagement n'est constaté ; le second de probabilité égale à 1 où l'intégralité des impacts était visible. Une plage d'environ 1 J/cm^2 sépare ces deux seuils, témoignant de la grande incertitude de leur détermination et des disparités obtenues entre les différentes techniques. Plus tard, Kautek *et al.* observèrent la formation de speckle résultant de la transmission / réflexion d'un laser He-Ne focalisé dans la zone d'interaction [101] alors que Lenzner *et al.* proposèrent un seuil à partir duquel un volume de retrait de matière pouvait être mesuré [125]. Rosenfeld *et al.* exploitèrent quant à eux les propriétés de diffusion de la matière en milieu transparent pour visualiser les premiers endommagements de surface après irradiation laser [126]. Hashida *et al.* conclurent des courbes de taux d'ablation que plusieurs seuils étaient identifiables en considérant les effets de l'absorption multiphotonique [127]. Cette méthode fut enfin largement reprise et simplifiée à une unique extrapolation à basse fluence sur les métaux où l'absorption est linéaire [104].

Méthodologie employée et résultats

Le choix d'estimation du seuil d'ablation du PZT avec le laser d'étude s'est porté sur la méthode de Liu pour plusieurs raisons :

– Elle s'appuie sur les propriétés gaussiennes du faisceau et est donc indépendante de

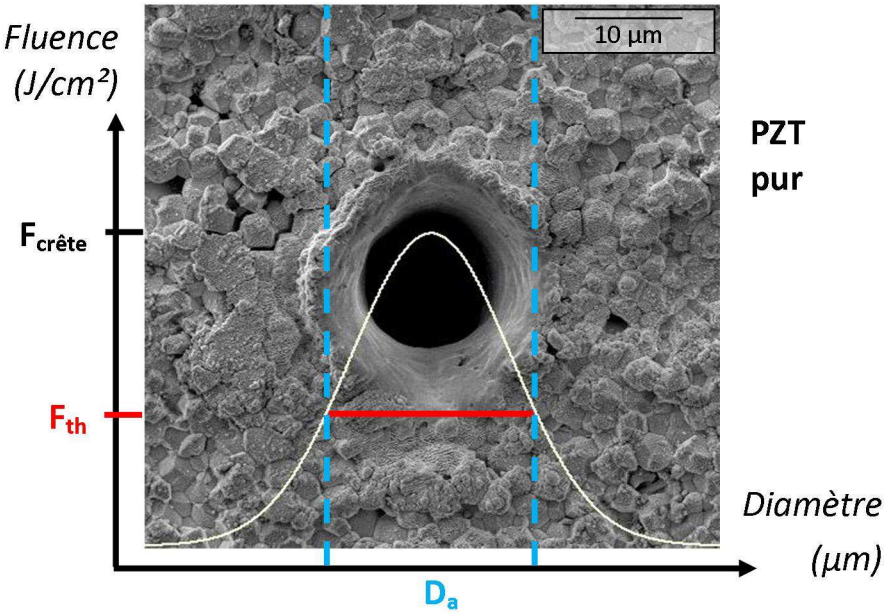


Figure 2.7 – Impact laser sur le PZT d'étude. La forme gaussienne théorique du faisceau y est représentée ainsi que les paramètres de fluence crête $F_{\text{crête}}$, fluence seuil d'ablation F_{th} et diamètre d'ablation D_a.

l'éventuelle évolution de la réaction du matériau ;
- Elle est largement utilisée dans la littérature sur tout type de matériaux et sous hypothèse d'une réponse quasi-linéaire à l'irradiation : métaux [128–131], semi-conducteurs [132–134], diélectriques [114, 135–137].

Nous rappelons tout d'abord l'équation de la forme gaussienne du faisceau vue éq. (1.22) au niveau du plan focal z_0 :

$$F(r, z_0) = F_{\text{crête}}(z_0) e^{-2\frac{r^2}{\omega_0^2}} . \tag{2.5}$$

Le seuil de fluence F_{th} est atteint dès lors que l'ablation cesse, soit en $r = r_a = D_a/2$ où D_a est le diamètre d'ablation de l'usinage. Une illustration est donnée Fig. 2.7. L'équation de la gaussienne peut se réécrire dans ce cas particulier par :

$$F_{th} = F_{\text{crête}}(z_0) e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{D_a}{\omega_0}\right)^2} . \tag{2.6}$$

En exprimant le diamètre d'impact en fonction de la fluence crête incidente, nous trouvons que :

$$D_a^2 = 2\omega_0^2 ln(F_{\text{crête}}) - 2\omega_0^2 ln(F_{th}) \tag{2.7}$$

$$\text{ou } D_a^2 = 2\omega_0^2 ln(E_p) - 2\omega_0^2 ln(E_{th}) . \tag{2.8}$$

Finalement, nous obtenons une relation linéaire entre le diamètre d'impact au carré et le logarithme de la fluence ou de l'énergie de l'impulsion. Une bonne estimation peut être déduite pour $D_a = 0$ où la fluence crête $F_{\text{crête}}$ devient alors directement égale à la fluence seuil F_{th}. La pente de la droite est proportionnelle au carré du rayon au plan

d'usinage, ce qui permet de la comparer avec les mesures faites par l'analyseur de faisceau.

Rappelons que cette équation n'est valable qu'avec un faisceau parfaitement gaussien. Des défauts de bords engendreront des problèmes inévitables de linéarité. De même un faisceau *tophat* aura par nature un diamètre constant quelle que soit la fluence appliquée et ne permettra donc pas l'estimation d'un seuil par cette méthode. Le plan ayant la plus grande probabilité de s'approcher de la forme gaussienne pure est donc le plan focal.

La diminution du diamètre d'impact avec la fluence offre en outre la possibilité de dépasser la limite de diffraction en réduisant la fluence. Des structures très fines, de l'ordre de la centaine de nanomètres, deviennent accessibles à forte focalisation en jouant sur le ratio $F_{\text{crête}}/F_{th}$ [138].

Enfin, la mesure se fait préférentiellement en conditions *statiques*, c'est à dire sans déplacement de faisceau. Les impulsions sont accumulées en un même impact de sorte que chaque point du matériau voit la même fluence entre chacune d'elles. Nous verrons dans la partie *incubation* que certains matériaux, et en particulier leur seuil d'ablation, peuvent être influencés par le nombre d'impulsions vues au cours de l'interaction. Dans le cas ou le diamètre d'impact serait déterminé après un usinage *dynamique* (une rainure par exemple), il sera difficile de déterminer l'effet de chaque impulsion en chaque point irradié du fait de l'évolution de la fluence de forme gaussienne à chaque nouvelle translation. Pour simplifier l'analyse, il est donc fortement conseillé de rester au plan focal avec des usinages statiques.

La Fig. 2.8 présente des résultats comparatifs de régression linéaire entre le PZT et le nickel avec une lentille de focalisation de 250 mm.

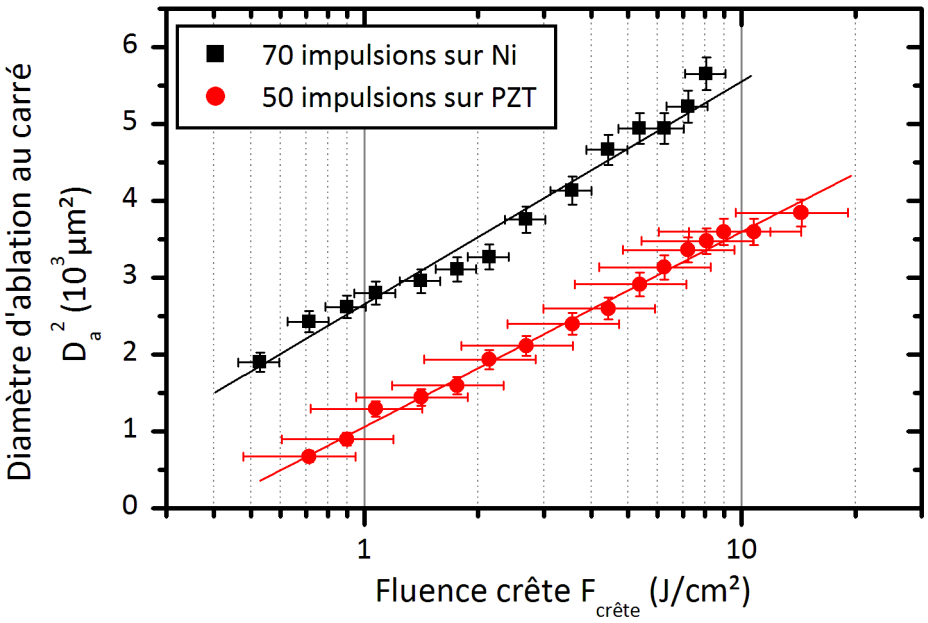


Figure 2.8 – Détermination de la fluence seuil par la méthode de Liu [122] : tracé du diamètre d'impact au carré en fonction du logarithme de la fluence crête sur PZT et nickel. Focale de 250 mm, 50 impulsions pour le PZT et 70 impulsions pour le nickel.

Ce second matériau a été utilisé ici à titre de comparateur car l'interaction laser-matière sur les métaux est plus connue et mieux maîtrisée que sur le PZT où il n'existe

aucun résultat pour des durées d'impulsions ultra-brèves. Notons une excellente linéarité entre 0.5 et 15 J/cm^2 dans les deux cas. L'abscisse à l'origine nous permet d'exprimer les seuils d'ablation du PZT et du nickel :

$$\text{Nickel} : F_{th} = 0.13 \text{ J/cm}^2 < \text{PZT} : F_{th} = 0.38 \text{ J/cm}^2 \ .$$

Le seuil obtenu pour le nickel est en accord avec celui obtenu par Hashida *et al.* pour une impulsion de 70 fs [127]. De manière générale, les seuils d'ablation des métaux oscillent entre 0.1 et 0.2 J/cm^2, comme le confirme les travaux de Mannion *et al.*(0.16 J/cm^2 pour l'inox, 0.146 J/cm^2 pour le niobium,0.102 J/cm^2 pour le titane) [128]. Le seuil d'ablation du PZT est supérieur à ces valeurs. Cela peut être relié à l'interaction différente des diélectriques où une absorption non linéaire des photons précède à l'ablation et où des intensités plus importantes sont nécessaires. Une comparaison des résultats sur d'autres diélectriques confirme cette tendance : seuil supérieur à 1.5 J/cm^2 pour le verre borosilicaté et l'alumine, et supérieur à 0.5 J/cm^2 pour l'AlN [135, 137].

Le waist du faisceau ω_0 au plan d'usinage peut être déduit de la pente de la droite et comparé aux autres mesures obtenues au cours de l'étude :

Méthode de mesure	ω_0 **(µm)**
Analyseur de faisceau	27
Simulation Zemax	26.25
Régression linéaire	22.5

Table 2.1 – Estimation du waist ω_0 du faisceau au plan focal selon plusieurs méthodes : l'analyse de faisceau, la simulation de propagation sous Zemax et la régression linéaire par la méthode de Liu [122].

Première constatation : la simulation Zemax est très proche de l'analyse de faisceau. Cela suppose donc que l'approximation des caractéristiques du laser lors du paramétrage du logiciel coïncide avec la réalité. En second lieu, la régression linéaire donne une valeur encore inférieure aux deux précédentes, posant le problème de la conversion en fluence du seuil d'ablation avec une question simple : quelle surface de faisceau donnera la fluence seuil la plus proche de la réalité ? Il existe alors deux possibilités de calcul : Soit la méthode de Liu est exploitée en fonction de l'énergie selon l'éq. (2.8). Le seuil en fluence est ensuite déduit du rapport entre le seuil extrapolé en énergie et la surface du faisceau dont le waist est estimé par la pente de la régression linéaire. Soit la méthode de Liu est directement exploitée en fluence grâce à des analyses de faisceau antérieures et son seuil déduit instantanément. Pour notre part, nous avons choisi d'employer la seconde hypothèse, considérant qu'une mesure indépendante du matériau serait plus réaliste qu'une interaction non maîtrisée.

Bien que cette méthode soit dédiée à l'estimation du seuil d'ablation, la recherche du taux d'ablation nous conduira également à des valeurs de seuils que nous traiterons dans la partie suivante à titre comparatif.

Enfin, nous avons évoqué précédemment la possibilité d'une non-linéarité de ces courbes. Celle-ci est rarement mise en évidence dans la littérature mais les travaux de Kim *et al.* présentent néanmoins ce phénomène que nous avons également pu observer au cours des premiers essais [135]. A partir d'une certaine fluence, non constante en fonction des conditions d'usinage, la croissance du diamètre d'ablation s'accélère de sorte que la linéarité ne soit plus valable. Nous avons tenté d'expliquer ce phénomène par des défauts de forme de faisceau qui ne serait pas exactement gaussien. Pour cela, nous avons développé une interface sous environnement Matlab permettant, à partir des formes de faisceau calculées sous Zemax à l'identique de la Fig. 1.10, de déduire les dimensions du diamètre d'ablation en fonction de la fluence, moyennant le pré-paramétrage de l'interaction.

L'Annexe (C) présente cette interface. La simulation en exemple montre que tout d'abord l'évolution de la largeur des impacts tend vers 0 loin du plan focal. En effet, le faisceau y est de plus en plus large et l'énergie étant constante en chaque plan, la fluence crête diminue jusqu'à devenir inférieure au seuil. Les paramètres de fluence seuil et d'incubation sont arbitraires, bien que proches de la réalité. La simulation Zemax considérée est celle sans de diaphragme, donc proche d'une propagation gaussienne avec un M^2 de 1.46 (valeur mesurée au début des travaux). La focale est identique à la Fig. 1.10 et vaut 50.8 mm. Le résultat du tracé de la méthode de Liu montre de manière évidente une dérive du diamètre d'impact à très forte fluence. Dans cette simulation, seule la forme du faisceau entre en jeu. Une déviation du profil de faisceau par rapport à la gaussienne, infime soit-elle au niveau des pieds (voir la Fig. 1.10(c) où il n'apparaît a priori aucun défaut), engendre donc ce type d'effet. Bien qu'elle n'explique pas toute la complexité de cette dérive, cette étude a le mérite d'apporter une ébauche d'explication. Évoquons par exemple l'effet non linéaire d'autofocalisation comme seconde cause possible à forte fluence et qui se traduit par un rapprochement du plan focal par rapport à la lentille, élargissant le faisceau en un plan constant d'usinage

2.3.2 Taux d'ablation

Le taux d'ablation quantifie la proportion de matière éjectée ramenée à une seule impulsion et s'exprime en unité spatiale par impulsion. Il dépend à la fois des paramètres du procédé (fluence, focale, nombre d'impulsions...) mais également des propriétés du matériau (structure électronique et cristallographique, absorptions optique et thermique...). De ce fait, il permet de recenser les principales caractéristiques macroscopiques de l'ablation et se trouve être un moyen efficace pour l'estimation des vitesses de découpe. Dans un cadre plus scientifique et tout comme le seuil d'ablation, il aide à mieux appréhender les mécanismes d'interaction par observation de son évolution avec les paramètres mais également par comparaison avec les diverses classes de matériaux. Deux catégories de taux se distinguent dans la littérature :

- **le taux d'ablation en profondeur**, que nous nommerons simplement *taux d'ablation* et où l'intérêt se porte essentiellement sur la profondeur maximale atteinte (µm/impulsion) ;
- **le taux d'ablation en volume**, que nous nommerons *taux volumique* et où l'évolution du diamètre est également prise en compte (μm^3/impulsion).

Comme nous le détaillerons, le taux volumique se calcule sans ambiguïté alors que le taux d'ablation soulève des questions méthodologiques en fonction du procédé utilisé. Par exemple, comment calculer le nombre d'impulsions vu en un point du matériau cible lors d'un rainurage par un faisceau de forme gaussienne ? Au lieu de les résoudre, la

littérature existante met en évidence des divergences de méthodes qui peuvent amener à une disparité dans les résultats, amplifiée par des incertitudes expérimentales et physiques inhérentes à la discipline.

Une partie importante de notre travail a donc été d'analyser ces variantes, tenter de les simuler pour enfin proposer nos propres solutions. En parallèle, des méthodes de caractérisation adaptées ont été développées afin de pouvoir satisfaire aux mesures de profondeurs, critiques pour l'estimation de ces données. A terme, les taux d'ablation en profondeur et en volume du PZT ont pu être mesurés avec une plus grande confiance et de meilleures estimations. Tout comme le seuil d'ablation, ces résultats ont également été comparés à d'autres matériaux, métalliques ou non.

Métrologie de surface

Il existe actuellement un grand nombre de moyens de caractérisation destinés aux analyses spatiales pour le micro et le nano-usinage. Leur résolution est variable et fortement dépendante des technologies mécaniques, optiques ou électriques employées. Nous recensons brièvement et de manière non exhaustive quelques unes de ces techniques et en particulier celles ayant été testées pour la mesure de profondeur sur le PZT.

Profilométrie mécanique. La profilométrie mécanique utilise un palpeur à pointe diamantée venant épouser la forme du matériau au cours d'un balayage sur une surface déterminée par l'opérateur. Un tel système est disponible sur la plateforme de travail (*AltiSurf 500* de chez *Altimet*) et dispose de 2 stylets diamantés de conicité et largeur minimale respective de 90° pour 5 µm et 45° pour 2 µm. Plusieurs problèmes naissent de cette technique : des rayures peuvent dégrader les échantillons ductiles et la forme de la pointe diamant limite sa pénétration dans de petits motifs. Cette dernière se traduit par la profondeur maximale accessible dans les conditions d'expérience (Fig. 2.9). Bien que la pointe de 45° permette de pénétrer plus en profondeur à diamètre équivalent, des risques non négligeables de rupture sont à constater. Un effort a été fait avec le fournisseur pour définir une pointe nouvellement accessible en tungstène en vue de palier aux défauts du diamant. Ce matériau présente les avantages d'être dur et de se manipuler très finement, de sorte que les pointes se transforment en aiguilles de conicité inférieure à 10° avec une largeur minimale inférieure au micron. Or en plus de sa grande fragilité, il a été constaté malgré optimisation que la pointe devenait trop élastique et sautait les aspérités de surface, engendrant de nombreux points non mesurés et une déformation de la surface.

Profilométrie à aberration chromatique. Elle tient dans l'utilisation d'une source multi-spectrale où chaque longueur d'onde va se focaliser après la lentille sur des plans différents. La réflexion d'une de ces longueurs d'onde sur la surface du matériau est captée par un spectromètre qui déduira la hauteur du matériau en rapport avec cette longueur d'onde. Le problème réside dans l'intensité de la fraction de lumière réémise. Parmi toutes les raies de la source blanche, seule une infime fraction est réfléchie. Bien que cela convienne pour des métaux souvent fortement réfléchissants, les matériaux absorbants et diffusants tels que le PZT ne permettent pas de réfléchir suffisamment d'énergie pour que celle-ci soit captée.

Interférométrie en lumière blanche. L'interférométrie en lumière blanche reste une des techniques les plus résolues avec en latéral 0.5 µm et en vertical 2 nm environ.

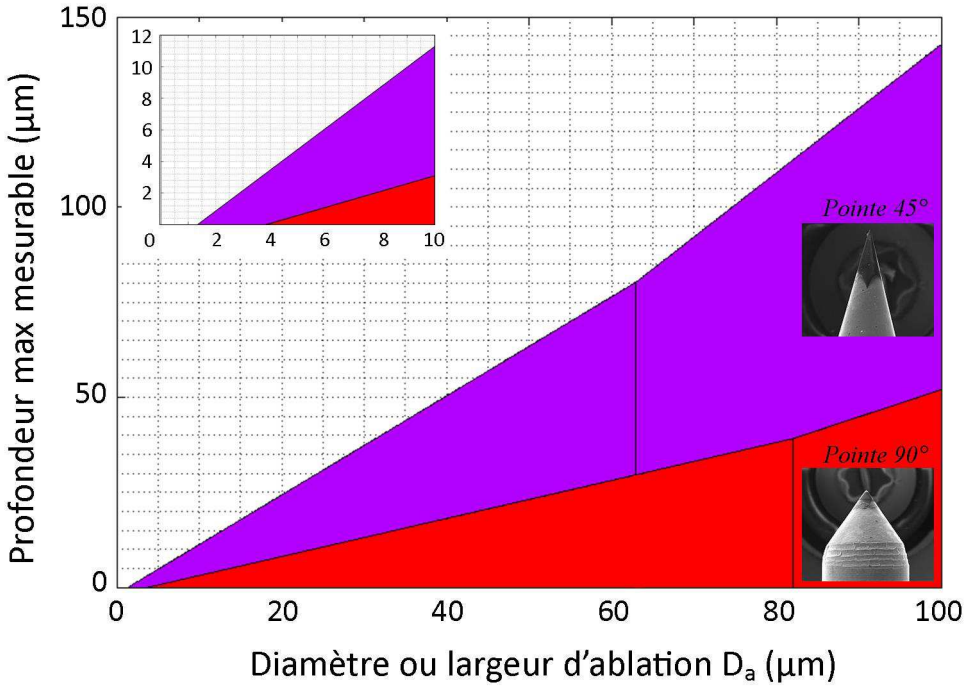


Figure 2.9 – Profondeur maximale mesurée par les pointes profilométriques en fonction du diamètre d'ablation. L'encart donne un grossissement des valeurs proches de 0.

Elle se base sur la détection de figures d'interférences très localisées verticalement dues à l'utilisation de ce type de source. Le problème de cette technique bien que très rapide réside dans la nécessité d'un état de surface très peu accidenté. Cette technique est capable de détecter de très petits défauts comme des fissurations, mais comme la profilométrie optique à lumière blanche, la détection de lumière réfléchie est très rapidement estompée par la rugosité du matériau.

Microscopie à force atomique (AFM). L'AFM est la technologie la plus pointue en termes de précision de mesure. Une pointe en silicium de 5 nm de diamètre vient balayer la surface et l'enregistrement de la déflexion du micro-levier par laser permet de capter des ondulations extrêmement fines, de l'ordre du nanomètre. Deux modes sont généralement proposés, avec et sans contact. Dans le premier, le fonctionnement du palpeur ressemble à celui d'un palpeur mécanique tandis que le second résulte d'une interaction par les forces de Van der Waals. La pointe ne touche alors plus le matériau, évitant ainsi usure de l'outil et dégradation du matériau. Le problème de cette technique tient dans la limitation des balayages, que ce soit en largeur ou en hauteur : une profondeur maximum de 5 µm et une surface maximum de 100 μm^2 limitent grandement la plage mesurable sur les échantillons.

Enrobage+microscopie. L'enrobage exploite les propriétés des polymères qui viennent pénétrer dans les usinages. Il peut être exploité de deux manières : la première l'utilise comme moyen de mesure du fait de la forme inverse des usinages que ce matériau épouse. La mesure est donc simplifiée et réalisée sur des hauteurs plutôt que sur des profondeurs [139]. Bien que non testée, il semble que cette technique requiert un protocole complexe vis à vis de la fabrication du polymère dont les propriétés ont une influence importante sur la qualité du moulage. La seconde exploite simplement ce modelage en vue de rigidifier l'échantillon. L'observation des profils suite à la découpe et au polissage

transverse donne ainsi une information nette et visuelle sur la forme et la profondeur des motifs usinés. Cependant, le polissage reste critique dans certaines conditions car la contrainte appliquée par le grain abrasif peut provoquer le fluage des matériaux ductiles tels que les métaux et dès lors engendrer des modifications de structure. En plus des grains abrasifs libres qui peuvent polluer la surface et du polymère pas toujours adhérent, les faibles profondeurs (inférieures à 5 µm) sont souvent peu résolues et difficilement accessibles. La quantité de matière retirée par polissage est également inconnue, ce pourquoi ce sont la plupart du temps les usinages dynamiques tels que le rainurage ou le surfaçage qui sont analysés par cette technique. Or l'observation d'un profil unique comme représentatif reste très réducteur et peut fausser les interprétations.

Microscopie confocale. Enfin, des essais en microscopie confocale ont permis de constater l'adaptabilité de cet outil pour la métrologie de surface bien qu'essentiellement exploité en biologie et minéralogie [140, 141]. Des structures de dizaines de microns sont accessibles sans contact et sur des matériaux diversifiés comme les métaux ou les céramiques. De plus en plus d'outils de caractérisation l'exploitent, tendant à démontrer ses possibilités et sa pertinence dans ce domaine. Le principe du confocal réside dans la focalisation d'un laser sur un échantillon à travers un système de microscopie. En mode réflexion, celui-ci est capté en retour par un détecteur auparavant filtré d'un diaphragme et permettant de sélectionner uniquement la zone focale sachant que plus l'ouverture sera étroite, plus la résolution sera grande mais au détriment de l'éclairement. La translation du faisceau par des miroirs galvanométriques internes permet finalement de balayer une surface XY dont seuls les points situés au plan focal seront visibles. Cette étape est répétée en différents plans Z et permet de constituer une pile d'images pour la reconstitution 3D. Bien qu'elle ne soit pas la plus précise, cette méthode de caractérisation peut atteindre une résolution latérale inférieure à 100 nm sur des champs de plusieurs centaines de microns selon l'objectif utilisé ainsi qu'une résolution axiale de l'ordre du micron principalement dépendante de la distance de Rayleigh intrinsèque à la focalisation laser. Elle est donc particulièrement pertinente pour nos mesures allant de 0 et 50 µm en profondeur pour une cinquantaine de micromètres de large. Aussi, le grand choix de paramètres de réglages tel que la longueur d'onde laser, sa puissance, le contraste ou le gain, etc... en fait une technique souple et très adaptable pour de nombreux matériaux.

Le laboratoire dispose d'un tel système de type *Leica SP2* dédié à la biologie et couplé à plusieurs sources lasers dont une femtoseconde pour la microscopie confocale à deux photons. L'intérêt y est multiple : disponibilité et formation sur le site de travail ainsi que développement de nos propres outils informatiques pour la caractérisation de surface. Sur PZT, les meilleurs résultats ont été obtenus avec un laser Argon de longueur d'onde 543 nm couplé à un objectif ×40 à immersion à eau et d'ouverture numérique 0.8 (résolutions axiales et latérales résultantes de 250 nm et 2.1 µm). Les métaux ont également été testés mais donnent des résultats moins satisfaisants bien que suffisants du fait du fort contraste entre la surface polie saturée en réflexion et le motif sombre et peu réfléchissant. Les traitements informatiques ont été réalisés sur ImageJ et Matlab. ImageJ permet la détection et la conversion aisées des images Leica, leur affichage 3D, la mesure de volumes et le moyennage des profils pour l'estimation des profondeurs moyennes sous Matlab. L'annexe (B) détaille ces différents traitements et la Fig. 2.10 montre des exemples de rainures de PZT et nickel. Les excellents résultats des profils obtenus nous ont finalement incité à exploiter cette technique pour la détermination des profondeurs avec comme objectif final l'estimation des taux d'ablation.

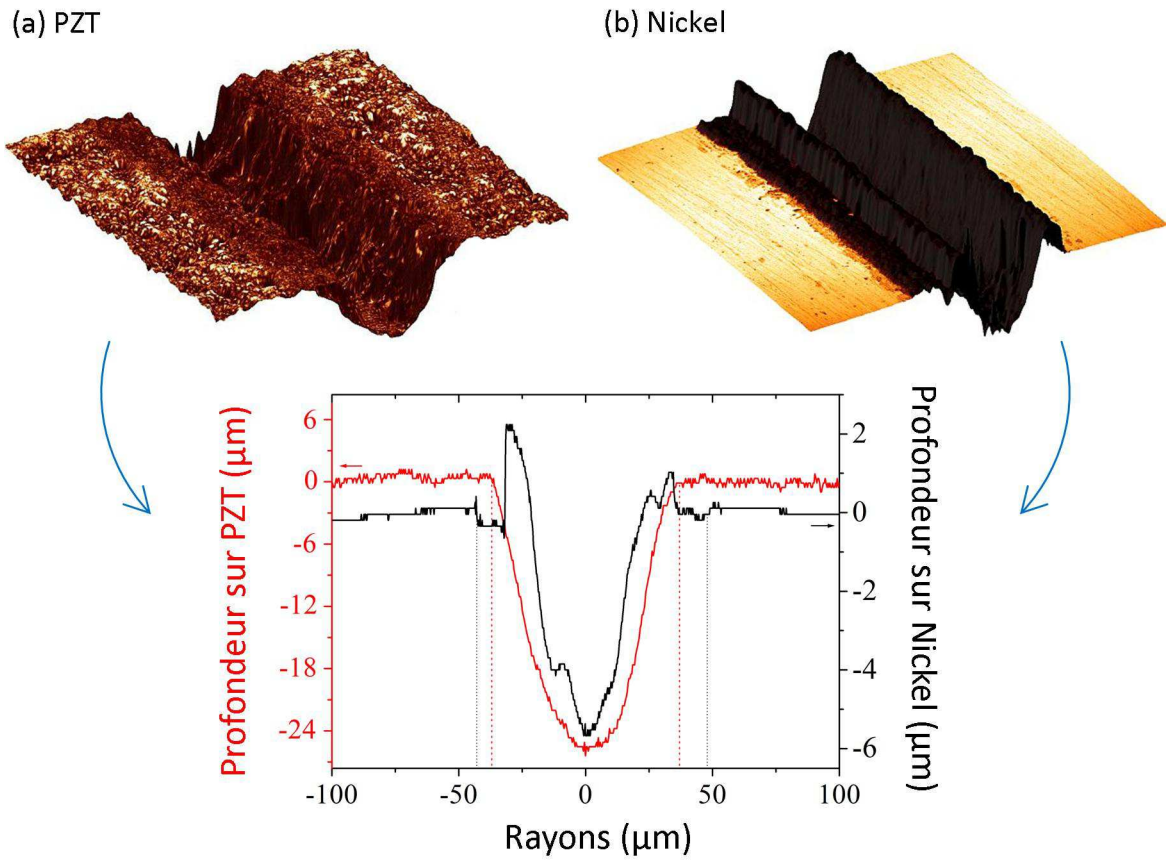


Figure 2.10 – Images 3D reconstituées à partir d'analyses confocales sur (a) PZT et (b) Nickel ainsi que leurs profils moyens. Les rainures ont été usinées à 7 J/cm^2, 4.6 mm/s sur PZT et 2.3 mm/s sur nickel.

Taux d'ablation volumique

L'analyse du taux volumique est tout d'abord simplifiée par la caractérisation en 3 dimensions de l'énergie absorbée par un matériau, soit la considération simultanée des profondeurs, des diamètres et de la forme des usinages. Elle est donc relativement proche de la réalité, à supposer que l'erreur de mesure soit négligeable devant sa dimension. Néanmoins, l'inconvénient majeur réside justement dans l'absence de mesure clairement définie de la profondeur, paramètre essentiel pour une estimation de vitesse de découpe.

Le taux volumique est moins recensé dans la littérature que le taux d'ablation, très probablement pour la raison citée précédemment mais également vis à vis de la méthode de caractérisation devant accéder à des analyses précises en volume. A titre d'exemple, l'AFM est souvent employé pour la caractérisation de cavités laser [124, 142]. Il reste pourtant rapidement limité par sa plage de tolérance, réduite à un volume largeur×longueur×profondeur de 10×10×5 µm, et par son incapacité à détecter au-delà de fortes irrégularités comme peuvent le montrer les coupes MEB de Kara *et al.* à fortes fluences [143]. Perrie *et al.* employèrent une technique optique par microscopie interférométrique pour caractériser le volume de rainures sur de l'alumine [144]. Son efficacité est très dépendante du matériau qui doit avoir une rugosité de surface faible et une bonne réflectivité afin de pouvoir discerner les franges d'interférence de surface. Nous pouvons citer également les travaux de Gonzales *et al.* où le volume est obtenu indirectement par

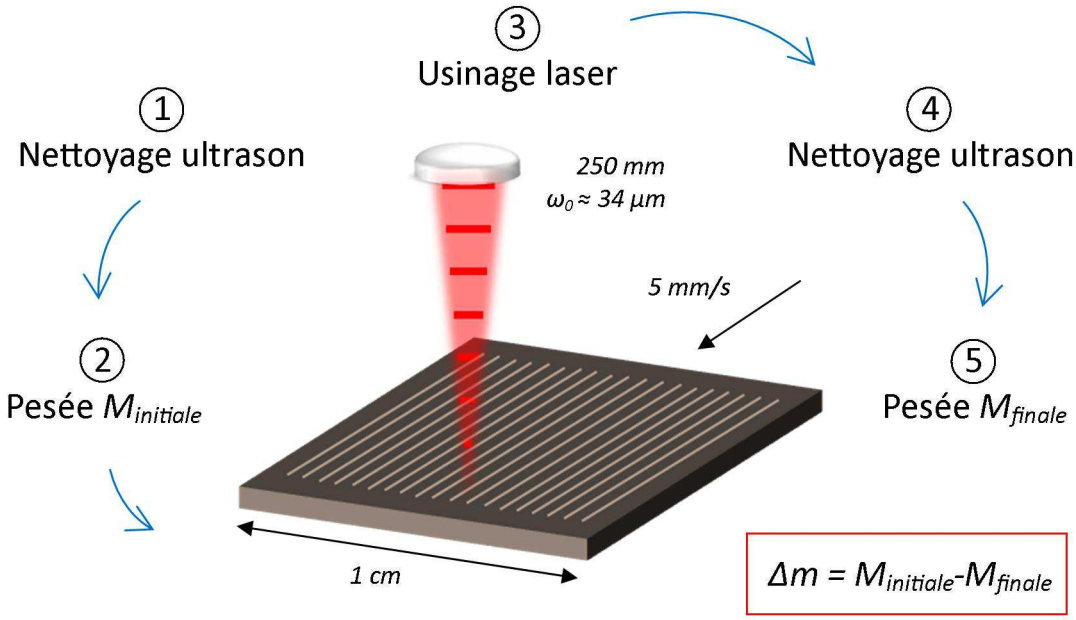


Figure 2.11 – Procédé d'usinage et d'analyse du taux volumique.

observation des dimensions d'entrée-sortie sur une feuille de métal, estimant la propagation dans le matériau selon une forme conique [145].

Dans notre étude, nous nous sommes intéressés à une troisième technique, celle de la mesure de masse, qui semble cohérente avec l'objectif d'estimer la quantité de matière ablatée, et connaissant les fortes avancées de la micro-pesée développée majoritairement pour la chimie pharmaceutique. Elle a été très brièvement évoquée dans les domaines nanoseconde et picoseconde, du mg au g, pour la détermination de masses ablatées et de vitesses d'ablation en masse [146, 147]. Or ni ses caractéristiques en matière de méthodologie et de performance, ni son utilisation pour l'estimation des seuils d'ablation sous impulsions ultra-courtes, n'ont été décrites à ce jour. Ces travaux se sont centrés sur l'évolution avec la fluence qui constitue le paramètre le plus influent sur la vitesse d'usinage et ont donné lieu à la fois à une publication scientifique mais également au vue des excellents résultats obtenus, à l'achat d'une micro-balance *Mettler Toledo XP26* de précision 1 µg sur 22 g de gamme de mesure.

Afin de mesurer une masse suffisamment élevée devant la précision du moyen de caractérisation estimée à 3 µg, une série de rainures à fluence fixe ont été usinées à la vitesse $v = 5$ mm/s sur des cibles séparées. Une douzaine d'échantillons ont permis de balayer des fluences crêtes allant de 0.2 à 15 J/cm^2. Comme le souligne les étapes du procédé Fig. 2.11, le rainurage est précédé et suivi d'étapes de nettoyages ultrasoniques et de pesées. Connaissant la cadence du laser $\Delta\nu = 5$ kHz et la longueur totale usinée L_{tot}, il nous est aisé de remonter au nombre d'impulsions N_p accumulées sur le matériau :

$$N_p = \frac{\Delta\nu L_{tot}}{v} \ . \tag{2.9}$$

Le taux volumique τ_{vol} peut finalement être déduit connaissant la masse totale ablatée

Δm et la masse volumique ρ du matériau cible :

$$\tau_{vol} = \frac{\Delta V}{N_p} = \frac{\Delta m \ v}{\rho \ \Delta\nu \ L_{tot}} \ . \tag{2.10}$$

Plus la masse ablatée sera importante, plus la précision sera bonne. Deux choix s'offrent donc : soit nous augmentons le nombre de passages par rainure, soit à l'inverse, nous augmentons le nombre de rainures. Le choix le plus judicieux reste le second car nous avons brièvement évoqué lors de la discussion sur le seuil d'ablation que le nombre d'impulsions en un point du matériau pouvait modifier les caractéristiques de l'interaction (voir section sur l'incubation). Ainsi proche du seuil, un grand nombre de rainures est nécessaire pour détecter une faible variation de masse. Cette technique a donc comme avantage de satisfaire à la détermination du seuil d'ablation avec une précision dépendante du temps de procédé. Dans notre étude, la plage de mesure s'est étalée entre 7 µg et 11 mg environ sur des métaux comme l'aluminium, l'inox et le nickel, la céramique PZT et le polymère PMMA. Les résultats obtenus sont donnés Fig. 2.12.

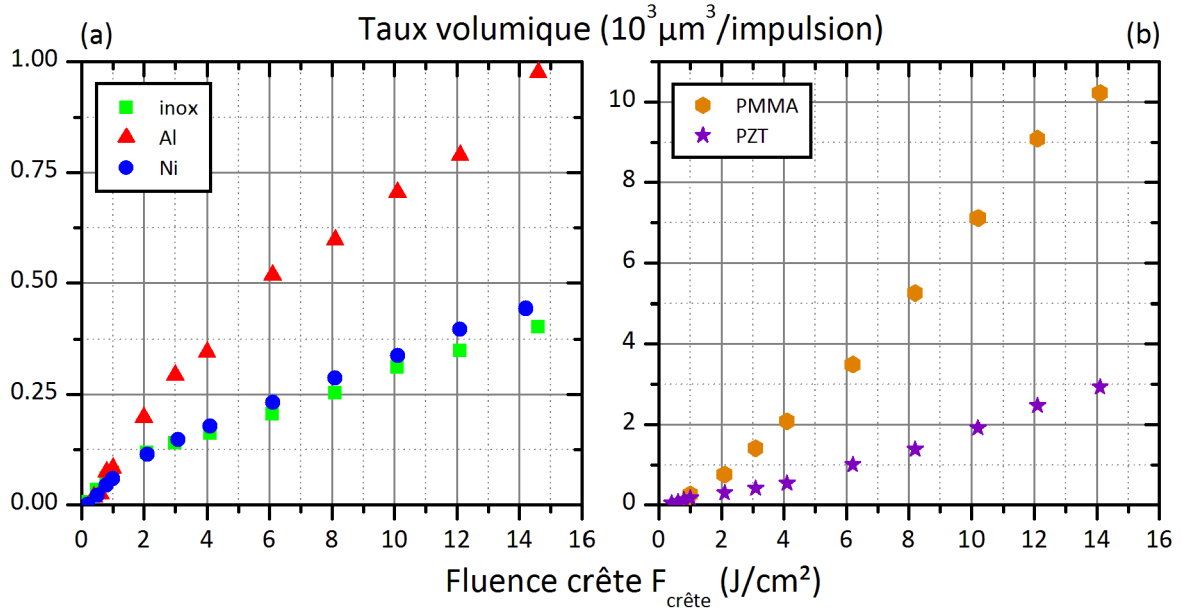


Figure 2.12 – Evolution des taux volumiques avec la fluence sur 5 matériaux : Al, Ni, Inox, PZT, PMMA. Valeurs obtenues sur (a) les métaux, inférieures aux valeurs de (b) sur le PZT et le PMMA.

Remarquons que les métaux sont dissociés du PZT et du PMMA du fait de leur taux volumique bien inférieur. En effet, alors que l'aluminium reste un métal plus tendre que le nickel ou l'inox, il ne dépasse pas 10^3 µm^3/ impulsion à 14 J/cm^2 alors que le PZT et le PMMA atteignent des valeurs 3 à 10 fois plus élevées. La plage d'observation en fluence montre également une nette linéarité avec un léger fléchissement pour les métaux autour des 2 J/cm^2. Les premiers points de mesures sont utilisés pour extrapoler les seuils d'ablation résumés dans le tableau suivant :

	Inox	Aluminium	Nickel	PZT	PMMA
$\mathbf{M_{max}}$ **(µg)**	1628	1348	2020	11370	6161
$\boldsymbol{\rho}$ **(kg/m^3)**	7900	2700	8900	7600	1177
$\mathbf{V_{max}}$ **(mm^3)**	0.206	0.499	0.227	1.50	5.23
$\mathbf{F_{th}}$ **(J/cm^2)**	0.126	0.254	0.178	0.26	0.59

Table 2.2 – Résultats en matière de masse et de volume équivalent ablatés ainsi que le seuil d'ablation obtenus à partir des expériences de taux volumique sur plusieurs matériaux.

A fluence crête max, le PZT présente une masse ablatée très importante reliée à sa forte densité. Le volume équivalent reste compris entre les volumes faibles métalliques et le fort volume du PMMA. Le seuil d'ablation extrapolé est aussi bien inférieur à la valeur obtenue par la méthode de Liu. Nous pouvons également constater que le PZT et le PMMA débutent leur ablation à des fluences plus élevées que sur les métaux mais dès lors que le seuil est atteint, la croissance avec la fluence est nettement plus prononcée. Cela peut être une conséquence de la nature diélectrique de ces matériaux qui nécessitent de fortes fluences pour initier les phénomènes non linéaires de l'interaction après quoi l'ablation se poursuit selon une tendance dépendante de la structure de la cible. Enfin, les seuils obtenus sur les métaux sont proches des valeurs citées dans la littérature excepté pour l'aluminium où notre estimation est supérieure [127, 128, 130].

L'utilisation du taux volumique pour l'estimation des proportions d'usinage et des seuils d'ablation présente plusieurs intérêts : la mesure différentielle de masse est indiscutable, le calcul est simple, d'autant plus précis que la quantité de matière ablatée est grande et les variations avec la fluence tendent à être linéaires, facilitant l'extrapolation des seuils d'ablation. La microscopie confocale offre des valeurs équivalentes en matière de volume mais est limitée pour de fortes ablations. Le gros inconvénient de la mesure de masse touche les profondeurs qui ne sont pas définies à moins de les approximer à partir des formes de faisceau. Or il n'y a pas nécessairement proportionnalité entre fluence et valeur du taux d'ablation (en profondeur), ce qui signifie que la forme du faisceau n'épouse souvent pas de manière exacte la forme de l'usinage. Ces travaux comparatifs sont toujours en cours d'étude mais à terme, cette technique pourrait être exploitée en temps réel au cours d'un usinage : connaissant la variation de masse et la forme de faisceau, il serait alors aisé d'en déduire la profondeur résultante sur l'échantillon. Aussi, un palier dans la courbe de masse au cours d'une découpe indiquerait que la rainure est débouchante, à supposer que les deux matériaux en regard n'aient pas du tout les même seuils et vitesses d'ablation.

Taux d'ablation en profondeur

Pour l'heure, la majorité des études se base sur des courbes de taux d'ablation afin de quantifier la vitesse d'usinage en profondeur en fonction des paramètres lasers et environnementaux et dont la fluence en constitue le principal. Ce taux fait le lien entre la profondeur ablatée P et le nombre d'impulsions totales N ayant irradiées **un point** de l'échantillon, soit :

$$\tau_{abl} = \frac{P}{N} = \frac{P}{N_{pass} N_{pu}} \ , \tag{2.11}$$

où N est le produit du nombre d'impulsions accumulées en un passage N_{pu} × le nombre de passages N_{pass}. Pour la plupart des matériaux et en particulier les métaux, le taux d'ablation évolue selon trois stades à fluence croissante (Fig. 2.13) [148]. A basse fluence, proche du seuil d'ablation F_{th}, celui-ci croît lentement et est associé à l'interaction photomécanique liée au coefficient d'absorption optique α :

$$\tau_{abl} = \alpha^{-1}\ ln\left(\frac{F_{\text{crête}}}{F_{th}}\right) \ . \tag{2.12}$$

Passée un certain seuil empirique F'_{th}, l'ablation subit une croissance plus forte et est gouvernée par la diffusion électronique d_{diff} dans le matériau avec une tendance identique à la précédente :

$$\tau_{abl} = d_{diff}\ ln\left(\frac{F_{\text{crête}}}{F'_{th}}\right) \ . \tag{2.13}$$

Enfin, à très haute fluence, une saturation se dessine où le taux d'ablation tend à se stabiliser. Le modèle du piston fut proposé pour expliquer cet effet qui se baserait sur une resolidification de la matière avant son éjection [149]. Une autre hypothèse fut également proposée par Colombier *et al.* considérant qu'une partie importante de l'énergie incidente était perdue à cause du panache d'ablation qui comprimerait la matière contrainte dans la cavité ablatée, limitant ainsi l'efficacité d'éjection [150].

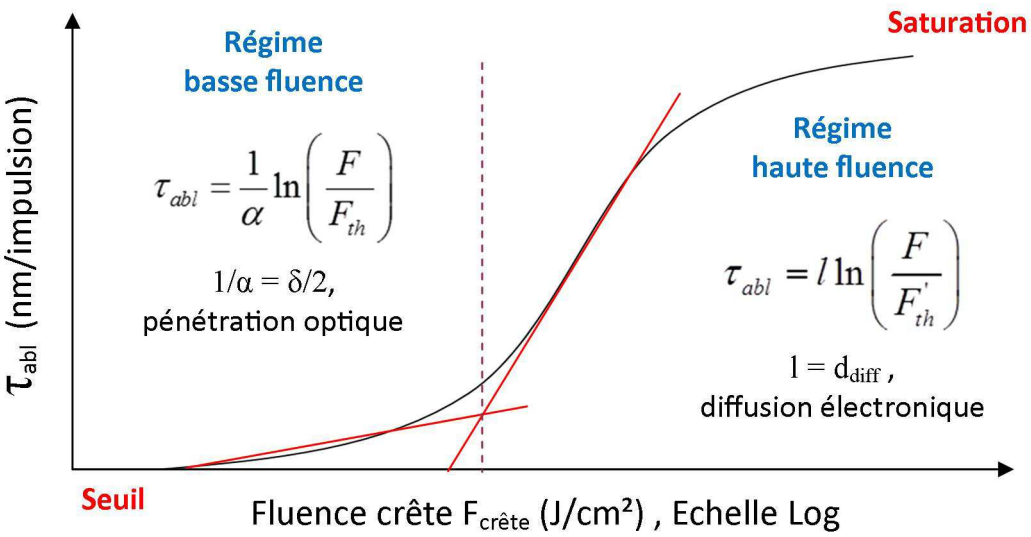


Figure 2.13 – Courbure typique du taux d'ablation distinguant régime basse fluence, haute fluence et saturation.

Parmi les paramètres d'influence, nous remarquons celui du milieu d'interaction sur l'efficacité d'ablation. Sous vide, l'ablation est améliorée du fait de la réduction des effets non linéaires tels que l'autofocalisation modifiant le plan de travail ou le claquage de l'air absorbant une partie du faisceau et perturbant sa propagation. La simulation de l'interaction s'en retrouve simplifiée [151]. Également, les dépôts en surface issus des retombées de matière éjectées sont fortement réduits. Le panache d'ablation peut se développer librement sans entrer en collision avec les molécules en suspension présentes à pression ambiante [148, 152]. D'après Wynne *et al.*, les taux instantanés (écart entre 2 mesures

de profondeur successives) en début d'usinage sur inox et aluminium restent semblables, que ce soit sous vide ou sous air [153]. Or des essais de perçage sur 1 mm indiquent des temps bien plus brefs sous vide, amenant l'auteur à conclure sur l'amélioration probable de la géométrie et la structure des cavités, mais aussi des effets du dépôt et du plasma d'ablation.

L'usage de l'eau comme environnement se justifie principalement par la volonté de limiter la propagation de chaleur et les dépôts adhérents aux abords de la zone d'impact. Les conséquences sont pourtant nombreuses : le taux d'ablation est réduit, le seuil équivalent augmente, une partie de l'énergie est absorbée et la propagation est légèrement perturbée à l'interface [63]. Aussi la matière usinée reste en suspension, augmentant l'absorption de l'eau tandis que des structures inhabituelles peuvent venir peupler la zone d'usinage [154]. Par exemple, sous laser Nd :YAG de durée 180 ns, le PZT révèle des plaquettes d'une centaine de nanomètres d'épaisseur et correspondant grossièrement au matériau initial [155].

Enfin, des milieux gazeux spécifiques peuvent être utilisés afin de favoriser l'ablation. Des gaz inertes évitent certaines interactions dans la zone d'usinage [63] ou à l'inverse, des environnements spécifiques sont exploités pour leur participation comme cela peut être le cas avec le PbO pour palier à la volatilité du plomb lors de l'usinage de PZT.

Malgré tout, notre étude est restée focalisée sur la découpe de PZT sous air car l'objectif du partenaire industriel est de définir un procédé simple et peu coûteux. Les équipements sous vide ne conviennent donc pas à moins d'investissements conséquents et l'utilisation de gaz supplémentaires nécessite l'achat de matière et la conception de circuits de traitement. Enfin des essais succincts sous eau ont été rapidement abandonnés du fait de la forte baisse d'efficacité de la découpe.

Nous distinguons également plusieurs variantes dans le choix du plan de travail ainsi que du procédé d'usinage. La majorité des expérimentateurs usine des cavités au plan focal ce qui certifie de fluences identiques à chaque impulsion sur une épaisseur d'environ la distance de Rayleigh [131]. Des moyens de caractérisation performants sont nécessaires pour parvenir à mesurer leur profondeur maximale. Sur les métaux, l'interférométrie optique et la microscopie à force atomique sont préférées du fait de la faible rugosité de surface, de la bonne réflectivité mais également des taux d'ablation peu élevés de ces matériaux [127–130]. Bonse *et al.* utilisèrent la microscopie optique sur le semi-conducteur InP alors que Li *et al.* observèrent les sections transverses de cavités prédécoupées d'alumine [132, 156].

En vue de simplifier les mesures ou de se rapprocher des conditions de procédés finaux, il arrive que le faisceau ne soit plus statique mais soit déplacé sur l'échantillon. Que ce soit par trépanation [135] ou par rainurage [104, 157], il semble alors évident qu'au plan focal où le faisceau est gaussien, chaque impulsion n'aura pas le même impact sur le matériau à mesure que le faisceau se translate. Bruneel *et al.* et Borowiec *et al.* tentèrent dans leurs travaux d'adapter cette variable en jouant sur le calcul du nombre d'impulsions [133, 158]. Afin d'éviter ce type de calculs, Nolte *et al.* choisirent de se positionner au plan image d'un diaphragme où le faisceau est estimé comme *tophat* [148]. Ainsi même au cours d'une translation chaque impulsion interagit sur le matériau avec la même efficacité. L'inconvénient majeur est que cette forme *tophat* n'est en réalité que théorique et ressemble davantage à une figure de diffraction aux bords plus abrupts qu'une gaussienne. Ce plan est également unique et même avec une analyse de faisceau dédiée, sa position exacte reste difficile à discerner. Enfin, certaines études sont réalisées en des plans inter-

médiaires : Wynne *et al.* placèrent leurs échantillons en amont du plan focal de sorte à avoir un diamètre constant de 150 µm tandis que Desbiens *et al.* se positionnèrent après ce plan pour optimiser l'angularité des flancs [54, 153]. Ces derniers employèrent des rainures pour estimer les taux d'ablation et leur calcul de nombre d'impulsions équivalent montre clairement que leur faisceau est approximé par un *tophat* bien que celui-ci soit gaussien, en plus d'un front d'onde non plan en cette position.

Les différentes méthodes de détermination des taux d'ablation citées précédemment montrent qu'il est nécessaire de bien comprendre la nature de l'interaction en fonction de la forme du faisceau afin de ne pas se méprendre sur leur interprétation. Nous nous sommes en particulier intéressés à cette problématique méthodologique et avons tenté de les comparer par simulation. En particulier, nous avons considéré comme vrai et donc comme référence l'usinage *statique*, c'est à dire avec un faisceau fixe ou le nombre d'impulsions vu par le matériau est clairement identifié. L'idée est donc dans le cas d'un usinage *dynamique* (trépanation, rainurage, surfaçage...) de retrouver le taux d'ablation *statique* avec une méthode de calcul adaptée et indépendante de la forme de faisceau. Le tableau suivant recense les procédures vues dans la littérature avec leurs avantages et inconvénients :

Procédure	**Protocole expérimental**	**Mesure de profondeur**	**Complexité de calcul**
Statique G/TH	+	-	+
Dynamique G	+	+	-
Dynamique TH	-	+	+

Table 2.3 – Avantages et inconvénients des procédures de calcul du taux d'ablation en profondeur en fonction de trois critères : le protocole expérimental qui tient compte de la mise en place de l'échantillon et du procédé d'usinage ; la complexité de la mesure de profondeur et du calcul permettant la déduction du taux. G : Gaussien ; TH : TopHat.

Les usinages *statiques* sont les plus cohérents et posent un minimum de problèmes méthodologiques dans un protocole simplifié au maximum par l'accumulation d'impacts au même endroit. Les profondeurs ne sont cependant pas toujours mesurables et il est souvent difficile de certifier que la méthode de caractérisation parvienne jusqu'au fond des motifs. Dans un cas dynamique avec faisceau gaussien (G), la difficulté de la mesure peut être palliée par exemple en faisant une coupe transverse de l'usinage. Le plan focal est également le plan le plus simple à trouver après une lentille et l'erreur de positionnement autorisée équivaut à la distance de Rayleigh. Comme nous l'avons remarqué, l'inconvénient réside principalement dans l'analyse du recouvrement au cours de la translation du faisceau. Enfin, le cas *dynamique* avec faisceau *tophat* (TH) reste le cas théorique avec lequel il est le plus simple de travailler, à supposer que ce plan soit trouvé et qu'il s'approche au maximum de la forme parfaite attendue.

Intéressons-nous désormais aux différentes estimations du recouvrement au cours de ces procédés et en particulier à leur erreur respective. Nous définissons comme recouvrement le nombre d'impulsions N irradiant un unique point du matériau situé au centre d'un usinage. Nous restons en particulier localisés au plan focal où les propriétés du faisceau

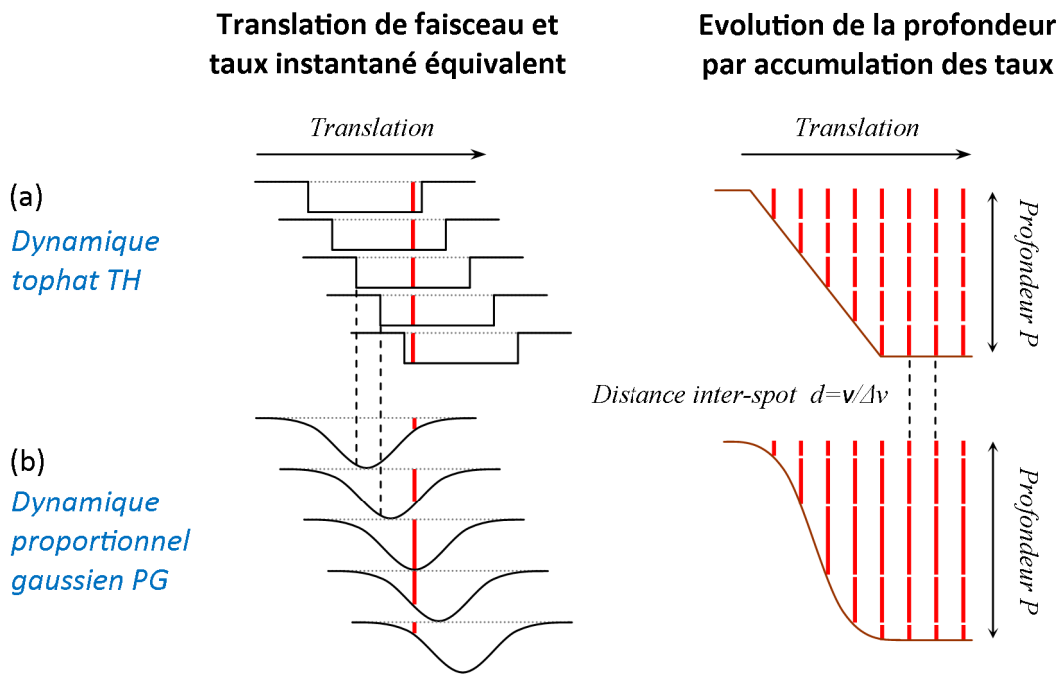


Figure 2.14 – Représentation du recouvrement d'impulsions translatées au cours d'un usinage dynamique.(a) Cas d'un faisceau tophat ou le taux d'ablation (rouge) est constant sur toute la largeur du faisceau. (b) Cas d'un faisceau gaussien où le taux d'ablation (rouge) varie proportionnellement à la fluence (méthode dite *proportionnelle gaussienne* développée par Bruneel *et al.* [158]).

sont les mieux maîtrisées et où nous avons basé notre optimisation de la découpe de PZT.

Dans le cas *statique*, N est tout simplement égal au nombre d'impulsions appliquées par l'opérateur grâce au logiciel de gestion du laser.

Dans le cas *dynamique tophat TH*, N est directement proportionnel à la cadence laser $\Delta\nu$ et la vitesse de déplacement v (Fig. 2.14(a)) :

$$N_{tophat} = \frac{\Delta\nu}{v} D \ . \tag{2.14}$$

Le paramètre D peut être de 2 natures : soit il représente le diamètre du faisceau $2\omega_0$, fixé par la lentille de focalisation et indépendant des paramètres lasers. Soit il est égal au diamètre d'ablation en supposant que la fluence en dessous du seuil d'ablation n'intervient pas au cours de l'interaction. Dans ce second cas, D varie avec la fluence. Finalement, $v/\Delta\nu$ n'est autre que la distance parcourue entre deux impulsions ou *distance inter-spot*. Divisée par le diamètre D, elle nous donne le nombre d'impulsions accumulées sur cette largeur.

Dans le cas *dynamique gaussien G*, soit le faisceau est estimé comme tophat afin de simplifier les calculs [54], soit le nombre d'impulsions est adapté à mesure que la fluence évolue [158]. Dans les travaux de Bruneel *et al.*, celui-ci est directement calculé à partir de la forme gaussienne : l'hypothèse est qu'une impulsion complète équivaut à la fluence crête et que les fluences inférieures constituent des fractions de cette impulsion. Finalement, l'accumulation N n'est autre que la somme des valeurs d'une gaussienne normalisée et

échantillonnée par la distance inter-spot $v/\Delta\nu$:

$$N_{gauss} = \sum_{k=-\infty}^{+\infty} e^{-2\left(\frac{kv}{\omega_0 \Delta\nu}\right)^2} . \tag{2.15}$$

Cette méthode sera appelée proportionnelle gaussienne (PG) et est schématisée Fig. 2.14(b). Jusqu'à présent, elle constituait le principal moyen de détermination des taux d'ablation au sein de notre équipe. Or cette correction certes ingénieuse au premier abord ne résout pas correctement le problème d'évolution du taux d'ablation au cours de la translation. En effet, prenons l'exemple d'un point cible étant successivement irradié par la crête d'une gaussienne puis par la moitié de celle-ci après décalage du faisceau. D'après la théorie PG, le matériau aura donc accumulé une impulsion plus une demi-impulsion. D'après (2.11), la profondeur P sera donc égale à un taux d'ablation plus la moitié de sa valeur. L'hypothèse selon laquelle le nombre d'impulsions est proportionnel à la fluence appliquée implique donc que le taux d'ablation soit lui-même proportionnel à la fluence, ce qui n'est vrai que dans certains matériaux ou dans des gammes de fluences proches du seuil.

La Fig. 2.15 reprend cette analyse dans un cas plus concret. Nous posons dans cette simulation une forme arbitraire de taux d'ablation. Supposons que nous réalisions une rainure sur ce matériau avec les paramètres suivants : $\Delta\nu = 5$ kHz, $F_{\text{crête}} = 10$ J/cm^2, $v = 5$ mm/s, $\omega_0 = 10$ µm et que nous connaissions également la valeur du taux d'ablation à cette fluence crête (par exemple ici : 100 nm/impulsion). Quelle est dès lors la profondeur de la rainure ? Tout d'abord, la distance inter-spot vaut $v/\Delta\nu = 1$ µm et la fluence équivalente à ce faisceau est symbolisé par les étoiles de la Fig. 2.15. Les taux d'ablation réels à ces fluences sont en rouge tandis que ceux de la méthode PG, proportionnels au taux à la fluence crête, sont en bleu. La profondeur totale est finalement la somme de chaque taux de chaque méthode : 1.25 µm avec la méthode PG contre 1.8 µm dans le cas réel. L'écart n'est donc pas négligeable avec une erreur de 30% alors que la théorie voudrait que la même profondeur soit obtenue.

Par réflexion inverse, le même taux d'ablation est censé être retrouvé que nous soyons en régime statique ou en régime dynamique avec les mêmes paramètres d'interaction. Cependant dans la réalité, la différence de procédé peut provoquer des effets annexes jouant sur l'efficacité d'ablation tels que la modification de la forme de l'interface après plusieurs impulsions ou l'interaction avec le panache d'ablation. En négligeant ces derniers en particulier pour des fluences et une accumulation inférieures à 20 J/cm^2 et 100 impulsions, nous nous sommes appliqués à définir une méthode d'analyse qui permettrait de retrouver le taux d'ablation statique au cours d'un usinage dynamique gaussien. Elle se base sur un calcul matriciel plus élaboré mais reprend l'idée de linéarisation de la méthode PG. Nous la nommerons méthode *GM* pour *gaussienne matricielle* :

$$\begin{pmatrix} P_1 \\ P_2 \\ \vdots \\ P_i \\ \vdots \\ P_m \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} a_{11} & a_{12} & \cdots & \cdots & \cdots & a_{1p} \\ a_{21} & a_{22} & \cdots & \cdots & \cdots & a_{2p} \\ \vdots & \vdots & \ddots & \ddots & \ddots & \vdots \\ \vdots & \vdots & \ddots & a_{ij} & \ddots & \vdots \\ \vdots & \vdots & \ddots & \ddots & \ddots & \vdots \\ a_{m1} & a_{m2} & \cdots & \cdots & \cdots & a_{mp} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \tau_1 \\ \tau_2 \\ \vdots \\ \tau_j \\ \vdots \\ \tau_p \end{pmatrix} . \tag{2.16}$$

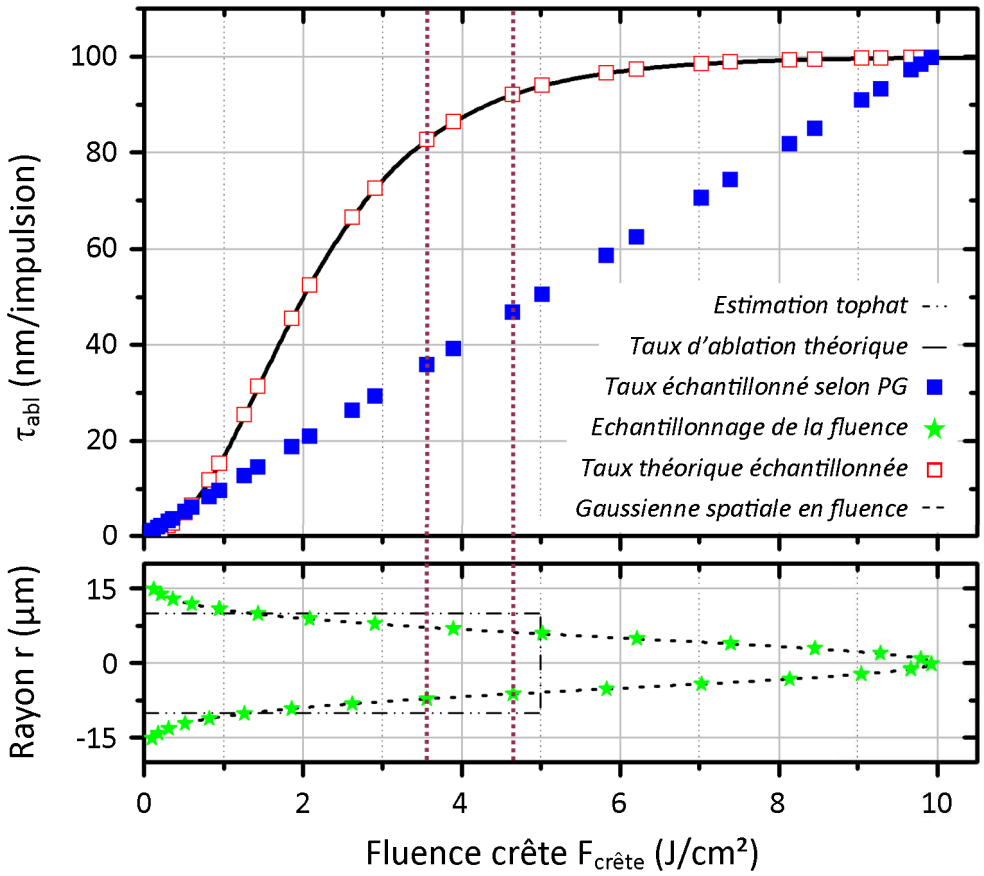


Figure 2.15 – Schématisation de l'échantillonnage du taux d'ablation au cours d'un usinage dynamique simulé mettant en évidence l'écart entre les valeurs théoriques et celles obtenues par la méthode PG. Le graphique inférieur représente une gaussienne spatiale en fluence tournée de 90° afin d'associer visuellement les fluences échantillonnées avec les taux correspondants. L'estimation grossière d'un tophat de fluence crête égale à la fluence moyenne et de diamètre $2\omega_0$ est également représentée. Le taux théorique possède une courbure arbitraire censée représenter le taux d'ablation statique d'un matériau quelconque. Les paramètres d'usinage fixés dans cette simulation sont proches de la réalité : $\Delta\nu = 5$ kHz, $F_{\text{crête}} = 10$ J/cm^2, $v = 5$ mm/s, $\omega_0 = 10$ µm et $F_{th} = 0.1$ J/cm^2.

Dans cette méthode, un ensemble de m rainures de profondeur P_i à mesurer est usiné à fluence croissante $F_{i,\text{crête}}$. A est une matrice connue grâce aux paramètres d'usinage et relie ces profondeurs aux p taux d'ablation à définir. Ces derniers sont également à fluence croissante de sorte que chaque profondeur P_i soit une combinaison linéaire des taux inférieurs $\tau_{i\to 0}$. La matrice A devient une matrice triangulaire inférieure.

Simplifions la compréhension en ne considérant que m taux à définir et représentant chacun les taux d'ablation des fluences crêtes de chaque rainure. Dans ce cas, plus il y aura de rainures, plus nous pourrons en déduire de points de la courbe d'ablation. Un exemple simple de traitement est présenté Fig. 2.16 avec 3 gaussiennes de fluence crête différente permettent l'usinage théorique de 3 rainures. Seules les demi-gaussiennes sont affichées pour plus de clarté. Chaque crête est donc associée à un taux d'ablation que nous cherchons à déterminer. Comme nous l'avons remarqué précédemment, la translation du laser au cours d'un usinage dynamique équivaut en un point fixe de la cible à échantillonner la forme gaussienne du faisceau à un taux égal à la distance inter-spot. Ils

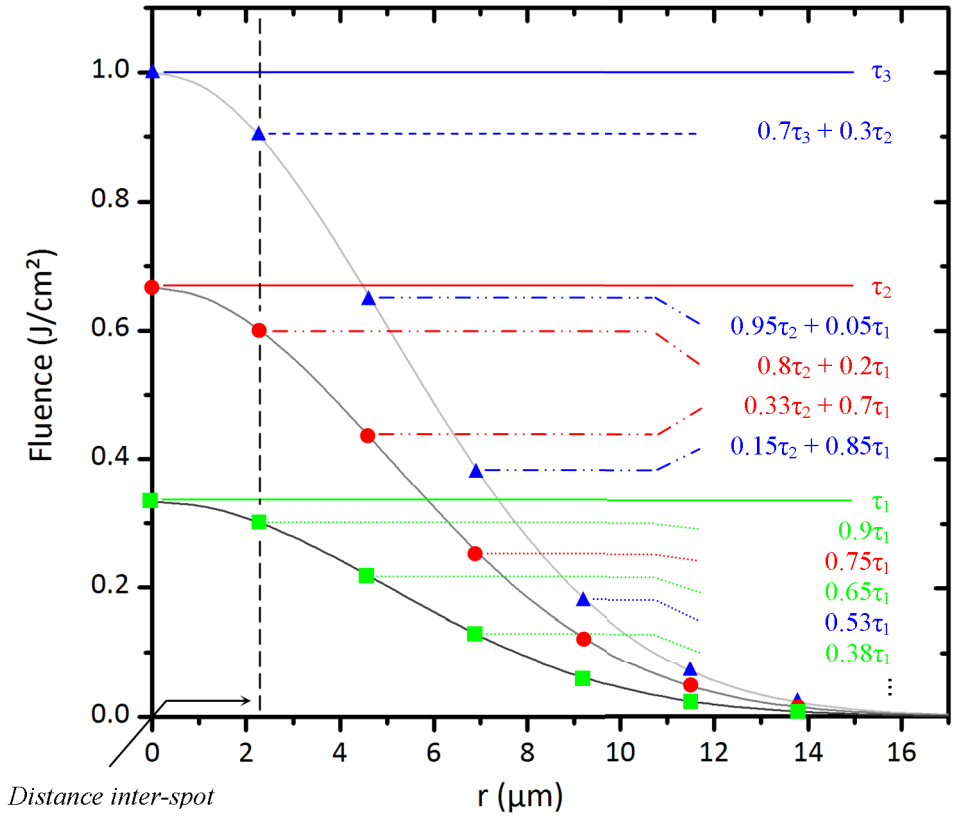


Figure 2.16 – Principe de calcul de la méthode GM : 3 gaussiennes de fluences crêtes différentes sont représentées. L'échantillonnage par la distance inter-spot (valeur arbitraire) issu de la translation de faisceau est associé à des combinaisons linéaires des taux d'ablation aux fluences crêtes.

sont représentés sur chacune des gaussiennes de la Fig. 2.16 avec une distance inter-spot arbitraire. Or il est logique de constater que la majorité de ces points ne correspond pas nécessairement aux taux τ_i que nous cherchons à identifier. Notre hypothèse de linéarisation entre alors en jeu : tous les points situés entre deux fluences crêtes $F_{i,\text{crête}} - F_{i+1,\text{crête}}$ seront décomposés en une combinaison linéaire des taux $\tau_i - \tau_{i+1}$. La linéarisation n'est donc que locale, c'est à dire entre 2 taux d'ablation. Seul l'échantillonnage de plus faible énergie ne peut être encadré. Exclusivement dans ce cas, la méthode PG est employée sachant que l'erreur y est minimisée. La matrice finale de la Fig. 2.16 complétée en italique donne alors :

$$A = \begin{pmatrix} 1 + 0.9 + 0.65 + 0.38 + (\textit{0.2+0.05+0.01}) & 0 & 0 \\ 0.2 + 0.7 + 0.75 + (\textit{0.35+0.15+0.05}) & 1 + 0.8 + 0.33 & 0 \\ 0.05 + 0.85 + 0.53 + (\textit{0.2+0.07}) & 0.3 + 0.95 + 0.15 & 1 + 0.7 \end{pmatrix} . \quad (2.17)$$

Après mesure des profondeurs obtenues avec ces fluences, il suffit de résoudre l'équation inverse $\tau = A^{-1}P$ pour récupérer la valeur des taux d'ablation aux différentes fluences crêtes.

Si nous posons maintenant les équations générales, les fluences vues par un point fixe

du matériau au cours d'un usinage dynamique sont de la forme de l'éq. (2.15) :

$$F_k = F_{i+1,\text{crête}} e^{-2\left(\frac{kv}{\omega_0 \Delta\nu}\right)^2} . \tag{2.18}$$

Ici, k représente le $k^{\text{ième}}$ déplacement de faisceau, donc varie pour i constant sachant $0 \leq i \leq m-1$. Dans la Fig. 2.16, ce sont les points de couleur identique. Ces fluences sont associées à des taux d'ablation τ_k de sorte que ces derniers soient composés de combinaisons linéaires des taux d'ablation à déterminer τ_j. En particulier, cette combinaison ne prendra en compte que deux termes : une fraction du taux τ_j de fluence juste inférieure F_j et une fraction du taux τ_{j+1} de fluence F_{j+1} juste supérieure à F_k. Il y a donc linéarité entre deux taux d'ablation τ_j et τ_{j+1} à déterminer :

$$\begin{aligned} \tau_k = \tau(F_k) &= \tau_j + \frac{\tau_{j+1} - \tau_j}{F_{j+1} - F_j}(F_k - F_j) && (2.19) \\ &= \frac{F_k - F_j}{F_{j+1} - F_j}\tau_{j+1} + \frac{F_{j+1} - F_k}{F_{j+1} - F_j}\tau_j && (2.20) \\ &= \alpha_k \tau_{j+1} + \beta_k \tau_j . && (2.21) \end{aligned}$$

Conditions de validité : $j \in N*, \;\; 1 \leq j \leq j_{max-1}, \;\; F_j < F_k \leq F_{j+1}$.

L'indice max correspond au nombre de taux d'ablation à déterminer, qui n'est pas nécessairement égal aux nombre de rainures usinées (contrairement à notre exemple où $max = m$). Enfin, les coefficients a_{ij} de la matrice symbolisant l'influence du taux τ_j sur la $i^{\text{ième}}$ rainure à $F_{i,\text{crête}}$ sont égaux à :

$$a_{ij} = \sum_{\substack{k \\ F_j < F_k \leq F_{j+1}}} \alpha_k + \sum_{\substack{k \\ F_{j-1} < F_k \leq F_j}} \beta_k . \tag{2.22}$$

Cette méthode a l'avantage de réduire théoriquement les erreurs de linéarisation. Expérimentalement cependant, des incertitudes de mesure sur la profondeur ou sur la dimension de faisceau peuvent engendrer un autre type d'erreur qui se propagera par oscillation sur les résultats d'ablation du fait du calcul matriciel. La matrice A est uniquement dépendante des paramètres d'usinage, ce pourquoi la connaissance des caractéristiques du faisceau est primordiale. Un autre inconvénient réside enfin dans la non détermination d'un nombre d'impulsions à des fins comparatives avec d'autres procédés.

La Fig. 2.17 compare les différentes méthodes d'estimation des taux d'ablation vues jusqu'ici. Elle reprend les paramètres de la Fig. 2.15 ainsi que le taux d'ablation statique arbitraire (taux théorique). Dans cette simulation, nous usinons virtuellement non plus une mais 10 rainures avec des fluences crêtes allant de 1 à 10 J/cm^2 par pas de 1 J/cm^2. Ayant fixé au préalable la forme vraie du taux d'ablation avec la fluence (taux théorique) ainsi que les paramètres d'usinage, nous sommes donc capables d'estimer leur profondeur comme il l'a déjà été fait plus haut. Désormais, nous nous basons sur ces profondeurs et appliquons les différentes méthodes permettant de retrouver le taux d'ablation :

- *Méthode TH* : chaque profondeur est divisée par N, calculé selon l'éq. (2.14) pour deux diamètres différents : $2\omega_0$, diamètre du faisceau au plan focal ; D_a, diamètre d'impact sur le matériau.

– *Méthode PG* : chaque profondeur est divisée par N, calculé selon l'éq. (2.15) en ne considérant soit aucun seuil, soit F_{th}. Dans le premier cas, la somme devient infinie mais tend vers une limite alors que l'échantillonnage est borné dans le second.

– *Méthode GM* : Toutes les profondeurs sont traitées simultanément par multiplication avec la matrice A inversée, initialement complétée d'après les paramètres de fluences crêtes appliquées et des distance inter-spots.

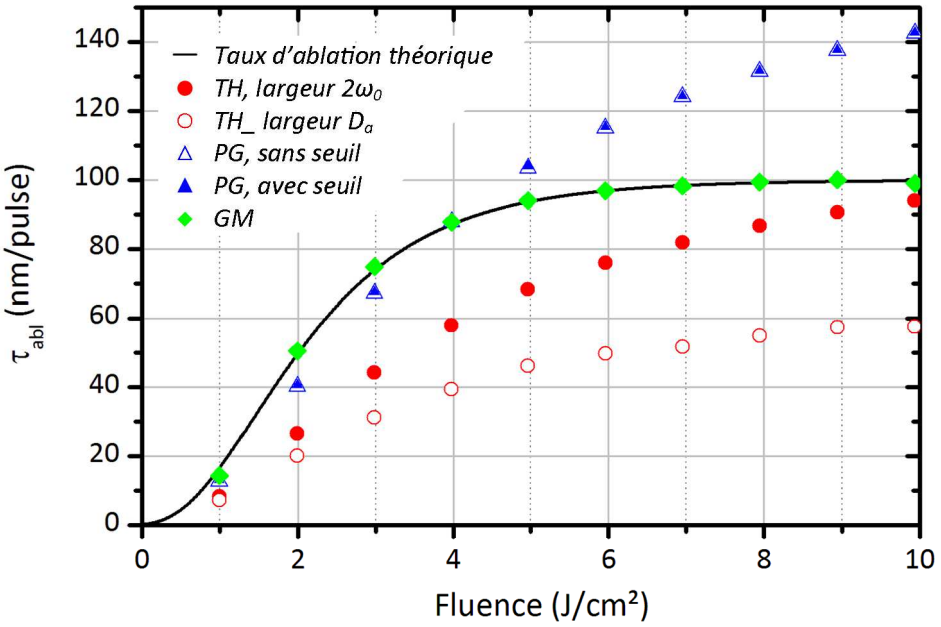


Figure 2.17 – Simulation comparative des méthodes de détermination des taux d'ablation en régime dynamique. Le taux théorique ainsi que les paramètres de la Fig. 2.15 sont utilisés pour simuler l'usinage de rainures à fluence variable. Les profondeurs déduites sont ensuite traitées dans le but de retrouver le taux théorique initial au moyen des méthodes vues précédemment : TH : méthode TopHat ; PG : méthode Proportionnelle Gaussienne ; GM : méthode Gaussienne Matricielle.

Les résultats sont visuellement parlants : en ne considérant que la forme du faisceau, seule la méthode GM développée dans cette étude permet de retrouver le vrai taux d'ablation.

Le nombre d'impulsions calculé par la méthode TH est trop grand, d'où une sous-estimation, amplifiée par le choix du diamètre d'impact sachant $D_a > 2\omega_0$ au vu de nos paramètres. Cette erreur est intrinsèque à cette méthode et le seul moyen d'y remédier serait d'adapter la largeur du faisceau *tophat*.

Bien que la tendance à faible fluence soit cohérente avec le taux initial, la méthode PG diverge fortement au-delà d'une certaine valeur. La considération ou non du seuil ne paraît pas avoir d'incidence notable sur le comportement de la courbe. Le problème réside donc bien dans la méthodologie de calcul de l'accumulation : le taux initial peut être approximé par une droite jusqu'à environ 4 J/cm^2, ce pourquoi cette méthode fonctionne bien en dessous de cette valeur. Dès lors que la saturation apparaît, la linéarisation implique que le nombre d'impulsions calculées devient trop faible, résultant d'un taux bien supérieur à notre base de travail.

Théoriquement donc, la méthode GM génère peu d'erreur dans un cas simple et bien maîtrisé contrairement aux autres méthodes. Il s'agit maintenant de l'appliquer à des cas concrets d'usinage afin de tester sa robustesse.

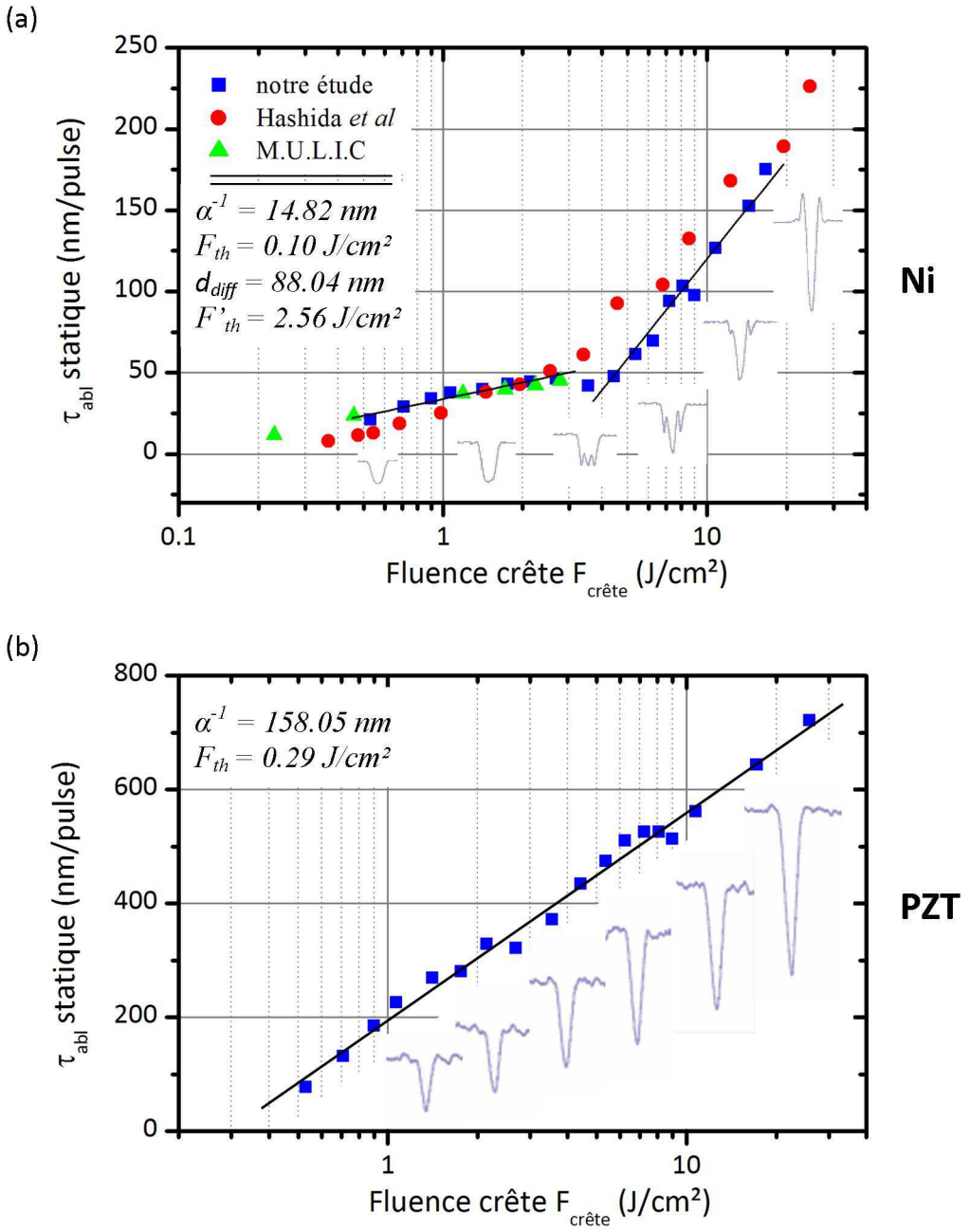


Figure 2.18 – Taux d'ablation statiques sur (a) le nickel (100 impulsions) et (b) le PZT (50 impulsions) avec la lentille de 250 mm. La forme typique des usinages est également illustrée. Paramètres de la littérature : Hashida *et al.*, lentille de 100 mm, 70 fs , 1 impulsion [127] ; M.U.L.I.C : 100 fs, 1 kHz, 800 nm [159].

Intéressons-nous tout d'abord aux usinages statiques du nickel et du PZT (Fig. 2.18). Ils ont été obtenus par une lentille de longue focale, 250 mm, permettant de réaliser des impacts larges et relativement faciles à analyser par une méthode de caractérisation adaptée. 100 impulsions par impact ont été appliquées sur le nickel pour mesurer des profondeurs suffisantes tandis que celles-ci sont bien plus profondes sur le PZT, d'où

le choix de 50 impulsions par impact dans ce cas. Nous appliquons sur ces courbes les théories résumées dans les éq. (2.12) et (2.13) et comparons si possible nos résultats avec la littérature.

Comme observé sur les métaux, nous retrouvons deux tendances d'ablation pour le nickel, une à basse fluence guidée par l'absorption optique, et une à haute fluence guidée par la diffusion électronique. La profondeur de pénétration optique α^{-1} est estimée à 14.8 nm sur le nickel et à 158.1 nm sur le PZT. Aucune donnée n'existe sur le PZT mais cette valeur reste très éloignée de celle simulée en fin de premier chapitre. Le nickel quant à lui est proche de la littérature, que ce soit pour α^{-1} [104,160] ou pour sa courbure avec la fluence [127]. Les seuils d'ablation sont dans les deux cas légèrement inférieurs à ceux obtenus par la méthode de Liu. Cela peut être dû au manque de précision lors de l'estimation de la profondeur à proximité du seuil et à la linéarisation qui donnera intuitivement une valeur de seuil minimisée. A l'identique des résultats de taux volumique, le seuil du PZT et son taux sont plus élevés que sur le nickel. La différence d'interaction entre les deux matériaux s'observe également sur la forme des usinages : à partir de 3.5 J/cm^2 sur le nickel, une remontée de matière apparaît clairement au centre de l'usinage puis se décale sur ses bords, comme si elle dépendait d'un seuil spécifique. Après liquéfaction de la surface du métal, des effets capillaires peuvent être générés sur les bords d'usinage, amplifiés par la pression du plasma ambiant [161]. La céramique PZT ne fond quant à elle que très localement de par son faible coefficient de diffusion et aucune remontée de matière n'est observée.

Maintenant que nous avons déterminé des valeurs statiques, observons la différence à l'issu d'un usinage dynamique par rainurage, dont les résultats sont présentés Fig. 2.19. Les vitesses sur PZT et nickel étaient respectivement de 4.6 mm/s et 2.3 mm/s en vue d'effectuer une comparaison à recouvrement équivalent. N est estimé à 120 et 75 impulsions sur le nickel, respectivement avec l'éq. (2.14) de la méthode tophat et l'éq. (2.15) de la méthode proportionnelle gaussienne ($D = 2\omega_0$). L'accumulation est deux fois plus faible sur le PZT.

L'analyse TH révèle de nouveau des taux d'ablation plus faibles que les valeurs statiques du fait d'une surestimation du nombre d'impulsions.

Elle en est pourtant plus proche sur le PZT que sur le nickel. L'inflexion du taux peut en partie expliquer cette proximité : alors que le faisceau est gaussien, les fluences supérieures à environ 6 J/cm^2 engendrent un taux relativement constant. La forme d'usinage tendrait donc davantage vers une forme *tophat* à fluence croissante tandis que la forme gaussienne serait préservée sur le nickel du fait de la proportionnalité du taux avec la fluence. La méthode PG est donc plus appropriée sur ce dernier avec une très bonne concordance avec le cas statique.

Finalement, les méthodes TH et PG ne sont valables que pour des formes de taux d'ablation spécifiques bien qu'elles soient employées pour justement les déterminer. La méthode alternative GM n'en est quant à elle pas dépendante. Pour les deux matériaux, ses résultats sont proches des valeurs statiques. La méthode fonctionne donc même expérimentalement bien que nous notions de forts écarts à faible fluence, nécessitant un approfondissement méthodologique. Pour l'estimation du nombre d'impulsions, notre hypothèse est la suivante : la méthode TH ou PG qui sera la plus adaptée sera utilisée pour le calcul. Pour le PZT, N résultera donc de la méthode TH (60 impulsions) alors que la méthode PG est plus adaptée pour le nickel (75 impulsions). Bien évidemment,

un calcul commun est préférable mais n'a pas été traité et constitue une des perspectives méthodologiques de ces travaux.

Le logiciel présenté en Annexe (D) a été développé afin de gérer les différents moyens de détermination des taux d'ablation tout en rendant transparent leur calcul.

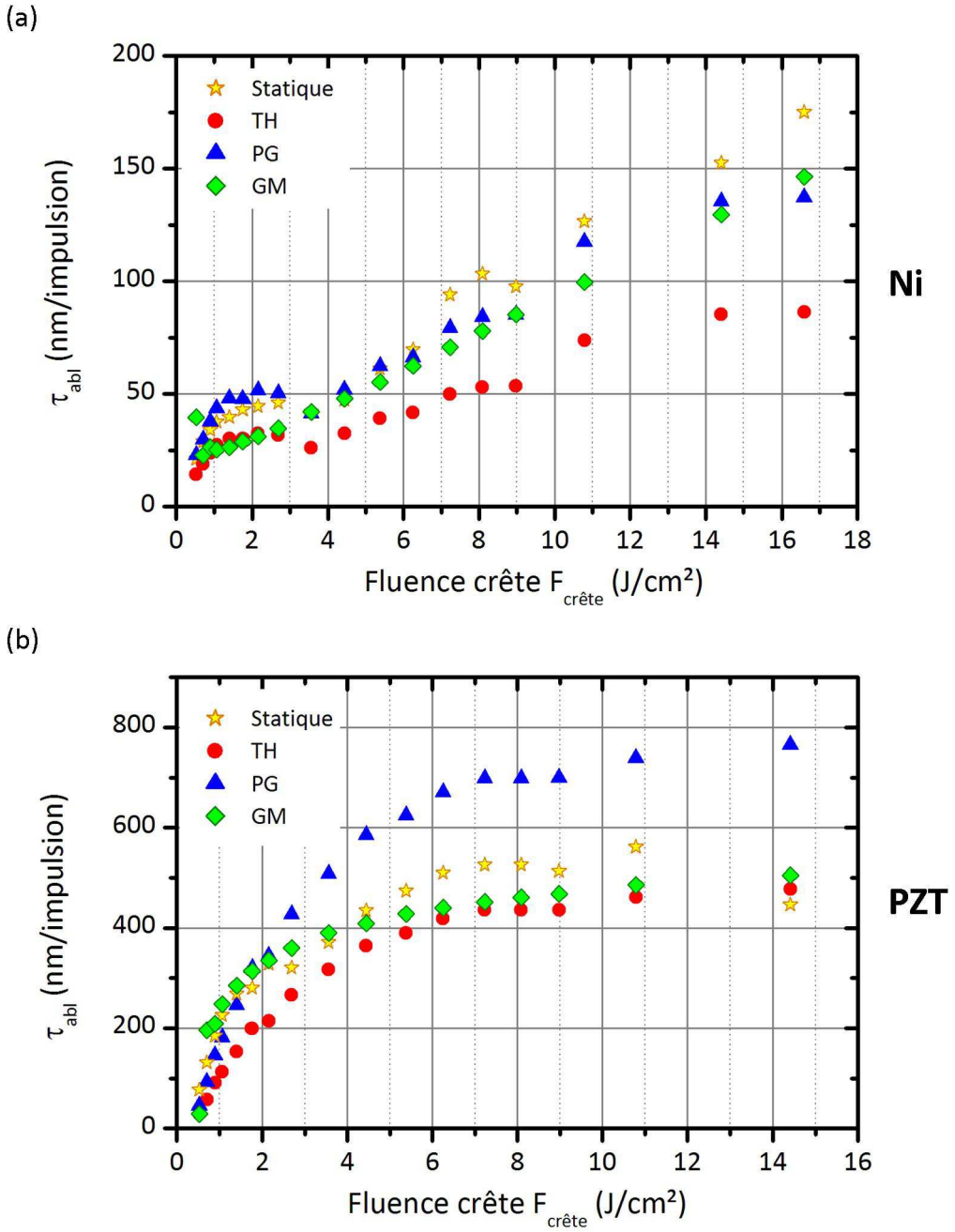


Figure 2.19 – Comparatif expérimental des différentes méthodes de détermination des taux d'ablation en régime dynamique sur (a) le nickel et (b) le PZT. TH : méthode TopHat ; PG : méthode Proportionnelle Gaussienne ; GM : méthode Gaussienne Matricielle. La méthode PG se rapproche des résultats statiques sur nickel contrairement au PZT où la méthode TH est la plus cohérente. A l'inverse, la méthode GM développée dans le cadre de ces travaux coïncide avec les données statiques indépendamment du matériau.

En conclusion de cette étude sur les taux d'ablation, l'usinage statique par impacts est préférable car s'affranchissant des problèmes méthodologiques. Les usinages dynamiques sont néanmoins courants dans la littérature et se basent sur des méthodes de calcul approximant le nombre d'impulsions d'après la forme du faisceau. Nous avons démontré cependant que ces méthodes, nommées TH et PG, ne sont adaptées que pour des courbes d'ablation spécifiques, inconnues au moment de leur détermination.

Une nouvelle méthode par analyse matricielle a été développée et paraît pertinente théoriquement et expérimentalement. Les taux d'ablation du PZT en régime statique et dynamique coïncident finalement et tendent à prouver que la déposition spatiale d'énergie est le facteur principal affectant les profondeurs hors saturation. Le calcul du taux volumique, bien que ne permettant pas actuellement de retrouver les profondeurs, apparaît comme une méthode alternative plus précise mais pas encore mûre. A terme, elle pourrait améliorer l'estimation des seuils d'ablation et contrôler l'évolution des procédés en temps réel par mesure de masse ablatée.

2.3.3 Accumulation d'impulsions : incubation et saturation

Incubation

L'incubation est associée à la modification des propriétés de l'interaction avec l'accumulation et peut affecter les seuils et taux d'ablation qui ne resteront pas constants malgré des fluences d'usinage fixées. En outre, Jee *et al.* estimèrent l'influence du nombre d'impulsions N sur la fluence seuil par une relation empirique introduisant le paramètre ε appelé coefficient d'incubation :

$$F_{th}(N) = F_{th}(1)N^{\varepsilon-1} \ . \tag{2.23}$$

Plusieurs cas en fonction des valeurs de ε se distinguent alors :

- $\varepsilon = 1$, le seuil est indépendant du nombre d'impulsion ;
- $\varepsilon < 1$, le seuil diminue avec un nombre d'impulsions croissant. C'est le cas de la grande majorité des matériaux où l'ablation apparaît à des fluences de plus en plus faibles, jouant sur la dimension du faisceau lorsqu'il est gaussien.
- $\varepsilon > 1$, le matériau devient résistant à l'ablation avec une fluence seuil qui augmente avec les impulsions. A notre connaissance, aucune publication ne fait référence à des matériaux ayant de telles propriétés en régime ultra-bref.

Afin de déterminer ε avec une plus grande facilité, cette équation est remanipulée pour atteindre la forme :

$$ln\left[NF_{th}(N)\right] = \varepsilon ln(N) + ln\left[F_{th}(1)\right] \ . \tag{2.24}$$

En échelle logarithmique, nous obtenons donc une droite de pente ε et dont l'ordonnée à l'origine est fonction du seuil d'ablation à la première impulsion. De plus, en combinant les éq. (2.7) et (2.23), nous pouvons définir l'évolution du diamètre d'impact en fonction de N :

$$D_a = \omega_0\sqrt{2ln\left(\frac{F_{\text{crête}}}{F_{th}(1)N^{\varepsilon-1}}\right)} \ . \tag{2.25}$$

Ces équations sont largement utilisées sur les métaux et les semi-conducteurs car cohérentes avec les mesures expérimentales. Sur des lasers équivalents à celui de notre étude, Mannion *et al.* estimèrent ε à 0.86 ± 0.03 sur l'inox 316L [130], Semaltianos *et al.* à 0.72 ± 0.03 sur un alliage à base de nickel [129] et Bonse *et al.* à 0.87 sur du nitrure de

titane TiN [134]. Ni *et al.* et Güdde *et al.* ont respectivement obtenu 0.765 et 0.922 sur des films minces d'or. Cet écart peut être associé à la différence de longueur d'onde entre ces deux études (800 nm pour Ni et 400 nm pour Güdde) impliquant des différences en termes d'absorption et de mécanisme d'interaction [131, 162]. Les résultats publiés par Bonse *et al.* et Borowiec *et al.* sur le semi-conducteur InP sont similaires ($\varepsilon = 0.78$ et 0.74 ± 0.09) bien que les cadences d'usinage soient de 10 Hz et 1 kHz. A ces échelles, la fréquence n'a a priori pas d'incidence alors qu'elle peut engendrer des effets thermiques accumulatifs en régime MHz, et donc provoquer des fluctuations dans les résultats d'incubation. Enfin sur les céramiques, Kim *et al.* recensèrent des facteurs d'incubation de 0.7 et 0.46 sur l'alumine Al_2O_3 et le nitrure d'aluminium AlN. Les travaux de Uppal *et al.* sur le PZT ne présentent pas de valeur de ε mais peut être déduite des multiples seuils de fluence calculés pour des quantités d'impulsions variables [114]. Nous déduisons donc par nos moyens des valeurs de 0.88 pour le PZT dur et 0.86 pour le PZT doux. Notons cependant qu'une seconde équation développée par Ashkenasi *et al.* a été reportée comme plus adaptée aux matériaux diélectriques [163]. Elle fut brièvement exploitée par Wang *et al.* pour caractériser l'ablation du saphir [136] et par Machado *et al.* afin d'optimiser un procédé dynamique [164].

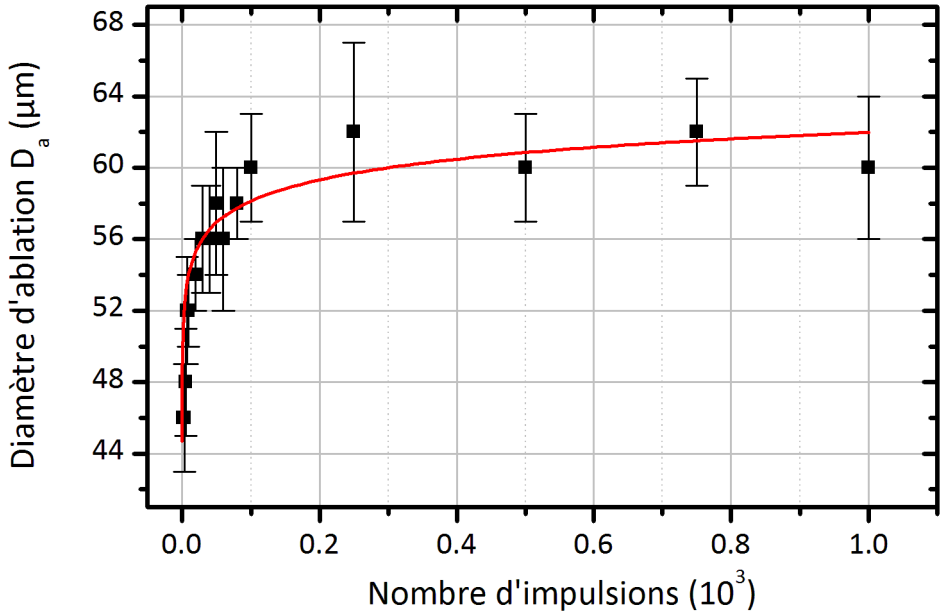


Figure 2.20 – Évolution du diamètre d'ablation D_a en fonction du nombre d'impulsions sur PZT pur et régression associée. Paramètres appliqués : $f = 250$ mm ($\omega_0 = 27$ µm) ; $F_{\text{crête}} = 7$ J/cm^2.

Alors que cette dernière requiert davantage de paramètres libres, nous avons préféré utiliser sur le PZT l'éq. (2.23) et en particulier l'évolution du diamètre d'ablation avec l'accumulation (voir éq. (2.25)). D'après la Fig. 2.20, à 7 J/cm^2 avec la lentille de 250 mm ($\omega_0 = 27$ µm), nous déduisons un coefficient d'incubation ε de 0.80 équivalent au complément d'analyse des travaux de Uppal *et al.*, bien que les seuils d'ablation de nos deux études soient différents. Également, nous déduisons un seuil initial pour la première impulsion de 1.76 J/cm^2. En appliquant ces valeurs à (2.23) pour déduire le seuil d'ablation après une cinquantaine d'impulsions, nous constatons un écart significatif avec

la méthode de Liu (0.38 J/cm^2 vs 0.8 J/cm^2). Bien que cet écart ne soit pas clairement identifié, nous supposons qu'il provient majoritairement de l'incertitude de mesure sur les diamètres d'ablation dont la délimitation peut être très approximative.

Saturation

La saturation s'associe à la baisse de l'efficacité d'usinage. Tout comme l'incubation, elle a pour origine l'accumulation d'un grand nombre d'impulsions dont l'influence portera cette fois-ci sur la géométrie de l'interface d'interaction. Par conséquent, la distinction de ces deux effets peut s'avérer relativement difficile, ce pourquoi la saturation s'observera préférentiellement sur une variation de profondeur alors que l'incubation se déduira d'une évolution des caractéristiques de la surface d'impact.

Dans l'étude sur les taux d'ablation, nous avons insisté sur le fait de comparer les résultats d'un même matériau avec des paramètres identiques et en particulier le nombre d'impulsions N. Alors que pour N faible, la profondeur P lui est proportionnelle via un taux d'ablation constant, il apparaît généralement une décroissance de ce taux après une forte accumulation. Dans le domaine ultra-bref, Bonse *et al.* ne constatèrent pourtant aucune fluctuation sur TiN après 200 impulsions alors que Wynne *et al.* identifièrent clairement cet effet sur l'aluminium après 5000 impulsions [142, 153]. 200 impulsions suffisent néanmoins sur les céramiques Al_2O_3 et AlN, voire 20 impulsions sur le semi-conducteur InP [133, 135]. Des résultats similaires sont obtenus lors d'usinages de Al_2O_3-TiC, Pyrex, SiC et PZT par lasers à excimères avec des durées d'impulsions de 20 ns [54, 165].

Un comparatif des mesures sur PZT et nickel est présenté Fig. 2.21 à 7 J/cm^2. En statique, l'évolution de la profondeur sur le métal démontre d'une excellente linéarité avec l'accumulation, impliquant en conséquence un taux d'ablation quasi-constant de 90 nm sur la plage d'étude. Par opposition, le taux d'ablation du PZT décroît de 1 µm/impulsion à 250 nm/impulsion et implique une baisse de la vitesse d'usinage en profondeur. Le procédé d'usinage reste donc difficile à optimiser car la découpe évolue avec la profondeur et des variations complémentaires de paramètres tels que la puissance ou la focalisation risquent d'influer sur cette courbure. D'après nos observations et des premiers résultats de notre équipe de recherche, la décroissance du taux d'ablation dépendrait en majorité du ratio entre la profondeur ablatée et le diamètre d'ablation. Passé une valeur critique, le faisceau laser *sature* et perd en efficacité par réflexions sur les bords de la cavité ou par écrantage du panache d'ablation absorbant et réfléchissant une partie de l'énergie incidente. Cette hypothèse est également cohérente avec la littérature : parmi les travaux cités précédemment, l'InP est le matériau usiné avec le plus petit diamètre ($2\omega = 10$ µm) et sature le plus rapidement, suivi de l'AlN, le TiN et enfin l'aluminium ou le diamètre est de 150 µm. Dans notre étude, le diamètre de faisceau utilisé pour le nickel et le PZT est identique mais les profondeurs sont différentes. Le PZT s'usine plus vite et va donc saturer plus rapidement.

Comparaison des résultats statiques et dynamiques

Aux résultats statiques et toujours à 7 J/cm^2, nous avons superposé des estimations dynamiques afin de vérifier ou non l'hypothèse de calcul du nombre d'impulsions N postulée avec les taux d'ablation : $N = N_{gauss}$ selon la méthode PG et l'éq. (2.15) est utilisé pour des courbes d'ablation linéaires avec la fluence (cas du nickel) ; $N = N_{tophat}$ selon la méthode TH et l'éq. (2.14) est utilisé pour des courbes d'ablation saturant avec la fluence

(cas du PZT). Pour tester l'effet du nombre d'impulsions en dynamique, deux paramètres ont été testés séparément :

- La vitesse d'usinage v, de 1 à 10 mm/s par pas de 1 mm/s pour un seul passage ;
- Le nombre de passages N_{pass}, de 1 à 10 par pas de 1 pour une vitesse de 5 mm/s.

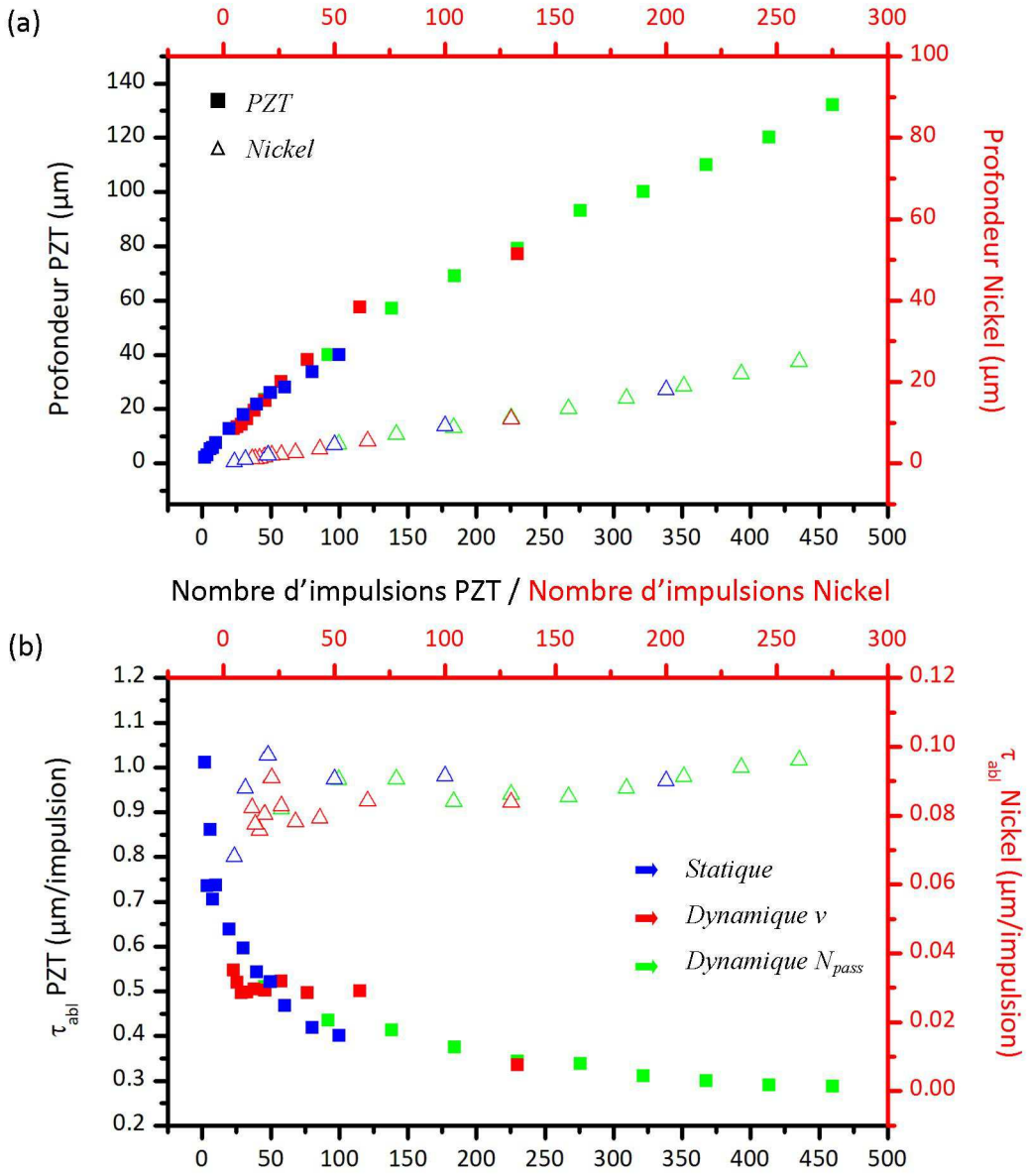


Figure 2.21 – (a) Profondeurs d'usinage et (b) taux d'ablation du PZT et nickel en fonction du nombre d'impulsions à 7 J/cm^2. Les résultats statiques (bleu) sont comparés aux résultats dynamiques (rouge, variation de la vitesse v et vert, variation du nombre de passages N_{pass}). Les procédés se recoupent pour un calcul du nombre d'impulsions en accord avec la dynamique d'ablation du matériau considéré.

Ces résultats sont également tracés sur la Fig. 2.21. Le nombre d'impulsions équivalent à la rainure de 5 mm/s a ensuite été déterminé empiriquement, les autres paramètres lui étant proportionnels, de sorte à ce que les points dynamiques s'ajustent au mieux avec les valeurs statiques. N a été ainsi identifié comme égal à 46 impulsions pour le PZT et 26 impulsions pour le nickel, surprenant lorsque nous savons que les deux matériaux ont

été usinés avec exactement les même paramètres. Or lorsque nous calculons le nombre d'impulsions résultant des éq. (2.15) et (2.14) avec les paramètres $v = 5$ mm/s, $\Delta\nu = 5$ kHz et $\omega_0 = 23$ µm, nous obtenons 46 impulsions avec la méthode TH et 28 impulsions avec la méthode PG. Malgré l'écart entre le rayon de faisceau théorique de 23 µm et expérimental de 27 µm, les ordres de grandeurs sont bien corrélés et nos hypothèses valables.

2.3.4 Découpes estimées et simulées

Le taux d'ablation, la fluence seuil et l'incubation/saturation peuvent être associés pour estimer les temps d'usinage. La Fig. 2.22(a) représente une simulation de l'évolution du taux d'ablation en 3 dimensions extrapolée à partir des deux courbes en régime statique des Fig. 2.18(b) et 2.21(b) en fonction de la fluence et du nombre d'impulsions. Les points représentent les valeurs d'ablation théoriquement accumulées en un point fixe du matériau lors d'une découpe par faisceau gaussien à 7 J/cm^2 et 5 mm/s. A chaque nouvelle impulsion, la fluence croît puis décroît du fait de la translation du faisceau. Ce schéma se reproduit finalement pour N_{pass} jusqu'à ce que la profondeur de 180 µm soit usinée. Le graphique comparatif entre les valeurs théoriques et expérimentales pour différents jeux de paramètres est donné Fig. 2.22(b).

A premières vues, les tendances d'évolution théoriques du nombre de passages en fonction de la fluence et de la vitesse sont en accord avec les résultats expérimentaux : décroissance du nombre de passages avec la fluence et augmentation avec la vitesse. Cependant, un écart important est à noter, en particulier pour de faibles fluences où le nombre de passages nécessaire pour la découpe s'accroît. Cela s'explique par l'accumulation des erreurs d'extrapolation, d'autant plus conséquente que la simulation est répétée quand l'usinage est long. Également, nous remarquons qu'en utilisant seulement 2 courbes pour l'extrapolation, l'évolution de la fluence seuil suit une tendance à l'opposé de ce qui a été obtenu expérimentalement et augmente avec le nombre d'impulsions. Nous pouvons donc en conclure que pour un paramétrage différents (par exemple $\tau_{abl} = f(F_{\text{crête}})$ pour N =5000 impulsions), la courbure du taux change légèrement. Or ces valeurs restent difficilement accessibles par expérience du fait des fortes profondeurs, ce pourquoi elles n'ont pas pu être testées expérimentalement. Aussi pour une optimisation il apparaît comme déconseillé de se placer à faible fluence où le nombre de passages varie beaucoup. Si une incertitude existe en termes de vitesse ou de fluence au moment du procédé, il y aura une forte probabilité pour que la découpe n'aboutisse pas. Entre 5 et 7 J/cm^2, le temps d'usinage commence à se stabiliser tandis que le rendement est maximisé par rapport aux plus hautes fluences.

Le temps de procédé total pour la découpe de N lames rectangulaires de 2.5×1.25 mm à partir du wafer carré de 4 cm de côté est estimé à partir du nombre de passages N_{pass} d'une seule rainure. Théoriquement, $40/2.5(16) \times 40/1.25(32) = 512$ lames peuvent être obtenues au maximum. Or la largeur x de la découpe mesurée du côté le plus fin en face de sortie doit être prise en compte, approximée expérimentalement comme inférieure à 30 µm (465 lames équivalentes par wafer). A cela il faut également ajouter des marges l d'une centaine de µm de part et d'autre du wafer afin de certifier de sa découpe complète. Nous ne considérons ici que le temps d'ouverture de faisceau, les temps de positionnement étant relativement rapide. Finalement, pour une vitesse d'usinage v (mm/s), le temps de procédé t_{proc} équivaut au produit entre le temps pour un passage, le nombre de passages

par rainure et le nombre de rainures :

$$t_{proc} = t_{1pass} \times N_{rainures} \times N_{pass} \tag{2.26}$$

$$= \frac{40+2l}{v} \times \left[\mathbf{E}\left(\frac{40}{2.5+x}\right) + \mathbf{E}\left(\frac{40}{1.25+x}\right) + 2\right] \times N_{pass} \ , \tag{2.27}$$

où "**E**" représente la partie entière et "+2" indique qu'il y a une rainure de plus qu'il n'y a de lames dans chacune des directions d'usinage. Nous pouvons ainsi appliquer cette formule à la Fig. 2.22(b) pour $l = 200$ µm et $x = 15$ µm fixés arbitrairement, ce qui nous permet d'estimer les temps de procédé globaux recensés pour des couples de paramètres fluence-vitesse dans le tab. (2.4).

Fluence $\mathbf{F_{crête}}$ $\mathbf{J/cm^2}$	Vitesse					
	2 mm/s		**5 mm/s**		**9 mm/s**	
	exp.	**th.**	**exp.**	**th.**	**exp.**	**th.**
3.5	1 :53	4 :10	2 :25	3 :43	2 :45	3 :35
5.2	1 :29	2 :17	1 :24	2 :00	1 :30	2 :00
7.0	1 :05	1 :29	1 :18	1 :28	1 :05	1 :30
8.7	0 :57	1 :13	1 :01	1 :14	1 :01	1 :14
10.5	0 :40	1 :13	0 :52	1 :08	0 :54	1 :03

Table 2.4 – Temps de procédé (h :min) estimé pour la découpe complète d'un wafer en fonction de la fluence et de la vitesse d'usinage. Les valeurs théoriques obtenues via les considérations du taux d'ablation et de l'incubation sont comparées aux mesures expérimentales basées sur le nombre de passages d'une rainure débouchante.

Nous retrouvons effectivement un fort écart entre théorie et expérience à 3.5 J/cm^2, écart qui s'atténue à plus forte fluence et haute vitesse. Également, l'erreur d'interpolation se retrouve sur les tendances d'évolution avec la vitesse : alors qu'en théorie, le temps de procédé semble diminuer avec celle-ci, l'expérience tend à indiquer au contraire qu'une légère décélération du procédé a lieu. Néanmoins, nos approximations sont dans la majorité cohérentes et donnent un bon ordre de grandeur des temps de découpe oscillant entre 1 et 2 h en fonction des paramètres appliqués.

Finalement, nous ne réussirons à n'avoir qu'une estimation quantitative grossière du temps de procédé par simulation. En contrepartie, les principales caractéristiques intervenant dans le procédé d'interaction laser-matière telles que le seuil d'ablation, le taux d'ablation ou l'incubation sont comprises et maîtrisées avec 2 publications résultant de ces travaux. Cependant, ces critères ne définissent en rien la qualité des découpes. Si seul le temps d'usinage importait, la Fig. 2.22(b) nous indique clairement qu'augmenter la fluence permet de réduire drastiquement le nombre de passages (qu'il faut ramener à une vitesse équivalente pour comparer des temps de procédé). Or nous verrons dans la suite de ces travaux qu'augmenter ce paramètre induit des effets notoires sur le PZT. Un compromis sous la forme de plages de paramètres acceptables est donc à définir pour une optimisation simultanée entre le temps et la qualité d'usinage.

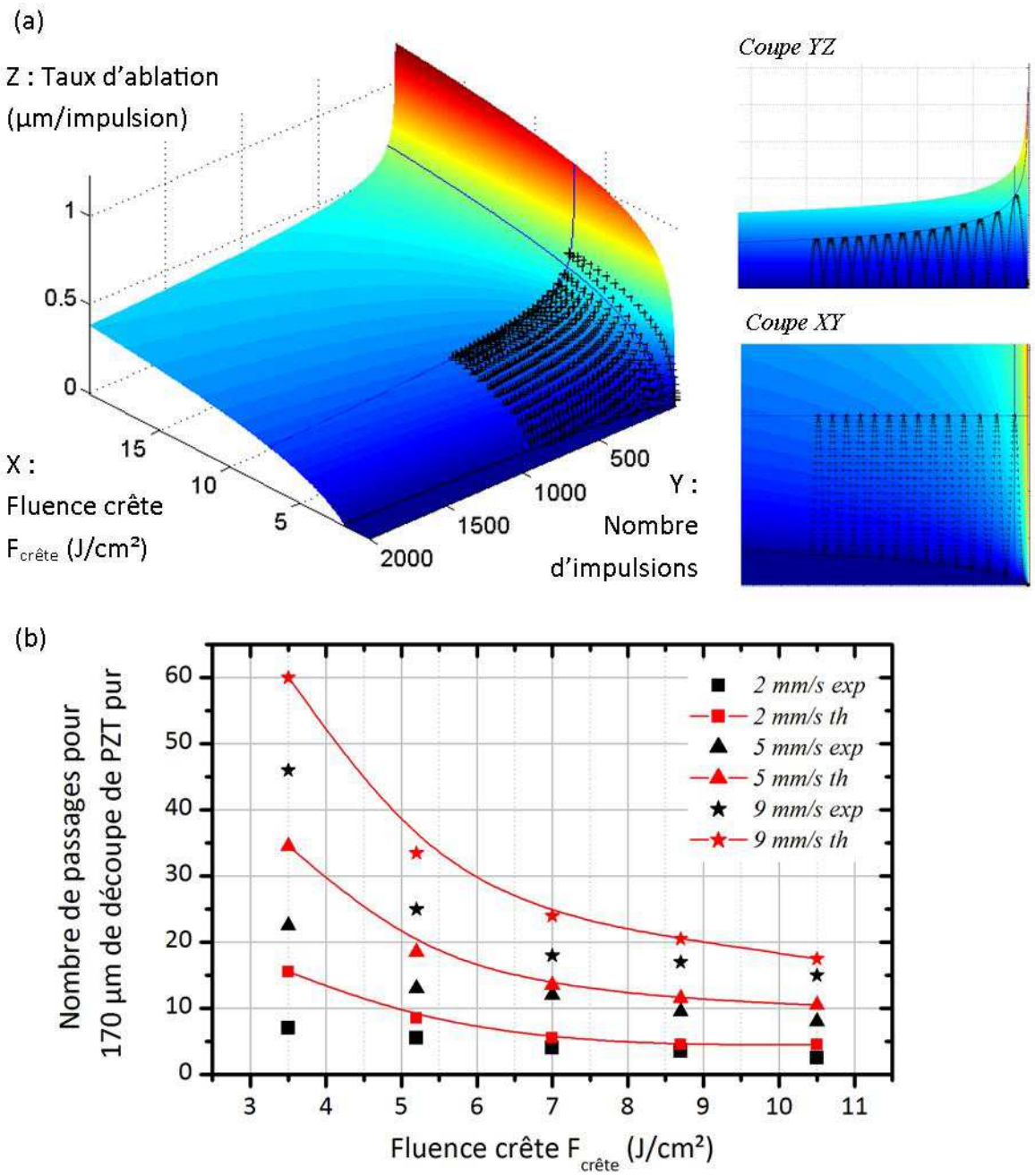


Figure 2.22 – Estimation du nombre de passages pour la découpe de 170 µm de PZT pur avec une focale $f = 250\ mm$ ($\omega_0 \approx 27$ µm). (a) Extrapolation 3D de l'évolution du taux d'ablation en fonction du nombre d'impulsions et de la fluence. L'évolution des valeurs du taux d'ablation lors d'une découpe à 7 J/cm^2 et 5 mm/s est également affiché à titre d'exemple. (b) Comparatif théorique et expérimental du nombre de passages pour la découpe en fonction de plusieurs paramètres de vitesse et de fluence.

2.4 Caractérisation de la qualité de coupe

La qualité est souvent associée à un critère subjectif basé sur une observation appréciée par l'opérateur. Parmi les exigences, nous savons que la découpe doit être régulière et surtout exempte de défauts tels que des fissurations ou un écaillage du NiP. A cela s'ajoute l'effet de conicité, c'est à dire l'écart angulaire qu'auront des flancs réels par rapport à des flancs parfaitement perpendiculaires à la surface d'entrée. Dans le cas d'une découpe laser, la largeur d'usinage tend à réduire avec la profondeur, dont les origines proviennent très certainement de la forme du faisceau, de difficultés d'absorption et d'un début de saturation. Cette conicité existe toujours pour un faisceau gaussien mais l'utilisation récente de faisceaux diffractées comme les faisceaux de Bessel semble palier en partie à cette problématique [71]. Outre l'observation microscopique des usinages, nous avons tenté ici de quantifier la qualité des découpes par des paramètres, des outils et des méthodes dédiées de caractérisation. Cette démarche est censée permettre à l'industriel de tester la reproductibilité de ces découpes en se basant non plus sur de simples observations mais sur des valeurs contribuant à l'affinement de la plage de paramètres acceptables pour la découpe du PZT.

2.4.1 Techniques usuelles de caractérisation post-mortem

Les premières investigations des usinages ont été principalement qualitatives, basées sur des observations par microscopie optique et électronique indépendantes du matériau. La seconde approche s'intéresse à la quantification de l'endommagement inhérent à l'irradiation et repose en grande partie sur le choix des caractéristiques physiques mises en jeu dans le procédé. Elle doit pouvoir s'adapter à n'importe quelle méthode d'usinage, ce qui implique qu'elle ne soit non pas dépendante du procédé selon que celui-ci puisse être amené à changer ou évoluer, mais du matériau d'étude. De plus elle doit pouvoir répondre aux critères d'exigences du demandeur. Pour Sagem, la présence de défauts recensés pour la majorité dans la Fig. 2.2 et comprenant des bords de coupe irréguliers, un dépôt de surface conséquent, une fissuration et un écaillage des flancs de PZT et des électrodes de NiP, restent des critères rédhibitoires dans la sélection des bons composants. Alors que les deux premiers peuvent rester visuels, la fissuration sur les flancs témoigne de modifications structurelles de la surface ou de l'accumulation de contraintes jusqu'à la rupture. La mesure de contraintes résiduelles associée à une quantification de la chimie et de la cristallinité du matériau sont donc apparues comme des solutions pertinentes à notre étude. Recensons ici les principaux moyens de caractérisation utilisés dans le cadre de ces travaux.

Outre l'emploi ponctuel de la microscopie optique sous *Axio Imager* (*Carl Zeiss*), nos observations se sont grandement appuyées sur le système de microscopie électronique à balayage (MEB) *Nova NanoSEM* développé par la société *MEI Company* et pouvant générer un grossissement jusqu'à x500000 pour une résolution de l'ordre du nanomètre. Il est équipé d'une sonde EDX capable de capter les rayons X émis à partir d'une poire de diffusion de l'ordre du μm^3 lors de l'interaction entre le matériau observé et le faisceau d'électrons focalisé. L'EDX constitue donc un moyen simple de quantification des éléments chimiques sur ces volumes et reste intéressante pour notre étude afin d'observer les fluctuations stœchiométriques sur la surface des flancs d'usinage.

Notons également la préparation des échantillons par enrobage de polymère, suivi d'un polissage dans le but d'observer les coupes transverses et en particulier la conicité. Le PZT étant un matériau dur, l'abrasion due au polissage n'affecte pas les usinages contrairement aux matériaux ductiles comme les métaux. Le polissage est obtenu à partir d'une polisseuse manuelle *le cube* de chez *Presi* avec l'emploi successif d'abrasifs de grains 120-240-600-1200 et d'une suspension diamantée de 3 µm.

La *diffraction des rayons X* (ou XRD pour "*X-Ray Diffraction*") a également permis d'analyser à la fois la cristallinité, la proportion des éléments et la contrainte résiduelle du matériau brut. La Fig. 2.23(a) présente le spectre du PZT d'étude identifiant sa phase et la proportion des éléments (vues Section (1.3.2)). La contrainte résiduelle équivalente a été estimée à -41.9 ± 10.8 MPa (compression) par la méthode donnée Fig (2.23b) qui ne sera pas détaillée dans ces travaux. Notons aussi que les matériaux céramiques frittés acceptent mieux les contraintes compressives participant à la cohésion des cristaux plutôt que les contraintes en tension intervenant dans les ruptures des joints de grain. Cependant, cette méthode montre des inconvénients non négligeables comme la nécessité de disposer d'une surface importante, de l'ordre du mm^2 au cm^2 pour la mesure de contrainte, bien trop grande devant les 180 µm de large des découpes.

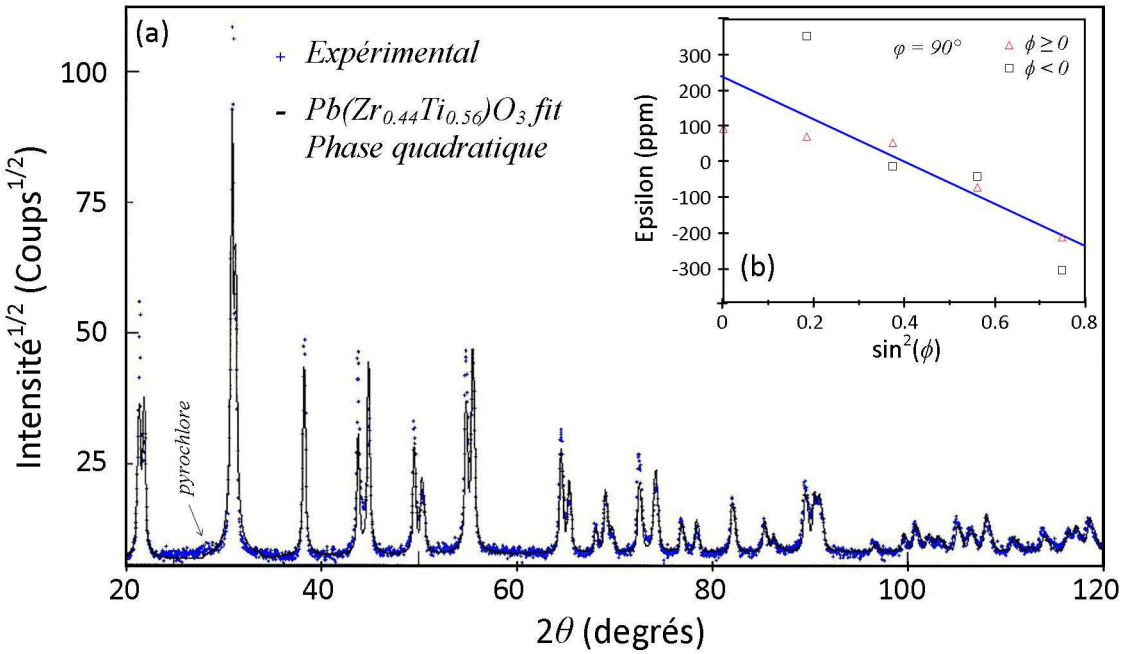


Figure 2.23 – (a) Spectres expérimental et simulé de diffraction RX du PZT brut. (b) Encart montrant le principe d'estimation de la contrainte résiduelle.

La *spectroscopie Raman* apparaît comme une solution alternative à ces limites et fut plus intensivement exploitée. Elle se base sur le principe de l'effet Raman issu de la diffusion inélastique d'un photon par un milieu. Cette inélasticité signifie que la lumière diffusée n'aura plus la longueur d'onde du photon incident : en effet, lors des échanges énergétiques, une partie est directement transmise au milieu avec la création ou la suppression d'un phonon optique qui n'est autre qu'un quantum d'énergie vibrationnel de la molécule. Un décalage vers de plus grandes longueurs d'onde implique la création d'un phonon et est appelé décalage Stokes. A l'inverse, un décalage anti-Stokes est associé à l'absorption d'un phonon et donc à la diffusion d'une longueur d'onde plus courte. Les

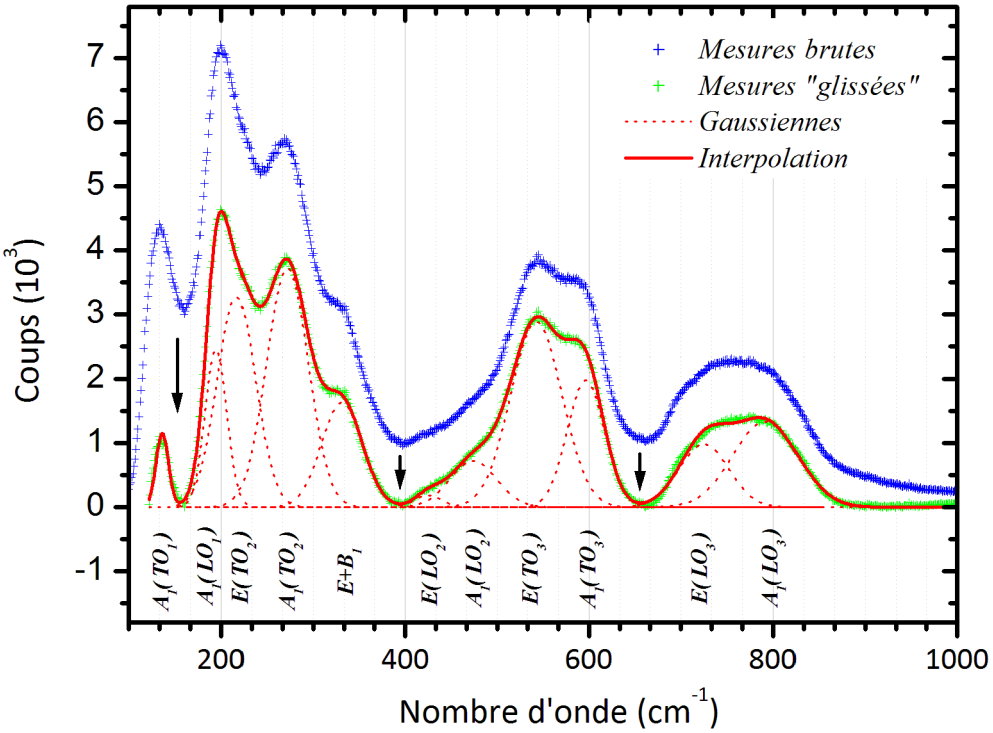


Figure 2.24 – Mesure de référence obtenue par spectroscopie Raman sur un flanc de PZT brut non usiné. L'ajustement de la courbe ramenée à 0 résulte de la somme des modes vibrationnels principaux sous forme gaussienne.

propriétés de ces raies Raman -position, largeur, amplitude...- sont caractéristiques de la composition chimique, de la structure cristalline ainsi que des propriétés électroniques. Chaque spectre de matériau est donc associé à une signature unique. Cependant, dans les cas amorphes ou aucune symétrie cristalline n'existe, la lumière diffusée n'est pas amplifiée préférentiellement selon certaines énergies et aucun pic Raman n'est détecté.

En allant plus loin, la modification des contraintes internes à un matériau influe sur la structure cristalline et se manifeste par un décalage de certaines raies Raman plus sensibles. C'est ce principe associé à l'intensité des pics que nous emploierons dans le chapitre suivant en vue d'identifier les contraintes résiduelles ainsi que l'évolution de la cristallinité en fonction des paramètres d'usinage.

Le microscope *LabRAM ARAMIS* de *Horiba Scientific* mis à disposition au laboratoire est un microscope de type confocal dédié à la caractérisation Raman. Il s'appuie sur la focalisation d'un faisceau laser (Argon à 488 nm avec objectif ×50 dans notre étude), atteignant ainsi des surfaces d'analyse d'une centaine de μm^2 bien inférieures à la diffraction RX. Les mesures sur les flancs de découpe du PZT sont dès lors accessibles. Le prétraitement des résultats est fait grâce au logiciel libre *Fityk* qui nous permet aisément de filtrer le bruit de mesure et de réaliser des courbes d'ajustement multi-gaussiennes, courantes à la méthode [166].

La Fig. 2.24 montre le spectre obtenu pour un flanc de PZT non usiné ainsi que son interpolation par des gaussiennes. Ces dernières s'appuient sur les modes théoriques de vibration du matériau estimés grâce à la littérature [167]. Parmi les paramètres sensibles, la stœchiométrie, la structure cristalline, l'épaisseur du matériau ou encore les conditions de fabrication peuvent influencer le positionnement et l'intensité de ces pics, rendant leur

localisation approximative [168–171].

Certaines technologies potentiellement intéressantes n'ont cependant pas été testées mais peuvent présenter d'intéressantes perspectives :

- L'*EBSD* quantifie et cartographie la cristallinité locale avec une résolution inférieure au micromètre. Elle analyse les figures de diffraction par les plans cristallins des électrons rétrodiffusés qui ne sont autres que les électrons incidents (MEB) ressortant avec peu de pertes énergétiques suite à des interactions élastiques dans le matériau [98, 172]. Il est donc possible de discerner l'évolution des propriétés du matériau avec la profondeur, ce qui en fait une méthode très intéressante. Cependant, des limites technologiques n'ont pu être franchies car l'échantillon se devait d'être parfaitement poli et plan pour des mesures fiables, ce qui n'était pas le cas d'un matériau dur, polycristallin et friable comme le PZT. Okayasu *et al.* réussirent néanmoins à réaliser une telle analyse et constatèrent l'évolution de la cristallinité du PZT lorsque celui-ci est soumis à des tests de flexion-compression [173]. Un approfondissement de cette technologie pourrait donc constituer une perspective logique de démonstration de l'effet laser sur le matériau.

- La *nano-indentation* a également été évoquée pour déterminer l'évolution des propriétés mécaniques des flancs. En particulier, la dureté ainsi que les amorces de fissures sont supposées changer en fonction des paramètres d'usinage. Toujours dans les travaux d'Okayasu *et al.*, cette méthode a permis de constater une propagation différente des fissures en fonction de l'orientation de la polarisation du matériau [173]. Grâce à des résultats complémentaires par spectroscopie Raman, Deluca *et al.* affirmèrent que lorsqu'une fissure se propage dans la même direction que cette polarisation, une réorientation des cristaux s'opère perpendiculairement à cette direction et s'oppose localement à sa propagation [174]. La contrainte en tension qui est à l'origine de la fissure est ainsi diminuée par compression, d'où une résistance amplifiée. Par opposition, les fissures tendent à se propager davantage dans le cas d'un PZT non polarisé ou dans une direction déjà perpendiculaire à la polarisation sachant qu'aucune réorientation cristallographique ne sera générée dans ce cas.

2.4.2 Développement d'un moyen de mesure in-situ : réponse piézoélectrique transitoire

La contrainte cette fois-ci non plus résiduelle mais consécutive à l'impact est responsable de l'écaillage ou de la possible fissuration lors de l'usinage. Intuitivement, plus cette contrainte sera conséquente, plus le matériau sera mécaniquement endommagé par la propagation d'ondes de compression-dilatation dont l'amplitude atteindrait les limites de rupture de la cible [175]. En outre, le laser focalisé n'est pas uniquement absorbé, transmis ou réfléchi optiquement. Selon une approche hydrodynamique, la montée en température des électrons lors de l'interaction puis celle des ions provoque l'expansion rapide d'une phase liquide à l'extrême surface du matériau. Les différents coefficients de dilatation entre les phases en présence provoquent alors un gradient de pression qui se propage de proche en proche en vue de retrouver un état d'équilibre [150]. Cette instabilité ne

peut finalement se relaxer qu'après son amortissement à la suite d'une distance parcourue suffisamment longue ou par son évacuation partielle en face de sortie du matériau.

Ce domaine de recherche est fortement étudié puisque qu'il vise à comprendre et à quantifier l'effet mécanique lié à l'interaction laser ultra-bref/matière. Outre les simulations théoriques, des moyens expérimentaux ont été développés pour la détection de ces ondes, avec en particulier la technologie VISAR ("*Velocity Interferometer System for Any Reflector*") [176]. Développée en 1972 par Barker et Hollenbach, elle utilise un interféromètre mesurant le déplacement fréquentiel du faisceau d'observation alors que celui-ci est réfléchi sur une surface en mouvement [177]. Nous pouvons également citer la caméra *streak* qui est exploitée pour sa très haute résolution temporelle (> 100 fs) [178]. Une troisième solution que nous exploitons ici consiste à générer un courant proportionnel à l'amplitude de la pression dans les matériaux piézoélectriques [179].

Expérimentation de la détection d'onde de choc

Comme mentionné dans le Chapitre 1, l'effet piézoélectrique direct se résume par une accumulation de charges aux bornes d'un matériau aux propriétés cristallines spécifiques et soumis à une déformation. Dans le cas de mesures de contraintes laser sur métal, le quartz est ainsi souvent employé comme substrat afin de récupérer les vibrations et les convertir quasi instantanément en courant [180, 181].

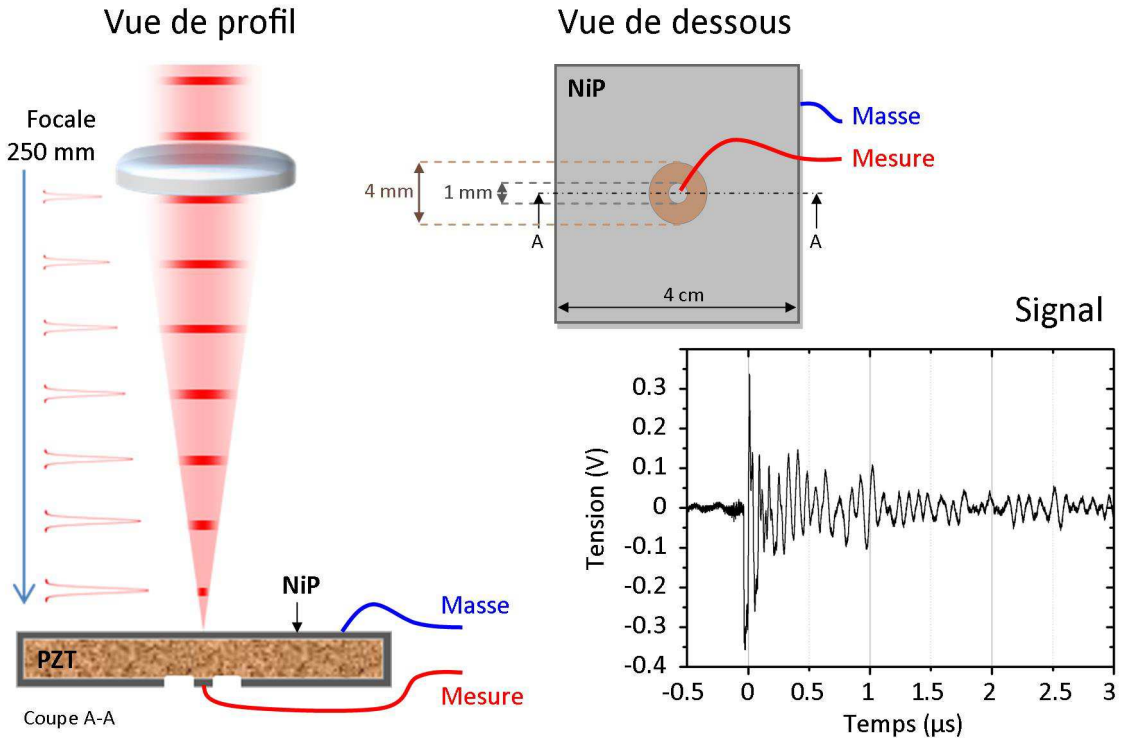


Figure 2.25 – Protocole expérimental de détection de l'onde de choc et signal brut associé pour une impulsion à 10.6 J/cm^2.

Dans notre cas, nous cherchons à déterminer l'évolution de la contrainte instantanée dans le matériau piézoélectrique lui-même qui sert à la fois de cible et de détecteur. Le

protocole expérimental utilisé est proche de celui de Romain *et al.* et nous permet de mesurer des signaux de formes similaires à celui de la Fig. 2.25 [181]. Le laser femtoseconde est focalisé au centre du wafer de PZT avec la lentille de longue focale de 250 mm. Le choc se rapproche ainsi d'une onde davantage plane que sphérique et le faisceau devient suffisamment large pour la mesure tout en évitant les hautes fluences risquant d'endommager la céramique. Malgré tout, les tests en énergie génèrent des ablations qui peuvent éventuellement perturber certains résultats.

Les grandes dimensions du wafer devant la surface d'impact (4 cm vs 69.4 µm au moment de la mesure) offrent l'avantage de supprimer les signaux issus des réflexions de bords des ondes transverses au cours de l'acquisition tandis que la symétrie limite l'apparition de fréquences parasites. Les revêtements métalliques de NiP de part et d'autre servent d'électrodes visant à collecter les charges lors de la déformation. La mesure est réalisée en surface de sortie, à la verticale de l'impact, par l'intermédiaire d'un disque de NiP isolé au préalable grâce à un surfaçage laser ayant retiré la matière conductrice. La densité de charge étant proportionnelle à la surface, la mesure différentielle de tension sera donc d'autant plus importante que la zone d'intérêt sera petite et la référence stable. Ainsi, la surface de la pastille est réduite à un diamètre de 1 mm, minimum technologique atteint par nos moyens, alors que la masse constitue toute la partie restante. La mesure de tension est obtenue via une sonde passive compensée et un oscilloscope *Lecroy LT372* de caractéristiques données tab. (2.5).

Oscilloscope	
Bande passante	500 MHz
Echantillonnage	4 GS/s
Mémoire	500 kpts
Mode	DC
Résistance R_o	1 MΩ
Capacité C_o	16 pF

Sonde	
Bande passante	500 MHz
Multiplicateur	x10
Résistance R_s	10 MΩ
Capacité C_s	8 pF

Table 2.5 – Caractéristiques techniques du matériel électronique employé pour la détection d'ondes de choc.

Modèle équivalent à la piézoélectricité

L'expérience a montré que les formes des réponses en tension, supposées être à l'image des perturbations évoluant dans le PZT, ne correspondaient pas aux attentes. En effet, théories et expérimentations convergent à dire qu'à la suite d'un impact laser, une onde de compression conséquente se propage dans la profondeur du matériau suivie par une onde de détente plus ou moins intense [150, 181]. Comme illustrée sur la Fig. 2.25, la réponse obtenue à travers le système cible-détecteur PZT correspond davantage à une oscillation amortie avec le temps. Nous avons donc entrepris de comprendre l'origine de ce signal et de filtrer si possible les signaux parasites avant toute exploitation.

La première hypothèse de simulation qui s'est avérée assez satisfaisante a été de se baser sur un des modèles électriques équivalents à la piézoélectricité [183]. La Fig. 2.26

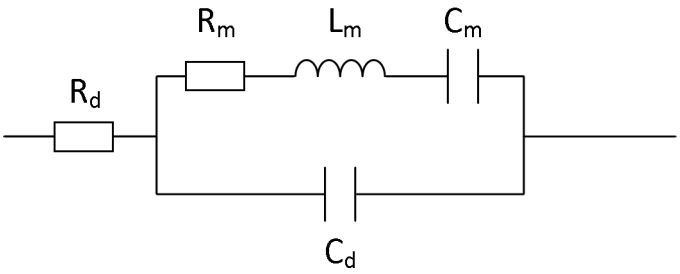


Figure 2.26 – Modèle équivalent électrique de la piézoélectricité [182].

fait en outre le lien entre la partie diélectrique (R_d et C_d) et la partie résonante mécanique (R_m, L_m et C_m) du matériau avec en particulier :

- R_d : Résistance associée aux pertes diélectriques (négligeable sur PZT à faible excitation) ;
- C_d : Capacité statique réelle reliée à la surface S du condensateur, son épaisseur e et à sa permittivité diélectrique relative K_{33}^T :

$$C_d = \frac{K_{33}^T \varepsilon_0}{e} S = 0.0625 \text{ nF/mm}^2 \ \times \ S \ . \tag{2.28}$$

- R_m : Résistance associée aux pertes mécaniques (quelques dizaines de Ohms), mesurée expérimentalement ;
- L_m : Inductance symbolisant la masse équivalente approximée par le produit de la masse volumique ρ par le volume $S\ e$. ρ vaut 7600 g/m^3 d'après la Datasheet [183] tandis que les mesures sur 6 échantillons de volume connu nous donne la moyenne de 7936 kg/m^3 :

$$L_m \approx \rho \ S \ e \ . \tag{2.29}$$

- C_m : Capacité associée à la raideur du matériau (inférieure à C_d), déterminée expérimentalement ;

Alors que R_d est négligée dans la suite des travaux, l'impédance globale du système devient :

$$Z = \frac{p^2 + \dfrac{R_m}{L_m} p + \omega_r^2}{pC_d \left(p^2 + \dfrac{R_m}{L_m} + \omega_a^2 \right)} \ , \tag{2.30}$$

avec ω_r et ω_a les pulsations de résonance et d'antirésonance telles que :

$$\frac{\omega_r}{2\pi} = f_r = \frac{1}{2\pi\sqrt{L_m C_m}} \ , \tag{2.31}$$

$$\frac{\omega_a}{2\pi} = f_a = \frac{1}{2\pi}\sqrt{\frac{1}{L_m}\left(\frac{1}{C_m} + \frac{1}{C_d}\right)} \ . \tag{2.32}$$

Les fréquences caractéristiques f_r et f_a peuvent être estimées empiriquement en étudiant le diagramme de Bode d'un montage simple présenté Fig.2.27(a) [183] et dont

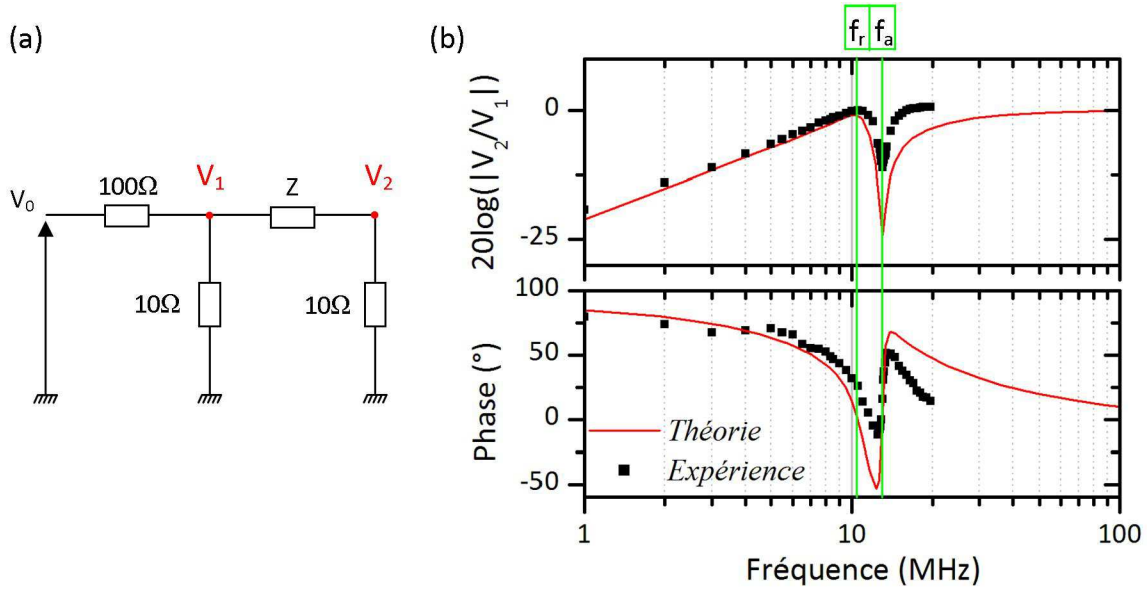


Figure 2.27 – (a) Montage électrique expérimental dédié au calcul des fréquences de coupure f_r et f_a du matériau piézoélectrique PZT. (b) Diagramme de Bode associé au montage avec un comparatif entre théorie et expérience.

l'impédance vaut :

$$Z_2 = \frac{V_2}{V_1} = \frac{10}{10+Z} \tag{2.33}$$

$$= \frac{p^3 + \dfrac{R_m}{L_m}p^2 + \omega_a^2}{p^3 + \left(\dfrac{1}{10C_d} + \dfrac{R_m}{L_m}\right)p^2 + \left(\dfrac{R_m}{10C_dL_m} + \omega_a^2\right)p + \dfrac{1}{10C_d}\omega_r^2} \,. \tag{2.34}$$

Bien que f_r soit théoriquement de 9.56 MHz [183], des mesures dédiées sur une lame de PZT de surface $S = 2.7$ mm $\times 5.4$ mm nous donnent (Fig. 2.27(b)) :

$$f_r = 10.5 \text{ MHz} \quad \text{et} \quad f_a = 13 \text{ MHz} \,. \tag{2.35}$$

f_r et f_a sont estimées respectivement au niveau des premier et second changements de pente du module. Afin de confirmer ces valeurs, la courbure expérimentale du diagramme de Bode est comparée à l'expression théorique de Z_2 avec les valeurs $f_r = 10.5$ MHz ; $f_a = 13$ MHz ; $L_m = 19.7$ μH d'après (2.29) avec $\rho = 7936$ kg.m^3, $S = 14.6 \times 10^{-6}$ m^2, $e = 170$ μm ; $C_d = 911.2$ pF d'après (2.28) et $R_m = 50$ Ω arbitraire. Les deux courbes se confondent malgré des écarts en amplitude associés à l'erreur de mesure et aux approximations du modèle qui traduit néanmoins bien le fonctionnement électrique du matériau.

Réponse transitoire simulée et expérimentale d'un impact

Au cours d'un impact laser, la déformation induite par l'onde de choc engendre une contrainte interne qui génère une accumulation de charges sur les électrodes par effet piézoélectrique direct. Par un jeu de propagation-réflexion dans le matériau, des variations de pression-dilatation sont observables localement et en particulier sur la pastille de mesure, d'où une oscillation du signal électrique à l'image des perturbations. Alors qu'un matériau inactif amortira rapidement le choc, l'effet piézoélectrique facilite son entretien

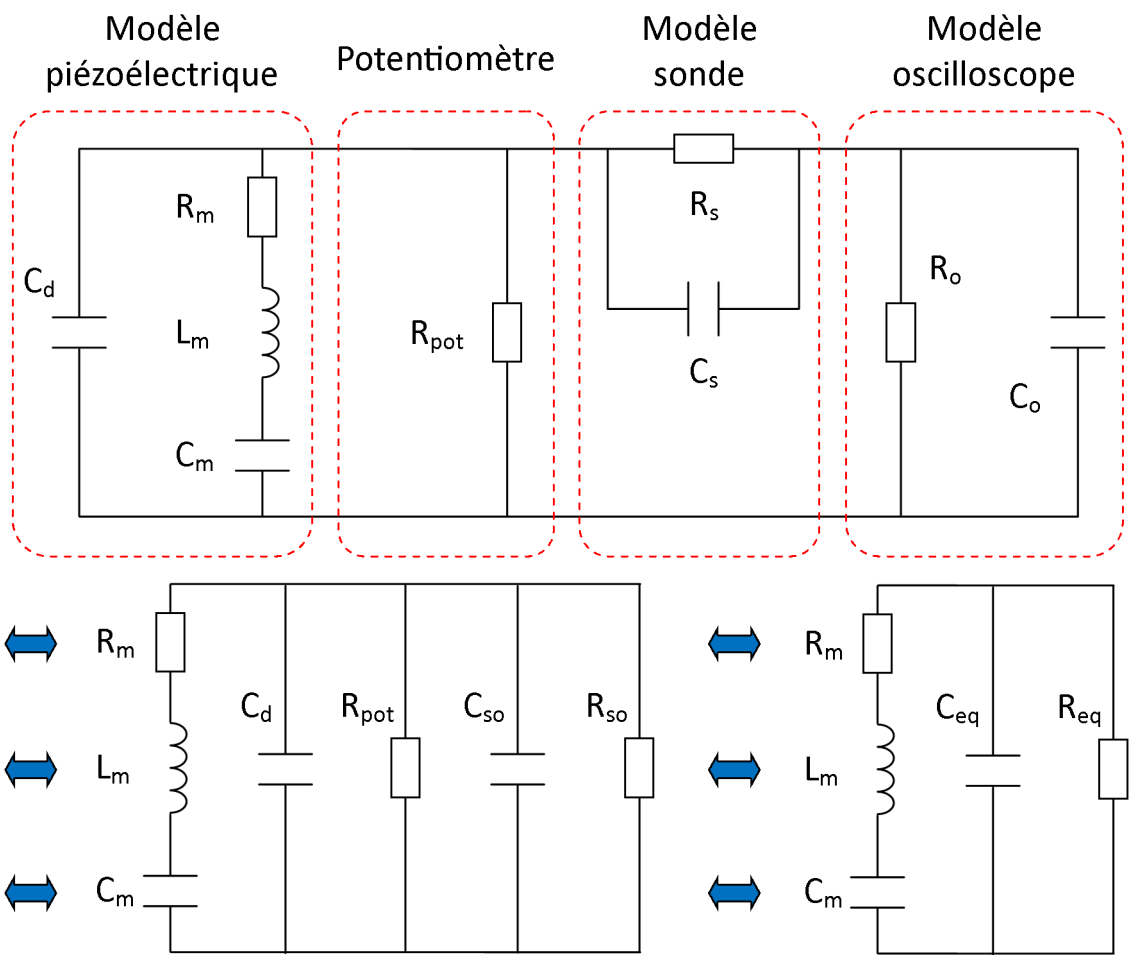


Figure 2.28 – Modèle électrique simplifié du protocole expérimental de mesure d'onde de choc.

tel un ressort du fait du couplage charge-contrainte, amplifié par un circuit de mesure fermé ne permettant qu'une évacuation des charges via un amortissement lent dans le matériau. Finalement, le signal associé est considéré comme équivalent à une réponse transitoire à un pic de tension, conditions déjà étudiées expérimentalement et théoriquement par Chang *et al.* [184, 185]. Selon ce modèle, la réponse est de forme oscillante amortie de fréquence f_a telle que :

$$V(t) = Ae^{-t/t_{dc}} + Be^{-t/t_{ac}} cos(\omega_a t - \varphi) \ . \tag{2.36}$$

Vérifions numériquement et graphiquement que ce modèle coïncide avec notre signal expérimental.

Le montage électrique ayant pour solution transitoire cette équation est très proche de notre cas dans lequel le modèle piézoélectrique est directement relié au couple sonde-oscilloscope (Fig. 2.28). En vue de simplifier ce montage, ce dernier peut être ramené à une résistance R_{so} et une capacité C_{so} en parallèle de sorte que :

$$R_{so} = R_s + R_o = 11 \text{ M}\Omega \ , \tag{2.37}$$

$$C_{so} = \frac{R_o C_o}{R_o + R_s} = 1.45 \text{ pF} \ . \tag{2.38}$$

Remarquons que la sonde à été initialement compensée et donc que les couples $R_s C_s$ et

R_oC_o sont théoriquement égaux. De même, R_{eq} et C_{eq} s'expriment sous la forme :

$$R_{eq} = \frac{R_{so}R_{pot}}{R_{so}+R_{pot}} , \tag{2.39}$$

$$C_{eq} = C_{so}+C_d . \tag{2.40}$$

En reprenant l'éq. (2.36), nous pouvons en déduire les valeurs de t_{ac} et t_{dc} qui représentent respectivement le temps caractéristique de décroissance de l'oscillation à la fréquence f_a et le temps caractéristique de décroissance du signal total [184] :

$$t_{dc} = R_{eq}C_{eq} \tag{2.41}$$

$$t_{ac} = \frac{2L_m}{R_m} \ll t_{dc} \text{ pour } R_{pot} = +\infty \tag{2.42}$$

R_{pot} est ajouté dans le but d'éliminer la décharge équivalente à un circuit RC et qui vient parasiter le signal oscillant (expérimentalement, t_{dc} de l'ordre de la milliseconde tandis que t_{ac} de l'ordre de la microseconde). Ce signal quasi constant au cours de l'oscillation ne nous intéressant pas, nous réduisons drastiquement t_{dc} en fixant R_{pot} à 1 kΩ.

Dans le cadre de l'expérience présentée (2.25), la surface équivalente au condensateur vaut $S = S_{pastille} = \pi r^2 = \pi(0.5)^2 = 0.785$ m^2. Comparons dès lors les données théoriques et expérimentales du circuit, ces dernières étant déduites de la droite $t_{dc} = f(R_{eq})$ de l'éq. (2.41) à partir d'une variation de R_{pot} :

	Théorie	**Expérience**	**Remarques**
$\mathbf{C_{eq}}$	50.54 pF	77.3 pF	
$\mathbf{R_{eq}}$	11 MΩ	16.3 MΩ	sans R_{pot}
$\mathbf{t_{dc}}$	0.56 ms	1.26 ms	
$\mathbf{R_{eq}}$	1 kΩ		avec $R_{pot} = 1$ kΩ
$\mathbf{t_{dc}}$	0.051 μs	0.077 μs	

Table 2.6 – Comparaison des valeurs numériques théoriques et expérimentales des constantes du circuit équivalent au montage d'onde de choc. L'influence de R_{pot} sur les temps de décroissance caractéristiques est également mis en évidence pour deux valeurs limites.

Les Fig. 2.29(a) à 2.29(d) mettent en évidence l'influence de R_{pot} sur le temps de décroissance du signal ainsi que sur la multiplication des impulsions. En effet, sans potentiomètre, la décharge du circuit, phénomène purement électrique, est suffisamment longue pour impliquer une amplification du signal à chaque nouvelle impulsion, synonyme en première approximation d'un effet d'accumulation. Or la durée des échanges thermiques jusqu'au retour à l'équilibre ne dépasse pas la microseconde et est donc bien inférieure à une cadence laser de 5 kHz (200 μs entre 2 impulsions). Il est peu probable qu'un tel effet ait lieu dans le matériau comme le confirme la Fig. 2.29(d) dès lors que le temps de décharge est éliminé. Les Fig. 2.29(e) et 2.29(f) montrent un signal plus ou moins grossi sans la partie *dc* avec $R_{pot} = 1$ kΩ. La régression associée est également tracée à partir de (2.36) afin de montrer que l'allure du signal est bien comprise et cohérente avec les attentes. La périodicité des oscillations expérimentales coïncident

avec la simulation tout comme leur amortissement malgré un aspect plus irrégulier de la mesure. Des signaux parasites persistent donc et peuvent intuitivement trouver leur origine dans la structure polycristalline du matériau qui favoriserait la naissance d'ondes supplémentaires interférant les unes avec les autres.

f_r, f_a et C_{eq} étant désormais connus, R_m, L_m et C_m sont déduits des éq. (2.31), 2.32 et (2.42) moyennant la détermination empirique de t_{ac}, φ et le remplacement de C_d par C_{eq}. Les valeurs d'ajustement finalement appliquées sont :

A	**B**	$\mathbf{t_{ac}}$	$\mathbf{f_r}$	$\mathbf{f_a}$	$\boldsymbol{\varphi}$
0	?	0.5 μs	10.5 MHz	13 MHz	$-\pi/2$

$\mathbf{R_{eq}}$	$\mathbf{C_{eq}}$	$\mathbf{R_m}$	$\mathbf{L_m}$	$\mathbf{C_m}$
16.3 MΩ	77.3 pF	22.27 Ω	5.57 μH	41.3 pF

Table 2.7 – Valeurs numériques appliquées à la simulation des signaux d'ondes de choc dans le PZT et adaptées aux conditions expérimentales de l'étude.

Le paramètre B est obtenu à partir de la valeur crête du signal à étudier ; R_m coïncide avec les hypothèses de quelques dizaines de Ohms ; L_m est de l'ordre du µH, proche de la masse du matériau prise sur la taille de la pastille (1.06 μg) ; C_m est inférieure à C_{eq} comme attendu.

Finalement, nous avons bien une cohérence entre les mesures expérimentales obtenues au cours des différents essais et les simulations en régime transitoire issues des modèles électriques du matériau piézoélectrique. En supposant que la résolution temporelle est suffisante pour détecter les premières crêtes du signal, une approche de la contrainte instantanée en sortie du matériau est désormais accessible.

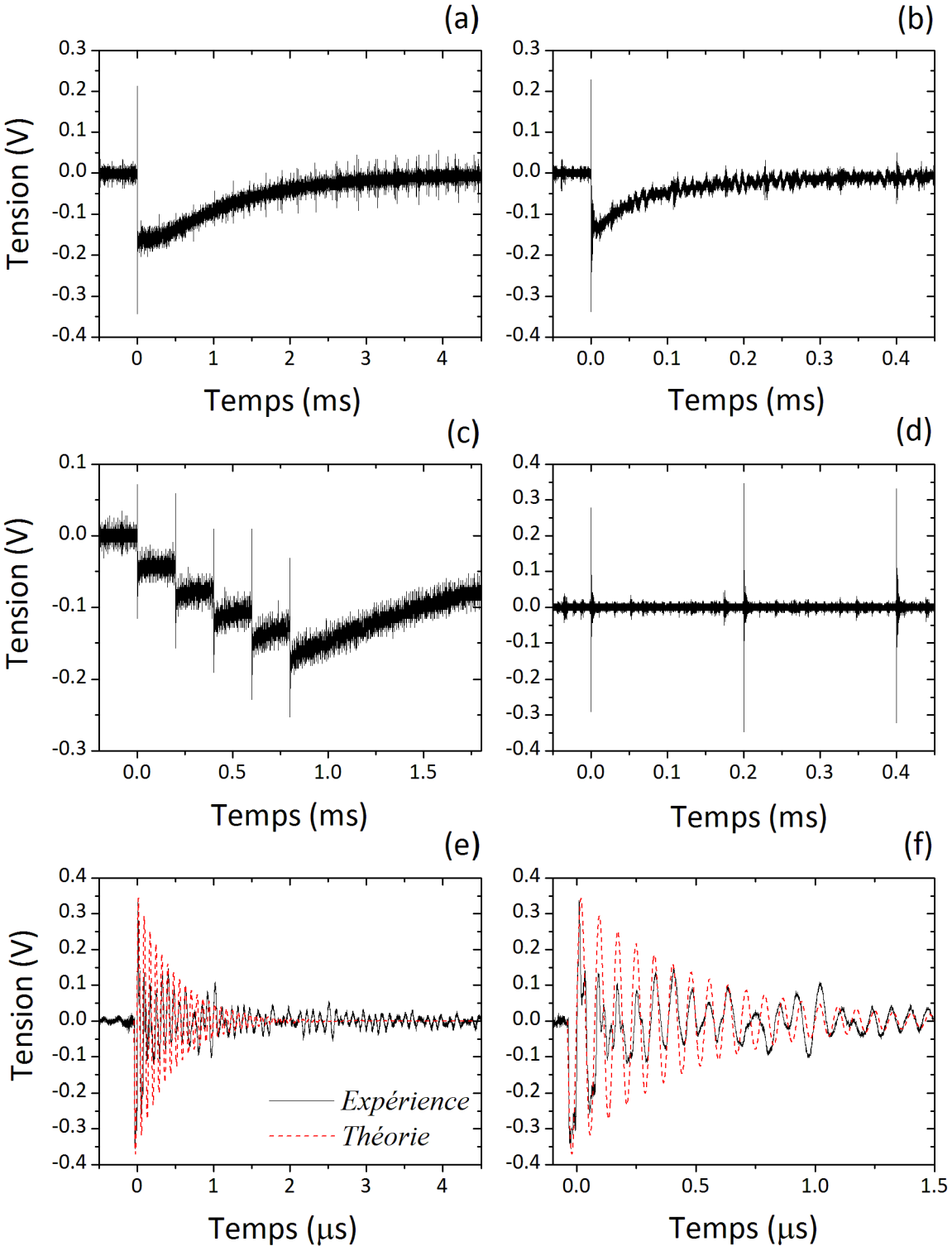


Figure 2.29 – Réponse piézoélectrique transitoire après choc laser. (a) 1 impact à 10.6 J/cm^2 sans potentiomètre ; (b) 1 impact à 10.6 J/cm^2 avec R_{pot} = 1 MΩ ; (c) Accumulation de 5 impacts à 4.2 J/cm^2 sans potentiomètre ; (d) Accumulation de 3 impacts à 10.6 J/cm^2 avec R_{pot} = 1 kΩ ; (e) 1 impact à 10.6 J/cm^2 avec R_{pot} = 1 kΩ ainsi que la simulation équivalente ; (f) Zoom du graphique (e) mettant en évidence la forme des oscillations et l'écart à l'estimation.

Application à la mesure de contrainte

D'après la section précédente, l'oscillation du signal ne peut être supprimée, ce qui implique que la forme réelle du choc ne pourra être distinguée. Il se pose également le problème de la résolution temporelle limitée par la vitesse d'acquisition de l'oscilloscope et pouvant jouer sur l'exactitude de la forme enregistrée. Néanmoins, son amplitude initiale, définie par le premier pic de tension, est clairement proportionnelle à la contrainte due à l'interaction. Connaissant les constantes piézoélectriques reliant déformation et tension, un rapide calcul permet finalement de retrouver les contraintes instantanées générées par le faisceau :

$$\sigma = \frac{F}{S_{faisceau}} = \frac{U_{faisceau}}{e\ g_{33}}\ , \tag{2.43}$$

où $U_{faisceau}$ est la tension réelle sur la surface du faisceau $S_{faisceau}$ ($\pi\omega_0^2 = 3.78\times10^{-9}$ m^2), e est l'épaisseur du matériau (170 µm) et g_{33} est une constante piézoélectrique quantifiant la tension mesurée par unité de force appliquée (21×10^{-3} V.m/Newton). L'indice 33 indique que la déformation est dans la direction de l'épaisseur et que la mesure se fait perpendiculairement à cette déformation, soit au niveau des électrodes de NiP. La tension n'est de plus pas prise sur la surface d'impact $S_{faisceau}$ mais au niveau de la pastille $S_{pastille}$ usinée à cette effet. $U_{faisceau}$ étant inconnue, il est donc nécessaire de se ramener à la tension au niveau de la pastille $U_{pastille}$, et en particulier à sa valeur crête. La relation $S_{faisceau}U_{faisceau} = U_{pastille}S_{pastille}$ a été vérifiée expérimentalement en variant la dimension de la pastille, ce qui implique :

$$\sigma = \frac{2U_{pastille}S_{pastille}}{e\ g_{33}S_{faisceau}} = 2\,|U_{pastille}|\,\frac{S_{pastille}}{e\ g_{33}\ \pi\omega_0^2} \tag{2.44}$$

$$= 116.3(MPa/V) \times |U_{pastille}|\,(V)\ . \tag{2.45}$$

Les estimations initiales de contrainte sont des moyennes sur les surfaces considérées, ce pourquoi un facteur 2 est ajouté pour avoir la valeur au niveau de la crête de la gaussienne.

Finalement, connaissant la tension crête mesurée sur la pastille de NiP après un impact laser, il nous sera possible de remonter à la contrainte instantanée engendrée par l'impulsion laser en sortie du matériau, et donc d'étudier son évolution en fonction des paramètres d'usinage. Ces résultats seront exploités dans le chapitre suivant qui met davantage l'accent sur l'influence de ces paramètres laser, analysés au travers d'une multitude de caractérisations dont la contrainte par onde de choc.

2.5 Conclusion partielle

Dans ce chapitre, nous avons apprécié les besoins du partenaire industriel et mis en place les moyens nécessaires pour une analyse en cohérence avec ses attentes. L'optimisation de la découpe de PZT par laser femtoseconde doit impliquer une reproductibilité ainsi qu'une stabilité du procédé en termes de durée et de qualité.

Divers outils de contrôle pré- et post-procédé ont donc été décrits et développés en vue de certifier du maintien des conditions optimales d'usinage. Technologiquement parlant, le banc d'usinage dispose d'un puissance mètre, d'un autocorrélateur, d'un analyseur de

faisceau ainsi que d'une caméra de visualisation permettant de connaître rapidement le positionnement de l'échantillon vis à vis de la lentille de focalisation, la forme spatio-temporelle du faisceau ainsi que sa fluence. Une stabilité de ces premiers paramètres avant usinage serait déjà extrêmement bénéfique à un procédé répétable.

La vérification de la qualité fait quant à elle appel à une batterie de caractérisations : l'aspect qualitatif est assuré par la microscopie optique et électronique à balayage qui rendent compte de la présence visuelle ou non de défauts rédhibitoires au cahier des charges tels que des irrégularités de bords, une conicité trop élevée ou des fissurations sur les flancs de coupe. Une attention particulière a aussi été portée à l'estimation quantitative de la découpe. Pour cela, une caractérisation matériau est privilégiée avec en particulier la mesure de contrainte. Seule la spectroscopie Raman permet a priori de répondre au besoin en matière de résolution et de surface d'analyse sur des échelles micrométriques. Outre l'estimation d'une contrainte résiduelle sur les flancs, cette technologie offre d'autres atouts comme la révélation de la cristallinité ou de la composition du matériau selon l'amplitude de la réponse spectrale. L'EDX, l'EBSD ou encore la nano-indentation peuvent également donner de telles informations mais n'ont pas été traitées dans cette étude. La contrainte instantanée générée par le faisceau au moment de l'interaction a également été envisagée comme critère d'optimisation. Grâce à la réponse piézoélectrique du matériau, la déformation due à l'onde de choc provoque la génération d'une tension dont l'amplitude est proportionnelle à la violence de l'impact. Cette approche originale permet de comparer en temps réel et en régime statique l'effet des paramètres laser et ouvre la voie à la compréhension des fissurations induites sur les flancs.

L'exploitation de ces diverses techniques pour l'optimisation sera ainsi traitée dans le chapitre suivant.

Enfin, le paramétrage de l'interaction laser-PZT avec les définitions du seuil d'ablation, du taux d'ablation et de l'incubation introduisent cette optimisation en mettant en avant les caractéristiques de réaction du matériau. Les propriétés diélectriques font que le seuil d'ablation est supérieur à celui des métaux (0.38 J/cm^2) mais que une fois dépassée, l'ablation y est plus rapide. L'utilisation du taux volumique ou du taux d'ablation en profondeur afin de quantifier la vitesse d'usinage a été comparée en soulignant les problèmes méthodologiques inhérents à ces paramètres. Les effets d'incubation et de saturation sont quant à eux assez marqués dans le cas du PZT, ce qui signifie que le taux d'ablation réduit de manière conséquente avec l'accumulation d'impulsions. La connaissance de ces paramètres suffit à extrapoler les vitesses d'usinage en matière de nombre de passages pour une découpe de 180 µm d'épaisseur, en accord partiel avec l'expérience. Certes, les hautes fluences réduisent le temps de procédé, mais aucune investigation sur la qualité n'a encore été envisagée à ce stade. Comme nous le soulignons dans le chapitre suivant, de trop hautes fluences induisent des fissurations et un écaillage des flancs, d'où la nécessité d'un compromis entre vitesse de procédé et qualité de découpe, qui constitue l'objectif final de l'optimisation.

CHAPITRE 3

Optimisation des paramètres de découpe et perspectives

L'optimisation du procédé de découpe s'articule autour de trois points principaux : la durée de procédé, la répétabilité et la qualité d'usinage. Elle fait intervenir un grand nombre de paramètres macroscopiques tels que la focale, la puissance, le positionnement de l'échantillon ou la vitesse de déplacement qui influent sur les caractéristiques de l'interaction définies précédemment comme le seuil d'ablation, le taux d'ablation ou le taux de recouvrement. Cette imbrication a pour conséquence l'absence d'une unique plage optimisée mais plutôt d'une multitude de jeux de paramètres pouvant aboutir à un résultat similaire. Également, l'optimisation s'appuie sur des compromis eux-mêmes basés sur les priorités que nous appliquons aux besoins. A titre d'exemple, un temps de procédé minimal ne pourra donner la meilleure qualité ou la meilleure répétabilité. Alors que cette dernière reste un critère essentiel à la reproductibilité du processus industriel, la qualité jouera davantage sur les performances du produit tandis que le temps d'usinage aura un impact direct sur les coûts de fabrication. Trois critères pour trois impacts différents.

Dans notre étude, nous favorisons tout d'abord la répétabilité du procédé sans laquelle aucune production n'est envisageable. La seconde priorité est ensuite portée sur la qualité, sachant que la problématique initialement proposée mettait l'accent sur les multiples défauts d'usinage. Notons enfin que les vitesses de découpe conviennent généralement en matière de cadence de production, mais pas nécessairement vis à vis des coûts en temps laser. La réduction des temps de procédé est donc tout de même considérée avec comme objectif la rentabilité de la découpe.

Notre procédure s'appuie sur une analyse complète des effets engendrés par la variation d'un unique paramètre d'usinage en fonction des trois critères précédemment cités. En particulier, nous exploitons l'ensemble des méthodes de caractérisation introduites dans le chapitre précédent visant à quantifier visuellement et numériquement l'évolution de la qualité des découpes. Elle comprend les dépôts de surface adhérents, la régularité des contours, l'écaillage du NiP, la stœchiométrie et la cristallographie des flancs, leur fissuration et leur conicité. Ces défauts ne sont pas recensés dans leur intégralité pour chaque paramètre testé et seules les variations les plus notables sont décrites ici.

Nous nous appliquons aussi à résumer sous forme de tableaux l'influence de chaque paramètre en fonction de chacun des critères considérés.

La première partie traite de l'optimisation sur un faisceau classique de type gaussien

tandis que la seconde partie teste la mise en forme de faisceau dans l'objectif d'accélérer le procédé. Nous concluons enfin par la plage de paramètres finaux choisis, associée au dédoublement des lignes de découpe pour une accélération du procédé.

3.1 Jeu de paramètres du faisceau gaussien

Nous nous intéressons ici à l'utilisation du faisceau gaussien traditionnel en sortie de laser. Nous détaillons ici les effets des paramètres standards propres au laser tels que la puissance, la focale, la polarisation, le plan d'usinage et la vitesse de translation, avec un bref retour sur les effets de la durée d'impulsion et de la longueur d'onde.

3.1.1 Pré-requis sur le positionnement et l'inclinaison du wafer

Nous tentons ici de définir les limites théoriques de positionnement de l'échantillon afin de pouvoir certifier de l'uniformité de la découpe.

Le PZT étudié est enrobé de part et d'autre d'électrodes de NiP, l'ensemble ayant une épaisseur globale e de 180 µm pour une largeur L de 4 cm. Lors du procédé de fabrication les contraintes induites par ces couches engendrent un bombé mesuré expérimentalement par profilométrie entre 50 et 100 µm. A cela s'ajoute la colle entre le support en silicium et le PZT, estimée de même autour des 50 µm. L'ensemble peut donc être résumé à $p_{th} = 280$ µm, profondeur pour laquelle la découpe devra être franche à supposer que la surface du matériau soit parfaitement perpendiculaire au laser. En pratique, cette perpendicularité s'obtient grâce à la réflexion du laser non focalisé sur une surface réfléchissante posée sur le support. Ainsi plus la réflexion se superpose au faisceau incident à grande distance, plus nous nous rapprochons des conditions théoriques.

De plus nous avons remarqué lors de la définition des propriétés de propagation des faisceaux gaussiens que seule la zone focale permettait de maintenir une taille de faisceau à peu près constante sur la zone de Rayleigh (de ω_0 à $\sqrt{2}\omega_0$). En matière de reproductibilité et d'homogénéité, elle reste donc la plus fiable et la plus à même de donner des résultats stables. Or dans cette zone, la fluence est divisée par deux, facteur non négligeable au vu des courbes d'ablation et des temps de procédé équivalents. Nous redéfinissons donc une tolérance limite η (%) de variation de fluence sur la profondeur, fixée arbitrairement et proportionnelle à la fluence crête au plan focal z_0, soit :

$$F_{\text{crête}}^{z_{lim}} = F_{\text{crête}}^{z_0}(1-\eta) \ . \tag{3.1}$$

Soit le plan d'origine situé au plan focal z_0. Pour un cas parfaitement perpendiculaire, la question est de savoir quelle hauteur z_{lim} de rayon ω_{lim} permet d'atteindre cette fluence crête $F_{\text{crête}}^{z_{lim}}$ et si cette valeur est supérieure ou non à l'épaisseur à usiner $p_{th}/2$ (symétrie autour de z_0). En outre, z_{lim} est directement proportionnel au waist ω_0 à l'image de la distance de Rayleigh donnée éq. (1.27) : plus ω_0 sera petit, moins la profondeur de champ sera grande et donc z_{lim} faible.

L'évolution du diamètre de faisceau vis à vis de l'éloignement au plan focal est connu via l'éq. (1.18) ainsi que l'expression de la fluence (éq. (1.25)) sur le critère (3.1), d'où :

$$z_{lim} = \frac{\pi\omega_0^2}{M^2\lambda}\sqrt{\left(\frac{\omega_{lim}}{\omega_0}\right)^2 - 1} \ , \qquad \left(\frac{\omega_{lim}}{\omega_0}\right)^2 = (1-\eta)^{-1} \ .$$

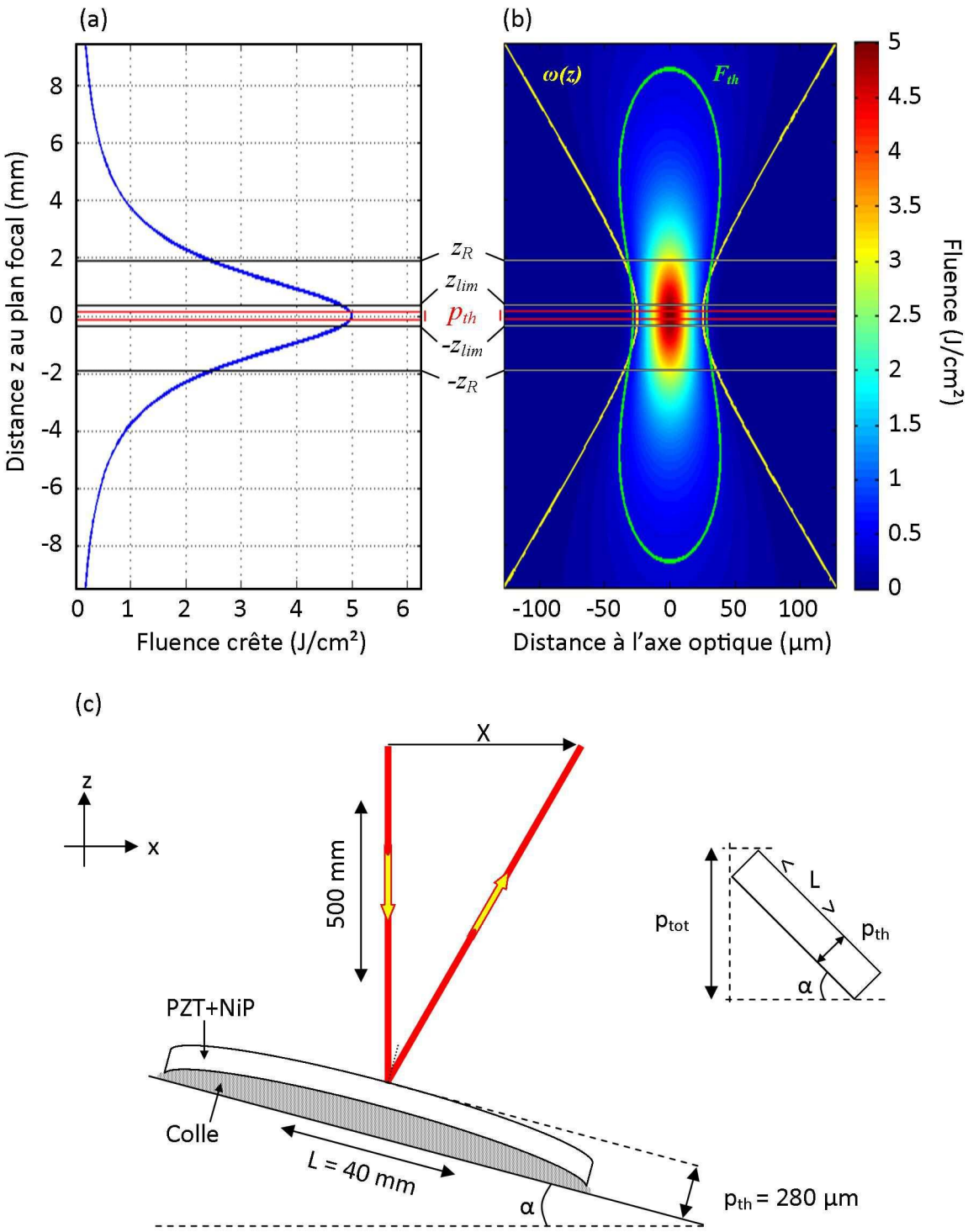


Figure 3.1 – (a) Évolution de la fluence crête sur l'axe optique en fonction de la distance au plan focal z_0. Arbitrairement, ω_0 et $F_{\text{crête}}^{z_0}$ sont fixés respectivement à 25 µm et 5 J/cm^2. M^2=1.3. (b) Évolution dans l'espace de la fluence autour du plan focal z_0. La largeur de découpe p_{th}, la distance de Rayleigh z_R et l'intervalle de confiance $[z_{lim}; -z_{lim}]$ pour une tolérance en fluence $\eta = 5\%$ sont également représentées. (c) Représentation schématique d'une inclinaison α de l'échantillon par rapport au faisceau incident.

Nous pouvons donc en déduire une largeur minimale du waist ω_0 pour satisfaire le critère de découpe homogène :

$$z_{lim} \geq \frac{p_{th}}{2} \qquad \Longrightarrow \qquad \omega_0 \geq \sqrt{\frac{p_{th}\lambda M^2}{2\pi}\sqrt{\frac{1-\eta}{\eta}}} \ .$$

Afin de limiter les fluctuations de fluence dans l'épaisseur du matériau, nous fixons η à 5%, le waist ω_0 devenant nécessairement supérieur à 14 µm. Les Fig. 3.1(a) et 3.1(b) donnent un aperçu de l'évolution de la fluence pour les valeurs de $\eta = 5\%$ et $F_{\text{crête,z}_0} = 5$ J/cm^2 à proximité du plan focal z_0 mais pour un waist de 25 µm, supérieur à la limite fixée par η.

Alors que $\omega_0 = 14$ µm ne tolère aucune inclinaison de l'échantillon, un waist supérieur suppose qu'un mauvais alignement ne sera pas critique sur l'usinage. Mais il existe également une limite à cet angle car la profondeur théorique de découpe p_{th} valant initialement 280 µm tend vers une nouvelle profondeur p_{tot} supérieure de sorte que :

$$2z_{lim} = p_{tot} = L \ \sin(\alpha_{lim}) + p_{th} \ \cos(\alpha_{lim}) \ . \tag{3.2}$$

A l'identique du test de perpendicularité, nous pouvons définir la distance X à laquelle une réflexion du faisceau incident pourra être distante, à l'image de la Fig. 3.1(c). Arbitrairement à 500 mm, α et X sont reliées par la relation trigonométrique :

$$X = 500 \times \tan(2\alpha) \ . \tag{3.3}$$

Le tableau suivant nous donne les résultats de simulation pour différentes valeurs de ω_0 :

ω_0 (µm)	14	20	25	30	35
$\mathbf{z_{lim} - p_{th}/2}$ (µm)	0	144	304	500	731
$\alpha_{\mathbf{lim}}$ (degrés)	0	0.41	0.87	1.43	2.09
$\mathbf{X_{lim}}$ (mm)	0	7.22	15.2	25.0	36.6

Table 3.1 – Exemples de tolérances de positionnement du wafer en fonction du diamètre du faisceau au plan focal.

Nous pouvons constater que l'angle maximal d'inclinaison de l'échantillon reste inférieur à 2°, ce qui prouve bien la nécessité d'un contrôle fin du positionnement. De plus, ce dernier sera d'autant moins critique que le faisceau sera supérieur à la limite de $\omega_0 = 14$ µm, certifiant ainsi d'une homogénéité de fluence sur l'épaisseur de découpe.

Une des solutions permettant d'éviter cette problématique de positionnement serait d'utiliser des faisceaux de Bessel non diffractant à partir de systèmes optiques coniques simples de type axicon. Ils présentent la particularité d'être invariants spatialement sur des distances de propagation bien supérieures aux faisceaux gaussiens focalisés, d'où la possibilité d'atteindre des ratios profondeur/diamètre très importants [72]. Or ils présentent néanmoins des inconvénients non négligeables pour notre étude comme des anneaux très prononcés pouvant engendrer une forte perte énergétique ou un usinage de la surface d'entrée. Ces faisceaux sont ainsi préférentiellement employés dans les milieux transparents tandis qu'une étude complémentaire sur les matériaux absorbants serait toujours intéressante moyennant la bonne gestion des seuils d'ablation.

3.1.2 Influence des électrodes en nickel-phosphore

Les électrodes de nickel phosphore étant de structure métallique, leur vitesse d'ablation est donc bien inférieure à celle du PZT, impliquant une augmentation du temps de procédé, en plus de l'ajout supplémentaire de 10 µm d'épaisseur en moyenne par rapport aux 170 µm de céramique pure. Les Fig. 3.2(a) et (b) montrent ces différences en matière de profondeur ablatée et de largeur d'usinage à paramètres fixes et en fonction du nombre de passages appliqués ($f = 250$ mm ($\omega_0 = 27$ µm) ; $F_{\text{crête}} = 7$ J/cm^2 ; $v = 5$ mm/s).

Remarquons tout d'abord que la profondeur évolue linéairement avec N_{pass} et donc que la focale utilisée n'induit pas de saturation dans le domaine de profondeur visé. La fluence crête est estimée comme constante sur l'épaisseur et la largeur d'usinage est suffisamment importante pour évacuer la matière sans perturbation.

L'écart est important dès le premier passage où l'électrode de 5 µm est juste ablatée tandis que le PZT seul est déjà largement ablaté sur 20 µm. Le taux d'ablation du NiP n'a pas été mesuré du fait de la trop faible épaisseur de l'électrode par rapport à sa rugosité. Néanmoins, nous pouvons supposer un taux moyen identique à celui du nickel donné Fig. 2.21(b) appliqué sur un faisceau de diamètre $2\omega_0 = 54$ µm. La profondeur estimée grossièrement sera donc de $\tau_{abl} \times N_{tophat}$, soit 5.4 µm pour le NiP contre 25 µm pour le PZT pur, ce qui coïncide avec l'expérience. Une différence d'environ un passage persiste donc jusqu'à la découpe totale qui nécessite de nouveau un passage supplémentaire dans le cas avec NiP du fait des 10 µm d'électrode. C'est au total environ 20% de plus à ajouter au temps de procédé initial sans électrodes, aux fluctuations d'usinage près.

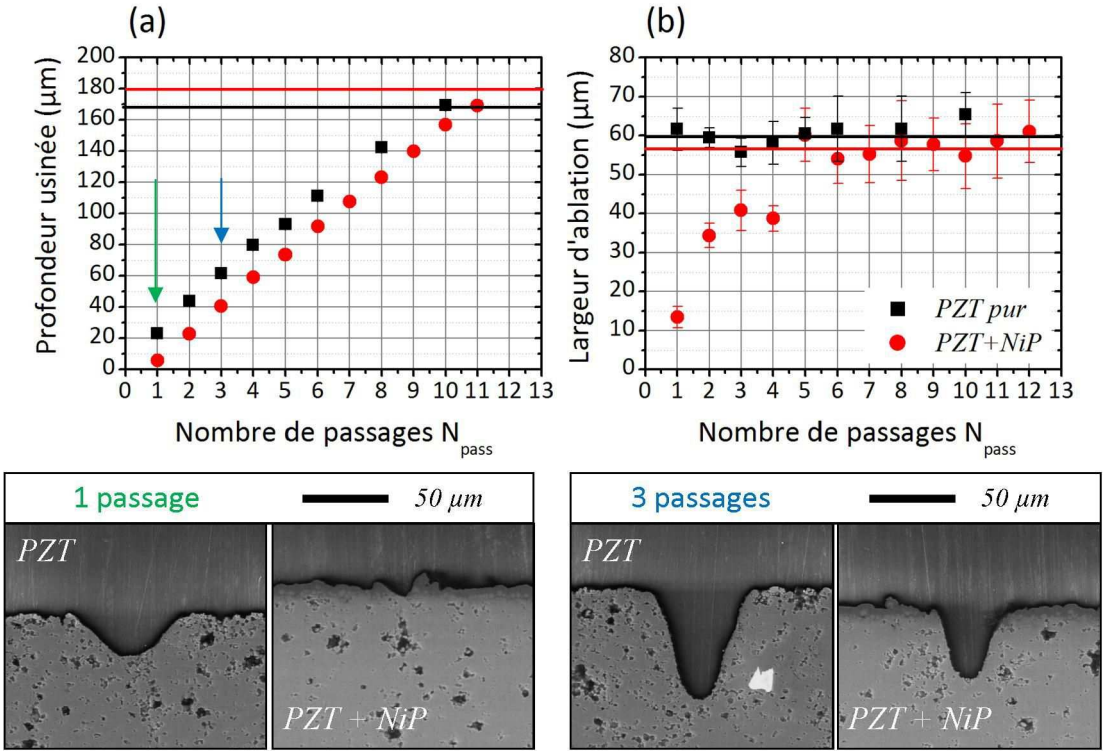


Figure 3.2 – Comparatif d'ablation entre le PZT pur et le PZT+NiP. Paramètres appliqués : $f = 250$ mm ($\omega_0 = 27$ µm) ; $F_{\text{crête}} = 7$ J/cm^2 ; $v = 5$ mm/s. (a) Évolution de la profondeur et (b) de la largeur d'ablation avec le nombre de passages N_{pass} ainsi que les profils d'usinage associés pour 1 et 3 passages. L'ajout des électrodes en NiP ralentit l'usinage de par un taux d'ablation plus faible et une épaisseur de découpe accrue.

En termes de diamètre ablaté, le PZT pur présente une valeur moyenne constante sur chaque passage. Dans le cas du NiP, la largeur apparente des profils croît rapidement sur les premiers passages jusqu'à devenir équivalente au matériau brut. Bien que le seuil d'ablation des électrodes soit estimé comme inférieur à celui du PZT, le faible taux d'ablation du NiP est majoritairement responsable de cette évolution qui requiert davantage de passages pour que les plus faibles fluences en bord de faisceau usinent l'intégralité de la couche.

En conclusion, la présence des électrodes de nickel phosphore induit une forte augmentation du temps de découpe d'environ 20%. La recherche de paramètres optimisés doit donc considérer cette variable afin que les temps de procédé restent cohérents et rentables dans le cadre d'une production série.

3.1.3 Effets de la focalisation et du plan d'usinage

Afin de maintenir une fluence équivalente sur toute la découpe, plusieurs conditions entrent en jeu : la nécessité du positionnement au plan focal, un alignement fin de l'échantillon et un waist ω_0 supérieur à 14 µm. Or la dimension de la tâche focale est reliée à la lentille par l'éq. (1.33), nous permettant ainsi de préciser leur choix.

La Fig. 3.3 donne l'évolution du waist ω_0 en fonction des focales pour différentes dates d'analyse. Expérimentalement, les lentilles supérieures à 175 mm sont clairement éligibles pour des usinages selon les critères définis précédemment. Nous constatons néanmoins une dérive de la dimension du faisceau avec le temps ainsi que la présence d'une ellipticité plus ou moins marquée. Ces fluctuations ont une forte influence sur les performances de la découpe.

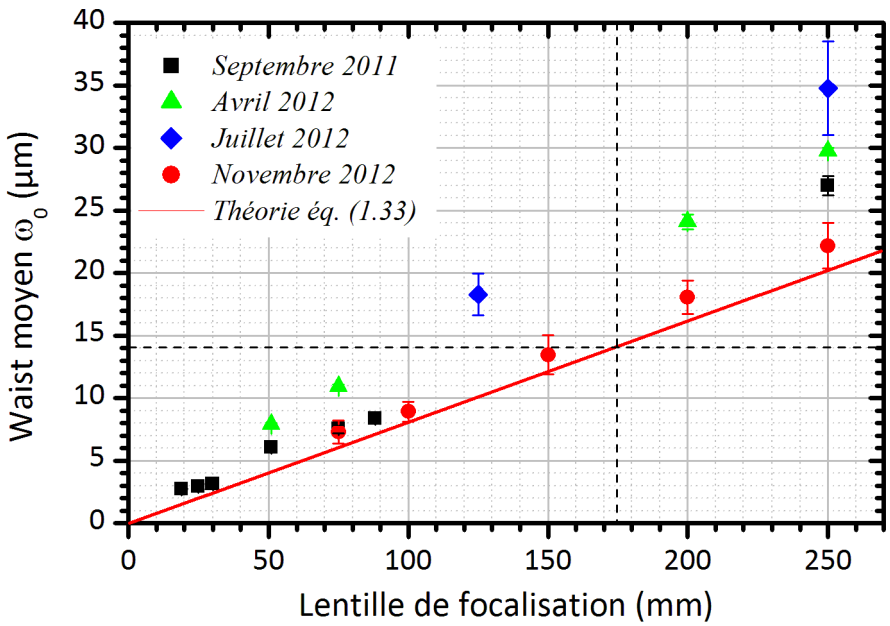


Figure 3.3 – Mesures de waists moyens en fonction de la focale à différentes dates, l'ellipticité étant identifiée par les barres d'erreur. Le calcul théorique (1.33) est multiplié par $\sqrt{M^2}$ pour le cas réel et est donné par le trait rouge pour les valeurs $\lambda = 780$ nm, $M^2 = 1.3$ et $\omega_{01} = 3.5$ mm, ce dernier étant estimé par la moitié d'un diaphragme de 7 mm de diamètre disposé en amont du faisceau collimaté. Les pointillés noirs indiquent les limites dimensionnelles définies dans la partie précédente afin de maintenir une fluence constante sur l'épaisseur d'usinage.

Influence de la largeur du faisceau. Une évolution du waist impacte directement la fluence et le taux de recouvrement d'après les éq. (1.25) et (2.14). Une variation de 22 µm à 35 µm est visible sur la focale de 250 mm. Or en maintenant une puissance et une vitesse d'usinage constantes au cours du temps à défaut d'analyses spatiales, la fluence crête ainsi que le taux de recouvrement pourraient fluctuer d'un rapport 2 entre deux expériences réparties dans le temps. Pour un procédé figé en production et en fonction de la fluence appliquée, un élargissement du waist pourrait induire une absence de découpe débouchante. Dans le cas d'un rétrécissement, la fluence deviendrait suffisamment importante pour affecter la qualité d'usinage. Notons cependant que la fluence et le taux de recouvrement évoluent de manière opposée vis à vis de ω_0, et donc qu'une compétition subsiste entre ces deux facteurs. En effet, un usinage de fluence plus faible requiert davantage d'impulsions par passage, compensant en partie la baisse du taux d'ablation, sans oublier l'effet contre-productif de la saturation (Fig. 2.21).

Estimons numériquement l'impact de ω_0 en se basant sur les Fig. 2.19 et 2.21 obtenues respectivement à $N_{tophat} = 60$ impulsions, $F_{\text{crête}} = 7$ J/cm^2 et dans lesquelles nous approximons une saturation linéaire du taux d'ablation entre 30 et 100 impulsions d'environ 3 nm/impulsion. Pour une puissance moyenne $P_{moy} = 190$ mW et une vitesse de translation de faisceau $v = 5$ mm/s, nous obtenons :

ω_0 (µm)	$F_{\text{crête}}$ J/cm^2	N_{tophat}	τ_{abl} (µm/pulse)	P/pass (µm)	N_{pass} découpe
22	5	44	0.52	22.7	8
35	1.97	70	0.26	18.3	10

Table 3.2 – Mise en évidence de l'efficacité de découpe en termes de nombre de passages en fonction du diamètre du faisceau, à puissance constante.

Ainsi, lorsque le waist s'élargit, la fluence diminue tandis que le nombre d'impulsions N irradiant un point du matériau par passage augmente. La profondeur usinée par passage $P/pass$ résulte du produit $N \times \tau_{abl}$ alors que le nombre de passages total pour une découpe est calculé pour 180 µm d'épaisseur. Bien que l'effet de saturation ne soit considéré que pour le premier passage, nous constatons tout de même que l'usinage de plus forte fluence est 20% plus efficace en termes de nombre de passages N_{pass}.

Influence de l'ellipticité. Un faisceau non circulaire perturbera également le recouvrement dans des directions perpendiculaires, ce qui est critique dans le cadre de notre étude sur la découpe de pastilles rectangulaires. Par exemple, le waist de 35 µm moyen obtenu sur la lentille de 250 mm en Juillet 2012 présentait en réalité une ellipticité de 14% avec $\omega_0^{min} = 32.13$ µm et $\omega_0^{max} = 37.43$ µm.

D'après le tab. (3.3), le nombre de passages pour la découpe de 180 µm est de nouveau perturbé en passant de 10 à 11 passages lorsque le recouvrement est le plus faible. En particulier, cette analyse est valable pour une ablation constante par passage, que nous avons identifiée grâce à la limite d'homogénéité en fluence sur la profondeur d'usinage. Dans le cas contraire, la largeur du faisceau perpendiculairement à la direction de découpe aura un impact sur l'efficacité d'usinage par effet de saturation et devra être considérée

dans l'estimation du nombre de passages.

ω_0 (µm)	N_{tophat}	τ_{abl} (µm/pulse)	P/pass (µm)	N_{pass} découpe
32.13	64	0.26	16.6	11
37.43	74	0.26	19.24	10

Table 3.3 – Mise en évidence de l'effet de l'ellipticité du faisceau sur l'efficacité en termes de nombre de passages dans deux directions perpendiculaires de découpe.

Logiquement donc, le procédé de découpe sera d'autant plus rapide et reproductible que le faisceau au plan focal sera large et circulaire pour des vitesses et fluences invariantes. Afin de vérifier ces hypothèses, nous avons testé sur PZT pur plusieurs distances focales entre 100 mm et 250 mm avec une fluence et une vitesse d'usinage fixées arbitrairement à 10 J/cm^2 et 5 mm/s. Les résultats sont assez nets : lentille de 250 mm, 11 passages (t_{proc} ≈1h11min d'après (2.27)) ; lentille de 200 mm, 14 passages (t_{proc} ≈1h31min) ; lentille de 150 mm, 24 passages (t_{proc} ≈2h35min) ; lentille de 100 mm, pas de découpe après 50 passages (t_{proc} ≫5h). Les découpes sont clairement plus rapides avec des focales plus longues du fait d'un recouvrement amplifié, mais qu'en est-il de leur efficacité ? Pour cela, nous avons également analysé ces lentilles avec non plus des vitesses mais des taux de recouvrement constants. Un ratio sur les vitesses identique à l'écart entre les waists a été appliqué, soit 5-4-3-2 mm/s pour les lentilles respectivement de 250-200-150-100 mm. Les conséquences sont que les usinages s'allongent progressivement de 11 à 15 passages avec toujours une absence de découpe pour la lentille de 100 mm même après 50 passages. Cela indique clairement une perte d'efficacité des plus courtes focales, que nous expliquons par des effets de saturation tels qu'une baisse de la fluence en z comme introduite dans la partie précédente, une évacuation difficile de matière ablatée ou encore une baisse de l'absorption par réflexion sur les bords de coupe.

La qualité est essentiellement influencée en matière de conicité comme le montrent les trois profils de coupe de la Fig. 3.4 obtenus par microscopie optique après polissage. Dans notre cas, la conicité α est obtenue par la relation :

$$\alpha = \arctan\left(\frac{L_e - L_s}{2e}\right) , \tag{3.4}$$

où L_e et L_s sont respectivement les largeurs d'entrée et de sortie de l'usinage et e l'épaisseur du matériau, de l'ordre de 180 µm.

En outre, cette forme a priori naturelle peut être rapprochée de la distribution gaussienne d'énergie associée à des difficultés d'absorption de la lumière sur les flancs de coupe. La conicité maximale est estimée pour $L_s = 0$ dans le cas d'une rainure juste débouchante et sera d'autant plus importante que L_e sera grande. Par exemple, la largeur d'entrée de la lentille de 250 mm de la Fig. 3.4 est d'environ 100 µm, soit une conicité maximale de 15.5°, en limite de tolérance tandis que la lentille de 75 mm autorise une valeur maximale de 5.7° avec $L_e = 36$ µm.

Afin de confirmer cette tendance et faciliter la variation du diamètre d'entrée de faisceau, plusieurs plans d'usinage localisés proportionnellement aux distances de Rayleigh

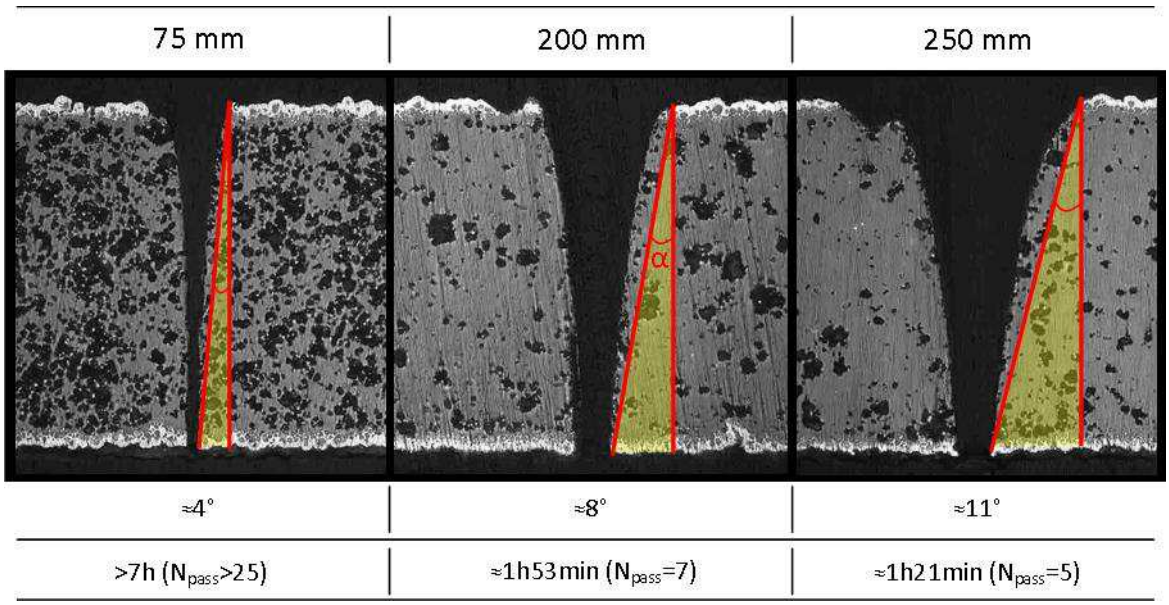


Figure 3.4 – Évolution de la conicité pour trois lentilles de focalisation à 7 J/cm^2 et 2 mm/s. Plus le diamètre de faisceau est petit, plus la conicité diminue.

ont été testés pour chaque lentille. Malgré la non satisfaction en ces plans du critère η sur le maintien d'une fluence constante dans l'épaisseur d'usinage, les résultats restent cohérents, que ce soit sur l'évolution de la conicité ou du temps de procédé comme indiqué sur les Fig. 3.5(a) et (b).

Les conclusions confirment les premiers résultats : la largeur d'impact en entrée d'usinage, proportionnelle au diamètre du faisceau, est en grande partie responsable de la conicité de la découpe qui évolue linéairement dans la gamme d'étude. La tolérance étant fixée à 15°, de très longues focales ne peuvent donc être exploitées pour diminuer les temps de procédé à l'image de la Fig. 3.5(b). Un compromis est donc nécessaire comme le souligne le graphique 3.5(c). Pour un temps de procédé inférieur à 2h, la lentille de 200 mm constitue la limite inférieure à ne pas franchir. En matière de conicité, la lentille de 250 mm peut atteindre théoriquement la tolérance haute de 15° fixée par les exigences industrielles. Attention, il faut néanmoins garder à l'esprit que ces courbes sont directement reliées aux tailles de faisceaux au moment des travaux (Avril 2012 de la Fig. 3.3) et peuvent toujours fluctuer avec le temps ou d'un laser à un autre.

Aussi, bien que le plan d'usinage ait été modifié, aucune hypothèse sur l'évolution de la forme du faisceau n'a été mentionnée. En particulier, le plan image *pi* du diaphragme de 7 mm est localisé d'après l'optique géométrique entre 4 et 5 fois la distance de Rayleigh sur la lentille de 75 mm. Bien qu'aucune mesure n'ait été faite en ce plan, aucune perturbation n'a été notée entre 3 et $5z_R$ en matière de conicité et de temps de procédé.

Au final, la stabilité des dimensions du faisceau est un facteur primordial de reproductibilité du procédé laser. Les usinages trop longs étant non rentables pour une production série, un temps de procédé maximal de 2h a été considéré dans l'analyse, ce qui implique que seules les lentilles de 200 mm et 250 mm sont envisageables, avec un choix préférentiel pour la lentille de 200 mm au vue des conicités réduites.

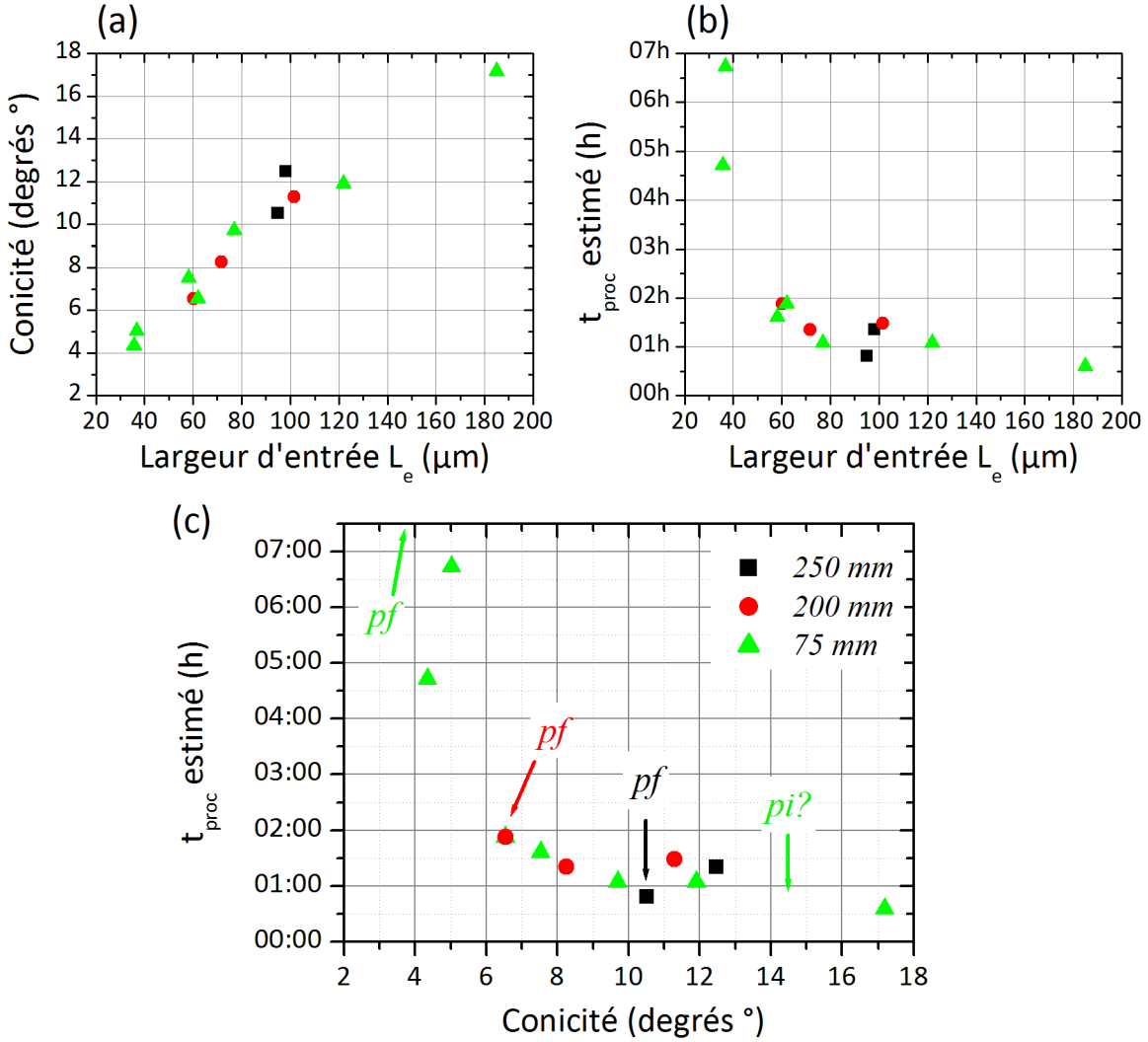


Figure 3.5 – Évolution de (a) la conicité et (b) du temps de procédé en fonction de la largeur d'entrée d'usinage à 7 J/cm^2 et 2 mm/s sur PZT+NiP. (c) reprend les graphiques (a) et (b) afin d'exprimer t_{proc} en fonction de la conicité. Les plans focaux pf de chaque lentille sont indiqués, les autres points correspondant à des plans multiples des distances de Rayleigh. pi représente la position du plan image d'après l'optique géométrique.

FOCALE	***Critères***	**Courte**	**Moyenne**	**Longue**
		< 150 mm	**150-250 mm**	**> 250 mm**
Remarques	*Influence principale sur la largeur d'ablation*			
t_{proc}	*Efficacité*	Mauvais	Bon	Excellent
Répétabilité	*Rayleigh*	Mauvais	Bon	Excellent
Qualité	*Conicité*	Excellent	Bon	Mauvais

Table 3.4 – Récapitulatif de l'effet de la longueur de focalisation sur les critères de temps de procédé, répétabilité et qualité d'usinage à paramètres constants. Des focales moyennes sont choisies préférentiellement aux courtes ayant une mauvaise répétabilité et aux longues engendrant une conicité trop importante.

PLAN	***Critères***	**Focal**	**Intermédiaire**	**Image**
Remarques	*Influence principale sur la largeur d'ablation*			
$\mathbf{t_{proc}}$	*Efficacité*	Mauvais	Bon	Excellent
Répétabilité	*Rayleigh*	Excellent	Mauvais	Mauvais
Qualité	*Conicité*	Excellent	Bon	Mauvais

Table 3.5 – Récapitulatif de l'effet du positionnement du wafer sur les critères de temps de procédé, répétabilité et qualité d'usinage à paramètres constants. Le plan focal est favorisé afin d'assurer une bonne répétabilité du procédé.

3.1.4 Effets de la polarisation

L'orientation de la polarisation du faisceau vis à vis de la direction de coupe influe notablement sur la qualité d'usinage, et en particulier sur la régularité des flancs. Sur la Fig. 3.6(a), nous constatons très clairement des différences de forme d'usinage dans deux directions perpendiculaires à la polarisation rectiligne du faisceau : alors que l'usinage est homogène perpendiculairement, une polarisation parallèle à la translation induit un usinage dont le fond est plus anguleux et les bords plus bruités. Le résultat sur une découpe complète met en évidence ce phénomène d'inhomogénéité qui sera rédhibitoire dans le cadre d'une application aux exigences dimensionnelles strictes. La Fig. 3.6(b) insiste sur l'évolution des profils de profondeur à chaque passage supplémentaire pour ces deux types de polarisation, notées p et s, initiales allemandes pour parallèle ("*P*arallel") et perpendiculaire ("*S*enkrecht") au plan d'incidence. Notons que l'évolution de la profondeur avec une polarisation s est plus chaotique. L'ablation ne semble pas toujours évoluer de manière verticale et l'écart en profondeur entre les derniers passages n'apparaît pas évident. A l'inverse, la polarisation p est régulière et donc davantage préconisée pour un procédé reproductible.

Ces différences peuvent s'expliquer en partie grâce aux propriétés de réflexion-réfraction ayant lieu au cours de l'interaction [65, 67]. La loi de Snell-Descartes énonce que pour un angle d'incidence α_i entre le laser et la normale au flanc d'usinage, l'angle réfracté α_r à l'interface air-PZT s'exprime par :

$$\alpha_r = \arcsin\left[\frac{n_{air}}{n_{PZT}}\sin(\alpha_i)\right] , \tag{3.5}$$

où n_{air} et n_{PZT} sont les indices de réfraction de l'air et du PZT estimés respectivement à 1 et 6.015 conformément à la valeur obtenue dans le chapitre 1. Les propriétés de réflectivité des polarisations s et p en fonction de l'angle d'incidence α_i résultent également de l'analyse des coefficients de Fresnel en intensité, soit :

$$R_s = \left[\frac{n_{air}\cos(\alpha_i) - n_{PZT}\cos(\alpha_r)}{n_{air}\cos(\alpha_i) + n_{PZT}\cos(\alpha_r)}\right]^2 , \quad R_p = \left[\frac{n_{PZT}\cos(\alpha_i) - n_{air}\cos(\alpha_r)}{n_{PZT}\cos(\alpha_i) + n_{air}\cos(\alpha_r)}\right]^2 . \tag{3.6}$$

Les courbes résultantes sont tracées Fig. 3.7 et mettent en évidence deux tendances bien distinctes. Alors que la polarisation s est progressivement réfléchie pour α_i croissant, la réflectivité de la polarisation p décroît drastiquement jusqu'à atteindre un minimum aux alentours de 80°. Cette angle d'incidence élevé est appelé angle de *Brewster*, souvent exploité pour le filtrage de la polarisation dans certaines cavités laser, et correspond à une transmission totale de la polarisation p tandis que seule s est réfléchie.

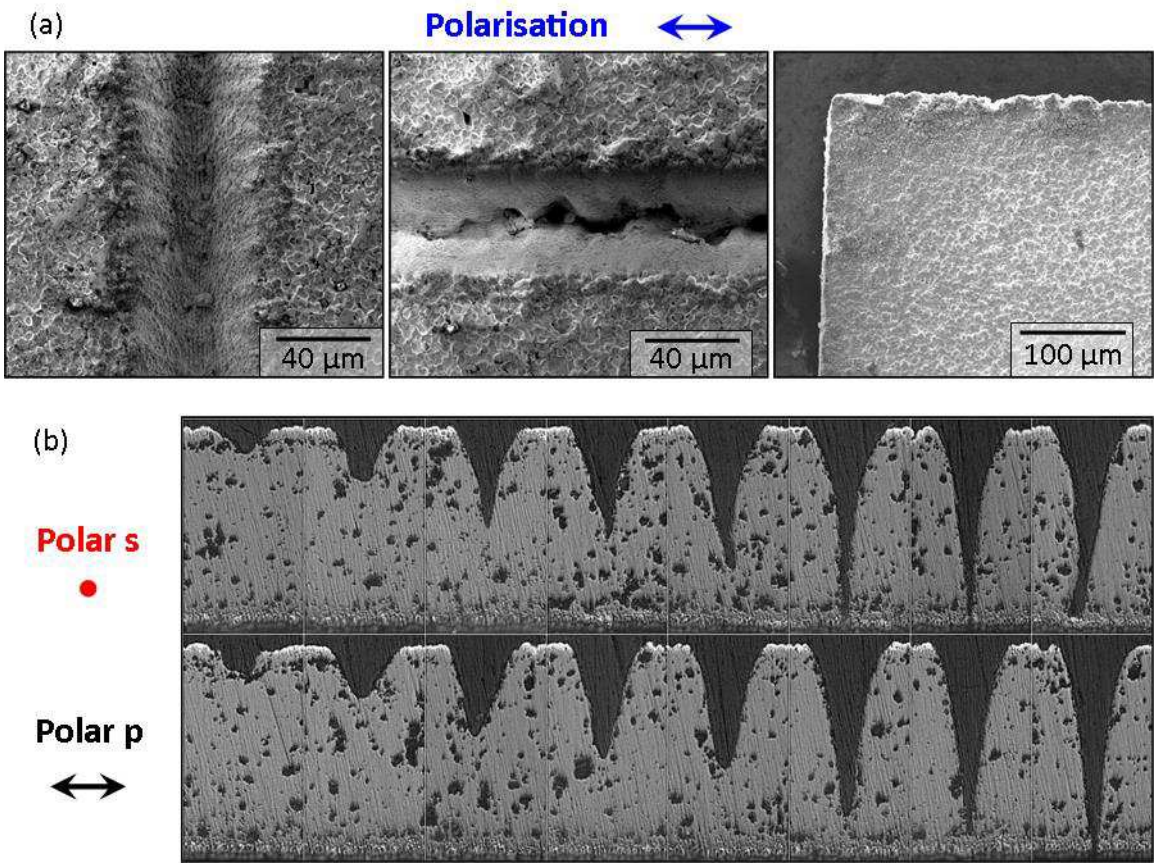


Figure 3.6 – Mise en évidence des effets de l'orientation de la polarisation rectiligne en fonction de la direction de propagation de l'usinage. (a) Images MEB de rainures (3 passages) usinées perpendiculairement et parallèlement à la polarisation incidente ainsi que l'angle d'une découpe complète. (b) Évolution du profil de profondeur à chaque passage supplémentaire pour chacune de ces polarisations. La polarisation s, parallèle à la direction d'usinage, est beaucoup plus irrégulière en surface et en profondeur que la polarisation p. Paramètres appliqués : $f = 200$ mm ($\omega_0 = 24$ µm) ; $F_{\text{crête}} = 5$ J/cm^2 ; $v = 2$ mm/s.

En conséquence, alors que l'absorption de la polarisation s est d'autant plus faible que les flancs de découpe sont abrupts, l'effet inverse se produit avec la polarisation p ou l'absorption est grandement améliorée. La forte réflectivité de s peut en outre expliquer la nature chaotique de l'usinage : après une première réflexion, l'onde lumineuse se retrouve sur le flanc opposé avec un nouvel angle d'incidence plus à même de permettre son absorption. Néanmoins, l'ensemble de ces va-et-vient ne contribue pas à un moyennnage de la rugosité des flancs mais provoque au contraire des zones d'accumulation à l'origine des profils de coupe pas toujours réguliers.

Notons enfin qu'aucune amélioration franche en matière de qualité n'a été remarquée avec des polarisations circulaires droites et gauches (notées c). Dans la littérature cependant, d'autres structures plus exotiques comme les polarisations azimutales et radiales améliorent a priori l'efficacité d'ablation ainsi que la conicité mais requièrent des manipulations de faisceaux ou l'ajout de systèmes optiques non testés dans le cadre de ces travaux [66].

En conclusion, la polarisation rectiligne p, perpendiculaire à la direction de coupe, est conseillée pour un usinage régulier tant spatialement avec une rugosité des flancs stable, que temporellement avec l'évolution monotone de l'ablation avec l'accumulation.

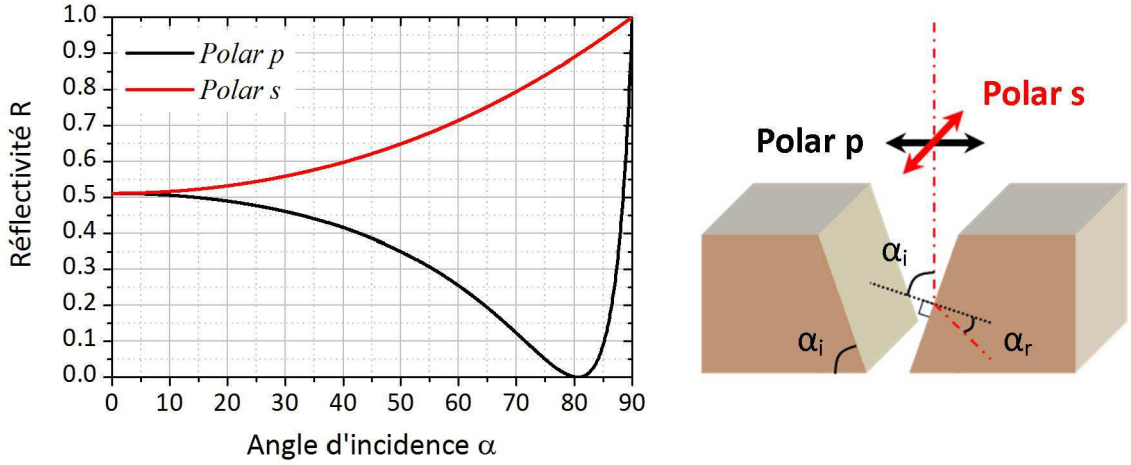


Figure 3.7 – Simulation de la réflectivité R de chacune des deux polarisations rectilignes en fonction de l'angle d'incidence avec le flanc de découpe.

POLARISATION	***Critères***	**p**	**s**	**c**
Remarques	*Influence principale sur la régularité des flancs*			
$\mathbf{t_{proc}}$	*Efficacité*	Excellent	Bon	Bon
Répétabilité	*Ablation*	Excellent	Mauvais	Variable
Qualité	*Rugosité*	Excellent	Mauvais	Variable

Table 3.6 – Récapitulatif de l'effet de la polarisation sur les critères de temps de procédé, répétabilité et qualité d'usinage à paramètres constants. Une polarisation perpendiculaire à la direction de découpe est favorisée sans compromis.

3.1.5 Effets de la durée d'impulsion et de la longueur d'onde

Alors que la durée d'impulsion est optimisée pour limiter au maximum les dégâts thermiques liés à une ablation radiative, nous nous sommes tout de même brièvement intéressés à son effet sur la vitesse d'usinage. Le laser n'étant pas fait pour fluctuer temporellement, un déréglage du compresseur après amplification a été nécessaire afin d'allonger la durée d'impulsion. Par cette méthode, une variation de 125 à 500 fs (largeur à mi-hauteur) a pu être mesurée par autocorrélation. La Fig. 3.8(a) répertorie le nombre de passages nécessaires à la découpe des 180 µm de PZT+NiP pour les paramètres suivants : $f = 250$ mm ; $F_{\text{crête}} = 7$ J/cm^2 ; $v = 5$ mm/s. Nous constatons qu'aucune perturbation n'apparaît sur cette plage d'étude et donc que la durée d'impulsion n'est pas un paramètre critique sur le temps de procédé.

La comparaison en longueur d'onde a été obtenue à partir de deux lasers différents : notre laser d'étude, de caractéristiques déjà énoncées et le laser *Spulse* d'*Amplitude* basé sur un cristal d'Ytterbium émettant à 1030 nm. Le laser est paramétré pour une cadence de 5 kHz et des durées d'impulsions de 500 fs (considérées comme non critiques d'après les observations précédentes). Une focale de 100 mm a été utilisée pour l'estimation du nombre de passages nécessaire à la découpe du PZT+NiP, soit un waist équivalent ω_0 de 13.7 µm, à la limite de la tolérance en fluence. La vitesse minimum accessible du

(a)

FWHM (fs)	N_{pass}
125	12
135	12
200	11
300	11
500	11

(b)

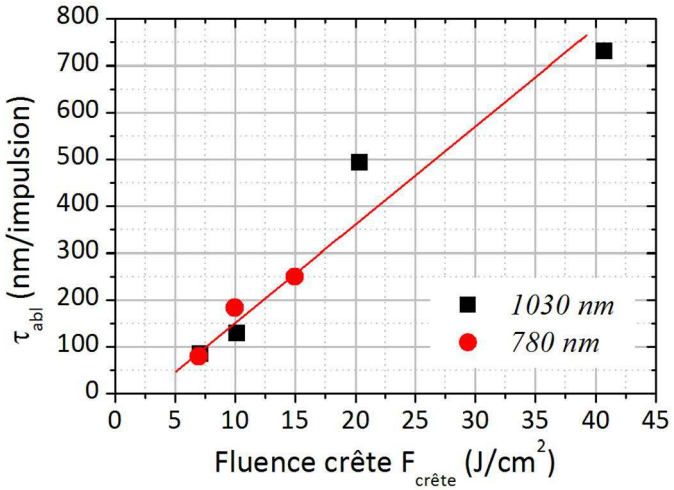


Figure 3.8 – (a) Évolution du nombre de passage N_{pass} pour la découpe de PZT+NiP en fonction de la durée d'impulsion pour les paramètres $f = 250$ mm ($\omega_0 \approx 27$ µm) ; $F_{\text{crête}} = 7$ J/cm^2 ; $v = 5$ mm/s. (b) Taux d'ablation moyen résultant de découpes complètes de PZT+NiP en fonction de la fluence pour 2 longueurs d'onde. 780 nm : $f = 75$ mm ($\omega_0 \approx 16.8$ µm) et $v = 2.37$ mm/s ; 1030 nm : $f = 100$ mm ($\omega_0 \approx 13.7$ µm) et $v = 12$ mm/s.

système était cependant de 12 mm/s. Les valeurs données en comparaison à 780 nm ont été estimées selon le même procédé mais à partir d'une focale de 75 mm et d'un échantillon placé en $z = z_R$ en vue de maintenir un diamètre de faisceau équivalent tandis que la vitesse était dans ce cas de 2 mm/s. Au vue des différences de paramètres, une analyse sur les taux d'ablation simplifie le comparatif, déduit en première approximation de l'épaisseur du matériau divisé par $N_{pass} \times N_{tophat}$. Le graphique de la Fig.3.8(b) montre de nouveau que la longueur d'onde n'apparaît pas critique dans le proche infrarouge puisque les tendances d'ablation sont équivalentes avec la fluence. Notons aussi que les taux globaux sont relativement bas comparativement aux lentilles plus longues de 200 et 250 mm (voir Fig. 2.21(b)), confirmant l'effet de saturation indépendant des propriétés d'émission intrinsèques aux deux lasers. En matière de qualité, les observations MEB succinctes révèlent des flancs de mauvaise qualité à 1030 nm avec la présence de zones fondues et de fissurations, probablement due à une accumulation trop importante ($N_{pass} = 190$).

3.1.6 Effets de la puissance et de la fluence

L'influence de la densité d'énergie sur le temps de procédé a déjà été abordée dans la partie 2.3.4. Il a été constaté en accord avec l'expérience que le nombre de passages nécessaire pour la découpe des 170 µm de PZT pur peut être déduit du taux d'ablation statique et de l'incubation. Le temps de procédé résultant augmente dès lors de manière d'autant plus importante que la fluence crête d'usinage est faible. Cette conséquence directe de la forme du taux nous permet ainsi de conclure sur la nécessité d'utiliser des fluences supérieures à 5 J/cm^2 afin d'éviter des zones de trop fortes instabilités.

Également, nous venons de mettre en évidence l'effet des électrodes de NiP et de la distance focale avec en particulier la taille du faisceau $2\omega_0$ sur l'efficacité d'usinage.

Des critères de maintien de la fluence crête sur l'épaisseur incitent à l'emploi de waists supérieurs à ≈ 14 µm et donc dans notre cas, de lentilles de focales supérieures à 175 mm. Or de fortes variations de ω_0 sont mises en évidence au cours du temps (Fig. 3.3), ce qui provoquent de nouveau de fortes fluctuations en matière de temps de procédé. Les derniers résultats d'usinage obtenus avec la lentille de 250 mm ($\omega_0 = 22$ mm) et $v = 5$ mm/s sont données tab. (3.7).

$\mathbf{F_{crête}}$	**PZT pur**		**PZT+NiP**		**Écart**
J/cm²	$\mathbf{N_{pass}}$	$\mathbf{t_{proc}}$	$\mathbf{N_{pass}}$	$\mathbf{t_{proc}}$	**%**
3	47	5 :04	52	5 :36	5.8
5	21	2 :16	23	2 :29	8.7
7	14	1 :30	17	1 :50	17.6
9	11	1 :11	13	1 :24	15.4
11	9	0 :58	11	1 :11	18.2
13	8	0 :52	10	1 :05	20.0
15	6	0 :39	7	0 :46	14.3

Table 3.7 – Comparaison du nombre de passages et du temps de procédé nécessaires à une découpe pour différentes fluences sur PZT pur et PZT+NiP. Paramètres constants : $f = 250$ mm ($\omega_0 = 22$ µm) (Novembre 2012), $v = 5$ mm/s. L'écart relatif des durées d'usinage sur les deux matériaux est également indiqué.

De manière générale, un wafer complet de PZT+NiP s'usine entre une quarantaine de minutes et plus de 5 heures pour des fluences crêtes allant de 15 à 3 J/cm^2. Bien que non présentés ici, les mêmes paramètres ont été testés sur des échantillons en conditions industrielles, c'est à dire collés sur un support de silicium. Toutes les découpes ayant débouché, nous en déduisons que le collage ne génère aucune perturbation. Le nombre de passages pour les 170 µm de PZT pur est également donné et nous permet de confirmer un écart moyen de 15% en fonction de la présence ou non des électrodes.

Enfin, nous notons une augmentation du temps de procédé par rapport aux résultats du tab. (2.4), attribuable à la diminution de la taille de faisceau de 27 à 22 µm et ce malgré une lentille similaire de 250 mm. En conclusion, le choix d'une focale n'est en rien un critère de sécurité et seule la connaissance du diamètre du faisceau dans le plan d'usinage permet de maîtriser au mieux la reproductibilité du procédé. Sa variation joue sur le recouvrement mais également sur la fluence qui reste tout aussi critique sur les temps d'usinage.

Pour un procédé industriel où les temps de découpe sont étroitement liés aux coûts des produits finaux, la première intuition revient à favoriser les hautes fluences afin de tirer profit au maximum de leur efficacité. Cependant, nous allons voir que le régime d'optimisation est très vite limité avec l'apparition de phénomènes témoins de la dégradation des usinages.

La Fig. 3.9 présentent l'évolution du pourcentage de Zr/Ti estimé par EDX sur les flancs de découpe à différentes fluences. Les mesures sont réalisées sur plusieurs centaines de µm^2 et les valeurs en zéro correspondent à la référence non usinée obtenue par clivage. La moyenne de Zr/Ti se situe bien autour des 50%, donc en zone morphotropique où les

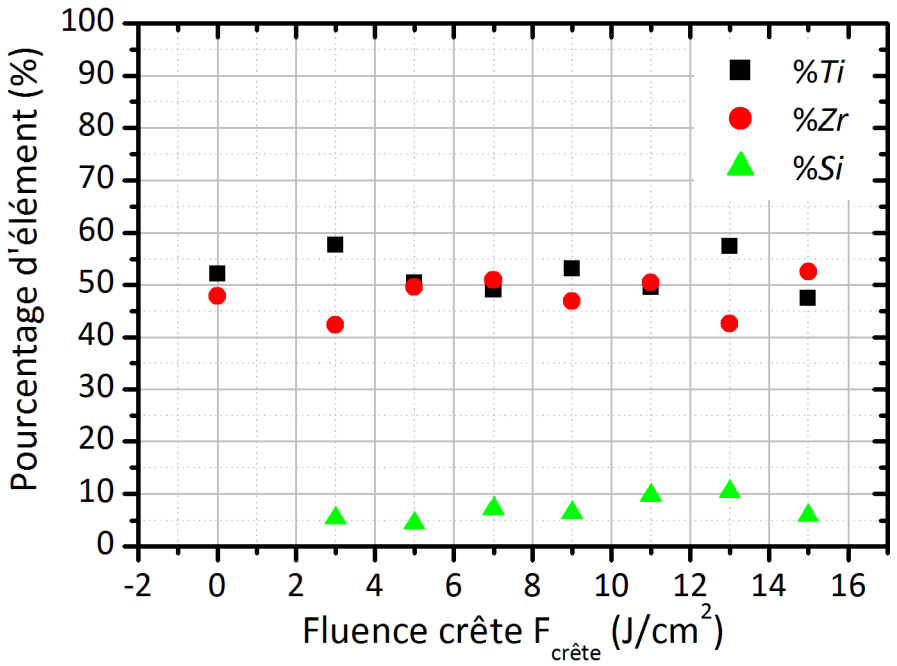


Figure 3.9 – Évolution de Zr-Ti au niveau des flancs de découpe en fonction de la fluence sur PZT+NiP collé sur silicium. La référence non usinée est donnée pour une fluence nulle. Aucune tendance ne ressort de l'augmentation de la fluence hormis la présence de silicium issue de l'usinage du support. Paramètres appliqués : $f = 250$ mm ($\omega_0 \approx 22$ µm), $v = 5$ mm/s.

propriétés piézoélectriques sont les plus fortes, mais aucune tendance ne ressort clairement avec la fluence. La poire d'interaction de cette technique étant supérieure au micromètre, nous pouvons en déduire soit que la zone affectée est inférieure à cette profondeur, soit qu'il n'y a effectivement aucune fluctuation dans la proportion des éléments. Associé à une structure cristalline inchangée (voir spectres Raman plus loin), il existe donc une forte probabilité pour que les dégradations occasionnées par le laser se limitent à des profondeurs inférieures au micron. L'EDX met aussi en évidence la présence de silicium à hauteur de 5% et donc que de la matière issue du support adhère aux flancs à partir de la remontée du plasma d'ablation dès lors que l'usinage débouche. Au vu des proportions, la présence de cet élément n'apparaît pas comme nuisible au bon fonctionnement du matériau.

Par opposition, les observations de surface à l'image de la Fig. 3.10 mettent en évidence un des défauts de haute fluence, à savoir un dépôt conséquent en périphérie de la zone d'usinage (Fig. 3.10(b)). Un aspect moutonneux recouvre le matériau tandis que l'aspect polycristallin du PZT pur reste clairement visible à basse fluence bien que la profondeur apparaisse plus faible. Néanmoins, les dépôts sont dans la majorité des cas éliminés grâce à un nettoyage à l'ultrason mais il peut arriver que les matières volatiles conservent une température suffisante pour être de nouveau soudées au corps principal.

La conicité n'apparaît pas très affectée bien qu'une légère diminution soit visible à fluence croissante sur l'échantillon de la Fig. 3.11. Cette amélioration est majoritairement attribuable à l'élargissement du diamètre de sortie, ce qui favorise par la même occasion une découpe franche. A 3.5 J/cm^2, l'usinage peut ne pas être net sachant que le faisceau tendra naturellement à se concentrer en certains points et risquant de provoquer une absence locale de découpe. Les zones cerclées en rouge indiquent des défauts d'usinage en

surface d'entrée, images des défauts de forme recensés aux cours des analyses de faisceaux antérieures. Ces irrégularités de bords en énergie ne représentaient alors en amplitude pas plus de 5% du maximum de fluence et étaient de ce fait considérées comme négligeables. Or pour un faisceau de 7 J/cm^2, cela représente des fluences de l'ordre de 0.35 J/cm^2, très proches du seuil d'ablation du PZT sans la considération de l'incubation et supérieures au seuil de la surcouche métallique. Par conséquent, le matériau est légèrement usiné, voire davantage comme il l'a été constaté sur la focale de 250 mm, rendant la mesure de conicité erronée. De nouveau donc, la maîtrise de la forme du faisceau est primordiale au maintien d'une découpe de bonne qualité.

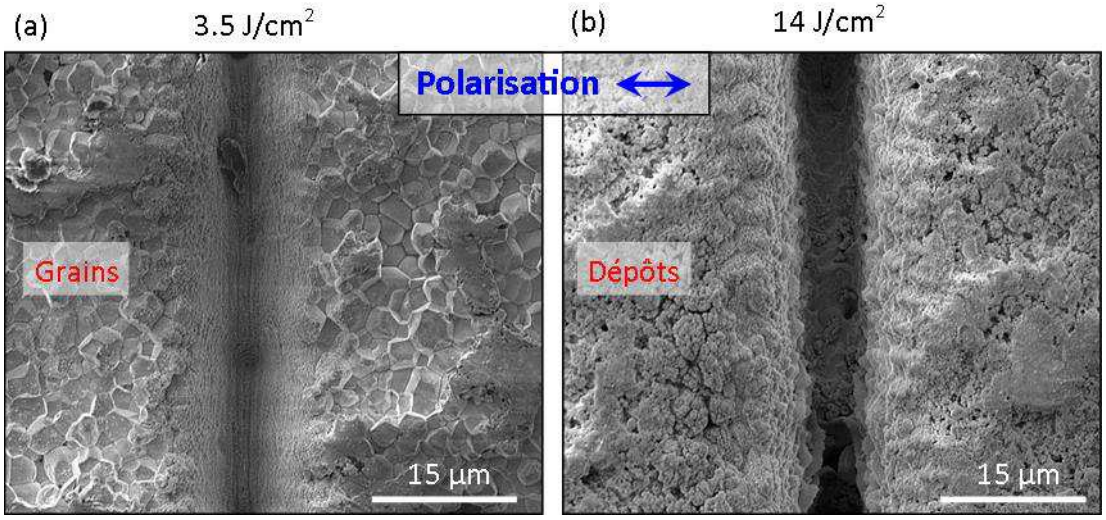


Figure 3.10 – Clichés de rainures en surface d'entrée sur PZT pur mettant en évidence la quantité de dépôts due à l'usinage à fluence croissante. Paramètres appliqués : $f = 50.8$ mm ($\omega_0 \approx 6$ µm), $v = 2$ mm/s, $N_{pass} = 4$.

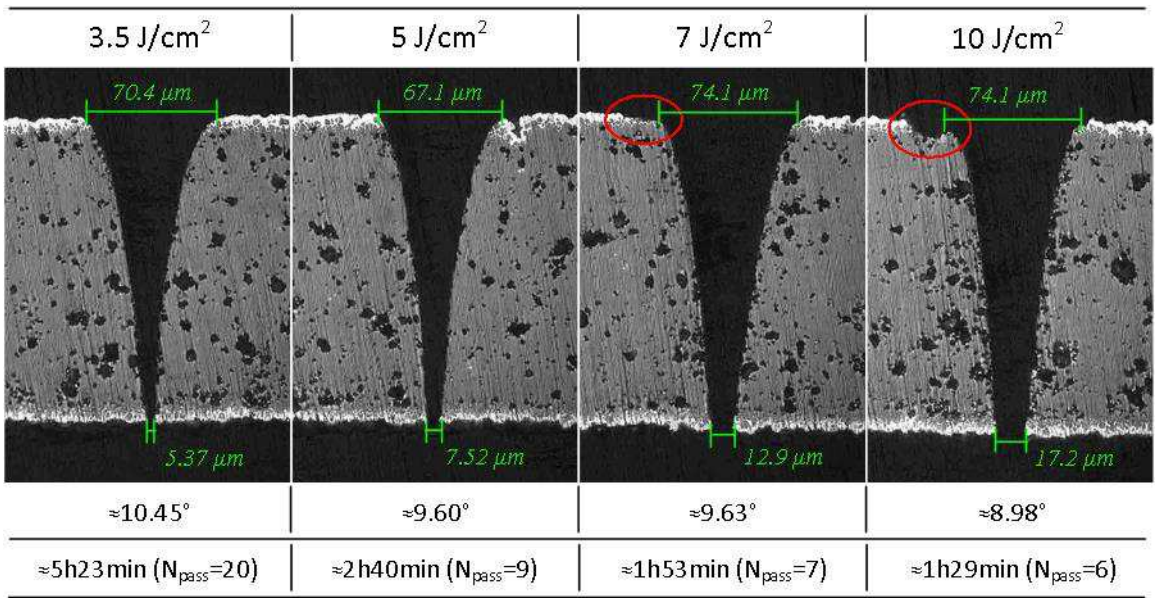


Figure 3.11 – Évolution de la conicité et du temps de procédé du PZT+NiP avec la fluence. Ceux-ci diminuent à fluence croissante au détriment de la qualité d'usinage en surface, les défauts en bords de faisceau atteignant les seuils d'ablation. Paramètres utilisés : $f = 200$ mm ($\omega_0 \approx 23$ µm), $v = 2$ mm/s.

La spectroscopie Raman est une solution puissante pour la caractérisation qualitative et quantitative des flancs (Fig. 3.12). Celle-ci met en évidence une évolution assez nette des spectres avec la fluence, allant de pics très distincts et marqués sur la référence à une quasi absence de signal à haute fluence. Bien qu'il ne soit pas coutume de comparer les amplitudes absolues, nous sommes tout de même forcés de constater que l'intensité moyenne du signal décroît graduellement. Ces résultats corroborent bien notre hypothèse selon laquelle les flancs se dégradent avec la fluence mais il faut garder à l'esprit que ces fluctuations ne sont pas toujours aussi nettement identifiées, ce pourquoi la multiplication des analyses est souvent nécessaire.

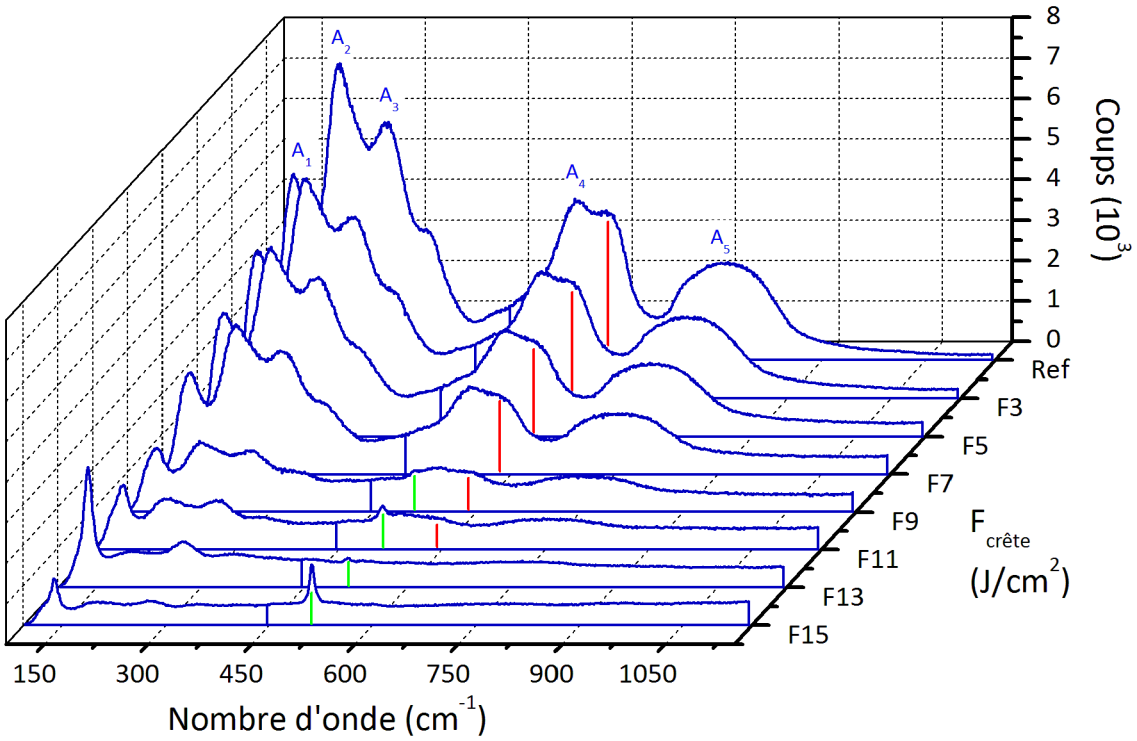


Figure 3.12 – Spectres Raman pris au centre des flancs d'usinage pour différentes fluences crêtes sur PZT+NiP collé sur silicium. Les traits rouges indiquent la position du pic $A_1(T0_3)$ pour l'estimation des contraintes résiduelles tandis que les traits verts sont typiques des éléments de silicium. A fluence croissante, la forme du spectre se dégrade en se dissociant davantage de la référence non usinée. Paramètres appliqués : $f = 250$ mm ($\omega_0 \approx 22$ µm), $v = 5$ mm/s.

Cette baisse de la qualité des spectres, amplifiée à partir de 9 J/cm^2, est directement reliée à la nature cristalline à l'extrême surface du matériau. Moyennée sur la profondeur de pénétration de l'outil d'analyse (ici un laser), nous pouvons en conclure que la structure pérovskite est clairement endommagée à fluence croissante. Nous supposons notamment grâce à la littérature que de nouveaux composés font leur apparition comme l'oxyde de plomb (PbO), des phases de type pyrochlore $A_2B_2O_6$ voire même une amorphisation totale du matériau [186]. A cela s'ajoute la présence plus marquée du silicium dont le pic caractéristique est signalé en vert.

Avant cette fluence charnière, les spectres sont très similaires et la quantification des différences reste difficile. Par conséquent, nous avons développé un outil quantitatif nous permettant d'estimer la qualité de coupe et basé sur un comparatif des intensités relatives

A_3/A_i entre les flancs du PZT non usiné (ref) et les flancs des PZT usinés (de paramètres p) :

$$\zeta_p = \sum_{i=1}^{5} \sigma \left(\left.\frac{A_3}{A_i}\right|_p , \left.\frac{A_3}{A_i}\right|_{ref} \right) . \tag{3.7}$$

Ces pics nommés arbitrairement A_i et donnés Fig. 3.12 ne correspondent pas nécessairement aux modes de vibration de la Fig. 2.24 mais sont représentatifs des crêtes principales du spectre. Les intensités sont ramenées à l'intensité A_3 considérée dans la littérature comme insensible à la contrainte interne et à la proportion Zr/Ti [187]. Elle est de plus présente dans la grande majorité de nos résultats malgré des dégradations en fonction des conditions appliquées. Enfin, l'écart-type σ nous permet simplement de juger de l'écart par rapport à la référence. ζ_p donne finalement un poids numérique à la qualité d'un spectre et sera d'autant plus proche de zéro que la structure d'usinage sera semblable à celle d'un PZT non usiné.
Les résultats issus des spectres de la Fig. 3.12 sont donnés Fig. 3.13(a). La croissance de ζ_p est remarquablement linéaire après 5 J/cm^2, ce qui justifie la pertinence du calcul. Il reste stabilisé à 0.2 avant cette valeur montrant également que l'usinage modifie légèrement la structure du matériau. Au vu des remarques précédentes, l'écart limite témoin d'une découpe de qualité dégradée est finalement fixé à 0.6.

Bien que moins précise, la mesure de contrainte résiduelle par spectroscopie Raman affiche des résultats comparables à la XRD sans ses désavantages en termes de protocole et de surface d'analyse. Elle est donc très référencée, en particulier sur PZT usuellement compliqué à analyser sous forme mince [188]. Xu *et al.* montrèrent que certains pics Raman sont sensibles à l'évolution des contraintes internes au PZT en zone morphotropique [189]. Cette sensibilité, marquée davantage sur les modes $A_1(TO_3)$ et $E(LO_3)$, se manifeste par un déplacement ("*shift*") par rapport à leur position de référence selon la relation déduite de la théorie :

$$\sigma = \sigma_1 \left[1 - \left(\frac{\omega}{\omega_0} \right)^2 \right] , \tag{3.8}$$

où σ et ω sont respectivement les contraintes résiduelles (MPa) et les positions des raies Raman (cm^{-1}). σ_1 est la contrainte pour laquelle $\omega = 0$ et ω_0 est la fréquence du phonon pour $\sigma = 0$. Un test de flexion est utilisé pour la détermination de ces constantes et les valeurs respectives de -640.7 MPa et 528.8 cm^{-1} sont plusieurs fois reprises dans la littérature pour le mode $A_1(TO_3)$ [188, 190]. Nous avons considéré cependant qu'au vue de la multitude de PZT différents existants, une redéfinition de ces facteurs dans les conditions d'expérience était nécessaire. Ne disposant pas d'un protocole expérimental par flexion, la XRD a donc été employée pour la mesure de contrainte d'un PZT de référence mais également d'un second PZT texturé à 50 mW sur 1 cm^2. ω_0 et σ_1 ont ainsi été déterminées respectivement à 599.752 cm^{-1} et -25.36$\times$10^{3}MPa.

Deluca *et al.* soulignèrent la forte dispersion des positions des pics (seulement quelques cm^{-1}) en fonction des valeurs de contraintes appliquées, rendant difficile les estimations de proportionnalité [191]. De plus, les mécanismes de tension-compression au sein d'un matériau en outre polycristallin font intervenir non pas une mais plusieurs types de contraintes influant simultanément lors d'une perturbation.

Appliquée à nos flancs d'usinage, cette méthode d'estimation des contraintes résiduelles révèle en effet des résultats plus mitigés à cause de la très faible variation de la

position du pic. Celle-ci se compose à la fois de la réalité de la variation de contrainte mais aussi des approximations de la méthode d'analyse, sans prendre en considération les éventuelles fluctuations environnementales au cours de la mesure. Néanmoins, les résultats sont donnés Fig. 3.13(b) et une augmentation de la compression avec la fluence se dessine. Le PZT y étant plus résistant qu'à la tension, il n'en est pas moins soumis à une limite en rupture inférieure à -600 MPa. De plus, un saut minimal entre la contrainte interne au matériau et la contrainte de surface diminue la probabilité de rupture à l'interface et donc l'apparition de zones d'écaillages. Bien que les tendances ne soient pas claires sur la Fig. 3.13(b), les faibles fluences semblent a priori mieux convenir avec des contraintes proches de la référence. La contrainte en compression très importante à 15 J/cm^2 résulterait d'une modification importante de la structure du matériau tandis qu'une forte fissuration est visible. A l'inverse l'augmentation de contrainte à 3.5 J/cm^2 peut s'expliquer par la plus forte accumulation d'impulsions au vue du faible taux d'ablation équivalent.

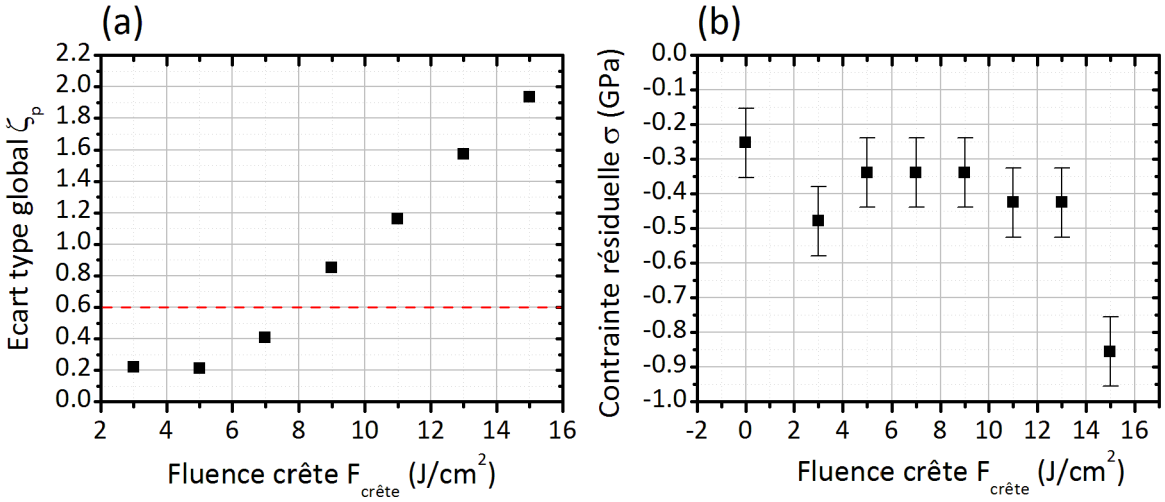


Figure 3.13 – Évolution des paramètres quantitatifs issus des analyses par spectroscopie Raman (Fig. 3.12). (a) Écart type global ζ_p associé aux amplitudes relatives et traduisant l'éloignement du spectre considéré par rapport à la référence non usinée (éq. (3.7)). (b) Estimation des contraintes résiduelles des flancs à partir de l'éq. (3.8). Une meilleure qualité est obtenue à basse fluence, où ζ_p et σ tendent vers 0.

Les images MEB des flancs aux fluences extrêmes de 3 J/cm^2 et 15 J/cm^2 rendent compte des différences d'aspect (Fig. 3.14) : à faible fluence, le matériau est essentiellement texturé de ripples témoins d'une ablation douce alors qu'à forte fluence, une rugosité propre à un matériau fondu prédomine. Dans ce dernier cas, nous constatons une fissuration ainsi qu'un écaillage plus prononcés en sortie d'usinage. Ces phénomènes trouvent leur explication grâce aux estimations d'onde de choc présentées Fig. 3.15.

En effet, la contrainte instantanée mesurée en sortie du matériau croît linéairement avec la fluence en accord avec la tension crête détectée. Les valeurs obtenues oscillent entre 10 et 50 MPa pour des fluences allant de 2.5 à 15 J/cm^2, du même ordre de grandeur que les résultats des travaux de Romain *et al.* [181]. Aussi, le grossissement de l'écaillage de la partie débouchante avec la fluence est illustré Fig. 3.15(c)-(d)-(e).

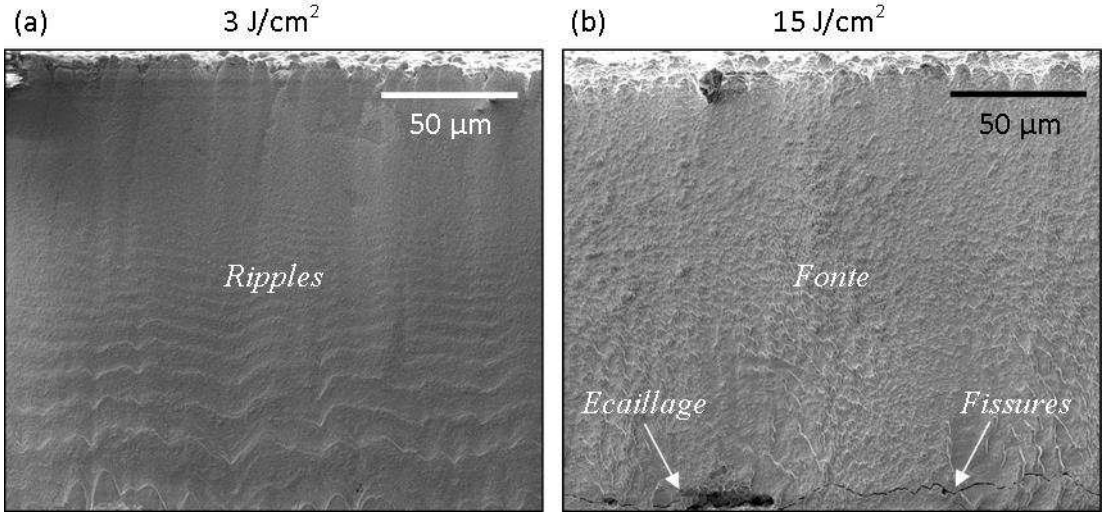


Figure 3.14 – Flancs de découpe à (a) basse (3 J/cm^2) et (b) haute (15 J/cm^2) fluence. Le laser arrive par le haut et les structures principales présentes sont indiquées. Paramètres appliqués : $f = 250$ mm ($\omega_0 \approx 22$ µm), $v = 5$ mm/s.

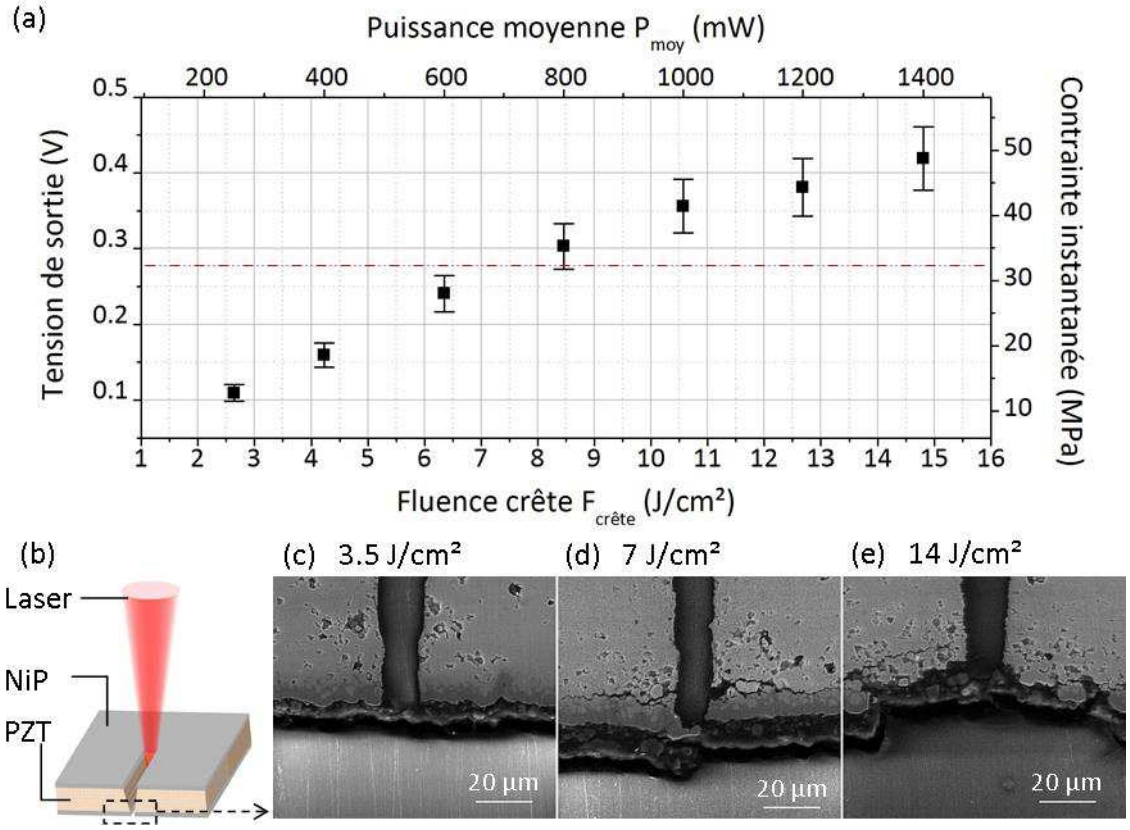


Figure 3.15 – Corrélation entre (a) la contrainte instantanée estimée à partir de la tension de sortie crête du PZT en régime statique et (b-c-d-e) l'écaillage en sortie d'usinage dynamique pour différentes fluences crêtes. Le seuil de fissurations à l'interface PZT-NiP estimé par ondes de choc coïncide avec les limites en rupture théoriques. Paramètres utilisés : $f = 250$ mm ($\omega_0 \approx 27$ µm), $v = 5$ mm/s.

Remarquons en particulier que la fissuration se propage dans la largeur de la première couche de PZT succédant à l'interface avec le NiP. Ces zones sont en effet sujettes à un équilibre fragile où des sauts de contraintes apparaissent des suites de propriétés cristallographiques différentes. La polarisation du matériau étant dans la direction de l'épaisseur, une plus faible résistance s'oppose de plus à la propagation de la fissure par réorientation de la polarisation [174].

La contrainte résiduelle aux abords de l'interface entre un film mince et son substrat implique généralement une incurvation de l'ensemble identique à celle observée sur le PZT couplé au NiP. L'équation de Stoney est souvent utilisée pour en estimer la valeur [192–194] :

$$\sigma_f = \frac{1}{6}\frac{E_{PZT}}{(1-\nu_{PZT})}\frac{d_s^2}{d_f}\frac{1}{R}\ , \tag{3.9}$$

où E_{PZT} et ν_{PZT} sont respectivement le module d'Young (92 GPa) et le coefficient de Poisson (0.31) du PZT. d_s et d_f sont les épaisseurs du substrat ($\approx$ 170 µm) et du film ($\approx$ 5 µm) tandis que R représente le rayon de courbure de l'ensemble. Cette équation est en outre valable dans le cas où le film est bien plus fin que son support, soit $d_f/d_s \ll 0.1$, ce qui est bien notre cas ($d_f/d_s \approx 0.03$). R est facilement déduit de la largeur du wafer L (40 mm) et de la déflexion f ($\approx 50-100$ µm) de telle sorte que $R \approx L^2/8f$ dans le cas où $L \gg f$. Les contraintes résiduelles sont alors estimées entre 30 et 65 MPa, proches de la contrainte à la rupture du PZT en tension (de l'ordre de 80 MPa). Dans le cas où celles-ci soient également en tension, elles viennent alors s'ajouter à la dilatation instantanée générée lors du choc laser. A 3 J/cm^2, l'accumulation de contraintes est ainsi toujours inférieure à la limite à la rupture tandis qu'elle y est supérieure à 15 J/cm^2, comme le confirme les images (c),(d) et (e) de la Fig. 3.15.

Finalement, l'électrode de NiP semble être bien adhérente mais engendre des contraintes non supportées par le PZT qui cède alors rapidement sous leur accumulation. Les observations suivent bien la théorie qui doit tout de même être considérée avec précaution puisque les déflexions à l'origine des contraintes varient localement et d'un échantillon à l'autre.

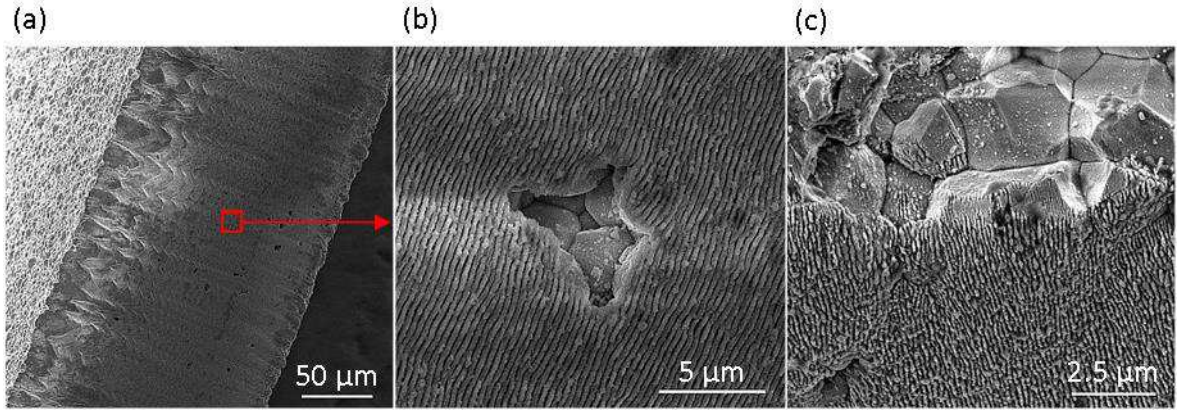


Figure 3.16 – (a) Flanc d'usinage obtenu à partir de paramètres optimisés. Face de sortie à gauche. (b) Zoom sur la zone centrale avec la présence de ripples. (c) Mise en évidence de l'adhérence des ripples à l'interface avec des grains non usinés. Paramètres appliqués : f = 200 mm ($\omega_0 \approx 23$ µm), $F_{\text{crête}} = 5$ J/cm^2, $v = 2$ mm/s. Conicité 9°, $N_{pass} = 9$ +1 de sécurité, t_{proc} ≈2h30min.

La Fig. 3.16 résulte d'une découpe optimisée avec les paramètres évoqués jusqu'à maintenant : la focale de 200 mm réduit la conicité tandis que la fluence crête de 5 J/cm^2 évite l'écaillage, la fissuration et la fonte du matériau tout en se positionnant à un taux d'ablation optimal. La présence des ripples traduit une découpe sans dégradation rédhibitoire et avec une structure cristalline affectée au minimum. La Fig. 3.16(c) met enfin en évidence la jonction entre la partie supérieure de PZT brut et la partie inférieure nano structurés en surface des grains, indépendamment de leur forme et des joints les séparant. Nous pouvons donc en conclure que les ripples sont des marqueurs efficaces, témoins de découpes de qualité. L'usinage reste néanmoins relativement long avec en plus l'ajout de passages supplémentaires pour sécuriser les découpes. Des fluences légèrement supérieures, entre 5 et 8 J/cm^2, pourraient être éventuellement employées.

Fluence	***Critères***	**Basse** < 5 **J/cm^2**	**Moyenne** **5-8 J/cm^2**	**Haute** > 8 **J/cm^2**
Remarques	*Influence très importante sur la qualité générale des flancs*			
$\mathbf{t_{proc}}$	*Efficacité*	Mauvais	Bon	Excellent
Répétabilité	*Saturation*	Mauvais	Bon	Excellent
	Conicité	Bon	Bon	Bon
	Dépôts	Excellent	Bon	Mauvais
Qualité	*Rugosité*	Excellent	Bon	Mauvais
	Contrainte	Excellent	Bon	Mauvais
	Cristallinité	Excellent	Bon	Mauvais

Table 3.8 – Récapitulatif de l'effet de la fluence sur les critères de temps de procédé, répétabilité et qualité d'usinage à paramètres constants. Des fluences moyennes sont favorisées afin de tirer profit d'une qualité correcte sans augmenter drastiquement le temps de procédé.

3.1.7 Effets du recouvrement sur la qualité

La vitesse d'usinage influence le taux de recouvrement, c'est à dire la quantité d'impulsions irradiant un même point du matériau à chaque passage laser. Ainsi, une vitesse lente provoque une forte accumulation locale, d'où une profondeur ablatée importante tandis qu'une vitesse rapide permet un usinage plus fin. Aussi pour la découpe d'une épaisseur donnée, un nombre bien défini d'impulsions est nécessaire, et ce indépendamment de la façon dont celles-ci sont déposées sur le matériau. Théoriquement donc, elle n'a pas d'influence sur le temps de procédé et les cas les plus rapides compensent la faible ablation avec un nombre de passages plus élevé. La question est finalement de savoir si la qualité suit les mêmes conclusions.

Machado *et al.* affirmèrent que non grâce à l'usinage de canaux sur du verre BK7 et où les analyses OCT ("*Optical Coherent Tomography*") révélèrent des modifications d'indice bien plus profondes à vitesse lente qu'à vitesse rapide [164]. Nous pouvons donc supposer que la méthode de déposition influe sur la qualité d'usinage par effet d'accumulation. Notons aussi que la cadence joue un rôle important puisque elle indique la fréquence du dépôt d'énergie. Une cadence de 10 kHz pour une vitesse de 10 mm/s a ainsi la même accumulation qu'une cadence de 5 kHz pour une vitesse de 5 mm/s mais implique un temps de procédé deux fois plus court.

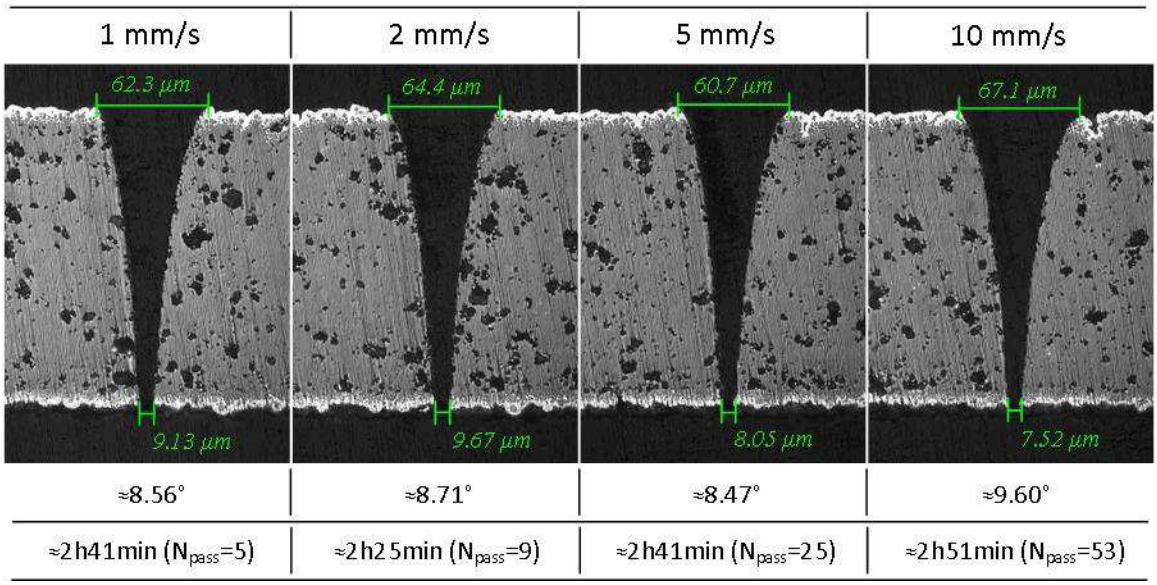


Figure 3.17 – Évolution de la conicité et du temps de procédé du PZT+NiP avec la vitesse de déplacement du matériau. Paramètres utilisés : $f = 200$ mm ($\omega_0 \approx 23$ µm), $F_{\text{crête}} = 5$ J/cm^2.

Dans notre étude où la découpe est obtenue par déplacement de platines de translation, des vitesses jusqu'à un maximum de 20 mm/s peuvent être comparées. Cependant, les mesures obtenues à proximité de cette limite faussent les estimations du fait de la forte dégradation de la précision de déplacement, d'où le choix de ne s'intéresser qu'à des vitesses allant de 0 à 10 mm/s, voire 15 mm/s.

L'évolution de la conicité est tout d'abord analysée via la Fig. 3.17. Celle-ci n'apparaît pas conséquente bien qu'une légère augmentation se dessine à vitesse croissante. A l'identique des basses fluences, les diamètres de sortie diminuent puisque l'ablation est de plus en plus réduite à chaque passage. La conicité tend alors vers son maximum pour un diamètre d'entrée invariant. De même, le temps de procédé est relativement constant et la proportionnalité entre les vitesses se retrouve dans le nombre de passages N_{pass} nécessaires à la découpe.

Les observations des surfaces d'entrée et des flancs témoignent néanmoins de résultats opposés. La Fig. 3.18 présente 3 rainures usinées avec un nombre équivalent d'impulsions mais selon des procédures de dépôt d'énergie différentes : alors que la première (a) est obtenue en un passage à 1 mm/s, les suivantes sont réalisées respectivement en (b) 5 passages à 5 mm/s et (c) 10 passages à 10 mm/s. Un point du matériau sur l'axe central est donc irradié par passage par N_{tophat} =270, 54 et 27 impulsions. Le taux de recouvrement entre deux impulsions successives, dont la valeur vaut $(1 - v/\Delta\nu D) \times 100$, reste pourtant très élevé, passant de 99.6% à 96.3%. Nous constatons une forte dégradation de l'usinage à la vitesse la plus lente en comparaison des deux autres qui sont équivalentes. Elle est associée à la dynamique du dépôt d'énergie, représentée en (d) et que nous définissons comme le produit de la fluence crête mono pulse par le nombre d'impulsions irradiant en un passage un point du matériau :

$$F_{\text{accumulée}} = F_{\text{crête}} \times N_{\text{tophat}} = F_{\text{crête}} \frac{D\Delta\nu}{v} \ , \tag{3.10}$$

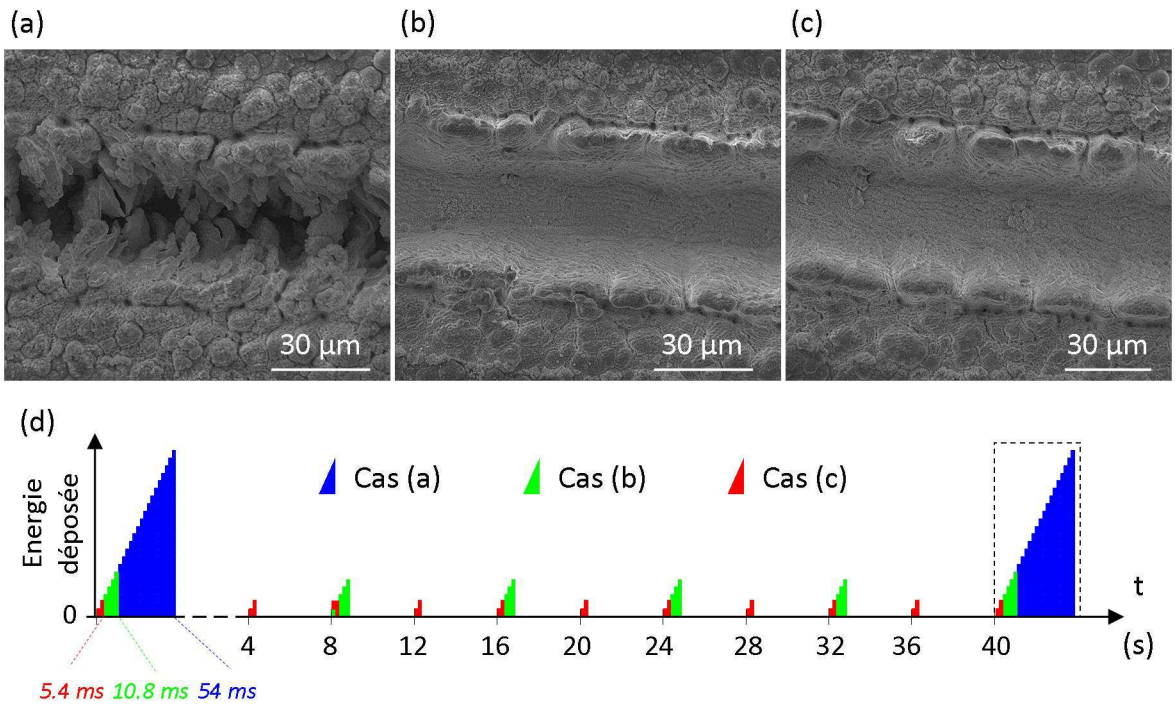


Figure 3.18 – Comparatif de rainures ayant été irradiées avec le même nombre d'impulsions mais selon des procédés différents : (a) $N_{pass} = 1$, $v = 1$ mm/s ; (b) $N_{pass} = 5$, $v = 5$ mm/s ; (c) $N_{pass} = 10$, $v = 10$ mm/s. (d) Représentation schématique simplifiée de la dynamique du dépôt d'énergie des trois cas précédents. Alors que la fluence totale accumulée est équivalente, nous constatons une différence conséquente en matière de qualité d'usinage. Paramètres constants : $f = 250$ mm ($\omega_0 \approx 27$ µm), $F_{\text{crête}} = 7$ J/cm^2.

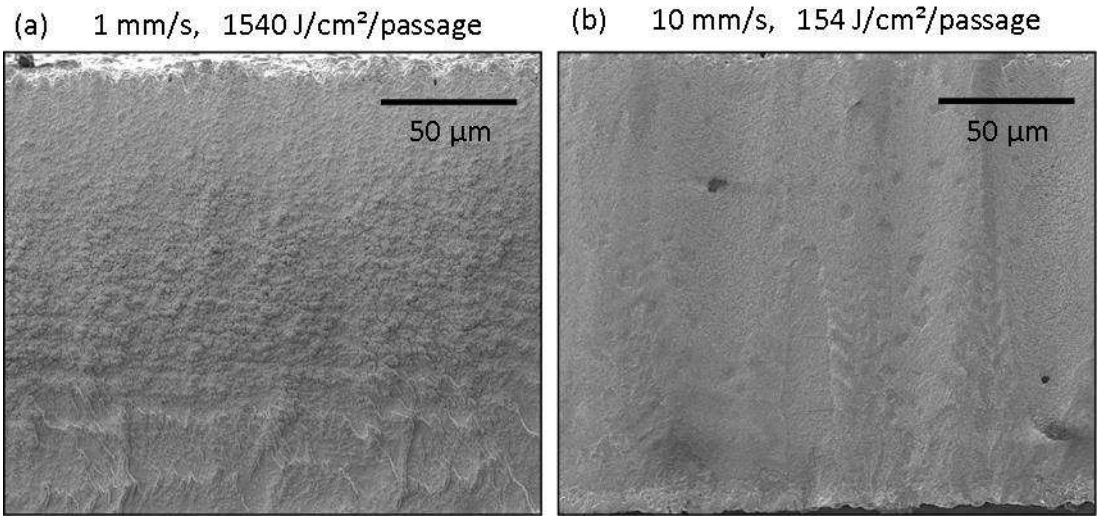


Figure 3.19 – Flancs de découpe usinées à vitesse (a) lente (1 mm/s) et (b) rapide (10 mm/s). La vitesse lente témoigne d'un flanc rugueux tandis qu'à 10 mm/s, celui-ci est plus lisse et présente des zones nanostructurées. Paramètres appliqués : $f = 250$ mm ($\omega_0 \approx 22$ µm), $F_{\text{crête}} = 7$ J/cm^2.

Alors que cette fluence crête accumulée par passage est constante pour les trois rainures des Fig. 3.18(a) (b) et (c), une trop forte accumulation est favorisée dans le premier cas. L'ablation par passage y est aussi beaucoup plus prononcée et la surface d'interaction entre le matériau et le laser en déplacement est alors plus abrupte et chahutée. Une autre hypothèse est qu'une fraction de la matière usinée est évacuée par le plasma d'ablation tandis qu'une autre partie est suffisamment échauffée pour entretenir un état semi-liquide qui se resolidifie en arrière du faisceau. La configuration de cette resolidification semble s'orienter dans la même direction, ce qui suppose des effets latéraux induits par le choc laser. Celui-ci passant plus rapidement dans les deux autres cas, les effets sont réduits puisque les profondeurs usinées sont plus faibles et l'augmentation de la température latérale est abaissée. De plus, la matière a plus de temps pour se relaxer entre deux passages dont le plus grand nombre réussit à moyenner l'apparition des défauts. La Fig. 3.19 confirme ces différences de qualité sur les flancs d'usinage obtenus avec les deux vitesses limites. A 1 mm/s, le matériau semble fondu bien qu'aucune fissuration ni écaillage n'apparaisse. Par opposition, le flanc à 10 mm/s est majoritairement nanostructuré et uniforme.

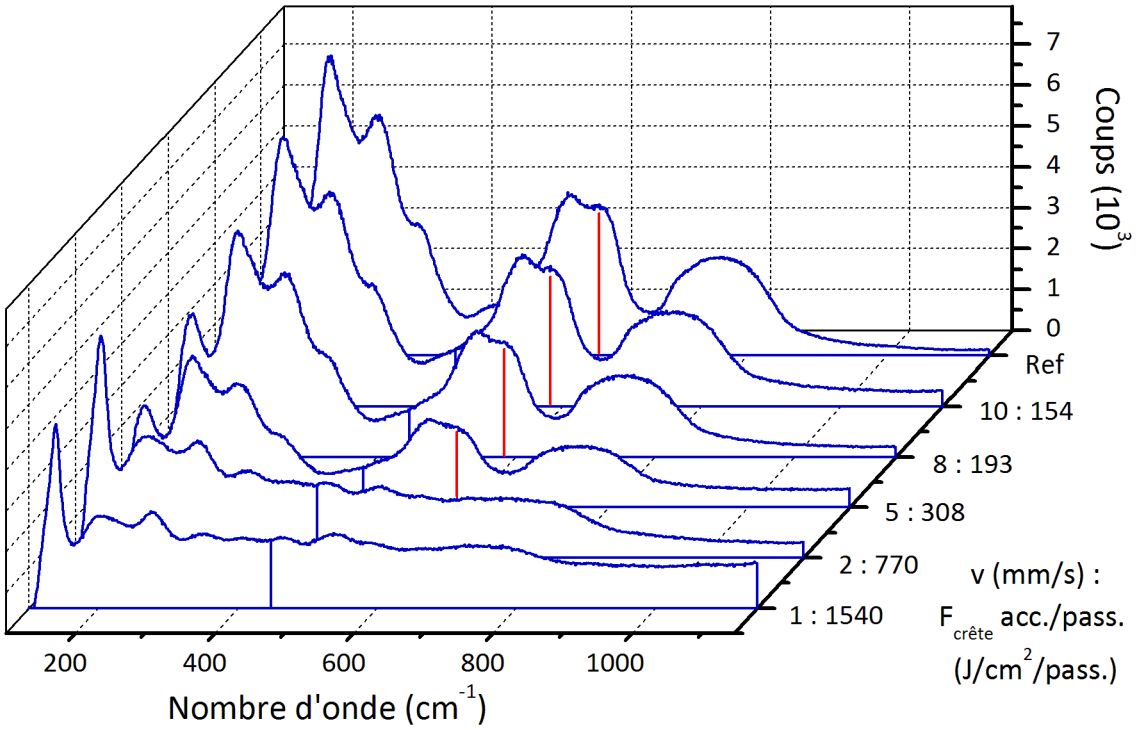


Figure 3.20 – Spectres Raman pris au centre des flancs d'usinage pour différentes vitesses de découpe sur PZT+NiP collé sur silicium. La fluence crête accumulée par passage est également indiquée. Les traits rouges indiquent la position du pic $A_1(T0_3)$ pour l'estimation des contraintes résiduelles. Le spectre de référence se retrouve pour des vitesses supérieures ou égales à 5 mm/s. Paramètres appliqués : $f = 250$ mm ($\omega_0 \approx 22$ µm), $F_{\text{crête}} = 7$ J/cm^2.

Les analyses par spectroscopie Raman sont représentées Fig. 3.20. Les spectres usinés tendent vers la référence à vitesse croissante et les valeurs inférieures à la limite de 5 mm/s ne permettent pas de dissocier les pics caractéristiques du PZT sous forme pérovskite. L'écart type global ζ_p confirme cette dégradation minimisée à partir de 8 mm/s et la contrainte résiduelle diminue également malgré son manque de précision (Fig. 3.21).

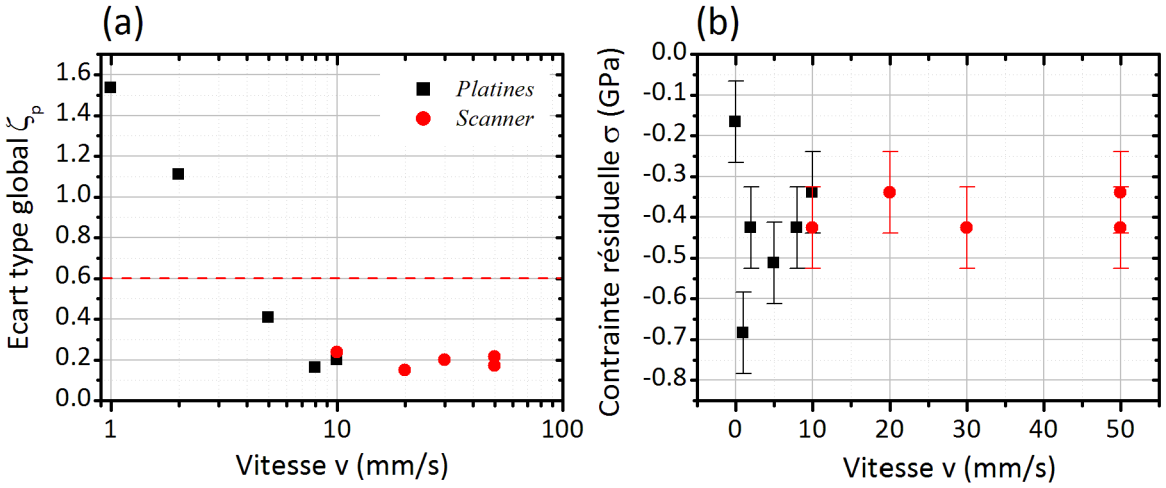


Figure 3.21 – Évolution des paramètres quantitatifs issus des mesures de 3.12. (a) Écart type global ζ_p et (b) estimation des contraintes résiduelles σ. Les résultats sur scanner sont ajoutés en comparaison. A vitesse croissante, la qualité du spectre augmente et la contrainte remonte vers la valeur de référence avant de se stabiliser. Paramètres appliqués sur platines : $f = 250$ mm ($\omega_0 \approx 22$ µm), $F_{\text{crête}} = 7$ J/cm^2 ; sur scanner : $f = 160$ mm ($\omega_0 \approx 18$ µm), $F_{\text{crête}} = 10$ J/cm^2.

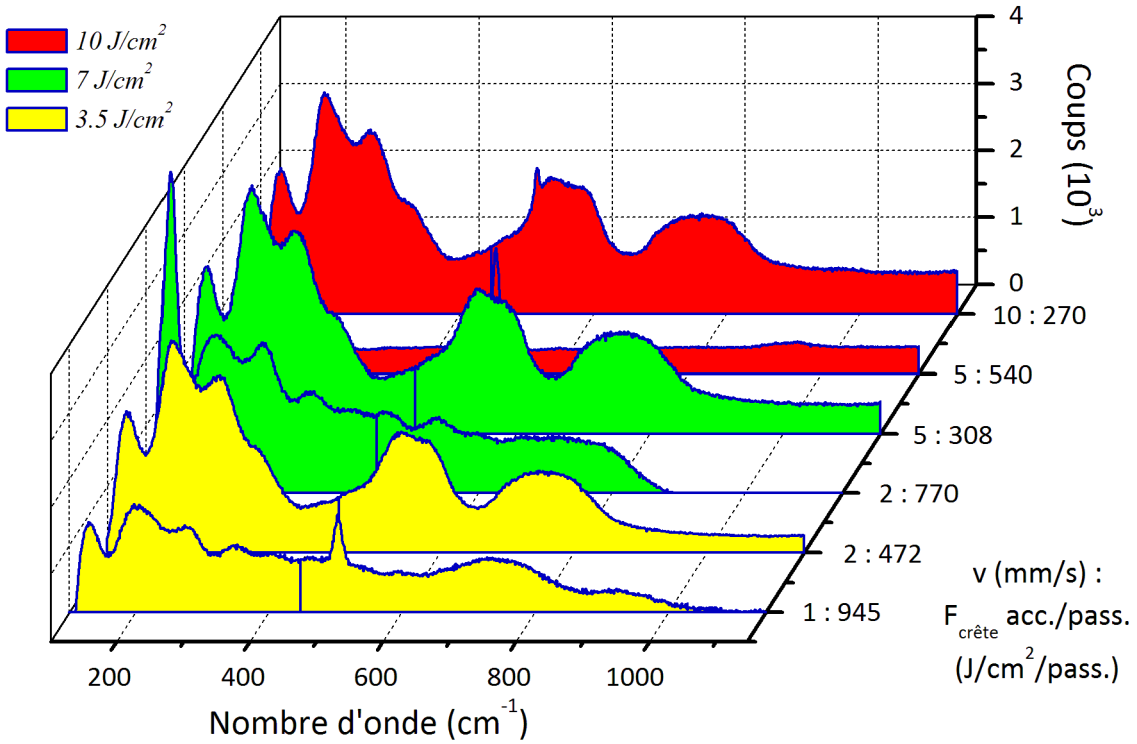


Figure 3.22 – Comparaison des spectres des flancs d'usinage pour des couples de fluence-vitesse définis autour des seuils de qualité estimés par fluence accumulée. Paramètres appliqués : $f = 250$ mm ($\omega_0 \approx 27$ µm pour 3.5 et 10 J/cm^2, 22 µm pour 7 J/cm^2).

Il existe donc bien un effet de la vitesse sur la qualité d'usinage, équivalent à une augmentation de fluence. Au vu des résultats obtenus par spectroscopie Raman, nous pouvons estimer sur la focale de 250 mm une fluence seuil de qualité d'environ 7 J/cm^2 pour une vitesse minimale de 3 à 4 mm/s. Ramené à une fluence crête accumulée par passage, cela nous révèle un seuil entre 385 et 513 J/cm^2/passage. Par un simple produit en croix, une fluence de 3.5 J/cm^2 ne devrait donc pas être couplée à une vitesse inférieure à la vitesse limite de 2 mm/s tandis qu'avec une fluence de 10 J/cm^2, celle-ci devrait être supérieure à 6 mm/s. C'est ce que confirment les spectres de la Fig. 3.22 où deux vitesses sont associées à chaque fluence, mettant en évidence l'évolution du spectre autour de ces seuils de qualité estimés en fluence accumulée. En rouge, la fluence crête est de 10 J/cm^2 et une évolution évidente de la forme du spectre est effectivement visible entre 5 et 10 mm/s. Les mêmes observations s'appliquent aussi aux deux autres fluences pour des vitesses plus lentes. Bien que cela fonctionne très bien pour la lentille de 250 mm, il est à noter que les résultats sont plus partagés avec la lentille de 200 mm qui semble supporter des fluences accumulées plus élevées.

En conclusion, nous avons mis en évidence l'impact de la vitesse d'usinage sur la qualité des flancs, de manière quantitative et qualitative à partir de lentilles de longues focales et pour des fluences autour du point de fonctionnement de 7 J/cm^2. En effet, les vitesses plus élevées évitent un dépôt trop localisé qui tend à dégrader l'usinage. A l'inverse, la conicité et le temps de procédé restent stables bien qu'une légère augmentation à vitesse croissante ait été avérée pour des fluences très basses.

VITESSE	***Critères***	**Lente**	**Moyenne**	**Rapide**
		< 5 mm/s	**5-50 mm/s**	**> 50 mm/s**
Remarques	*Plage dépendante des fluences accumulées. $F_{crête}$ entre 5 et 7 J/cm^2*			
$\mathbf{t_{proc}}$	*Efficacité*	Excellent	Excellent	Excellent
Répétabilité	*Largeur de sortie*	Excellent	Bon	Mauvais
Qualité	*Conicité*	Bon	Bon	Bon
	Rugosité	Mauvais	Bon	Mauvais
	Contrainte	Mauvais	Excellent	Excellent
	Fonte/Ripples	Mauvais	Excellent	Excellent

Table 3.9 – Récapitulatif de l'influence de la vitesse sur les critères de temps de procédé, répétabilité et qualité d'usinage à paramètres constants. Une plage conséquente de vitesses moyennes est proposée bien que celle-ci ne semble pas critique sur le procédé.

3.1.8 Analyses complémentaires des méthodes d'usinage

Bien que les principaux paramètres accessibles et modulables sur le laser d'étude aient été analysés, nous nous sommes attardés sur des moyens et méthodes de découpe complémentaires susceptibles d'améliorer davantage la qualité.

En particulier, Li *et al.* développèrent une méthode qui diminue la rugosité des flancs grâce à un décalage du faisceau de quelques microns perpendiculairement à la direction d'usinage [195]. En effet, nous pouvons supposer qu'avec ce principe, la partie centrale s'usine de manière constante car irradiée par un nombre d'impulsions équivalent à chaque

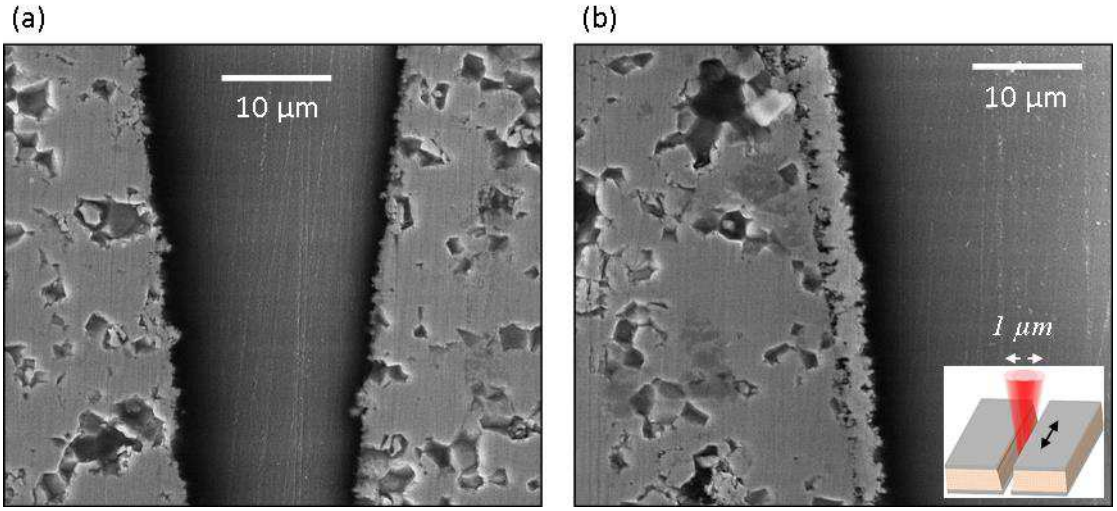


Figure 3.23 – Observations des profils polis de découpe selon deux méthodes d'usinage : (a) Cas classique. (b) Shift du laser de 1 µm perpendiculairement à la direction d'usinage, dans une direction puis son opposé à chaque nouveau passage. Un dépôt non négligeable d'environ 1 µm d'épaisseur est visible avec le second procédé. Paramètres appliqués : $f = 250$ mm ($\omega_0 \approx 27$ µm), $F_{\text{crête}} = 7$ J/cm^2, $v = 5$ mm/s.

passage tandis que les bords seront soumis à des fluences plus faibles 1 passage sur deux. La fluence cumulée moyennée en bordure de coupe est ainsi réduite tout comme les défauts obtenus habituellement sur des déplacements classiques.

Cette idée a donc été reprise dans nos travaux où un décalage de 1 µm a été utilisé sur la focale de 250 mm. Alors que le temps de procédé n'est en rien affecté, la qualité évolue effectivement, mais selon des tendances à l'opposé de nos attentes (Fig. 3.23). Le profil poli de coupe standard de la Fig. 3.23(a) ne montre aucun défaut dans l'épaisseur alors qu'une surcouche déstructurée et probablement partiellement adhérente de quelques microns de large est apparente sur un des deux flancs du nouveau procédé (Fig. 3.23(b)). D'après nos hypothèses, le faisceau contribuerait à repousser une partie de la matière en éjection sur un des bords par onde de choc. Alors que celle-ci est de nouveau éliminée sur le côté irradié par la plus haute fluence, l'autre côté ne sera pas "nettoyé", d'où une inhomogénéité des résultats. Cette méthode ne peut donc convenir à notre besoin puisque toutes les pièces usinées sont exploitées par la suite et doivent de ce fait être identiques.

Sur un tout autre principe, le moyen de découpe par platines de translation a également été remis en question par rapport au scanner (*Scanlab*). Alors que les vitesses plus élevées ont montré une amélioration de la qualité d'usinage, de tels systèmes sont capables de déplacer le faisceau à 1m/s au maximum, bien supérieur aux platines. Cependant sur de telles échelles, le recouvrement devient quasi voire nul et une synchronisation des tirs par rapport au déplacement devient nécessaire. D'un passage à l'autre, il n'existe en effet aucun contrôle permettant de certifier que les impulsions se superposent ou au contraire, qu'elles occupent des positions très différentes. De ce fait, il existe une certaine probabilité pour que les usinages ne soient plus homogènes malgré un fort moyennage de part de nombreux passages. Cette volonté de synchronisation est en cours d'étude et la comparaison avec les platines nous a finalement inciter à ne pas dépasser 50 mm/s ($N_{tophat} \approx 5$).

Le temps d'usinage est mis en évidence sur la Fig. 3.24(a) et la qualité sur la Fig. 3.21.

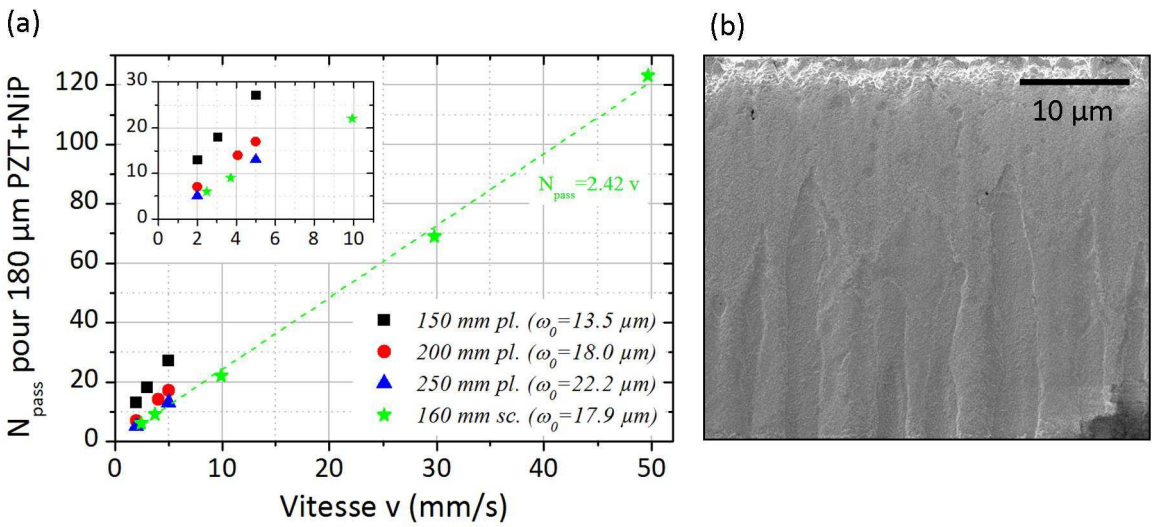


Figure 3.24 – Mise en évidence avec N_{pass} en fonction de v de l'efficacité d'ablation de la lentille scanner de 160 mm (*sc.*) en comparaison des longues focales employées sur les platines de translation (*pl.*). La fluence crête est fixée à 10 J/cm^2.

Nous constatons que la lentille scanner de 160 mm dont le waist est estimé à $\approx$ 18 µm rivalise avec la lentille de 250 mm ($\omega_0 \approx 22$ µm) tandis que l'achromat de 200 mm dont le waist lui est pourtant équivalent requiert légèrement plus de passages. La linéarité avec la vitesse est de plus très bien conservée même pour des vitesses rapides. Nous supposons donc que la translation du matériau a une influence négative sur l'efficacité d'ablation comparativement à la translation du faisceau. Le scanner est plus précis, avec des zones d'accélération/décélération fortement réduites et le matériau n'est plus soumis à des déplacements parasites et difficilement quantifiables. La Fig. 3.24(b) présente l'aspect du flanc d'usinage à 50 mm/s dont la partie supérieure contient des ripples conformément à nos attente tandis que la partie inférieure est striée. Ce phénomène est probablement dû au problème de synchronisation évoqué plus haut et donc l'emploi de vitesses supérieures n'apporte rien à la qualité.

3.2 Accélération de procédé par mise en forme de faisceau

Une seconde solution d'optimisation de procédé laser tient dans la modification des propriétés du faisceau de sorte que certains critères tels que la vitesse d'usinage puisse être davantage améliorés. Jusqu'ici, nous nous sommes concentrés sur un faisceau gaussien non modifié, de sa sortie laser jusqu'à l'échantillon à découper. La minimisation des optiques perturbant le faisceau facilite en outre la corrélation entre théorie et expérience tout en certifiant une reproductibilité maximale. Maintenant que nous avons défini des plages de paramètres adaptés au besoin, nous pouvons introduire ces techniques qui visent à intervenir sur les caractéristiques spatiales et temporelles du faisceau, d'où le terme global de mise en forme ("*beam shaping*"). Nous en faisons ici une brève introduction car ces dernières représentent des perspectives d'optimisation intéressantes.

3.2.1 Mise en forme temporelle par double impulsion

Comme nous l'avons souligné au début de ces travaux, chaque classe de matériau est caractérisée lors d'un usinage femtoseconde par des mécanismes successifs d'interaction linéaires ou non. Pour les matériaux diélectriques, l'énergie lumineuse est en premier lieu absorbée par le système électronique dont la population libre croît majoritairement via l'absorption multiphotonique ainsi que par l'ionisation par avalanche. S'ensuit alors un transfert de cette énergie au réseau qui voit sa température augmenter rapidement jusqu'au seuil critique d'ablation. Cette réflexion résulte de la considération d'une excitation initiale de type gaussienne intervenant sur des durées inférieures à ces échanges. L'idée de la mise en forme temporelle de faisceau tient alors dans la possibilité de modifier cette source impulsionnelle de sorte qu'elle puisse à son tour contribuer à ces échanges thermiques postérieurs, perturbant ainsi les mécanismes en cours dans le but d'optimiser un phénomène physique donné [196]. La mise en forme la plus commune est celle de la double impulsion où la gaussienne temporelle est scindée en deux sous-gaussiennes retardées l'une de l'autre par des chemins optiques de longueurs différentes. Pour y parvenir, des systèmes dérivés des principes de Michelson sont généralement employés. Par ces moyens, Donnelly *et al.* démontrèrent qu'un écart temporel de 5 à 10 ps doublait les volumes et profondeurs d'ablation sur le nickel comparativement à des usinages mono-impulsionnels [197]. Ces durées optimales sont comparables aux temps de transfert électrons-phonons estimés à 5 ps dans ce matériau, ce qui suppose une interaction relativement complexe entre la seconde impulsion et le matériau en déséquilibre thermique initié par la première impulsion. Selon les mêmes analyses, Liebig *et al.* constatèrent des profondeurs d'usinage plus importantes toujours entre 5 et 10 ps sur l'acier pour plusieurs fluences, mais également une amélioration de la qualité d'usinage [198]. Au cours de cette période, le flux de matière plus ou moins fondue se détache progressivement du corps principal mais se retrouve perturbé par l'arrivée de la seconde impulsion. Finalement, c'est a priori lors de cette zone temporellement critique, lorsque les électrons et le réseau s'équilibrent en température, que la double impulsion trouve son sens. Antérieurement à cette durée, les deux impulsions contribuent de manière identique à l'absorption par les électrons libres. A l'opposé, une seconde impulsion trop tardive n'aura pas d'effet notable sur le matériau mais pourra éventuellement empêcher la libre expansion du plasma d'ablation.

Outre la double impulsion, des technologies plus sophistiquées de mise en forme permettent de nos jour une déstructuration complète de la forme gaussienne sur des échelles sub-picosecondes avec l'exploitation toute particulière des SLMs ("*Spatial Light Modulator*") [199]. Ces systèmes sont en effet constitués d'une matrice de cristaux liquides anisotropes, adressables indépendamment en vue de modifier leur orientation face à une onde incidente. De ce fait, chaque pixel sera identifié par une marche optique différente ce qui aura pour effet de modifier la phase de l'onde. Le principe simplifié d'une telle réorganisation temporelle se base sur l'utilisation conjointe d'un SLM en transmission avec un faisceau étalé spectralement (Fig. 3.25). Ainsi, chaque longueur d'onde étant indépendamment avancée ou retardée de $\pm\pi$ de leur période, la recombinaison finale engendrera une impulsion étalée dans le temps et aux amplitudes sub-picosecondes volontairement définies [200]. La multiplicité des mises en forme rendues possibles par cette technique nécessite le plus souvent une boucle de rétroaction basée sur un phénomène physique à analyser. Des algorithmes complexes tels que les algorithmes génétiques contribuent à la recherche de cartes de phase optimisée pour le besoin [138]. L'indice optique, l'onde

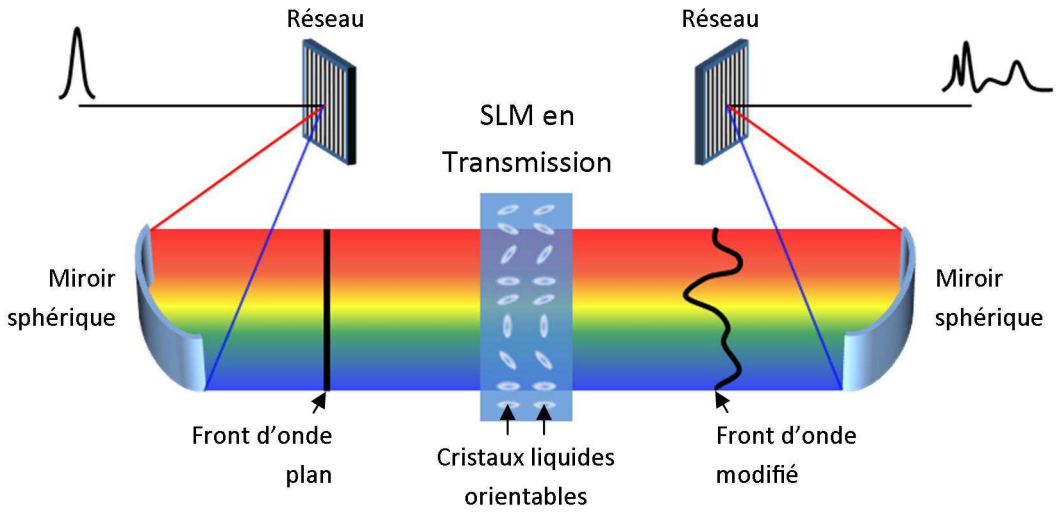


Figure 3.25 – Principe de mise en forme temporelle avec modulation de phase par SLM en transmission.

de pression ou encore les dimensions de la zone affectée ont ainsi pu être contrôlés pour l'ablation optimisée dans la masse de la silice avec une bonne reproductibilité [201, 202]. Stoian *et al.* démontrèrent également les possibilités d'optimisation sur une multiplicité de matériaux diélectriques et sur des critères aussi variés que la fissuration, la remontée de matière ou l'efficacité d'ablation [203, 204].

Dans le cadre de nos travaux, seule la double impulsion a été étudiée afin de tester brièvement les éventuelles améliorations permises sur le PZT. Le schéma de montage est présenté Fig. 3.26(a). Le faisceau initial est scindé en deux puis recombiné grâce à deux cubes 50/50 non polarisant et permettant une transmission de puissance équivalente dans chacun des deux bras. Le chemin optique supérieur est constant tandis qu'une platine de translation manuelle permet de faire varier la longueur de propagation dans le second bras.

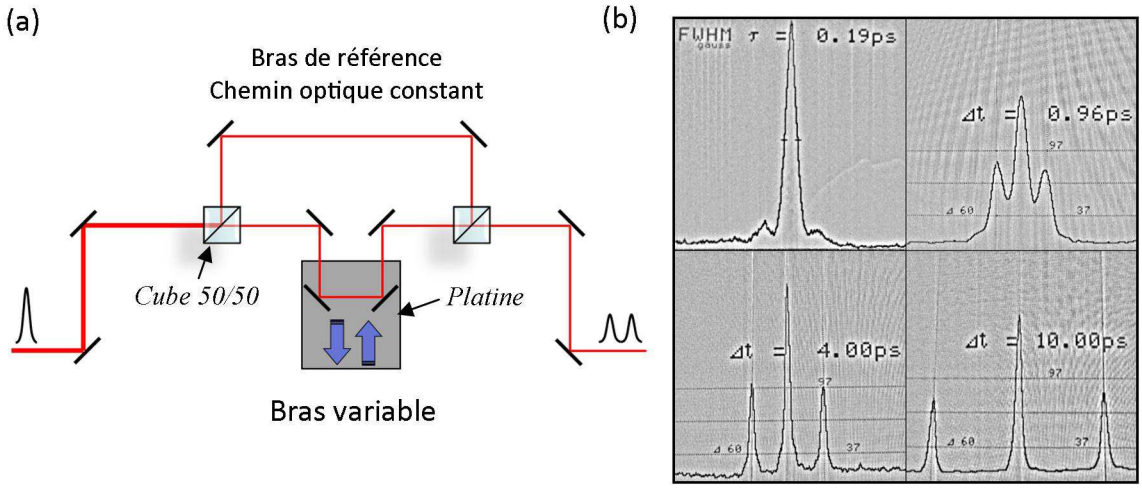


Figure 3.26 – (a) Schéma de principe de double impulsion. (b) Échantillon de mesures temporelles par auto-corrélation.

Il en résulte alors deux sous-impulsions plus ou moins décalées dans le temps et d'énergie respective égale à 1/4 de l'énergie initiale du fait de la seconde division au niveau du deuxième cube. Cette perte conséquente constitue un des défauts de la mise en forme par double impulsion. Le second défaut concerne l'alignement qui est ici excessivement critique puisque les deux faisceaux doivent parfaitement se superposer en toute circonstance et malgré le déplacement des miroirs de la platine. L'utilisation de lasers de référence ainsi que des observations à longues distances offrent une bonne estimation de la précision atteinte, finalisée par des analyses de faisceau après focalisation. Une fraction de l'énergie est également prélevée pour l'autocorrélateur dont quelques échantillons de son écran sont donnés Fig. 3.26(b). Nous remarquons que la résolution est excellente et que l'écart entre deux impulsion est évidente à l'échelle picoseconde (seuls deux pics successifs sont à considérer). Notons aussi la présence d'ailettes au niveau des pieds de la mono-impulsion de 190 fs, ce qui indique un léger déréglage initial du laser.

La Fig. 3.27(a) résume les mesures de profondeur obtenues sur des rainures de PZT pur ($N_{pass} = 1$) avec $f = 250$ mm, $v = 5$ mm/s et pour quatre fluences crêtes différentes en fonction de l'écart temporel des doubles impulsions. Contrairement à l'étude [198], l'effet positif supposé sur l'ablation n'est pas évident hormis éventuellement à 2 J/cm^2 ou un optimum semble se dessiner autour des 5 ps. Cependant cette fluence reste très basse et peu recommandée pour une découpe optimale en matière de temps de procédé et de reproductibilité. La qualité d'usinage a été observée par MEB mais aucune variation n'a été constatée.

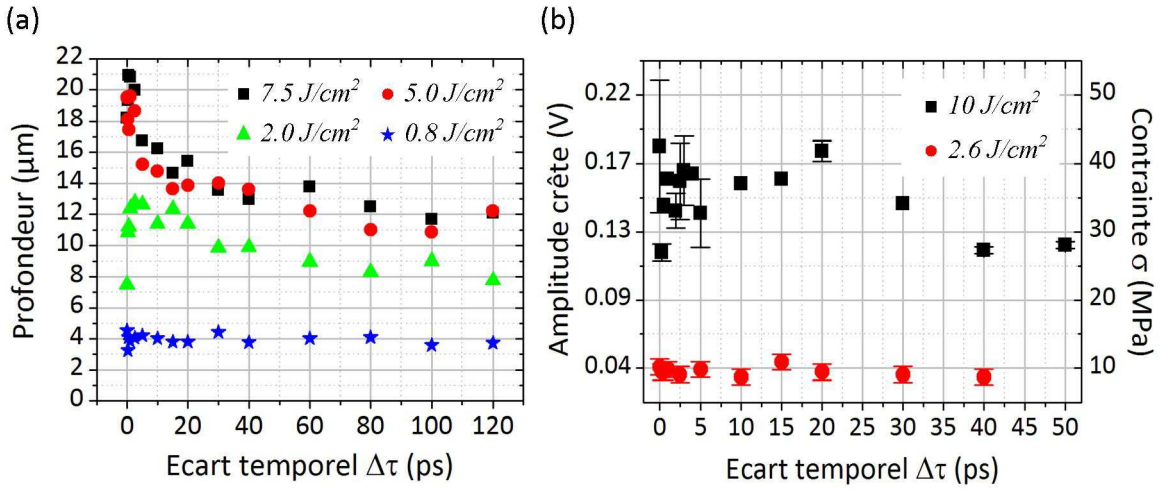


Figure 3.27 – (a) Évolution de la profondeur de rainures de PZT pur avec l'écart temporel entre deux impulsions pour quatre fluences crêtes. Paramètres appliqués : $f = 250$ mm ; $v = 5$ mm/s. Seule $F_{\text{crête}} = 2$ J/cm^2 indique une influence de la double impulsion du fait d'une évolution non monotone de la profondeur. (b) Amplitude crête des ondes de choc et de la contrainte instantanée équivalente en fonction de ce même écart temporel. A haute fluence, un écart temporel optimisé permet de réduire la contrainte résiduelle.

Aussi, un effet sur l'amplitude de l'onde de choc était attendu avec l'hypothèse que la seconde impulsion puisse interférer destructivement avec la première onde naissante dans le matériau. Les résultats statiques obtenus sont tracés Fig. 3.27(b). Remarquons que les amplitudes des mono-impulsions à ces fluences sont d'un facteur 2 inférieures aux valeurs données Fig. 3.15. Or cette étude a été réalisée après la forte variation de ω_0 recensée Fig. 3.3 (valeur de Novembre 2012 avec $\omega_0 \approx 24.7$ µm), ce qui implique un

recalcul du facteur reliant amplitude en tension avec la contrainte instantanée de l'éq. (2.45), soit $\sigma = 229.6\ (MPa/V) \times |U_{pastille}|\,(V)$. Ainsi, les estimations de contrainte se recoupent entre les deux figures. La fluence de 2.6 J/cm^2 considérée d'après les résultats de profondeur ne fait ressortir aucune tendance. Le choix des 10 J/cm^2 s'explique par la plage optimisée déterminée autour des 5 à 7 J/cm^2. Or la fluence étant estimée à partir de puissances moyennes, le calcul ne prend pas en compte l'existence de deux trains d'énergie égaux mais distincts, d'où des fluences crêtes réelles sur chaque impulsion supposées de 5 J/cm^2. Un écart considérable est visible entre la mono-impulsion et la double impulsion espacée de 250 fs où l'amplitude crête passe d'environ 0.19 V à 0.10 V. S'ensuit un palier autour des 140 mV puis d'une croissance monotone avec $\Delta\tau$. Il faut néanmoins garder à l'esprit que l'accumulation d'impulsions ablate petit à petit l'électrode, et donc que la mesure peut être en partie affectée par l'usure. Alors que l'écart entre 0 et 250 fs apparaît comme propre à l'interaction, l'évolution monotone suivante est à considérer avec précaution.

En conclusion, les tests sur la double impulsion montrent des résultats dépendants de la fluence, loin des hypothèses de forte amplification du taux d'ablation et d'amélioration de la qualité, bien qu'encourageant dans certains cas particuliers. La perte d'énergie associée à la division du faisceau n'est pas rentabilisée par une amélioration de procédé suffisante, ce qui ne serait pas nécessairement le cas avec l'utilisation de SLMs qu'il faudrait approfondir. Dans l'immédiat, aucune exploitation n'est envisageable dans le cadre d'une industrialisation.

3.2.2 Mise en forme spatiale de faisceau

La mise en forme spatiale est testée dans cette étude avant tout dans l'objectif d'exploiter au maximum les possibilités de puissance du laser, les paramètres optimaux considérés employant moins de la moitié de l'énergie disponible. Mauclair *et al.* démontrèrent la faisabilité d'une parallélisation de procédé par cette technique, rendant ainsi possible l'usinage simultané de plusieurs guides d'onde dans la masse de verres [74, 200]. Nous souhaitons ici reprendre cette idée afin de découper avec non plus un unique plan focal mais avec une multitude de plans focaux. De plus, bien qu'il soit théoriquement possible de générer une infinité de formes [75], le peu de recul actuel sur leurs effets nous incite à maintenir des formes gaussiennes dont les propriétés de propagation sont bien connues [205].

La mise en forme spatiale de faisceau est réalisée principalement via deux principes : la modulation d'amplitude et la modulation de phase. L'utilisation de diaphragmes sur la trajectoire du faisceau décrit très bien cette première en modifiant les distributions d'énergies transverses après focalisation. Son inconvénient principal réside néanmoins dans la perte d'énergie liée à ces masques. A l'inverse, la modulation de phase ne crée pas de pertes puisque qu'elle modifie directement les propriétés de phase du faisceau et en particulier son front d'onde, pour qu'après propagation, la forme du faisceau tende naturellement vers la forme souhaitée. C'est le principe du SLM décrit précédemment à la seule différence qu'aucun étirement spectral ne précède son utilisation. D'autres techniques existent également mais font intervenir des variations d'épaisseur plutôt que des variations d'indice : le miroir déformable est composé d'une multitude de micro-miroirs sous lesquels de micro-actionneurs permettent des déplacement relatifs afin d'augmenter ou non les chemins optiques en certains points ; nous citerons aussi les DOEs ("*Diffractive*

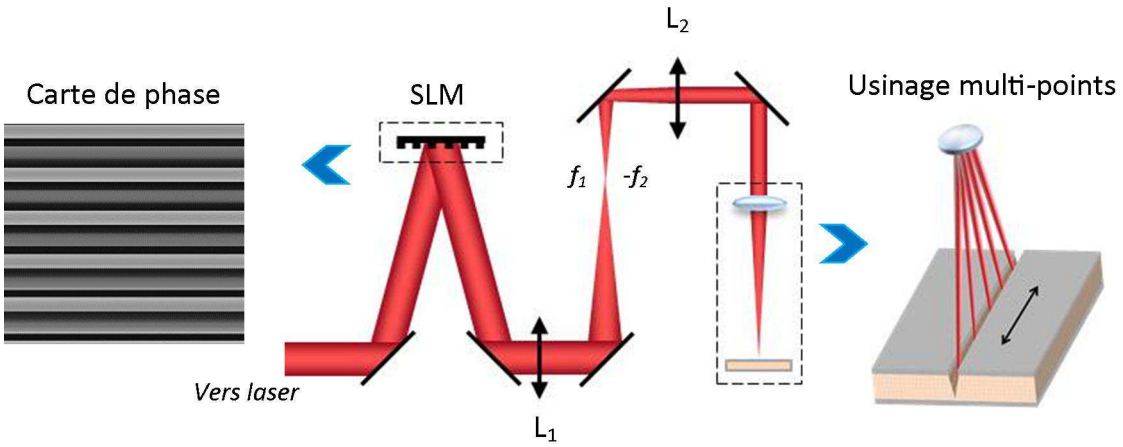
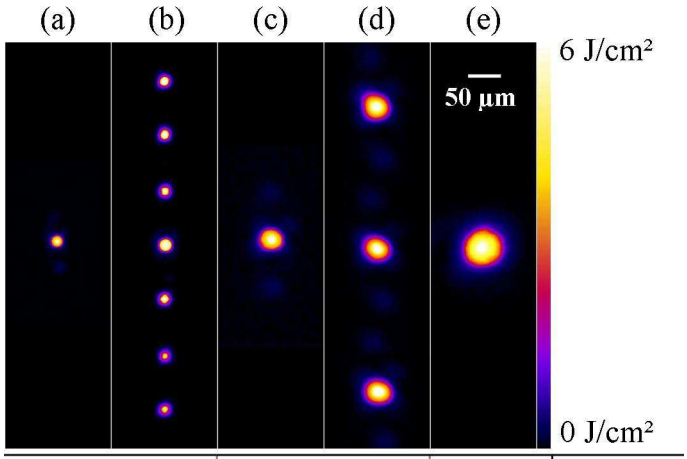


Figure 3.28 – Schéma de principe de mise en forme spatiale de faisceau avec 5 spots focaux parallèles.

Optical Elements") qui ne sont autres que des éléments optiques figés dont les épaisseurs locales ont été taillées sur mesure en fonction du front d'onde incident et dont le but est d'atteindre une forme clairement définie.

Nous avons utilisé dans notre étude un SLM en réflexion de type *Pluto-Nir2* de chez *Holoeye* et composé d'une matrice de 1920×1080 pixels carrés de coté 8 µm. La Fig. 3.28 présente le protocole expérimental utilisé avec un exemple de modulation 5 points ainsi que la carte de phase équivalente à la surface du SLM en niveau de gris. Les focales des lentilles L_1 et L_2 respectivement de 750 mm et 250 mm sont confondues et permettent de faire l'image du SLM au niveau de la pupille d'entrée du doublet achromatique tout en diminuant la taille du faisceau. Le plan en f_1 ainsi que le plan d'usinage voient alors apparaître cinq spots de distribution gaussienne d'amplitudes à peu près équivalentes.



25 mm	50 mm	250 mm	***Lentille***
10.3 µm	20.7 µm	35.2 µm	***Waist***
x 50 µm	x 150 µm	x	***Ecart***
320.5 µm	1.3 mm	3.7 mm	***Rayleigh***

Figure 3.29 – Analyses de faisceaux obtenues pour différentes configurations mono-pulses et multi-pulses ainsi que leurs caractéristiques associées.

L'écart entre le front d'onde réel du faisceau et la théorie ainsi que la non-unicité des solutions de cartes de phase proposées par les algorithmes de calcul impliquent un bruit non négligeable pouvant être optimisé. Aussi, l'écart entre les impacts n'est pas suffisant pour usiner plusieurs rainures simultanément. Pour ces raisons, les spots focaux sont alignés préférentiellement dans la direction d'usinage.

Lentille (mm)	**Modulation (Nbr de spots)**	**$F_{crête}$/spot (J/cm^2)**	**N_{pass}**
250	Non (1)	5	6
25	Non (1)	5.5	>200
	Oui (7)	5.5	17-35
50	Non (1)	4	24
	Oui (3)	4	7
	Oui (5)	2.3	16

Table 3.10 – Évolution du nombre de passages avec et sans modulation spatiale pour plusieurs lentilles. La 250 mm étant la plus rapide, la mise en forme est employée sur de plus courtes focales afin d'accélérer le procédé tout en bénéficiant d'une meilleure conicité. La mise en forme 3 points avec la 50 mm s'approche des résultats obtenus sur longue focale.

Le SLM d'étude étant un miroir pixelisé et sensible au flux incident, une puissance maximale de 700 mW est préconisé pour éviter son endommagement. A cela s'ajoute un taux de remplissage d'environ 72% induisant des pertes majoritairement par effets diffractifs de l'ordre de 50%. Environ 400 mW de puissance maximale est ainsi accessible pour l'usinage, ce qui implique que la lentille de 250 mm ne peut être employée pour des essais multi-points. Néanmoins, la perte d'efficacité des plus courtes focales peut être palliée par cette technique et ainsi tirer profit de leur faible conicité. La Fig. 3.29 recense les principales configurations testées qui ont permis la découpe des 180 µm de PZT+NiP à 2 mm/s dont les résultats sont donnés tab. (3.10).

L'écart entre chaque impact est fixé arbitrairement à environ $5\omega_0$. Sans mise en forme, la lentille de 250 mm est clairement la plus efficace avec $N_{pass} = 6$. Notons également un ratio d'environ 5 avec la lentille de 50 mm et qui se retrouve sur le nombre de passages. Par opposition, le matériau est difficilement découpé avec la lentille de 25 mm même avec une mise en forme de 7 points (la découpe fluctue entre 17 et 35 passages). Bien que l'usinage sature, le procédé est fortement accéléré avec l'utilisation de la mise en forme (Fig. 3.30(a)) mais aussi en matière d'efficacité, mise en évidence sur la Fig. 3.30(b). En effet, pour un nombre d'impulsions équivalent, seul le premier passage à 7 points donne une profondeur identique à 7 passages en mono-pulse. Pour N_{pass} supérieur, la profondeur usinée devient plus importante, ce qui suppose un effet accumulatif non négligeable au cours de cette mise en forme.

Un nombre de passages proche de celui de la longue focale est atteint avec une mise en forme de 3 faisceaux sur la lentille de 50 mm bien que la fluence soient plus faible. Avec 5 points, la fluence maximale atteinte par spot est de 2.3 J/cm^2 et $N_{pass} = 16$ dus à la forte diminution du taux d'ablation sur cette plage de fluence. Cette technique rend donc bien possible l'accélération du procédé de découpe tout en tirant profit des avantages des courtes focales vis à vis de la conicité (Fig. 3.31).

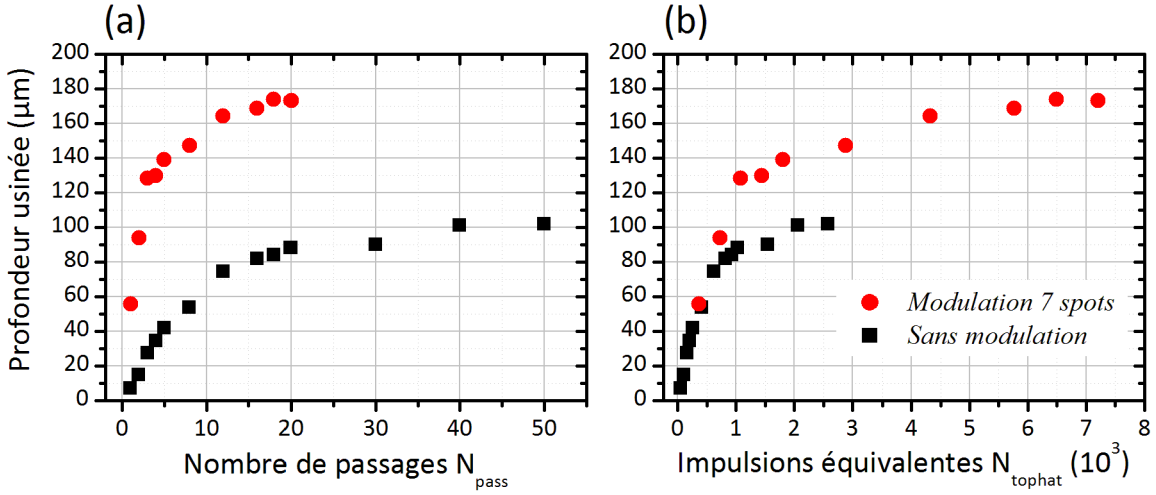


Figure 3.30 – Profondeurs ablatées avec et sans modulation de phase pour la lentille de 25 mm à 2 mm/s selon deux références : (a) le nombre de passages N_{pass} réel effectif et (b) le nombre d'impulsions équivalentes N_{tophat}. La modulation améliore l'efficacité d'ablation.

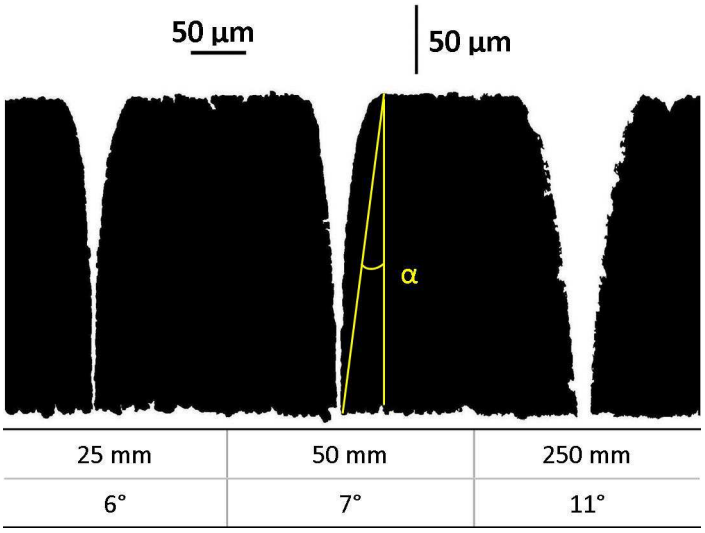


Figure 3.31 – Profils d'usinage et conicité pour les trois focales testées : 25 mm avec mise en forme 7 points ; 50 mm avec mise en forme 3 points et 250 mm sans mise en forme.

La qualité des flancs a également été brièvement observée et est présentée Fig. 3.32 pour des paramètres d'usinage et de temps de procédé équivalents. Cependant, les finitions sont très différentes. Alors que la lentille de 250 mm met en évidence des flancs nanostructurés témoins d'une ablation douce, la focale de 50 mm avec mise en forme présente un aspect cotonneux avec apparition locale de fissurations. L'étroitesse de la rainure peut en effet provoquer des dépôts plus conséquents au cours de l'expansion du plasma d'ablation et le fort taux de recouvrement peut impliquer un effet d'accumulation amplifié par la présence de la mise en forme.

Finalement, les résultats d'optimisation des découpes par mise en forme spatiale sont de nouveau mitigés. Tout comme pour la mise en forme temporelle, de fortes pertes d'énergie intrinsèques aux optiques utilisées apparaissent. Seules les courtes focales peuvent être

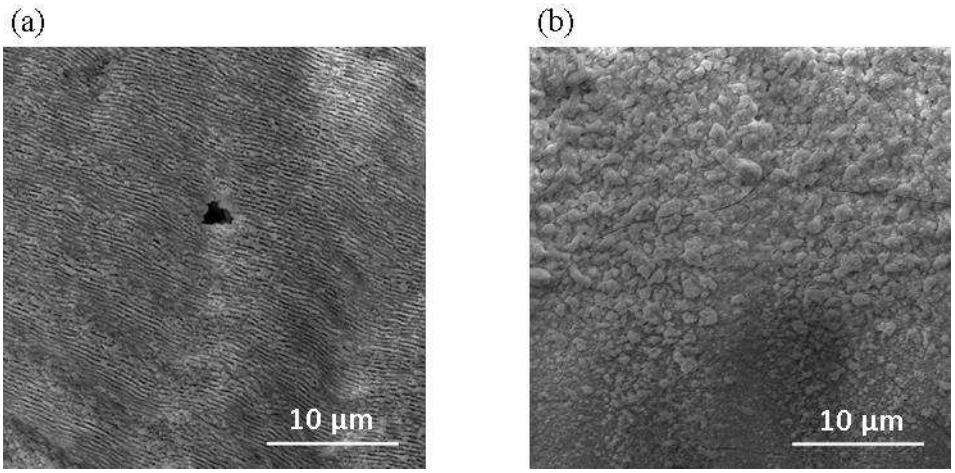


Figure 3.32 – Rugosité des flancs d'usinage pour (a) la lentille de 250 mm sans mise en forme et (b) la lentille de 50 mm avec mise en forme à $v = 2$ mm/s et $F_{\text{crête}} \approx 5$ J/cm^2. La rugosité est moins bonne dans le second cas avec la présence de dépôts au lieu de ripples.

analysées en multi-points et réussissent à atteindre des temps de procédé concurrentiels, équivalents aux longues focales.

La conicité y est alors réduite tandis qu'en contrepartie, la qualité des flancs d'usinage se détériore. De nouveaux paramètres d'optimisation devraient être envisageables pour corriger ces défauts tels qu'une accélération de la vitesse d'usinage afin d'éviter les effets d'accumulation. Notons également que ces observations sur l'efficacité et la rentabilité des mises en forme de faisceau sont au cœur des développements des futurs SLMs qui visent à diminuer les pertes tout en augmentant leur tenue au flux laser [206].

3.3 Multiplication des lignes d'usinage

Les tentatives d'accélération de procédé par mise en forme de faisceau ont montré de nombreuses limites avec entre autre une perte disproportionnée d'énergie face aux améliorations obtenues. Or les paramètres préconisés en fluence essentiellement impliquent dans l'immédiat des temps de procédé trop longs et trop coûteux dont la responsabilité revient également à une cadence laser insuffisante. Pour pallier à cette problématique, un *parallel processing* simplifié à 2 faisceaux a été développé, basé sur l'utilisation d'un cube polariseur (Fig. 3.33).

La polarisation du faisceau est positionnée à 45° à l'entrée du cube de sorte que celui-ci fasse ressortir deux polarisations perpendiculaires d'intensité égale. Les lames demi-onde $\lambda/2$ permettent finalement une nouvelle rotation afin de présenter des paramètres identiques aux deux wafers à découper. Ce système évite la perte d'énergie et deux lentilles de longue focale peuvent ainsi être employées.

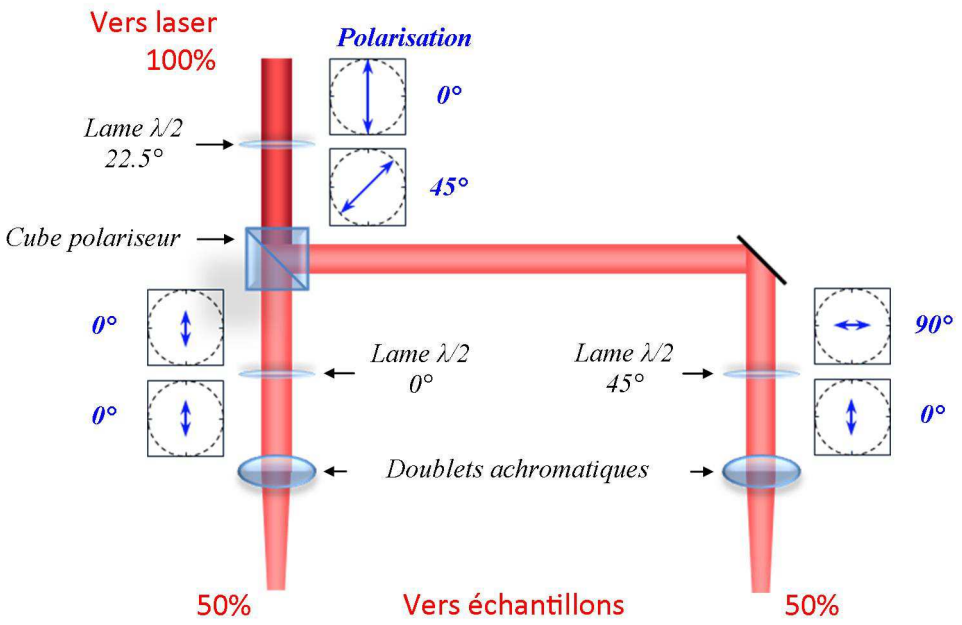


Figure 3.33 – Schéma de principe de réalisation d'un "*parallel processing*" à 2 faisceaux pour l'usinage identique de deux wafers par un jeu de rotation des polarisations.

3.4 Conclusion partielle

L'optimisation du procédé de découpe s'est finalement appuyée sur la considération simultanée de la qualité de l'usinage, de sa reproductibilité et de sa rentabilité au travers des temps de procédé et des méthodes de caractérisations MEB, Raman et d'onde de choc.

La stabilité passe avant tout par le maintien d'une densité d'énergie constante sur l'épaisseur du matériau, mais également sur sa largeur, sans lequel un mauvais alignement de l'échantillon peut avoir des effets non négligeables sur l'aboutissement ou non des découpes. Un critère sur la dimension du waist ω_0 est obtenu grâce aux caractéristiques géométriques de propagation du faisceau laser. Pour des waists supérieurs à 14 µm, la fluence est ainsi conservée avec une tolérance de 5% et une inclinaison maximale α de l'échantillon avec l'horizontale en est déduite. Les lentilles de focalisation résultantes deviennent alors relativement longues, supérieures à 175 mm connaissant le diamètre du faisceau collimaté en entrée de la lentille.

L'expérience montre cependant de fortes fluctuations de ce waist dans le temps au travers d'analyses de faisceau régulières. Des conséquences directes en découlent, que ce soit sur l'estimation de la fluence ou du taux de recouvrement qui constituent les paramètres de plus forte influence sur l'évolution du procédé. Un faisceau elliptique implique dès lors un nombre de passages différent dans une direction de découpe et dans sa perpendiculaire alors qu'un faisceau rétrécissant dans le temps augmente la fluence et réduira le recouvrement.

Que cela implique-t-il en matière de temps de procédé et de qualité ? Tout d'abord, la taille du faisceau joue de manière importante sur la conicité et le temps de procédé. Malgré les fluctuations, ce sont les distances focales qui définissent majoritairement l'échelle du diamètre d'ablation. Un faisceau fin engendre une conicité réduite mais augmente de manière drastique le temps de procédé par une baisse du recouvrement et une satura-

tion sur la profondeur. L'intuition de la dégradation de la qualité d'usinage à fluence croissante est confirmée par un dépôt plus important en surface d'entrée, une contrainte résiduelle supérieure à la référence de PZT brut et une fissuration du matériau accompagnée d'écaillages. Le choix des fluences finales se base alors sur deux considérations :

- la forme du taux d'ablation qui présente une inflexion entre 5 et 7 J/cm^2, évitant la forte instabilité et un temps de procédé long à basse fluence ;
- l'apparition de nanostructures ripples témoins d'une ablation douce par opposition aux hautes fluences.

Les vitesses d'usinage lentes donnent les flancs les plus dégradés car l'accumulation y est très élevée. En particulier, il semble que la fluence accumulée par passage, c'est à dire le produit de la fluence par le nombre d'impulsions, soit d'autant plus représentative pour estimer une qualité constante pour des couples fluence-vitesse donnés. En parallèle, il est montré qu'une polarisation perpendiculaire à la direction de coupe améliore la rugosité des flancs, que les couches de NiP augmentent en moyenne de 20% le temps de procédé et qu'une augmentation de la longueur d'onde ou de la durée d'impulsion à 500 fs n'a pas d'effet conséquent sur les temps de procédé. Alors que les platines de translation permettent une plus grande flexibilité d'optimisation, il s'avère que les essais sur scanner démontrent une efficacité légèrement accrue, probablement due à une meilleure maîtrise des mouvements.

Finalement, les paramètres préconisés avec le laser d'étude sur platines de translation sont :

- Une lentille de focalisation de 200 mm. La conicité résultante y est d'environ 9°.
- Une fluence crête entre 5 et 7 J/cm^2. Le temps de procédé oscille alors entre 2h et 2h30min.
- Une vitesse de déplacement entre 5 et 10 mm/s. La fluence accumulée est réduite, les ripples sont conservés de manière stable et la structure des flancs d'usinage tend vers celle du PZT pur.
- Une polarisation perpendiculaire à la direction de la découpe. On améliore ainsi l'absorption sur les flancs et donc leur régularité pour une application aux exigences dimensionnelles stricts.

Les paramètres fixes intrinsèques au laser sont sa longueur d'onde ($\lambda = 780$ nm), sa cadence ($\Delta\nu = 5$ kHz) et sa durée d'impulsion ($\tau = 150$ fs) ainsi qu'un environnement sous air pour un procédé industriel simplifié. Au final, un contrôle répétitif et régulier est préconisé, spécifiquement sur les dimensions du faisceau car la majorité des caractéristiques de l'interaction en dépend.

Les paramètres considérés engendrent cependant des temps de procédé trop long et non rentables, ce pourquoi des tentatives d'accélération par mise en forme de faisceau ont été entreprises. Nous distinguons pour cela la double impulsion pour la mise en forme temporelle de la modulation de phase pour la mise en forme spatiale. La première améliore légèrement la qualité tandis que la seconde est capable de diminuer les temps de procédé et la conicité. Or toutes deux impliquent des pertes énergétiques trop importantes par rapport au gain apporté mais constituent cependant d'intéressantes perspectives d'amélioration. Au final, nous n'adoptons dans l'état actuel qu'un processus simple de division de faisceau par un cube polarisant. Le temps d'usinage moyen se retrouve réduit de moitié, les pertes énergétiques minimisées et les paramètres optimaux conservés.

Conclusion générale

Les lasers à impulsions ultra-brèves ont été ici exploités dans le cadre du micro-usinage et de la micro-découpe qui constituent des milieux très concurrentiels. Nous avons ainsi mis en évidence la multiplicité des moyens technologiques afin de situer au mieux les performances de notre outil de travail. Bien que les dimensions atteignables ne soient pas aussi faibles que les faisceaux d'ions focalisés (FIB) ou l'attaque chimique, cette technologie se révèle prometteuse de par sa grande flexibilité et polyvalence. Ses paramètres réglables sont nombreux et les puissances instantanées générées provoquent des effets non linéaires à l'origine de sa capacité unique à usiner n'importe quel type de matériau.

Aussi, il a été démontré théoriquement et expérimentalement que ce régime d'impulsion réduisait de manière considérable la zone affectée thermiquement intrinsèque aux procédés radiatifs. L'apparition de défauts majeurs tels que les remontées de matière fondues ou les fissurations provoquées respectivement par les lasers conventionnels et les méthodes abrasives est dès lors fortement réduite.

Pour ces raisons, la Sagem s'est intéressée à cette technologie pour la découpe sensible des PZTs intervenant de manière critique dans le fonctionnement d'un de ses senseurs phares. Ces matériaux polycristallins issus d'un frittage de différentes poudres sont des diélectriques de type céramique exhibant des propriétés piézoélectriques. Il apparaît donc comme essentiel que l'usinage de ces pièces affecte au minimum la structure en bord de coupe, d'où la considération pertinente de ces nouveaux procédés. En outre, les phénomènes non linéaires d'absorption multiphotonique et d'ionisation par avalanche deviennent les principaux vecteurs de transmission de l'énergie au matériau, la longueur d'onde d'émission dans l'infra-rouge n'étant pas suffisante pour permettre aux électrons de la bande de valence de passer directement dans la bande de conduction par absorption linéaire.

Cependant, les lasers femtosecondes restent des outils coûteux, complexes à manipuler mais aussi sensibles aux fluctuations expérimentales. Technologiquement parlant, ils s'appuient sur les propriétés d'émission polychromatique de certains cristaux excités et exploitées par Mode-Locking. Associé à une amplification par Chirping, des puissances crêtes instantanées de l'ordre du GW sur des durées à l'échelle de la centaine de femtosecondes sont dès lors accessibles, rendant n'importe quelle structure usinable. Or ces avantages ne peuvent être exploités sans la compréhension simultanée des caractéristiques

de l'interaction avec les propriétés de propagation de ces faisceaux.

En particulier, les radiations émises suivent les propriétés de propagation des faisceaux gaussiens. En vue d'atteindre des densités d'énergie suffisantes, le faisceau est ainsi focalisé au moyen de doublets achromatiques réduisant les aberrations. Il a été démontré ici que le plan focal constituait le plan où la reproductibilité était la plus intéressante car les variations de fluences pouvaient y être minimisées sur l'épaisseur de découpe. Le rayon du faisceau en ce plan, appelé waist ω_0, y est minimal, ce qui nous donne également accès aux fluences les plus élevées.

Les défauts de bords sont souvent filtrés grâce à des diaphragmes placés en amont de la zone de l'usinage mais dont les dimensions peuvent venir influer aussi bien sur la forme que sur la propagation du faisceau par effets diffractifs. En outre, la distribution gaussienne au plan d'usinage peut être modifiée alors qu'elle est employée dans l'estimation des seuils d'ablation puisque dans cette configuration, le diamètre d'impact évolue de manière logarithmique avec la fluence incidente. Pour le PZT, ce seuil vaut ≈ 0.38 J/cm^2, supérieur aux métaux tout comme l'est la profondeur usinée par impulsion. Cette dernière est quantifiée et normalisée au moyen du taux d'ablation qui représente la profondeur ablatée par impulsion. Généralement étudié en fonction de la fluence, il constitue le principal critère de comparaison entre les matériaux ainsi que le meilleur moyen d'estimer les temps d'usinage. Néanmoins pour sa détermination, les choix de la forme gaussienne ou non du faisceau, des procédés dynamique ou statique, influent sur la méthodologie d'analyse et sur la précision des mesures induisant une dispersion dans les résultats. Nous avons mis en évidence ces disparités par des exemples simples et développé une procédure capable de convenir aux différents cas avec des résultats similaires. Nous avons également montré que les mesures différentielles de masse pour le calcul des taux en volume constituent aussi un moyen très prometteur de palier à ces problèmes méthodologiques. Enfin, nous avons observé que le PZT est un matériau subissant un fort effet d'incubation et de saturation, c'est à dire que ses propriétés d'interaction évoluent avec l'accumulation d'impulsions. En particulier, la fluence seuil ainsi que le taux d'ablation diminuent contrairement aux métaux où une certaine stabilité est observée. Cette différence peut s'expliquer par une ablation bien plus prononcée de la céramique au cours de laquelle la géométrie d'usinage sature plus rapidement avec l'usinage.

A partir de ces différentes quantifications, il nous est ainsi possible de simuler les temps d'usinage mais également de définir des fenêtres de paramètres plus pertinentes à l'optimisation. Le taux d'ablation du PZT présente en effet une inflexion entre 5 et 7 J/cm^2. Inférieure à ces valeurs, l'ablation peut subir de fortes fluctuations de profondeur pour une variation minime de fluence. A l'inverse, des fluences plus élevées n'impliquent pas un rendement aussi conséquent que l'énergie déployée comparativement au gain en termes de temps de procédé obtenu.

Dans ce contexte, l'optimisation de procédé mais surtout l'analyse de la qualité des usinages est envisageable. Parmi les moyens à disposition, nous avons souhaité nous centrer sur des méthodes d'imagerie comme la microscopie électronique à balayage, mais aussi associées à des techniques permettant une quantification et favorisant un classement plus objectif des paramètres testés. La spectroscopie Raman s'est ainsi avérée bonne candidate au vue de la dimension des flancs et des possibilités d'analyses. En outre, la structure cristalline, la composition chimique ou encore la contrainte résiduelle peuvent être déduites moyennant le développement d'outils adaptés. A cela s'ajoute la caractérisation EDX ou

encore une méthode plus exotique de quantification des ondes de choc par récupération des tensions piézoélectriques générées à l'impact. Cette dernière a nécessité de s'intéresser aux modèles équivalents électriques du matériau afin de mieux comprendre la nature des signaux réceptionnés.

Dès lors, il s'avère que de fortes fluences engendrent bel et bien une dégradation de la structure cristalline en bords de coupe à laquelle s'ajoutent des fissurations et des dépôts en surface d'entrée. De même, les défauts de faisceau en entrée sont davantage marqués tandis que la conicité évolue peu. Un écaillage des électrodes en surface de sortie à partir d'une certaine fluence est justifié par une accumulation de contraintes instantanées supérieure à la limite à la rupture en tension du PZT. Les revêtements métalliques en NiP engendrent de plus une augmentation du temps de procédé d'environ 20% du fait des 10 µm supplémentaires mais aussi d'un taux d'ablation plus faible. L'analyse de la vitesse d'usinage ne révèle pas d'influence sur ce critère temps mais bien une qualité dégradée pour des déplacements lents et dont la limite serait définie par un seuil de fluence accumulée (produit de la fluence crête monopulse par le nombre d'impulsions). La distance focale est responsable de la taille du faisceau à l'impact et va jouer sur le maintien de la fluence souhaitée dans l'épaisseur de coupe. Une limite à $\omega_0 = 14$ µm certifie une fluctuation inférieure à 5%, d'où le choix de longues focales pour l'usinage. La conséquence directe est que le recouvrement est localement plus élevé, d'où la réduction des temps de procédé. Les exigences en matière de conicité incitent cependant à ne pas employer de focales trop longues, l'angularité augmentant avec la taille du faisceau. La rugosité des flancs est également améliorée avec une polarisation perpendiculaire à la direction de translation car l'absorption y est plus prononcée. Au final, le choix de fluences moyennes avec des focales longues et des vitesses élevées favorisent l'apparition de nanostructurations de surface aussi appelées ripples et dont la présence témoigne d'une ablation douce et sans fissuration. Ces motifs peuvent ainsi servir de marqueurs pour une analyse rapide de la qualité d'un flanc.

Au cours de l'étude, les fortes fluctuations de la dimension du faisceau ont permis de constater de sa très forte influence sur l'ensemble des critères considérés, d'où un besoin essentiel de son contrôle dans le temps. Néanmoins, de nouveaux lasers développés dans un objectif industriel sont désormais disponibles sur le marché et présentent des propriétés de robustesse et de performance accrues.

En vue de réduire le temps de procédé tout en évitant une dégradation par la fluence, la mise en forme de faisceau a été testée. La double impulsion qui consiste à scinder temporellement l'impulsion femtoseconde en deux a montré un léger changement positif des propriétés de l'ablation. D'un autre côté, le *parallel processing* par modulation de la phase spatiale a permis d'augmenter la quantité d'impacts sur le matériau et d'exploiter davantage la puissance laser disponible. Bien que les temps de procédé soient effectivement réduits, la qualité se dégrade mais surtout, une forte proportion d'énergie est perdue au travers des différents éléments optiques traversés. Bien que non exploitables dans l'immédiat, ces systèmes constituent d'intéressantes perspectives d'amélioration et le dédoublement du faisceau par un jeu de polarisation suffit actuellement à l'usinage sans perte de 2 wafers simultanés.

Enfin, cette étude a été lancée dans le cadre d'une industrialisation nécessitant un approfondissement de la réaction propre entre un laser femtoseconde et la céramique PZT donnée. Par conséquent, certains paramètres n'ont pu être approfondis, comme la

cadence, la durée d'impulsion ou la longueur d'onde. Dans l'hypothèse d'un effet linéaire, la cadence devrait diminuer les temps de procédé car accélérant le dépôt d'énergie. Il faut cependant garder à l'esprit qu'un dépôt trop rapide peut engendrer une accumulation trop importante jouant sur la qualité. Les deux autres critères impliqueraient l'utilisation d'autres lasers, remettant en question le choix initial du Ti :Saphir. Néanmoins, des essais succincts sur la durée d'impulsion jusqu'à 500 fs n'ont pas révélé de variation de temps de procédé, ce qui laisse entendre la possibilité de l'emploi de lasers à durée d'impulsion plus élevée. Également, une autre longueur d'onde dans le domaine infra-rouge donne des résultats similaires. Une des perspectives de réduction des coûts serait donc de tester des lasers de quelques picosecondes avec des longueurs d'onde UV pour limiter les éventuelles dégradations de la qualité. Nous favoriserions ainsi un usinage davantage photo-chimique avec scission des molécules que photo-thermique où l'ablation résulte de la montée en température. Au cours de l'étude, nous avons également pu évoquer d'autres pistes d'approfondissement. Entre autre, la nouvelle définition du taux d'ablation dynamique ne permet pas un calcul exact du nombre équivalent d'impulsions. Des études récentes ont révélé l'amélioration de la conicité des flancs grâce à des polarisations radiales ou azimutales qui requièrent des optiques spécifiques. Les essais sur scanner révèlent également une meilleure efficacité que les platines de translation, autorisant le choix de vitesses toujours plus élevées, avec la nécessité d'une synchronisation entre la position d'un impact et la position de l'échantillon. La spectroscopie Raman est capable de fournir davantages d'informations sur l'évolution des propriétés cristallographiques du matériau tout comme l'analyse par onde de choc sur la contrainte instantanée. Enfin, les technologies de mise en forme de faisceau méritent un approfondissement de par les perspectives intéressantes qu'elles proposent en matière d'accélération de procédé.

En résumé, ces travaux définissent une première optimisation non exhaustive et non unique de l'interaction entre un laser femtoseconde et la céramique piézoélectrique PZT pour sa découpe. Les caractéristiques essentielles, aussi bien de propagation que d'interaction y sont recensées, permettant de comprendre les principaux éléments physiques mis en jeu. Nous aboutissons alors à la définition de plages de paramètres adaptées, en cohérence avec des caractérisations qualitatives et quantitatives spécifiquement développées à cet effet et dans l'objectif final d'une industrialisation plus fiable et mieux justifiée. Cette contribution démontre de nouveau de l'intégration progressive des technologies ultrabrèves dans le milieu industriel, technologies jusqu'alors dédiées au monde scientifique mais qui justifient progressivement d'une maturité et d'une maîtrise suffisantes pour une exploitation à plus grande échelle.

Annexes

ANNEXE A

Principes généraux d'émission laser

Amplification par émission stimulée

Il a été admis au cours du dernier siècle par Planck afin de comprendre la radiation des corps noirs que la matière fonctionne en paquets d'énergie, soit que ses échanges énergétiques sont quantifiés. Une illustration traditionnelle consiste à représenter la matière en niveaux d'énergies dont le niveau 0 sera le niveau fondamental de plus faible énergie. Les niveaux supérieurs sont des états excités et instables qui peuvent être atteints par apports de quanta d'énergies et qui cherchent perpétuellement à se relaxer vers le niveau fondamental. Boltzmann définit dans son étude sur le rayonnement des corps noirs en équilibre thermo-dynamique le rapport entre deux niveaux N_u et N_l ("u" pour "upper", à l'inverse de "l" pour "lower") d'énergies respectives E_u et E_l en fonction de sa constante $k = 8.6164 \times 10^{-5}$ eV/K et de la température T selon :

$$\frac{N_u}{N_l} = \frac{g_u}{g_l} e^{-(E_u - E_l)/kT} \ , \tag{A.1}$$

où g_u et g_l sont des poids statistiques constants.

Chaque niveau excité est caractérisé par un temps de décroissance noté τ_u et sera différent d'un niveau à l'autre. La relaxation peut être de forme radiative avec émission d'un photon d'énergie équivalente à la différence entre le niveau excité initial N_u et le niveau de moindre énergie N_l ou de nature non radiative comme lors de transferts énergétiques par collisions. On remarquera que la structure en bande d'énergie d'un matériau est essentiellement dépendante de sa composition atomique, moléculaire et cristallographique et est donc propre à chacun.

L'émission laser est issue de la compétition de trois principes d'échanges radiatifs prenant place dans un milieu dit actif (Fig. A.1). Selon Einstein, l'émission spontanée, l'émission stimulée et l'absorption sont régies par les équations suivantes :

$$\text{Emission spontanée} \quad : \quad \frac{dN_u}{dt} = -A_{ul} N_u \ , \tag{A.2}$$

$$\text{Absorption} \quad : \quad \frac{dN_u}{dt} = B_{lu} u_\nu N_l \ , \tag{A.3}$$

$$\text{Emission stimulée} \quad : \quad \frac{dN_u}{dt} = -B_{ul} u_\nu N_u \ . \tag{A.4}$$

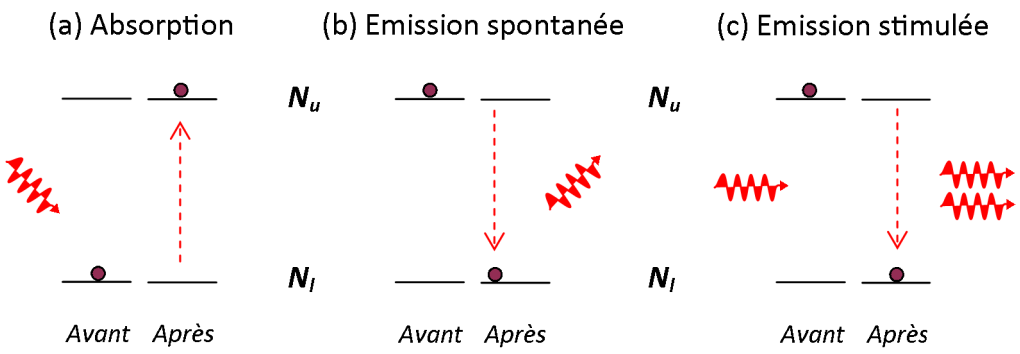


Figure A.1 – Principes d'échanges radiatifs. (a) Absorption d'un photon d'énergie égale à la différence des niveaux N_u et N_l (b) Émission spontanée due à la relaxation du niveau excité N_u (c) Émission stimulée par un photon incident de mêmes propriétés.

Pour l'émission spontanée, A_{ul} représente le taux de transfert de la population N_u vers la population N_l. Elle est inversement proportionnelle à la partie radiative de τ_u et s'exprime donc en s^{-1}. En réalité, la vitesse de décroissance du niveau N_u ne dépend pas que de A_{ul} mais de A_{ui} ou i représente l'ensemble des niveaux d'énergie inférieurs avec lesquels N_u peut se désexciter. Ainsi, le niveau d'énergie correspondant à l'émission laser de longueur d'onde 632.8 nm du He-Ne peut en réalité se relaxer sur une plage de longueur d'onde allant de 60 nm à 730.5 nm et sa durée de vie est estimée à $\tau_u = 30.1$ ns.

L'absorption est proportionnelle à u_ν qui représente la densité spectrale volumique d'énergie (J.s/m^3)à la fréquence ν pour la première fois décrite par la loi de Planck :

$$u_\nu = \frac{8\pi h n^3 \nu^3}{c^3(e^{h\nu/kT} - 1)} \ , \tag{A.5}$$

où h est la constante de Planck, n l'indice de réfraction du milieu et c la célérité de la lumière. Les deux premiers processus sont les seuls observés à l'époque d'Einstein en 1917. Mais pour que la loi sur le rayonnement des corps noirs de Planck dont est déduite l'éq. (A.5) corresponde à son modèle, il introduit un 3ème mécanisme, l'émission stimulée, qui ne sera observée pour la première fois qu'en 1928.

L'émission stimulée présente des propriétés très intéressantes : elle se caractérise par l'émission d'un photon d'énergie ayant exactement les mêmes propriétés de direction, de durée et de longueur d'onde qu'un photon incident ayant "stimulé" la relaxation. On parle alors de photons cohérents entre eux. Pour un système à l'équilibre thermo-dynamique et adiabatique, nous pouvons décrire les échanges radiatifs entre les niveaux N_u et N_l où la somme des émissions spontanée et stimulée sera égale à l'absorption, soit :

$$N_u A_{ul} + N_u B_{ul} u_\nu = N_l B_{lu} u_\nu \ . \tag{A.6}$$

En déduisant u_ν et en remplaçant N_u/N_l par la relation (A.1), nous retombons sur une équation de la forme (A.5) si et seulement si $g_l B_{lu} = g_u B_{ul}$ ou, dans le cas simplifié, $B_{lu} = B_{ul}$. Nous obtenons finalement le rapport émission stimulée sur émission spontanée de la forme :

$$\frac{B_{ul} u_\nu}{A_{ul}} = \frac{1}{e^{h\nu_{ul}/kT} - 1} \ . \tag{A.7}$$

Cette équation montre que l'émission stimulée devient égale voire supérieure à l'émission spontanée dès lors que $h\nu_{ul}/kT$ est inférieur à $ln(2)$.

Intensité de saturation et cavité résonnante

L'intensité I d'un laser à une fréquence ν (W/m^{2}s) traversant un milieu actif de section dA sur une longueur dz pendant un temps dt est directement reliée à la densité volumique d'énergie u_ν par la relation :

$$I(\nu)dAdt = u_\nu dAdz = u_\nu dA\frac{c}{n}dt \ , \tag{A.8}$$

$$I(\nu) = u_\nu \frac{c}{n} \ . \tag{A.9}$$

L'émission spontanée est négligée puisque elle émet dans toutes les directions tandis que l'émission stimulée émettra des photons identiques, dans la même direction que le photon précurseur et amplifiera donc le faisceau avec une meilleure probabilité. Cela explique également pourquoi les lasers sont très directionnels, on parle alors de faisceau collimaté.

La variation d'intensité sur une section dA et une distance dz sera dès lors proportionnelle à la différence entre le nombre de transitions par émission stimulée et par absorption, soit :

$$[I(z+dz) - I(z)]dA = [N_u B_{ul}(\nu)u_\nu - N_l B_{lu}(\nu)u_\nu]h\nu \ dA \ dz \tag{A.10}$$

$$= [N_u B_{ul} - N_l B_{lu}]\frac{h\nu \ I \ dA \ dz}{c} \ . \tag{A.11}$$

En intégrant cette dernière équation, nous trouvons finalement que :

$$I = I_0 e^{[N_u B_{ul} - N_l B_{lu}]\frac{nh\nu}{c}z} \tag{A.12}$$

$$= I_0 e^{\sigma_{ul}[N_u - (g_u/g_l)N_l]z} \tag{A.13}$$

$$= I_0 e^{\sigma_{ul}\Delta N_{ul} z} \tag{A.14}$$

$$= I_0 e^{gz} \ . \tag{A.15}$$

g et σ sont appelés respectivement gain (m^{-1}) et section efficace (m^2). L'intensité d'un faisceau lumineux peut donc être amplifiée, c'est à dire excéder l'intensité initiale I_0 avant propagation dans le milieu actif à supposer que ΔN_{ul} soit positif. La population du niveau excité N_u doit donc être supérieur à la population du niveau inférieur N_l (au coefficient g_u/g_l près). On parle alors d'*inversion de population*, condition nécessaire mais non suffisante à la génération d'un faisceau laser. En réalité, les échanges radiatifs d'un laser ne se font pas sur deux niveaux d'énergie mais sur trois voire quatre niveaux. Les niveaux intermédiaires sont instables et provoquent des transitions non radiatives rapides et augmentent l'inversion de population (Fig. A.2).

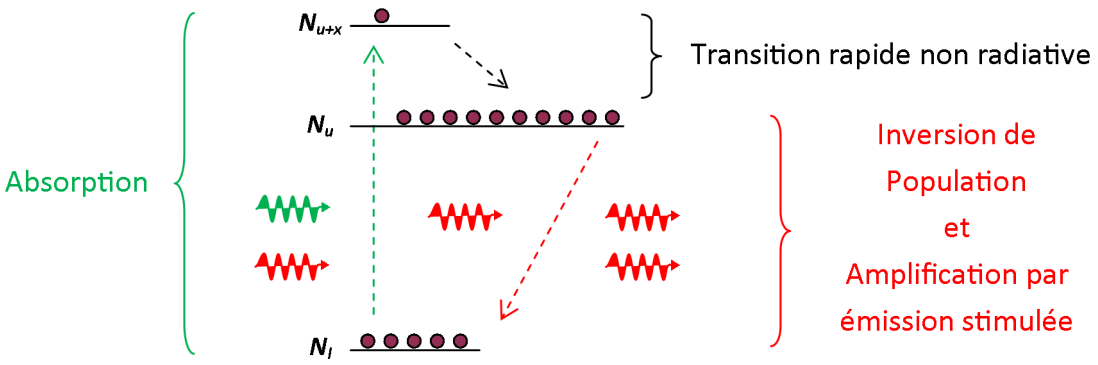


Figure A.2 – Laser à trois niveaux d'énergie. Le pompage (vert) alimente un niveau supérieur N_{u+x} qui se relaxe rapidement au niveau N_u, plus stable, et amplifie également l'inversion de population entre N_u et N_l. Le quatrième niveau se situe généralement entre N_u et N_l (on le nommera N_{l+y}). L'émission laser sera réalisée entre N_u et N_{l+y}, ce dernier se relaxant rapidement au niveau N_l.

L'amplification sera d'autant plus importante que le gain g sera grand, soit que N_u sera supérieur à N_l. En reformulant l'éq. (A.6) et connaissant (A.9) :

$$N_u = \frac{R_u}{\frac{1}{\tau_u} + \frac{B_{ul} I}{c}} , \tag{A.16}$$

où l'absorption est remplacée par le terme général R_u pouvant être initié par un pompage, méthode consistant à utiliser une source d'excitation du matériau actif permettant d'entretenir l'absorption (décharges électriques, lampes flashs, lasers...). Finalement, lorsque l'intensité est nulle, $N_u = R_u \tau_u$ et il faut que le pompage soit plus rapide que le temps de décroissance entre les deux niveaux d'énergie. A supposer que cela soit réalisé, l'intensité I va croitre à mesure que celle-ci se propage dans le matériau actif. L'éq (A.16) indique dès lors que la population N_u va diminuer. La valeur pour laquelle les deux termes du dénominateur sont égaux (et $N_u = R_u \tau_u / 2$) défini l'intensité de saturation I_{sat}, obtenue après une longueur de propagation L_{sat}. A partir de cette distance, le faisceau ne s'amplifiera plus exponentiellement. La longueur de saturation L_{sat} peut être relativement grande comme c'est le cas des lasers He-Ne où celle-ci peut atteindre 80 m. La question est donc de savoir comment maximiser l'amplification jusqu'à atteindre le régime de saturation. La solution la plus courante est d'utiliser des cavités résonnantes constituées de 2 miroirs entourant le milieu amplificateur (Fig. A.3(a)). La longueur du milieu est alors augmentée artificiellement grâce à des allers retours. Un des miroirs aura une réflectivité inférieure à 100% afin de permettre la sortie d'une partie du faisceau tout en gardant à l'esprit que le gain sur un passage doit au minimum égaler les pertes afin d'entretenir le signal. Ce gain de seuil multiplié par L_{sat} est estimé en moyenne à 12 ± 5 dans la plupart des lasers. Au sein d'une cavité de longueur d, le temps t_S, déduit de $v = d/t$, est définit comme étant le temps nécessaire pour atteindre l'intensité de saturation après m passages dans un milieu actif de longueur L ($mL = L_{sat}$) :

$$t_S = \frac{m}{c}[n_{actif} L + n_{cavite}(d - L)] . \tag{A.17}$$

Un laser n'est jamais monochromatique mais émet sur une plage de longueur d'onde de largeur variable. Diverses sources d'élargissement spectral entrent en compétition. Nous

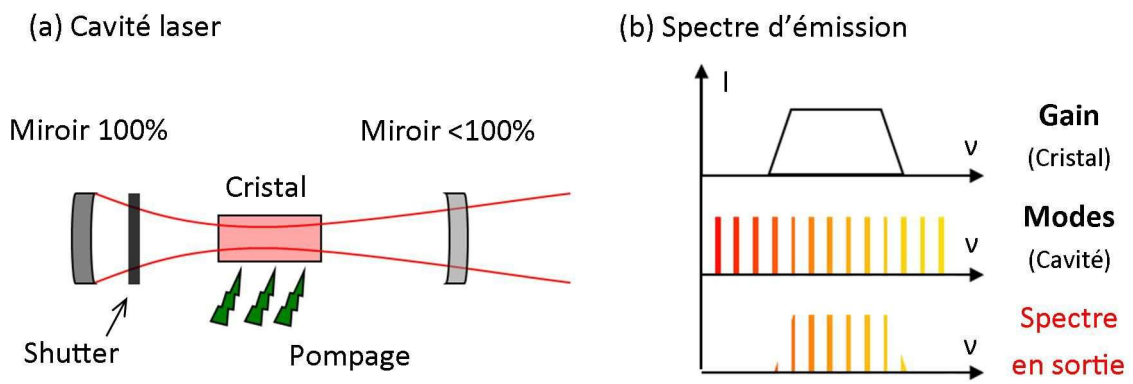


Figure A.3 – (a) Principe d'une cavité résonnante (b) Effet sur le spectre d'émission d'un laser avec l'apparition des modes longitudinaux.

citerons sans les détailler l'élargissement quantique, cristallin, isotopique, collisionnel ou doppler [10]. A titre d'exemple, un laser Nd :YAG aura une largeur spectrale inférieure au nanomètre (≈ 0.5 nm) tandis qu'un laser Ti :Saphir émettra sur 200 nm.

La présence de la cavité implique enfin que seulement certaines de ces longueurs d'onde d'émission, appelés modes longitudinaux, seront entretenues selon la relation déduite du résonateur de Fabry-Pérot :

$$n\lambda = 2d_{cavite} \ . \tag{A.18}$$

Un aller-retour dans la cavité sera proportionnel à la longueur d'onde λ du mode considéré (n entier). Le laser ne pourra finalement émettre qu'un nombre limité de modes longitudinaux compris dans sa plage spectrale et dont le gain sera supérieur aux pertes de la cavité (Fig. A.3(b)).

ANNEXE B

Interface d'analyses des mesures confocales

L'observation des rainures pour la mesure du taux d'ablation a été réalisée principalement par microscopie confocale. Cet outil n'étant initialement pas adapté pour la métrologie de surface, il a fallu développer des outils informatiques en vue de leur exploitation.

Affichage 3D

Les données de sortie d'une telle méthode de caractérisation se présentent sous la forme d'un groupement d'images. Chacune d'entre elles est représentative d'une couche du matériau à une hauteur donnée (Fig. B.1(a)), leur empilement donnant donc la reconstitution 3D de la forme analysée. Pour parvenir à cet affichage, le logiciel libre de traitement d'images ImageJ a été employé ainsi que certains plugins développés par la communauté d'utilisateurs :

- *Leica Tiff Sequence* est destiné exclusivement à l'ouverture des piles d'images issues de l'imagerie confocale de marque Leica.
- *Compute Topography* succinctement convertit chaque image de la pile en un niveau de gris différent et condense le tout dans une même image (Fig. B.1(c)). Nous ne rentrerons pas dans les détails de ce plugin qui propose de multiples options non utilisées.

Enfin pour finaliser le visuel, nous venons texturer l'image topographique avec les intensités maximales de la pile (Fig. B.1(b)). Le résultat final est donné Fig. B.1(d).

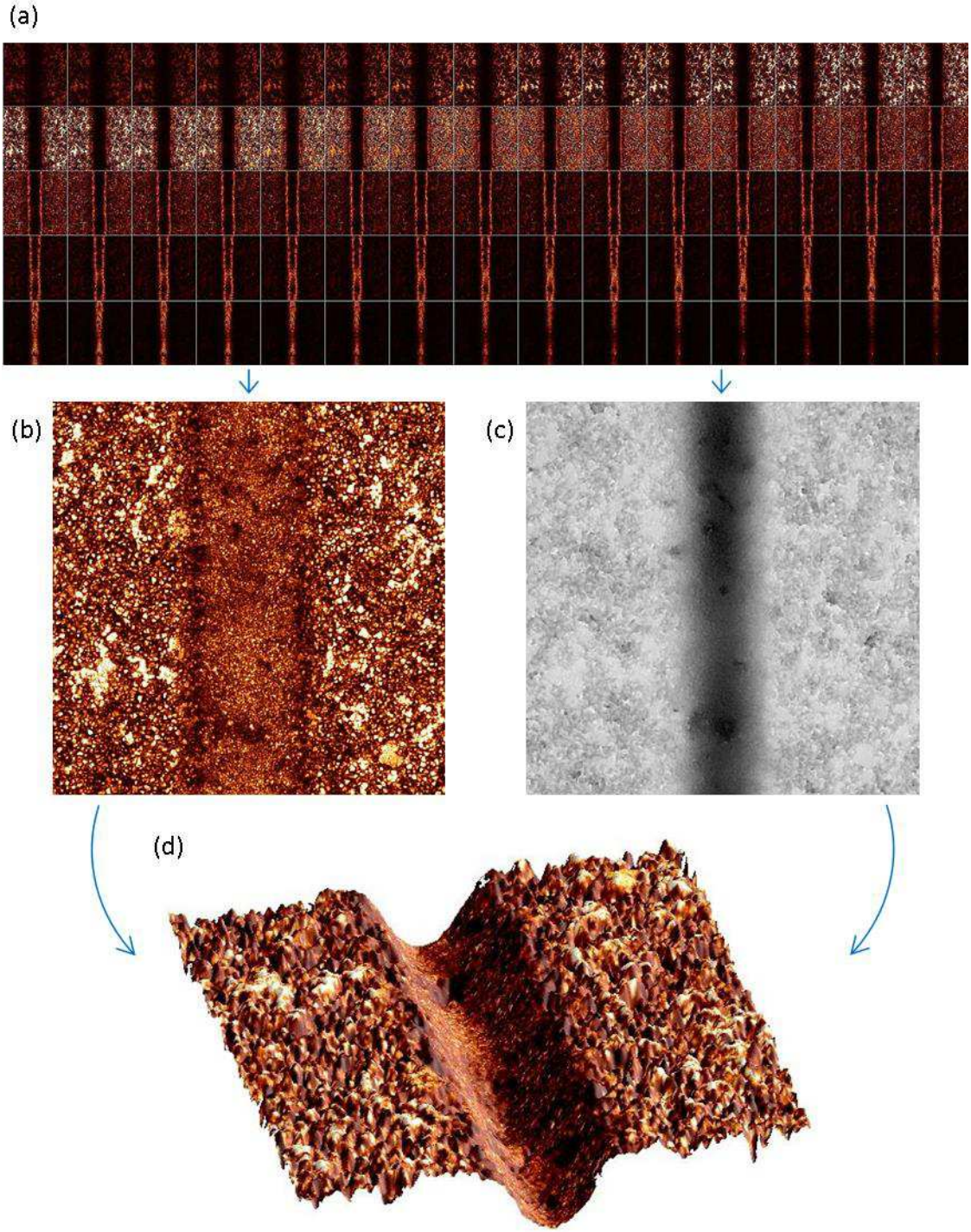


Figure B.1 – Traitements pour affichage confocal 3D. (a) Montage représentant la pile d'images confocales d'une rainure sur PZT. De gauche à droite et de haut en bas, le plan focal pénètre dans la rainure. Paramètres : 2.2 J/cm^2, 4.6 mm/s. (b) Image résultante des intensités max de la pile initiale. (c) Image topographique en niveaux de gris. (d) Affichage 3D de (c) sur laquelle est superposée (b)

Traitement des volumes

L'utilisation du plugin *Leica Tiff Sequence* permet de sauvegarder les propriétés dimensionnelles de l'analyse sous forme de voxels (pixels 3D). Le plugin *Compute Topography* exploite cette propriété et identifie directement sur l'image topographique la hauteur associée à chaque pixel. Une étape reste néanmoins subjective et concerne la définition de la surface du matériau, simple lorsque celui-ci est poli, mais plus complexe pour un matériau rugueux comme le PZT. Le choix de cette surface se fait par un seuillage à proximité du niveau de gris le plus présent sur l'image topographique mais toujours modifiable par l'opérateur. Après y avoir isolé le motif par une analyse de particule, le niveau noir de valeur 0 est identifié comme la surface, et le niveau blanc de valeur 1 comme la zone à mesurer. La multiplication entre cette image binaire et l'image topographique donne finalement une surface de valeur nulle et un motif dont les pixels sont égaux à leur profondeur respective. La mesure de volume résulte de la multiplication de la surface latérale des voxels par ces hauteurs.

Traitement des profondeurs

Dans cette section, nous reprenons la pile initiale que nous transformons sous imageJ en une nouvelle pile transverse au motif. Cette coupe se fait soit dans la largeur d'un usinage dynamique comme une rainure ou radialement sur des impacts en récupérant les profils sur 360°. En combinant toutes ces images transverses soit par moyennage, soit par détection des valeurs médianes ou maximales, un profil général de l'usinage est obtenu (Fig. B.2(b)). La résolution axiale due à la distance de Rayleigh implique que le profil est très bruité. Or en ne considérant que les valeurs de plus forte intensité, c'est à dire au niveau du plan focal, il est possible de palier à cette faible résolution. Suit alors l'analyse en profondeur interfacée sous matlab (Fig. B.2a) :

- ① Données d'entrée : taille des voxels en microns et ouverture du profil moyen enregistré sous imageJ.

- ② Estimation graphique des valeurs limites basses et hautes du diamètre d'ablation et calcul de la moyenne ainsi que l'écart type.

- ③ Définition des positions limites du fond et de la surface de part et d'autre de l'usinage. Calcul de la profondeur moyenne ainsi que l'écart type.

- ④ Affichage graphique de l'estimation de la profondeur par une seconde méthode. A partir de la pile d'image confocale, on définit des surfaces d'intérêts (ou ROI) représentatives de la surface et du fond de l'usinage après quoi nous traçons l'intensité moyenne de ces ROIs en fonction de l'image de la pile. Les profondeurs pour lesquelles les intensités sont maximales constituent les surfaces et leur écart donnera la profondeur de l'usinage.

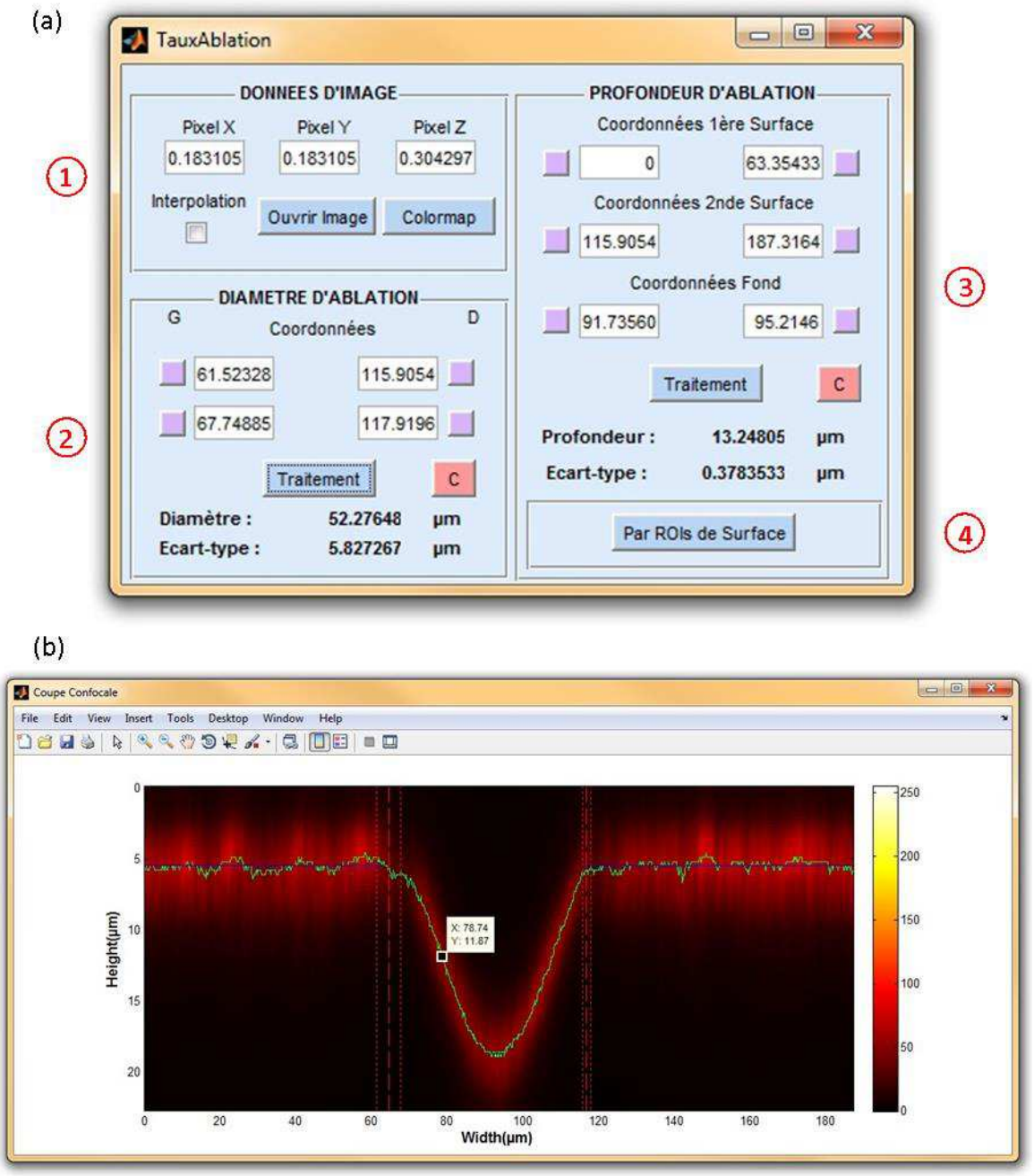


Figure B.2 – (a) Interface graphique d'estimation des profondeurs des usinages. (b) Profil moyen permettant de positionner les points de calcul.

ANNEXE C

Interface de simulation des seuils et diamètres d'ablation

Cette interface a été développée sous environnement Matlab et permet d'observer les écarts à la théorie dans l'estimation du seuil d'ablation par la méthode de Liu en intégrant les propriétés réelles de propagation du faisceau, le positionnement de l'échantillon et les caractéristiques de l'interaction. Les parties la composant sont :

- (1) Paramétrage de l'interaction. Nous distinguons les paramètres laser dans le premier encadré des paramètres matériaux : Puissance laser, plan d'usinage, nombre d'impulsion et seuils de fluence pour le marquage et ablation. Le facteur d'incubation est traité dans la partie dédiée à cet effet.

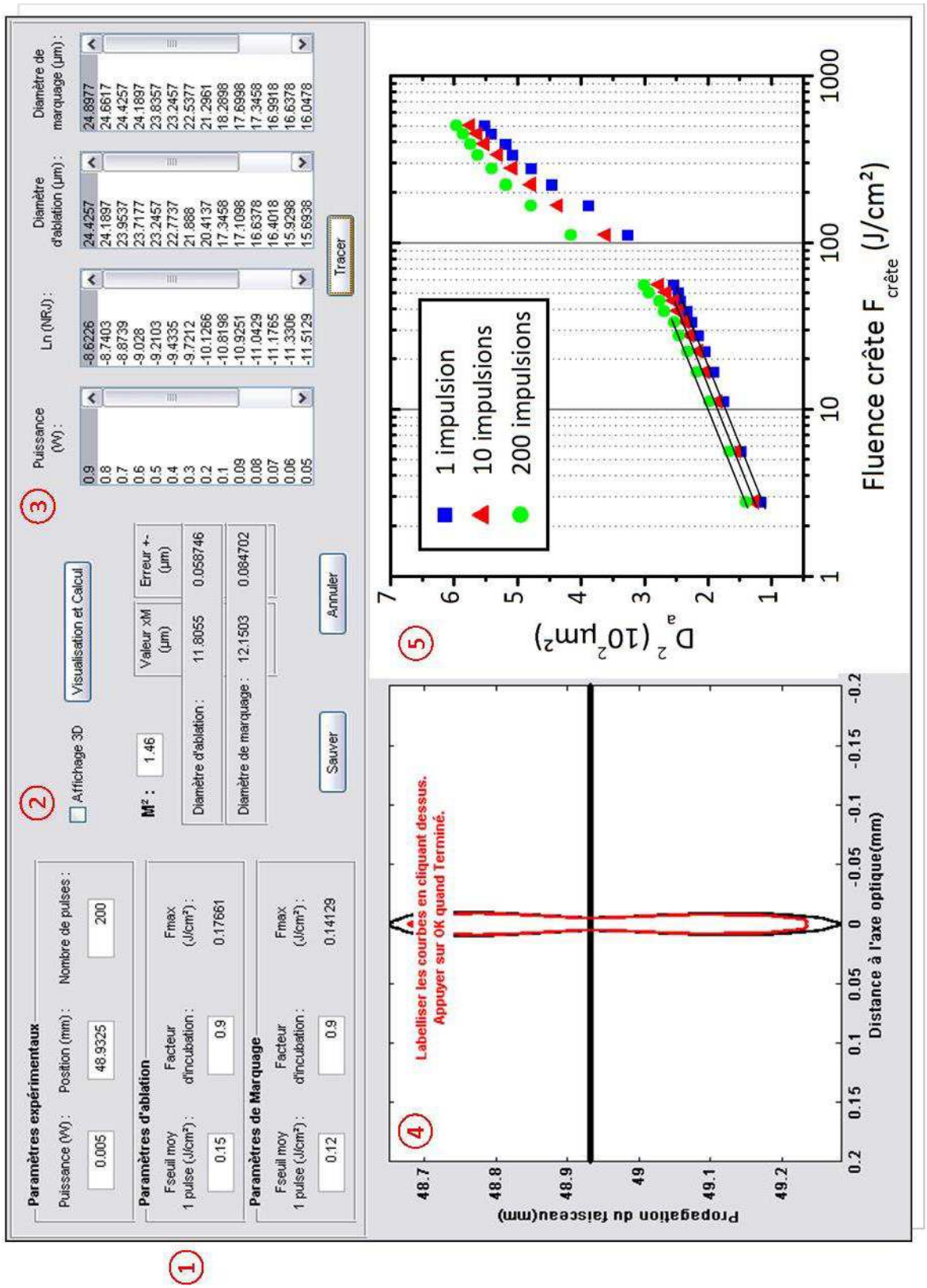
- (2) Lancement de la simulation, affichage du graphique de gauche et des données numériques résultantes, enregistrement ou annulation des dernières données traitées.

- (3) Données sauvegardées : Après chaque calcul à puissance différente, les résultats des diamètres peuvent être sauvegardés pour être analysés par la méthode de Liu [122].

- (4) Tracé de l'évolution des fluences seuils d'ablation et de marquage en fonction de la distance au plan focal. Les contours résultent de l'intersection entre ces fluences et les simulations Zemax à l'image de la Fig. 1.10.

- (5) Tracé de la méthode de Liu ($D^2 = f(ln(F_{\text{crête}}))$) d'après les éléments sauvegardés en (3).

Ici, les paramètres de fluence seuil et d'incubation sont arbitraires, bien que proches de la réalité. La simulation Zemax considérée est celle absente de diaphragme, donc proche d'une propagation gaussienne avec un M^2 de 1.46 (valeur mesurée au début des travaux). La focale est identique à la Fig. 1.10 et vaut 50.8 mm.


1
2
3
4
5
Paramètres expérimentaux
Puissance (W) :
Position (mm) :
Nombre de pulses :
0.005
48.9325
200
Paramètres d'ablation
Fseuil moy 1 pulse (J/cm²) :
Facteur d'incubation :
Fmax (J/cm²) :
0.15
0.9
0.17661
Paramètres de Marquage
Fseuil moy 1 pulse (J/cm²) :
Facteur d'incubation :
Fmax (J/cm²) :
0.12
0.9
0.14129
Affichage 3D
Visualisation et Calcul
M² : 1.46
Valeur xM (µm)
Erreur +- (µm)
Diamètre d'ablation : 11.8055 0.058746
Diamètre de marquage : 12.1503 0.084702
Sauver
Annuler
Puissance (W) :
Ln (NRJ) :
Diamètre d'ablation (µm) :
Diamètre de marquage (µm) :
Tracer
Labelliser les courbes en cliquant dessus.
Appuyer sur OK quand Terminé.
Propagation du faisceau(mm)
Distance à l'axe optique(mm)
1 impulsion
10 impulsions
200 impulsions
Fluence crête F crête (J/cm²)
D a ² (10² µm²)

ANNEXE D

Interface de calcul des taux d'ablation

Cette interface a été développée sous environnement Matlab et permet de calculer les taux d'ablation au travers des diverses méthodes évoquées dans le manuscrit. Les parties la composant sont :

- (1) Menus : *Data* ouvre une boite de dialogue permettant à l'utilisateur de recenser les conditions de l'expérience et les paramètres d'expérience. *Help* ouvre également une boite de dialogue dans laquelle une notice d'utilisation est décrite.

- (2) Initialisation des fluences : Pour un faisceau Tophat, la fluence moyenne est égale à la fluence crête tandis qu'elle vaut sa moitié pour un faisceau Gaussien. Elle définit également l'échelle des abscisses du graphique.

- (3) Données d'entrée : Puissances et profondeurs des usinages. *Load.xls* permet de charger ces valeurs à partir d'un fichier. *Fit* adapte éventuellement les données d'entrée afin de les rendre monotone et anticiper les oscillations des taux d'ablation.

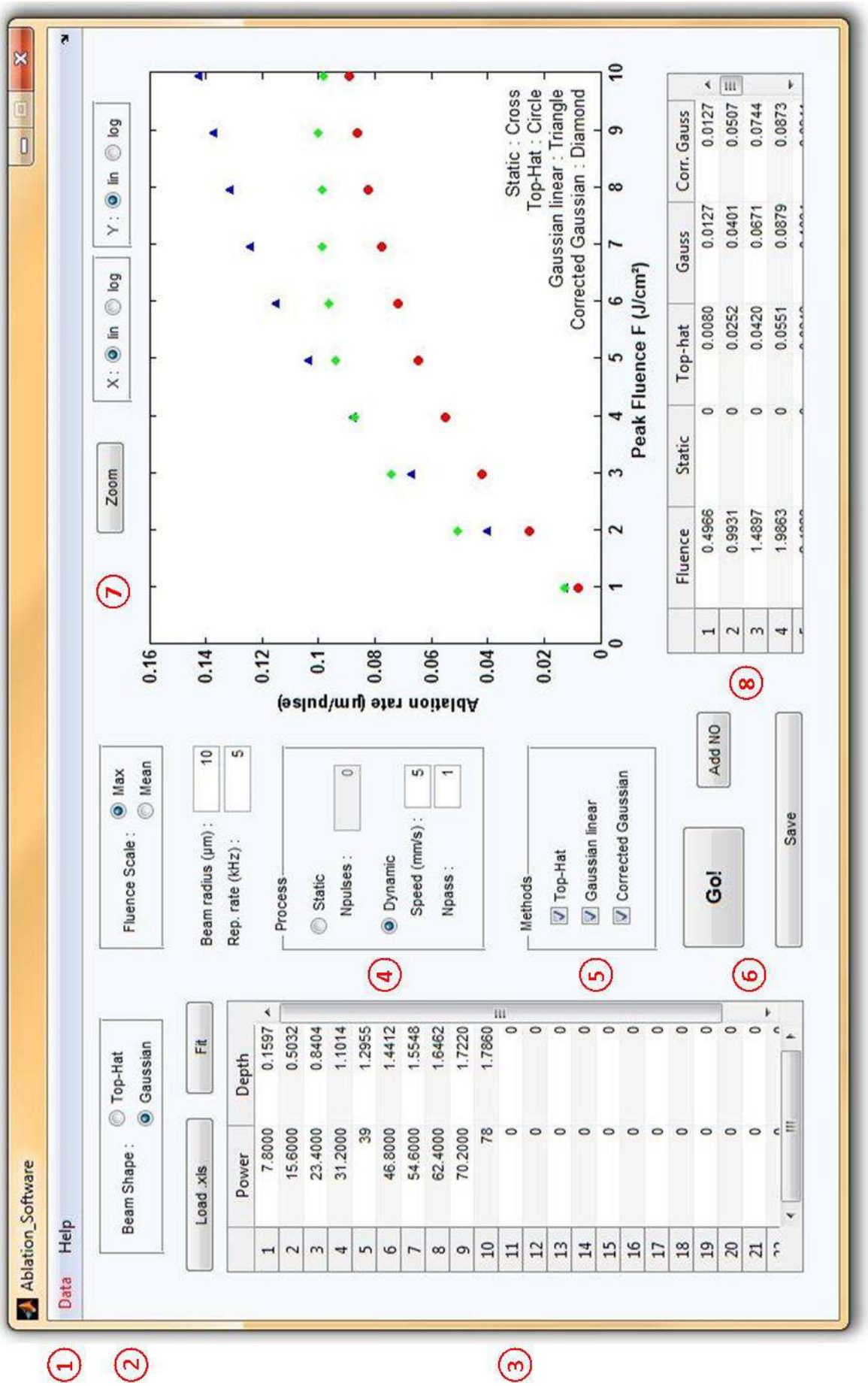
- (4) Procédé employé et paramètres d'usinage utiles dans le calcul des taux d'ablation.

- (5) Choix de la méthode de calcul des taux en régime dynamique.

- (6) *Go* : Lancement de la simulation, *Save* : Sauvegarde des résultats, *Add Yes/No* : Accumulation ou non des graphiques issus de données d'entrée différentes.

- (7) Tracé des résultats d'ablation obtenus et choix du format d'affichage.

- (8) Résultats d'ablation sous forme numérique en vues de traitements complémentaires.


Ablation_Software
Data
Help
Beam Shape :
Top-Hat
Gaussian
Load .xls
Fit
Fluence Scale :
Max
Mean
Beam radius (µm) :
10
Rep. rate (kHz) :
5
Process
Static
Npulses :
0
Dynamic
Speed (mm/s) :
5
Npass :
1
Methods
Top-Hat
Gaussian linear
Corrected Gaussian
Go!
Add NO
Save
Zoom
X : lin log
Y : lin log
Ablation rate (µm/pulse)
Peak Fluence F (J/cm²)
Static : Cross
Top-Hat : Circle
Gaussian linear : Triangle
Corrected Gaussian : Diamond
Power
Depth
Fluence
Static
Top-hat
Gauss
Corr. Gauss
1
2
3
4
5
6
7
8

Bibliographie

[1] A. Parent. *Apport des nouveaux matériaux piézoélectriques dans le domaine des micro-gyromètres vibrants*. PhD thesis, Université Paris Sud - Paris XI, 2008.

[2] G. Sagnac. *Comptes Rendus de l'Academie des Sciences (Paris)*, 157, 1913.

[3] W. G. Cady. *Piezoelectricity : an introduction to the theory and applications of electromechanical phenomena in crystals*. Dover Publications, 1964.

[4] P. Curie and Société française de physique. Éditeur scientifique. *Oeuvres de Pierre Curie / publ. par les soins de la société française de physique*. Éditions des archives contemporaines (Paris), 1984.

[5] J. Valasek. Piezo-electric and allied phenomena in rochelle salt. *Physical Review*, 17(4) :475–481, 1921.

[6] I. V. Kurchatov. Ferroelectric materials [in russian]. *State technical theoretic Press, Moscow, Leningrad*, 1933.

[7] V. L. Ginzburg. *Zh. Eksp. Teor. Fiz.*, 15 :739, 1945.

[8] G. H. Haertling. Ferroelectric ceramics : History and technology. *Journal of the American Ceramic Society*, 82(4) :797–818, 1999.

[9] T. H. Maiman. Stimulated optical radiation in ruby. 187(4736) :493–494, 1960.

[10] W. T. Silfvast. *Laser Fundamentals*. Cambridge University Press, 2004.

[11] F. J. McClung and R. W. Hellwarth. Giant optical pulsations from ruby. *Journal of Applied Physics*, 33(3) :828–829, 1962.

[12] L. E. Hargrove, R. L. Fork, and M. A. Pollack. Locking of hene laser modes induced by synchronous intracavity modulation. *Applied Physics Letters*, 5(1) :4–5, 1964.

[13] R. L. Fork, B. I. Greene, and C. V. Shank. Generation of optical pulses shorter than 0.1 psec by colliding pulse mode locking. *Applied Physics Letters*, 38(9) :671–672, 1981.

[14] F. Dausinger, F. Lichtner, and H. Lubatschowski, editors. *Femtosecond Technology for Technical and Medical Applications*. Springer, 2004 edition, 2004.

[15] D. Breitling, A. Ruf, and F. Dausinger. Fundamental aspects in machining of metals with short and ultrashort laser pulses. In *SPIE proceedings series*, pages 49–63. Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers, 2004.

[16] C. Auth, C. Allen, A. Blattner, D. Bergstrom, M. Brazier, M. Bost, M. Buehler, V. Chikarmane, T. Ghani, T. Glassman, R. Grover, W. Han, D. Hanken, M. Hattendorf, P. Hentges, R. Heussner, J. Hicks, D. Ingerly, P. Jain, S. Jaloviar, R. James, D. Jones, J. Jopling, S. Joshi, C. Kenyon, H. Liu, R. McFadden, B. McIntyre, J. Neirynck, C. Parker, L. Pipes, I. Post, S. Pradhan, M. Prince, S. Ramey, T. Reynolds, J. Roesler, J. Sandford, J. Seiple, P. Smith, C. Thomas, D. Towner, T. Troeger, C. Weber, P. Yashar, K. Zawadzki, and K. Mistry. A 22nm high performance and low-power CMOS technology featuring fully-depleted tri-gate transistors, self-aligned contacts and high density MIM capacitors. In *2012 Symposium on VLSI Technology (VLSIT)*, pages 131 –132, 2012.

[17] A. N. Samant and N. B. Dahotre. Laser machining of structural ceramics—A review. *Journal of the European Ceramic Society*, 29(6) :969–993, 2009.

[18] E. B. Brousseau, S. S. Dimov, and D. T. Pham. Some recent advances in multi-material micro- and nano-manufacturing. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 47(1-4) :161–180, 2010.

[19] K.P. Rajurkar, G. Levy, A. Malshe, M.M. Sundaram, J. McGeough, X. Hu, R. Resnick, and A. DeSilva. Micro and nano machining by electro-physical and chemical processes. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 55(2) :643–666, 2006.

[20] S. Arai, S.A. Wilson, J. Corbett, and R.W. Whatmore. Ultra-precision grinding of PZT ceramics—Surface integrity control and tooling design. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 49(12–13) :998–1007, 2009.

[21] M. A. Davies, C. J. Evans, R. R. Vohra, B. C. Bergner, and S. R. Patterson. Application of precision diamond machining to the manufacture of microphotonics components. pages 94–108, 2003.

[22] J.H. Sweet M. Ponting E.L. Nix, J. Corbett. Dicing and grinding of electro-ceramics. In *CARTS Europe 2005*, 2005.

[23] A. W. Hans-Werner Hoffmeister. Novel grinding tools for machining precision micro parts of hard and brittle materials. In *ASPE 2000*, 2000.

[24] S. Malkin and T.W. Hwang. Grinding mechanisms for ceramics. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 45(2) :569–580, 1996.

[25] H. Huang and Y. C. Liu. Experimental investigations of machining characteristics and removal mechanisms of advanced ceramics in high speed deep grinding. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 43(8) :811–823, 2003.

[26] B. Zhang, X. L. Zheng, H. Tokura, and M. Yoshikawa. Grinding induced damage in ceramics. *Journal of Materials Processing Technology*, 132(1–3) :353–364, 2003.

[27] J. Chen, J. Shen, H. Huang, and X. Xu. Grinding characteristics in high speed grinding of engineering ceramics with brazed diamond wheels. *Journal of Materials Processing Technology*, 210(6–7) :899–906, 2010.

[28] P. A. Beltrão, A. E. Gee, J. Corbett, and R. W. Whatmore. Ductile mode machining of commercial PZT ceramics. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 48(1) :437–440, 1999.

[29] T.B. Thoe, D.K. Aspinwall, and M.L.H. Wise. Review on ultrasonic machining. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 38(4) :239–255, 1998.

[30] S. K. Samal. Study of parameters of ultrasonic machining, 2009.

[31] Z. Y. Wang K. P. Rajurkar. Micro removal of ceramic material (Al2O3) in the precision ultrasonic machining. *Precision Engineering*, (2) :73–78, 1999.

[32] T. Masuzawa. State of the art of micromachining. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 49(2) :473–488, 2000.

[33] J. J. Boy, E. Andrey, A. Boulouize, and Chantal Khan-Malek. Developments in microultrasonic machining (MUSM) at FEMTO-ST. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 47(1-4) :37–45, 2010.

[34] D.S. Srinivasu, D.A. Axinte, P.H. Shipway, and J. Folkes. Influence of kinematic operating parameters on kerf geometry in abrasive waterjet machining of silicon carbide ceramics. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 49(14) :1077–1088, 2009.

[35] L. Chen, E. Siores, and W. C. K. Wong. Optimising abrasive waterjet cutting of ceramic materials. *Journal of Materials Processing Technology*, 74(1–3) :251–254, 1998.

[36] I.P. Tuersley, A. Jawaid, and I.R. Pashby. Review : Various methods of machining advanced ceramic materials. *Journal of Materials Processing Technology*, 42(4) :377–390, 1994.

[37] H. Y. Zheng, Z. Z. Han, Z. D. Chen, W. L. Chen, and S. Yeo. Quality and cost comparisons between laser and waterjet cutting. *Journal of Materials Processing Technology*, 62(4) :294–298, 1996.

[38] D. K. Shanmugam, F. L. Chen, E. Siores, and M. Brandt. Comparative study of jetting machining technologies over laser machining technology for cutting composite materials. *Composite Structures*, 57(1–4) :289–296, 2002.

[39] K. H. Ho and S. T. Newman. State of the art electrical discharge machining (EDM). *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 43(13) :1287–1300, 2003.

[40] W. Y. Peng and Y. S. Liao. Study of electrochemical discharge machining technology for slicing non-conductive brittle materials. *Journal of Materials Processing Technology*, 149(1–3) :363–369, 2004.

[41] B. Bhattacharyya, B. N. Doloi, and S. K. Sorkhel. Experimental investigations into electrochemical discharge machining (ECDM) of non-conductive ceramic materials. *Journal of Materials Processing Technology*, 95(1–3) :145–154, 1999.

[42] K. H. Ho, S. T. Newman, S. Rahimifard, and R. D. Allen. State of the art in wire electrical discharge machining (WEDM). *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 44(12–13) :1247–1259, 2004.

[43] C. J. Morgan, R. R. Vallance, and E. R. Marsh. Micro-machining and micro-grinding with tools fabricated by micro electro-discharge machining. *International Journal of Nanomanufacturing*, 1(2) :242, 2006.

[44] D. Jianxin and L. Taichiu. Surface integrity in electro-discharge machining, ultrasonic machining, and diamond saw cutting of ceramic composites. *Ceramics International*, 26(8) :825–830, 2000.

[45] C. Ye P. F. Baude. Chemically assisted ion-beam etching of sol-gel derived pzt, plzt and LITaO3 thin films for silicon based device integration. *MRS Proceedings*, 310, 1992.

[46] C. Cai, J. Huang, Y. Zhai, W. Ma, and W. Liu. Patterning of PZT thin films. *Chinese Optics Letters*, 8(S1) :210–212, 2010.

[47] Z. Weihua, Z. Gaoyang, and C. Zhiming. Photosensitive PZT gel films and their preparation for fine patterning. *Materials Science and Engineering : B*, 99(1–3) :168–172, 2003.

[48] F. Aggogeri E.Gentili, L.Tabaglio. Review on micromachining techniques. In Springer, editor, *AMST'05 Advanced Manufacturing Systems and Technology*, page 818, 2005.

[49] I. Manna J.D. Majumdar. Laser processing of materials. *Sadhana*, 28 (3-4 :495–562, 2003.

[50] J. Meijer. Laser beam machining (LBM), state of the art and new opportunities. *Journal of Materials Processing Technology*, 149(1-3) :2–17, 2004.

[51] T. Gilbert, V. D. Krstic, and G. Zak. Machining of aluminium nitride with ultraviolet and near-infrared Nd :YAG lasers. *Journal of Materials Processing Technology*, 189(1–3) :409–417, 2007.

[52] D. W. Zeng, K. Li, K. C. Yung, H. L. W. Chan, C. L. Choy, and C. S. Xie. UV laser micromachining of piezoelectric ceramic using a pulsed Nd :YAG laser. *Applied Physics A*, 78(3) :415–421, 2004.

[53] J. Heitz, J. D. Pedarnig, D. Bäuerle, and G. Petzow. Excimer-laser ablation and micro-patterning of ceramic Si3N4. *Applied Physics A*, 65(3) :259–261, 1997.

[54] J. P. Desbiens and P. Masson. ArF excimer laser micromachining of pyrex, SiC and PZT for rapid prototyping of MEMS components. *Sensors and Actuators A : Physical*, 136(2) :554–563, 2007.

[55] X. Liu, D. Du, and G. Mourou. Laser ablation and micromachining with ultrashort laser pulses. *IEEE Journal of Quantum Electronics*, 33(10) :1706 –1716, 1997.

[56] P. V. Petkov, S. S. Dimov, R. M. Minev, and D. T. Pham. Laser milling : Pulse duration effects on surface integrity. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B : Journal of Engineering Manufacture*, 222(1) :35–45, 2008.

[57] W. Kautek J. Kruger. The femtosecond pulse laser : a new tool for micromachining. *Laser Phys.*, 9(1) :30–40, 1999.

[58] J. Meijer, K. Du, A. Gillner, D. Hoffmann, V.S. Kovalenko, T. Masuzawa, A. Ostendorf, R. Poprawe, and W. Schulz. Laser machining by short and ultrashort pulses, state of the art and new opportunities in the age of the photons. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 51(2) :531–550, 2002.

[59] J. Lopez, F. Salin, M.-C. Hernandez, and M. Faucon. Micro-usinage nanoseconde UV ou femtoseconde : état de l'art et comparaison. In *Journal de physique. IV*, volume 108, pages 13–17. EDP sciences, 2003.

[60] K. Kalli G. N. Smith. *Advances in femtosecond micromachining and inscription of micro and nano photonic devices*, chapter 15, page 674. InTech, bishnu pal edition, 2010.

[61] S. Dauer, A. Ehlert, and S. Büttgenbach. Rapid prototyping of micromechanical devices using a q-switched Nd :YAG laser with optional frequency doubling. *Sensors and Actuators A : Physical*, 76(1–3) :381–385, 1999.

[62] M. Eyett and D. Bäuerle. Influence of the beam spot size on ablation rates in pulsed laser processing. *Applied Physics Letters*, 51(24) :2054–2055, 1987.

[63] J. Maehara, Y. Yamada, H. Kumagai, K. Midorikawa, and T. Yabe. Comparison of simulations of and experiments on femtosecond laser ablation of nickel in gaseous and water environments. *Japanese journal of applied physics*, 43(1) :172–175, 2004.

[64] W. Wang, X. Mei, G. Jiang, S. Lei, and C. Yang. Effect of two typical focus positions on microstructure shape and morphology in femtosecond laser multi-pulse ablation of metals. *Applied Surface Science*, 255(5, Part 1) :2303–2311, 2008.

[65] N. Bärsch, K. Körber, A. Ostendorf, and K. H. Tönshoff. Ablation and cutting of planar silicon devices using femtosecond laser pulses. *Applied Physics A*, 77(2) :237–242, 2003.

[66] V. G. Niziev and A. V. Nesterov. Influence of beam polarization on laser cutting efficiency. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 32(13) :1455–1461, 1999.

[67] S. Nolte, C. Momma, G. Kamlage, A. Ostendorf, C. Fallnich, F. von Alvensleben, and H. Welling. Polarization effects in ultrashort-pulse laser drilling. *Applied Physics A*, 68(5) :563–567, 1999.

[68] C. Hnatovsky, V. Shvedov, W. Krolikowski, and A. Rode. Revealing local field structure of focused ultrashort pulses. *Physical Review Letters*, 106(12) :123901, 2011.

[69] J. Bonse, S. Baudach, J. Krüger, W. Kautek, and M. Lenzner. Femtosecond laser ablation of silicon–modification thresholds and morphology. *Applied Physics A*, 74(1) :19–25, 2002.

[70] J. R. Vázquez de Aldana, C. Méndez, and L. Roso. Saturation of ablation channels micro-machined in fused silica with many femtosecond laser pulses. *Optics express*, 14(3) :1329–1338, 2006.

[71] M. K. Bhuyan, F. Courvoisier, P. A. Lacourt, M. Jacquot, L. Furfaro, M. J. Withford, and J. M. Dudley. High aspect ratio taper-free microchannel fabrication using femtosecond bessel beams. *Optics express*, 18(2) :566–574, 2010.

[72] M. K. Bhuyan, F. Courvoisier, P. A. Lacourt, M. Jacquot, R. Salut, L. Furfaro, and J. M. Dudley. High aspect ratio nanochannel machining using single shot femtosecond bessel beams. *Applied Physics Letters*, 97(8) :081102–081102–3, 2010.

[73] N. H. Rizvi and P. Apte. Developments in laser micro-machining techniques. *Journal of Materials Processing Technology*, 127(2) :206–210, 2002.

[74] C. Mauclair, G. Cheng, N. Huot, E. Audouard, A. Rosenfeld, I. V. Hertel, and R. Stoian. Dynamic ultrafast laser spatial tailoring for parallel micromachining of photonic devices in transparent materials. *Optics express*, 17(5) :3531–3542, 2009.

[75] N. Huot, N. Sanner, and E. Audouard. Programmable focal spot shaping of amplified femtosecond laser pulses and their application to micromachining. *SPIE Proceedings Series*, pages 6400–15, 2006.

[76] A. K. Dubey and V. Yadava. Laser beam machining—A review. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 48(6) :609–628, 2008.

[77] Y.P. Singh, V. K. Jain, P. Kumar, and D.C. Agrawal. Machining piezoelectric (PZT) ceramics using an electrochemical spark machining (ECSM) process. *Journal of Materials Processing Technology*, 58(1) :24–31, 1996.

[78] S. K. Chak and P. Venkateswara Rao. Trepanning of Al2O3 by electro-chemical discharge machining (ECDM) process using abrasive electrode with pulsed DC

supply. *International journal of machine tools & manufacture*, 47(14) :2061–2070, 2007.

[79] B. H. Yan, A. C. Wang, C. Y. Huang, and F. Y. Huang. Study of precision micro-holes in borosilicate glass using micro EDM combined with micro ultrasonic vibration machining. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 42(10) :1105–1112, 2002.

[80] R. Rentsch C. Zhang. Advances in micro ultrasonic assisted lapping of microstructures in hard–brittle materials : a brief review and outlook. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, (45) :881–890.

[81] I. Sudin C.Y. Khoo, E. Hamzah. A review on the rotary ultrasonic machining of advanced ceramics. *Jurnal Mekanikal*, (25) :9–23, 2008.

[82] J.P. Choi, B.H. Jeon, and B.H. Kim. Chemical-assisted ultrasonic machining of glass. *Journal of Materials Processing Technology*, 191(1–3) :153–156, 2007.

[83] J.M. Park, S.C. Jeong, H.W. Lee, H.D. Jeong, and Eung-suk Lee. A study on the chemical mechanical micro-machining (C3M) process and its application. *Journal of Materials Processing Technology*, 130–131(0) :390–395, 2002.

[84] L. Li and C. Achara. Chemical assisted laser machining for the minimisation of recast and heat affected zone. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 53(1) :175–178, 2004.

[85] C. Barnes, P. Shrotriya, and P. Molian. Water-assisted laser thermal shock machining of alumina. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 47(12–13) :1864–1874, 2007.

[86] Y. Bellouard, A. Said, M. Dugan, and P. Bado. Fabrication of high-aspect ratio, micro-fluidic channels and tunnels using femtosecond laser pulses and chemical etching. *Optics Express*, 12(10) :2120, 2004.

[87] Y. Hibi, Y. Enomoto, K. Kikuchi, N. Shikata, and H. Ogiso. Excimer laser assisted chemical machining of SiC ceramic. *Applied Physics Letters*, 66(7) :817–818, 1995.

[88] Cutting pzt material with synova laser microjet. Technical Report 124, Synova S.A, 2007.

[89] H. Y. Zheng and H. Huang. Ultrasonic vibration-assisted femtosecond laser machining of microholes. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 17(8) :N58–N61, 2007.

[90] D. Strickland and G. Mourou. Compression of amplified chirped optical pulses. *Optics Communications*, 56(3) :219–221, 1985.

[91] J. Clerk Maxwell. A dynamical theory of the electromagnetic field. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*, 155 :459–512, 1865.

[92] J. Alda. Lasr and gaussian beam propagation and transformation. In *Encyclopedia of optical engineering*, pages 999–1013. M Dekker, 2003.

[93] P. Belland and J. P. Crenn. Changes in the characteristics of a gaussian beam weakly diffracted by a circular aperture. *Applied Optics*, 21(3) :522–527, 1982.

[94] B. C. Stuart, M. D. Feit, S. Herman, A. M. Rubenchik, B. W. Shore, and M. D. Perry. Nanosecond-to-femtosecond laser-induced breakdown in dielectrics. *Physical Review B*, 53(4) :1749–1761, 1996.

[95] L. V. Tanatarov M. I. Kaganov, I. M. Lifshitz. Relaxation between electrons and the crystalline lattice. *Sov. Phys. JETP*, pages 173–178, 1957.

[96] B. N. Chichkov, C. Momma, S. Nolte, F. Alvensleben, and A. Tünnermann. Femtosecond, picosecond and nanosecond laser ablation of solids. *Applied Physics A Materials Science & Processing*, 63(2) :109–115, 1996.

[97] J. P. Colombier. *Théorie et simulation de l'interaction des impulsions laser ultracourtes à flux modéré avec un solide métallique.* PhD thesis, Université Jean Monnet - Saint-Etienne, 2005.

[98] S. Valette, E. Audouard, R. Le Harzic, N. Huot, P. Laporte, and R. Fortunier. Heat affected zone in aluminum single crystals submitted to femtosecond laser irradiations. *Applied Surface Science*, 239(3–4) :381–386, 2005.

[99] R. Le Harzic, N. Huot, E. Audouard, C. Jonin, P. Laporte, S. Valette, A. Fraczkiewicz, and R. Fortunier. Comparison of heat-affected zones due to nanosecond and femtosecond laser pulses using transmission electronic microscopy. *Applied Physics Letters*, 80(21) :3886–3888, 2002.

[100] I. H. Chowdhury and X. Xu. Heat transfer in femtosecond laser processing of metal. *Numerical heat transfer. Part A, Applications*, 44(3) :219–232, 2003.

[101] W. Kautek, J. Kruger, M. Lenzner, S. Sartania, C. Spielmann, and F. Krausz. Laser ablation of dielectrics with pulse durations between 20 fs and 3 ps. *Applied Physics Letters*, 69(21) :3146 –3148, 1996.

[102] J. Yang, Y. Zhao, N. Zhang, Y. Liang, and M. Wang. Ablation of metallic targets by high-intensity ultrashort laser pulses. *Physical Review B*, 76(16) :165430, 2007.

[103] X. Zeng, X.L. Mao, R. Greif, and R.E. Russo. Experimental investigation of ablation efficiency and plasma expansion during femtosecond and nanosecond laser ablation of silicon. *Applied Physics A*, 80(2) :237–241, 2004.

[104] R. Le Harzic, D. Breitling, M. Weikert, S. Sommer, C. Föhl, S. Valette, C. Donnet, E. Audouard, and F. Dausinger. Pulse width and energy influence on laser micromachining of metals in a range of 100 fs to 5 ps. *Applied Surface Science*, 249(1–4) :322–331, 2005.

[105] M.S. Amer, M.A. El-Ashry, L.R. Dosser, K.E. Hix, J.F. Maguire, and Bryan Irwin. Femtosecond versus nanosecond laser machining : comparison of induced stresses and structural changes in silicon wafers. *Applied Surface Science*, 242(1–2) :162–167, 2005.

[106] J. P. Baïlon and J. M. Dorlot. *Des matériaux, 3e édition.* Presses inter Polytechnique, 2000.

[107] J. C. Peuzin and D. Gignoux. *Physique des diélectriques : Avec problèmes et exercices corrigés.* L'Editeur : EDP Sciences, 2009.

[108] R. Castellano and L. Feinstein. Ion-beam deposition of thin-films of ferroelectric lead zirconate titanate (pzt). *Journal of Applied Physics*, 50(6) :4406–4411, 1979.

[109] N. Izyumskaya, Y.-I. Alivov, S.-J. Cho, H. Morkoç, H. Lee, and Y.-S. Kang. Processing, structure, properties, and applications of PZT thin films. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 32(3-4) :111–202, 2007.

[110] A. Bouzid, E.M. Bourim, M. Gabbay, and G. Fantozzi. PZT phase diagram determination by measurement of elastic moduli. *Journal of the European Ceramic Society*, 25(13) :3213–3221, 2005.

[111] C. H. Wang, S. J. Chang, and P. C. Chang. Effect of sintering conditions on characteristics of PbTiO3-PbZrO3-Pb(Mg1/3Nb2/3)O3-Pb(Zn1/3Nb2/3)O3. *Materials science & engineering. B, Solid-state materials for advanced technology*, 111(2-3) :124–130, 2004.

[112] H. Lee, Y. S. Kang, S. J. Cho, B. Xiao, H. Morkoç, T. D. Kang, G. S. Lee, J. Li, S. H. Wei, P. G. Snyder, and J. T. Evans. Dielectric functions and electronic band structure of lead zirconate titanate thin films. *Journal of Applied Physics*, 98(9) :094108–094108–10, 2005.

[113] Y.C. Lee and S. H. Kuo. Miniature conical transducer realized by excimer laser micro-machining technique. *Sensors and Actuators A : Physical*, 93(1) :57–62, 2001.

[114] N. Uppal, P. S. Shiakolas, and S. Priya. Micromachining of PZT using ultrafast femtosecond laser. *Ferroelectrics. Letters section*, 32(3-4) :67–77, 2005.

[115] D. C. Emmony, R. P. Howson, and L. J. Willis. Laser mirror damage in germanium at 10.6 µm. *Applied Physics Letters*, 23(11) :598–600, 1973.

[116] J. Wang and C. Guo. Ultrafast dynamics of femtosecond laser-induced periodic surface pattern formation on metals. *Applied Physics Letters*, 87(25) :251914–251914–3, 2005.

[117] J. Wang and C. Guo. Formation of extraordinarily uniform periodic structures on metals induced by femtosecond laser pulses. *Journal of Applied Physics*, 100(2) :023511–023511–4, 2006.

[118] B. Dusser, Z. Sagan, H. Soder, N. Faure, J. P. Colombier, M. Jourlin, and E. Audouard. Controlled nanostructrures formation by ultra fast laser pulses for color marking. *Optics express*, 18(3) :2913–2924, 2010.

[119] A. Borowiec and H. K. Haugen. Subwavelength ripple formation on the surfaces of compound semiconductors irradiated with femtosecond laser pulses. *Applied Physics Letters*, 82(25) :4462–4464, 2003.

[120] F. Costache, M. Henyk, and J. Reif. Surface patterning on insulators upon femtosecond laser ablation. *Applied Surface Science*, 208–209(0) :486–491, 2003.

[121] J. Reif, F. Costache, M. Henyk, and S. V. Pandelov. Ripples revisited : non-classical morphology at the bottom of femtosecond laser ablation craters in transparent dielectrics. *Applied Surface Science*, 197–198(0) :891–895, 2002.

[122] J. M. Liu. Simple technique for measurements of pulsed gaussian-beam spot sizes. *Optics Letters*, 7(5) :196–198, 1982.

[123] Y. Jee, M. F. Becker, and R. M. Walser. Laser-induced damage on single-crystal metal surfaces. *Journal of the Optical Society of America B*, 5(3) :648–659, 1988.

[124] N. Sanner, O. Utéza, B. Bussiere, G. Coustillier, A. Leray, T. Itina, and M. Sentis. Measurement of femtosecond laser-induced damage and ablation thresholds in dielectrics. *Applied Physics A*, 94(4) :889–897, 2009.

[125] M. Lenzner, J. Krüger, S. Sartania, Z. Cheng, Ch. Spielmann, G. Mourou, W. Kautek, and F. Krausz. Femtosecond optical breakdown in dielectrics. *Physical Review Letters*, 80(18) :4076–4079, 1998.

[126] A. Rosenfeld, M. Lorenz, R. Stoian, and D. Ashkenasi. Ultrashort-laser-pulse damage threshold of transparent materials and the role of incubation. *Applied Physics A*, 69(1) :S373–S376, 1999.

[127] M. Hashida, A. F. Semerok, O. Gobert, G. Petite, and J. F. Wagner. Ablation thresholds of metals with femtosecond laser pulses. pages 178–185, 2001.

[128] P. Mannion, J. Magee, E. Coyne, and G. M. O'Connor. Ablation thresholds in ultrafast laser micromachining of common metals in air. pages 470–478, 2003.

[129] N. G. Semaltianos, W. Perrie, P. French, M. Sharp, G. Dearden, S. Logothetidis, and K. G. Watkins. Femtosecond laser ablation characteristics of nickel-based superalloy c263. *Applied Physics A*, 94(4) :999–1009, 2009.

[130] P. T. Mannion, J. Magee, E. Coyne, G. M. O'Connor, and T. J. Glynn. The effect of damage accumulation behaviour on ablation thresholds and damage morphology in ultrafast laser micro-machining of common metals in air. *Applied Surface Science*, 233(1–4) :275–287, 2004.

[131] X. Ni, C. Y. Wang, L. Yang, J. Li, L. Chai, W. Jia, R. Zhang, and Z. Zhang. Parametric study on femtosecond laser pulse ablation of au films. *Applied Surface Science*, 253(3) :1616–1619, 2006.

[132] J. Bonse, J. M. Wrobel, J. Krüger, and W. Kautek. Ultrashort-pulse laser ablation of indium phosphide in air. *Applied Physics A*, 72(1) :89–94, 2001.

[133] A. Borowiec and H. K. Haugen. Femtosecond laser micromachining of grooves in indium phosphide. *Applied Physics A*, 79(3) :521–529, 2004.

[134] J. Bonse, P. Rudolph, J. Krüger, S. Baudach, and W. Kautek. Femtosecond pulse laser processing of TiN on silicon. *Applied Surface Science*, 154–155(0) :659–663, 2000.

[135] S. H. Kim, I. B. Sohn, and S. Jeong. Ablation characteristics of aluminum oxide and nitride ceramics during femtosecond laser micromachining. *Applied Surface Science*, 255(24) :9717–9720, 2009.

[136] X.C. Wang, G.C. Lim, H.Y. Zheng, F.L. Ng, W. Liu, and S.J. Chua. Femtosecond pulse laser ablation of sapphire in ambient air. *Applied Surface Science*, 228(1–4) :221–226, 2004.

[137] A. Ben-Yakar and R. L. Byer. Femtosecond laser ablation properties of borosilicate glass. *Journal of Applied Physics*, 96(9) :5316–5323, 2004.

[138] S. Landon. *Micro- et nano-usinage par laser à impulsions ultracourtes : amélioration de procédés par des méthodes tout optique*. PhD thesis, Université Jean Monnet - Saint-Etienne, 2011.

[139] G. Kamlage, T. Bauer, A. Ostendorf, and B. N. Chichkov. Deep drilling of metals by femtosecond laser pulses. *Applied Physics A*, 77(2) :307–310, 2003.

[140] J.T. Fredrich. 3D imaging of porous media using laser scanning confocal microscopy with application to microscale transport processes. *Physics and Chemistry of the Earth, Part A : Solid Earth and Geodesy*, 24(7) :551–561, 1999.

[141] M.K. Head and N.R. Buenfeld. Confocal imaging of porosity in hardened concrete. *Cement and Concrete Research*, 36(5) :896–911, 2006.

[142] J. Bonse, M. Geuss, S. Baudach, H. Sturm, and W. Kautek. The precision of the femtosecond-pulse laser ablation of TiN films on silicon. *Applied Physics A*, 69(1) :S399–S402, 1999.

[143] V. Kara and H. Kizil. Titanium micromachining by femtosecond laser. *Optics and Lasers in Engineering*, 50(2) :140–147, 2012.

[144] W. Perrie, A. Rushton, M. Gill, P. Fox, and W. O'Neill. Femtosecond laser microstructuring of alumina ceramic. *Applied Surface Science*, 248(1–4) :213–217, 2005.

[145] P. Gonzales, R. Bernath, J. Duncan, T. Olmstead, and M. Richardson. Femtosecond ablation scaling for different materials. pages 265–272, 2004.

[146] Analysis of solids by laser ablation and resonance-enhanced laser-induced plasma spectroscopy. 72(9), 2000.

[147] V. Z. Kolev B. Luther-Davies. Table-top 50-w laser system for ultra-fast laser ablation. 79(4) :1051–1055, 2004.

[148] S. Nolte, C. Momma, H. Jacobs, A. Tünnermann, B. N. Chichkov, B. Wellegehausen, and H. Welling. Ablation of metals by ultrashort laser pulses. *Journal of the Optical Society of America B*, 14(10) :2716–2722, 1997.

[149] A. Ruf, D. Breitling, P. Berger, .F Dausinger, and H. Huegel. Modeling and investigation of melt ejection dynamics for laser drilling with short pulses. pages 73–78, 2003.

[150] J. P. Colombier, P. Combis, F. Bonneau, R. Le Harzic, and E. Audouard. Hydrodynamic simulations of metal ablation by femtosecond laser irradiation. *arXiv :cond-mat/0612585*, 2006. Physical Review B 71 (06/04/2005) 165406.

[151] S. Amoruso, R. Bruzzese, X. Wang, N. N. Nedialkov, and P. A. Atanasov. Femtosecond laser ablation of nickel in vacuum. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 40(2) :331–340, 2007.

[152] S. Preuss, A. Demchuk, and M. Stuke. Sub-picosecond UV laser ablation of metals. *Applied Physics A*, 61(1) :33–37, 1995.

[153] A. E. Wynne and B. C. Stuart. Rate dependence of short-pulse laser ablation of metals in air and vacuum. *Applied Physics A*, 76(3) :373–378, 2003.

[154] G. Daminelli, J. Krüger, and W. Kautek. Femtosecond laser interaction with silicon under water confinement. *Thin Solid Films*, 467(1–2) :334–341, 2004.

[155] A. Kruusing. Underwater and water-assisted laser processing : Part 2—Etching, cutting and rarely used methods. *Optics and Lasers in Engineering*, 41(2) :329–352, 2004.

[156] C. Li, S. Lee, and S. Nikumb. Femtosecond laser drilling of alumina wafers. *Journal of Electronic Materials*, 38(9) :2006–2012, 2009.

[157] R. Le Harzic, D. Breitling, M. Weikert, S. Sommer, C. Föhl, F. Dausinger, S. Valette, C. Donnet, and E. Audouard. Ablation comparison with low and high energy densities for cu and al with ultra-short laser pulses. *Applied Physics A*, 80(7) :1589–1593, 2005.

[158] D. Bruneel, G. Matras, R. Le Harzic, N. Huot, K. König, and E. Audouard. Micromachining of metals with ultra-short ti-sapphire lasers : Prediction and optimization of the processing time. *Optics and Lasers in Engineering*, 48(3) :268–271, 2010.

[159] *M.U.L.I.C : Micro-usinage par Laser à Impulsion ultra-Courte, French National Research Project, résultats non publiés*, 2003.

[160] E. D. Palik. *Handbook of Optical Constants of Solids.* Academic Press, 1998.

[161] A. Ben-Yakar, A. Harkin, J. Ashmore, R. L. Byer, and H. A. Stone. Thermal and fluid processes of a thin melt zone during femtosecond laser ablation of glass : the formation of rims by single laser pulses. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 40(5) :1447, 2007.

[162] J. Güdde, J. Hohlfeld, J.G. Müller, and E. Matthias. Damage threshold dependence on electron–phonon coupling in au and ni films. *Applied Surface Science*, 127–129(0) :40–45, 1998.

[163] D. Ashkenasi, M. Lorenz, R. Stoian, and A. Rosenfeld. Surface damage threshold and structuring of dielectrics using femtosecond laser pulses : the role of incubation. *Applied Surface Science*, 150(1–4) :101–106, 1999.

[164] L.M. Machado, R.E. Samad, A.Z. Freitas, N.D. Vieira, and W. de Rossi. Microchannels direct machining using the femtosecond smooth ablation method. *Physics Procedia*, 12, Part B(0) :67–75, 2011.

[165] V. Oliveira, R. Vilar, and O. Conde. Excimer laser ablation of Al2O3-TiC ceramics : laser induced modifications of surface topography and structure. In *Applied surface science*, volume 127-129, pages 831–836. Elsevier, 1998.

[166] M. Wojdyr. Fityk : a general-purpose peak fitting program. *Journal of Applied Crystallography*, 43(5) :1126–1128, 2010.

[167] G. Burns and B. A. Scott. Raman spectra of polycrystalline solids ; application to the PbTi_{1-x}Zr_{x}O_{3} system. *Physical Review Letters*, 25(17) :1191–1194, 1970.

[168] D. Fu, T. Ogawa, H. Suzuki, and K. Ishikawa. Thickness dependence of stress in lead titanate thin films deposited on pt-coated si. *Applied Physics Letters*, 77(10) :1532–1534, 2000.

[169] D. C. Agrawal, S. B. Majumder, Y. N. Mohapatra, S. Sathaiah, H. D. Bist, R. S. Katiyar, E. Ching-Prado, and A. Reynes. Micro-raman spectroscopy of sol-gel-derived PbTi_{1-x}Zr_{x}O_{3} thin films. *Journal of Raman Spectroscopy*, 24(7) :459–462, 1993.

[170] K. Nomura, Y. Takeda, M. Maeda, and N. Shibata. In situ observation of the crystallization process of ferroelectric thin films by raman microspectroscopy. *Japanese Journal of Applied Physics*, 39(Part 1, No. 9A) :5247–5251, 2000.

[171] J. F. Meng, R. S. Katiyar, G. T. Zou, and X. H. Wang. Raman phonon modes and ferroelectric phase transitions in nanocrystalline lead zirconate titanate. *Physica status solidi. A. Applied research*, 164(2) :851–862, 1997.

[172] A. Kumar and T. M. Pollock. Mapping of femtosecond laser-induced collateral damage by electron backscatter diffraction. *Journal of Applied Physics*, 110(8) :083114 –083114–5, 2011.

[173] M. Okayasu, G. Ozeki, and M. Mizuno. Fatigue failure characteristics of lead zirconate titanate piezoelectric ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, 30(3) :713–725, 2010.

[174] M. Deluca, R. Bermejo, H. Grünbichler, V. Presser, R. Danzer, and K. G. Nickel. Raman spectroscopy for the investigation of indentation-induced domain texturing in lead zirconate titanate piezoceramics. *Scripta Materialia*, 63(3) :343–346, 2010.

[175] J. P. Cuq-Lelandais, M. Boustie, L. Berthe, T. de Rességuier, P. Combis, J. P. Colombier, M. Nivard, and A. Claverie. Spallation generated by femtosecond laser driven shocks in thin metallic targets. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 42(6) :065402, 2009.

[176] L. Tollier, R. Fabbro, and E. Bartnicki. Study of the laser-driven spallation process by the velocity interferometer system for any reflector interferometry technique. 1. laser-shock characterization. *Journal of Applied Physics*, 83(3) :1224–1230, 1998.

[177] L. M. Barker and R. E. Hollenbach. Laser interferometer for measuring high velocities of any reflecting surface. *Journal of Applied Physics*, 43(11) :4669–4675, 1972.

[178] R. J. Trainor, J. W. Shaner, J. M. Auerbach, and N. C. Holmes. Ultrahigh-pressure laser-driven shock-wave experiments in aluminum. *Physical Review Letters*, 42(17) :1154–1157, 1979.

[179] R. A. Graham, F. W. Neilson, and W. B. Benedick. Piezoelectric current from Shock-Loaded Quartz—A submicrosecond stress gauge. *Journal of Applied Physics*, 36(5) :1775–1783, 1965.

[180] A. H. Clauer, J. H. Holbrook, and B. P. Fairand. Effects of laser induced shock waves on metals. In Marc A. Meyers and Lawrence E. Murr, editors, *Shock Waves and High-Strain-Rate Phenomena in Metals*, pages 675–702. Springer US, 1981.

[181] J. P. Romain, F. Bonneau, G. Dayma, M. Boustie, T. de Ress guier, and P. Combis. Pressure measurements and an analytical model for laser-generated shock waves in solids at low irradiance. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 14(44) :10793–10797, 2002.

[182] S. Hirose. New method for measuring mechanical vibration loss and dielectric loss of piezoelectric transducer under high-power excitation. *Japanese Journal of Applied Physics*, 33(Part 1, No. 5B) :2945–2948, 1994.

[183] MorganElectroCeramics. *Piezoelectric ceramics solutions, Datasheet.*

[184] K. T. Chang and M. Ouyang. Open-circuit test of a PZT vibrator and its applications. *Ultrasonics*, 41(1) :15–23, 2003.

[185] K. T. Chang. Improving the transient response of a bolt-clamped langevin transducer using a parallel resistor. *Ultrasonics*, 41(6) :427–436, 2003.

[186] X. Lou, X. Hu, M. Zhang, F. D. Morrison, S. A. T. Redfern, and J. F. Scott. Phase separation in lead zirconate titanate and bismuth titanate during electrical shorting and fatigue. *Journal of Applied Physics*, 99(4) :044101–044101–7, 2006.

[187] S.A.S. Rodrigues, A.G. Rolo, A. Khodorov, M. Pereira, and M.J.M. Gomes. Determination of residual stress in PZT films produced by laser ablation with x-ray diffraction and raman spectroscopy. *Journal of the European Ceramic Society*, 30(2) :521–524, 2010.

[188] J. H. Lee, K. S. Hwang, and T. S. Kim. Microstress relaxation effect of pb(Zr0.52Ti0.48)O3 films with thicknesses for micro/nanopiezoelectric device. *Applied Physics Letters*, 96(9) :092904–092904–3, 2010.

[189] W. H. Xu, D. Lu, and T. Y. Zhang. Determination of residual stresses in pb(Zr0.53Ti0.47)O3 thin films with raman spectroscopy. *Applied Physics Letters*, 79(25) :4112–4114, 2001.

[190] S.Q. Zhang, L.D. Wang, W.L. Li, C.Q. Liu, J.N. Wang, N. Li, A. Rajabtabar Darvishi, and W.D. Fei. Stress-induced shifting of the morphotropic phase boundary in sol–gel derived pb(Zr0.5Ti0.5)O3 thin films. *Materials Research Bulletin*, 46(8) :1237–1242, 2011.

[191] M. Deluca, T. Sakashita, C. Galassi, and G. Pezzotti. Investigation of local orientation and stress analysis of PZT-based materials using micro-probe polarized raman spectroscopy. *Journal of the European Ceramic Society*, 26(12) :2337–2344, 2006.

[192] G. Gerald Stoney. The tension of metallic films deposited by electrolysis. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A*, 82(553) :172–175, 1909.

[193] C. Theron, N. Mokoena, and O. M. Ndwandwe. Solid-state compound phase formation of tisi2 thin films under stress. *South African journal of science*, 105(11-12) :440–444, 2009.

[194] A. E. Elmahdy, P. D. Ruiz, R. D. Wildman, J. M. Huntley, and S. Rivers. Stress measurement in east asian lacquer thin films owing to changes in relative humidity using phase-shifting interferometry. *Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Science*, 467(2129) :1329–1347, 2011.

[195] C. Li, S. Nikumb, and F. Wong. An optimal process of femtosecond laser cutting of NiTi shape memory alloy for fabrication of miniature devices. *Optics and Lasers in Engineering*, 44(10) :1078–1087, 2006.

[196] J. P. Colombier, P. Combis, E. Audouard, and R. Stoian. Guiding heat in laser ablation of metals on ultrafast timescales : an adaptive modeling approach on aluminum. *New Journal of Physics*, 14(1) :013039, 2012.

[197] T. Donnelly, J. G. Lunney, S. Amoruso, R. Bruzzese, X. Wang, and X. Ni. Double pulse ultrafast laser ablation of nickel in vacuum. *Journal of Applied Physics*, 106(1) :013304–013304–5, 2009.

[198] C. M. Liebig, P. Srisungsitthisunti, A. M. Weiner, and X. Xu. Enhanced machining of steel using femtosecond pulse pairs. *Applied Physics A*, 101(3) :487–490, 2010.

[199] A. M. Weiner. Femtosecond pulse shaping using spatial light modulators. *Review of Scientific Instruments*, 71(5) :1929–1960, 2000.

[200] C. Mauclair. *Spatio-Temporal Ultrafast Laser Tailoring for Bulk Functionalization of Transparent Materials*. PhD thesis, Université Jean Monnet - Saint-Etienne, Freie Universtät Berlin, 2010.

[201] C. Mauclair, K. Mishchik, A. Mermillod-Blondin, A. Rosenfeld, I.V. Hertel, E. Audouard, and R. Stoian. Optimization of the energy deposition in glasses with temporally-shaped femtosecond laser pulses. *Physics Procedia*, 12, Part B :76–81, 2011.

[202] A. Mermillod-Blondin, C. Mauclair, A. Rosenfeld, J. Bonse, I. V. Hertel, E. Audouard, and R. Stoian. Size correction in ultrafast laser processing of fused silica by temporal pulse shaping. *Applied Physics Letters*, 93(2) :021921–021921–3, 2008.

[203] R. Stoian, M. Boyle, A. Thoss, A. Rosenfeld, G. Korn, I. V. Hertel, and E. E. B. Campbell. Laser ablation of dielectrics with temporally shaped femtosecond pulses. *Applied Physics Letters*, 80(3) :353–355, 2002.

[204] R. Stoian, M. Boyle, A. Thoss, A. Rosenfeld, G. Korn, and I. V. Hertel. Dynamic temporal pulse shaping in advanced ultrafast laser material processing. *Applied Physics A*, 77(2) :265–269, 2003.

[205] C. Mauclair, S. Landon, D. Pietroy, E. Baubeau, R. Stoian, and E. Audouard. Ultrafast laser machining of micro grooves on stainless steel with spatially optimized intensity distribution. *Journal of Laser Micro/Nanoengineering*, 8(1) :11–14, 2013.

[206] R. Beck, J. Parry, W. MacPherson, A. Waddie, N. Weston, J. Shephard, and D. Hand. Application of cooled spatial light modulator for high power nanosecond laser micromachining. *Optics Express*, 18(16) :17059–17065, August 2010.