



**HAL**  
open science

# Fabrication de micro-composants optiques sur-mesure en verre par gravure humide assistée par laser femtoseconde

Jean-Loup Skora

## ► To cite this version:

Jean-Loup Skora. Fabrication de micro-composants optiques sur-mesure en verre par gravure humide assistée par laser femtoseconde. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Bourgogne Franche-Comté, 2023. Français. NNT : 2023UBFCD032 . tel-04224735

**HAL Id: tel-04224735**

**<https://theses.hal.science/tel-04224735v1>**

Submitted on 2 Oct 2023

**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.

UBFC

UNIVERSITÉ  
BOURGOGNE FRANCHE-COMTÉ



femto-st  
■ ■ ■ ■ SCIENCES &  
TECHNOLOGIES

THÈSE DE DOCTORAT DE L'ÉTABLISSEMENT UNIVERSITÉ BOURGOGNE FRANCHE-COMTÉ  
PRÉPARÉE À L'UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ

École doctorale n° 37

SPIM

Doctorat de *Microtechniques*

Par

Jean-Loup SKORA

Fabrication de micro-composants optiques sur-mesure en verre  
par gravure humide assistée par laser femtoseconde

Thèse présentée et soutenue à Besançon, le 9 Juin 2023

Composition du Jury :

Véronique BARDINAL	Directeur de recherche CNRS, LAAS, France	Rapporteur
Sylwester BARGIEL	Ingénieur de recherche, UFC, France	Co-directeur de thèse
Franck CHOLLET	Professeur des universités, UBFC, France	Président
Michel DE LABACHELERIE	Directeur de recherche CNRS, FEMTO-ST, France	Directeur de thèse
Manuel FLURY	Maître de conférences, INSA Strasbourg, France	Rapporteur
Andrea LOVERA	Directeur scientifique, FEMTOprint S.A., Suisse	Examineur
Nicolas PASSILLY	Chargé de recherche CNRS, FEMTO-ST, France	Invité

# Remerciements

Ce manuscrit de thèse et le travail de recherche qui y est présenté sont le fruit d'une collaboration ayant fait intervenir de nombreuses personnes que je souhaite remercier.

Mes premiers remerciements s'adressent à Christophe Gorecki, porteur du projet de recherche et directeur de cette thèse durant la première année, avant son départ à la retraite.

Je remercie ensuite Michel de Labachellerie pour avoir pris la responsabilité de reprendre la direction de cette thèse et pour m'avoir suivi tout au long de ce parcours en sachant m'apporter des suggestions qui ont permis de rendre ce travail aussi intéressant que possible.

Mes remerciements vont également à Sylwester Bargiel, co-directeur de cette thèse, qui m'a formé à l'utilisation d'un bon nombre d'appareillages et qui m'a accompagné sur différents terrains dans le cadre de déplacements professionnels.

À mes collègues Olivier Gaiffe et Nicolas Passilly, je tiens à adresser à chacun ma profonde gratitude pour leur implication dans ma formation et leur contribution essentielle à la qualité de ce travail. Je les remercie aussi infiniment de m'avoir apporté leur aide, particulièrement dans les périodes les plus délicates.

Je souhaite ensuite saluer toutes les personnes de l'institut FEMTO-ST qui ont participé, de près ou de loin, à la bonne réalisation de ce travail. Entre autres : Jean-Marc Cote, Ludovic Gauthier-Manuel, Marina Raschetti, Lilia Arapan, Stefania Oliveri et plus généralement l'ensemble du personnel de la centrale de technologie MIMENTO et de l'administration.

Enfin, je remercie vivement les membres du jury qui ont pris le temps d'évaluer ce travail de recherche, à savoir Véronique Bardinal et Manuel Flury en qualité de rapporteurs, ainsi que Andrea Lovera et Franck Chollet en tant qu'examineurs.

Ce manuscrit de thèse a aussi pu voir le jour grâce aux encouragements de certains collègues, camarades, amis et membres de ma famille que je tiens donc également à remercier.

Je pense premièrement à Thérèse Leblois qui s'est fortement investie dans le bon déroulement de ma thèse et qui a toujours su m'épauler en cas de besoin.

Je pense aussi à Magali Barthès pour sa sollicitude et ses conseils remplis de bienveillance.

À Fernando García Ramírez et Jean Kovchar, mes collègues de bureau et camarades doctorants de la première heure, je les remercie pour tous les bons moments que nous avons partagés.

Pour sa convivialité, nos discussions dans le laboratoire et nos sorties occasionnelles dans Besançon, je remercie chaleureusement Emmanuel Attal. Pour les mêmes raisons, je remercie Mark Anisimov, Louis Guyon de Montlivault et Marvin Tresse, qui ont permis d'égayer mon quotidien malgré leurs courts passages respectifs à FEMTO-ST en tant que stagiaires.

Sur un plan plus intime, je tiens à remercier mes amis proches, en particulier les frères Guillaume et Adrien Chevalier qui, n'ayant pas dérogé à la règle pendant mes années de thèse et depuis les bancs de l'école maternelle, m'ont toujours apporté leur soutien. Au même titre, je voudrais spécialement remercier Nina Motazedí pour les épisodes outre-atlantiques exceptionnels que nous vécus ensemble en période de vacances, mais aussi pour ses encouragements des plus sincères. J'aimerais aussi adresser mes plus tendres sentiments à Camille Mange, pour la persévérance admirable dont elle a dû faire preuve pour me supporter, entre autres lors de cette laborieuse période qu'a été la rédaction de ce manuscrit.

Enfin, mes remerciements les plus affectueux vont à ma famille : particulièrement à ma sœur Élise que j'aime et à mes parents Vincent et Marie-Claude Skora qui ont toujours fait leur possible pour me permettre de réussir ce que j'ai souhaité entreprendre dans ma vie.

# Table des matières

<b>Introduction générale</b>	<b>1</b>
<b>1 Techniques de fabrication de microlentilles réfractives plan-convexes</b>	<b>5</b>
1.1 Variétés, compositions, intérêts et défis de fabrication . . . . .	5
1.1.1 Microlentilles sphériques et asphériques . . . . .	5
1.1.2 Microlentilles asphériques sur-mesure . . . . .	8
1.1.3 Micro-axicons . . . . .	9
1.2 Procédés de fabrication de microlentilles réfractives plan-convexes . . . . .	10
1.2.1 Procédés de réplcation . . . . .	10
1.2.1.1 Embossage thermique . . . . .	10
1.2.1.2 Coulage . . . . .	12
1.2.1.3 Soufflage et succion du verre . . . . .	14
1.2.2 Procédés directs . . . . .	16
1.2.2.1 Refusion de résine photosensible . . . . .	17
1.2.2.2 Gonflage photo-chimique par lithographie à faisceau de protons . . . . .	19
1.2.2.3 Gonflage photo-thermique par photolithographie ou faisceau laser . . . . .	20
1.2.2.4 Mouillage par micro-jet d'encre à la demande de résine . . . . .	22
1.2.2.5 Photopolymérisation de résine par stéréolithographie . . . . .	22
1.2.2.6 Gravure par faisceau d'ions focalisés . . . . .	25
1.2.2.7 Photoablation par faisceau laser . . . . .	26
1.2.2.8 Gravure humide assistée par laser . . . . .	27
1.2.3 Bilan et discussion . . . . .	30

---

1.2.3.1	Comparaison des diverses techniques de fabrication de microlentilles . . . . .	30
1.2.3.2	Intérêt des techniques de gravure assistée par laser . . . . .	32
<b>Bibliographie du chapitre 1</b>		<b>34</b>
<b>2</b>	<b>La technique FLICE</b>	<b>42</b>
2.1	Description théorique . . . . .	42
2.1.1	Principes généraux . . . . .	42
2.1.2	Mécanismes impliqués dans l'irradiation laser . . . . .	44
2.1.3	Facteurs influant sur la vitesse de gravure . . . . .	48
2.1.4	Mécanismes expliquant une gravure facilitée dans les zones irradiées	49
2.2	Réalisations de microcomposants sur la Silice Fondue . . . . .	51
2.2.1	Composants micro-fluidiques & micro-optofluidiques . . . . .	51
2.2.2	Composants micro-mécaniques & micro-optomécaniques . . . . .	53
2.2.3	Systèmes MEMS et MOMS . . . . .	55
2.3	Autres matériaux transparents usinables par FLICE . . . . .	56
2.3.1	Matériaux cristallins . . . . .	56
2.3.2	Verres borosilicatés . . . . .	58
2.3.3	Verres alumino-borosilicatés . . . . .	60
<b>Bibliographie du chapitre 2</b>		<b>61</b>
<b>3</b>	<b>Développement d'une méthode de fabrication de microlentilles sur-mesures</b>	<b>69</b>
3.1	Méthode d'usinage FLICE . . . . .	69
3.1.1	Matériel à disposition . . . . .	69
3.1.1.1	Machine d'écriture FEMTOprint . . . . .	70
3.1.1.2	Objectifs d'écritures . . . . .	72
3.1.1.3	Banc de gravure . . . . .	76

3.1.2	Conception de stratégies d'usinage primaires . . . . .	76
3.1.2.1	Stratégies de gravure . . . . .	76
3.1.2.2	Stratégies d'écriture . . . . .	78
3.1.3	Choix des conditions expérimentales . . . . .	80
3.1.3.1	Conditions d'écriture . . . . .	80
3.1.3.2	Conditions de gravure . . . . .	81
3.1.4	Application de stratégies d'usinage primaires . . . . .	83
3.1.4.1	Essais préliminaires sur du BF33 . . . . .	83
3.1.4.2	Facteurs qualitatifs influant sur l'usinage . . . . .	89
3.1.5	Optimisation des stratégies d'usinage . . . . .	94
3.1.5.1	Influence des paramètres d'usinage sur la cinétique de gravure	94
3.1.5.2	Résultats de l'étude de l'état de surface . . . . .	99
3.2	Méthode de polissage par laser $CO_2$ . . . . .	101
3.2.1	Description de la technique . . . . .	102
3.2.1.1	Principes . . . . .	102
3.2.1.2	Avantages . . . . .	103
3.2.1.3	Stratégies et conditions de polissage . . . . .	103
3.2.2	Matériel et conditions expérimentales . . . . .	105
3.2.2.1	Essais exploratoires sur machine industrielle . . . . .	105
3.2.2.2	Montage sur-mesure . . . . .	106
3.2.3	Détermination expérimentale des paramètres de polissage . . . . .	107
3.2.3.1	Fenêtre de polissage . . . . .	107
3.2.3.2	Distance de recouvrement . . . . .	112
	<b>Bibliographie du chapitre 3</b>	<b>115</b>
<b>4</b>	<b>Réalisation de micro-axicons</b>	<b>117</b>
4.1	Intérêts et Objectifs . . . . .	117

4.2	Fabrication des composants . . . . .	118
4.2.1	Conception des composants . . . . .	118
4.2.2	Méthode de fabrication appliquée . . . . .	119
4.3	Caractérisation du profil des composants . . . . .	121
4.3.1	Caractérisations après usinage FLICE . . . . .	121
4.3.1.1	Fidélité de fabrication . . . . .	121
4.3.1.2	Etat de surface . . . . .	123
4.3.2	Caractérisations après polissage laser $CO_2$ . . . . .	124
4.3.2.1	Fidélité de fabrication . . . . .	124
4.3.2.2	État de surface . . . . .	129
4.4	Caractérisation optique des composants . . . . .	130
4.4.1	Méthodologie . . . . .	130
4.4.1.1	Matériel . . . . .	130
4.4.1.2	Critères de caractérisation . . . . .	131
4.4.2	Caractéristiques des faisceaux et ses implications . . . . .	133
4.4.2.1	Distance de démarrage . . . . .	133
4.4.2.2	Distance d'extinction $Z_{max}$ . . . . .	134
4.4.2.3	Symétrie du lobe central . . . . .	135
4.4.3	Discussion . . . . .	136
	<b>Bibliographie du chapitre 4</b>	<b>137</b>
	<b>Conclusion générale</b>	<b>138</b>
	<b>Annexe 1</b>	<b>144</b>

# Table des figures

1.1	Schématisation d'une lentille réfractive plan-convexe sphérique et ses paramètres dimensionnels. . . . .	6
1.2	Transformation par un axicon d'un faisceau Gaussien en un quasi-faisceau de Bessel. Avec $W_0$ la largeur du faisceau Gaussien incident, $\alpha$ l'angle d'apex, $Z_{max}$ la longueur du faisceau de Bessel. Tiré de [17]. . . . .	9
1.3	(a) Étapes de fabrication d'un moule concave sphérique par gravure isotrope de Si. (b) Cliché MEB de la matrice de microlentilles obtenue après embossage d'une couche de PMMA. Tiré de [27]. . . . .	11
1.4	Cliché MEB de microlentilles en verre réalisées par embossage thermique. Tiré de [31]. . . . .	11
1.5	(a) Matrice hémisphérique en aluminium permettant la création de moules en PDMS destinés à la réplique par coulage de résine epoxy. (b) Écart entre le profil théorique et le profil expérimental de la matrice de microlentilles concaves en aluminium fabriquée par tournage au diamant. Tiré de [33]. . . . .	13
1.6	(a) Principe de coulage de sol-gel pour la fabrication de matrice de microlentilles en verre. (b) Principe du procédé sol-gel impliqué. Tiré de [37]. . . . .	14
1.7	(a) Organigramme du procédé de fabrication de lentilles associant la refusion et la succion du verre. (b) Photographie des matrices réalisées. (c) Distribution de l'indice de réfraction mesuré sur le profil d'une lentille en BF33 fabriquée par refusion thermique et succion. Tiré de [39]. . . . .	15
1.8	Micro-axicons réalisés en verre par refusion thermique et soufflage. (a) Schématisation du principe. (b) Photographie macroscopique de la matrice réalisée. Tiré de [17]. . . . .	16
1.9	(a) Organigramme du procédé classique de fabrication de microlentilles sphériques par refusion thermique : 1. structuration par photolithographie, 2. îlots cylindriques résultants, 3. microlentilles obtenues après refusion. Tiré de [40]. (b) Cliché MEB de microlentilles réalisées par refusion de résine. Tiré de [41]. . . . .	17

---

1.10	Organigramme du procédé de fabrication impliquant le préformage de la résine par laser (deuxième étape). Tiré de [44]. . . . .	18
1.11	Principe de transfert par RIE d'un motif de résine sur son support en verre. Tiré de [45] . . . . .	18
1.12	Étapes de mise en forme de microlentilles en PMMA par gonflage assisté par faisceau de protons. Tiré de [52]. . . . .	19
1.13	Cliché MEB de microlentilles en PMMA réalisées par gonflage assisté par faisceau de $H^+$ . Tiré de [53]. . . . .	20
1.14	(a) Principe de gonflage photothermique. Tiré de [55]. (b) Cliché MEB d'une matrice de microlentilles (diamètre = 400 $\mu\text{m}$ , flèche = 20 $\mu\text{m}$ ) obtenue par gonflage photothermique. Tiré de [54]. . . . .	21
1.15	Principe de photo-dilatation permettant la formation directe de microlentilles quasi-sphériques. Tiré de [56]. . . . .	21
1.16	Microlentilles sphériques réalisées par dépôt de micro-gouttes de résine. (a) Etapes du procédé de fabrication. (b) Clichés au microscope optique d'une lentille réalisée. (c) Profil de la lentille. Tiré de [62]. . . . .	23
1.17	Microlentilles en résine réalisées par stéréolithographie DLP. (en haut) Cliché MEB d'une matrice de microlentilles sphériques aux dimensions mixtes. (en bas) Profils des microlentilles associés. Tiré de [67]. . . . .	24
1.18	Exemples de systèmes optiques en résine fabriqués par stéréolithographie 2PP. (a) Objectif composé d'un empilement de trois microlentilles différentes. Tiré de [74]. (b) Agrandisseur de faisceau à un étage. (c) Agrandisseur de faisceau à plusieurs étages. Tiré de [15]. . . . .	24
1.19	Lentilles réfractives-diffractives fabriquées par FIB à différentes étapes de fabrication. Tiré de [83]. . . . .	25
1.20	Micro-axicons en $LiNbO_3$ fabriqués par FIB. (a) Cliché MEB de la série de micro-axicons fabriqués selon différentes dimensions. (b) Topographie d'un des micro-axicons fabriqués. (c) Profils transversaux associées aux différents micro-axicons fabriqués. Tiré de [84]. . . . .	26
1.21	Matrice de micro-axicons en verre réalisés par ablation laser femtoseconde et polissage au laser $CO_2$ . (a) Étapes du procédé de fabrication. (b) Profil transversal de la matrice obtenue, avant et après polissage. Tiré de [89]. . .	27

1.22	(a) Principe du procédé de fabrication d'une microlentille sphérique en Fofuran® par gravure assistée par laser. (b-d) Clichés au microscope optique, vu du dessus, de la lentille : (b) après écriture laser, (c) après gravure dans le HF, (d) après traitement thermique de lissage. (e) Cliché MEB de la lentille, vue de dessus, après lissage, (f) Topographie de la lentille après lissage. (g) Profil de lumière au plan focal de la lentille. Barres d'échelle : 50 µm. Tiré de [5]. . . . .	28
1.23	Étapes de fabrication d'une microlentille sphérique par gravure humide assistée par laser femtoseconde sur la Silice Fondue : (a) écriture laser, (b) gravure dans HF, (c) polissage au chalumeau oxyhydrogène. Tiré de [96]. . . . .	29
1.24	Clichés photographiques de deux types de composants sur-mesure en bout de fibre optique fabriqué par technique FLICE suivi d'un polissage à la flamme HHO. Tiré de [98]. . . . .	30
2.1	Étapes intervenant dans la technique FLICE. (a) L'irradiation ou « écriture » par le faisceau laser femtoseconde. (b) La gravure chimique en milieu aqueux. (c) Le résultat après gravure. Tiré de [2]. . . . .	43
2.2	Diagramme représentant le phénomène d'absorption multiphotons. $E_g$ , correspond au gap d'énergie permettant le passage d'un électron d'un état stable à un état ionisé. L'absorption multiphotons se produit lorsque l'énergie de plusieurs photons ( $h\nu$ ) s'additionne et dépasse le gap $E_g$ . . . . .	44
2.3	Représentation d'un régime d'irradiation décrit par la succession de plusieurs impulsions fournies par un laser femtoseconde. Les impulsions sont caractérisées par leur énergie et leur durée. Leur espacement dans le temps est décrit par le taux de répétition. . . . .	46
2.4	(a) Régime non-cumulatif : le matériau retrouve sa température initiale entre deux impulsions. (b) Régime cumulatif pour lequel la température du matériau augmente à chaque impulsion. . . . .	46
2.5	Graphique représentant les différents types de modifications structurelles possible du FS, en fonction de l'énergie et de la durée d'impulsion, pour un taux de répétition de 500 kHz. Tiré de [5]. . . . .	47
2.6	(a) Vue en coupe d'une structure de type « nanogratings » formée dans le volume focal. E est la polarisation du laser et k son vecteur d'onde. Tiré de [12]. (b) Représentation schématique 3D de la structure observée. Tiré de [13]. . . . .	48

2.7	(a) Principe de l'expérience d'écriture selon différents paramètres. Tiré de [18]. (b) Clichés MEB de lignes d'écriture de largeur 1 $\mu\text{m}$ après gravure, réalisées selon une polarisation $\vec{E}$ : (à gauche) parallèle à la direction d'écriture $\vec{S}$ , (à droite) perpendiculaire à la direction d'écriture $\vec{S}$ . Les lignes sont réalisées 65 $\mu\text{m}$ sous l'interface air-verre, puis exposées à la surface. Les tranchées correspondent aux nano-plans gravés par la surface. Tiré de [12].	49
2.8	Clichés MEB d'une section transversale d'un substrat de verre dans lequel on observe des nano-plans exposés en surface. (a) Vue d'ensemble de la LAZ. (b),(c) Grossissement sur la partie « tête » avec mise en évidence de nano-plans poreux. Tiré de [20]. . . . .	50
2.9	Composant micro-fluidique destiné au tri de cellule par focalisation hydro-dynamique 2D. Tiré de [35]. (a) Représentation schématique. (b) Vue au microscope optique. (c) Vue du dispositif en fonctionnement avec l'effet de focalisation généré (barre d'échelle : 100 $\mu\text{m}$ ). . . . .	52
2.10	(a) Représentation graphique d'un composant micro-optofluidique de type laboratoire-sur-puce destiné au tri cellulaire par piégeage optique. Tiré de [43]. Schéma d'un composant micro-optofluidique intégrant une microlentille sphérique et un système de micro-canaux fluidiques. Tiré de [45]. . . . .	52
2.11	Laboratoire-sur-fibre composé d'une micro-cavité fluide jouant le rôle d'un interféromètre Fabry-Pérot. (a) Schématisation du système. (b) Vue au microscope optique du dispositif usiné. Tiré de [48]. . . . .	53
2.12	Pièces, mécanismes et structures réalisés en FS par FLICE, tiré de [59]. (a) Cliché MEB d'un ressort. (b) Cliché MEB d'un mécanisme de Genève. (c) en haut, schématisation d'une chaîne flexible de type joints à rotules; en bas, cliché MEB de la chaîne. . . . .	54
2.13	Miroir à cardan accordable par laser. À gauche, rendu visuel CAO. À droite, équivalent cinématique. Tiré de [68]. . . . .	54
2.14	Principe d'actionnement d'un MEMS de type peigne interdigité fabriqué en verre recouvert d'ITO. Tiré de [70]. . . . .	55
2.15	(a) Microsystème MOMS à rotateur optique confiné. Les 2 pièces sont en FS. Le rotateur a une largeur et une hauteur de 10 $\mu\text{m}$ . Tiré de [74]. (b) Images vidéo (30 images/s) d'un rotateur actionné par un faisceau laser de 4 W, focalisé par un objectif $\times 100$ . Tiré de [73]. . . . .	56

2.16	(a) Disque de saphir usiné par FLICE. Tiré de [81]. (b) Canaux microfluidiques enterrés dans du quartz, orientés selon différents angles par rapport à l'axe C, vus de haut par microscope optique (à droite). Une représentation schématique (à gauche). Tiré de [82]. . . . .	57
2.17	Géométries sur-mesure (cannelures, hémisphères concaves) réalisées par FLICE en BF33. Tiré de [91]. . . . .	59
3.1	(a) Principe du système d'écriture de la machine FEMTOprint, vu en coupe. Photographies du système, (b) sans support de serrage où l'on distingue la platine creuse et l'objectif d'écriture, (c) avec son support de serrage sur lequel est monté un substrat de verre. . . . .	70
3.2	Représentation du phénomène d'aberration sphérique du dioptré plan. . . .	73
3.3	Photographie du banc de gravure ouvert. Il contient des billes flottantes anti-évaporation et deux récipients différents remplis d'une solution aqueuse de KOH. . . . .	76
3.4	Les deux grands types de stratégies de gravure pour réaliser, dans cet exemple, une cavité cubique. (a) Écriture et gravure complète du volume superflu. (b) Écriture et gravure des contours du volume superflu. . . . .	77
3.5	Représentation des 2 étapes génériques d'usinage, dans le cas de la réalisation d'une lentille plan-convexe. . . . .	78
3.6	Différents motifs de balayage possible pour l'écriture quasi-continue d'une surface plane. . . . .	78
3.7	Possibilités d'écriture selon l'orientation des surfaces. (a) Les motifs d'écriture sont impossibles. Notons que le motif de droite (lignes horizontales) est impossible de bas en haut (flèche bleue) mais il est possible de haut en bas. (b) Les motifs d'écriture sont possibles. Ils seraient aussi possible sur des plans inclinés. . . . .	79
3.8	(À gauche) Illustration CAO du dispositif conçu pour le maintien à la verticale des échantillons en verre. Une plaquette en verre carrée peut être maintenue entre la mâchoire fixe de gauche et l'une des deux mâchoires mobiles de droite. (À droite) Photographie du récipient en PP contenant le support-étau en TEFLON et rempli de la solution de KOH. . . . .	83
3.9	Libération du capot le plus simple entourant une lentille plan-convexe sphérique. . . . .	84

3.10	Stratégies d'écriture (a) des contours du capot sous forme de cercles superposés écrit de haut en bas (b) de la surface convexe de la lentille sous forme de cercles concentriques, également du haut vers le bas. . . . .	85
3.11	Clichés au microscope optique, vu du dessus, en grossissement $\times 5$ et en réflexion, de lentilles fraîchement écrites (avant gravure humide) à (a) 0 $\mu\text{m}$ , (b) -5 $\mu\text{m}$ , (c) -10 $\mu\text{m}$ , (d) -15 $\mu\text{m}$ , (e) -20 $\mu\text{m}$ . Barre d'échelle 500 $\mu\text{m}$ . . . . .	86
3.12	Clichés au MEB des lentilles gravées et préalablement écrites à 0 $\mu\text{m}$ , -5 $\mu\text{m}$ , -10 $\mu\text{m}$ et -20 $\mu\text{m}$ . Barre d'échelle 500 $\mu\text{m}$ . . . . .	87
3.13	Schéma, en coupe, de la surface à découper pour réaliser un micro-axicon. . . . .	89
3.14	(a) Cliché MEB d'un des micro-axicons de 500 $\mu\text{m}$ de diamètre d'angle d'apex de $5^\circ$ . « D.É. » correspond à la direction d'écriture FLICE. (b) Topographie de ce micro-axicon obtenue par profilométrie optique à lumière blanche après polissage de la surface par laser $CO_2$ . Facteur d'échelle en Z : $\times 20$ . Étendue de la surface : $886 \times 662 \mu\text{m}^2$ . (c) Coupe passant par la pointe du micro-axicon selon la direction d'écriture. (d) Coupe passant par la pointe dans la direction perpendiculaire à l'écriture. . . . .	90
3.15	(a) Topographie, vue de haut, d'un micro-axicon sur laquelle est schématisée deux coupes selon des angles de $0^\circ$ et $90^\circ$ autour de l'axe de révolution, notées [A] et [B]. L'angle de référence ( $0^\circ$ ) est orienté dans la direction de l'écriture FLICE, notée « D.É. ». (b) Tracés des profils obtenus de l'extraction des deux coupes [A] et [B] associés à leurs courbes d'approximation d'ordre 1 et d'ordre 2 respectives. . . . .	91
3.16	(a) En fonction de l'angle de révolution, l'écart quadratique moyen (RMSE) pour une approximation d'ordre 1 (en bleu) et pour une approximation d'ordre 2 (en rouge). (b) En fonction de l'angle de révolution, l'angle d'apex estimé (en trait plein). La moyenne arithmétique des angles d'apex, calculée à $5,77^\circ$ , est affichée (en tirets) pour visualiser la dispersion. . . . .	92
3.17	Schématization, vue en coupe, du processus de gravure d'un micro-axicon à un temps $t_1$ puis un temps $t_2$ . La coupe est prise comme la direction de l'écriture. . . . .	93
3.18	Définition des 3 différents paramètres d'usinage à étudier : (a) le pas d'usinage, (b) le pas de fragmentation du capot, (c) la distance d'arrêt. . . . .	95
3.19	Suivi de la gravure de chaque structure-test (cavités de 600 $\mu\text{m}$ de côté), triés par ordre croissant selon le temps de libération du capot. . . . .	97
3.20	Diagramme de Pareto et diagrammes des effets normalisés. . . . .	98

3.21	Rugosité RMS selon la direction perpendiculaire à l'écriture pour chaque cavité en fonction du temps de sur-gravure (temps passé après libération du capot). Légende : [pas d'usinage ( $\mu\text{m}$ ) - distance d'arrêt ( $\mu\text{m}$ ) - pas de fragmentation ( $\mu\text{m}$ )]. . . . .	100
3.22	Évolution de la profondeur d'absorption du FS en fonction de la température, à différentes raies spectrales d'un laser $CO_2$ . Tiré de [19]. . . . .	102
3.23	(a) Évolution de la viscosité et de la pression de vapeur associée au FS. (b) Évolution de la viscosité et de la pression de vapeur associée au BF33. Tirés de [19] . . . . .	105
3.24	(a) Principe de balayage en trame réalisé pour le polissage d'une lentille de test sphérique. Vu de haut. (b) Cliché MEB d'une lentille de test sphérique usinée en BF33 (diamètre 1,89 mm, rayon de courbure 4,19 mm) avant polissage. (c) Même lentille après polissage au moyen d'une machine commerciale de marquage laser $CO_2$ (Epilog Mini 24). La puissance laser $CO_2$ a été réglée à 20 % de 30 W pour un spot de 200 $\mu\text{m}$ , le pas de balayage unidirectionnel a été fixé à 100 $\mu\text{m}$ . . . . .	106
3.25	Schématisation simplifiée du banc de polissage monté dans notre laboratoire.	107
3.26	(à gauche) Topographie d'une cavité ayant subi une irradiation statique durant 250 ms à 4,95 W selon un spot de diamètre 250 $\mu\text{m}$ (largeur à mi-hauteur). (à droite) Le profil de rugosité obtenu sur la section tracée en tirets. . . . .	108
3.27	(à gauche) Topographie d'une cavité ayant subi 3 irradiations statiques pour des puissances laser de 5,70, 5,85 et 6,00 W. (à droite) Les profils d'ondulation obtenus sur les sections tracées en tirets. . . . .	109
3.28	Principe de l'expérience, vu de haut. Le spot laser $CO_2$ est balayé sur le fond d'une cavité usinée par FLICE selon un trajet rectiligne à une vitesse de 2 mm/s et à puissance fixe. Le balayage démarre et s'arrête à plusieurs dizaines de microns des bords de la cavité. . . . .	109
3.29	Topographie à l'échelle $\times 20$ d'une cavité doublement balayée selon 2 puissances : en haut de 5,55 W et en bas 5,70 W. Le sens de balayage est indiqué par les flèches en rouge. La direction d'écriture FLICE (D.É.) est indiquée en jaune. La rugosité RMS est mesurée selon plusieurs tronçons de 100 $\mu\text{m}$ représentés en tirets blancs, dans la direction du balayage du laser $CO_2$ . . .	110

3.30	En bleu, évolution en fonction de la puissance laser appliquée de la rugosité RMS moyenne mesurée le long de la ligne de balayage laser CO <sub>2</sub> (cut-off de 10 μm). En rouge, évolution de la profondeur de la tranchée formée (profondeur pic-à-pic mesurée sur le profil perpendiculaire à la direction de balayage du laser CO <sub>2</sub> ). . . . .	111
3.31	Topographies, vues de haut, de cavités irradiées de gauche à droite selon (a) 2 passages avec un recouvrement de 200 μm, (b) 3 passages avec un recouvrement de 150 μm. (c) Profil d'ondulation relevé selon la direction transversale au balayage laser CO <sub>2</sub> (décrite par le trait jaune en (b)) dans le cas de 3 passages avec un recouvrement de 150 μm. Les flèches en rouges représentent les balayages effectués. . . . .	112
3.32	Principe du balayage en X puis Y. . . . .	113
3.33	Topographie à l'échelle ×5 d'une cavité balayée par cinq passages consécutifs en X puis Y à une vitesse de 2 mm/s selon une puissance de 5,55 W. (a) Mesures de rugosité RMS selon différents tronçons en X. (b) Mesures de rugosité RMS selon différents tronçons en Y. . . . .	113
4.1	(a) Schématisation de la mise en forme d'un faisceau collimaté par un axicon idéal (en haut) et idéalement tronqué (en bas) avec le décalage $\delta$ sur le démarrage impliqué. (b) Schématisation de la mise en forme d'un faisceau gaussien collimaté par un axicon idéal (en haut) et par un axicon réel dont la pointe est arrondie (en bas). Tiré de [1]. . . . .	118
4.2	Schématisation du micro-axicon de 500 μm de diamètre inséré dans une cavité de 1500×1500×55 μm <sup>3</sup> . Les bords verticaux sont éloignés d'au moins 500 μm des contours de l'axicon. . . . .	119
4.3	Stratégie d'écriture employée pour les surfaces d'accès verticales dans le cas d'un micro-axicon inséré dans une cavité. . . . .	120
4.4	Clichés MEB d'un micro-axicon MA2 après usinage FLICE. . . . .	121
4.5	(a) Profil extrait d'un des micro-axicons MA1 selon la direction 90° par rapport à l'écriture FLICE. (b) Même profil avec son approximation en rouge par l'équation 4.1 . $R_c$ estimé à 28,2 μm sur [-100 - 100] μm. $\alpha$ est estimé à 5,12 ° sur [-200 - 200] μm. . . . .	123

4.6	(a) Pour une coupe à 90° d'un micro-axicon MA2, profil extrait et la forme nominale obtenue par l'approximation de l'équation 4.1. (b) de haut en bas : profil primaire [P], profil d'ondulation [W] (cut-off de 30µm) et profil de rugosité [R]. . . . .	124
4.7	(a) Clichés à la loupe binoculaire d'un micro-axicon MA1 avant polissage (en haut) et après polissage (en bas). (b) Clichés MEB du même micro-axicon avec un grossissement ×50 (en haut) et un grossissement ×150 (en bas). L'axicon grossi en ×150 apparaît flou car la surface est lisse. . . . .	125
4.8	(en haut) Topographies 3D de MA1 et MA2 après polissage et de l'AX125. Étendue de la surface : 886×662 µm <sup>2</sup> . Facteur d'échelle ×20. (en bas) Profils selon les coupes prises à 0° et 90°. . . . .	125
4.9	Distribution de l'angle d'apex en fonction de 36 coupes radiales. Les moyennes sont tracées en tirets noirs. . . . .	127
4.10	Distribution de la RMSE d'ordre 1 (RMSE1 en bleu) et d'ordre 2 (RMSE2 en rouge) en fonction des 36 coupes radiales sélectionnées (calcul sur 200 µm de longueur) pour chacun des composants MA1, MA2 et AX125 mais aussi MA0 repris de la figure 3.15. . . . .	128
4.11	(a) Tracé de l'erreur de forme de nos composants MA1, MA2 et AX125. (b) Tracé de l'erreur de forme des composants « LF1 », « LF2 » (fabriqués par ablation laser suivie d'un polissage au laser CO <sub>2</sub> ) et d'un axicon de précision commercial, publié dans l'article de <i>Dudutis et al.</i> [2]. . . . .	128
4.12	Schématisation du système sur-mesure pour la construction en 3D de l'intensité lumineuse de faisceaux optiques. Dans cet exemple, l'échantillon testé est une lentille convergente. On y retrouve un extenseur de faisceau avec filtrage spatial (BE) , une lame demi-onde ( $\lambda/2$ ), un polariseur (P), des miroirs (M1 et M2), un objectif de microscope (MO) et une lentille tube (TL). Tiré de [6]. . . . .	131
4.13	Représentation 3D de la distribution en intensité d'un faisceau de quasi-Bessel se propageant selon l'axe Z. Tiré de [7]. . . . .	132
4.14	(en haut) : sections transversales (XY) du faisceau prises à plusieurs distances de la pointe. On observe sur ces sections un noyau central (associé au pic central très intense) parfois entouré d'anneaux concentriques peu intenses. (en bas) : une section longitudinale (YZ). . . . .	133

4.15	Pour chacun des composants testés : (en haut) distribution d'intensité d'une section longitudinale (YZ). L'intensité est normalisée afin de pouvoir visualiser l'entièreté de la propagation des faisceaux ; au milieu : profil d'intensité longitudinal sur l'axe OZ ; (en bas) profil du diamètre du lobe central évalué selon la coupe (YZ). . . . .	134
4.16	Évolution de l'ellipticité $\epsilon$ du lobe central du QFB généré par MA1 et MA2.	135
17	Profils extraits à chaque étape du protocole décrit par la norme <i>ISO 3274</i> , appliqué dans le cas d'un micro-axicon. (a) Profil brut et forme nominale, (b) profil primaire [P], (c) profil d'ondulation [W], (d) profil de rugosité [R].	146

# Liste des tableaux

1.1	Aptitudes et inconvénients des procédés de fabrication de microlentilles . . .	31
3.1	Dimensions simplifiées des LAZ pour chacun des objectifs d'écriture disponibles, valables pour le FS et le B33 à une profondeur de 1 mm. Données fournies par FEMTOprint. . . . .	72
3.2	Dimensions simplifiées des LAZ calculées pour un faisceau Gaussien parfait ( $D_G$ , $H_G$ ) comparées aux dimensions fournies par FEMTOprint ( $D_m$ , $H_m$ ). 73	73
3.3	Longueurs de la ligne de focalisation suivant Oz pour une profondeur de focalisation $\overline{OA_0}$ de 1 mm. $\delta L_{AS}$ est la contribution de l'aberration sphérique seule. $H_{Tot}$ est la somme des 2 contributions à la longueur de la ligne focale suivant Oz. Les données FEMTOprint correspondent aussi à une profondeur de focalisation de 1 mm. . . . .	74
3.4	Paramètres d'écriture associés aux objectifs disponibles et du matériau à usiner. Données fournies par FEMTOprint. . . . .	81
3.5	Valeurs des paramètres d'usinage (ou facteurs) associés aux 9 configurations de cavités destinées à notre plan d'expérience factoriel complet. . . . .	95
4.1	Valeurs moyennes, écart-types et étendues de l'angle d'apex $\alpha$ et le rayon de courbure de la pointe $R_c$ associés aux trois types de composants mesurés (MA1, MA2 et AX125). Valeurs calculées selon 36 coupes radiales extraites des topographies. . . . .	126
4.2	Valeurs moyennes, écart-types et étendues de la rugosité RMS ( $R_q$ ) et de l'ondulation RMS ( $W_q$ ) associés aux trois types de composants mesurés (MA1, MA2 et AX125). Valeurs calculées selon 8 coupes radiales extraites des topographies . Le cut-off appliqué pour l'estimation de ces valeurs est de 10 $\mu\text{m}$ . . . . .	129

# Introduction générale

## Préambule

Les microcomposants optiques sont des structures à échelle réduite destinées à mettre en forme la lumière. Leurs dimensions varient typiquement de quelques microns à un millimètre. On les retrouve dans les organes de vision de certains animaux comme les yeux à facettes des arthropodes par exemple. Ils peuvent être également fabriqués artificiellement par l'Homme comme éléments constitutifs de systèmes optiques miniaturisés et sont aujourd'hui utilisés dans un grand nombre de domaines applicatifs impliquant des enjeux sociétaux : la médecine, la défense, les télécommunications ou l'industrie. Nous les retrouvons, entre autres, dans les sondes endoscopiques destinées à des examens médicaux ou dans des capteurs optiques de mesure industrielle. Au quotidien, on peut les apercevoir dans les caméras de nos téléphones et ordinateurs portables. Leur essor s'explique par la nécessité de réaliser des systèmes de vision performants et miniatures : par exemple, une exploration *in vivo* du cœur humain peu invasive nécessite de s'appuyer sur une sonde plus petite que les artères par lesquelles elle sera acheminée. Les microcomposants optiques jouent donc un rôle clé puisque ce sont leurs performances optiques couplées à leur degré de miniaturisation qui fixent les limitations du système optique. Dans ce contexte, leur fabrication se doit d'être la plus précise et fidèle possible.

On peut classer les microcomposants optiques en trois grandes catégories : les composants réfléchissants, diffractifs et réfractifs. Les microcomposants optiques réfléchissants ou réfractifs utilisent des surfaces tridimensionnelles continues permettant de modifier la propagation de lumière selon les lois de l'optique géométrique. Les microlentilles plan-convexes, qui font l'objet de ce travail de thèse, en sont l'exemple le plus courant. De leur côté, les microcomposants optiques diffractifs mettent en forme la lumière en faisant interférer des ondes lumineuses. Ils sont constitués de structures périodiques réalisées par la modulation de l'indice de réfraction (modulation de phase) ou de la transmission (modulation d'amplitude).

Contrairement à leurs homologues macroscopiques qui sont majoritairement réalisées en verre par des techniques de rodage/polissage, les microlentilles réfractives plan-convexes sont historiquement fabriquées en polymères organiques. Cela s'explique par la difficulté, à l'échelle du micron, de mettre en forme le verre (verre de silice). Dans les faits, on parvient avec une plus grande facilité et dans des quantités supérieures avec un coût moins élevé à fabriquer ces composants en polymères organiques. Néanmoins, cela présente un inconvénient car les polymères sont des matériaux plastiques dont les propriétés de

résistance mécanique, chimique et surtout thermique sont moins intéressantes que celles du verre. Cet aspect est mis en jeu pour des applications où les microcomposants doivent résister à des conditions d'environnement sévères (en particulier des hautes températures). La mise au point de procédés de fabrication de microlentilles en verre est donc un enjeu important.

Par le passé, plusieurs techniques ont été proposées à ces fins, comme celles utilisant la refusion thermique du verre. Néanmoins, celles-ci ne permettent de réaliser que des microlentilles dont le profil convexe est sphérique, ce qui constitue un frein en termes applicatif. En effet, les microlentilles sphériques sont moins performantes à grande ouverture et/ou à grand champ (configuration favorisée par la miniaturisation des systèmes optiques) car elles génèrent des défauts optiques tels que les aberrations sphériques. Ce genre de défauts est en général compensé en assemblant plusieurs microlentilles ou en les associant avec d'autres éléments optiques, de manière similaire aux lentilles sphériques macroscopiques dans les objectifs d'appareils photographiques par exemple. Mais nous comprenons que cette solution n'est envisageable que pour des systèmes dont les contraintes de miniaturisation ne sont pas trop strictes.

Dans ces conditions, il est donc préférable de mettre en forme des microlentilles dites « asphériques » (non-sphériques) dont la géométrie peut être librement paramétrée, c'est-à-dire « sur-mesure » ou « free-form » en anglais. Ce type de lentille a le potentiel de corriger les aberrations optiques mais permet plus généralement d'envisager la mise en forme d'ondes lumineuses selon un profil d'intensité à façon. La mise au point d'un procédé de fabrication de microlentilles sur-mesure en verre a donc un potentiel important en termes d'applications et constitue un objectif intéressant à atteindre que ce travail de thèse a visé.

Les travaux antérieurs ayant poursuivi cet objectif ont essentiellement exploré des procédés reposant sur des techniques d'usinage de surface par enlèvement de matière suivi d'un polissage additionnel. Par exemple, on retrouve l'usinage par ablation laser qui permet dans un premier temps de réaliser une ébauche dont la surface, rugueuse, doit être polie pour atteindre une qualité optique. Dans ce cas de figure, la rugosité obtenue après l'étape d'usinage est relativement élevée et requiert un polissage important responsable de la perte de fidélité de fabrication et donc indirectement les performances optiques des composants.

Dans la littérature, on retrouve également la technique d'usinage du verre connue sous le nom de « FLICE », pour « Femtosecond Irradiation Followed by Chemical Etching » en anglais, soit « gravure humide assistée par laser femtoseconde ». Cette technique, qui repose sur une irradiation préalable par laser femtoseconde du matériau à graver par voie humide, permet de « sculpter » avec précision une structure 3D dans un substrat de verre. Utilisée dans de nombreux contextes comme la réalisation de dispositifs microfluidiques ou de microsystèmes électro-mécaniques (MEMS), elle offre des perspectives

uniques. En termes d'intégration, elle permet la réalisation de systèmes monolithiques du fait de son aptitude à usiner le verre de l'intérieur (c'est-à-dire dans le volume). Lorsqu'elle est combinée à une étape de polissage de surface, elle a aussi démontré son aptitude à façonner des microlentilles à géométrie sphérique. Par conséquent, on peut imaginer la possibilité d'obtenir des microlentilles sur-mesure pouvant être intégrées dans des systèmes optiques complexes et monolithiques, tel qu'un empilement de lentilles ou un microsystème opto-électro-mécaniques (MOEMS).

## Objectifs de cette thèse

Par les perspectives que la technique FLICE nous suggère, ce travail de thèse s'est attaché à développer un procédé de fabrication de microcomposants optiques sur-mesure en verre exploitant la technique FLICE.

Si quelques études antérieures ont abordé l'utilisation de cette technique pour la fabrication de microlentilles, aucune n'a dévoilé le détail de leur méthode de fabrication et aucune ne s'est penchée sur la réalisation de microlentilles sur-mesure avec des contraintes fortes en termes de fidélité de profil et d'état de surface. Dans ce cadre, ce travail de thèse vise à élaborer une méthode optimale permettant de réaliser des microlentilles sur-mesure avec un minimum de décalage par rapport au modèle ciblé (haute fidélité de fabrication) ainsi qu'une rugosité et une ondulation de surface aussi faibles que nécessaire. Concernant la rugosité, nous proposerons de nous appuyer sur un polissage par recuit de surface réalisé à l'aide d'un laser infrarouge (laser  $CO_2$ ).

La première étape de ce travail consistera donc à étudier et expérimenter diverses stratégies d'usinage FLICE et de polissage laser  $CO_2$  afin de retenir les plus efficaces selon nos objectifs ciblés de profils et de qualité de surface. Cette démarche sera adoptée pour deux types de verre : la Silice Fondue (FS) et un verre borosilicaté dit « Borofloat® 33 » (BF33). Il s'agira ensuite de réaliser un démonstrateur qui permettra, par l'évaluation de sa fidélité de fabrication et de ses performances optiques, de valider ou non la pertinence du procédé proposé. Ce démonstrateur sera un micro-axicon plan-convexe, c'est-à-dire une microlentille conique qui nécessite une bonne fidélité pour différentes fréquences spatiales et constitue par conséquent un composant propice à la validation de notre procédé.

## Plan du manuscrit

Le présent manuscrit de thèse est composé de 4 chapitres qui s'articulent comme suit :

- Le **chapitre 1** est une synthèse bibliographique portant sur les techniques de fabrication des microlentilles réfractives plan-convexes. Dans un premier temps, différents types de microlentilles sont décrits ainsi que leurs intérêts afin d'illustrer l'importance de la mise au point de procédés de fabrication de profils sur-mesure. Ensuite, les différents procédés de fabrication de microlentilles plan-convexes développés jusqu'à aujourd'hui sont passés en revue, en insistant sur ceux qui permettent la réalisation de profils sur-mesure et/ou en verre. Enfin, un bilan sur les avantages et inconvénients de ces procédés de fabrication est effectué, afin de souligner les perspectives intéressantes qu'offrent les techniques de gravure assistées par laser - et en particulier la technique FLICE.
- Le **chapitre 2** présente un état de l'art portant sur la technique FLICE. Il commence par décrire son principe général et les mécanismes physiques qui y sont associés. Dans ce cadre, il synthétise les informations obtenues permettant de maîtriser la technique et sur lesquelles nos travaux se sont appuyés. Par la suite, il passe en revue les différents types de réalisations effectuées ainsi que les différents matériaux s'avérant usinables afin de comprendre en détails les perspectives uniques qu'offre la technique FLICE pour la fabrication de microcomposants optiques sur-mesure en verre.
- Le **chapitre 3** présente notre travail de développement d'une méthode dite « générique » de fabrication de microlentilles plan-convexes par le procédé que nous proposons. Dans la première partie, dédiée à l'usinage FLICE, une présentation du matériel à disposition est décrit puis la démarche adoptée pour déterminer les stratégies d'usinage optimales à partir de structures de test en FS ou en BF33 est détaillée. Dans la deuxième partie, dédiée au polissage au laser  $CO_2$ , la démarche qui nous a permis de déterminer une stratégie de polissage optimale est détaillée de manière analogue.
- Le **chapitre 4** présente finalement notre travail de fabrication et de caractérisation d'un démonstrateur en FS. Il détaille la conception et la procédure de fabrication de composants optiques de type micro-axicons. Il décrit ensuite l'analyse des résultats des caractérisations morphologiques et optiques complètes des composants et présente les conclusions tirées quant à la fidélité de fabrication et les performances optiques obtenus. Finalement il conclut sur les avantages et inconvénients de notre procédé permettant de le situer par rapport à l'état de l'art.

# Techniques de fabrication de microlentilles réfractives plan-convexes

Ce chapitre aborde les différentes variétés de microlentilles réfractives plan-convexe. Nous détaillerons leurs intérêts ainsi que leurs complexités respectives en termes de fabrication, surtout lorsqu'elles sont en verre. Par la suite, nous passerons en revue les procédés de fabrication existants à ce jour. Dès que possible, nous détaillerons les procédés capables de réaliser des profils sur-mesure et/ou dans le verre. Finalement, nous mettrons l'accent sur l'un d'entre eux, basé sur la technique FLICE, que nous allons démontrer être le plus prometteur quant à la réalisation de microlentilles à profil sur-mesure.

## 1.1. Variétés, compositions, intérêts et défis de fabrication

Les microlentilles réfractives plan-convexes (*abr.* microlentilles) font l'objet d'une grande partie des développements de microcomposants optiques. Leur histoire commence véritablement avec la tendance moderne à la miniaturisation des systèmes. Rarement utilisées individuellement mais plutôt sous la forme de matrices ou assemblées dans des micro-systèmes, il en existe différentes variétés, sous différentes compositions, associées à des intérêts et des défis de fabrication différents.

### 1.1.1 Microlentilles sphériques et asphériques

**Définition.** Les microlentilles sont généralement des structures à symétrie de révolution formées d'un dioptré plan et d'un dioptré convexe en grande partie à cause des techniques impliquées dans leur fabrication. C'est principalement leur profil qui détermine leur comportement optique et leurs performances mais aussi leur rôle et donc leur nature. On en distingue deux types : les sphériques et les asphériques (non-sphériques).

Les microlentilles les plus simples sont les microlentilles sphériques. Celles-ci présentent ainsi un profil sphérique correspondant à une portion de sphère (ou calotte sphérique). On les décrit selon deux paramètres dimensionnels qui sont la flèche (« sagitta » ou « sag » en anglais) et le diamètre (voir **figure 1.1**).

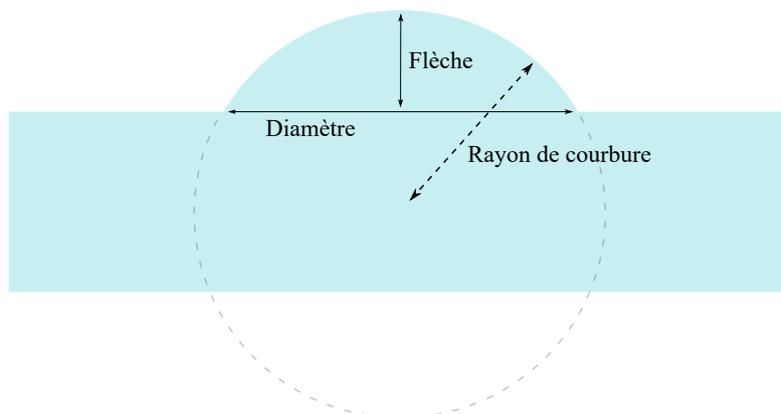


FIGURE 1.1 – Schématisation d'une lentille réfractive plan-convexe sphérique et ses paramètres dimensionnels.

La flèche correspond à la hauteur de la calotte sphérique. Elle est liée au diamètre et au rayon de courbure par la formule :

$$F = R_c - \sqrt{R_c^2 - \left(\frac{D}{2}\right)^2}$$

Avec  $F$  la flèche,  $R_c$  le rayon de courbure et  $D$  le diamètre de la calotte sphérique.

Ces microlentilles sphériques sont dites convergentes car elles font idéalement converger des rayons lumineux incidents parallèles (faisceau collimaté sous incidence normale) en un point, dit « foyer ». Chaque rayon lumineux incident est ainsi réfracté par le dioptre sphérique et converge en direction du foyer situé sur l'axe optique (axe de révolution). Cependant, ce comportement n'est en réalité pas parfait. En premier lieu, la dimension finie des composants optiques associée aux considérations géométriques sont responsables d'effets de diffraction qui limitent la dimension de la tâche focale. En d'autres termes, même un composant dont le profil serait parfaitement contrôlé est « limité par la diffraction » et génère une tâche focale dont la taille est proportionnelle à la longueur d'onde du rayonnement incident et à l'ouverture numérique du composant. L'enjeu de la conception optique (des composants comme des systèmes) est donc souvent de contenir l'effet des aberrations optiques pour être limité par la diffraction dans les différentes configurations d'utilisation. Ces aberrations optiques sont la conséquence d'une perte de sphéricité du front d'onde transformé par le composant optique. On parle alors d'aberration du front d'onde, qui peut être simplement interprétée comme la déviation du profil du front d'onde comparé à un front d'onde sphérique. Cette déviation peut résulter de différents phénomènes telle que la déviation du profil de la surface du composant vis à vis de sa conception, un profil d'indice de réfraction du matériau du composant non-uniforme ou être consécutive à une illumination hors axe optique qui changent les conditions d'incidence (rayons incidents non parallèles à l'axe optique). De plus, sous incidence normale, le front d'onde sphérique n'est

généralisé que pour des rayons incidents proches de l'axe optique (rayons dits « paraxiaux » dont l'angle d'incidence sur la surface réfractive est faible tel que  $\sin \theta \approx \theta$  dans la loi de Snell-Descartes). Les rayons plus éloignés de l'axe optique, dits « marginaux », ne convergent donc pas au même endroit et sont responsables d'un étalement du point de focalisation le long de l'axe optique : c'est ce qu'on appelle l'« aberration sphérique ». Ce phénomène est intrinsèque à la forme sphérique du dioptre et il peut donc être intéressant de corriger le profil du composant pour les rayons marginaux.

Lorsqu'on cherche à obtenir une convergence exacte de tous les rayons, une solution consiste à modifier le profil des microlentilles sphériques en un profil asphérique, par exemple hyperbolique ou parabolique, décrit par l'équation suivante :

$$z(r) = \frac{c \cdot r^2}{1 + \sqrt{1 - (k + 1) \cdot c^2 \cdot r^2}}$$

Avec  $z(r)$  la flèche selon la distance radiale  $r$ ,  $c = \frac{1}{R}$  avec  $R$  le rayon de courbure du dioptre et  $k$  une constante. Si  $k < -1$  le profil est hyperbolique, si  $k = -1$  le profil est parabolique.

Ces microlentilles aux profils hyperboliques ou paraboliques sont de très bons exemples de microlentilles asphériques.

**Composition.** Les microlentilles réfractives sont nécessairement faites de matériaux transparents à la longueur d'onde utilisée. Dans le domaine du visible, il s'agit de verres de silice ( $SiO_2$  ou de polymères organiques (polycarbonate (PC), polyméthacrylate de méthyle (PMMA), polystyrène (PS), polyéthylène (PE) ou certaines résines époxy thermodurcissables). Contrairement aux microlentilles en polymères, ce sont les microlentilles en verre qui présentent le plus d'intérêts. Tout d'abord, elles tiennent beaucoup mieux à la chaleur. Par exemple, le PMMA (Plexiglass®) perd ses propriétés mécaniques et optiques à partir de 100°C tandis que la Silice Fondue (FS) présente une température de ramollissement autour des 1600 °C et une température opérationnelle de l'ordre de 1000°C. Elles présentent également une meilleure tenue aux chocs mécaniques, un plus faible vieillissement, une plus grande résistance chimique et sont biocompatibles. En outre, leurs propriétés optiques sont intéressantes : les microlentilles en FS peuvent notamment transmettre des longueurs d'ondes sur un large spectre s'étalant de l'ultra-violet ( $\lambda \approx 170$  nm) à l'infrarouge ( $\lambda \approx 2.5$  μm). Par ailleurs, leur indice de réfraction est isotrope et ne varie que très peu avec la température ou les contraintes mécaniques.

**Fabrication.** Malgré ces différents atouts, la majorité des microlentilles ne sont pas faites en verre, surtout les asphériques. Leur fabrication est en effet compliquée car le verre est un matériau difficile à mettre en forme à l'échelle du micromètre. Dans la pratique, il est en fait plus facile et moins coûteux de fabriquer des microlentilles en polymères. C'est

pourquoi les microlentilles en polymère sont plus répandues mais il demeure un besoin et un défi stratégique à fabriquer des microlentilles en verre.

**Intérêts.** Les microlentilles jouent un rôle clé dans les microsystèmes d'imagerie, comme ceux notamment développés dans notre institut FEMTO-ST. On peut citer les microscopes intégrés et les systèmes de tomographie par cohérence optique (OCT) [1] ainsi que les MOEMS [2]. Ces systèmes miniatures connaissent un développement important depuis le début du siècle et sont utilisés dans de vastes domaines d'applications technologiques, du biomédical à l'aérospatial. Les microlentilles interviennent aussi dans des applications telles que l'analyse de front d'onde [3], la détection et l'analyse de particules biologiques par fluorescence [4],[5]. Elles sont aussi utilisées pour l'alignement de fibres optiques [6], ou encore l'augmentation de l'émission de diodes électroluminescentes organiques (OLED) [7, 8]. Enfin, les microlentilles trouvent bon nombre d'applications sous la forme de matrices dites « matrices de microlentilles » (MML) [9].

### 1.1.2 Microlentilles asphériques sur-mesure

Parmi les microlentilles asphériques, on retrouve les microlentilles dites « sur-mesure » ou « free-form » en anglais. C'est un terme conceptuel qui désigne toute microlentille dont le profil a été entièrement et librement paramétré.

**Définition.** Contrairement aux microlentilles asphériques hyperboliques ou paraboliques dont le profil est relativement contraint en termes de géométrie, ces composants présentent des profils totalement libres, ce qui leur confère la capacité à mettre en forme des profils d'intensité totalement contrôlés et contrôlables [10]. En ce sens, la faisabilité de leur fabrication est synonyme d'importantes perspectives applicatives et constitue un objectif intéressant à atteindre.

**Fabrication.** Bien que des procédés aient permis dans le passé la réalisation de profils « originaux » et dédiés, il faut véritablement attendre l'avènement des techniques d'impression 3D à l'échelle micrométrique pour voir apparaître des géométries totalement sur-mesure. Cependant, celles-ci se limitent à la fabrication de composants en résine (polymère) dont les propriétés sont bien moins intéressantes que le verre pour des applications thermiques ou en environnement sévère. Leur fabrication dans le verre est encore aujourd'hui un objectif à atteindre et représente un défi technique.

**Intérêts.** Les microlentilles sur-mesure réalisées jusqu'à aujourd'hui trouvent des intérêts dans des applications telles que les pinces optiques [11] et les pièges à atomes qui nécessitent une mise en forme particulière des faisceaux laser. Leur capacité d'éclairage structuré permet également de les utiliser pour la reconstruction tridimensionnelle d'objets par profilométrie à projection de franges [12] ou la reconnaissance faciale dans les applications de

téléphonie mobile. En tant que simples générateurs de faisceaux originaux, ils sont utilisés pour mettre en forme des faisceaux de type vortex [13-15] et hologramme [12].

### 1.1.3 Micro-axicons

Parmi les microlentilles asphériques qualifiables de sur-mesure, on retrouve les micro-axicons. Ce sont des microlentilles coniques que nous avons particulièrement étudiées dans ce travail de thèse.

**Définition.** Proposés pour la première fois en 1954 [16], les axicons sont connus pour générer des quasi-faisceaux de Bessel (QFB, voir **figure 1.2**), à partir de faisceaux incidents collimatés. Ces QFB sont caractérisés par un profil de champ électrique qui suit une fonction de Bessel d'ordre 0 et dont la diffraction est très faible (mais non-nulle) : le faisceau se présente ainsi sous la forme d'une ligne de grande longueur pour un faible diamètre le long de l'axe optique.

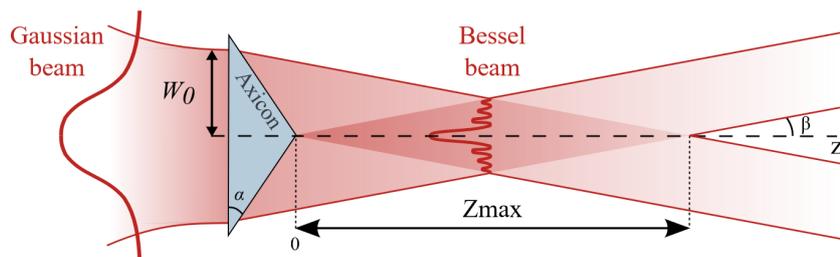


FIGURE 1.2 – Transformation par un axicon d'un faisceau Gaussien en un quasi-faisceau de Bessel. Avec  $W_0$  la largeur du faisceau Gaussien incident,  $\alpha$  l'angle d'apex,  $Z_{max}$  la longueur du faisceau de Bessel. Tiré de [17].

**Intérêts.** Les particularités des QFB rendent les micro-axicons utiles dans des applications où une grande profondeur de champ est désirée. Par exemple, on les retrouve dans les systèmes dédiés à l'alignement et la métrologie [18, 19], la génération de second harmonique (doublement de fréquence) [20], la micro-fabrication 2D [21], l'écriture de guides d'ondes [22], le piégeage optique [23, 24] ou encore la Tomographie en Cohérence Optique (OCT) [25, 26]. En somme, les micro-axicons sont des cas concrets de microlentilles asphériques sur-mesure qui trouvent de nombreuses applications en micro-optique. De plus, ils sont intéressants comme structures de test pour l'investigation d'une technologie de fabrication de composants micro-optique. En effet, les caractéristiques du faisceau généré ont une dépendance spatiale au profil du composant, tandis que des fréquences spatiales différentes sont mises en jeu (pointe correspondant à une haute fréquence spatiale et pentes correspondant à une faible fréquence spatiale). C'est pour ces raisons nous les avons étudiés dans ce travail de thèse.

## 1.2. Procédés de fabrication de microlentilles réfractives plan-convexes

**Deux grandes catégories.** Dans la littérature, on retrouve deux grandes catégories de procédés de fabrication. Les uns sont destinés à la réplique à petite ou grande échelle et utilisent pour cela des structures intermédiaires appelées pièces maitresses. Les autres sont destinés à mettre en forme directement les microlentilles sur des substrats grâce à l'ajout ou l'élimination de matière.

### 1.2.1 Procédés de réplique

#### 1.2.1.1 Embossage thermique

**Principe.** L'embossage est un procédé mécanique classique de réplique basé sur le pressage d'un matériau malléable contre la surface en relief d'un moule. L'embossage est dit thermique lorsque le matériau à mettre en forme (à embosser) est rendu ductile par chauffage. Ce procédé permet la réalisation de microcomposants optiques en polymère thermoplastique ou même en verre, moyennant la fabrication intermédiaire de matrices (moules) dont la composition est choisie pour garder une dureté suffisante au cours du processus. La qualité des microcomposants dépend alors largement des propriétés physiques et de la qualité de fabrication (en aval) des moules. L'embossage thermique présente l'avantage d'être une technique de réplique à grande échelle, c'est pourquoi c'est un procédé largement utilisé dans l'industrie.

**Exemples.** Dans la littérature, on trouve l'utilisation de l'embossage thermique du PMMA (polymère thermoplastique) sur des moules en Silicium (Si) pour la fabrication de matrices de microlentilles sphériques, proposée notamment par notre équipe de recherche [27]. Les moules en question sont fabriqués par gravure humide et isotrope du Si qui permet la formation de cavités concaves et hémisphériques, comme schématisé sur la **figure 1.3**.

Cette technique permet la réalisation de microlentilles sphériques de focales (distance focale) allant de quelques dizaines de microns à environ 800  $\mu\text{m}$  et pour des ouvertures numériques situées entre 0,30 et 0,45. Cependant une perte de sphéricité des lentilles est observée pour les grands diamètres. Ce défaut provient de la technique de gravure du Si utilisée (gravure humide isotrope dans une solution acide HF :HNO<sub>3</sub>) et se traduit par une augmentation de la déformation du front d'onde, ce qui diminue les performances optiques. Cette technique est donc limitée à la réalisation de composants avant tout sphériques de diamètres suffisamment faibles. D'autres techniques similaires, notamment proposées par [28, 29] et [30] dans le cas du polycarbonate (PC) présentent les mêmes limitations.

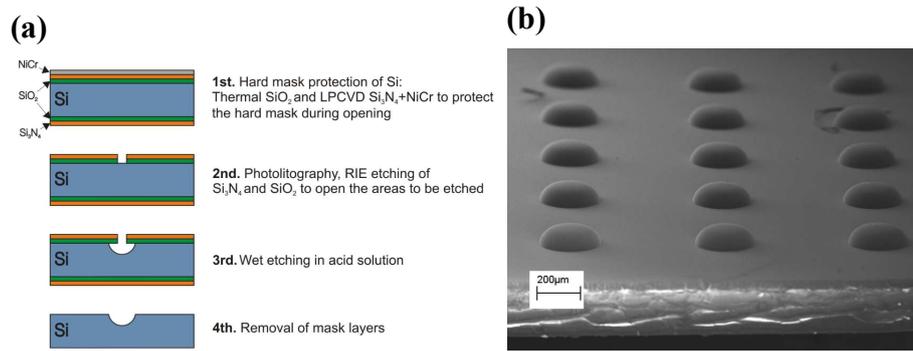


FIGURE 1.3 – (a) Étapes de fabrication d'un moule concave sphérique par gravure isotrope de Si. (b) Cliché MEB de la matrice de microlentilles obtenue après embossage d'une couche de PMMA. Tiré de [27].

Lorsqu'il s'agit de réaliser des microlentilles en verre, on retrouve l'utilisation de l'embossage thermique dans plusieurs références [31, 32]. Par exemple, *Mekaru et al.* [31] proposent la réplique de microlentilles sphériques (voir **figure 1.4**) de faibles diamètres et rayons de courbures (12 et 20 μm).

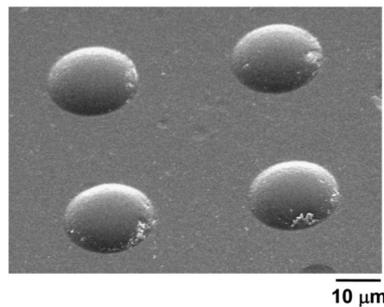


FIGURE 1.4 – Cliché MEB de microlentilles en verre réalisées par embossage thermique. Tiré de [31].

Les moules réalisés sont constitués d'un alliage artisanal de Nickel-Phosphore (Ni-P) amorphe dont les empreintes sont usinées par une sonde ionique focalisée (FIB) de haute-précision. On utilise un verre de type Pyrex® (verre borosilicaté du fabricant Corning) car sa température de ramollissement (dit « softening point » en anglais) est relativement basse (820 °C). Cette caractéristique est en effet essentielle pour réaliser un embossage puisque cela évite de monter les moules trop haut en température et de les détériorer ou de les déformer. Malgré ces limitations dimensionnelles, notons que la fidélité des profils résultante est plutôt bonne. Elle est évaluée comme l'écart-type de la distance entre la flèche d'une empreinte de moule et la flèche des microlentilles après embossage ; ici calculé à 1,7 %.

**Discussion.** En résumé, l'embossage thermique permet la réplique facile et peu coûteuse de microlentilles plan-convexe, notamment sous forme de matrices avec une bonne fidélité. Il est donc tout à fait compatible avec de la production en masse de ces composants.

Néanmoins, cette technique est surtout appropriée aux polymères ou aux verres dont la transition vitreuse est à basse température. De plus elle est limitée à la réalisation de microlentilles sphériques en raison des phénomènes mis en jeu lors de l’embossage, à savoir les tensions de surface qui ont tendance à faciliter la formation de géométries sphériques ou quasi-sphériques. Il est donc difficile d’imaginer un jour la possibilité de réaliser des structures avec des détails fins ou des bords saillants (fréquences spatiales élevées) sachant également que leur démoulage présenterait des difficultés.

### 1.2.1.2 Coulage

**Principe.** Le coulage est une autre technique classique de réplique consistant à déverser un matériau fluide dans un moule, puis à le laisser se solidifier. Cette méthode permet principalement la réalisation de microcomposants optiques en polymère thermodurcissable, telles que les résines. Dans cas de figure, le verre est particulièrement difficile à mettre forme bien qu’il reste possible comme nous le verrons. Les moules utilisés pour ces procédés, contrairement à ceux utilisés pour l’embossage thermique, peuvent être réalisés dans des matériaux plus variés car ils ne subissent pas, en principe, de contraintes mécaniques et thermiques.

**Exemples sur la résine.** Les principales réalisations démontrées dans la littérature font usage de moules élastiques en PDMS. Ce dernier est un élastomère bien connu : il permet de réaliser le moulage de matrices mères (empreintes positives) à des niveaux de détails très élevés et quelle que soit le matériau utilisé pour le mouler, ce qui augmente ainsi le champ des possibles.

Par exemple, *Scheiding et al.* [33] proposent un procédé dans lequel on commence par réaliser par tournage au diamant une matrice mère en aluminium. Celle-ci se présente comme une calotte hémisphérique convexe de 19 mm de diamètre comportant plus de 1200 micro-lentilles convexes dites « sur-mesure » bien que globalement sphériques (voir **figure 1.5**).

Cette matrice mère est ensuite moulée par du PDMS. Finalement, la matrice mère est répliquée grâce au coulage de résine époxy dans le moule de PDMS obtenu. Dans cet exemple, les microlentilles en résine résultantes ont un diamètre de l’ordre de 200  $\mu\text{m}$  et un rayon de courbure spécifié à 3,8 mm. La fidélité de fabrication - évaluée comme l’écart entre le profil théorique et le profil mesuré - est présentée sur la **figure 1.5 (b)**. On remarque que la fidélité des microlentilles périphériques est la moins bien respectée, ce qui est attribué aux limitations dues à la technique de tournage au diamant utilisée pour générer la matrice mère. Les aberrations optiques des microlentilles obtenues sont évaluées à  $\lambda/20$  RMS (Root Mean Square) et leur rugosité de surface s’élève seulement à 4 nm RMS (voir la fin de l’**annexe 1** pour comprendre la signification de ce paramètre de rugosité qui sera largement

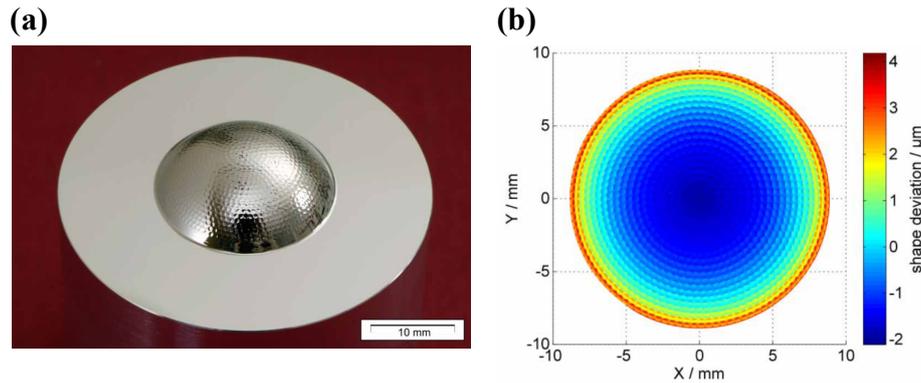


FIGURE 1.5 – (a) Matrice hémisphérique en aluminium permettant la création de moules en PDMS destinés à la répliation par coulage de résine epoxy. (b) Écart entre le profil théorique et le profil expérimental de la matrice de micro-lentilles concaves en aluminium fabriquée par tournage au diamant. Tiré de [33].

utilisé dans la suite de ce manuscrit). Malgré leurs hautes performances optiques, ces microlentilles répliquées présentent encore les inconvénients associés à leur composition : la résine. De plus, il est vraisemblable que la technique d'usinage par tournage au diamant pour réaliser les matrices mères, malgré sa haute précision, soit limitée à la génération de géométries quasi-sphériques et donc pas 100 % paramétrables.

Dans la littérature, il existe d'autres exemples qui se basent sur des principes similaires [34, 35]. Dans ces cas de figure, les conclusions sont identiques : on obtient seulement des composants en résine.

**Exemple sur le verre.** Exceptionnellement, des procédés de répliation de microlentilles plan-convexes en verre par coulage sont proposés. Ceux-ci utilisent les composés dits « sol-gel » (solution-gélification) [36]. Les composés sol-gel sont des solutions liquides contenant des polymères organiques associés à des groupements Silice ( $O - Si - O$ ). Ils peuvent ainsi être coulés facilement dans des moules. Lorsqu'ils sont soumis à une montée en température, les molécules qui les composent se réorganisent sous forme d'un réseau de Siloxane ( $Si - O - Si$ ) fortement réticulé qu'on peut qualifier de verre. Sur ce principe, une technique intéressante, basée sur l'injection, a également été démontrée [37]. Dans ces travaux, des matrices de microlentilles sphériques d'environ 250  $\mu\text{m}$  de diamètre avec un rayon de courbure d'environ 4 mm sont fabriquées par répliation au moyen d'un moule creux en PDMS (voir **figure 1.6**).

Le moule en PDMS est réalisé par coulage sur une structure matricielle en FS elle-même réalisée par un procédé basé sur la refusion thermique de résine suivie d'un transfert par gravure (procédé décrit dans la **sous-sous-section 1.2.2.1**). Le verre obtenu après procédé présente des propriétés mécaniques et optiques très proches de celles de la Silice Fondue (FS), ce qui est intéressant. Toutefois, la rugosité de surface obtenue est relativement élevée : elle se situe entre 20 et 40 nm RMS, alors qu'elle ne vaut que 1,4 nm

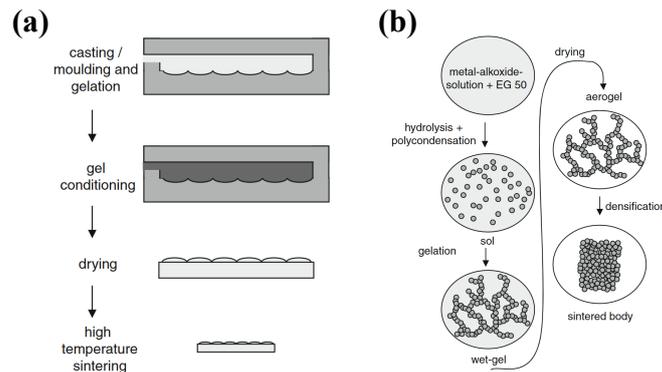


FIGURE 1.6 – (a) Principe de coulage de sol-gel pour la fabrication de matrice de microlentilles en verre. (b) Principe du procédé sol-gel impliqué. Tiré de [37].

pour la matrice mère. Par ailleurs, malgré sa grande reproductibilité de fabrication, cette technique de réplique par injection de sol-gel présente une difficulté particulière associée à l'étape de chauffage haute température ( $1370^{\circ}\text{C}$ ). Au cours de cette étape, la structure se contracte et perd en effet jusqu'à environ 50 % de son volume, ce qui implique des compensations difficiles à mettre en œuvre lorsqu'il s'agit de réaliser des structures très détaillées.

**Discussion.** En résumé, le coulage dans des moules présente l'avantage de répliquer rapidement, à grande échelle et à moindre coût des microlentilles. Bien qu'on puisse imaginer qu'il soit possible de répliquer avec fidélité des composants sur-mesure, la littérature montre que cela se limite essentiellement aux résines thermodurcissables donc des polymères plastiques. La réplique avec le verre semble encore insuffisamment développée et ne semble pas prometteuse étant donné les résultats obtenus quant à l'état de surface et compte tenu des difficultés en termes de précision qu'elle suggère.

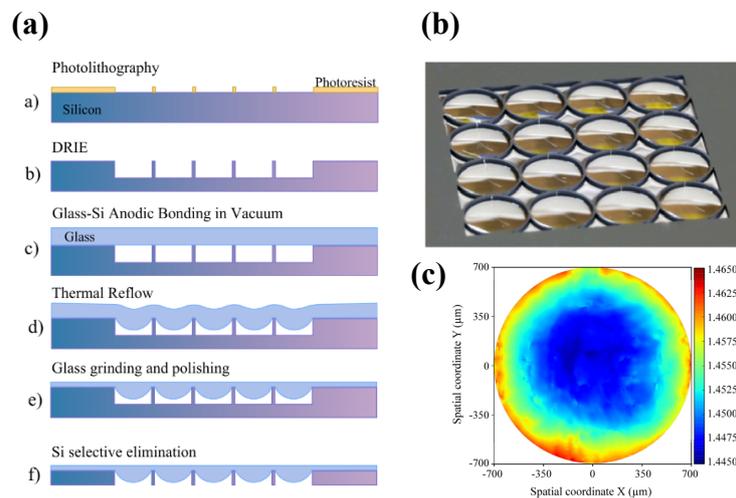
### 1.2.1.3 Soufflage et succion du verre

Plusieurs procédés de réplique exploitant la refusion thermique associée à la succion ou le soufflage du verre ont été proposés pour la mise en forme de microlentilles en verre.

**Principe.** La refusion thermique est un processus au cours duquel une structure faite d'un matériau solide à température ambiante est chauffée au-dessus de sa température de fusion pour la rendre fluide. Durant cette phase de fusion, sa forme change au profit d'une diminution des tensions de surface (lois de Laplace-Young) : elle a donc naturellement tendance à s'arrondir. Lorsqu'elle est utilisée avec le verre ou les polymères, elle permet majoritairement de réaliser des microlentilles sphériques ou hémisphériques. Mais on peut aussi la contrôler en la combinant avec des principes de succion ou de soufflage comme cela a déjà été démontré. Les procédés basés sur ces principes ont été initialement développés pour l'intégration monolithique de microlentilles sur des substrats de Silicium (Si). Ils ont

notamment recours au collage anodique du Borofloat33® (BF33) (verre borosilicaté du fabricant Schott que nous avons particulièrement étudié) sur des substrats en Si usinés par des techniques classiques de micro-fabrication.

**Exemples.** En combinant la refusion thermique à la succion combinée, on a par exemple pu réaliser des microlentilles sphériques intégrées sur un scanner électromécanique (MEMS) [38]. Ici, les microlentilles mises en forme présentent un état de surface intéressant pour des applications optiques dans le visible (rugosité moyenne  $R_a = 15$  nm, c'est-à-dire inférieur à  $\lambda/20$  dans le spectre visible) mais elles sont limitées à une géométrie sphérique. Sur les mêmes principes, notre groupe de recherche propose en 2015 [39] un procédé permettant la fabrication de lentilles au profil davantage contrôlé. Les étapes du procédé sont présentées en **figure 1.7 (a)**. Au cours de l'étape de refusion (étape **d**), grâce à la mise sous vide des cavités en Si, des surfaces paraboliques sont formées : leur géométrie est contrôlée en fonction du temps et de la température de procédé.

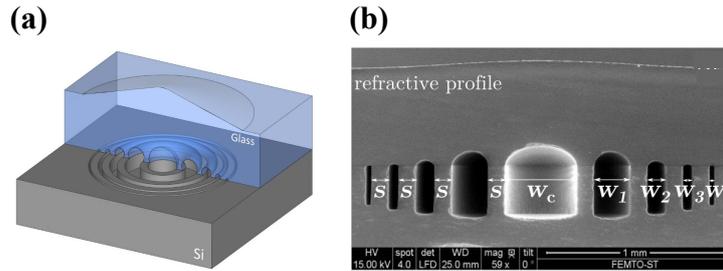


**FIGURE 1.7** – (a) Organigramme du procédé de fabrication de lentilles associant la refusion et la succion du verre. (b) Photographie des matrices réalisées. (c) Distribution de l'indice de réfraction mesuré sur le profil d'une lentille en BF33 fabriquée par refusion thermique et succion. Tiré de [39].

Les lentilles réalisées, présentées en **figure 1.7 (b)**, ont un diamètre de 1,9 mm avec des flèches contrôlables jusqu'à 160 µm. Elles peuvent être fabriquées avec une très bonne uniformité ( $\pm 2$  µm de déviation sur la flèche). Néanmoins, elles présentent une inhomogénéité quant à leur indice de réfraction (voir **figure 1.7 (c)**) qui est attribuée à la montée en température pendant l'étape de refusion. Elle constitue une limite à ce procédé de fabrication qui n'est pas envisageable de corriger. Outre cette limitation qui a des incidences modérées sur les performances optiques, nous comprenons surtout qu'il semble impossible d'obtenir des géométries en verre totalement sur-mesure par ce moyen en raison des phénomènes de tension de surface exploités qui ont tendance à arrondir les profils.

Pourtant, un procédé très similaire est proposée pour réaliser des micro-axicons. Cela est

rendu possible par refusion thermique de cavités sous pression agissant comme pistons pour modeler la surface opposée d'un substrat de verre [17]. La **figure 1.8 (a)** montre le principe proposé pour obtenir un profil conique grâce à la déformation locale de la surface inférieure d'une tranche de verre selon des anneaux de largeurs variables. La difficulté principale de ce procédé consiste à réaliser un cône qui soit le plus « pointu » possible compte tenu des phénomènes de tension de surface mis en jeu. Grâce à ce procédé collectif, des matrices de micro-axicons de 900  $\mu\text{m}$  et 1800  $\mu\text{m}$  de diamètre avec des angles d'apex respectivement de  $0,89^\circ$  et  $3,83^\circ$  (voir **figure 1.8 (b)**) ont ainsi pu être réalisées.



**FIGURE 1.8** – *Micro-axicons réalisés en verre par refusion thermique et soufflage. (a) Schématisation du principe. (b) Photographie macroscopique de la matrice réalisée. Tiré de [17].*

Malgré un état de surface de très grande qualité et de bonnes performances optiques, les micro-axicons obtenus présentent une pointe émoussée caractérisée par des rayons de courbure de 18,2 mm et 4,2 mm respectivement. Ces défauts de fidélité sont intrinsèques à la technique de soufflage et par conséquent ne peuvent pas être corrigés. Ainsi, on comprend qu'il n'est pas possible de réaliser par ce procédé des structures avec de grands niveaux de détail, ce qui n'est pas prometteur pour la réalisation de structure à hautes fréquences spatiales.

**Discussion.** Les procédés basés sur la refusion thermique du verre présentent des avantages relatifs à l'obtention d'état de surface et de fidélité de fabrication très satisfaisants surtout lorsqu'il s'agit de réaliser des composants sphériques ou quasi-sphériques. Notons aussi qu'ils permettent un traitement collectif intéressant dans des perspectives industrielles et ils peuvent traiter des types de verres utilisés pour l'intégration à des MEMS. Malgré ces points et le fait que la fabrication de composants coniques (micro-axicons) ait été démontrée, il est clair qu'elles ne permettent pas la réalisation de géométries totalement free-form.

### 1.2.2 Procédés directs

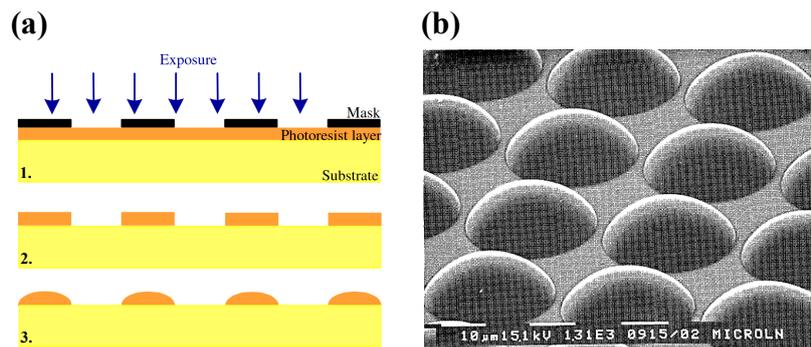
Dans la littérature, on qualifie les procédés de fabrication de « directs » lorsque ceux-ci permettent la formation de microcomposants optiques par la mise en forme directe d'un

matériau grâce à l'ajout ou l'élimination de matière. Ces procédés reposent principalement sur la photolithographie, la refusion thermique, l'écriture par faisceau laser ou d'électrons, la déposition additive, la stéréolithographie, l'ablation laser et enfin la gravure assistée par laser.

### 1.2.2.1 Refusion de résine photosensible

Les techniques de fabrication de ce type comprennent à minima trois grandes étapes élémentaires, schématisées en **figure 1.9 (a)** :

1. Une couche de résine est déposée sur un substrat dur et transparent comme le verre.
2. Cette couche est ensuite structurée, par exemple par photolithographie, afin d'obtenir une matrice d'îlots cylindriques.
3. Enfin, la plaque est soumise à une montée en température qui entraîne la refusion de la résine. L'action des forces de tension de surface permet ensuite d'obtenir des profils arrondis et lissés de lentilles réfractives plan convexas.



**FIGURE 1.9** – (a) Organigramme du procédé classique de fabrication de microlentilles sphériques par refusion thermique : 1. structuration par photolithographie, 2. îlots cylindriques résultants, 3. microlentilles obtenues après refusion. Tiré de [40]. (b) Cliché MEB de microlentilles réalisées par refusion de résine. Tiré de [41].

**Exemples.** Sur ce principe *Popovic et al.* [41] démontrent la faisabilité de fabrication de matrices de microlentilles sphériques de seulement 30 microns de diamètre, avec des ouvertures numériques entre 0,3 et 0,5 (voir **figure 1.9 (b)**). Celles-ci présentent de bonnes performances optiques puisqu'elles sont limitées par la diffraction.

Comme on peut le comprendre, les principales limitations associées à ce procédé sont le fait que le matériau soit plastique et qu'il est difficile de réaliser des géométries autres que sphériques.

Dans certaines variantes, l'étape de structuration de la résine s'effectue par « écriture directe », encore appelée « lithographie sans masque » ( [42] Chapitre « Direct Writting of Continuous-relief »). La résine peut ainsi être structurée en 3D au moyen d'un laser ou

d'un faisceau d'électrons focalisé qui permet alors la réalisation de géométries sur-mesure. Cependant, les rugosités de surface obtenues sont élevées ce qui empêche la réalisation directe de microlentilles [43]. Grâce à une refusion thermique additionnelle, le problème est résolu puisqu'on parvient à lisser les surfaces. On peut alors réaliser des microlentilles plus variées en termes de géométries et de dimensions. Un exemple typique [44] et schématisé en **figure 1.10** : un laser He-Cd est utilisé pour préformer une structure selon un profil proche de celui recherché, qui est ensuite soumise à une refusion thermique pour obtenir les formes de microlentilles recherchées, avec des diamètres et des flèches inaccessibles jusqu'à lors.



FIGURE 1.10 – Organigramme du procédé de fabrication impliquant le préformage de la résine par laser (deuxième étape). Tiré de [44].

Sur ce principe, ce procédé a permis de réaliser des microlentilles sphériques de 200  $\mu\text{m}$  de diamètre avec une flèche de 7,4  $\mu\text{m}$  et un état de surface satisfaisant pour des applications optiques dans le spectre du visible. Cependant, même si l'écriture directe permet en principe de réaliser des géométries arbitraires, l'étape de refusion qui permet d'assurer la qualité optique de la surface a tendance à arrondir les profils ce qui limite intrinsèquement la réalisation de géométries à hautes fréquences spatiales (avec des détails fins). De plus, comme pour le cas précédent, ce procédé ne permet que de mettre en forme des composants en résine.

**Exemple sur le verre.** Pour pallier cette dernière limitation, il est possible de réaliser un transfert des profils obtenus sur des matériaux durs. Le principe est décrit sur la **figure 1.11**. Il repose sur une gravure qui permet de transférer le motif de résine au substrat sur lequel il repose, comme le FS dans cet exemple [45]. Notons que cela a aussi été démontré sur le Si [44, 46] et le diamant [47] ce qui démontre la versatilité de cette technique.

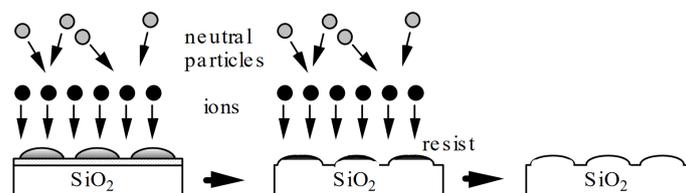


FIGURE 1.11 – Principe de transfert par RIE d'un motif de résine sur son support en verre. Tiré de [45]

Les travaux de *Nussbaum et al.* [48] ont montré la faisabilité de microlentilles sphériques en FS de quelques microns à 1 mm de diamètre avec une sphéricité bien conservée (écart-

type de la déviation des profils inférieure à  $\lambda/10$  par rapport à une sphère parfaite). La rugosité RMS mesurée est inférieure à 3 nm, ce qui est satisfaisant (les pertes d'intensité lumineuse par diffusion restent limitées à 1 % dans le visible). Ce principe de transfert RIE présente une réelle plus-value car il ouvre la possibilité d'une fabrication collective de microcomposants en verre avec une haute fidélité [45, 49-51]. Néanmoins, la réalisation de structures réellement arbitraires ne semble pas envisageable - notamment si les profils comprennent des hautes fréquences spatiales - car le profil transféré sera dans tous les cas « lissé » par l'action des forces de tension superficielle au moment de l'étape de refusion.

**Discussion.** Les procédés exploitant la refusion thermique de résines sont très intéressants lorsqu'il s'agit de réaliser des composants de géométrie sphérique ou quasi-sphérique. En ce sens, ils permettent à la fois d'obtenir une fidélité de fabrication élevée et des états de surface satisfaisants, avec l'avantage du traitement par lot. Grâce au principe de transfert, ils rendent également possible la mise en forme de microlentilles en verre de toute nature (voire sur d'autres matériaux). Cependant, par les phénomènes physiques qu'ils exploitent, ils ne sont pas capables de réaliser des structures complètement sur-mesure.

### 1.2.2.2 Gonflage photo-chimique par lithographie à faisceau de protons

**Définition.** Le gonflage chimique est utilisé pour la fabrication de microlentilles plan-convexes en PMMA. Le principe, illustré en **figure 1.12**, est le suivant : une plaque de PMMA est irradiée par un faisceau de protons ( $H^+$ ) à travers un masque métallique.

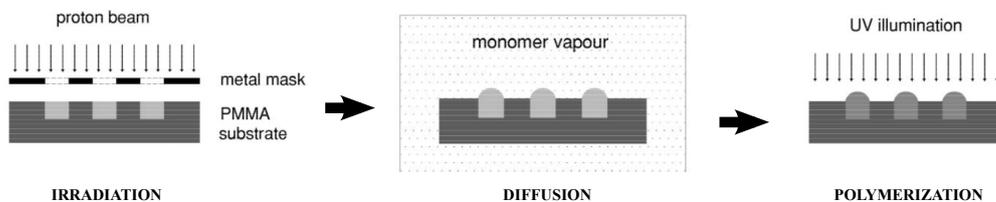
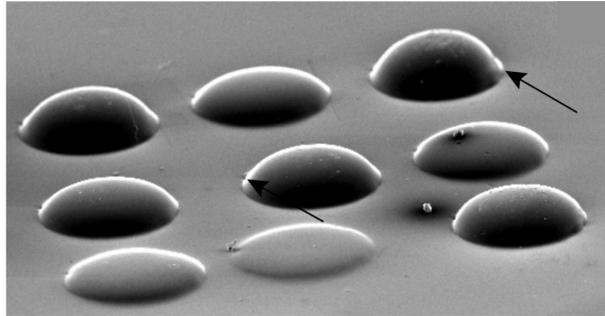


FIGURE 1.12 – Étapes de mise en forme de microlentilles en PMMA par gonflage assisté par faisceau de protons. Tiré de [52].

La pénétration des protons dans les zones non masquées provoque la scission des chaînes polymériques et la formation de radicaux libres hautement réactifs. Ensuite, la plaque est plongée dans une vapeur de monomère MMA, ces derniers se diffusent préférentiellement dans les zones exposées et un phénomène de gonflage s'y produit ce qui conduit à la formation de calottes sphériques (microlentilles plan-convexes sphériques). Une dernière étape d'exposition aux UV permet de faire polymériser les monomères fraîchement incorporés avec les radicaux libres résultant de l'irradiation  $H^+$ .

**Exemple.** Au moyen de cette technique, *Ottevaere et al.* [53] démontrent la possibilité d'obtenir des matrices de microlentilles quasi-sphériques avec des diamètres de 200  $\mu\text{m}$  et

des flèches de  $\approx 10$  à  $\approx 70 \mu\text{m}$  (voir **figure 1.13 (a)**). La rugosité RMS de la surface de ces composants est de l'ordre de 20 nm (annoncées à  $\lambda/30$  pour  $\lambda = 632 \text{ nm}$ ).



*FIGURE 1.13 – Cliché MEB de microlentilles en PMMA réalisées par gonflage assisté par faisceau de  $H^+$ . Tiré de [53].*

**Discussion.** Le gonflage chimique induit par un faisceau de protons permet donc de réaliser des lentilles dans une large gamme de dimensions. Cependant, ce procédé n'est applicable qu'au PMMA dont la tenue mécanique et thermique est beaucoup moins intéressante que celle des verres. En outre, ce procédé ne permet pas la réalisation de profils autres que sphériques du fait des phénomènes physiques de gonflage impliqués.

### 1.2.2.3 Gonflage photo-thermique par photolithographie ou faisceau laser

**Principe.** Sous certaines conditions, l'irradiation de la surface d'un matériau par un rayonnement lumineux peut provoquer un phénomène dit de « gonflage photothermique ». Ce phénomène de gonflage peut être mis à son avantage pour la fabrication de microcomposants en verre de profils majoritairement sphériques. En effet, tout comme la refusion thermique, il met en jeu les tensions de surface. Les procédés développés à cet égard font usage de la photolithographie ou de l'écriture directe par faisceau laser sur des verres généralement photosensibles.

**Exemple.** Un premier procédé [54], décrit en **figure 1.14 (a)**, repose sur l'irradiation par photolithographie UV d'un substrat en verre photosensible, suivie d'une étape de chauffage ( $400-600^\circ\text{C}$ ). Lors de l'étape de chauffage, les régions exposées aux UV (zones grises) se dilatent plus que les autres ce qui provoque la formation de calottes sphériques (microlentilles plan-convexe sphériques) suite à l'extrusion des volumes cylindriques non-exposés. Grâce à la photolithographie, le plus grand intérêt de ce procédé réside dans la possibilité de la production par lot sur du verre.

En appliquant ce procédé, les dimensions des microlentilles se limitent à des flèches de 5 à 20  $\mu\text{m}$ , pour des diamètres compris entre 150 et 500  $\mu\text{m}$  (voir **figure 1.14 (b)**). La sphéricité de ces lentilles - évaluée selon la valeur de la déviation RMS entre les profils

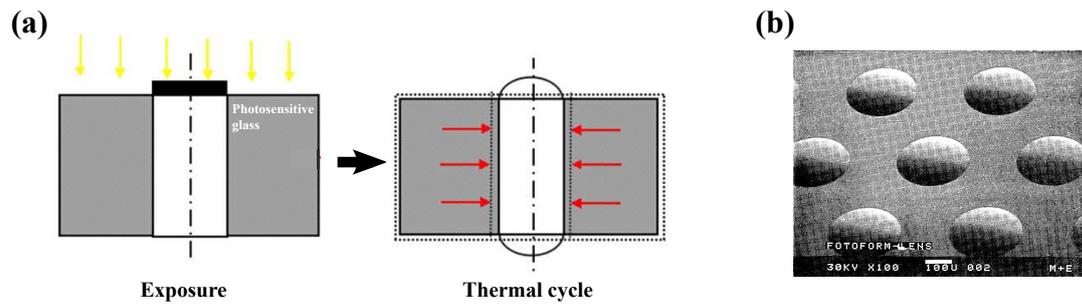


FIGURE 1.14 – (a) Principe de gonflage photothermique. Tiré de [55]. (b) Cliché MEB d'une matrice de microlentilles (diamètre =  $400\ \mu\text{m}$ , flèche =  $20\ \mu\text{m}$ ) obtenue par gonflage photothermique. Tiré de [54].

fabriqués et une sphère parfaite - est déterminée entre  $0,2$  et  $0,4\ \mu\text{m}$ , ce qui dénote une bonne fidélité de profil.

**Autre exemple.** Un autre procédé repose sur une seule étape d'écriture directe au laser. Dans ce cas, l'irradiation laser provoque simultanément la fusion et la dilatation du verre (voir **figure 1.15**) et permet la formation de calottes quasi-sphériques.

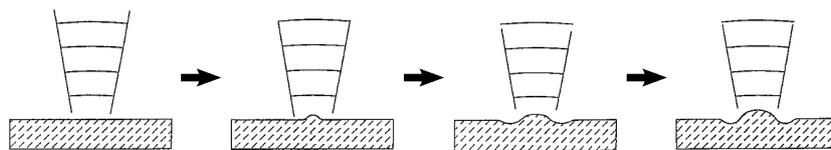


FIGURE 1.15 – Principe de photo-dilatation permettant la formation directe de microlentilles quasi-sphériques. Tiré de [56].

Avec ce procédé, des matrices de microlentilles quasi-sphériques d'un diamètre de l'ordre de  $10\ \mu\text{m}$  sont réalisées sur des verres dopés aux semi-conducteurs [57, 58] ou sur des verres photosensibles dopés en ions argent ( $\text{Ag}^+$ ) [59]. Il a même été possible de réaliser des microlentilles asphériques sur des verres plus répandus, tels que les verres borosilicatés, notamment grâce à l'emploi d'un laser  $\text{CO}_2$  ou d'un laser Argon [56, 60]. Ces dernières présentent un diamètre de  $170\ \mu\text{m}$  avec un profil en W et leurs performances optiques sont bonnes puisqu'elles atteignent les limites de la diffraction.

**Discussion.** Les techniques de gonflage photothermique ne permettent que la réalisation de microlentilles en verre à géométries quasi-sphériques, du fait de l'exploitation de phénomènes physiques similaires à ceux mis en jeu dans la refusion thermique. Même si des profils qualifiables d'asphériques sont réalisables, il paraît difficile de pouvoir mettre en forme des profils totalement contrôlés. Concrètement, la fabrication de profils à façon avec ce genre de procédé ne semble donc pas possible. En outre, notons que ces procédés ne sont applicables que sur des verres dits « photosensibles » dont la synthèse n'est pas toujours simple et qui présentent des instabilités morphologiques à des températures moyennement élevées ( $400\text{-}500^\circ\text{C}$ ); instabilités qui sont d'ailleurs exploitées.

#### 1.2.2.4 Mouillage par micro-jet d'encre à la demande de résine

**Principe.** Le mouillage est un phénomène physique permettant à un liquide de maintenir son contact avec une surface solide. Il résulte de l'équilibre s'établissant entre les forces intermoléculaires de cohésion du liquide et d'adhésion entre les deux phases (liquide-solide). Ce phénomène est exploité pour la réalisation des microlentilles au moyen de dispositifs dits à « micro-jet d'encre », permettant le dépôt à la demande de micro-gouttes de résine liquide sur un substrat [61]. Le principe repose sur l'éjection de résine liquide à travers une buse de diamètre micrométrique grâce à des actionneurs piézo-électriques. Les micro-gouttes de résine projetées sur le substrat forment alors des calottes sphériques dont les dimensions sont régies par le degré de mouillabilité du liquide sur le substrat. Elles sont ensuite durcies par polymérisation (suivant la résine utilisée : séchage UV, thermo-durcissement).

**Exemple.** Sur ce principe, des microlentilles sphériques avec un diamètre pouvant aller de 50  $\mu\text{m}$  à 300  $\mu\text{m}$  et des flèches de quelques dizaines de microns ont ainsi été réalisées [61]. Malgré la grande variété de dimensions possibles, les performances optiques sont toutefois limitées puisque les microlentilles fabriquées n'atteignent pas les limites de la diffraction. De plus, les rugosités moyennes de surface ( $R_a$ ) ont été mesurées à 40 nm ce qui dénote un état de surface probablement très diffusif (en tout cas pour des longueurs d'onde du visible).

**Autre exemple.** Un procédé similaire permet de réaliser des microlentilles sphériques à bas coût [62] grâce à un dispositif appelé « micro-palpeur ». Il s'agit d'une pipette permettant d'aspirer et de rejeter du liquide de manière contrôlée au moyen d'un actionneur piezoélectrique. Le principe, illustré sur la **figure 1.16 (a)**, consiste à aller ponctionner un certain volume de résine liquide dans un réservoir prévu à cet effet, puis à le déposer sur un substrat solide (tel que le verre dans cet exemple).

De cette façon, des matrices de microlentilles sphériques d'un diamètre de 20  $\mu\text{m}$  et avec des flèches de  $\approx 9 \mu\text{m}$  ont été réalisées (voir **figure 1.16 (b) et (c)**).

**Discussion.** Comme on le comprend, ces procédés ne sont adaptés qu'aux microlentilles en résine et non en verre. En outre, comme pour tous les procédés basés sur les tensions de surface, la réalisation de structures véritablement sur-mesure n'est pas envisageable. Qui plus est, on remarque que ces procédés sont adaptés à des microlentilles de très faible diamètre et rien indique qu'elles soient aussi appropriées pour des diamètres plus élevés.

#### 1.2.2.5 Photopolymérisation de résine par stéréolithographie

**Principe.** La photopolymérisation [63] est un phénomène photochimique qui entraîne le durcissement d'une résine liquide (photopolymère) par polymérisation en chaîne initiée par

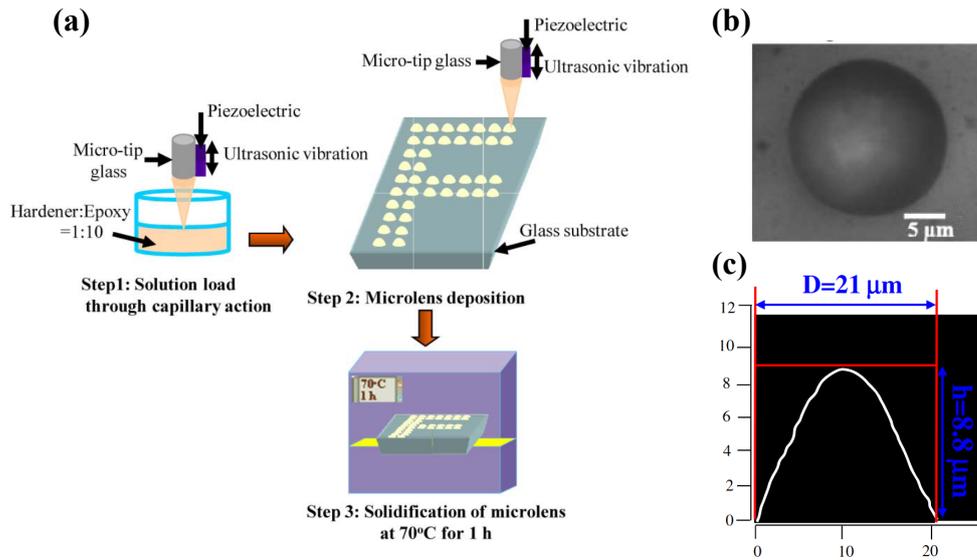


FIGURE 1.16 – Microlentilles sphériques réalisées par dépôt de micro-gouttes de résine. (a) Etapes du procédé de fabrication. (b) Clichés au microscope optique d’une lentille réalisée. (c) Profil de la lentille. Tiré de [62].

son irradiation. Lorsque cette résine est transparente et que l’irradiation (souvent par des UV), peut être localisée dans le volume, les conditions sont réunies pour réaliser ce qu’on appelle une stéréolithographie [64, 65]. Il s’agit d’une impression 3D additive, obtenue par superposition de couches de résine successives photo-polymérisées localement, ce qui permet en principe la réalisation de microcomposants optiques sur-mesure.

**Exemple.** En utilisant la technologie de micro-miroirs DLP (Digital Light Processing) il est possible de projeter une distribution de lumière arbitraire sur l’ensemble de la surface pour polymériser la dernière couche de résine déposée [66]. Jusqu’à récemment, la stéréolithographie DLP restait inefficace pour la fabrication de composants optiques à cause de la rugosité de surface résultant de l’empilement discret des couches. Grâce à un effet de lissage apporté par un mécanisme d’oscillation et une exposition en niveau de gris optimisée [67] parviennent à fabriquer des microlentilles plan-convexes présentant des tailles et des profils variés, avec une rugosité surfacique inférieure à 1 nm. Ils proposent d’ailleurs la réalisation de matrices de microlentilles sphériques de dimensions mixtes, comme présenté sur la **figure 1.17**.

**Autre exemple.** La technique de polymérisation à deux-photons, ou « 2-Photons Polymerization » (2PP) en anglais, repose sur l’écriture directe des couches de résine par un faisceau laser femtoseconde focalisé [68, 69]. Ce type d’irradiation localisée permet de polymériser des volumes de résine de taille extrêmement faible [70] (grâce à l’effet de seuil du mécanisme à deux-photons) conduisant à une précision pouvant atteindre le nanomètre. Ce niveau de précision explique d’ailleurs la renommée des machines de type « Photonic Professional GT2 » de Nanoscribe GmbH. Cette technique est cependant bien plus lente que la stéréolithographie DLP car chaque couche est irradiée point par point, mais

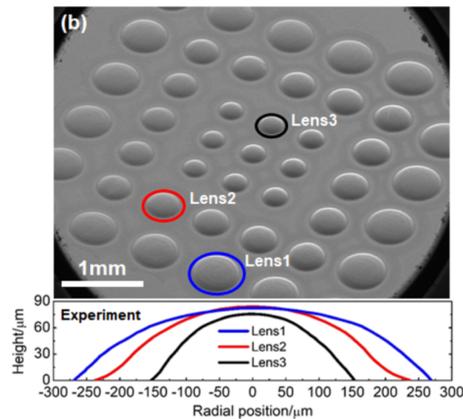


FIGURE 1.17 – Microlentilles en résine réalisées par stéréolithographie DLP. (en haut) Cliché MEB d’une matrice de microlentilles sphériques aux dimensions mixtes. (en bas) Profils des microlentilles associés. Tiré de [67].

en contrepartie elle permet de gagner en précision et par conséquent de réaliser des formes 3D mieux définies et avec de grands rapports d’aspect. De nombreux composants micro-optiques réfractifs ont été démontrés par cette technique : des matrices de microlentilles sphériques et asphériques [71, 72], des micro-axicons [13], des microlentilles sur-mesures pour la génération de faisceaux vortex [14] et des hologrammes [73]. En exploitant ses possibilités de structuration dans le volume, cette technique permet aussi la réalisation de systèmes optiques tout-en-un [15, 74, 75] dont plusieurs exemples sont illustrés sur la figure 1.18.

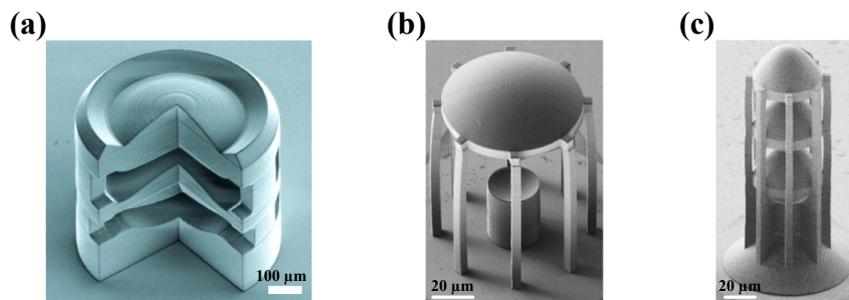


FIGURE 1.18 – Exemples de systèmes optiques en résine fabriqués par stéréolithographie 2PP. (a) Objectif composé d’un empilement de trois microlentilles différentes. Tiré de [74]. (b) Agrandisseur de faisceau à un étage. (c) Agrandisseur de faisceau à plusieurs étages. Tiré de [15].

**Discussion.** Les procédés de stéréolithographie, et en particulier la stéréolithographie 2PP, permettent de produire avec haute-fidélité des microcomposants remarquables aux profils sur-mesure et dont les états de surface sont de qualité optique. En ce sens, ils sont très convaincants et peut-être les plus prometteurs à ce jour pour la fabrication de composants sur-mesure. Néanmoins, ces procédés restent limités à l’emploi de résines plastiques et non de verre. Nous noterons qu’actuellement, des solutions applicables sur le verre sont recherchées, exploitant les composés sol-gel notamment, [76-79] mais celles-ci

ne sont encore pas suffisamment au point.

### 1.2.2.6 Gravure par faisceau d'ions focalisés

Un faisceau d'ions focalisé (FIB) peut être utilisé pour arracher localement par pulvérisation [80] des volumes de matière sub-micrométriques à la surface d'un matériau. On parle alors d'usinage ou de gravure FIB, une technique d'écriture directe (point-par-point) relativement lente qui permet d'usiner des substrats de natures diverses [81], dont les matériaux durs et transparents tels que les verres.

**Exemple.** La fabrication de microlentilles par usinage FIB est suggérée dès 1986 [82] mais n'est que peu citée dans la littérature. Concrètement, elle n'a été mise en œuvre que récemment par *Gorelick et al.* [83] grâce à l'utilisation de faisceaux de Xénon ( $Xe^+$ ) sur des substrats en FS. On a démontré la possibilité de réaliser des microlentilles réfractives-diffractives de diamètres inférieurs à 300  $\mu\text{m}$ , avec des flèches atteignant 18  $\mu\text{m}$  (voir **figure 1.19**). L'état de surface de ces composants s'avère être relativement bon puisque la rugosité RMS mesurée est de l'ordre de 25 nm (même si cela reste insuffisant pour des applications dans le domaine visible). Cela peut s'expliquer par l'abrasion relativement douce de la gravure FIB.

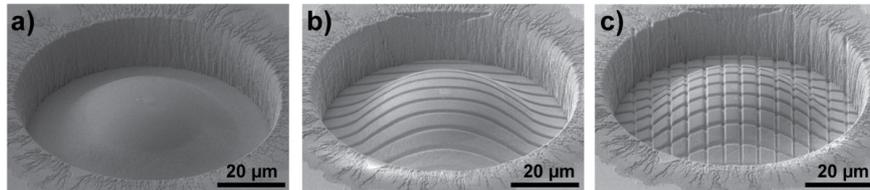


FIGURE 1.19 – Lentilles réfractives-diffractives fabriquées par FIB à différentes étapes de fabrication. Tiré de [83].

La même équipe, en 2018, démontre également la faisabilité de fabrication de micro-axicons en Niobate de Lithium ( $LiNbO_3$ ), de 200  $\mu\text{m}$  de diamètre avec différents angles d'apex (voir **figure 1.20**). Cela suggère alors la possibilité d'obtenir des résultats similaires sur un verre. Les rugosités de surface relevées sur les micro-axicons restent inférieures à 20 nm, ce qui est plutôt satisfaisant. La fidélité de profil obtenue, notamment au niveau de la pointe des axicons (zone nécessitant un niveau de fidélité très élevé), semble néanmoins plutôt faible même s'il est difficile d'en discuter compte tenu du manque de travail de caractérisation effectué (voir **figure 1.20 (a) et (b)**).

**Discussion.** Les procédés basés sur la gravure FIB pour la mise en forme de microlentilles réfractives sont encore aujourd'hui en cours de développement. Ils semblent s'orienter vers la fabrication de microlentilles concaves dans des matériaux de type carbures ou diamant [85]; matériaux typiquement difficiles à usiner. Malgré leur capacité à réaliser des profils

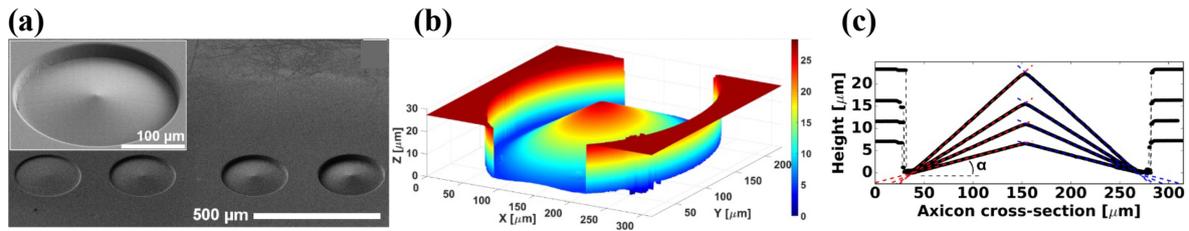


FIGURE 1.20 – Micro-axicons en  $\text{LiNbO}_3$  fabriqués par FIB. (a) Cliché MEB de la série de micro-axicons fabriqués selon différentes dimensions. (b) Topographie d'un des micro-axicons fabriqués. (c) Profils transversaux associés aux différents micro-axicons fabriqués. Tiré de [84].

contrôlés, la rugosité des surfaces obtenues et la résolution spatiale atteignable restent cependant insuffisantes pour des composants de haute performance optique exploitant les longueurs d'onde du visible. Par ailleurs, l'utilisation de faisceaux d'ions engendre un effet d'implantation sur la surface des substrats. Cela implique un changement local de composition chimique qui peut alors altérer les propriétés optiques (comme l'indice de réfraction par exemple) et faire baisser les performances optiques. En outre, la lenteur de ce type de procédé point-par-point ne va pas en son avantage, ce qui constitue probablement une raison au fait qu'ils restent peu cités dans la littérature.

### 1.2.2.7 Photoablation par faisceau laser

**Définition.** La photoablation par faisceau laser, ou « ablation laser », consiste à arracher un volume de matière à la surface d'un substrat grâce à l'énergie d'un faisceau laser focalisé. Elle est historiquement utilisée pour la génération de nanoparticules mais on la retrouve aussi pour l'usinage de matériaux durs, tels que les verres, avec une précision micrométrique. À l'instar de l'usinage FIB, ces techniques d'écriture directe sont surfaciques et ne sont capables de réaliser des microcomposants à façon qu'en surface ; et donc pas dans le volume comme les techniques de stéréolithographie. Lorsqu'elles ont pour vocation de fabriquer des microcomposants optiques réfractifs, elles nécessitent quasi-systématiquement des méthodes de lissage de profil ou de polissage car la rugosité de surface post-ablation est de l'ordre du micron, ce qui est largement insuffisant pour des applications dans le domaine du visible.

**Exemple.** Grâce à un laser  $\text{Nd} : \text{YVO}_4$  Nieto *et al.* [86, 87] parviennent par exemple à réaliser des microlentilles sphériques en verre sodocalcique (dit « soda-lime » en anglais) de seulement 50 μm de diamètre, avec de faibles aberrations optiques ( $\lambda/28$  RMS) et une performance optique caractérisée par un rapport de Strehl de 0,94. Leur procédé consiste à préformer des micro-piliers qui sont ensuite soumis à une refusion thermique, pour à la fois générer les profils sphériques et diminuer fortement la rugosité de surface.

**Autre exemple.** En utilisant un laser femtoseconde, qui améliore l'usinage en termes de rapidité et de résolution, la réalisation de micro-axicons en FS avec un angle d'apex de  $5^\circ$  a été démontrée [88, 89]. Le procédé, illustré en **figure 1.2**, comprend une étape de structuration par ablation laser suivie d'un polissage des surfaces par balayage d'un faisceau laser  $CO_2$ .

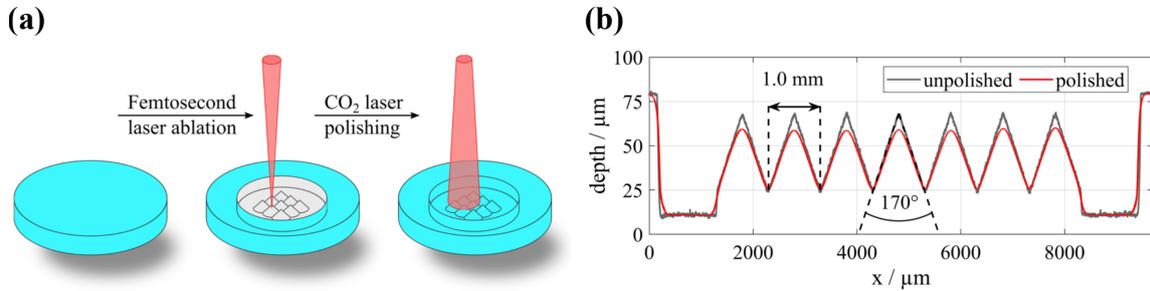


FIGURE 1.21 – Matrice de micro-axicons en verre réalisés par ablation laser femtoseconde et polissage au laser  $CO_2$ . (a) Étapes du procédé de fabrication. (b) Profil transversal de la matrice obtenue, avant et après polissage. Tiré de [89].

Cette dernière étape de polissage est indispensable puisqu'elle permet d'abaisser jusqu'à 20 fois la rugosité moyenne des surfaces obtenues après photoablation (estimée entre  $0,35 \mu m$  et  $0,65 \mu m$ ). Toutefois, la rugosité moyenne obtenue en fin de procédé, entre 30-50 nm, est encore insuffisamment élevée pour des applications dans le visible. Par ailleurs, le polissage conséquent appliqué en raison des hautes rugosités initiales a tendance à arrondir fortement les pointes des micro-axicons (voir **figure 1.21**). En ce sens, l'erreur de profil (écart entre le profil obtenu et le profil théorique) au niveau de la pointe atteint plus de  $10 \mu m$ .

**Discussion.** En somme, les techniques basées sur l'ablation laser, et plus particulièrement sur l'ablation laser femtoseconde, permettent la réalisation de microlentilles sur-mesure sur le verre avec un niveau de détails élevé. Néanmoins, à cause de la forte rugosité résultante de l'étape de photoablation, un polissage conséquent est nécessaire, responsable de la perte de fidélité du profil après-process. Ainsi, bien que ce type de procédé semble très prometteur, la limite du niveau de détail atteignable reste impossible à repousser.

### 1.2.2.8 Gravure humide assistée par laser

**Principe.** La gravure humide est une méthode d'usinage soustractif qui implique une réaction chimique acido-basique dissociative en milieu aqueux. Généralement, elle résulte de l'interaction entre un acide ou une base de Brønsted en solution et un matériau minéral non soluble. La gravure peut être isotrope ou anisotrope en fonction de la nature du matériau choisi. Elle est très utilisée pour la structuration 3D du Si et parfois même des verres de silice. La gravure est dite « assistée par laser », lorsque la réactivité du liquide avec

le matériau est décuplée suite à son irradiation par un laser. On dit aussi que l'irradiation rend le matériau sélectif à la gravure. Sur des matériaux transparents comme le verre, ce type de gravure permet un usinage localisé, tridimensionnel et dans le volume car l'irradiation peut s'effectuer n'importe où dans le volume. Toutefois, les surfaces générées sont rugueuses et nécessitent d'être lissées par des étapes complémentaires si l'on souhaite obtenir une qualité optique. On trouve dans la littérature deux techniques de gravure assistée par laser.

**Première technique.** La première technique s'applique à un verre photosensible, le Foturan® (verre fabriqué par la société Schott), un verre d'aluminosilicate de lithium dopé par de faibles quantités d'oxyde d'argent ( $AgO$ ) et d'oxyde de cérium ( $CeO_2$ ) [90, 91]. Elle s'effectue en 3 étapes : une irradiation des zones destinées à être gravées, un traitement thermique du substrat puis une gravure humide. L'irradiation peut s'effectuer par un laser UV ou IR femtoseconde [92] et le traitement thermique (recuit autour de  $500^\circ C$ ) permet de transformer les zones affectées par le laser en une phase cristalline de métasilicate de lithium ( $Li_2SiO_3$ ), fortement réactif à l'acide fluorhydrique ( $HF$ ) en solution.

**Exemple.** Avec cette technique, des microlentilles cylindriques ont été réalisées [93, 94]. Grâce à un polissage post-gravure par chauffage à haute température pendant plusieurs minutes ou heures, la rugosité peut être abaissée jusqu'à 1 nm.

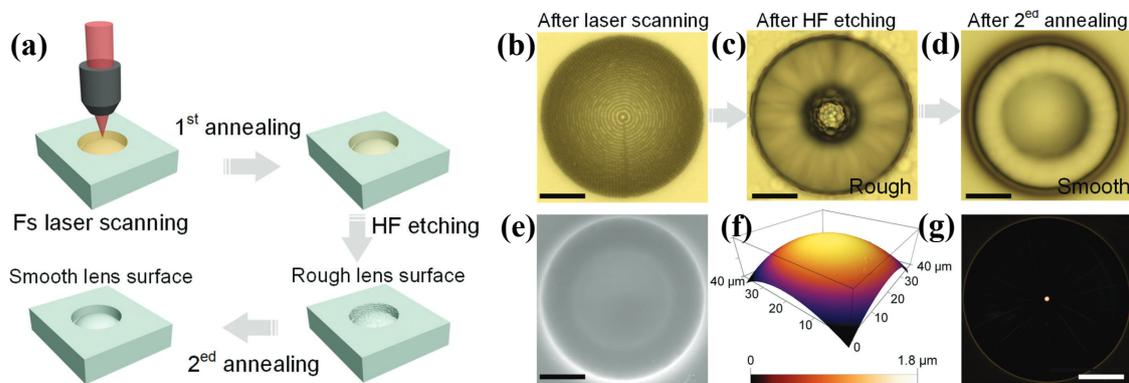


FIGURE 1.22 – (a) Principe du procédé de fabrication d'une microlentille sphérique en Foturan® par gravure assistée par laser. (b-d) Clichés au microscope optique, vu du dessus, de la lentille : (b) après écriture laser, (c) après gravure dans le HF, (d) après traitement thermique de lissage. (e) Cliché MEB de la lentille, vue de dessus, après lissage, (f) Topographie de la lentille après lissage. (g) Profil de lumière au plan focal de la lentille. Barres d'échelle :  $50\ \mu m$ . Tiré de [5].

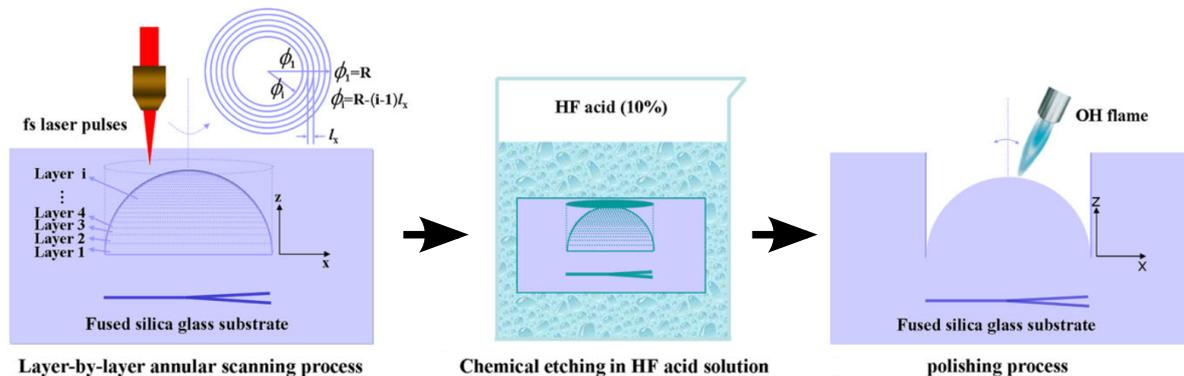
**Autre exemple.** Plus récemment, *Hu et al.* [5] suggèrent la fabrication tout-en-un de microlentilles sphériques intégrées à des canaux microfluidiques en surface ou même enterrés. Ils proposent un procédé de fabrication terminant par une étape de lissage des composants

au moyen d'un recuit thermique, comme illustré en **figure 1.22**. La rugosité est ici aussi fortement abaissée : elle est relevée à 10 nm RMS. Les caractéristiques morphologiques et les propriétés optiques n'étant pas suffisamment détaillées, nous ne pourrions donc pas en faire la discussion.

Bien que ces deux précédentes propositions semblent prometteuses en termes d'usinage 3D et d'intégration monolithique, les structures optiques présentées ne sont que sphériques. Ceci s'explique par le fait que la méthode de lissage choisie se prête parfaitement bien à ce genre de géométries mais ne permet pas de traiter des profils plus arbitraires.

**Deuxième technique.** La deuxième technique de gravure assistée par laser ne nécessite pas de verre photosensible. Elle porte plusieurs dénominations dans la littérature (voir la fin de la **sous-section 2.1.1**) mais nous l'appellerons dans ce manuscrit « FLICE » pour « Femtosecond Laser Irradiation followed by Chemical Etching ». Son principe comprend deux étapes : l'écriture au laser femtoseconde des zones à graver et leur gravure humide. Aucun autre traitement est nécessaire car l'irradiation seule suffit à rendre le matériau sélectif à la gravure.

**Exemple.** On retrouve l'utilisation de cette technique pour la réalisation de microlentilles sphériques en FS intégrées de manière monolithique dans des systèmes optofluidiques dont les intérêts seront abordés en **sous-section 2.2.1**. La **figure 1.23** illustre la fabrication de microlentilles quasi-sphériques de 800  $\mu\text{m}$  de diamètre avec des flèches de 245  $\mu\text{m}$  [95, 96].



**FIGURE 1.23** – Étapes de fabrication d'une microlentille sphérique par gravure humide assistée par laser femtoseconde sur la Silice Fondue : (a) écriture laser, (b) gravure dans HF, (c) polissage au chalumeau oxyhydrogène. Tiré de [96].

La sphéricité obtenue n'est pas parfaite car un écart de plusieurs microns est relevé entre le profil de la surface gravée et le profil recherché. Après polissage au moyen d'un chalumeau à oxyhydrogène (*HHO*) pouvant atteindre les 1700°C - températures proches du point de fusion du FS - les microlentilles semblent présenter un excellent état de surface (état de surface néanmoins non caractérisé mais qu'on peut estimer être associé à une rugosité moyenne de l'ordre de 1 nm selon les sources traitant de la technique de polissage utilisée

[97]).

**Autres exemples.** Tout récemment (2020), il a été démontré avec ce même procédé la possibilité de réaliser des composants sur-mesure en bout de fibre optique [98], voir **figure 1.24**. Les performances optiques, testées dans un contexte applicatif, sont présentées comme satisfaisantes et il est d'ailleurs conclu que le procédé de fabrication employé est idéal pour ce genre de composant. En ce qui concerne l'état de surface, le polissage à la flamme *HHO* permet de faire baisser la rugosité RMS de 48 à seulement 2 nm.

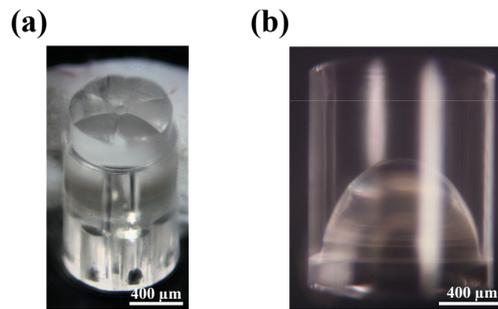


FIGURE 1.24 – Clichés photographiques de deux types de composants sur-mesure en bout de fibre optique fabriqué par technique *FLICE* suivi d'un polissage à la flamme *HHO*. Tiré de [98].

**Discussion.** On comprend donc que, à l'instar de la gravure FIB et l'ablation laser, les techniques de gravure assistée par laser permettent, lorsqu'elles sont combinées à une étape de polissage, de réaliser des microlentilles aux profils sur-mesure et en verre.

### 1.2.3 Bilan et discussion

#### 1.2.3.1 Comparaison des diverses techniques de fabrication de microlentilles

Dans le **tableau 1.1** ci-après, les avantages et inconvénients de chacun des procédés de fabrication de microlentilles réfractives plan-convexes présentés précédemment sont compilés afin de pouvoir les comparer.

TABLEAU 1.1 – Aptitudes et inconvénients des procédés de fabrication de microlentilles

Phénomène exploité	Description	Famille de matériaux	Fabrication de formes sur-mesure & en verre	Inconvénients	Références bibliographiques
Refusion thermique	Structuration puis refusion de résine photosensible	Polymères	/	/	(Popović et al. 1988) [41], (Stern 1994) [44]
	Transfert RIE sur le verre	Verres	Possible mais dépend de la structure à réaliser	/	(Nussbaum et al. 1997) [48], (Voelkel et al. 2001) [45]
Gonflage photo-chimique	Lithographie par proton du PMMA	Polymères	/	/	(Woo et al. 2001) [52], (Ottevaere et al. 2002) [53]
Gonflage photo-thermique	Lithographie sur verre photosensible	Verres	Non car gonflage sphérique	/	(Borrelli et al. 1985) [54]
	Photo-expansion	Verres	Non car gonflage sphérique	/	(Wakaki et al. 1998) [56], (Fritze et al. 1998) [60], (Beattie et al. 1995) [57], (Sinnk et al. 2000) [58]
Moullage par micro-jet d'encre à la demande	Dépôt par micro-pipette	Polymères	/	/	(Biehl et al. 1998) [61]
	Dépôt par micro-poteur	Polymères	/	/	(Zang et al. 2014) [62]
Stéréolithographie	Écriture par Digital Light Processing (DLP)	Polymères	/	/	(Yuan et al. 2019) [67]
	Écriture par 2-Photons Polymerization (2PP)	Polymères	/	/	(Tian et al. 2015) [71], (Žukauskas et al. 2013) [13], (Lightman et al. 2017) [14], (Schmidt et al. 2020) [73]
	Gravure par pulvérisation	Verres	Oui car gravure fine	Haute rugosité & implantation d'ions	(Harriott et al. 1986) [82], (Gorelick et al. 2018) [84]
Gravure par photo-ablation	Écriture par Laser	Verres	Oui car gravure fine	Haute rugosité	(Dudutis et al. 2020) [88], (Schwarz et al. 2020) [99]
	Écriture Laser du Foburan	Verres	Oui car gravure fine	Uniquement verre photosensible	(Cheng et al. 2006) [93], (Lin et al. 2009) [94], (Hu et al. 2018) [5]
Gravure assistée par Laser	Écriture Laser femtoseconde du verre (FLICE)	Verres	Oui car gravure fine	Pas encore assez développé	(Qiao et al. 2011) [96], (Ross et al. 2020) [98]
Embossage thermique sur un moule dur	Moule en Si, obtenu par gravure isotrope	Polymères	/	/	(Albero et al. 2009) [27]
	Moule en Ni-P, obtenu par gravure par FIB	Verres	Envisageable car moule arbitraire gravé au FIB	Pas encore assez développé	(Mekaru et al. 2008) [31]
Coulage dans un moule souple en PDMS	Matrice en Aluminium tournée au diamant	Polymères	/	/	(Scheiding et al. 2011) [33]
	Matrice formée de gouttes de glycérine	Polymères	/	/	(Zhu et al. 2015) [35]
	Matrice en FS obtenue par refusion thermique	Verres	Envisageable car moule arbitraire de PDMS	Uniquement verre Sol-Gel	(Sayah et al. 2002) [36], (Kreuzberger et al. 2009) [37]
Refusion de piliers cylindrique de verre	/	Verres	Non	/	(Yoo et al. 2013) [38]
Suction au travers de matrice percées	Matrice en Si percée de trous circulaires	Verres	Possible mais dépend de la structure à réaliser	/	(Albero et al. 2015) [39]
Soufflage au travers de matrice percées	Matrice en Si percée d'anneaux pour formation d'axicons	Verres	Possible mais dépend de la structure à réaliser	/	(Carrion et al. 2019) [17]

**Première remarque.** De ce tableau, on comprend que toutes les techniques basées sur la déformation de matériaux malléables ou rendus malléables et reposant sur des forces de cohésion et des tensions de surface, ne permettent la fabrication que de composants sphériques et partiellement asphériques. Ce sont typiquement d'une part les procédés de réplique et d'autre part ceux reposant sur la refusion thermique, le mouillage ou le gonflage. Malgré des avantages indéniables en termes de facilité, de coût et de rapidité de production, ceux-ci ne sont pas capables de réaliser des structures à la fois sur-mesure et en verre.

**Deuxième remarque.** La liste des procédés permettant la réalisation de microlentilles sur-mesure se résume essentiellement aux procédés utilisant des techniques d'écriture directe (additives ou soustractives), car elles s'affranchissent des phénomènes de tension de surface. Malgré le fait que ces procédés soient lents (point-par-point) et souvent plus coûteux, ils permettent une meilleure précision. En ce sens, les procédés additifs, tels que la stéréolithographie par DLP ou 2PP semblent très prometteurs par leur haute définition mais ils ne permettent pas de mise en forme de matériaux autres que la résine plastique. Des solutions pour repousser les limites vers l'utilisation du verre sont en voie de développement, mais, à notre connaissance, l'impression 3D de verre à l'échelle micrométrique semble difficile.

**Conclusion.** Par conséquent, seuls les procédés soustractifs utilisant des techniques d'usinage sont en fait capables de mettre en forme des composants au profil contrôlés et dans le verre. Parmi ces procédés, on remarquera que la gravure par FIB et la photoablation laser femtoseconde semblent très intéressants. Néanmoins, ces techniques restent limitées en termes de précision et de fidélité de fabrication, principalement car les états de surfaces obtenus sont mauvais et qu'un polissage nécessairement intense réduit considérablement les niveaux de détails en fin de procédé. Par ailleurs, dans des perspectives d'intégration ou de fabrication de systèmes monolithiques, ces procédés surfaciques sont inadaptés (impossibilité d'usiner dans le volume).

### 1.2.3.2 Intérêt des techniques de gravure assistée par laser

**Bilan.** Les seuls procédés permettant la fabrication de structures en verre et sur-mesure avec une haute fidélité de fabrication sont ceux de gravure assistée par laser combinée à une technique de polissage de surface. Grâce à la génération de surfaces moins rugueuses que dans le cas des techniques d'ablation laser, l'étape de polissage permet potentiellement aux composants d'atteindre une fidélité de forme et une qualité optique nettement moins dégradée. De plus, ces procédés offrent des perspectives uniques par la possibilité de fabriquer dans le volume : on peut par exemple envisager la possibilité de réaliser des systèmes monolithiques comportant plusieurs lentilles empilées ou même des MOEMS.

**Cas de la technique FLICE.** Parmi les deux techniques de gravure assistée par laser abordées précédemment, la technique FLICE présente le plus grand nombre d'avantages et de perspectives. En effet, elle permet l'usinage d'un grand nombre de matériaux qui ne sont pas photosensibles (au contraire du Foturan®). Parmi ces matériaux, comme nous le verrons en **section 2.3**, on retrouve notamment le quartz, le niobate de lithium, le BF33 et surtout le FS qui est un verre très intéressant pour ses propriétés optiques, mécaniques et thermiques.

**Conclusion.** C'est pour ces raisons que ce travail de thèse s'est attaché à développer un procédé de fabrication de microlentilles sur-mesure en verre reposant sur la technique FLICE et une technique de polissage (dans notre cas au laser  $CO_2$ ).

# Bibliographie du chapitre 1

- [1] Maciej BARANSKI et al. « Micro-optical design of a three-dimensional microlens scanner for vertically integrated micro-opto-electro-mechanical systems ». *Applied Optics* 54.22 (2015), p. 6924. DOI : 10.1364/AO.54.006924.
- [2] S. BARGIEL et al. « 3D micro-optical lens scanner made by multi-wafer bonding technology ». San Francisco, California, USA, 2013, p. 861605. DOI : 10.1117/12.2002422.
- [3] Stefan KINDERMANN et al. « A singular value decomposition for the Shack–Hartmann based wavefront reconstruction ». *Journal of Computational and Applied Mathematics* 236.8 (2012), p. 2186-2199. DOI : 10.1016/j.cam.2011.09.041.
- [4] Dong WU et al. « Bioinspired Fabrication of High-Quality 3D Artificial Compound Eyes by Voxel-Modulation Femtosecond Laser Writing for Distortion-Free Wide-Field-of-View Imaging ». *Advanced Optical Materials* 2.8 (2014), p. 751-758. DOI : 10.1002/adom.201400175.
- [5] Yanlei HU et al. « All-Glass 3D Optofluidic Microchip with Built-in Tunable Microlens Fabricated by Femtosecond Laser-Assisted Etching ». *Advanced Optical Materials* 6.9 (2018), p. 1701299. DOI : 10.1002/adom.201701299.
- [6] J.S. LEGGATT et al. « Microlens arrays for interconnection of singlemode fibre arrays ». *Electronics Letters* 27.3 (1991), p. 238. DOI : 10.1049/e1:19910154.
- [7] S. MÖLLER et al. « Improved light out-coupling in organic light emitting diodes employing ordered microlens arrays ». *Journal of Applied Physics* 91.5 (2002), p. 3324-3327. DOI : 10.1063/1.1435422.
- [8] Sang-Hyun EOM et al. « Close-packed hemispherical microlens arrays for light extraction enhancement in organic light-emitting devices ». *Organic Electronics* 12.3 (2011), p. 472-476. DOI : 10.1016/j.orgel.2010.12.021.
- [9] Wei YUAN et al. « Fabrication of Microlens Array and Its Application : A Review ». *Chinese Journal of Mechanical Engineering* 31.1 (2018), p. 16. DOI : 10.1186/s10033-018-0204-y.
- [10] F.Z. FANG et al. « Manufacturing and measurement of freeform optics ». *CIRP Annals* 62.2 (2013), p. 823-846. DOI : 10.1016/j.cirp.2013.05.003.
- [11] Alexander JESACHER et al. « Full phase and amplitude control of holographic optical tweezers with high efficiency ». *Optics Express* 16.7 (2008), p. 4479. DOI : 10.1364/OE.16.004479.

- 
- [12] Chao ZUO et al. « Phase shifting algorithms for fringe projection profilometry : A review ». *Optics and Lasers in Engineering* 109 (2018), p. 23-59. DOI : 10.1016/j.optlaseng.2018.04.019.
- [13] Albertas ŽUKAUSKAS et al. « Monolithic generators of pseudo-nondiffracting optical vortex beams at the microscale ». *Applied Physics Letters* 103.18 (2013), p. 181122. DOI : 10.1063/1.4828662.
- [14] Shlomi LIGHTMAN et al. « Miniature wide-spectrum mode sorter for vortex beams produced by 3D laser printing ». *Optica* 4.6 (2017), p. 605. DOI : 10.1364/OPTICA.4.000605.
- [15] P.-I. DIETRICH et al. « In situ 3D nanoprinting of free-form coupling elements for hybrid photonic integration ». *Nature Photonics* 12.4 (2018), p. 241-247. DOI : 10.1038/s41566-018-0133-4.
- [16] John H. MCLEOD. « The Axicon : A New Type of Optical Element ». *Journal of the Optical Society of America* 44.8 (1954), p. 592. DOI : 10.1364/JOSA.44.000592.
- [17] José V. CARRIÓN et al. « Microfabrication of axicons by glass blowing at a wafer-level ». *Optics Letters* 44.13 (2019), p. 3282. DOI : 10.1364/OL.44.003282.
- [18] Gerd HÄUSLER et al. « Light sectioning with large depth and high resolution ». *Applied Optics* 27.24 (1988), p. 5165. DOI : 10.1364/AO.27.005165.
- [19] Jeffrey A. DAVIS et al. « Range-finding by triangulation with nondiffracting beams ». *Applied Optics* 35.13 (1996), p. 2159. DOI : 10.1364/AO.35.002159.
- [20] A. PISKARSKAS et al. « Noncollinear second-harmonic generation in periodically poled KTiOPO<sub>4</sub> excited by the Bessel beam ». *Optics Letters* 24.15 (1999), p. 1053. DOI : 10.1364/OL.24.001053.
- [21] X.-F. LI et al. « Application of Bessel beams to 2D microfabrication ». *Applied Surface Science* 255.10 (2009), p. 5146-5149. DOI : 10.1016/j.apsusc.2008.07.107.
- [22] Feifei XIN et al. « Using Bessel Beams to Induce Optical Waveguides ». *Physical Review Applied* 11.2 (2019), p. 024011. DOI : 10.1103/PhysRevApplied.11.024011.
- [23] V. GARCÉS-CHÁVEZ et al. « Simultaneous micromanipulation in multiple planes using a self-reconstructing light beam ». *Nature* 419.6903 (2002), p. 145-147. DOI : 10.1038/nature01007.
- [24] Rafael A. B. SUAREZ et al. « Experimental optical trapping with frozen waves ». *Optics Letters* 45.9 (2020), p. 2514. DOI : 10.1364/OL.390909.
- [25] Kye-Sung LEE et al. « Bessel beam spectral-domain high-resolution optical coherence tomography with micro-optic axicon providing extended focusing range ». *Optics Letters* 33.15 (2008), p. 1696. DOI : 10.1364/OL.33.001696.

- 
- [26] Dirk LORENSER et al. « Energy-efficient low-Fresnel-number Bessel beams and their application in optical coherence tomography ». *Optics Letters* 39.3 (2014), p. 548. DOI : 10.1364/OL.39.000548.
- [27] Jorge ALBERO et al. « Fabrication of spherical microlenses by a combination of isotropic wet etching of silicon and molding techniques ». *Optics Express* 17.8 (2009), p. 6283. DOI : 10.1364/OE.17.006283.
- [28] C.T. PAN et al. « Hot embossing of micro-lens array on bulk metallic glass ». *Sensors and Actuators A : Physical* 141.2 (2008), p. 422-431. DOI : 10.1016/j.sna.2007.10.040.
- [29] C.-Y. CHANG et al. « Fabrication of plastic microlens array using gas-assisted micro-hot-embossing with a silicon mold ». *Infrared Physics & Technology* 48.2 (2006), p. 163-173. DOI : 10.1016/j.infrared.2005.10.002.
- [30] Yongshun LIU et al. « Polymeric microlens array fabricated with PDMS mold-based hot embossing ». *Journal of Micromechanics and Microengineering* 24.9 (2014), p. 095028. DOI : 10.1088/0960-1317/24/9/095028.
- [31] Harutaka MEKARU et al. « Micro lens imprinted on Pyrex glass by using amorphous Ni-P alloy mold ». *Microelectronic Engineering* 85.5-6 (2008), p. 873-876. DOI : 10.1016/j.mee.2008.01.031.
- [32] Taekyung KIM et al. « Replication of high refractive index glass microlens array by imprinting in conjunction with laser assisted rapid surface heating for high resolution confocal microscopy imaging ». *Optics Express* 27.13 (2019), p. 18869. DOI : 10.1364/OE.27.018869.
- [33] Sebastian SCHEIDING et al. « Freeform manufacturing of a microoptical lens array on a steep curved substrate by use of a voice coil fast tool servo ». *Optics Express* 19.24 (2011), p. 23938. DOI : 10.1364/OE.19.023938.
- [34] Jackie CHEN et al. « Variable-focusing microlens with microfluidic chip ». *Journal of Micromechanics and Microengineering* 14.5 (2004), p. 675-680. DOI : 10.1088/0960-1317/14/5/003.
- [35] Xiaoyang ZHU et al. « Fabrication of high numerical aperture micro-lens array based on drop-on-demand generating of water-based molds ». *Optics & Laser Technology* 68 (2015), p. 23-27. DOI : 10.1016/j.optlastec.2014.11.003.
- [36] A. SAYAH et al. « Micro-replication of optical lenses in glass using a novel sol gel technology ». *International Conference on Micro Electro Mechanical Systems*. Las Vegas, NV, USA : IEEE, 2002, p. 516-519. DOI : 10.1109/MEMSYS.2002.984322.
- [37] Thomas KREUZBERGER et al. « Sol-gel process to cast quartz glass microlens arrays ». *Microelectronic Engineering* 86.4-6 (2009), p. 1173-1175. DOI : 10.1016/j.mee.2009.01.071.

- 
- [38] Sunghyun YOO et al. « Monolithically integrated glass microlens scanner using a thermal reflow process ». *Journal of Micromechanics and Microengineering* 23.6 (2013), p. 065012. DOI : 10.1088/0960-1317/23/6/065012.
- [39] Jorge ALBERO et al. « Dense arrays of millimeter-sized glass lenses fabricated at wafer-level ». *Optics Express* 23.9 (2015), p. 11702. DOI : 10.1364/OE.23.011702.
- [40] H. OTTEVAERE et al. « Comparing glass and plastic refractive microlenses fabricated with different technologies ». *Journal of Optics A : Pure and Applied Optics* 8.7 (2006), S407-S429. DOI : 10.1088/1464-4258/8/7/S18.
- [41] Zoran D. POPOVIC et al. « Technique for monolithic fabrication of microlens arrays ». *Applied Optics* 27.7 (1988), p. 1281. DOI : 10.1364/AO.27.001281.
- [42] Hans Peter HERZIG, éd. *Micro-optics : elements, systems and applications*. Reprinted. London : Taylor & Francis, 1998.
- [43] Jens DUNKEL et al. « Laser lithographic approach to micro-optical freeform elements with extremely large sag heights ». *Optics Express* 20.4 (2012), p. 4763. DOI : 10.1364/OE.20.004763.
- [44] Margaret B. STERN et al. « Dry etching for coherent refractive microlens arrays ». *Optical Engineering* 33.11 (1994), p. 3547-3551. DOI : 10.1117/12.179880.
- [45] Reinhard VOELKEL et al. « Fabrication of aspherical microlenses in fused silica and silicon ». Sous la dir. d'Ernst-Bernhard KLEY et al. San Diego, CA, 2001, p. 40-43. DOI : 10.1117/12.448056.
- [46] Pekka SAVANDER. « Microlens arrays etched into glass and silicon ». *Optics and Lasers in Engineering* 20.2 (1994), p. 97-107. DOI : 10.1016/0143-8166(94)90020-5.
- [47] Tian-Fei ZHU et al. « Fabrication of diamond microlenses by chemical reflow method ». *Optics Express* 25.2 (2017), p. 1185. DOI : 10.1364/OE.25.001185.
- [48] Ph. NUSSBAUM et al. « Design, fabrication and testing of microlens arrays for sensors and microsystems ». *Pure and Applied Optics : Journal of the European Optical Society Part A* 6.6 (1997), p. 617-636. DOI : 10.1088/0963-9659/6/6/004.
- [49] T. KNIELING et al. « Microlens array production in a microtechnological dry etch and reflow process for display applications ». *Journal of the European Optical Society : Rapid Publications* 7 (2012), p. 12007. DOI : 10.2971/jeos.2012.12007.
- [50] M. WANG et al. « A novel thermal reflow method for the fabrication of microlenses with an ultrahigh focal number ». *RSC Adv.* 5.44 (2015), p. 35311-35316. DOI : 10.1039/C5RA00957J.
- [51] Hyukjin JUNG et al. « Monolithic Polymer Microlens Arrays with High Numerical Aperture and High Packing Density ». *ACS Applied Materials & Interfaces* 7.4 (2015), p. 2160-2165. DOI : 10.1021/am5077809.

- 
- [52] H.-J. WOO et al. « Optimisation of microlenses fabricated by deep proton irradiation and styrene diffusion ». *Microelectronic Engineering* 57-58 (2001), p. 945-951. DOI : 10.1016/S0167-9317(01)00564-0.
- [53] H. OTTEVAERE et al. « Two-dimensional plastic microlens arrays by deep lithography with protons : fabrication and characterization ». *Journal of Optics A : Pure and Applied Optics* 4.4 (2002), S22-S28. DOI : 10.1088/1464-4258/4/4/354.
- [54] Nicholas F. BORRELLI et al. « Photolytic technique for producing microlenses in photosensitive glass ». *Applied Optics* 24.16 (1985), p. 2520. DOI : 10.1364/AO.24.002520.
- [55] Tingxiu HOU et al. « Fabrication, characterization, and applications of microlenses ». *Applied Optics* 54.24 (2015), p. 7366. DOI : 10.1364/AO.54.007366.
- [56] M. WAKAKI et al. « Microlenses and microlens arrays formed on a glass plate by use of a  $CO_2$  laser ». *Applied Optics* 37.4 (1998), p. 627. DOI : 10.1364/AO.37.000627.
- [57] G. BEADIE et al. « Single-step laser fabrication of refractive microlenses in semiconductor-doped glasses ». *Optics Letters* 20.21 (1995), p. 2153. DOI : 10.1364/OL.20.002153.
- [58] Andrei Y. SMUK et al. « Direct laser fabrication of dense microlens arrays in semiconductor-doped glass ». *Journal of Applied Physics* 87.8 (2000), p. 4026-4030. DOI : 10.1063/1.372449.
- [59] I. ANTONOV et al. « Fabrication of microlenses in Ag-doped glasses by a focused continuous wave laser beam ». *Journal of Applied Physics* 93.5 (2003), p. 2343-2348. DOI : 10.1063/1.1540724.
- [60] M. FRITZE et al. « Laser-fabricated glass microlens arrays ». *Optics Letters* 23.2 (1998), p. 141. DOI : 10.1364/OL.23.000141.
- [61] S. BIEHL et al. « Refractive Microlens Fabrication by Ink-Jet Process ». *Journal of Sol-Gel Science and Technology* 13 (1998), p. 177-182.
- [62] Zhigang ZANG et al. « Fabrication of high quality and low cost microlenses on a glass substrate by direct printing technique ». *Applied Optics* 53.33 (2014), p. 7868. DOI : 10.1364/AO.53.007868.
- [63] Roger PHILLIPS. « Photopolymerization ». *Journal of Photochemistry* 25.1 (1984), p. 79-82. DOI : 10.1016/0047-2670(84)85016-9.
- [64] Jean-Claude ANDRÉ. *De la fabrication additive à l'impression 3D/4D 1*. ISTE Editions, 2018.
- [65] Charles W HULL et al. « US Patent 4575330A : Apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography ». 1984.

- 
- [66] Jeffrey B. SAMPSELL. « Digital micromirror device and its application to projection displays ». *Journal of Vacuum Science & Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures* 12.6 (1994), p. 3242. DOI : 10.1116/1.587506.
- [67] Chao YUAN et al. « Ultrafast Three-Dimensional Printing of Optically Smooth Microlens Arrays by Oscillation-Assisted Digital Light Processing ». *ACS Applied Materials & Interfaces* 11.43 (2019), p. 40662-40668. DOI : 10.1021/acsami.9b14692.
- [68] M. MIWA et al. « Femtosecond two-photon stereo-lithography ». *Applied Physics A : Materials Science & Processing* 73.5 (2001), p. 561-566. DOI : 10.1007/s003390100934.
- [69] S.-H. PARK et al. « Two-photon stereolithography for realizing ultraprecise three-dimensional nano/microdevices : Two-photon stereolithography for nano/microdevices ». *Laser & Photonics Reviews* 3.1-2 (2009), p. 1-11. DOI : 10.1002/lpor.200810027.
- [70] Mangirdas MALINAUSKAS et al. « Mechanisms of three-dimensional structuring of photo-polymers by tightly focussed femtosecond laser pulses ». *Optics Express* 18.10 (2010), p. 10209. DOI : 10.1364/OE.18.010209.
- [71] Zhen-Nan TIAN et al. « Focal varying microlens array ». *Optics Letters* 40.18 (2015), p. 4222. DOI : 10.1364/OL.40.004222.
- [72] Zhuo-Chen MA et al. « Smart Compound Eyes Enable Tunable Imaging ». *Advanced Functional Materials* 29.38 (2019), p. 1903340. DOI : 10.1002/adfm.201903340.
- [73] Sören SCHMIDT et al. « Tailored micro-optical freeform holograms for integrated complex beam shaping ». *Optica* 7.10 (2020), p. 1279. DOI : 10.1364/OPTICA.395177.
- [74] Saulius JUODKAZIS. « 3D printed micro-optics ». *Nature Photonics* 10.8 (2016), p. 499-501. DOI : 10.1038/nphoton.2016.150.
- [75] Andrea TOULOUSE et al. « Alignment-free integration of apertures and nontransparent hulls into 3D-printed micro-optics ». *Optics Letters* 43.21 (2018), p. 5283. DOI : 10.1364/OL.43.005283.
- [76] Thomas DOUALLE et al. « 3D printing of silica glass through a multiphoton polymerization process ». *Optics Letters* 46.2 (2021), p. 364. DOI : 10.1364/OL.414848.
- [77] Diana GONZALEZ-HERNANDEZ et al. « Laser 3D Printing of Inorganic Free-Form Micro-Optics ». *Photonics* 8.12 (2021), p. 577. DOI : 10.3390/photonics8120577.
- [78] Dao ZHANG et al. « 3D printing of glass by additive manufacturing techniques : a review ». *Frontiers of Optoelectronics* 14.3 (2021), p. 263-277. DOI : 10.1007/s12200-020-1009-z.
- [79] Han ZHANG et al. « Overview of 3D-Printed Silica Glass ». *Micromachines* 13.1 (2022), p. 81. DOI : 10.3390/mi13010081.

- 
- [80] R. BEHRISCH. *Sputtering by Particle Bombardment I Physical Sputtering of Single-Element Solids*. Softcover reprint of the original 1st ed. 1981. Berlin : Springer Berlin, 2014.
- [81] R.E.J. WATKINS et al. « Focused ion beam milling ». *Vacuum* 36.11-12 (1986), p. 961-967. DOI : 10.1016/0042-207X(86)90148-X.
- [82] L. R. HARRIOTT et al. « Micromachining of integrated optical structures ». *Applied Physics Letters* 48.25 (1986), p. 1704-1706. DOI : 10.1063/1.96809.
- [83] Sergey GORELICK et al. « Hybrid refractive-diffractive microlenses in glass by focused Xe ion beam ». *Journal of Vacuum Science & Technology B* 37.5 (2019), p. 051601. DOI : 10.1116/1.5114953.
- [84] Sergey GORELICK et al. « Fabrication of glass microlenses using focused Xe beam ». *Optics Express* 26.10 (2018), p. 13647. DOI : 10.1364/OE.26.013647.
- [85] Xue-Qing LIU et al. « Optical Nanofabrication of Concave Microlens Arrays ». *Laser & Photonics Reviews* 13.5 (2019), p. 1800272. DOI : 10.1002/lpor.201800272.
- [86] Daniel NIETO et al. « Fabrication and characterization of microlens arrays on soda-lime glass using a combination of laser direct-write and thermal reflow techniques ». *Journal of Applied Physics* 110.2 (2011), p. 023108. DOI : 10.1063/1.3609085.
- [87] Tamara DELGADO et al. « Fabrication of microlens arrays on soda-lime glass using a laser direct-write technique and a thermal treatment assisted by a  $CO_2$  laser ». *Optics and Lasers in Engineering* 73 (2015), p. 1-6. DOI : 10.1016/j.optlaseng.2015.03.026.
- [88] Juozas DUDUTIS et al. « Laser-fabricated axicons challenging the conventional optics in glass processing applications ». *Optics Express* 28.4 (2020), p. 5715. DOI : 10.1364/OE.377108.
- [89] Simon SCHWARZ et al. « Fabrication and evaluation of negative axicons for ultrashort pulsed laser applications ». *Optics Express* 28.18 (2020), p. 26207. DOI : 10.1364/OE.401084.
- [90] Peter D. FUQUA et al. « Fabrication of true 3D microstructures in glass/ceramic materials by pulsed UV laser volumetric exposure techniques ». Sous la dir. de Jan J. DUBOWSKI et al. San Jose, CA, 1999, p. 213-220. DOI : 10.1117/12.352714.
- [91] P.D. FUQUA et al. « A UV Direct-Write Approach for Formation of Embedded Structures in Photostructurable Glass-Ceramics ». *MRS Proceedings* 624 (2000), p. 79. DOI : 10.1557/PROC-624-79.
- [92] Ya CHENG et al. « Three-dimensional micro-optical components embedded in photosensitive glass by a femtosecond laser ». *Optics Letters* 28.13 (2003), p. 1144. DOI : 10.1364/OL.28.001144.

- [93] Y. CHENG et al. « Fabrication of 3D microoptical lenses in photosensitive glass using femtosecond laser micromachining ». *Applied Physics A* 85.1 (2006), p. 11-14. DOI : 10.1007/s00339-006-3672-3.
- [94] C. H. LIN et al. « Fabrication of microlens arrays in photosensitive glass by femtosecond laser direct writing ». *Applied Physics A* 97.4 (2009), p. 751-757. DOI : 10.1007/s00339-009-5350-8.
- [95] Fei HE et al. « Two-photon fluorescence excitation with a microlens fabricated on the fused silica chip by femtosecond laser micromachining ». *Applied Physics Letters* 96.4 (2010), p. 041108. DOI : 10.1063/1.3294627.
- [96] Lingling QIAO et al. « A microfluidic chip integrated with a microoptical lens fabricated by femtosecond laser micromachining ». *Applied Physics A* 102.1 (2011), p. 179-183. DOI : 10.1007/s00339-010-6096-z.
- [97] Fei HE et al. « Direct fabrication of homogeneous microfluidic channels embedded in fused silica using a femtosecond laser ». *Optics Letters* 35.3 (2010), p. 282. DOI : 10.1364/OL.35.000282.
- [98] Calum A. ROSS et al. « A Miniature Fibre-Optic Raman Probe Fabricated by Ultra-fast Laser-Assisted Etching ». *Micromachines* 11.2 (2020), p. 185. DOI : 10.3390/mi11020185.
- [99] Simon SCHWARZ et al. « Rapid fabrication of precise glass axicon arrays by an all laser-based manufacturing technology ». *Journal of Laser Applications* 32.1 (2020), p. 012001. DOI : 10.2351/1.5134988.

# La technique FLICE

Dans ce chapitre, nous allons faire une présentation de la technique de gravure assistée par laser « FLICE » (« Femtosecond Laser Irradiation followed by Chemical Etching »). Nous commencerons premièrement par décrire les mécanismes physiques impliqués dans son fonctionnement puis, afin de mieux cerner l'étendue des perspectives qu'elle offre, nous présenterons un état de l'art portant sur les réalisations pratiques ainsi que les possibilités d'usinage sur d'autres matériaux que le FS.

## 2.1. Description théorique

Les techniques d'usinage exploitant les phénomènes d'interactions lumière-matière associés aux lasers à impulsions ultra-courtes ont suscité depuis les dernières années un grand intérêt dans le domaine de la micro-fabrication. La technique FLICE en est un bon exemple ; elle a été élaborée dans les années 2000 [1]

### 2.1.1 Principes généraux

Cette technique d'usinage soustractif s'applique à des matériaux diélectriques solides, transparents et non photo-sensibles, tels que les verres de silice. Elle comporte deux étapes principales schématisées en **figure 2.1** :

1. La première étape, qu'on nommera « écriture », consiste en l'irradiation de zones volumiques choisies dans le matériau par un faisceau laser femtoseconde étroitement focalisé. Cette irradiation entraîne une modification structurelle rendue possible, sous certaines conditions, par un effet d'absorption multi-photons induite par la haute densité d'énergie générée par la focalisation du faisceau laser.
2. La seconde étape, qu'on nommera « gravure », consiste en une réaction chimique en milieu aqueux - autrement dit, une gravure humide - entre un réactif, acide ou basique, et les zones préalablement modifiées/irradiées qui ont été rendues sélectives à ce type de réaction. Pour peu que ces zones soient en contact avec les réactifs de gravure, elles sont éliminées/soustraites du substrat ; c'est-à-dire du matériau « intact » ou « non-irradié ».

Cette technique d'usinage est particulièrement adaptée à la microfabrication du fait que le matériau peut être modifié avec une précision micrométrique notamment grâce à la possibilité de focaliser étroitement un faisceau laser femtoseconde.

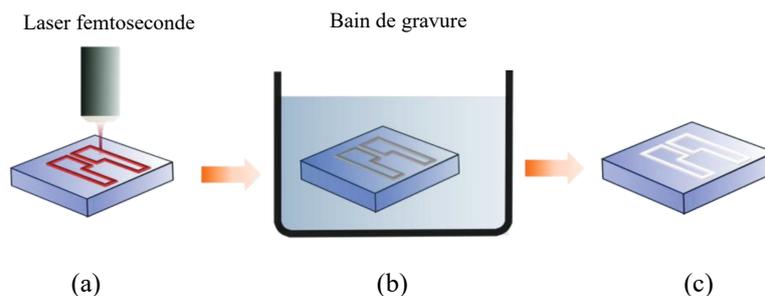


FIGURE 2.1 – Étapes intervenant dans la technique FLICE. (a) L’irradiation ou « écriture » par le faisceau laser femtoseconde. (b) La gravure chimique en milieu aqueux. (c) Le résultat après gravure. Tiré de [2].

Un autre grand avantage de cette technique est le fait que l’on puisse usiner des verres « de l’intérieur » ou « dans le volume ». En effet, les verres sont transparents pour les longueurs d’onde du domaine du visible et le sont également aux longueurs d’onde des lasers femtoseconde employés (IR et proche-IR). Cela signifie qu’au cours de l’étape d’écriture, le faisceau laser femtoseconde peut pénétrer par transmission au cœur du substrat de verre et peut être focalisé n’importe où dans son volume. On comprend ainsi que nous avons la liberté de soustraire toute zone comprise dans un volume initial de matériau vierge (pour peu que la solution de gravure puisse accéder aux zones irradiées), ce qui en d’autres termes, nous donne la possibilité de pratiquer un usinage en trois dimensions ou encore une « impression 3D soustractive ».

Pour ces raisons, le développement de cette technique a permis l’émergence de plusieurs compagnies spécialisées dans la fabrication de machines dédiées à ce type d’usinage : LightFab GmbH (Allemagne), FemtoEtch (É.U.A), Femtika (Lituanie) et FEMTOprint SA (Suisse).

La dénomination « FLICE » que nous attribuons à cette technique est couramment employée dans la littérature, en particulier par les auteurs de publications portant sur le projet « FEMTOprint » [3] : projet Européen, issu en bonne partie des travaux de *Yves Bellouard et al.* et qui a notamment débouché sur la création de l’entreprise éponyme « FEMTOprint S.A. » (Muzzano, Suisse). Puisque nos travaux de recherche reposent sur l’utilisation d’une machine commerciale conçue par FEMTOprint, nous avons choisi d’utiliser cet acronyme dans ce manuscrit.

Toutefois on trouve dans la littérature de nombreuses autres dénominations décrivant la même technique comme par exemple :

- FLAE, pour « Femtosecond Laser Assisted Etching »
- LAE, pour « Laser Assisted Etching »
- ULAE, pour « Ultrafast Laser Assisted Etching »
- FLISE, pour « Femtosecond Laser Induced Selective Etching »

- ISLE, pour « In-volume Selective Laser Etching »
- SLE, pour « Selective Laser Etching »
- FLAC, pour « Femtosecond Laser Assisted Carving »
- EAFLM, pour « Etching-Assisted Femtosecond Laser Microfabrication »

### 2.1.2 Mécanismes impliqués dans l'irradiation laser

Comme nous venons de le voir, la technique FLICE nécessite de focaliser un faisceau laser femtoseconde à l'intérieur d'un verre afin de pouvoir le modifier structurellement et le rendre ainsi plus sensible à la gravure que le verre non irradié.

**Absorption multiphotons.** Pour en comprendre la raison, il faut souligner la présence de plusieurs phénomènes d'absorption non-linéaire de photons consécutifs aux fortes intensités mises en jeu lorsqu'un faisceau laser à impulsions ultra-courtes, de l'ordre du femtoseconde, est focalisé dans le verre. Dans les régimes d'irradiation qui permettent la modification structurelle du matériau, le phénomène dominant est celui de « l'absorption multiphotons ». Ce phénomène, dont le principe est schématisé en **figure 2.2**, est appelé ainsi car il est le résultat d'une combinaison de l'énergie de plusieurs photons permettant d'atteindre un niveau d'énergie beaucoup plus élevé que l'énergie d'un seul photon. Il est obtenu parce que, au niveau du volume focal, la densité de photons durant un laps de temps donné (l'ultra-courte durée du pulse) est suffisamment élevée. En d'autres termes, l'intensité lumineuse au niveau du volume focal dépasse un certain seuil. Dans la littérature, on reporte que ce seuil de puissance surfacique est de l'ordre de  $10^{14}$  W/cm<sup>2</sup> en ce qui concerne le FS [4].

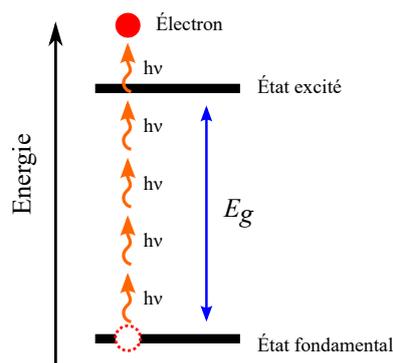


FIGURE 2.2 – Diagramme représentant le phénomène d'absorption multiphotons.  $E_g$ , correspond au gap d'énergie permettant le passage d'un électron d'un état stable à un état ionisé. L'absorption multiphotons se produit lorsque l'énergie de plusieurs photons ( $h\nu$ ) s'additionne et dépasse le gap  $E_g$ .

Dans le détail, l'ionisation multiphotons est un processus de photoionisation au cours duquel un porteur de charge - typiquement un électron - est excité et passe alors de la bande de valence (un état lié) à la bande de conduction (un état de porteur de charges

libres). La probabilité d'observer une absorption multiphotons devient significative au-delà d'un certain seuil de puissance laser. Elle dépend également de la longueur d'onde du laser utilisé, c'est-à-dire de l'énergie des photons. L'absorption multiphotons a lieu lorsque :

$$mh\frac{c}{\lambda} > E_g$$

$m$  étant le nombre de photons requis,  $h$  la constante de Planck,  $\nu = \frac{c}{\lambda}$  la fréquence de l'onde lumineuse du laser et  $E_g$  le gap d'énergie associé à la transition électronique.

Dans le cas du FS, le gap d'énergie correspond à 9 eV [4]. Lorsqu'on utilise un laser femtoseconde émettant à une longueur d'onde de 1030 nm – comme ce sera le cas dans nos travaux de recherche - l'absorption multiphotons est associée à la « combinaison » de l'énergie de 8 photons (environ 1,20 eV chacun).

**Mécanismes d'excitation et désexcitation.** Les mécanismes conduisant à la modification structurelle du verre suite à la photoionisation décrite ci-dessus ne sont pas encore parfaitement compris. Néanmoins, sur le FS - verre amorphe composé à plus de 99.9 % de  $SiO_2$  - la littérature indique que le processus repose sur deux étapes successives :

1. La première est l'excitation des électrons de valence par absorption multiphotons suivie d'autres phénomènes d'excitation additionnels, tels que l'ionisation par avalanche et l'ionisation par impact, menant à la formation d'un plasma localisé dans la zone irradiée.
2. La deuxième étape est la désexcitation de ce plasma par l'interaction des électrons libres qui le composent avec la matrice de verre. L'énergie des électrons finit ainsi par se dissiper, par recombinaison avec le réseau de  $SiO_2$  (aussi nommée « *carrier-carrier scattering* » en anglais) ou par transfert d'énergie vers ses phonons (aussi nommé « *carrier-phonon scattering* » en anglais). Ces mécanismes entraînent alors des distributions électroniques inégales associées à l'introduction de défauts permanents dans le réseau de  $SiO_2$  qui vont *in fine* modifier la structure du matériau dans la Zone Affectée par le Laser (LAZ)

**Types de modifications structurelles.** Le processus précédemment décrit peut être à l'origine de différents types de modifications structurelles selon les régimes d'irradiation dans lesquels on se place. Un régime d'irradiation correspond à l'association de (1) l'énergie de l'impulsion, (2) de la durée de l'impulsion et, (3) du taux de répétition, tous trois définis en **figure 2.3**.

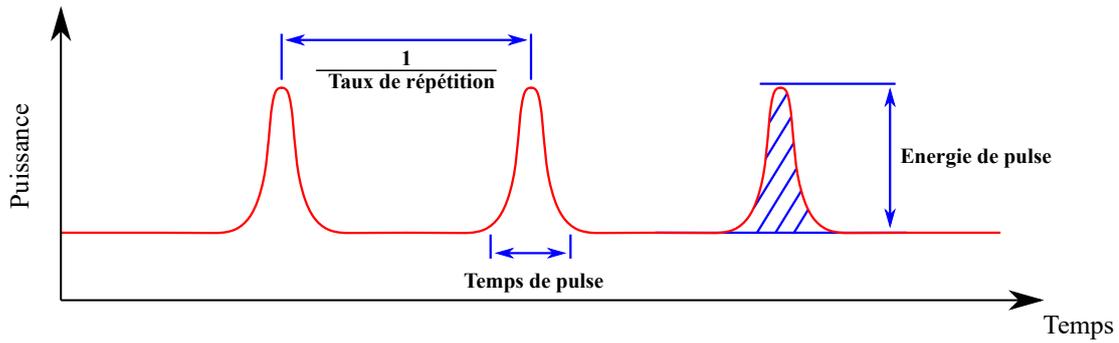


FIGURE 2.3 – Représentation d'un régime d'irradiation décrit par la succession de plusieurs impulsions fournies par un laser femtoseconde. Les impulsions sont caractérisées par leur énergie et leur durée. Leur espacement dans le temps est décrit par le taux de répétition.

Dans notre cas :

- On considèrera seulement des durées d'impulsions inférieures à la centaine de femtosecondes.
- On considèrera aussi que le taux de répétition des impulsions n'est pas trop élevé. En effet, pour des fréquences de répétition dépassant le MHz, les impulsions successives arrivent avant que le matériau ait eu le temps de refroidir (régime thermique cumulatif, voir **figure 2.4 (b)**). Il en résulte une forte montée en température localisée au niveau de la LAZ, qui modifie significativement l'effet sur le matériau.

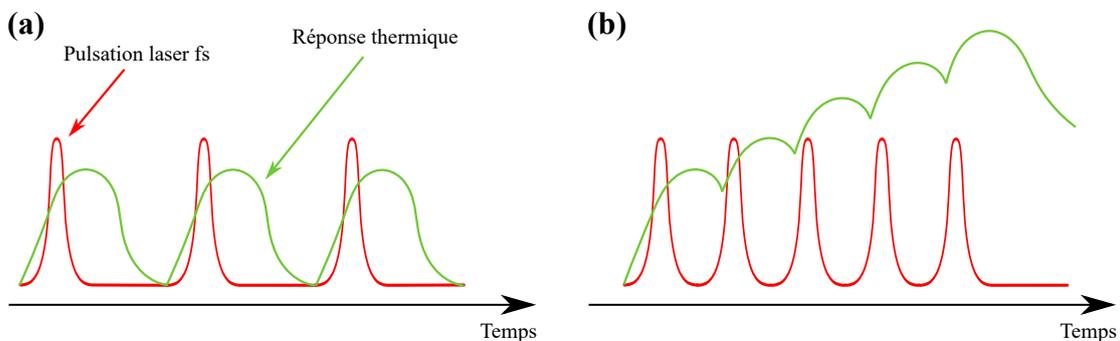


FIGURE 2.4 – (a) Régime non-cumulatif : le matériau retrouve sa température initiale entre deux impulsions. (b) Régime cumulatif pour lequel la température du matériau augmente à chaque impulsion.

Dans le cas d'un régime thermique non-cumulatif (voir **figure 2.4 (a)**), la littérature [5] mentionne trois types de modifications structurales, principalement étudiées sur le FS (le comportement d'autres matériaux peut être différent, notamment lorsqu'ils sont cristallins ou dopés). Sur le FS, en régime thermique non-cumulatif et pour un taux de répétition donné, les types de modifications observées dépendent de l'énergie mais aussi de la durée de l'impulsion. Les 3 types de modifications structurales, correspondant aux couples (énergie  $\times$  durée d'impulsion) représentés en **figure 2.5** sont les suivants :

- Les modifications de **type I** se caractérisent par une augmentation notable de l'indice de réfraction des zones irradiées et une faible augmentation de la vitesse de gravure. Il s'agit probablement d'une densification locale de la matière qui a été attribuée à la diminution des angles des liaisons chimiques  $Si - O - Si$ . Ce type de modification permet par exemple de fabriquer des guides d'ondes [6].
- Les modifications de **type II** se caractérisent par une augmentation significative de la vitesse de gravure. Ce sont celles qui sont exploitées pour l'écriture FLICE. Elles sont attribuées à l'apparition de nano-structures dans les zones irradiées. Nous y reviendrons dans la suite.
- Les modifications de **type III** correspondent à des destructions structurelles importantes (micro-explosions et phénomènes d'ablation). Ce type de modification est donc inapproprié pour la technique FLICE.

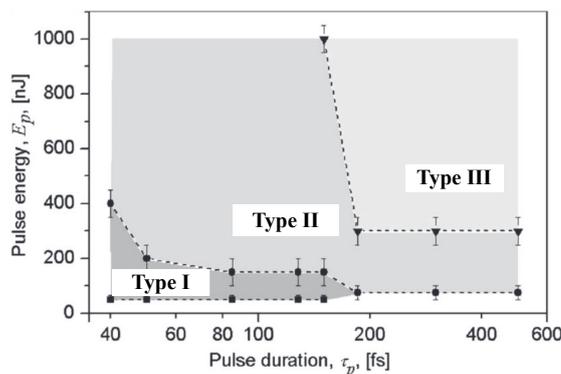


FIGURE 2.5 – Graphique représentant les différents types de modifications structurelles possible du FS, en fonction de l'énergie et de la durée d'impulsion, pour un taux de répétition de 500 kHz. Tiré de [5].

**Nanoréseaux.** Les différents auteurs ayant étudié les modifications de type II s'accordent sur le fait que l'augmentation de la vitesse de gravure dans la LAZ est liée à l'apparition de nano-structures feuilletées en réseaux auto-organisés (« nanogratings » en anglais). Ces nanoréseaux, observées pour la première fois en 2003 [7], sont des empilements périodiques de nano-plans matériels dont le pas dépend de la longueur d'onde du laser femtoseconde selon la relation  $\lambda/2n$  [8, 9] : typiquement quelques centaines de nanomètres. Ils se forment uniquement dans la LAZ, laquelle a la forme d'une goutte d'eau dont l'extrémité pointue indique la direction de propagation du laser (voir **figure 2.6**). La forme asymétrique de la LAZ est due à divers effets optiques, tels que les aberrations sphériques, l'autofocalisation et d'autres effets non-linéaires. Par ailleurs, les plans en nanoréseau sont systématiquement orientés perpendiculairement à la polarisation du laser d'écriture.

Ces nanoréseaux sont des structures aux propriétés très particulières. Plusieurs études, ont démontré qu'ils peuvent être effacés puis réécrits plusieurs fois à la suite [10]. Lorsqu'ils sont formés par balayage du faisceau laser (c'est-à-dire lors d'une écriture directe), leur

forme dépend du sens de balayage (l'écriture est alors dite « non-réciproque ») [11].

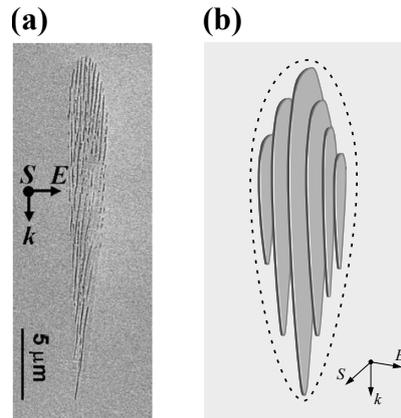


FIGURE 2.6 – (a) Vue en coupe d'une structure de type « nanogratings » formée dans le volume focal.  $E$  est la polarisation du laser et  $k$  son vecteur d'onde. Tiré de [12]. (b) Représentation schématique 3D de la structure observée. Tiré de [13].

**Mécanismes de formation des nanoréseaux.** Les mécanismes et la dynamique à l'origine de la formation des nano-plans ne sont pas totalement compris à ce jour. Dans la littérature, on retrouve deux modèles principaux qui tentent de les décrire [14]. Le premier modèle, dit « modèle de Kazansky » [15], fait intervenir des interférences entre l'onde de plasma générée au sein du matériau lors de l'ionisation multi-photons et le champ électrique incident du faisceau laser. Le second modèle, dit « modèle nano-plasmonique » [13], est fondé sur l'existence de nano-plasmas transitoires locaux générés à partir d'impuretés ou de centres colorés pré-existants dans le verre. Bien que les mécanismes conduisant aux modifications structurales de type II restent controversés, les facteurs qui influent sur la vitesse de gravure des zones irradiées sont cependant déjà bien connus.

### 2.1.3 Facteurs influant sur la vitesse de gravure

Plusieurs études ont été menées afin de déterminer les facteurs influant sur la vitesse des zones irradiées. Dans ce cadre, les expériences réalisées consistent à pratiquer l'écriture de plusieurs lignes droites et horizontales, dans le volume d'un substrat en FS (voir **figure 2.7 (a)**), selon différents régimes d'impulsion (énergie et taux de répétition), différentes vitesses de déplacement et différentes polarisations du faisceau laser, puis de mesurer la vitesse de leur gravure.

**Importance de la polarisation.** La polarisation du laser influe fortement sur la vitesse de gravure du FS [16, 17]. En effet, comme on peut le voir sur la **figure 2.7 (b)**, une polarisation parallèle à la direction d'écriture produit des nano-plans perpendiculaires au chemin d'écriture qui vont constituer des obstacles à la progression du liquide de gravure. A l'inverse, quand la polarisation du laser est orientée perpendiculairement au chemin

d'écriture, les nano-plans sont parallèles au chemin d'écriture et le liquide de gravure peut progresser bien plus rapidement.

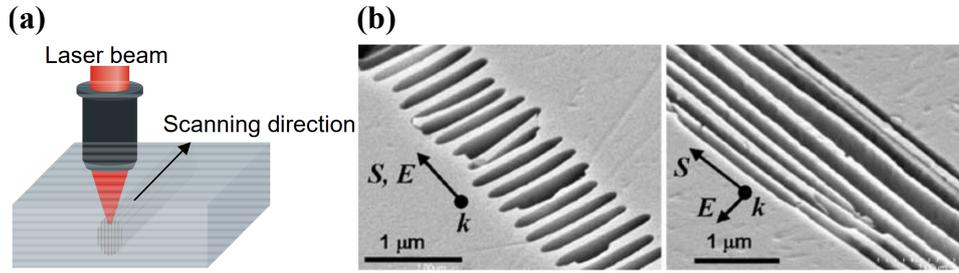


FIGURE 2.7 – (a) Principe de l'expérience d'écriture selon différents paramètres. Tiré de [18]. (b) Clichés MEB de lignes d'écriture de largeur  $1\ \mu\text{m}$  après gravure, réalisées selon une polarisation  $\vec{E}$  : (à gauche) parallèle à la direction d'écriture  $\vec{S}$ , (à droite) perpendiculaire à la direction d'écriture  $\vec{S}$ . Les lignes sont réalisées  $65\ \mu\text{m}$  sous l'interface air-verre, puis exposées à la surface. Les tranchées correspondent aux nano-plans gravés par la surface. Tiré de [12].

**Importance des paramètres d'impulsion.** Il a été mis en évidence [19] l'existence d'une valeur optimale d'énergie déposée pour laquelle la vitesse de gravure des lignes d'écriture est maximale, et ce, quel que soit le réactif de gravure employé. Cette énergie déposée (en  $\text{J}/\text{m}^2$ ) est calculée selon la relation :

$$\phi = \frac{4E_p}{\pi W_{LAZ}} \left( \frac{f}{v} \right)$$

Avec  $\phi$  l'énergie déposée,  $E_p$  l'énergie de pulse,  $W_{LAZ}$  le diamètre de la LAZ,  $f$  le taux de répétition et  $v$  la vitesse d'écriture. On remarque que  $\phi$  dépend du diamètre de la LAZ et par conséquent de l'ouverture numérique de l'objectif d'écriture utilisé.

### 2.1.4 Mécanismes expliquant une gravure facilitée dans les zones irradiées

A notre connaissance, trois hypothèses sont proposées dans la littérature permettant d'expliquer pourquoi la gravure est facilitée au niveau de la LAZ dans le cas du FS.

**Première hypothèse.** Il a été montré par spectroscopie Auger que les nano-plans sont des zones appauvries en oxygène [7] dont on fait l'hypothèse qu'elles ont une meilleure affinité chimique avec les réactifs de gravure que dans le cas d'un  $\text{SiO}_2$  stoechiométrique. Cette hypothèse est reprise dans une étude [20] montrant que les nanogratings sont composés de matière poreuse, comme on peut le voir sur la **figure 2.8**. Le caractère poreux des nano-plans proviendrait de la décomposition du  $\text{SiO}_2$  en  $\text{O}_2$  gazeux lors du processus

de formation des nanogratings, ce qui appauvrit les nano-plans en oxygène et laisse simultanément des porosités qui vont permettre une attaque chimique encore plus efficace (la porosité augmente la surface spécifique de réaction).

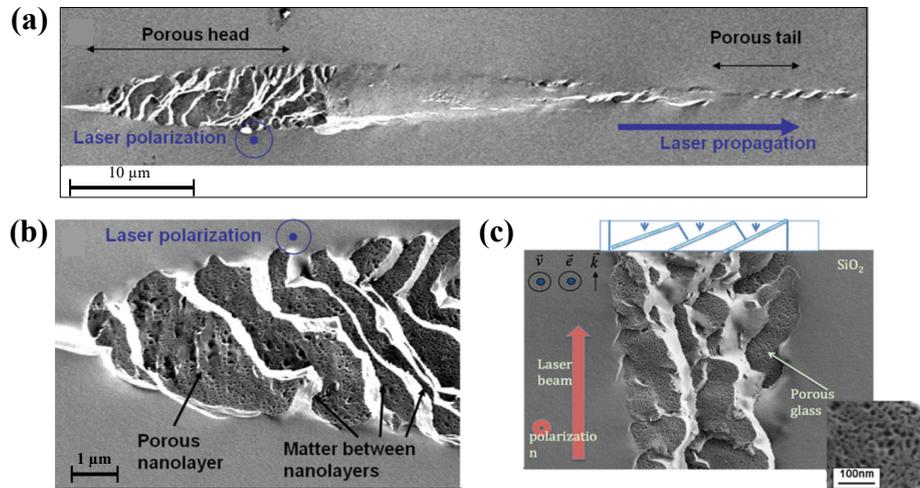


FIGURE 2.8 – Clichés MEB d’une section transversale d’un substrat de verre dans lequel on observe des nano-plans exposés en surface. (a) Vue d’ensemble de la LAZ. (b),(c) Grossissement sur la partie « tête » avec mise en évidence de nano-plans poreux. Tiré de [20].

**Seconde hypothèse.** Une hypothèse complémentaire [13], met en cause l’existence de « nano-fissures » planaires à l’intérieur de la LAZ orientées selon la direction des nanogratings. Ces fissures se comporteraient comme des nano-capillaires facilitant la pénétration des réactifs chimiques et augmentant la surface spécifique de réaction.

**Troisième hypothèse.** Une dernière hypothèse [19], s’appuie sur la démonstration que la LAZ est soumise à de fortes contraintes mécaniques induites par la densification de matière lors de la formation des nano-plans. Puisque le FS est constitué à 99.9 % de tétraèdres de  $SiO_2$  liés les uns aux autres, ces contraintes mécaniques auraient tendance à modifier les angles de liaison des tétraèdres, ce qui modifierait la distribution des électrons des liaisons  $Si - O$  et augmenterait la réactivité chimique.

**Discussion.** Même si les hypothèses proposées quant aux mécanismes expliquant l’augmentation de la réactivité de la LAZ ne font pas consensus, il est vraisemblable qu’un ensemble de phénomènes physiques et chimiques entrent en jeu dans l’augmentation de la réactivité de la LAZ.

## 2.2. Réalisations de microcomposants sur la Silice Fondue

La littérature nous montre que la plupart des composants fabriqués par FLICE sont composés de FS. Ceci peut s'expliquer par le fait que l'usinage de ce verre donne des résultats remarquables (liés à la haute sélectivité à la gravure) et que les conditions à remplir sont optimisables et relativement faciles à obtenir. De plus, ce matériau est commun, assez bon marché et présente des propriétés thermiques, mécaniques et optiques intéressantes en termes applicatifs.

On retrouve 2 grandes classes de microcomposants fabriqués :

- Les composants « actifs », qui exploitent les capacités d'usinage monolithique de FLICE et qui sont destinés à réaliser des mouvements sans assemblage, tels que les actionneurs et les systèmes de type « MEMS, MOEMS, MOMS ».
- Les composants « passifs », qui profitent des capacités d'usinage dans le volume mais aussi de la transparence du verre, et sont consacrés à des applications microfluidiques/micro-optofluidiques ou micro-mécaniques/micro-optomécaniques.

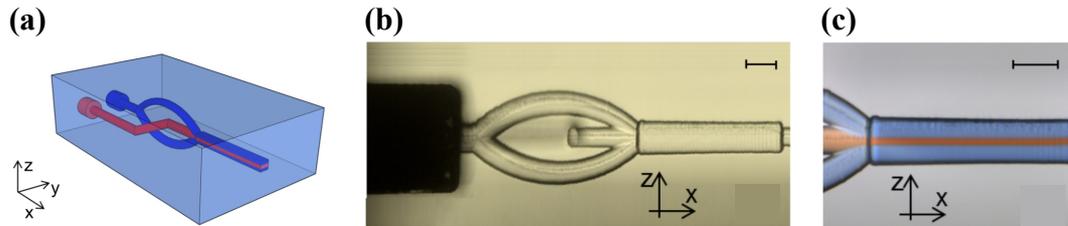
D'autres microcomposants, plus exotiques, se distinguent toutefois de ces deux classes. Il s'agit par exemple de moules pour la réplique de structures 3D en PDMS de grand rapport d'aspect [21], ou encore de supports spécifiques dédiés au piégeage d'ions [22].

### 2.2.1 Composants micro-fluidiques & micro-optofluidiques

Les composants micro-fluidiques sont des dispositifs de dimensions submillimétriques dédiés au contrôle précis et à la manipulation avancée de fluides, bien souvent à l'état liquide [23]. Ils sont capables de transporter, mélanger ou séparer des volumes de liquide extrêmement faibles, entre  $10^9$  à  $10^{18}$  litres, à partir de canaux architecturés dits « canaux micro-fluidiques ». Lorsqu'on leur intègre des éléments optiques, tels que des microlentilles, des micro-miroirs ou des guides d'ondes pour réaliser des fonctions spécifiques, ils sont qualifiés de composants micro-optofluidiques. Ce type de composant suscite un fort intérêt en chimie et en biologie, notamment pour réaliser des laboratoires-sur-puce (« lab-on-chip » en anglais)[24] qui permettent l'exécution sur une puce de multiples processus conventionnels d'analyse normalement réalisés dans un laboratoire à échelle humaine.

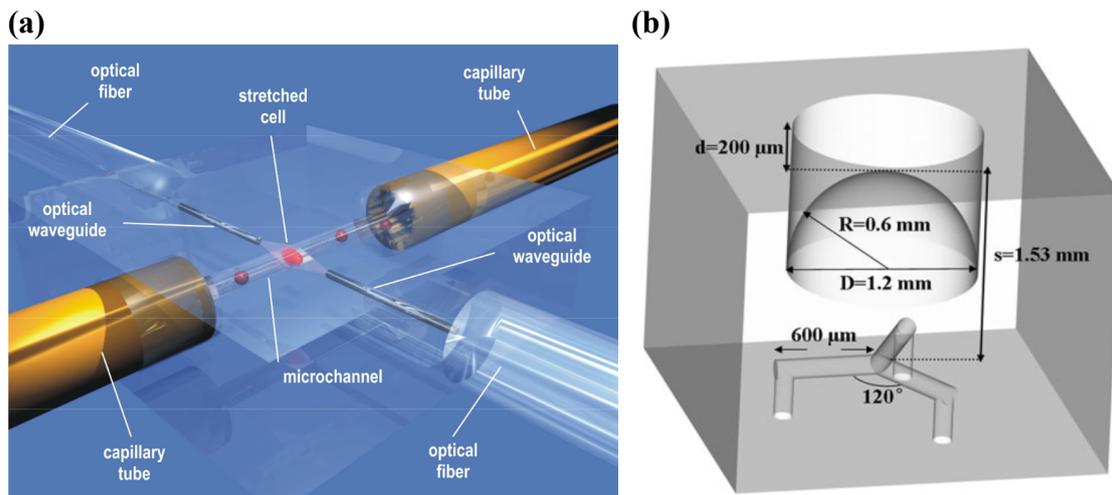
Ces dispositifs ont d'abord été réalisés en Silicium, en verre ou en PDMS au moyen de techniques de micro-fabrication bien maîtrisées. Cependant, pour cette raison, leur réalisation a été limitée à des structures en surface ou au mieux en 2,5D. En offrant un usinage sur-mesure et dans le volume sur le verre (un matériau bien adapté à ces applications), la

technique FLICE permet une plus grande liberté de conception et on retrouve logiquement son utilisation dans la littérature récente. L'usinage FLICE du FS permet la formation de micro-canaux tridimensionnels enterrés inégalables en termes de rapports d'aspect, de sections et de profils sur-mesure [25-33]. L'utilisation de cette technique permet de réaliser des réseaux de canaux micro-fluidiques complexes [34] intégrés dans des substrats monolithiques de type laboratoires-sur-puce destinés par exemple au tri de cellules [35-37] comme illustré en **figure 2.9**.



**FIGURE 2.9** – Composant micro-fluidique destiné au tri de cellule par focalisation hydrodynamique 2D. Tiré de [35]. (a) Représentation schématique. (b) Vue au microscope optique. (c) Vue du dispositif en fonctionnement avec l'effet de focalisation généré (barre d'échelle : 100  $\mu\text{m}$ ).

Combinée à des procédés de fabrication de guides d'ondes, la technique FLICE sur le FS permet la réalisation de divers composants micro-optofluidiques innovants [38]. Citons par exemple les applications de détection de fluides (présence et absence) [39], de détermination d'indice de réfraction [40], et d'identification de cellules [41, 42] ou encore de tri cellulaire par piégeage optique [43, 44] comme illustré en **figure 2.10**.



**FIGURE 2.10** – (a) Représentation graphique d'un composant micro-optofluidique de type laboratoire-sur-puce destiné au tri cellulaire par piégeage optique. Tiré de [43]. Schéma d'un composant micro-optofluidique intégrant une microlentille sphérique et un système de micro-canaux fluidiques. Tiré de [45].

La technique FLICE permet de former sur un même substrat de FS à la fois un système de canaux micro-fluidiques et une microlentille sphérique, ce qui ouvre la voie à des

applications de collecte de fluorescence [27, 45], illustrées en **figure 2.10**.

Finalement, on trouve dans la littérature d'autres exemples plus atypiques de composants micro-optofluidiques « lab-on-fiber », formés par FLICE à partir de fibres optiques. Destinés à des applications de mesure optique ou de détection biomédicale, ces composants combinent les guides d'ondes de fibres optiques à des micro-canaux fluidiques [46, 47], ou à des micro-cavités fluidiques [48], comme illustré en **figure 2.11**.

En résumé, la technique FLICE est un moyen intéressant pour réaliser des dispositifs micro/opto/fluidiques en verre, car elle permet d'y intégrer de manière monolithique des systèmes de micro-canaux fluidiques entièrement sur-mesure.

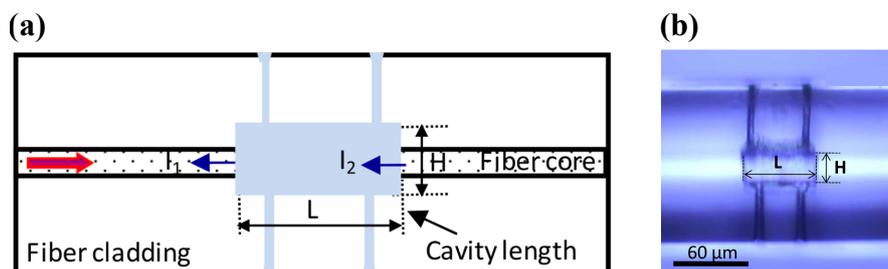


FIGURE 2.11 – Laboratoire-sur-fibre composé d'une micro-cavité fluidique jouant le rôle d'un interféromètre Fabry-Pérot. (a) Schématisation du système. (b) Vue au microscope optique du dispositif usiné. Tiré de [48].

## 2.2.2 Composants micro-mécaniques & micro-optomécaniques

Les composants micro-mécaniques sont des structures mécaniques miniaturisées à l'échelle submillimétrique [49].

Comme pièces constitutives d'un mécanisme, elles prennent généralement part à la transmission d'un mouvement. Les micro-engrenages en sont un exemple typique, notamment pour la réalisation de mécanismes horlogers. Citons aussi les micro-goupilles, -vis, -écrous, -ressorts, -pistons, -bielles et -manivelles, qui permettent l'assemblage de systèmes articulés tels que des micro-moteurs ou des micro-valves. De telles structures ont historiquement été fabriquées et assemblées directement sur des substrats de Silicium grâce à des procédés hérités de la micro-électronique : la photolithographie [50-52], le procédé LIGA [53, 54] et d'autres [55]. De nos jours, elles sont aussi fabriquées par des techniques d'impression 3D, notamment grâce à la stéréolithographie 2PP (abordé en **sous-sous-section 1.2.2.5**) [56-58] et par la technique FLICE en tant que mécanismes horlogers [29], ressorts ou chaînes d'articulations à rotules [59] comme illustré en **figure 2.12**.

Comme structures individuelles et monolithiques, les composants micro-mécaniques se retrouvent en tant que capteurs et transducteurs tels que les micro-oscillateurs ou micro-résonateurs qu'il faut alors actionner par des forces extérieures. Typiquement, ce genre

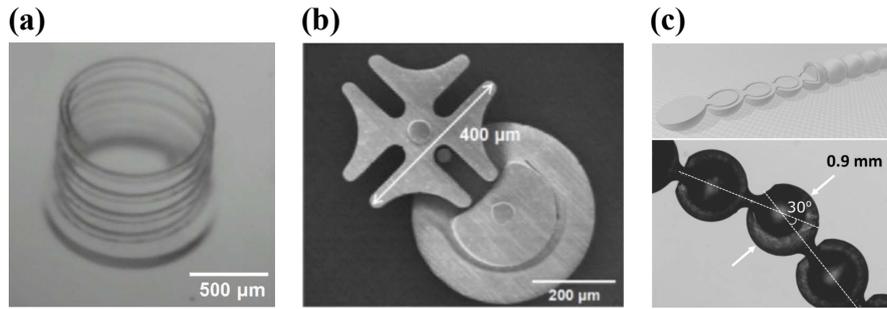


FIGURE 2.12 – Pièces, mécanismes et structures réalisés en FS par FLICE, tiré de [59]. (a) Cliché MEB d'un ressort. (b) Cliché MEB d'un mécanisme de Genève. (c) en haut, schématisation d'une chaîne flexible de type joints à rotules; en bas, cliché MEB de la chaîne.

de dispositifs se présentent sous la forme de poutres en porte-à-faux (« cantilever » en anglais), dont la fréquence de résonance peut permettre le suivi de grandeurs physiques (température, masse, longueur, conductivité, pression, angle) ou d'espèces chimiques ou biologiques [60-63]. La fabrication de ce type de structures par FLICE est proposée par *Tičkūnas et al.* [64]. Dans ce cas de figure, le composant est destiné à la mesure des propriétés élastiques de microstructures en résine fabriquées *in situ* par stéréolithographie 2PP .

Dans un registre similaire, la technique FLICE est aussi utilisée pour la fabrication de dispositifs micro-mécaniques sur lesquels sont montés des éléments optiques. Il s'agit par exemple de capteurs de position à guides d'ondes intégrés de manière monolithique sur des plateformes au mouvement contrôlé [65-67]. Récemment encore [68], la technique FLICE a permis la fabrication d'un micro-miroir à cardan dont l'orientation est précisément contrôlée par un laser (voir **figure 2.13**).

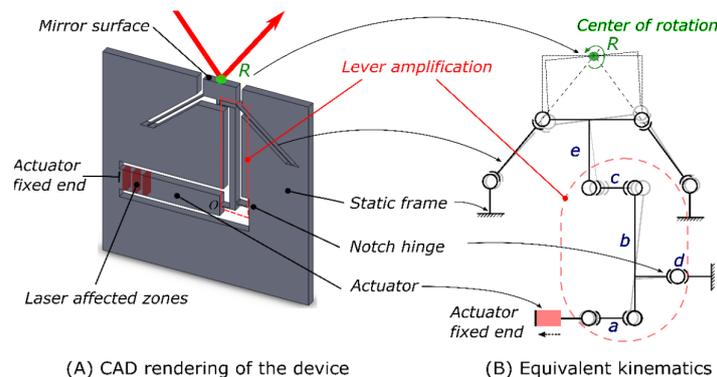


FIGURE 2.13 – Miroir à cardan accordable par laser. À gauche, rendu visuel CAO. À droite, équivalent cinématique. Tiré de [68].

### 2.2.3 Systèmes MEMS et MOMS

Les MEMS (pour « Micro-Electro-Mechanical-Systems » en anglais) sont des microsystèmes comprenant un ou plusieurs éléments mécaniques et qui utilisent l'électricité comme source d'énergie pour réaliser des fonctions d'actionneurs et/ou de capteurs [69]. Ils peuvent être réalisés de manière monolithique sur un substrat unique ou alors par assemblage de plusieurs substrats - éventuellement de matériaux différents. Ils sont historiquement réalisés en Silicium mais d'autres substrats peuvent être utilisés.

La technique FLICE pour la fabrication de MEMS est particulièrement adaptée par le fait qu'elle permette un usinage monolithique. L'obtention de composants tout-en-un est pour la plupart du temps préférable par le fait qu'aucun assemblage ne soit nécessaire (gain de temps et de moyens) et que les structures obtenues sont plus solides (pas de liaison mécanique potentiellement défaillante). L'usage du verre permet en outre de réaliser des microsystèmes opto-électromécaniques (MOEMS) qui intègrent à la fois des actionneurs MEMS et des composants optiques (lentilles, miroirs, guides d'ondes) ou encore des microsystèmes optomécaniques (MOMS) qui utilisent d'autres sources d'énergie que l'électricité. À ce jour, seuls des MEMS et des MOMS ont été réalisés par FLICE.

Par exemple, on a démontré la possibilité de fabriquer des micro-actionneurs électromécaniques à « peigne interdigité » [70], comme illustré sur la **figure 2.14**. Dans cette réalisation entièrement monolithique, puisque le verre est isolant électrique, les dents du peigne interdigité doivent être recouvertes d'oxyde d'indium-étain (ou ITO pour « Indium-Tin Oxide » en anglais) qui est conducteur et transparent, afin de permettre l'actionnement électrostatique.

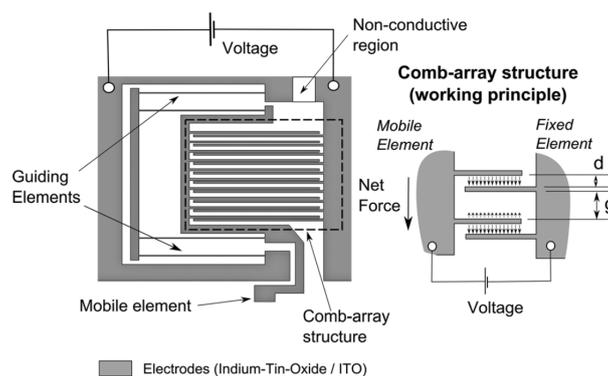


FIGURE 2.14 – Principe d'actionnement d'un MEMS de type peigne interdigité fabriqué en verre recouvert d'ITO. Tiré de [70].

On a aussi démontré la réalisation d'une fine poutre en porte-à-faux contenant un guide d'ondes [71], dont la mise en mouvement s'effectue par diélectrophorèse [72]. Ce dispositif entièrement monolithique est dédié à des applications de commutation et de couplage optiques.

De manière encore plus remarquable, on a également démontré la réalisation de microsystèmes du type « ship-in-a-bottle », c'est à dire contenant des parties mécaniques mobiles confinées dans des cavités fermées. Par exemple, des micro-turbines ou des micro-mixers totalement en verre dont la mise en marche (rotation de la turbine) s'effectue au moyen d'un laser ont pu être fabriqués [73, 74], (voir **figure 2.15**).

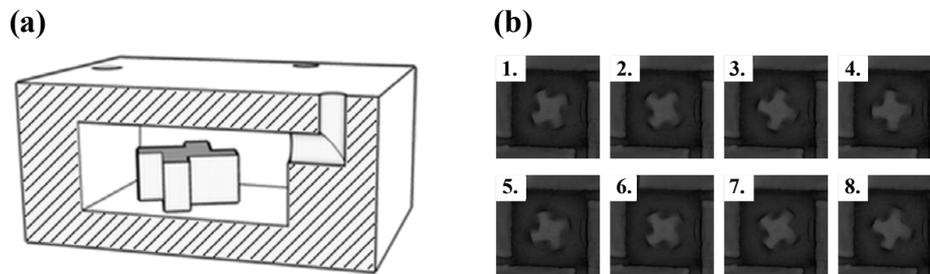


FIGURE 2.15 – (a) Microsystème MOMS à rotateur optique confiné. Les 2 pièces sont en FS. Le rotateur a une largeur et une hauteur de  $10\ \mu\text{m}$ . Tiré de [74]. (b) Images vidéo (30 images/s) d'un rotateur actionné par un faisceau laser de  $4\ \text{W}$ , focalisé par un objectif  $\times 100$ . Tiré de [73].

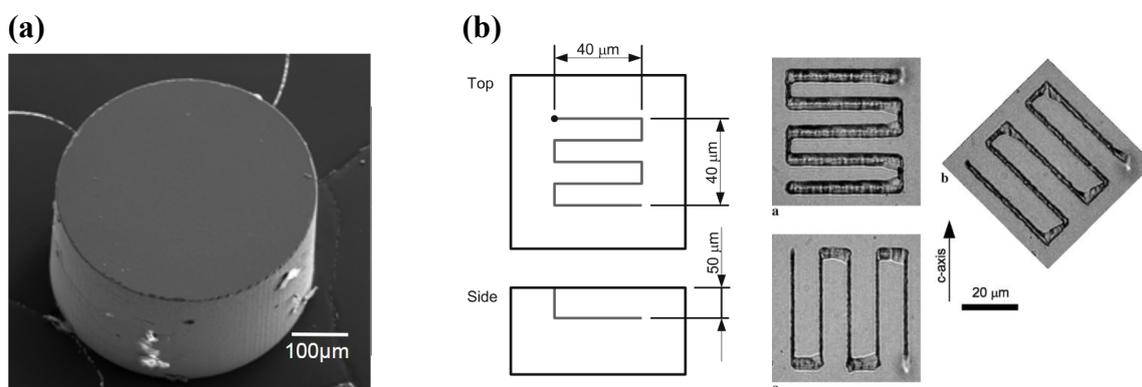
## 2.3. Autres matériaux transparents usinables par FLICE

La littérature montre que la technique FLICE permet l'usinage d'autres matériaux que la Silice Fondue. Dans cette section, nous allons décrire les conditions d'usinage FLICE des principaux matériaux étudiés à ce jour.

### 2.3.1 Matériaux cristallins

**Saphir.** Le saphir, composé essentiellement d'oxyde d'alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , est un matériau cristallin difficile et coûteux à usiner par les techniques conventionnelles. Toutefois, il est usinable par la technique FLICE avec une relative simplicité. Même si sa forme monocristalline rhomboédrique  $\alpha - \text{Al}_2\text{O}_3$ , appelée corindon, est transparente dans le visible, il n'est pas utilisé pour réaliser des composants micro-optiques réfractifs - probablement à cause de sa biréfringence - c'est pourquoi nous ne l'avons pas considéré dans nos travaux de recherche. C'est cependant un matériau intéressant, notamment en raison de sa dureté élevée (9 sur l'échelle de Mohs), son excellente résistance à haute température et sa haute stabilité chimique. Ce sont d'ailleurs précisément ces propriétés qui le rendent difficile à usiner : par exemple, pour polir le saphir en surface, il est nécessaire de le corroder avec un sel de KOH en fusion (à plus de  $300\ \text{°C}$ ). On l'utilise majoritairement pour la fabrication de pièces mécaniques et d'outils de coupe en substitut bon marché du diamant industriel. Son usinage par FLICE a été démontré avec succès par *Juodkazis et al.* [75].

En utilisant un laser femtoseconde focalisé (220 fs, 800 nm) et à partir d'un seuil d'énergie d'impulsion de 10 nJ pour un taux de répétition de 1kHz, il a été observé que le volume irradié était amorphisé. Ce volume irradié, qui s'avère être constitué de nanogratings [76], devient alors fortement corrodable à température ambiante, soit par HF en solution à 10 %, soit par KOH à 2 mol/L [77]. Les mécanismes associés à la gravure sont interprétés en détail par *Liu et al.* [78] et la sélectivité de gravure est estimée à 104, soit 100 fois celle du FS. Au moyen de la technique FLICE appliquée sur le saphire, on a pu réaliser des canaux micro-fluidiques avec des rapports d'aspect dépassant les 1000 [18], ainsi que des structures mécaniques 2,5D telles que des engrenages [79, 80] et des découpes cylindriques [81] (voir **figure 2.16 (a)**).



**FIGURE 2.16** – (a) Disque de saphir usiné par FLICE. Tiré de [81]. (b) Canaux micro-fluidiques enterrés dans du quartz, orientés selon différents angles par rapport à l'axe C, vus de haut par microscope optique (à droite). Une représentation schématique (à gauche). Tiré de [82].

**Quartz.** Le quartz est un matériau cristallin bien connu pour être usinable par gravure chimique anisotrope. Il est constitué de silice ( $SiO_2$ ) cristalline pouvant présenter de nombreuses variétés de structures, toutes transparentes dans le domaine du visible. Tout comme le saphir, il n'est pas utilisé pour réaliser des composants micro-optiques réfractifs. Cependant, son usinabilité par FLICE [82] est intéressante pour s'affranchir des limites de la gravure anisotrope. Les mécanismes mis en jeu sont similaires à ceux observés dans le cas du saphir. Avec un laser femtoseconde ( $Ti : Sapphire, 800 \text{ nm}, 130 \text{ fs}$ ) de taux de répétition 1 kHz, on amorphise le cristal pour des énergies d'impulsions entre 20 et 30 nJ. La zone amorphe peut alors être gravée par une solution de HF à 5 % selon une vitesse de l'ordre de 50  $\mu\text{m}/\text{h}$ . La vitesse de gravure du cristal non-irradié étant différente en fonction des axes cristallins, les dynamiques de gravure sont différentes selon la coupe cristalline du substrat choisie (coupe-X, coupe-Z, coupe-C). La gravure d'un canal enterré dans une coupe-X est présenté en **figure 2.16 (b)**. On observe l'élargissement plus conséquent des lignes irradiées dans la direction de l'axe C causé par une vitesse de gravure plus élevée perpendiculairement à la ligne. Malgré tout, une sélectivité minimale de 300 peut être obtenue, permettant la réalisation de micro-canaux de rapport d'aspect de 80.

**YAG.** Le grenat d'yttrium et d'aluminium (YAG) est un matériau cristallin synthétique de formule chimique  $(Y_3Al_2(AlO_4)_3)$ . Il est principalement utilisé comme milieu amplificateur de lasers dits « lasers YAG » à haute puissance. Dans le cas de ces applications, il est dopé avec des ions, bien souvent des terres-rares, tels que le néodyme (Nd :YAG) qui sont à l'origine de l'amplification laser. Son usinage par FLICE a été démontré dans la littérature et présente un grand intérêt pour la réalisation de systèmes optofluidiques sur-mesure capables d'un gain optique interne. Par exemple, l'irradiation d'un cristal de Nd :YAG par un faisceau laser femtoseconde focalisé (460 fs,  $\lambda=1047$  nm, objectif d'O.N. = 0,4) permet de graver les contours d'un micro-canal de section  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$  sur 1 mm de longueur [83]. Après écriture FLICE (énergie d'impulsion entre 160-170 nJ, taux de répétition de 500 kHz et vitesse de balayage de 8 mm/s), une solution d'acide phosphorique ( $H_3PO_4$ ) chauffé à 90 °C permet de réaliser cette gravure en 30 h.

### 2.3.2 Verres borosilicatés

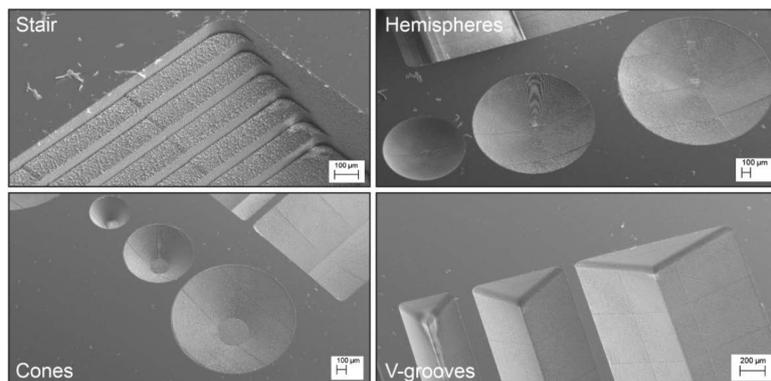
Les verres borosilicatés, relativement répandus dans l'industrie, sont des verres amorphes essentiellement composés de silice à hauteur de 60-80 % et d'oxyde de bore  $B_2O_3$  à hauteur de 8-25 %. Leur teneur en  $B_2O_3$  les rend plus résistants aux chocs thermiques [84-86] que d'autres verres d'oxydes. Ils existent sous un bon nombre de variétés et de dénominations, dont l'usinage par FLICE semble possible pour celles qui ont été testés.

**BK7® (Schott).** Le BK7® de Schott (nouvellement N-BK7®) en est un bon exemple : il s'agit d'un verre optique à fort pourcentage en oxyde de bore, qui se distingue des autres verres d'oxydes par une faible dispersion chromatique. Son usinage par FLICE est démontré par *Hnatovsky et al.* [12] au travers la réalisation de micro-canaux. Cependant, ce matériau présente un régime de photomodification non associé à la formation de nanogratings [87] et impliquant une sélectivité à la gravure des zones modifiées beaucoup plus faible que celle du FS dans les mêmes conditions d'irradiation laser et de gravure. La vitesse de gravure du matériau non-irradié étant élevée (proportionnellement à celle du matériau irradié) il est alors impossible de réaliser des usinages à grand rapport d'aspect. Le BK7® ne semble donc pas être un bon candidat pour la fabrication par FLICE de quelque structure tridimensionnelle que ce soit (dont les microcomposants optiques).

**Pyrex® (Corning).** En 2009, *Matsuo et al.* [88] démontrent l'usinage du Pyrex®, autrement dénommé « Corning 7740 ». Ce borosilicate est réputé non seulement pour ces propriétés thermiques remarquables, mais aussi pour un spectre de transmission qui s'étend des UV aux proches IR. De plus, sa composition permet sa soudure anodique sur le Silicium [89, 90] et donc son intégration à des structures telles que les MEMS. Avec un laser femtoseconde (Ti :Sapphire, 800 nm, 300 nJ) focalisé par un objectif  $\times 100$  (O.N. = 1,35), on peut le graver sélectivement dans un bain de KOH à 10 mol/L chauffé à 80°C,

avec une sélectivité pouvant atteindre 500, soit 100 fois plus grande que dans le cas du Foturan® et de la Silice Fondue gravés par HF. Bien que l'usinage FLICE du Pyrex® offre de grandes perspectives vers la réalisation et l'intégration à des MOEMS de composants micro-optiques sur-mesure, les seules structures démontrées à ce jour sont des micro-canaux enterrés. Nous supposons que cela soit dû à l'arrêt de la commercialisation du Pyrex® sous forme de substrats de faibles épaisseurs depuis plusieurs années.

**Borofloat33® (Schott).** Le Borofloat33® ou BF33® (BF33), est un verre très similaire au Pyrex® et peut facilement s'y substituer. Il reste commercialisé sous la forme de wafers de différentes épaisseurs, c'est pourquoi c'est le verre le plus utilisé pour les microtechniques. L'usinage du BF33 par FLICE a été démontré récemment [91]. Dans ces travaux, des démonstrateurs de structures 3D free-form, incluant notamment des géométries concaves hémisphériques ou des cannelures en V comportant de hautes fréquences spatiales ont été réalisées (voir **figure 2.17**).



*FIGURE 2.17 – Géométries sur-mesure (cannelures, hémisphères concaves) réalisées par FLICE en BF33. Tiré de [91].*

Une sélectivité à la gravure atteignant 540 est obtenue pour des conditions de gravure proches de celles du Pyrex®, mais comprenant un régime d'écriture laser très différent. On reporte que cette sélectivité est atteinte pour une durée d'impulsion de 5 ps pour 105 kHz de taux de répétition, une polarisation circulaire et une vitesse de balayage de 75 mm/s.

La possibilité de souder le BF33 à des substrats de Silicium est une perspective très intéressante. En effet, dans l'hypothèse où il serait possible de réaliser des microlentilles sur-mesure avec ce matériau, cela permettrait de fabriquer des systèmes sophistiqués hybrides (verre-silicium), tels que des MOEMS avec des performances optiques intéressantes. Pour cette raison et parce que (comme nous le verrons plus tard) nous avons eu connaissance de ses conditions d'usinage FLICE, le BF33 est un matériau que nous avons activement recherché à exploiter dans le cadre de nos objectifs de thèse. Son développement pour la fabrication de microlentilles sur-mesure sera traité en **chapitre 3**.

### 2.3.3 Verres alumino-borosilicatés

Les verres alumino-borosilicatés sont une catégorie assez particulière de verres borosilicatés dopés en alumine à environ 10 %. Les ions intermédiaires aluminium ( $Al_3^+$ ) jouent le rôle de modificateur de réseau et permettent d'augmenter leur résistance mécanique [92].

**AF32® et EagleXG®.** Parmi eux, on retrouve l'AF32® (Schott) et l'EagleXG® (Corning) qui sont des verres de composition similaire. Ils sont dépourvus d'ions alcalins et présentent un coefficient de dilatation thermique très proche de celui du Silicium. Leur soudure anodique sur silicium est alors adaptée, sans risque d'empoisonnement aux alcalins, raisons pour lesquelles on les retrouve principalement dans la fabrication d'écrans LCD ultrafins [93]. Leur usinabilité a été démontré très récemment dans la littérature [94-96]. Dans le cas de l'EagleXG®, trois régimes d'irradiation ont été identifiés, dont un permettant d'obtenir une sélectivité à la gravure par KOH de l'ordre de 80. Ici, les paramètres d'écriture testés sont atypiques : il s'agit d'impulsions de 190 fs et d'énergie 8,6  $\mu$ J (très élevée) à un taux de répétition de 25 kHz, focalisées avec un objectif d'O.N. de 0,75. Par le fait qu'ils puissent être soudés sur le Silicium, ces deux types de verre présentent des perspectives intéressantes relativement à nos objectifs de thèse, néanmoins, en raison notamment de leur usinage FLICE encore insuffisamment développé, nous n'avons pas été amené à les considérer dans le cadre de nos travaux de thèse.

## Bibliographie du chapitre 2

- [1] Andrius MARCINKEVIČIUS et al. « Femtosecond laser-assisted three-dimensional microfabrication in silica ». *Optics Letters* 26.5 (2001), p. 277. DOI : 10.1364/OL.26.000277.
- [2] Audrey CHAMPION. « Local effective volume changes in fused silica induced by femtosecond laser irradiation ». Thèse de doct. 2015.
- [3] Y. BELLOUARD. « The Femtoprint Project ». *Journal of Laser Micro/Nanoengineering* 7.1 (2012), p. 1-10. DOI : 10.2961/jlmn.2012.01.0001.
- [4] Arnaud ZOUBIR et al. « Laser-induced defects in fused silica by femtosecond IR irradiation ». *Physical Review B* 73.22 (2006), p. 224117. DOI : 10.1103/PhysRevB.73.224117.
- [5] C. HNATOVSKY et al. « Pulse duration dependence of femtosecond-laser-fabricated nanogratings in fused silica ». *Applied Physics Letters* 87.1 (2005), p. 014104. DOI : 10.1063/1.1991991.
- [6] J. LIU et al. « Waveguide Shaping and Writing in Fused Silica Using a Femtosecond Laser ». *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics* 10.1 (2004), p. 169-173. DOI : 10.1109/JSTQE.2003.822945.
- [7] Yasuhiko SHIMOTSUMA et al. « Self-Organized Nanogratings in Glass Irradiated by Ultrashort Light Pulses ». *Physical Review Letters* 91.24 (2003), p. 247405. DOI : 10.1103/PhysRevLett.91.247405.
- [8] V. R. BHARDWAJ et al. « Optically Produced Arrays of Planar Nanostructures inside Fused Silica ». *Physical Review Letters* 96.5 (2006), p. 057404. DOI : 10.1103/PhysRevLett.96.057404.
- [9] Weijia YANG et al. « Self-assembled periodic sub-wavelength structures by femtosecond laser direct writing ». *Optics Express* 14.21 (2006), p. 10117. DOI : 10.1364/OE.14.010117.
- [10] R. S. TAYLOR et al. « Femtosecond laser erasing and rewriting of self-organized planar nanocracks in fused silica glass ». *Optics Letters* 32.19 (2007), p. 2888. DOI : 10.1364/OL.32.002888.
- [11] B. POUMELLEC et al. « Non reciprocal writing and chirality in femtosecond laser irradiated silica ». *Optics Express* 16.22 (2008), p. 18354. DOI : 10.1364/OE.16.018354.

- 
- [12] C. HNATOVSKY et al. « Fabrication of microchannels in glass using focused femtosecond laser radiation and selective chemical etching ». *Applied Physics A* 84.1-2 (2006), p. 47-61. DOI : 10.1007/s00339-006-3590-4.
- [13] R. TAYLOR et al. « Applications of femtosecond laser induced self-organized planar nanocracks inside fused silica glass ». *Laser & Photonics Review* 2.1-2 (2008), p. 26-46. DOI : 10.1002/lpor.200710031.
- [14] Bo ZHANG et al. « Single femtosecond laser beam induced nanogratings in transparent media - Mechanisms and applications ». *Journal of Materiomics* 5.1 (2019), p. 1-14. DOI : 10.1016/j.jmat.2019.01.002.
- [15] P. P. RAJEEV et al. « Transient nanoplasmonics inside dielectrics ». *Journal of Physics B : Atomic, Molecular and Optical Physics* 40.11 (2007), S273-S282. DOI : 10.1088/0953-4075/40/11/S03.
- [16] C. HNATOVSKY et al. « Polarization-selective etching in femtosecond laser-assisted microfluidic channel fabrication in fused silica ». *Optics Letters* 30.14 (2005), p. 1867. DOI : 10.1364/OL.30.001867.
- [17] Xiaoming YU et al. « Tuning etch selectivity of fused silica irradiated by femtosecond laser pulses by controlling polarization of the writing pulses ». *Journal of Applied Physics* 109.5 (2011), p. 053114. DOI : 10.1063/1.3555080.
- [18] Dirk WORTMANN et al. « Micro- and nanostructures inside sapphire by fs-laser irradiation and selective etching ». *Optics Express* 16.3 (2008), p. 1517. DOI : 10.1364/OE.16.001517.
- [19] Sheeba RAJESH et al. « Towards fast femtosecond laser micromachining of fused silica : The effect of deposited energy ». *Optics Express* 18.20 (2010), p. 21490. DOI : 10.1364/OE.18.021490.
- [20] J. CANNING et al. « Anatomy of a femtosecond laser processed silica waveguide [Invited] ». *Optical Materials Express* 1.5 (2011), p. 998. DOI : 10.1364/OME.1.000998.
- [21] Frédéric MADANI-GRASSET et al. « Femtosecond laser micromachining of fused silica molds ». *Optics Express* 18.21 (2010), p. 21826. DOI : 10.1364/OE.18.021826.
- [22] Mark A. DUGAN et al. « Microfabrication of ion trap platforms with integrated optics and three-dimensional electrodes ». *CLEO : 2015*. OSA, 2015, AM1K.4. DOI : 10.1364/CLEO\_AT.2015.AM1K.4.
- [23] George M. WHITESIDES. « The origins and the future of microfluidics ». *Nature* 442.7101 (2006), p. 368-373. DOI : 10.1038/nature05058.
- [24] P. ABGRALL et al. « Lab-on-chip technologies : making a microfluidic network and coupling it into a complete microsystem—a review ». *Journal of Micromechanics and Microengineering* 17.5 (2007), R15-R49. DOI : 10.1088/0960-1317/17/5/R01.

- 
- [25] Yves BELLOUARD et al. « Fabrication of high-aspect ratio, micro-fluidic channels and tunnels using femtosecond laser pulses and chemical etching ». *Optics Express* 12.10 (2004), p. 2120. DOI : 10.1364/OPEX.12.002120.
- [26] Krishna C. VISHNUBHATLA et al. « Shape control of microchannels fabricated in fused silica by femtosecond laser irradiation and chemical etching ». *Optics Express* 17.10 (2009), p. 8685. DOI : 10.1364/OE.17.008685.
- [27] Fei HE et al. « Fabrication of microfluidic channels with a circular cross section using spatiotemporally focused femtosecond laser pulses ». *Optics Letters* 35.7 (2010), p. 1106. DOI : 10.1364/OL.35.001106.
- [28] Stephen HO et al. « Femtosecond laser-assisted etching of three-dimensional inverted-woodpile structures in fused silica ». *Optics Letters* 37.10 (2012), p. 1682. DOI : 10.1364/OL.37.001682.
- [29] Jens GOTTMANN et al. « Digital Photonic Production of Micro Structures in Glass by In-Volume Selective Laser-Induced Etching using a High Speed Micro Scanner ». *Physics Procedia* 39 (2012), p. 534-541. DOI : 10.1016/j.phpro.2012.10.070.
- [30] Feng CHEN et al. « Process for the fabrication of complex three-dimensional micro-coils in fused silica ». *Optics Letters* 38.15 (2013), p. 2911. DOI : 10.1364/OL.38.002911.
- [31] Murat SERHATLIOGLU et al. «  $CO_2$  laser polishing of microfluidic channels fabricated by femtosecond laser assisted carving ». *Journal of Micromechanics and Microengineering* 26.11 (2016), p. 115011. DOI : 10.1088/0960-1317/26/11/115011.
- [32] Zhi WANG et al. « High-throughput microchannel fabrication in fused silica by temporally shaped femtosecond laser Bessel-beam-assisted chemical etching ». *Optics Letters* 43.1 (2018), p. 98. DOI : 10.1364/OL.43.000098.
- [33] Sungil KIM et al. « Optimization of selective laser-induced etching (SLE) for fabrication of 3D glass microfluidic device with multi-layer micro channels ». *Micro and Nano Systems Letters* 7.1 (2019), p. 15. DOI : 10.1186/s40486-019-0094-5.
- [34] Fei HE et al. « Femtosecond Laser Fabrication of Monolithically Integrated Microfluidic Sensors in Glass ». *Sensors* 14.10 (2014), p. 19402-19440. DOI : 10.3390/s141019402.
- [35] Petra PAIÈ et al. « Straightforward 3D hydrodynamic focusing in femtosecond laser fabricated microfluidic channels ». *Lab Chip* 14.11 (2014), p. 1826-1833. DOI : 10.1039/C4LC00133H.
- [36] G. MEINEKE et al. « A microfluidic opto-caloric switch for sorting of particles by using 3D-hydrodynamic focusing based on SLE fabrication capabilities ». *Lab on a Chip* 16.5 (2016), p. 820-828. DOI : 10.1039/C5LC01478F.

- 
- [37] Jens GOTTMANN et al. « Selective Laser-Induced Etching of 3D Precision Quartz Glass Components for Microfluidic Applications—Up-Scaling of Complexity and Speed ». *Micromachines* 8.4 (2017), p. 110. DOI : 10.3390/mi8040110.
- [38] R. OSELLAME et al. « Femtosecond laser microstructuring : an enabling tool for optofluidic lab-on-chips ». *Laser & Photonics Reviews* 5.3 (2011), p. 442-463. DOI : 10.1002/lpor.201000031.
- [39] Andrew J. SCOTT et al. « Optical microsystem for analyzing engine lubricants ». Sous la dir. d'Anbo WANG. Philadelphia, PA, 2004, p. 122. DOI : 10.1117/12.571428.
- [40] Andrea CRESPI et al. « Three-dimensional Mach-Zehnder interferometer in a microfluidic chip for spatially-resolved label-free detection ». *Lab on a Chip* 10.9 (2010), p. 1167. DOI : 10.1039/b920062b.
- [41] Allison SCHAAP et al. « Lab on a chip technologies for algae detection : a review ». *Journal of Biophotonics* 5.8-9 (2012), p. 661-672. DOI : 10.1002/jbio.201200051.
- [42] Surya. S. K. GUDURU et al. « Waveguide arrays for light harvesting in microfluidic chips ». *Optical Engineering* 53.7 (2014), p. 071811. DOI : 10.1117/1.OE.53.7.071811.
- [43] N. BELLINI et al. « Femtosecond laser fabricated monolithic chip for optical trapping and stretching of single cells ». *Optics Express* 18.5 (2010), p. 4679. DOI : 10.1364/OE.18.004679.
- [44] F. BRAGHERI et al. « Optofluidic integrated cell sorter fabricated by femtosecond lasers ». *Lab on a Chip* 12.19 (2012), p. 3779. DOI : 10.1039/c21c40705a.
- [45] Lingling QIAO et al. « A microfluidic chip integrated with a microoptical lens fabricated by femtosecond laser micromachining ». *Applied Physics A* 102.1 (2011), p. 179-183. DOI : 10.1007/s00339-010-6096-z.
- [46] Hongyan FU et al. « Microchanneled Chirped Fiber Bragg Grating Formed by Femtosecond Laser-Aided Chemical Etching for Refractive Index and Temperature Measurements ». *IEEE Photonics Technology Letters* 20.19 (2008), p. 1609-1611. DOI : 10.1109/LPT.2008.2002727.
- [47] Moez HAQUE et al. « Chemical-assisted femtosecond laser writing of lab-in-fibers ». *Lab Chip* 14.19 (2014), p. 3817-3829. DOI : 10.1039/C4LC00648H.
- [48] Lei YUAN et al. « All-in-fiber optofluidic sensor fabricated by femtosecond laser assisted chemical etching ». *Optics Letters* 39.8 (2014), p. 2358. DOI : 10.1364/OL.39.002358.
- [49] W.S.N. TRIMMER. « Microrobots and micromechanical systems ». *Sensors and Actuators* 19.3 (1989), p. 267-287. DOI : 10.1016/0250-6874(89)87079-9.

- 
- [50] James B. ANGELL et al. « Silicon Micromechanical Devices ». *Scientific American* 248.4 (1983), p. 44-55. DOI : 10.1038/scientificamerican0483-44.
- [51] M. PARAMESWARAN et al. « A new approach for the fabrication of micromechanical structures ». *Sensors and Actuators* 19.3 (1989), p. 289-307. DOI : 10.1016/0250-6874(89)87080-5.
- [52] R.T. HOWE et al. « Silicon micromechanics : sensors and actuators on a chip ». *IEEE Spectrum* 27.7 (1990), p. 29-31. DOI : 10.1109/6.58424.
- [53] Todd R. CHRISTENSON et al. « Micromechanics for actuators ». Sous la dir. de Jacques G. VERLY et al. Orlando, FL, 1994, p. 39-47. DOI : 10.1117/12.179621.
- [54] W. K. SCHOMBURG et al. « Assembly for micromechanics and LIGA ». *Journal of Micromechanics and Microengineering* 5.2 (1995), p. 57-63. DOI : 10.1088/0960-1317/5/2/002.
- [55] Ernst M. KUSSUL et al. « Micromechanical engineering : a basis for the low-cost manufacturing of mechanical microdevices using microequipment ». *Journal of Micromechanics and Microengineering* 6.4 (1996), p. 410-425. DOI : 10.1088/0960-1317/6/4/008.
- [56] Jannis KÖHLER et al. « Optical screw-wrench for microassembly ». *Microsystems & Nanoengineering* 3.1 (2017), p. 16083. DOI : 10.1038/micronano.2016.83.
- [57] Maura POWER et al. « A Monolithic Force-Sensitive 3D Microgripper Fabricated on the Tip of an Optical Fiber Using 2-Photon Polymerization ». *Small* 14.16 (2018), p. 1703964. DOI : 10.1002/smll.201703964.
- [58] Linas JONUŠAUSKAS et al. « Stitchless support-free 3D printing of free-form micromechanical structures with feature size on-demand ». *Scientific Reports* 9.1 (2019), p. 17533. DOI : 10.1038/s41598-019-54024-1.
- [59] Agnè BUTKUTĖ et al. « 3D Manufacturing of Glass Microstructures Using Femto-second Laser ». *Micromachines* 12.5 (2021), p. 499. DOI : 10.3390/mi12050499.
- [60] H. P. LANG et al. « An artificial nose based on a micromechanical cantilever array ». *Analytica Chimica Acta* 1-3 (1999), p. 59-65.
- [61] B. ILIC et al. « Single cell detection with micromechanical oscillators ». *Journal of Vacuum Science & Technology B : Microelectronics and Nanometer Structures* 19.6 (2001), p. 2825. DOI : 10.1116/1.1421572.
- [62] Roberto RAITERI et al. « Micromechanics senses biomolecules ». *Materials Today* 5.1 (2002), p. 22-29. DOI : 10.1016/S1369-7021(02)05139-8.
- [63] Nickolay V. LAVRIK et al. « Cantilever transducers as a platform for chemical and biological sensors ». *Review of Scientific Instruments* 75.7 (2004), p. 2229-2253. DOI : 10.1063/1.1763252.

- 
- [64] Titas TIČKŪNAS et al. « Combination of additive and subtractive laser 3D micro-processing in hybrid glass/polymer microsystems for chemical sensing applications ». *Optics Express* 25.21 (2017), p. 26280. DOI : 10.1364/OE.25.026280.
- [65] Yves BELLOUARD et al. « Integrating optics and micro-mechanics in a single substrate : a step toward monolithic integration in fused silica ». *Optics Express* 13.17 (2005), p. 6635. DOI : 10.1364/OPEX.13.006635.
- [66] Philippe BADO et al. « Laser-based fabrication of a displacement sensor with an integrated high-accuracy position sensor ». Sous la dir. de Joseph NEEV et al. San Jose, CA, 2006, 61080U. DOI : 10.1117/12.647881.
- [67] Philippe BADO et al. « On the use of femtosecond lasers to fabricate small optical instruments made from fused silica monoliths ». Sous la dir. de Michel MEUNIER et al. San Jose, CA, 2009, 72010P. DOI : 10.1117/12.813749.
- [68] NAZIR et al. « A Monolithic Gimbal Micro-Mirror Fabricated and Remotely Tuned with a Femtosecond Laser ». *Micromachines* 10.9 (2019), p. 611. DOI : 10.3390/mi10090611.
- [69] Franck CHOLLET et al. *A (not so) short introduction to Micro Electro Mechanical Systems*. 5.4. 2018.
- [70] Bo LENSSEN et al. « Optically transparent glass micro-actuator fabricated by femtosecond laser exposure and chemical etching ». *Applied Physics Letters* 101.10 (2012), p. 103503. DOI : 10.1063/1.4750236.
- [71] Tao YANG et al. « Monolithic transparent 3D dielectrophoretic micro-actuator fabricated by femtosecond laser ». *Journal of Micromechanics and Microengineering* 25.10 (2015), p. 105009. DOI : 10.1088/0960-1317/25/10/105009.
- [72] Herbert A. POHL. « The Motion and Precipitation of Suspensoids in Divergent Electric Fields ». *Journal of Applied Physics* 22.7 (1951), p. 869-871. DOI : 10.1063/1.1700065.
- [73] Shigeki MATSUO et al. « Laser microfabrication and rotation of ship-in-a-bottle optical rotators ». *Applied Physics Letters* 93.5 (2008), p. 051107. DOI : 10.1063/1.2967872.
- [74] Satoshi KIYAMA. « Laser Fabrication and Manipulation of an Optical Rotator Embedded inside a Transparent Solid Material ». *Journal of Laser Micro/Nanoengineering* 4.1 (2009), p. 18-21. DOI : 10.2961/jlmm.2009.01.0004.
- [75] S. JUODKAZIS et al. « Control over the Crystalline State of Sapphire ». *Advanced Materials* 18.11 (2006), p. 1361-1364. DOI : 10.1002/adma.200501837.
- [76] Jens GOTTMANN et al. « Fabrication of sub-wavelength surface ripples and in-volume nanostructures by fs-laser induced selective etching ». *Applied Surface Science* 255.10 (2009), p. 5641-5646. DOI : 10.1016/j.apsusc.2008.10.097.

- 
- [77] Saulius JUODKAZIS et al. « Femtosecond laser-assisted formation of channels in sapphire using KOH solution ». *physica status solidi (RRL) - Rapid Research Letters* 2.6 (2008), p. 275-277. DOI : 10.1002/pssr.200802203.
- [78] Manyu LIU et al. « Chemical etching mechanism and properties of microstructures in sapphire modified by femtosecond laser ». *Applied Physics A* 123.1 (2017), p. 99. DOI : 10.1007/s00339-016-0664-9.
- [79] Shigeki MATSUO. « Laser Fabrication of Ship-in-a-bottle Microstructures in Sapphire ». *Journal of Laser Micro/Nanoengineering* 2.2 (2007), p. 114-116. DOI : 10.2961/jlmm.2007.02.0001.
- [80] Martin HERMANS et al. « Micro structuring of sapphire and fused silica by high speed and high precision in-volume selective laser etching ». *International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics*. Orlando, Florida, USA : Laser Institute of America, 2009, p. 946-949. DOI : 10.2351/1.5061670.
- [81] Maren HÖRSTMANN-JUNGEMANN. « 3D-Microstructuring of Sapphire using fs-Laser Irradiation and Selective Etching ». *Journal of Laser Micro/Nanoengineering* 5.2 (2010), p. 145-149. DOI : 10.2961/jlmm.2010.02.0009.
- [82] S. MATSUO et al. « Femtosecond laser assisted etching of quartz : microstructuring from inside ». *Applied Physics A* 84.1-2 (2006), p. 99-102. DOI : 10.1007/s00339-006-3603-3.
- [83] D. CHOUDHURY et al. « Three-dimensional microstructuring of yttrium aluminum garnet crystals for laser active optofluidic applications ». *Applied Physics Letters* 103.4 (2013), p. 041101. DOI : 10.1063/1.4816338.
- [84] Tosio ABE. « Borosilicate Glasses ». *Journal of the American Ceramic Society* 35.11 (1952), p. 284-299. DOI : 10.1111/j.1151-2916.1952.tb13051.x.
- [85] D. EHRT. « Structure, properties and applications of borate glasses ». *Glass Technology* 41.6 (2000), p. 182-185.
- [86] Mathieu HUBERT et al. « On the structural role of boron in borosilicate glasses ». *Physics and Chemistry of Glasses* 55.3 (2014), p. 23.
- [87] Sören RICHTER et al. « Laser induced nanogratings beyond fused silica - periodic nanostructures in borosilicate glasses and ULE™ ». *Optical Materials Express* 3.8 (2013), p. 1161. DOI : 10.1364/OME.3.001161.
- [88] Shigeki MATSUO et al. « Femtosecond laser-assisted etching of Pyrex glass with aqueous solution of KOH ». *Applied Surface Science* 255.24 (2009), p. 9758-9760. DOI : 10.1016/j.apsusc.2009.04.065.
- [89] K.B. ALBAUGH et al. « Mechanisms of anodic bonding of silicon to pyrex glass ». *IEEE Technical Digest on Solid-State Sensor and Actuator Workshop*. Hilton Head Island, SC, USA : IEEE, 1988, p. 109-110. DOI : 10.1109/SOLSEN.1988.26450.

- [90] K. M. KNOWLES et al. « Anodic bonding ». *International Materials Reviews* 51.5 (2006), p. 273-311. DOI : 10.1179/174328006X102501.
- [91] David BISCHOF et al. « Laser-assisted etching of borosilicate glass in potassium hydroxide ». *Optical Materials Express* 11.4 (2021), p. 1185. DOI : 10.1364/OME.417871.
- [92] Qiuju ZHENG et al. « Composition–structure–property relationships in boroaluminosilicate glasses ». *Journal of Non-Crystalline Solids* 358.6-7 (2012), p. 993-1002. DOI : 10.1016/j.jnoncrysol.2012.01.030.
- [93] J. David MUSGRAVES et al., éd. *Springer Handbook of Glass*. Springer International Publishing, 2019. DOI : 10.1007/978-3-319-93728-1.
- [94] S. S. FEDOTOV et al. « Direct writing of birefringent elements by ultrafast laser nanostructuring in multicomponent glass ». *Applied Physics Letters* 108.7 (2016), p. 071905. DOI : 10.1063/1.4941427.
- [95] Andrea CRESPI et al. « Femtosecond-laser-written optofluidics in alumino-borosilicate glass ». *Optical Materials : X* 4 (2019), p. 100042. DOI : 10.1016/j.omx.2019.100042.
- [96] Roberto MEMEO et al. « Laser-Assisted Etching of EagleXG Glass by Irradiation at Low Pulse-Repetition Rate ». *Applied Sciences* 12.3 (2022), p. 948. DOI : 10.3390/app12030948.

# Développement d'une méthode de fabrication de microlentilles sur-mesures

Le principe de l'usinage tridimensionnel FLICE consiste à éliminer les volumes non-désirables qui entourent la structure 3D à réaliser dans la masse d'un substrat de verre ; à la manière de la sculpture de la pierre ou l'usinage à commande numérique (CNC) de métaux. Il existe de nombreuses façons de réaliser un composant par cette technique mais toutes ne permettent pas d'obtenir des résultats de qualité (haute fidélité d'usinage). De même, il y a de nombreuses manières de polir la surface d'un composant par laser  $CO_2$  qui ne produisent pas toutes des résultats de bonne qualité (rugosité insuffisamment abaissée, dégradation ou déformation du profil). Puisque les méthodes d'usinage FLICE et de polissage de surfaces en verre par laser  $CO_2$  sont à ce jour insuffisamment décrites dans la littérature, il nous est nécessaire de mener une étude *ex nihilo* pour assurer la qualité et la productivité de fabrications ultérieures. Dans un premier temps, nous avons donc développé une méthode - qualifiable de générique - servant de base à la fabrication de microlentilles sur-mesure. Ce chapitre sera consacré à la présentation de ladite méthode au travers des étapes de son développement.

### 3.1. Méthode d'usinage FLICE

Dans cette première partie, nous allons d'abord déterminer les principes relatifs à l'usinage FLICE qui nous permettront de réaliser des profils plan-convexes sur-mesure, présentant conjointement une fidélité de fabrication et un état de surface satisfaisants. Pour cela, une démarche d'optimisation basée sur différentes approches complémentaires sera utilisée.

#### 3.1.1 Matériel à disposition

Notre institut de recherche FEMTO-ST dispose depuis 2017 d'un ensemble d'équipement spécifique dédié à l'usinage FLICE, commercialisé et fabriqué par l'entreprise FEMTO-print S.A. (Suisse). Cet ensemble d'équipement, formant un écosystème, est basé sur une machine d'écriture, un logiciel de programmation de l'écriture et un banc de gravure. Le tout est installé dans la salle blanche de notre institut (Centrale MIMENTO, réseau Renatech) afin de profiter de son environnement ultra-propre. Initialement, ce matériel a été

utilisé par notre équipe de recherche pour la fabrication de dispositifs micro-fluidiques, de systèmes mécaniques et même de composants phononiques. Notons que nous avons donc bénéficié, au commencement de nos travaux de thèse, d'un peu d'expérience acquise antérieurement.

### 3.1.1.1 Machine d'écriture FEMTOprint

**Description.** Le modèle de la machine d'écriture dont nous disposons est commercialisé par FEMTOprint S.A. sous le nom de "f100 aHead Enhanced". Cette machine peut se définir comme un système asservi essentiellement composé d'une platine motorisée XY évidée et d'un objectif d'écriture vertical (Z). Schématisé en **figure 3.1 (a)**, le système comprend une platine creuse (**figure 3.1 (b)**) sur laquelle on fixe un échantillon de verre par l'intermédiaire d'un support de fixation visible en **figure 3.1(c)**.

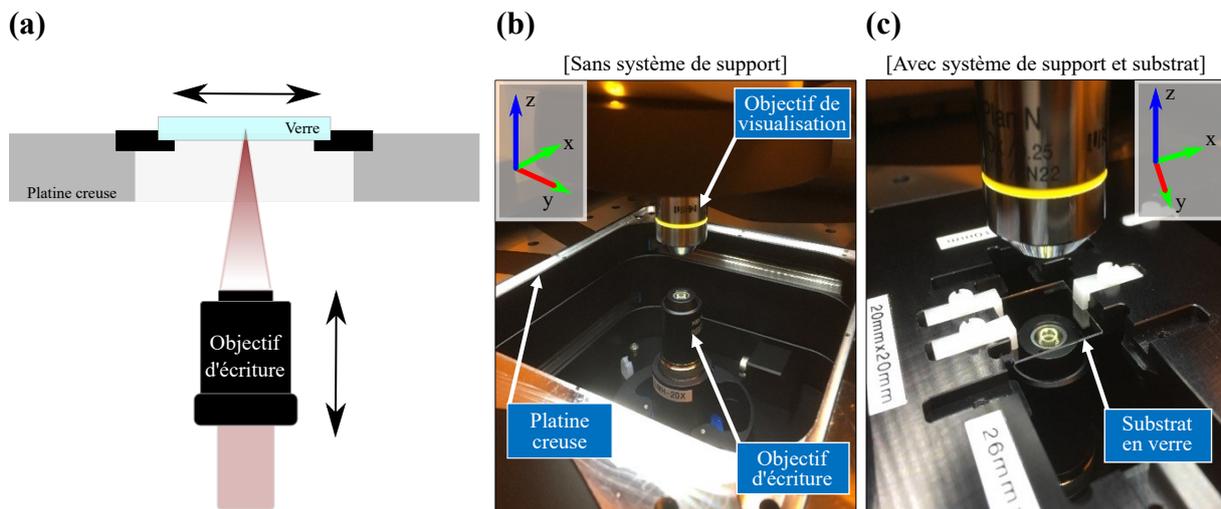


FIGURE 3.1 – (a) Principe du système d'écriture de la machine FEMTOprint, vu en coupe. Photographies du système, (b) sans support de serrage où l'on distingue la platine creuse et l'objectif d'écriture, (c) avec son support de serrage sur lequel est monté un substrat de verre.

Dans cette configuration, le substrat de verre se déplace sur un plan horizontal (XY) et le point focal du faisceau laser femtoseconde ne se déplace que selon Z (un seul degré de liberté). Le déplacement du point focal à l'intérieur du verre est donc cartésien. L'avantage de ce type de système est que la partie optique (l'objectif d'écriture) n'est que peu sollicitée en termes de mouvement ; cela évite ainsi de perturber la focalisation du laser.

**Spécifications du laser.** Le laser femtoseconde intégré dans cette machine est un laser fibré de type  $Yb : YAG$  émettant dans une gamme de longueur d'onde centrée sur  $\lambda = 1030$  nm, soit dans le proche infra-rouge ; spectre très faiblement absorbé par les verres

de silice. Le laser peut fournir une puissance de 5 W selon des durées d'impulsions (ou durées de pulses) comprises entre 250 fs et 10 ps. Le taux de répétition des impulsions est contrôlable jusqu'à 2000 kHz et leur énergie peut atteindre les 10  $\mu$ J.

**Spécifications de la platine XY.** La table de translation creuse peut effectuer des courses de 100 mm selon les directions X et Y avec une résolution de 200 nm et une vitesse pouvant aller jusqu'à 90 mm/s.

**Polariseur.** La machine est également équipée d'un polariseur tournant qui permet le contrôle de la polarisation du faisceau laser.

**Système de visualisation.** Un système de visualisation, utilisant un objectif microscope orienté vers la surface supérieure du substrat en verre (**figure 3.1 (b)**), permet à l'utilisateur d'observer en temps réel les opérations d'écriture.

**Interface utilisateur-machine.** La machine d'écriture est pilotée par ordinateur au travers d'une interface logicielle graphique élaborée par FEMTOprint. Cette interface inclue un « mode manuel » utilisé pour calibrer et initialiser certains paramètres au démarrage mais elle inclue surtout un « mode asservissement » qui permet d'exécuter un code qui comporte les séquences de commandes à interpréter pour réaliser un parcours d'écriture automatisé (déplacements de la platine en XY conjugués aux déplacements de l'objectif d'écriture en Z et à la rotation du polariseur). Le code en question n'est pas généré à la main. Il est la traduction en un langage « propriétaire » (uniquement interprétable par la machine) du parcours d'écriture conçu dans un logiciel de CFAO graphique nommé AlphaCAM.

**AlphaCAM.** Ce dernier est intégré dans l'écosystème proposé par FEMTOprint ; on ne peut donc pas utiliser un autre logiciel que celui-ci. Il est originellement destiné à la programmation de l'usinage sur des machines à commande numérique (CNC) dédiées par exemple au fraisage, tournage ou à la rectification. Il permet de concevoir graphiquement, grâce à divers outils de conception intégrés, des parcours d'écriture (dits « toolpath » en anglais) associées à des conditions de déplacement et de régime laser choisies. La traduction des parcours d'écriture conçus dans AlphaCAM s'effectue par un algorithme de conversion (dit « post-processeur ») qui est élaboré et fourni par FEMTOprint. Le code obtenu est au format ASCII et il est contenu dans un fichier d'extension « .enc ». Pour plus de clarté, nous appellerons ce code « G-Code », bien qu'il n'en soit pas un au sens propre : le G-Code est le langage de programmation typique et historique des machines à commande numérique (CNC).

### 3.1.1.2 Objectifs d'écritures

La machine d'écriture de FEMTOprint permet l'utilisation de 3 différents objectifs d'écriture interchangeables/amovibles. Ces objectifs présentent un grossissement de  $\times 10$ ,  $\times 20$  et  $\times 50$ , soit une ouverture numérique (O.N.) de 0,25, 0,40 et 0,65. Chacun de ces objectifs est associé à des dimensions du volume focal (ou voxel) et, par extension, des dimensions de la Zone Affectée par le Laser (LAZ) différentes. Les dimensions qui nous intéressent sont celles des LAZ puisqu'elles correspondent à la résolution de l'écriture que nous pouvons obtenir. Celles-ci sont reportées en **tableau 3.1**. Elles nous ont été fournies par les ingénieurs de FEMTOprint qui les ont mesurées pour une profondeur de pénétration de 1 mm dans le FS et le BF33.

*TABLEAU 3.1 – Dimensions simplifiées des LAZ pour chacun des objectifs d'écriture disponibles, valables pour le FS et le B33 à une profondeur de 1 mm. Données fournies par FEMTOprint.*

Objectifs	Diamètre ( $\mu\text{m}$ )	Hauteur ( $\mu\text{m}$ )
$\times 10$ (O.N. 0,25)	2-3	42
$\times 20$ (O.N. 0,40)	1-2	24
$\times 50$ (O.N. 0,65)	1-2	8-10

Afin de comprendre l'origine des valeurs correspondantes, nous avons cherché à les calculer théoriquement selon la démarche que nous allons à présent détailler.

**Dimensions de la LAZ due à la nature Gaussienne du faisceau laser.** Pour chaque objectif d'écriture, le diamètre de la pupille d'entrée est légèrement inférieur au diamètre du faisceau laser femtoseconde incident. Ainsi, l'O.N. associée au faisceau focalisé (en sortie d'objectif) est très proche de celle de l'objectif. On modélisera alors le faisceau laser - après focalisation par l'objectif - par un faisceau Gaussien de demi-divergence  $\theta_0$  telle que  $\theta_0 = \arcsin(ON)$  dans l'air. Dans la configuration de notre système d'écriture utilisé, puisque le faisceau arrive par-dessous le substrat de verre, il subit une réfraction par l'interface air-verre. Après cette interface, dans le milieu d'indice  $n$  sa divergence devient donc  $\theta_n$  et son rayon au point de focalisation (dit « waist » en anglais) vaut  $W_n = \frac{\lambda}{\pi n \theta_n}$ . La distance depuis le point de focalisation sur laquelle le faisceau peut être considéré comme quasi-parallèle est définie par longueur de Rayleigh qui vaut  $Z_{Rn} = \frac{W_n}{\theta_n}$ . Ces paramètres correspondent aux points de l'espace pour lesquels l'intensité laser est égale à l'intensité sur l'axe optique  $\frac{I_{max}}{e^2}$ . En supposant que le seuil de modification du matériau vaut cette intensité  $\frac{I_{max}}{e^2}$ , le volume de verre modifié (LAZ) aura approximativement les dimensions suivantes :

- Diamètre :  $D_G = 2W_n$
- Hauteur :  $H_G = 2Z_{Rn} = n \cdot \frac{D_G}{ON}$

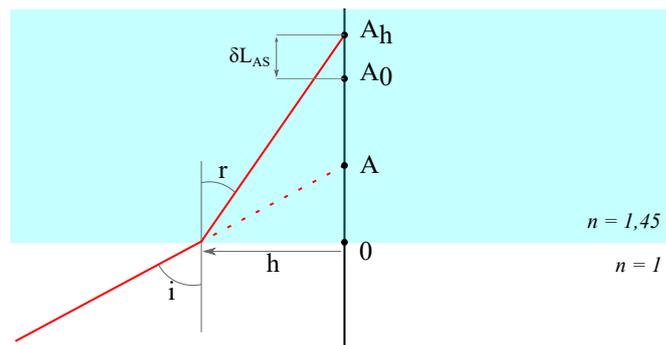
Pour les objectifs fournis, les caractéristiques de la LAZ attendues (avec  $\lambda = 1,036 \mu\text{m}$  et  $n = 1,45$ ) en ne tenant compte que de la nature Gaussienne du faisceau, sont présentées dans le **tableau 3.2**.

*TABLEAU 3.2 – Dimensions simplifiées des LAZ calculées pour un faisceau Gaussien parfait ( $D_G$ ,  $H_G$ ) comparées aux dimensions fournies par FEMTOprint ( $D_m$ ,  $H_m$ ).*

Objectifs	Diamètre $D_G$ ( $D_m$ )	Hauteur $H_G$ ( $H_m$ )
×10 (O.N. 0,25)	2,6 (2-3) $\mu\text{m}$	16 (42) $\mu\text{m}$
×20 (O.N. 0,40)	1,6 (1-2) $\mu\text{m}$	6 (24) $\mu\text{m}$
×50 (O.N. 0,65)	1 (1-2) $\mu\text{m}$	2,2 (8-10) $\mu\text{m}$

On constate que les diamètres calculés sont parfaitement compatibles avec les diamètres mesurés, mais pour ce qui concerne la longueur du faisceau, les différences sont importantes. Pour comprendre ces différences sur la longueur du faisceau, nous supposons qu'il faut prendre en compte un phénomène inévitable en lien avec l'interface air-verre : l'aberration sphérique du dioptre plan.

**Hauteur de la LAZ due à l'aberration sphérique du dioptre.** Lorsque le faisceau laser est focalisé à l'intérieur du substrat de verre d'indice  $n$ , il traverse un dioptre plan air-verre qui va produire de l'aberration sphérique sur le faisceau. Après l'objectif et avant le dioptre plan, on suppose que tous les rayons incidents sur le dioptre se focalisent au point  $A$  (l'objectif seul n'a pas d'aberrations sphériques), comme on peut le comprendre en **figure 3.2**.



*FIGURE 3.2 – Représentation du phénomène d'aberration sphérique du dioptre plan.*

À cause de l'aberration sphérique du dioptre plan, les rayons qui ont une hauteur d'incidence  $h$  élevée vont se focaliser en un point  $A_h$  de l'axe. Ce point est différent du point de focalisation  $A_0$ , obtenu pour des rayons de hauteur  $h$  quasi-nulle. Par conséquent, le faisceau laser va se focaliser sur un petit segment formé par l'ensemble des points  $A_h$ .

Les rayons incidents sur le dioptre à une hauteur  $h$  vont couper l'axe au point  $A_h$ , dont nous calculerons la position sur l'axe optique en fonction de  $h$ . On a :

- $OA_h = h \cdot \frac{\cos(r)}{\sin(r)}$
- $OA = h \cdot \frac{\cos(i)}{\sin(i)}$

Compte tenu de la loi de Snell-Descartes  $\sin(i) = n\sin(r)$  on en déduit :

$$\frac{\overline{OA}_h}{\overline{OA}} = n \cdot \frac{\cos(r)}{\cos(i)} = n \cdot \sqrt{\frac{1 - \sin^2(r)}{1 - \sin^2(i)}} = \sqrt{1 + \frac{n^2 - 1}{1 - \sin^2(i)}}$$

Pour  $i = 0$  et  $h = 0$ , cette relation donne bien  $\overline{OA}_0 = n\overline{OA}$  et on retrouve la position  $A_0$  de l'image de  $A$  à travers le dioptre plan sans aberrations. Pour des angles d'incidence plus grands, l'image est décalée plus loin du dioptre d'une distance  $\delta L_{AS}(i) = \overline{OA}_h - \overline{OA}_0$  positive. Comme l'incidence maximale a lieu pour  $\sin^2(i) = ON^2$ , on a :

$$\delta L_{AS} = \overline{OA}_{hmax} - \overline{OA}_0 = \left( \sqrt{1 + \frac{n^2 - 1}{1 - ON^2}} - n \right) \cdot \overline{OA}$$

Remarque importante : la longueur  $\delta L_{AS}$ , correspondant à la hauteur du volume focal (voxel) dû à l'aberration sphérique, est directement proportionnelle à la position du point image ( $\delta L_{AS} \propto \overline{OA}$ ). Par conséquent, pour un objectif fixé, la hauteur du voxel croît linéairement avec la profondeur que le faisceau traverse dans le verre avant sa focalisation.

Pour une focalisation à l'intérieur du substrat à une profondeur de 1 mm, on obtient les valeurs de  $\delta L_{AS}$  données dans le **tableau 3.3** en fonction des objectifs utilisés. Nous voyons ici clairement que l'aberration sphérique est loin d'être négligeable, particulièrement pour l'objectif  $\times 50$  (O.N. = 0,65).

*TABLEAU 3.3 – Longueurs de la ligne de focalisation suivant Oz pour une profondeur de focalisation  $\overline{OA}_0$  de 1 mm.  $\delta L_{AS}$  est la contribution de l'aberration sphérique seule.  $H_{Tot}$  est la somme des 2 contributions à la longueur de la ligne focale suivant Oz. Les données FEMTOprint correspondent aussi à une profondeur de focalisation de 1 mm.*

Objectifs	$\delta L_{AS}$ (µm)	$H_{Tot}$ (µm)	Données de FEMTOprint
$\times 10$ (O.N. 0,25)	18	34	42
$\times 20$ (O.N. 0,40)	52	58	24
$\times 50$ (O.N. 0,65)	186	188	8-10

Le **tableau 3.3** donne également la hauteur totale de la LAZ pour une profondeur de focalisation  $\overline{OA}_0 = 1000$  µm, en supposant en première approximation que les contributions de l'aberration sphérique ( $\delta L_{AS}$ ) s'ajoutent à celles de la nature Gaussienne du faisceau ( $H_{Tot} = H_G + \delta L_{AS}$ ).

**Discussion.** Quand la distance de pénétration dans le verre augmente, l'aberration sphé-

rique augmente ( $\delta L_{AS}$  augmente). Il y a donc un étalement plus important du volume focal (ou voxel) qui entraîne une baisse de l'intensité lumineuse pouvant tomber sous le seuil nécessaire pour modifier le matériau. Ce phénomène est d'autant plus marqué que l'objectif de focalisation a une forte O.N. comme on le voit avec le  $\times 50$ .

L'effet de l'aberration sphérique sur la LAZ en fonction de sa profondeur de focalisation dans le verre a déjà été étudié expérimentalement pour des applications de soudure laser ou de fabrication de guides d'ondes [1, 2]. Ces travaux ont effectivement souligné que, pour générer un plasma (donc une modification du matériau), la dispersion de la puissance laser sur un voxel plus long (due à l'aberration sphérique) oblige - lorsque le laser est focalisé profondément dans le verre - à augmenter l'énergie d'impulsion afin de rester au-dessus du seuil d'écriture.

On peut noter que nos approximations sur les longueurs de LAZ sont différentes de celles mesurées par FEMTOprint (il peut y avoir un facteur 2 à 3). En effet, le calcul simple réalisé ici permet d'obtenir un ordre de grandeur mais ne tient pas compte de divers effets :

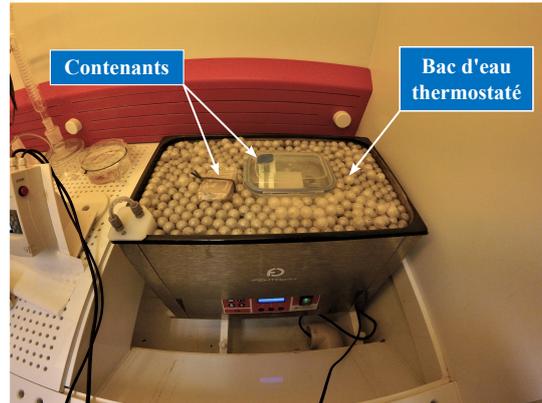
- Il faudrait estimer la distribution spatiale de l'intensité laser pour identifier les zones dans lesquelles elle est supérieure au seuil d'écriture.
- Pour une ouverture numérique de l'ordre de 0,25, les contributions de l'aberration sphérique ( $\delta L_{AS}$ ) et celle de la nature Gaussienne du faisceau ( $H_G$ ) sont quasiment identiques : le calcul de  $H_{Tot}$  ne peut plus être une simple somme de 2 contributions distinctes.
- Enfin, le phénomène dominant est probablement l'existence d'effets optiques non-linéaires (par exemple l'autofocalisation) qui modifient la propagation du faisceau. La forme de la LAZ dépend ainsi de l'énergie des impulsions reçues par le verre ainsi que de leur nombre et donc du régime d'écriture appliqué [2] ce qui n'est pas pris en compte dans ce calcul

Dans tous les cas, la LAZ tend à s'allonger avec la profondeur de focalisation, surtout pour des objectifs dont l'O.N. est élevée. À puissance laser constante, cet allongement est toutefois limité par la baisse totale d'intensité dans le voxel : la hauteur de la LAZ reste donc inférieure à la hauteur du voxel.

Dans le cas de l'objectif  $\times 50$ , l'allongement de la LAZ est très rapide avec la profondeur de focalisation. C'est pourquoi FEMTOprint a équipé cet objectif d'une bague de correction intégrée, permettant de corriger les effets des aberrations sphériques et donc limiter au mieux la hauteur de la LAZ.

#### 3.1.1.3 Banc de gravure

Nous avons à disposition un banc de gravure humide dédié, proposé par FEMTOprint. Présenté en **figure 3.3**, il repose sur le principe du bain-marie. Il est composé d'un bac d'eau thermostaté de 28 L, dans lequel peuvent être placés des récipients remplis de solution de gravure à l'intérieur desquels se trouvent les échantillons à graver. Ce banc est également équipé d'un système d'agitation à ultrasons qui est programmable au même titre que la température du bain.



*FIGURE 3.3 – Photographie du banc de gravure ouvert. Il contient des billes flottantes anti-évaporation et deux récipients différents remplis d'une solution aqueuse de KOH.*

#### 3.1.2 Conception de stratégies d'usinage primaires

Sur la base du matériel dont nous disposons, nous allons dans un premier temps essayer d'identifier les principes élémentaires permettant de réaliser un usinage de qualité ; c'est-à-dire le plus fidèle possible. Cela nous permettra ainsi de concevoir et d'expérimenter par la suite des stratégies d'usinage adéquates. Nous entendrons par « stratégie d'usinage » l'association d'une « stratégie de gravure » (façon d'éliminer le volume de matière non désiré) et d'une « stratégie d'écriture » (manière de pratiquer l'irradiation laser en conséquence).

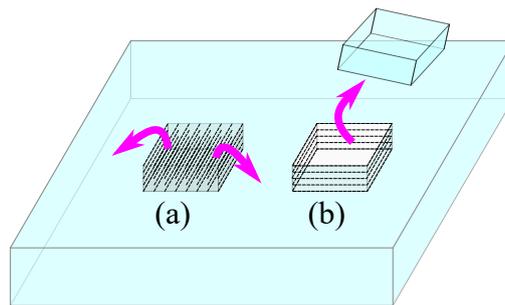
##### 3.1.2.1 Stratégies de gravure

Puisque les composants à réaliser sont surfaciques, ceux-ci peuvent être usinés soit vers la face supérieure du substrat de verre soit vers la face inférieure. Le système de FEMTOprint a été conçu pour que l'usinage soit réalisé préférentiellement sur la face supérieure. Dans ce travail, les composants seront donc usinés sur la face supérieure et le faisceau laser sera par conséquent focalisé au travers de l'épaisseur du substrat.

**Deux grands principes.** En toute rigueur, il existe autant de stratégies de gravure que de structures réalisables, chacune de ces stratégies étant liée aux spécificités géométriques

des structures à réaliser. Néanmoins, on peut distinguer deux grandes stratégies de gravure envisageables :

1. La première, schématisée en **figure 3.4 (a)**, consiste à « dissoudre » tout le volume superflu par gravure [3]. Toutefois, cette stratégie implique un balayage quasi-complet du volume à éliminer, ce qui n'est pas judicieux pour plusieurs raisons. En effet, la densité de lignes d'écriture qu'un tel balayage nécessite génère des contraintes mécaniques potentiellement excessives, pouvant aboutir à l'apparition de fissures destructrices dans le substrat [4]. En outre, il s'agit d'un processus chronophage dont il est profitable de se passer.
2. La deuxième, qui est plus pertinente par de nombreux aspects, consiste à « découper » les contours du volume superflu, comme schématisé en **figure 3.4 (b)**, afin de former un bloc disjoint de la masse que l'on peut désigner comme un « capot » dont l'extraction s'effectue spontanément ou par agitation provoquée. La conception d'une stratégie de gravure de ce type peut alors se résumer par l'agencement judicieux des surfaces de découpe qui permet la libération d'un capot tout en garantissant l'intégrité des géométries sous-jacentes.



*FIGURE 3.4 – Les deux grands types de stratégies de gravure pour réaliser, dans cet exemple, une cavité cubique. (a) Écriture et gravure complète du volume superflu. (b) Écriture et gravure des contours du volume superflu.*

**Stratégie pour la découpe.** Dans le cas de la deuxième stratégie (**b**), il n'existe pas de méthode systématique qui nous permette de définir les surfaces à découper en fonction du type de structure à usiner. On peut néanmoins imaginer une méthode commune pour la fabrication de toute lentille en verre, comme illustré sur le schéma de la **figure 3.5**.

Cette méthode repose sur deux étapes :

1. Découpe des contours de la surface de la lentille dans la masse, en profondeur.
2. Réalisation d'une surface de découpe s'appuyant sur le pourtour de la surface de la lentille et permettant de rejoindre le plus directement possible l'interface air-verre.

Puisque ce processus semble suffisant pour réaliser n'importe quel type de composant de surface, nous le retiendrons comme principe fondamental de nos usinages par FLICE.

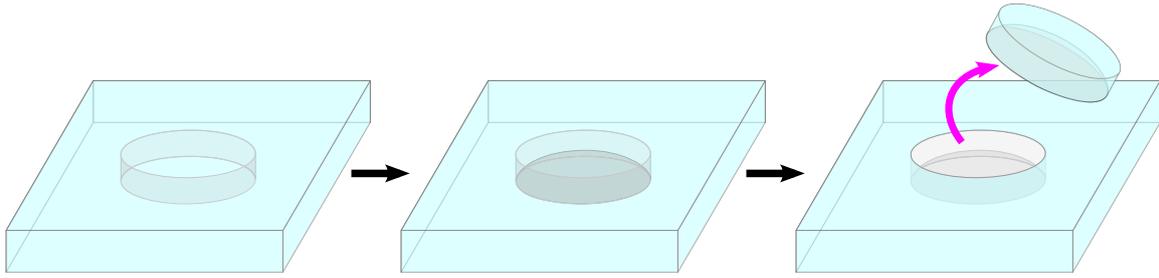


FIGURE 3.5 – Représentation des 2 étapes génériques d'usinage, dans le cas de la réalisation d'une lentille plan-convexe.

### 3.1.2.2 Stratégies d'écriture

Pour être effective, la stratégie de gravure primaire retenue nécessite que les surfaces de découpe soient rendues entièrement sélectives à la gravure. Les stratégies d'écriture doivent donc garantir la continuité de la modification du matériau dans les 2D ( $\sim 2,5D$ ). Or, l'écriture se faisant au point de focalisation du laser, la seule manière d'irradier une surface de découpe nécessite l'écriture de lignes discrètes 1D.

**Motifs de balayage.** Il n'est pas envisageable de retenir un motif chaotique ou aléatoire car certaines zones seront irradiées plusieurs fois et donc surexposées, ce qui conduirait à une inhomogénéité spatiale en termes de sélectivité à la gravure : une surexposition du laser peut en effet, dans certaines conditions, diviser la sélectivité par 10 [5]. Il est donc préférable de réaliser l'écriture selon un balayage en trame ou selon des motifs ordonnés en assurant un taux de recouvrement partiel des lignes « 1D » à fixer selon la largeur du voxel généré. On peut imaginer plusieurs motifs de balayage permettant de garantir ce principe (dans le cas d'une surface plane, voir **figure 3.6**, mais valable aussi pour d'autres types de surfaces).

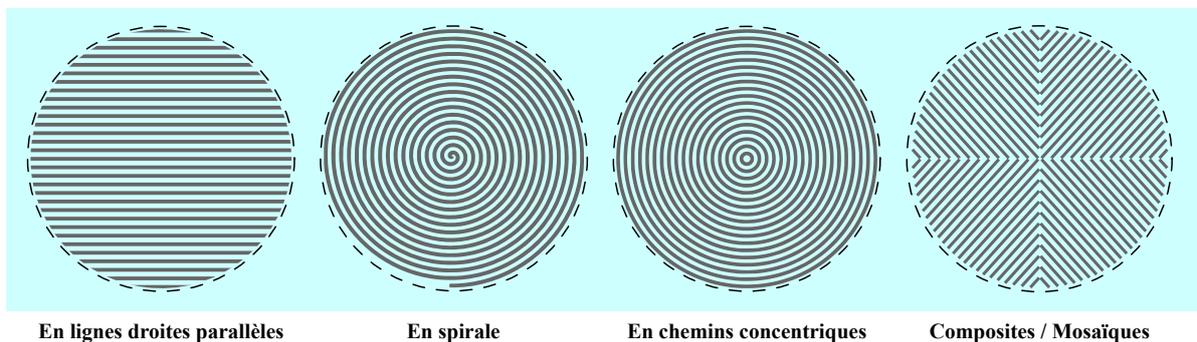


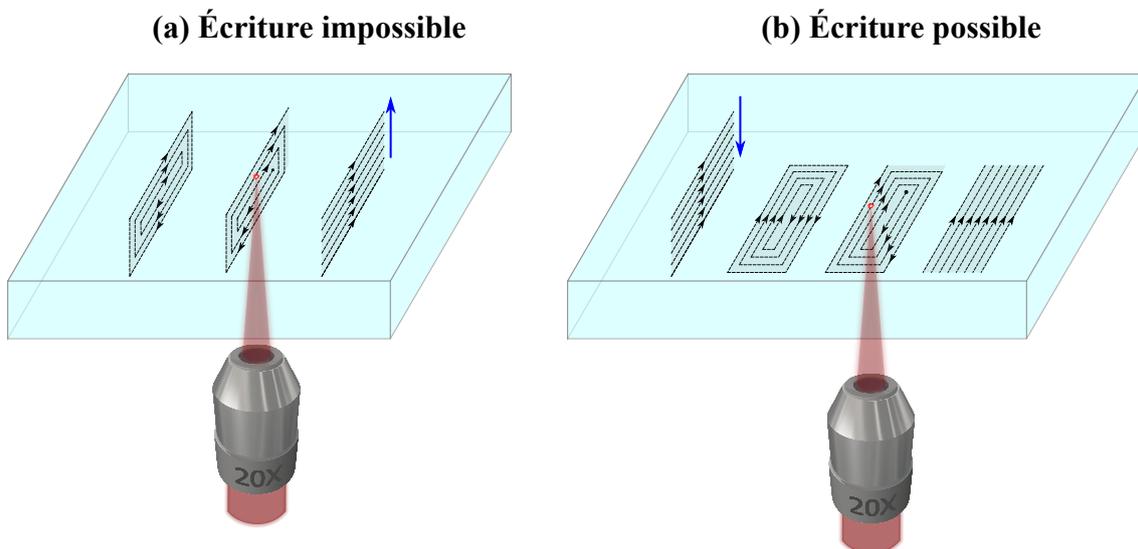
FIGURE 3.6 – Différents motifs de balayage possible pour l'écriture quasi-continue d'une surface plane.

**Conditions de faisabilité.** La faisabilité de ces différents types de balayages dépend toutefois du système d'écriture employé mais aussi - indirectement - de l'orientation ou de la courbure que prend la surface à écrire dans l'espace.

**Faisabilité théorique avec notre machine.** Dans le cadre de nos travaux de recherche, nous utilisons une machine d'écriture commerciale de la société FEMTOprint SA (schématisé en **figure 3.1**). On le rappelle, cette machine peut se décrire comme un système à faisceau laser vertical (axe Z) dirigé vers le haut et à déplacement XY de l'échantillon. Dans cette configuration, il est impossible d'écrire une surface verticale du bas vers le haut. En effet, l'écriture selon l'axe optique (axe vertical) de l'intérieur (du bas) vers l'extérieur (vers le haut) amène inévitablement le faisceau focalisé à traverser des zones déjà écrites (irradiées) qui sont devenues absorbantes et diffusantes. Ces dernières perturbent sa propagation et empêchent l'irradiation du matériau ainsi écranté. Concrètement, il n'est pas envisageable d'écrire avec cette machine une ligne droite verticale de bas en haut ou bien deux lignes horizontales superposées en commençant par celle du bas.

De façon synthétique, les motifs de balayage possibles avec notre machine sont les suivants :

- Pour les surfaces verticales (dont la normale est horizontale), comme illustré sur la **figure 3.7 (a)**, les balayages concentriques et en spirale ne sont pas faisables compte-tenu de l'effet d'écran décrit plus haut. Le balayages par des lignes verticales n'est également pas possible, que ce soit de haut en bas ou évidemment de bas en haut. En fait, seul un motif selon des lignes horizontales superposées et écrites de haut en bas est possible (voir **figure 3.7 (b) à gauche**).
- Pour les surfaces dont la normale n'est pas horizontale, tous les types de balayage sont faisables puisqu'aucun effet d'écran ne peut intervenir (voir **figure 3.7 (b)**).



**FIGURE 3.7** – Possibilités d'écriture selon l'orientation des surfaces. (a) Les motifs d'écriture sont impossibles. Notons que le motif de droite (lignes horizontales) est impossible de bas en haut (flèche bleue) mais il est possible de haut en bas. (b) Les motifs d'écriture sont possibles. Ils seraient aussi possible sur des plans inclinés.

**Détermination expérimentale.** Outre les limitations théoriques décrites ci-dessus, il peut exister d'autres raisons qui amèneront à privilégier un motif de balayage plutôt qu'un autre, notamment si ce motif ne permet pas d'obtenir un usinage fidèle ou tout simplement s'il est plus facile à programmer par le logiciel AlphaCAM.

#### 3.1.3 Choix des conditions expérimentales

En fonction de l'équipement dont nous disposons et sur la base (1) de nos connaissances théoriques, (2) des préconisations de FEMTOprint mais aussi (3) de l'expérience antérieure acquise par notre équipe de recherche, nous allons déterminer les conditions d'écriture et de gravure permettant de garantir l'application des stratégies d'usinage retenues précédemment.

##### 3.1.3.1 Conditions d'écriture

**Sélectivité.** Dans un premier temps, nous postulons que l'obtention de découpes fidèles par usinage FLICE doit passer par l'obtention de la plus haute sélectivité à la gravure possible. La sélectivité à la gravure est définie quantitativement comme le rapport de la vitesse de gravure du verre modifié (irradié) sur la vitesse de gravure du verre non-modifié. Plus la sélectivité est élevée, plus les surfaces seront gravées avec une grande fidélité vis-à-vis du motif d'écriture appliqué. Ceci est d'ailleurs d'autant plus vrai lorsque la vitesse de gravure du matériau non-modifié est faible. Comme nous l'avons déjà mentionné en **sous-section 2.1.3**, il existe une quantité d'énergie déposée optimale par le laser qui permet d'atteindre une sélectivité maximale pour n'importe quelle condition de gravure. Or, la quantité d'énergie déposée dépend des caractéristiques de l'équipement d'écriture laser utilisé mais aussi du matériau à graver.

**Conditions déjà déterminées.** Dans le cadre de ce travail de thèse, nous avons l'ambition de réaliser des composants à la fois sur le FS et le BF33. Pour chacun de ces verres, les conditions nécessaires à l'obtention d'une sélectivité optimale ont été déterminées dans le passé, notamment par les ingénieurs de FEMTOprint pour notre configuration matérielle et pour chacun des objectifs d'écriture disponibles. Ainsi, nous faisons le choix de reprendre dans notre étude les valeurs qui nous ont été fournies : celles-ci sont décrites dans le **tableau 3.4**. Notons que notre contribution a donc consisté à déterminer l'influence des stratégies d'usinage et non des paramètres d'écriture.

Remarquons dans le **tableau 3.4** que les conditions d'écriture du BF33 sont particulières. Elles n'ont en effet pu être déterminées que dans le cas de l'utilisation d'un objectif  $\times 50$  et la sélectivité a été trouvée optimale lorsque la polarisation est parallèle à la direction d'écriture.

TABLEAU 3.4 – Paramètres d'écriture associés aux objectifs disponibles et du matériau à usiner. Données fournies par FEMTOprint.

Matériau	Objectif d'écriture	Énergie de pulse (nJ)	Taux de répétition (kHz)	Vitesse de balayage (mm/min)	Polarisation (°)
FS	x10	400	650	720	90
	x20	230	1000	950	90
	x50	150	150	1000	90
BF33	x50	600	25	600	0

Si pour chacune des configurations décrites dans le tableau ci-dessus, les conditions d'écriture associées permettent d'obtenir un maximum de sélectivité, la valeur de cette sélectivité (qu'on appellera « sélectivité maximale ») dépend quant à elle des conditions de gravure.

### 3.1.3.2 Conditions de gravure

**Dépendances.** Les vitesses de gravure du matériau modifié et non-modifié sont très sensibles à la nature, la concentration et la température de la solution de gravure utilisée. Pour les mêmes conditions d'écriture, chacune varie différemment en fonction des conditions de gravure. Ces vitesses de gravure ne sont pas toujours liées entre elles par des relations identiques. Ainsi, il n'est pas rare de relever des sélectivités maximales présentant un écart de plus d'un ordre de grandeur pour des conditions de gravures différentes. Pour permettre la meilleure précision de découpe, il est clair que la vitesse de gravure du matériau modifié doit être haute et celle du matériau non-modifié quasi-nulle. Il s'agit donc de déterminer les conditions de gravure qui permettent d'obtenir ce résultat.

**Réactif de gravure.** Historiquement, c'est le HF concentré à 2,5 % et laissé à température ambiante qui est employé comme bain de gravure. La littérature nous montre que dans le cas de la gravure du FS [5], on parvient à atteindre une vitesse de gravure du matériau modifié relativement élevée (1,5  $\mu\text{m}/\text{min}$ ) alors que la vitesse de gravure du matériau non-modifié peut s'avérer faible (0,03  $\mu\text{m}/\text{min}$ ). La sélectivité maximale est alors de 50 ce qui reste insuffisant, notamment lorsqu'on souhaite réaliser des structures de grand rapport d'aspect. Toutefois, le HF n'est pas le seul réactif envisageable. En effet, une étude [6] a démontré que l'utilisation d'une solution d'Hydroxyde de Potassium (KOH) concentré à 10 mol/L et chauffé à 80°C permet d'obtenir une vitesse de gravure du matériau modifié plus haute (2,0  $\mu\text{m}/\text{min}$ ) et une vitesse de gravure du matériau non-modifié nettement plus basse (0,01  $\mu\text{m}/\text{min}$ ). Ainsi la sélectivité maximale atteint alors 200. Pour cette solution de gravure, une sélectivité allant même jusqu'à 350 [7] a été rapportée. En ce sens, ces conditions de gravures au KOH sont les plus intéressantes dans notre perspective d'usinage fidèle, d'autant plus que le HF est nocif pour l'Homme, très corrosif pour la verrerie de laboratoire et donc dangereux et inconfortable à manipuler. Nous retiendrons alors que

les conditions de gravures que nous avons choisie de fixer reposent sur l'utilisation d'une solution aqueuse de KOH concentré à 10 mol/L et chauffé à 80°C.

**Gradient de sélectivité.** La littérature et l'expérience acquise antérieurement par notre groupe de recherche montre que la vitesse de gravure tend à décroître au fur et à mesure de la progression/pénétration de la solution de gravure le long du chemin écrit par le laser. En d'autres termes, un gradient de sélectivité s'établit le long du chemin écrit par le laser. L'existence d'un tel gradient peut se comprendre facilement : à mesure que le réactif de gravure pénètre dans le verre modifié et réagit avec lui, la concentration en produits de réaction augmente inévitablement jusqu'à la saturation. La solution de gravure s'appauvrit donc progressivement en réactif et conduit à diminuer la vitesse de la réaction chimique. Parfois, l'effet croissant de saturation peut même s'accompagner de la précipitation des produits de réaction entraînant la formation de bouchons qui limitent d'autant plus le processus de réaction chimique. Ce phénomène est donc particulièrement contraignant lorsqu'il s'agit de réaliser l'usinage de grandes structures impliquant des chemins très longs et doit être pris en compte dans la conception de l'usinage des structures.

**Ultrasons.** Néanmoins, on peut y remédier partiellement grâce à l'application d'une agitation ultrasonore de manière périodique dans le bain de gravure dans le but de permettre à la solution appauvrie en réactif de gravure de se renouveler plus rapidement. Préconisé par les ingénieurs de FEMTOprint et validé expérimentalement par notre groupe de recherche au préalable, il s'agit d'appliquer des salves ultrasonores de 3 min à 40 kHz, toutes les 30 min au cours de la gravure.

**Maintien des substrats en verre.** Puisqu'une gravure adéquate nécessite impérativement que la solution de gravure puisse accéder facilement à la surface des substrats à graver, nous avons besoin d'un dispositif permettant de maintenir nos substrats verticaux (vertical par rapport à la tranche), de sorte qu'un maximum de surface soit exposé à la solution de gravure. En ce sens, nous avons réalisé dans le cadre de ce travail de thèse un dispositif mécanique (voir **figure 3.8**), qui repose sur le principe de l'étau. Il est composé d'une mâchoire fixe et d'une mâchoire mobile, toutes deux munies d'une série de rainures verticales de 2 mm de large disposées face-à-face, dans lesquelles peuvent s'insérer des substrats de verre par la tranche. Notons que ce dispositif a été conçu pour disposer de deux mâchoires mobiles indépendantes dans l'éventualité où il nous serait nécessaire de traiter des échantillons de deux dimensions différentes. Ce « support-étau » a été fabriqué en PTFE (TEFLON®), car ce matériau présente une excellente résistance aux attaques chimiques qui s'avère suffisante pour notre utilisation. Comme on peut le voir sur la photographie en **figure 3.8 (b)**, le support est immergé dans la solution de gravure contenue dans une simple boîte alimentaire en polypropylène (PP).

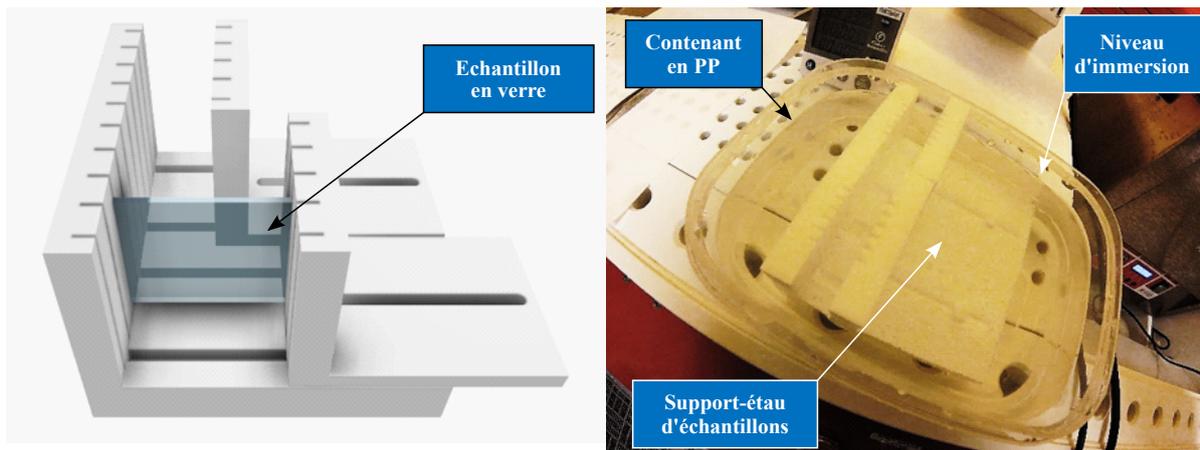


FIGURE 3.8 – (À gauche) Illustration CAO du dispositif conçu pour le maintien à la verticale des échantillons en verre. Une plaquette en verre carrée peut être maintenue entre la mâchoire fixe de gauche et l'une des deux mâchoires mobiles de droite. (À droite) Photographie du récipient en PP contenant le support-étau en TEFLON et rempli de la solution de KOH.

**Résumé.** Pour résumer, les conditions de gravure que nous avons choisi de fixer sont les suivantes :

- Réactif en milieu aqueux : KOH concentré à 10 mol/L
- Température : 80°C
- Agitation ultrasonore : salves à 40 kHz de 3 min toutes les 30 min
- Maintien des substrats : verticalement à la tranche

### 3.1.4 Application de stratégies d'usinage primaires

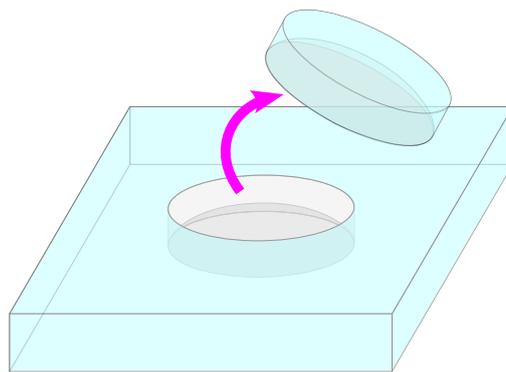
Les conditions expérimentales ayant été décrites, nous allons expérimenter différentes stratégies d'usinage primaires sur des objets de test dans le but de déterminer, au moins grossièrement, les facteurs influant sur la qualité de l'usinage. En parallèle, nous vérifierons la pertinence des stratégies appliquées et nous sélectionnerons celles à conserver et/ou optimiser.

#### 3.1.4.1 Essais préliminaires sur du BF33

Dans nos perspectives de développement, le BF33 est le matériau usinable qui présente le plus d'intérêts (exemple : intégration sur des MEMS par soudage anodique). C'est pourquoi nos premiers essais se sont tournés vers l'application de stratégies d'usinage primaires sur

un composant de test en BF33. Le composant de test choisi à cette occasion est une lentille plan-convexe sphérique. Bien que ce composant soit particulièrement simple, sa réalisation par FLICE n'est pas concrètement détaillée dans la littérature, que ce soit d'ailleurs en BF33 ou en FS. Il est donc intéressant de vérifier sa faisabilité au moyen des principes de stratégies d'usinage primaires déjà évoqués et de notre matériel. En outre, les dimensions de ce composant, à savoir un diamètre d'environ 2 mm pour un rayon de courbure d'environ 4 mm, ont été choisies pour correspondre à celles d'une lentille réalisée dans le passé par notre équipe selon un procédé de refusion thermique [8], afin que nous puissions disposer d'un point de comparaison dans un éventuel succès de fabrication.

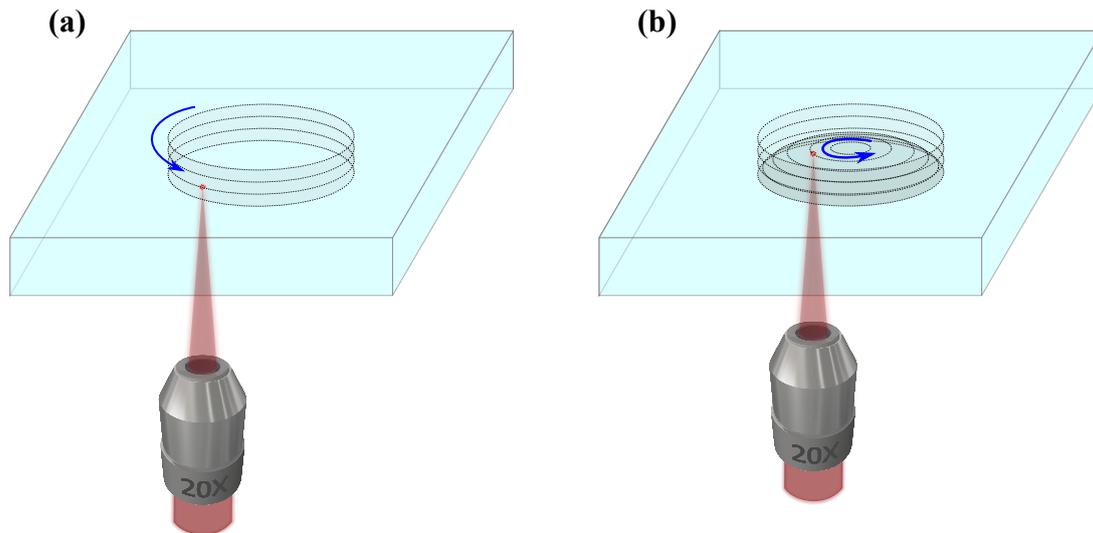
**Stratégie de gravure du composant.** La stratégie de gravure consiste à découper puis à soustraire un capot qui a approximativement la forme d'un cylindre situé au-dessus de la surface de la lentille (voir **figure 3.9**). Il s'agit donc de réaliser une découpe cylindrique allant de l'interface air-verre jusqu'à la base de la lentille, puis une découpe de la surface convexe de la lentille placée en profondeur.



*FIGURE 3.9 – Libération du capot le plus simple entourant une lentille plan-convexe sphérique.*

**Stratégie d'écriture.** Puisque le contour cylindrique du capot est vertical (donc aligné suivant l'axe optique du faisceau laser), son écriture ne peut être réalisée que par un balayage sous forme de chemins horizontaux superposés verticalement et écrits de haut en bas (voir **sous-sous-section 3.1.1.2**). Les contours du capot seront donc écrits selon la superposition verticale de chemins circulaires horizontaux fermés (cercles en strates), du haut vers le bas (voir **figure 3.10 (a)**). Cet empilement de cercles s'étend de l'interface air-verre jusqu'à la base du dioptré sphérique de la lentille, avec un recouvrement qui dépend de l'objectif d'écriture choisi. En utilisant un objectif  $\times 50$  (O.N. = 0,65) sur le BF33, nous avons déterminé expérimentalement qu'un pas de 8  $\mu\text{m}$  entre les cercles horizontaux était suffisant pour que la gravure soit efficace. Un pas plus grand ne permet pas le recouvrement des cercles tandis qu'un pas plus petit allonge le temps d'écriture. L'écriture de la surface convexe de la lentille en profondeur est quant à elle libre d'être pratiquée selon différents motifs de balayages. Toutefois, pour des raisons pratiques liées à la conception sur AlphaCAM, l'écriture en spirale est exclue. Bien que l'écriture sous forme de lignes

parallèles soit une option envisageable, nous choisissons prioritairement le balayage sous forme de cercles concentriques, comme présenté sur le schéma de la **figure 3.10 (b)**. En effet, la lentille étant une géométrie à symétrie de révolution, on peut s'attendre à ce qu'un empilement de cercles concentriques décrivent au mieux cette géométrie. Le pas entre les cercles suivant la courbure de la calotte sphérique est choisi à  $2\ \mu\text{m}$ , distance *a priori* suffisante pour un recouvrement adéquat, basé sur les caractéristiques dimensionnelles du voxel renseignées par FEMTOprint (voir **tableau 3.1**).



**FIGURE 3.10** – Stratégies d'écriture (a) des contours du capot sous forme de cercles superposés écrit de haut en bas (b) de la surface convexe de la lentille sous forme de cercles concentriques, également du haut vers le bas.

**Précautions à prendre sur la profondeur d'écriture.** Afin de déterminer la profondeur requise de la surface du composant à usiner, nous décidons de procéder dans un premier temps à des essais comparatifs. Pour ce faire, nous réalisons une série de 5 lentilles de test dont les surfaces sont écrites de façon à ce que leur sommet se trouve à des profondeurs respectives de 0, -5, -10, -15 et -20  $\mu\text{m}$  par rapport à la surface supérieure du substrat qui est la hauteur de référence  $Z = 0\ \mu\text{m}$ . Le substrat utilisé est une plaquette de BF33 de  $26 \times 10\ \text{mm}^2$  et d'épaisseur 500  $\mu\text{m}$ .

La **figure 3.11** rassemble les clichés réalisés au microscope optique (échelle  $\times 5$ ) de ces 5 lentilles de tests fraîchement écrites ; c'est-à-dire avant l'étape de gravure. La vue est prise depuis le sommet du dioptré sphérique et la mise au point est faite au niveau de l'interface air-verre (face supérieure du substrat de verre).

De cette série de clichés, nous pouvons établir plusieurs constats :

- Sur les composants dont le sommet est écrit à des profondeurs de 0 et -5  $\mu\text{m}$ , on observe la présence d'une tache ronde centrale très contrastée. Le diamètre de cette tâche est plus faible pour -5  $\mu\text{m}$  que pour 0  $\mu\text{m}$  : il décroît donc avec la profondeur d'écriture. Les taches visibles correspondent à des régions hautement diffusives

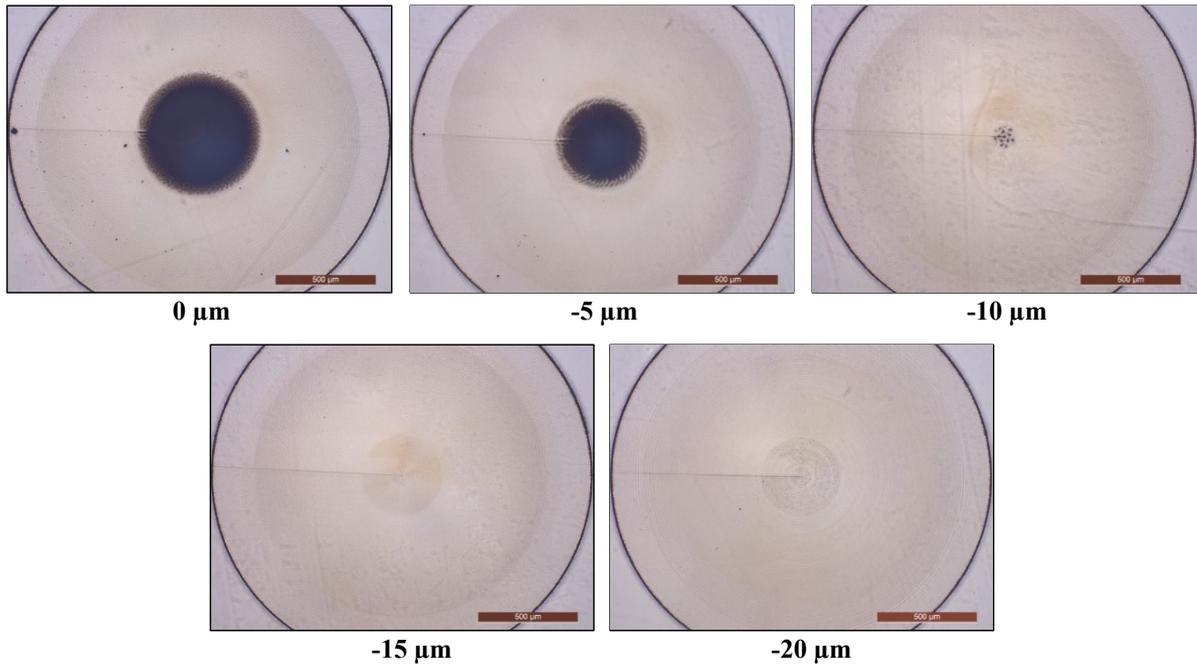


FIGURE 3.11 – Clichés au microscope optique, vu du dessus, en grossissement  $\times 5$  et en réflexion, de lentilles fraîchement écrites (avant gravure humide) à (a)  $0 \mu\text{m}$ , (b)  $-5 \mu\text{m}$ , (c)  $-10 \mu\text{m}$ , (d)  $-15 \mu\text{m}$ , (e)  $-20 \mu\text{m}$ . Barre d'échelle  $500 \mu\text{m}$ .

formées par des effets non escomptés de l'irradiation laser. Une observation plus minutieuse (non présentée ici) montre que ces zones s'avèrent être en partie exposées à l'air et présentent un état de surface chaotique associé à un éparpillement de micro-fragments de verre. Le verre semble donc avoir subi une ablation dans ces régions proches de l'interface air-verre.

- Pour le cas de la surface écrite à  $-10 \mu\text{m}$ , on observe la présence d'un motif organisé circulaire de tâches ovoïdes sous la surface et au sein duquel on aperçoit des fissures/craquelures. Ce genre de motif ne trouve pas d'interprétation évidente mais sa périodicité nous permet de supposer qu'il soit causé par un phénomène non-aléatoire, qui pourrait par exemple provenir de l'interprétation du G-code par la machine d'écriture.
- Dans le cas des surfaces écrites à des profondeurs  $< -10 \mu\text{m}$ , la surface irradiée dans sa globalité présente un aspect plutôt homogène, sans présence d'artefacts.

Ces premiers constats nous permettent de conclure sur le fait que l'écriture de toute surface 3D dans la gamme de profondeurs  $[0, -10] \mu\text{m}$  conduit à des détériorations incontrôlées du matériau. C'est d'ailleurs ce que nous vérifions après gravure, comme on peut le voir sur la **figure 3.12** qui rassemble les clichés réalisés au MEB des lentilles de test dont les surfaces convexes ont été écrites à des profondeurs de :  $0, -5, -10, -20 \mu\text{m}$ .

Pour chacune des profondeurs de  $0, -5$  et  $-10 \mu\text{m}$ , on observe une troncature du dioptre qui prend la forme d'un cratère circulaire dont le diamètre est relevé respectivement à

633  $\mu\text{m}$ , 475  $\mu\text{m}$ , 163  $\mu\text{m}$  et dont la surface, orientée horizontalement, est estimée pour chacun à une profondeur moyenne d'environ  $[-12, -10 \mu\text{m}]$ . Nous corrélons cette valeur de profondeur à celle de la hauteur de la LAZ pour un objectif  $\times 50$ . Les détériorations observées dans la gamme de profondeur  $[0 -10 \mu\text{m}]$  pourraient s'expliquer par le fait [4] que les fortes contraintes mécaniques générées autour des zones écrites par laser sont suffisamment élevées pour provoquer la rupture de la mince couche de verre située entre le haut de la lentille et l'interface air-verre, impliquant la fragmentation et l'éjection du verre tel un phénomène d'ablation. Pour les irradiations plus profondes, ces contraintes vont se relaxer progressivement dans un volume de verre suffisamment épais pour les supporter sans dommage.

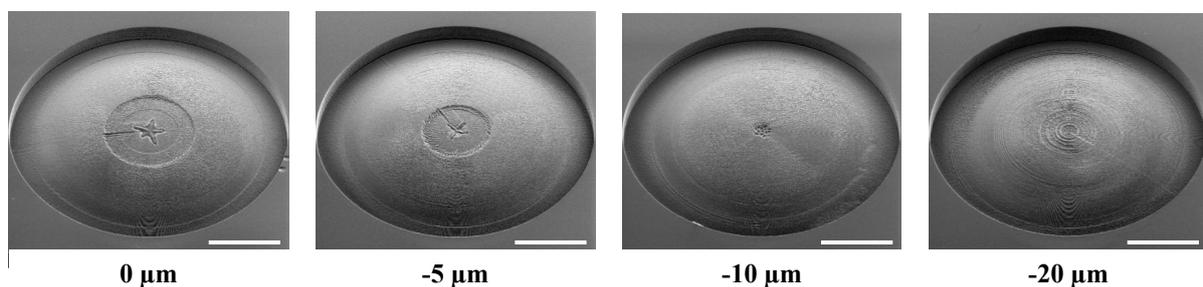


FIGURE 3.12 – Clichés au MEB des lentilles gravées et préalablement écrites à 0  $\mu\text{m}$ , -5  $\mu\text{m}$ , -10  $\mu\text{m}$  et -20  $\mu\text{m}$ . Barre d'échelle 500  $\mu\text{m}$ .

En l'état, nous pouvons conclure qu'il n'est pas possible de découper de façon contrôlée - au moyen d'un objectif  $\times 50$  - une surface convexe située dans la gamme de profondeur  $[0 -10 \mu\text{m}]$ .

**Précautions à prendre sur la stratégie d'écriture.** Les résultats de ces premiers essais comparatifs donnent également des réponses sur la pertinence des stratégies d'usinage choisies. Par exemple, sur les clichés MEB des lentilles (post-gravure) rassemblés dans la **figure 3.12**, nous constatons qu'un balayage selon des cercles concentriques n'est pas adapté. En effet, indépendamment de la profondeur impliquée, on observe la présence de 3 régions caractérisées par des états de surface différents : une région circulaire centrale, un anneau intermédiaire et une couronne périphérique. Puisque ces régions se devinent déjà avant la gravure (voir les clichés au microscope optique en **figure 3.11**), il est probable que nous ayons à faire à trois régimes d'écriture différents qui s'établissent selon trois niveaux de hauteur relatifs à la lentille. La transition entre ces régimes est nette, ce qui suggère un effet de seuil associé à l'irradiation laser, elle-même liée au déroulement de l'écriture et donc la fidélité de l'interprétation du G-code. Puisque le G-code fixe les paramètres laser (énergie d'impulsion, taux de répétition) et ne contient *a priori* que des consignes de déplacement de la platine XY, de l'axe de translation Z de l'objectif d'écriture et de la rotation du polariseur, nous supposons que sa mauvaise interprétation soit à l'origine de l'établissement de ces différents régimes. Plus particulièrement, nous soupçonnons

que, selon différentes sections du G-code interprétées, différentes vitesses de déplacement sont choisies par la machine, ce qui fait varier l'énergie déposée. N'ayant pas accès à ce code (propriétaire), il est difficile de nous assurer de l'origine de tels phénomènes. Néanmoins, nous pouvons imaginer que la fidélité de l'interprétation du G-code par la machine d'écriture est conditionnée, d'une part, par la qualité de l'asservissement de la machine d'écriture mais aussi par le G-code lui-même et la densité de consignes qu'il implique. Si dans ce code, beaucoup de consignes sont à traiter, ce qui concrètement revient à demander l'écriture d'un parcours hautement défini (très fin) et implique une densité de segments de déplacement élevée, son interprétation est probablement moins fidèle et l'est d'autant plus lorsque la vitesse demandée est élevée, c'est-à-dire quand le temps de traitement doit être court. Lorsque le parcours d'écriture de la surface convexe sous forme de cercles concentrique a été conçu sur AlphaCAM, il est clair que les cercles proches du sommet, les plus petits, sont ceux qui sont décrits dans le code par une densité de segments de déplacement la plus élevée. Les cercles situés vers la base sont décrits par des segments de déplacement plus longs, ce qui implique une densité de consigne moins importante. En ce sens, on peut supposer que, dans le G-code, trois sections de densité de consignes différentes sont interprétées de manière différente. On peut aussi supposer que la machine puisse s'adapter à trois différents modes d'asservissement différents en fonction de la densité de consignes incluses dans le code.

La non-continuité du profil observé en termes d'état de surface dans le cas de l'écriture d'une surface convexe sous forme de cercles concentriques semble indiquer que ce type de motif n'est pas adapté. Cela est d'autant plus vrai que, pour chaque lentille gravée, on retrouve la présence d'une tranchée radiale partant du sommet du dioptre jusqu'à la base ; résultat de la gravure de la ligne créée par la juxtaposition de tous les points de jonction des cercles concentriques.

**Bilan.** Nos essais préliminaires nous permettent donc de conclure sur plusieurs points :

1. La pertinence du processus de gravure en 2 étapes (découpe d'un capot) a été validée.
2. La découpe des contours cylindriques par écriture d'une superposition de cercles adjacents a également été validée.
3. Pour une écriture avec un objectif  $\times 50$ , il existe une profondeur critique minimale en-deçà de laquelle l'écriture laser dégrade fortement la surface à découper.
4. L'écriture d'une surface convexe par un balayage sous forme de cercles concentriques n'est pas adaptée en l'état .

Après ces premiers essais, il faut maintenant se tourner vers d'autres stratégies d'écriture et les optimiser si nécessaire.

### 3.1.4.2 Facteurs qualitatifs influant sur l'usinage

Comme l'écriture par cercles concentriques pose des problèmes, nous avons décidé de poursuivre l'écriture de la surface selon un balayage décrit par des lignes parallèles.

Cette fois-ci, nous décidons de réaliser des composants de géométrie qualifiables de « sur-mesure » et de taille nettement inférieure. Nous choisissons ainsi de fabriquer des micro-axicons de  $500\ \mu\text{m}$  de diamètre avec un angle d'apex de  $5^\circ$ . Les raisons de ce choix de structure-test seront détaillées en début de **chapitre 4**. Notons que, à partir de cette phase de développement, nous avons dû réaliser nos usinages sur le FS, avec un objectif d'écriture  $\times 20$  car nous n'avons plus été en mesure d'utiliser l'objectif  $\times 50$  pendant plusieurs mois à la suite d'un dysfonctionnement. Dans la suite de ce manuscrit (notamment en **chapitre 4**), ces structures-tests seront nommées « MA0 » pour plus de clarté.

**Stratégies d'usinage.** Les stratégies d'usinage choisies sont les suivantes :

- Les deux étapes du procédé de gravure primaire sont similaires à celles de la lentille plan-convexe, ainsi que la stratégie d'écriture des contours du capot
- L'écriture de la surface convexe - concrètement, le cône - par un balayage à lignes parallèles peut se faire de 2 façons : soit selon un trajet qui implique le tracé des lignes dans le même sens (unidirectionnel), soit selon un trajet décrit par l'alternance du sens de ce tracé (bidirectionnel). Des essais préliminaires montrent que le balayage unidirectionnel conduit à des effets dissymétriques de gravure et un décrochage du capot excessivement tardif. Ce phénomène n'ayant pas été observé lorsqu'un trajet bidirectionnel est pratiqué, nous choisissons par conséquent d'écrire la surface convexe selon un trajet bidirectionnel.
- Compte tenu des conclusions exposées au paragraphe précédent, l'axicon est enterré de sorte que la pointe soit située à une profondeur de  $40\ \mu\text{m}$  ; profondeur largement supérieure à la hauteur du voxel obtenu pour un objectif  $\times 20$  (soit  $24\ \mu\text{m}$ ) afin d'éviter les détériorations observées dans les expériences précédentes (voir **figure 3.13**).

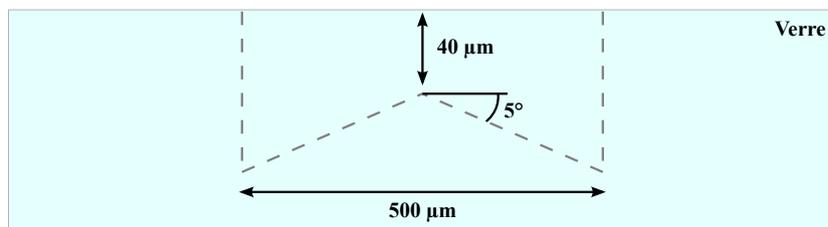


FIGURE 3.13 – Schéma, en coupe, de la surface à découper pour réaliser un micro-axicon.

**Vérification de l'usinage au MEB.** Après gravure de 5 micro-axicons identiques, les observations au MEB (voir **figure 3.14 (a)**), montrent que les surfaces générées ne présentent ni les dégradations excessives ni les inhomogénéités observées auparavant en cas

de balayage sous forme de cercles concentriques. Par conséquent, nous validons que le balayage bidirectionnel de lignes parallèles est *a priori* un motif d'écriture pertinent.

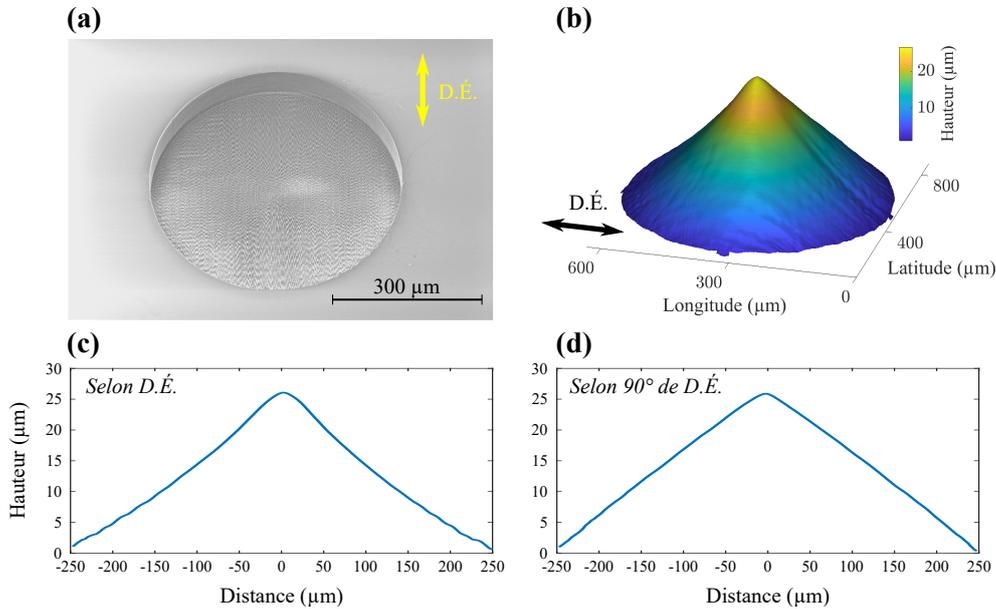


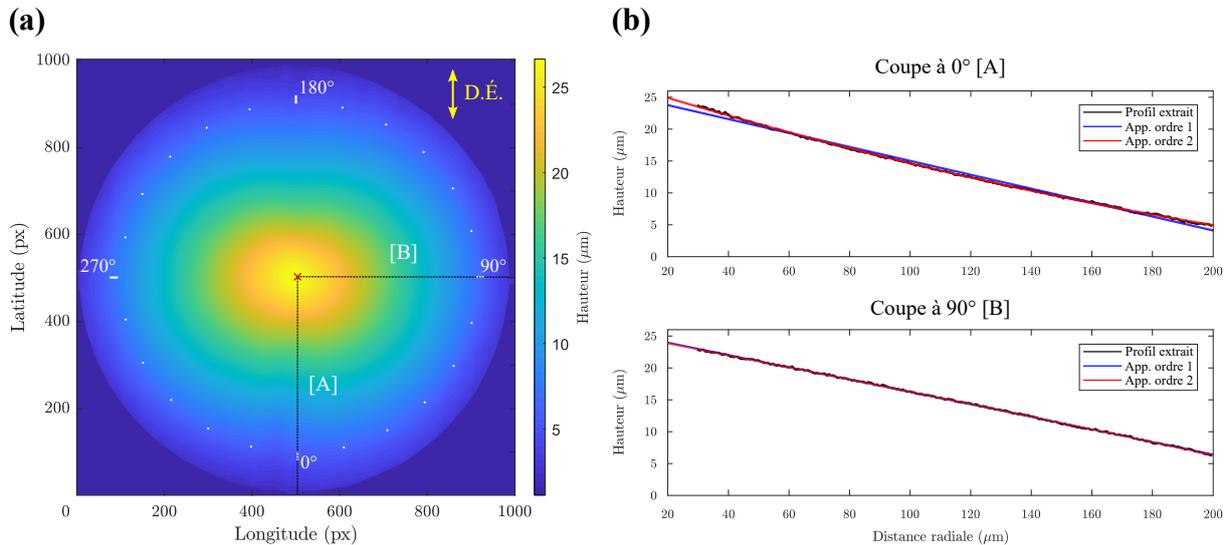
FIGURE 3.14 – (a) Cliché MEB d'un des micro-axicons de  $500\ \mu\text{m}$  de diamètre d'angle d'apex de  $5^\circ$ . « D.É. » correspond à la direction d'écriture FLICE. (b) Topographie de ce micro-axicon obtenue par profilométrie optique à lumière blanche après polissage de la surface par laser  $\text{CO}_2$ . Facteur d'échelle en Z :  $\times 20$ . Étendue de la surface :  $886 \times 662\ \mu\text{m}^2$ . (c) Coupe passant par la pointe du micro-axicon selon la direction d'écriture. (d) Coupe passant par la pointe dans la direction perpendiculaire à l'écriture.

**Caractérisation par topographie.** Afin d'obtenir davantage de détails quant à la morphologie de la structure fabriquée et donc de vérifier la cohérence de nos stratégies d'usinage, des mesures topographiques sont réalisées au moyen d'un profilomètre optique à lumière blanche, le modèle MSA 500 de Polytec (Waldbronn, Allemagne). Notons que la mesure a nécessité un polissage préalable de la surface des micro-axicons en question (voir **annexe 1** qui détaille notre protocole de caractérisation des états de surface). Soulignons que ce polissage n'altère pas leur profil de manière significative lorsque les paramètres sont correctement choisis (voir **section 3.2**).

**Défauts relevés.** Sur les topographies obtenues pour chacun des micro-axicons polis, dont un exemple est présenté en **figure 3.14 (b)**, nous observons un problème de symétrie. On remarque en effet des dissymétries autour de l'axe de révolution causées par l'incurvation de certains flancs. Selon la direction d'écriture (D.É.) (voir **figure 3.14 (c)**), les flancs semblent concaves tandis que, selon la direction perpendiculaire à l'écriture (voir **figure 3.14 (d)**), les flancs semblent droits (comme attendu).

**Analyse.** Afin d'analyser plus précisément ce défaut, nous avons extrait et analysé les profils 2D de différentes coupes radiales de l'axicon ; c'est-à-dire des coupes prises selon différents angles autour de l'axe de révolution sur le principe schématisé en **figure 3.15**

(a). Notons que l'angle de la coupe de référence ( $0^\circ$ ) est choisi comme la direction des lignes de l'écriture laser (notée D.É. sur la **figure 3.15 (a)**). Un tracé groupé de tous les profils extraits selon des angles de  $10^\circ$  - dont deux sont représentés par les courbes noires en **figure 3.15 (b)** pour les angles de coupe  $0^\circ$  [A] et  $90^\circ$  [B] respectivement - souligne que certains profils sont droits, donc fidèles à la forme de consigne, et d'autres sont incurvés de manière concave.



**FIGURE 3.15** – (a) Topographie, vue de haut, d'un micro-axicon sur laquelle est schématisée deux coupes selon des angles de  $0^\circ$  et  $90^\circ$  autour de l'axe de révolution, notées [A] et [B]. L'angle de référence ( $0^\circ$ ) est orienté dans la direction de l'écriture FLICE, notée « D.É. ». (b) Tracés des profils obtenus de l'extraction des deux coupes [A] et [B] associés à leurs courbes d'approximation d'ordre 1 et d'ordre 2 respectives.

**Analyse des tendances.** Nous avons évalué quantitativement la courbure de chacun des profils extraits associés à 36 angles de révolution ( $10^\circ$  d'écart) en les approximant par un modèle d'ordre 1 (une droite, donc) et par un modèle d'ordre 2. Des exemples sont présentés en **figure 3.15 (b)** (courbes bleues et rouges) dans le cas des profils pris à  $0^\circ$  et  $90^\circ$ . La racine carrée de l'erreur quadratique moyenne (dit « Root-Mean-Square Error », RMSE en anglais) peut alors être déduite. Cet indicateur statistique correspond à l'écart-type des résidus (différences/écarts entre le profil extrait et la courbe du modèle) : plus il est faible, plus le modèle est précis et fidèle à la réalité. A chaque profil extrait, correspond ainsi deux valeurs de RMSE respectivement associés à une approximation d'ordre 1 et une approximation d'ordre 2. Ces valeurs sont présentées sous forme d'un graphique en coordonnées polaires en **figure 3.16 (a)** : en traits pleins rouge le RMSE d'ordre 1 (RMSE1), en tirets rouge, le RMSE d'ordre 2 (RMSE2). Afin de croiser ces données, nous avons aussi estimé l'angle d'apex correspondant à chaque profil, c'est-à-dire l'angle d'inclinaison par rapport à l'horizontale de la courbe d'approximation d'ordre 1 de chaque profil extrait. Les valeurs d'angles d'apex sont rapportées en **figure 3.16 (b)**.

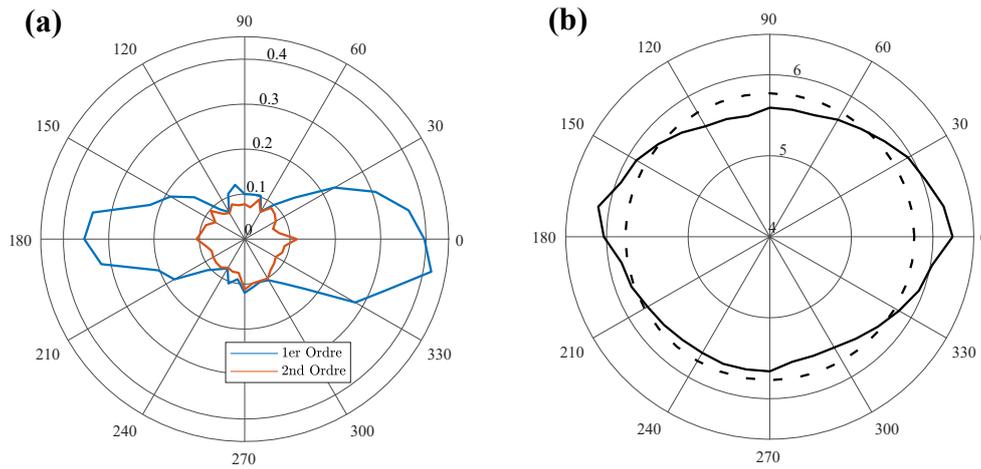


FIGURE 3.16 – (a) En fonction de l'angle de révolution, l'écart quadratique moyen (RMSE) pour une approximation d'ordre 1 (en bleu) et pour une approximation d'ordre 2 (en rouge). (b) En fonction de l'angle de révolution, l'angle d'apex estimé (en trait plein). La moyenne arithmétique des angles d'apex, calculée à  $5,77^\circ$ , est affichée (en tirets) pour visualiser la dispersion.

Sur la **figure 3.16 (a)**, on peut tout d'abord constater que le RMSE2 ne varie presque pas en fonction de l'angle de coupe et sa valeur est toujours inférieure à celle du RMSE1, restant proche des  $\approx 0,1 \mu\text{m}$ . Le RMSE1 n'est quant à lui pas constant en fonction de l'angle de coupe. Il évolue de façon « symétrique » (par rapport à la direction perpendiculaire à l'écriture) d'une valeur maximale de  $\approx 0,4 \mu\text{m}$  à une valeur minimale convergeant vers celle du RMS2 ( $\approx 0,1 \mu\text{m}$ ). Concrètement, cela confirme que d'une part les pentes orientées dans la direction d'écriture ne sont pas droites mais incurvées (en l'occurrence concaves, au regard des coefficients de l'équation obtenue) et d'autre part que les pentes orientées dans la direction perpendiculaire à l'écriture sont droites.

Sur la **figure 3.16 (b)**, nous pouvons ensuite remarquer que l'angle d'apex estimé (angle d'inclinaison par rapport à l'horizontale de la courbe d'approximation d'ordre 1) varie en fonction de l'angle de coupe et à la manière du RMSE1 (symétrie par rapport à la direction perpendiculaire à l'écriture). On retrouve des angles plus forts pour la direction d'écriture contre des angles plus faibles dans la direction perpendiculaire à l'écriture. Par conséquent, cela signifie que les pentes orientées dans la direction de l'écriture sont plus inclinées que les pentes orientées dans la direction perpendiculaire à l'écriture. Ces effets se devinent sur la topographie en **figure 3.15 (a)**. Notons par ailleurs que les valeurs d'angle d'apex sont toutes au-dessus de la valeur de consigne, spécifiée à  $5^\circ$  puisque leur moyenne (tracée en tirets) vaut  $5,77^\circ$  et leur étendue est de  $[5,46^\circ - 6,18^\circ]$ .

**Discussion.** Nous pouvons conclure que ces premiers micro-axicons MA0 obtenus sont asymétriques, principalement car les pentes orientées dans la direction de l'écriture FLICE sont incurvées mais aussi plus inclinées. Le phénomène à l'origine de cette plus forte inclinaison et incurvation est imputé à la cinétique de gravure. Comprenons tout d'abord que

l'écriture FLICE de l'axicon sous forme de lignes parallèles amène à orienter la solution de gravure dans la direction d'écriture. La gravure est donc anisotrope car elle suit préférentiellement les chemins d'écritures orientés collectivement selon une même direction. Avec une telle stratégie d'écriture, la pointe de l'axicon est la région la plus éloignée des zones d'accès de la solution de gravure. La pointe est donc toujours gravée en dernier et lorsque ce moment arrive, le capot qu'elle retient est d'ailleurs libéré. Au cours du processus de gravure, nous supposons alors que, sur le principe schématisé en **figure 3.17**, les parties gravées en premier - c'est-à-dire les parties basses - deviennent des zones de transit pour la solution de gravure qui peut avec le temps creuser le substrat dans le sens préférentiel qui est celui des régions non-gravées, c'est-à-dire les parties hautes (la pointe). Il en résulte une inclinaison plus forte dans la direction d'écriture et plus la gravure est longue, plus ce phénomène est accentué.

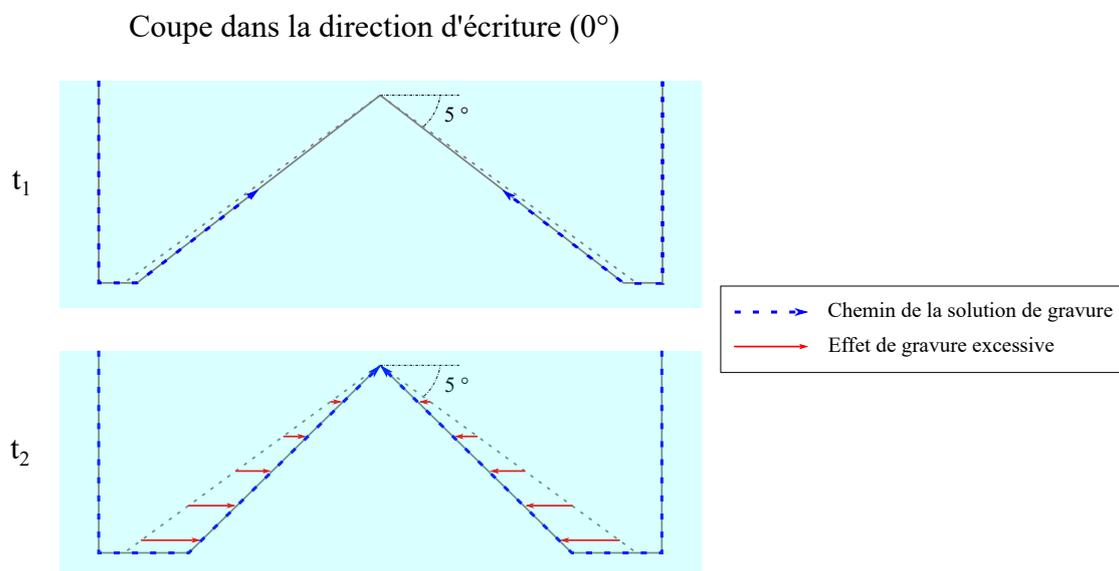


FIGURE 3.17 – Schématisation, vue en coupe, du processus de gravure d'un micro-axicon à un temps  $t_1$  puis un temps  $t_2$ . La coupe est prise comme la direction de l'écriture.

Cette conjecture nous suggère qu'il faut favoriser un accès plus uniforme de la solution de gravure aux régions écrites et minimiser le temps de gravure autant que possible. Pour cela, notre solution est d'ajouter de nouveaux accès à la gravure en répartissant sur la surface d'intérêt des coupes verticales reliées à l'interface air-verre sous la forme d'un quadrillage. Ces coupes verticales permettront par ailleurs de fragmenter le capot. Il est bon de noter que cette solution présente un inconvénient : grâce à des essais exploratoires, nous avons mis en évidence le fait que ces découpes additionnelles entraînent un marquage sur la surface d'intérêt.

**Bilan.** De cette étude, nous retiendrons finalement que :

1. La stratégie d'écriture consistant au balayage bidirectionnel de lignes parallèles juxtaposées est pertinente. Toutefois, en l'état, elle ne permet pas d'obtenir des

structures fidèles à cause des effets prononcés de la gravure anisotrope qu'elle implique.

2. Il faut donc améliorer notre stratégie de gravure en ajoutant une étape qui consiste, en résumé, à multiplier les voies d'accès et minimiser le temps de gravure.

### 3.1.5 Optimisation des stratégies d'usinage

Ayant déterminé un principe d'optimisation dans notre stratégie d'usinage, il nous reste à présent à le mettre en pratique et étudier les paramètres influents. À cette occasion, il nous faudra aussi déterminer quantitativement l'influence d'un paramètre d'usinage qui n'a pas été étudié jusqu'ici : le pas de recouvrement entre les lignes parallèles.

#### 3.1.5.1 Influence des paramètres d'usinage sur la cinétique de gravure

L'hypothèse formulée précédemment est que la multiplication des voies d'accès permet à la fois une meilleure pénétration des réactifs de gravure au niveau des surfaces d'intérêt mais aussi une fragmentation du capot. On peut y parvenir en réalisant simplement des découpes verticales (sur les mêmes principes et paramètres d'usinage que dans le cas de la découpe des contours du capot) selon un quadrillage ou motif en damier.

**Objectif.** Nous cherchons à déterminer l'influence quantitative sur le temps total de gravure (ou temps de libération de la structure) de différents paramètres d'usinage qui sont :

- le pas à programmer lors de l'écriture de la surface d'intérêt par un balayage bidirectionnel de lignes parallèles, qu'on appellera « pas d'usinage » dans la suite (voir **figure 3.18 (a)**)
- le pas à appliquer entre les surfaces d'accès à la gravure en damier, qu'on appellera « pas de fragmentation » (voir **figure 3.18 (b)**)
- la distance de recouvrement (selon Z) à appliquer entre les surfaces d'accès et la surface d'intérêt, qu'on appellera la « distance d'arrêt » (voir **figure 3.18 (c)**). En ce qui concerne ce paramètre, l'objectif sera de déterminer la distance optimale pour laquelle l'accès à la gravure est garanti tout en évitant le marquage de la surface d'intérêt.

**Démarche appliquée.** Au vu du nombre de paramètres (ou « facteurs ») d'usinage à étudier, il paraît indispensable de mettre en œuvre un plan d'expériences. Nous avons choisi un plan d'expériences factoriel complet qui, pour chaque paramètre étudié, fait correspondre deux valeurs : une haute et une basse. Ce type de plan nécessite de fabriquer à minima  $2^3 = 8$  structures de test d'usinage différents, auxquelles nous décidons d'ajouter ce que l'on appelle des « points de contrôle » ou « points milieu ». Les points milieu

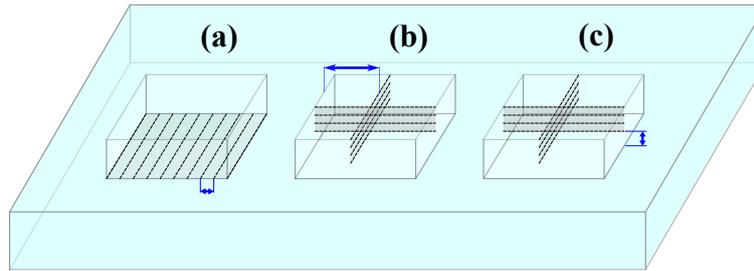


FIGURE 3.18 – Définition des 3 différents paramètres d'usinage à étudier : (a) le pas d'usinage, (b) le pas de fragmentation du capot, (c) la distance d'arrêt.

permettent de déterminer si le modèle décrivant la réponse du système (ici le temps de gravure) qu'on cherchera est linéaire ou quadratique. Cela nous amène donc à 9 usinages différents. Dans l'intention d'évaluer la répétabilité de la mesure et de vérifier la validité du modèle, nous réalisons des répétitions de chaque structure pour atteindre 20 structures de test.

Les structures de test sont des cavités rectangulaires de  $600 \times 600 \mu\text{m}^2$  par  $55 \mu\text{m}$  de profondeur. Ce choix est motivé par le fait que la géométrie du capot induite par l'usinage FLICE de ce genre de structure est la plus simple et la plus générique qui soit : c'est un parallélépipède rectangle (pavé droit) qui peut être envisagé dans la plupart des stratégies de gravure pour réaliser des composants plan-convexes de faible flèche. Les dimensions, en particulier la profondeur, se justifient par notre volonté d'achever la fabrication des micro-axicons déjà présentés dans la sous-partie précédente. Puisqu'il faut maintenir leur ancrage en profondeur de sorte que leur sommet soit enterré à  $40 \mu\text{m}$  de profondeur, leur base se trouve donc à environ  $55 \mu\text{m}$  de profondeur.

**Paramètres du plan d'expériences.** Les paramètres d'usinage associés aux 9 cavités différentes réalisées pour notre plan d'expérience sont décrites dans le **tableau 3.5**.

TABLEAU 3.5 – Valeurs des paramètres d'usinage (ou facteurs) associés aux 9 configurations de cavités destinées à notre plan d'expérience factoriel complet.

Nombre de répétitions	Pas des lignes d'usinage ( $\mu\text{m}$ )	Distance d'arrêt ( $\mu\text{m}$ )	Pas de fragmentation ( $\mu\text{m}$ )
×2	1	8	100
	3	8	100
	3	8	300
	1	8	300
	1	24	100
	3	24	100
	3	24	300
	1	24	300
×4	2	16	200

En ce qui concerne les valeurs de la « distance d'arrêt », notons que nous avons attribué

une valeur basse de 8  $\mu\text{m}$  car celle-ci correspond à la valeur du pas de recouvrement que nous avons déterminé comme suffisant pour garantir des découpes verticales par la superposition de lignes horizontales (voir **sous-sous-section 3.1.3.1**). La valeur haute a été fixée à 24  $\mu\text{m}$  qui est la hauteur supposée du voxel généré par un objectif d'écriture  $\times 20$ . Les valeurs limites du « pas d'usinage » sont choisies comme valeurs entières en microns, centrées autour de la valeur utilisée dans les essais antérieurs (2  $\mu\text{m}$ ). Les valeurs limites du « pas de fragmentation » sont choisies comme des multiples de 100  $\mu\text{m}$  en prenant pour valeur haute la moitié de la longueur du côté de la cavité (soit 300  $\mu\text{m}$ ).

**Protocole expérimental.** Afin de déterminer le temps total de gravure de chacune de ces structures, un suivi temporel de la gravure est mené. Le protocole expérimental adopté consiste à immerger à un instant  $t = 0$  min l'intégralité des dispositifs fraîchement écrits dans le bain de gravure, puis d'observer à intervalles réguliers et au moyen d'un microscope optique la cinétique de la gravure, c'est-à-dire la diffusion du KOH au travers des zones écrites. Cette diffusion s'observe nettement dans les plans XY car le contraste entre les zones gravées et non-gravées est grand. L'intervalle de temps que nous avons choisi au départ entre chaque observation est de 20 min, ce qui est suffisant pour distinguer un changement manifeste entre deux états. En pratique il a été possible de rallonger le pas d'observation à 30 min à partir des 70 premières minutes de gravure

Notons que toutes les cavités ont été réalisées sur un unique substrat de  $20 \times 20 \times 0.5$  mm<sup>3</sup>, afin de pouvoir observer collectivement l'avancement de la gravure.

**Résultats.** Les résultats de l'expérience sont présentés dans le **figure 3.19**. On peut y retrouver les suivis visuels de la gravure de chaque structure-test sous la forme d'une série de clichés au microscope, vu de haut et pris à différents intervalles de temps. Les suivis des structures-test sont triés par ordre croissant selon le temps total de gravure associé.

Sur les clichés réalisés à l'instant  $t = 0$  min, où nous sommes donc censés observer l'aspect des échantillons fraîchement irradiés, les lignes les plus sombres correspondent aux coupes de fragmentation et aux contours du capot qui se trouvent être dans l'axe de visualisation.

Sur les clichés correspondants aux intervalles successifs, on visualise la pénétration du KOH au fond de la cavité par la silhouette sombre qui se dessine au fur et à mesure.

Lorsque le capot se détache (c'est-à-dire lorsque la cavité se libère), on n'observe plus qu'un arrière-plan entièrement noir. Le temps de gravure total est déterminé par la durée à laquelle on observe cette libération des éléments du capot.

**Analyse qualitative.** On constate tout d'abord que pour un même temps de gravure, la progression de la solution de gravure est nettement différente en fonction des configurations d'usinage appliquées. Nous remarquons notamment que les structures réalisées selon des pas d'usinage élevés (3  $\mu\text{m}$ ) sont beaucoup plus longues à être libérées. Il est donc clair

Pas d'usinage (μm)	Distance d'arrêt (μm)	Pas de fragmentation (μm)	Temps de Gravure						
			0 min	20 min	50 min	70 min	100 min	130 min	160 min
1	8	100							
1	8	300							
3	8	100							
1	24	300							
1	24	100							
3	8	300							
2	16	200							
3	24	300							
3	24	100							

FIGURE 3.19 – Suivi de la gravure de chaque structure-test (cavités de 600 μm de côté), triés par ordre croissant selon le temps de libération du capot.

que certains facteurs présentent une influence plus importante que d'autres.

**Analyse quantitative.** Pour déterminer quantitativement quels facteurs ont le plus d'influence, nous modélisons la réponse du système (temps de libération) en fonction des facteurs selon un modèle linéaire de type « polynomial du premier degré avec interactions » (dit modèle PDAI) qui se présente sous la forme :

$$Y = \Delta + a_1.X_1 + a_2.X_2 + a_3.X_3 + b_1.X_1.X_2 + b_2.X_1.X_3 + b_3.X_2.X_3 + c.X_1.X_2.X_3$$

Avec  $Y$  le temps de libération,  $X_1$  le pas de l'usinage associé à son degré d'influence  $a_1$ ,  $X_2$  le pas de fragmentation associé à son degré d'influence  $a_2$ ,  $X_3$  la distance d'arrêt associé à son degré d'influence  $a_3$ .  $b_1$  est le coefficient d'interaction entre  $X_1$  et  $X_2$ ,  $b_2$  est le coefficient d'interaction entre  $X_1$  et  $X_3$ ,  $b_3$  le coefficient d'interaction entre  $X_2$  et  $X_3$ .  $c$  le coefficient

d'interaction des 3 facteurs réunis.  $\Delta$  est défini comme le décalage du modèle.

Cette équation a pu être résolue au moyen d'un logiciel de statistiques et de plan d'expériences : Minitab® Statistical Software (Minitab 20, LLC, 2021). L'équation résolue se présente ainsi, en unités dites « normales » :

$$Y = 33,9 - 6,88.X_1 - 1,953.X_2 + 0,0188.X_3 + 3,984.X_1.X_2 + 0,0687.X_1.X_3$$

Avec  $Y$  en minutes et  $X_1 \in [1 - 3]$ ,  $X_2 \in [8 - 24]$  et  $X_3 \in [100 - 300]$ . Puisqu'on vérifie que les réponses des points milieu modélisées correspondent aux valeurs expérimentales, ce modèle est bien linéaire (non-quadratique) et donc valide.

De l'analyse du diagramme de Pareto et des diagrammes des effets normalisés de chaque facteurs générés par le logiciel (voir **figure 3.20**), plusieurs conclusions peuvent être tirées :

- Les coefficients  $b_3$  et  $c$  attribués respectivement aux interactions  $X_2.X_3$  (couplage « pas de fragmentation  $\times$  distance d'arrêt ») et  $X_1.X_2.X_3$  (le couplage de tous les facteurs réunis) ont une influence qu'on peut considérer comme nulle. D'ailleurs, l'algorithme de résolution les retire de l'équation.
- L'influence de  $X_1$  (le pas d'usinage) est la plus élevée et va vers une augmentation du temps de libération. L'influence de  $X_2$  (la distance d'arrêt) est la plus influente après le pas d'usinage et va également vers une augmentation du temps de libération. L'interaction  $X_1.X_2$  est la troisième plus élevée et va aussi vers une augmentation du temps de libération. Il en va de même pour  $X_3$  (pas de fragmentation) et l'interaction  $X_1.X_3$ . En somme, tous les facteurs sont à diminuer lorsqu'on souhaite minimiser le temps de gravure. C'est d'ailleurs ce qu'on vérifie expérimentalement : les temps de libération les plus bas sont associés aux valeurs de  $X_1$ ,  $X_2$  et  $X_3$  les plus basses.

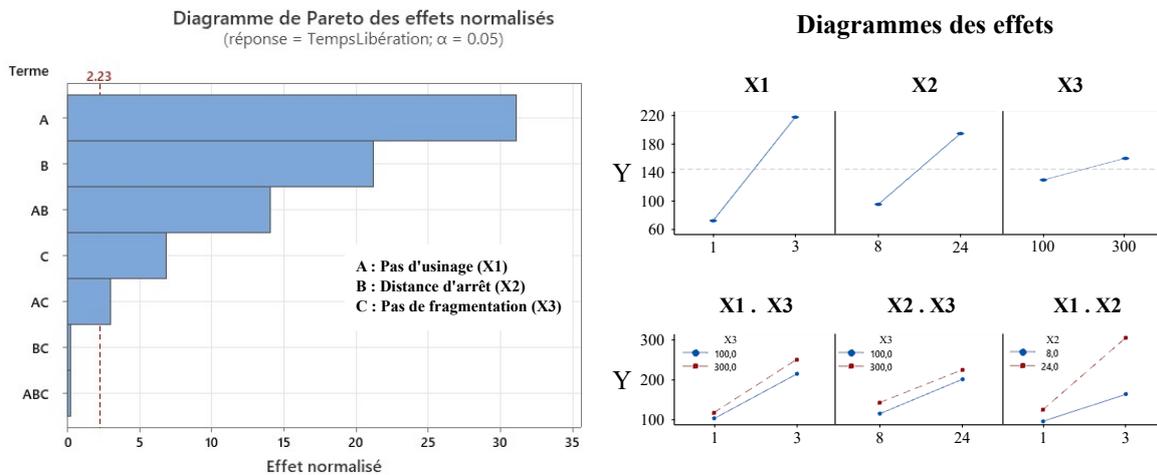


FIGURE 3.20 – Diagramme de Pareto et diagrammes des effets normalisés.

**Conclusions.** Nous concluons que la configuration d'usinage qui permet d'obtenir une

gravure rapide (et potentiellement de meilleure fidélité) est la combinaison de :

1. Un pas d'usinage le plus faible possible (1  $\mu\text{m}$ ).
2. Une distance d'arrêt la plus faible possible (8  $\mu\text{m}$ ).
3. Un pas de fragmentation le plus faible possible (100  $\mu\text{m}$ ).

Avec une telle configuration, nous avons pu vérifier que le temps de libération est minimum et s'élève à 50 min environ, ce qui est en accord avec les résultats expérimentaux (voir **figure 3.18**, première ligne).

### 3.1.5.2 Résultats de l'étude de l'état de surface

Afin d'évaluer si les facteurs d'usinage testés précédemment ont une influence sur l'état de surface des structures obtenues, nous avons décidé d'étudier leur rugosité. Cette rugosité sera évaluée selon une procédure décrite de manière générique en **annexe 1**. La mesure de rugosité de surface repose sur des mesures de profils au moyen d'un profilomètre mécanique à stylet (Dektak XT, Bruker) car il est le seul type de profilométrie adapté aux profils très rugueux (voir début de l'**annexe 1**). Pour chacune des 9 cavités fabriquées, deux profils selon des coupes passant autant que possible par le centre et orientées respectivement selon les directions  $0^\circ$  et  $90^\circ$  par rapport à la direction d'écriture sont acquis. A ces fins, le profilomètre est équipé d'une pointe de 2  $\mu\text{m}$  de diamètre et les scans sont configurés pour obtenir une résolution de 0,1  $\mu\text{m}/\text{pt}$  selon une force appliquée par le stylet de 6 mg.

Puisque toutes les cavités ont été réalisées sur un substrat de verre unique et qu'elles n'ont pas été libérées à des temps identiques, il est important de souligner que certaines d'entre elles ont été soumises à une gravure excessive ; une sur-gravure. Cette sur-gravure a pour effet de réduire la rugosité du fond des cavités puisque la gravure devient isotrope et ne s'attaque plus qu'au verre non-irradié. Par conséquent, la rugosité mesurée n'est pas totalement représentative de la rugosité qui serait mesurée immédiatement après libération du capot. Il ne faudra donc pas oublier que l'influence des facteurs d'usinage sur la rugosité obtenue est biaisée et que si nous avons voulu évaluer dans le détail cette influence, il aurait fallu réaliser séparément, puis suivre une à une chaque structure de test au cours de la gravure pour finalement mesurer leurs rugosités respectives juste après libération. Dans notre cas, nous devons donc considérer les résultats en fonction des paramètres d'usinage mais aussi du temps de sur-gravure.

**Rugosité.** Pour chaque cavité gravée, nous mesurons la rugosité RMS ( $R_q$ ) selon la direction d'écriture FLICE ( $0^\circ$ ) et selon la direction perpendiculaire à l'écriture FLICE ( $90^\circ$ ). La rugosité RMS est une donnée statistique qui correspond à la moyenne quadratique de la hauteur du profil de rugosité (voir fin de l'**annexe 1**). Dans le cas traité ici, le profil de rugosité est obtenu après application sur le profil primaire d'une fréquence de coupure (ou « cut-off ») de 20  $\mu\text{m}$ . En **figure 3.21**, est affichée la rugosité RMS de chaque cavités

selon la direction perpendiculaire à l'écriture, en fonction de leur temps de sur-gravure (temps passé après libération du capot).

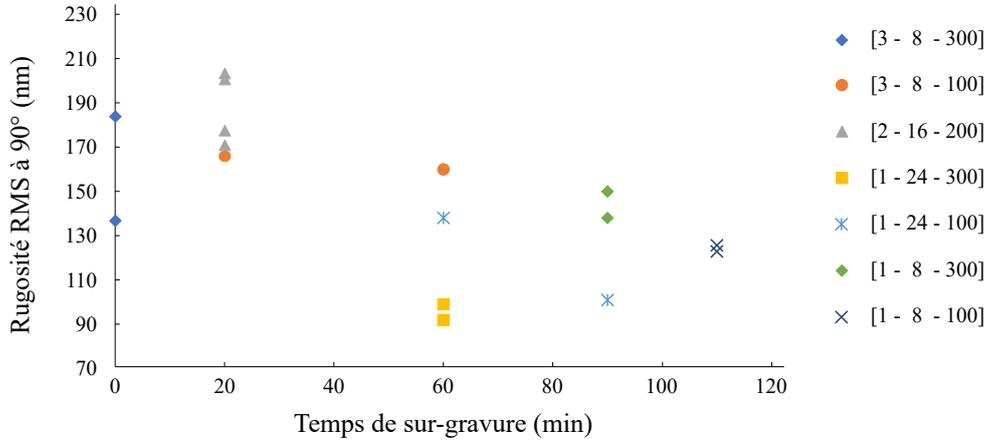


FIGURE 3.21 – Rugosité RMS selon la direction perpendiculaire à l'écriture pour chaque cavité en fonction du temps de sur-gravure (temps passé après libération du capot). Légende : [pas d'usinage ( $\mu\text{m}$ ) - distance d'arrêt ( $\mu\text{m}$ ) - pas de fragmentation ( $\mu\text{m}$ )].

Comme nous le constatons sur ce graphique, la rugosité RMS selon la direction perpendiculaire à l'écriture a tendance à diminuer avec le temps de sur-gravure mais les valeurs relevées sont toutes comprises dans une même gamme comprise entre [90 - 210] nm, qu'importe les paramètres d'usinage et le temps de sur-gravure. Cette gamme, qu'on peut considérer comme étroite, témoigne d'une faible dispersion de la rugosité en fonction des paramètres d'usinage et de sur-gravure. Cela suggère une influence faible sur la rugosité et il est vraisemblable qu'aucune optimisation des paramètres d'usinage ne permettront de minimiser la rugosité. Cette conclusion est identique dans le cas de la rugosité RMS selon la direction de l'écriture ( $0^\circ$ ), en revanche, les valeurs relevées sont nettement plus basses. La rugosité dans la direction  $0^\circ$  est en moyenne de 80 nm, soit 70 nm de moins que dans la direction  $90^\circ$ . Cela est probablement le résultat de la gravure anisotrope engendrée par l'écriture selon le motif de type lignes parallèles, phénomène déjà constaté indirectement en **sous-sous-section 3.1.4.2**. Cela s'explique par le fait que la gravure est favorisée dans le sens de l'écriture en raison de l'acheminement préférentiel de la solution de gravure le long des nano-réseaux étant orientés dans la direction d'écriture.

Finalement, nous noterons que les valeurs de rugosité relevées sur nos échantillons – que ce soit dans une direction comme dans l'autre – sont faibles en comparaison avec les structures réalisées par technique d'usinage par ablation laser femtoseconde qu'on retrouve dans la littérature [9, 10]. Cela signifie que le polissage que nous devons effectuer - polissage indispensable compte tenu du niveau de rugosité encore trop élevé pour des applications optiques - ne devrait pas être conséquent.

**Répétabilité de l'usinage.** Les mesures de profil effectuées sur les 4 structures « points

milieu » (pas d'usinage = 2  $\mu\text{m}$ , distance d'arrêt = 16  $\mu\text{m}$ , pas de fragmentation = 200  $\mu\text{m}$ ), montrent que les rugosités sont très proches les unes des autres. Sachant que les quatre structures sont libérées pour un temps identique, cette faible dispersion (écart-type de 14 nm) témoigne alors d'une répétabilité de l'usinage satisfaisante.

**Profondeur des cavités.** Un autre point intéressant constaté grâce aux mesures de profil effectuées concerne la profondeur de chaque cavité. Celle-ci est comprise entre [65 – 69]  $\mu\text{m}$ , soit en moyenne  $\approx 12$   $\mu\text{m}$  en dessous de la profondeur de consigne (55  $\mu\text{m}$ ). Ce résultat n'est pas surprenant : il provient du fait que le point de référence attribué à la LAZ, tel que les ingénieurs de FEMTOprint l'ont conçu, est positionné au niveau de sa demi-hauteur. Dans le cas d'un objectif  $\times 20$ , la hauteur est d'environ 24  $\mu\text{m}$  (voir **tableau 3.1**), on grave donc les zones balayées sur 12  $\mu\text{m}$  au-dessus et en-dessous par rapport à la coordonnée de consigne. On retiendra donc que lorsqu'on réalise une découpe d'une surface dans le verre, celle-ci est abaissée verticalement d'une demi-hauteur de LAZ.

**Distance d'arrêt optimale.** Un dernier point important constaté grâce aux mesures de profil concerne les cavités réalisées selon des distances d'arrêt de 8  $\mu\text{m}$  (valeur minimum testée) pour lesquelles on observe un marquage de la surface accentuée au niveau des zones de jonctions entre les surfaces de fragmentation et la surface d'intérêt (le fond plat de la cavité). Nous attribuons ce marquage à un recouvrement excessif des surfaces de fragmentation sur la surface d'intérêt. En effet, compte-tenu de la hauteur de la LAZ ( $\approx 24$   $\mu\text{m}$ ), le recouvrement est ici excessif pour les distances d'arrêt inférieures à 12  $\mu\text{m}$  (c'est-à-dire en deçà de la demi-hauteur). Puisque nous avons conclu que, pour optimiser nos stratégies d'écriture, la distance d'arrêt doit être minimisée (voir **sous-sous-section 3.1.5.1**), nous choisirons à présent une distance d'arrêt égale à 12  $\mu\text{m}$  lors de nos usinages ultérieurs.

## 3.2. Méthode de polissage par laser $CO_2$

Diverses techniques ont été étudiées dans le passé pour lisser des microstructures en verre, notamment pour les besoins en micro-optique, mais peu d'entre elles permettent de maintenir leur profil global sans le déformer. Comme le polissage au laser  $CO_2$  semble être une technique appropriée à nos objectifs de fabrication, nous avons souhaité développer une méthode basée sur ce type de technique.

### 3.2.1 Description de la technique

#### 3.2.1.1 Principes

L'irradiation par laser  $CO_2$  est particulièrement intéressante lorsqu'il s'agit de réaliser un traitement thermique local sur les verres [11, 12]. En effet, le rayonnement d'un laser  $CO_2$ , caractérisé par une longueur d'onde centrée autour de  $10,6 \mu\text{m}$ , est fortement absorbé par les molécules qui constituent les verres de Silice ( $SiO_2$ ). A l'échelle microscopique, l'absorption de l'énergie attribuée à ce rayonnement (quantifiée à  $0,2 \text{ eV}$ ) entraîne la vibration d'étirement des liaisons  $Si - O$  et provoque un échauffement localisé [13]. Selon la puissance du rayonnement mis en jeu, cet échauffement peut alors entraîner une fusion locale du verre.

Pour cette raison, on retrouve bon nombre d'applications qui utilisent le traitement par laser  $CO_2$  pour faire fondre et remodeler localement des profils 3D en verre, notamment pré-usinés par FLICE. Dans ce contexte, on peut par exemple transformer un cube en une boule parfaitement sphérique [14].

L'irradiation des verres par laser  $CO_2$  se distingue des autres techniques de traitement thermique par le fait que l'énergie est majoritairement déposée sur une fine couche en surface (épaisseur de peau) en raison de la très forte absorption du verre. Cette épaisseur varie entre  $40 \mu\text{m}$  et  $4 \mu\text{m}$  suivant la température à laquelle est portée le substrat (voir **figure 3.22**). C'est pour cette raison que l'irradiation laser  $CO_2$  peut être utilisée pour le polissage des surfaces de verre rugueuses. Par exemple, on retrouve l'emploi de cette technique dans le lissage des surfaces de canaux-microfluidiques de faibles dimensions [15], et même de structures micro-optiques free-form à géométries fines telles que les micro-axicons [16-18]. Le graphique de la **figure 3.22** montre la profondeur d'absorption du rayonnement laser par le FS selon différentes températures et différentes raies spectrales du laser  $CO_2$ . On remarque que la raie d'émission à  $10,26 \mu\text{m}$  est la plus favorable pour limiter l'action du laser à la plus fine épaisseur possible.

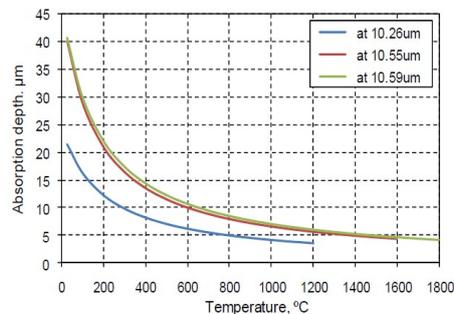


FIGURE 3.22 – Évolution de la profondeur d'absorption du FS en fonction de la température, à différentes raies spectrales d'un laser  $CO_2$ . Tiré de [19].

**Phénomènes impliqués.** L'effet de polissage peut principalement s'expliquer par le phénomène physico-chimique de relaxation des tensions de surface. Il a été décrit [19, 20] que l'irradiation par laser  $CO_2$  permet de générer une fine couche de verre de faible viscosité en surface. Cette couche, fluide et mobile, flotte sur le volume plus visqueux et se réarrange spontanément en minimisant les tensions superficielles. Ce phénomène de relaxation supprime naturellement les hautes fréquences spatiales, correspondant à la rugosité de surface notamment, ce qui a donc pour effet de lisser la surface sans pour autant modifier sa forme globale si l'épaisseur affectée par le laser est suffisamment faible.

Notons que le polissage par laser  $CO_2$  sur les verres implique la création de gradients de températures élevés entre la surface et l'intérieur du verre, autrement dit des chocs thermiques. Le FS est particulièrement bien adapté à ce procédé du fait de sa grande résistance aux chocs thermiques, attribuée à un coefficient de dilatation thermique (ou « Coefficient of Thermal Expansion » (CTE) en anglais) cinq fois inférieur à celui des autres verres « standard » (CTE =  $0,5 \cdot 10^{-6}/^{\circ}C$ ). Le BF33, réputé lui aussi pour sa résistance (CTE =  $4 \cdot 10^{-6}/^{\circ}C$ ), est également un bon candidat pour ce genre de procédé, mais certainement dans une moindre mesure comme nous le confirmerons plus tard.

### 3.2.1.2 Avantages

Contrairement à un procédé de polissage par chauffage volumique (recuit thermique) ou à un procédé de polissage par chauffage surfaciques de type recuit de surface à la flamme oxyhydrogène ( $HHO$ ) dont les effets sont tous deux abordés en **sous-sous-section 1.2.2.8**, le polissage par laser  $CO_2$  permet de maintenir avec une plus grande fidélité la forme globale d'une structure. On peut alors envisager de lisser des profils qui présentent de plus hautes fréquences spatiales, ce qui semble pertinent dans le cadre de la fabrication de composants micro-optiques sur-mesure.

Comparé à des procédés de polissage mécanique de type abrasion surfacique, qui eux aussi garantissent le maintien d'une forme globale, le polissage laser  $CO_2$  présente l'avantage d'être un procédé sans contact et potentiellement bien plus localisé. Les procédés de type abrasion sont d'ailleurs plus facilement applicables à des structures macroscopiques que microscopiques. Des rugosités de l'ordre 25 nm RMS ont été rapportées en utilisant cette technique [18]

### 3.2.1.3 Stratégies et conditions de polissage

Lisser une surface rugueuse dans sa totalité par irradiation d'un spot laser  $CO_2$ , sans que son profil soit déformé, nécessite d'obtenir une élévation de la température spatialement homogène sur la totalité de la surface.

**Stratégie N°1.** L'irradiation statique de la totalité d'une surface par un spot mis en forme pour atteindre la taille de la surface ne semble pas adaptée, car il sera difficile d'éviter les inhomogénéités d'intensité laser, par exemple dues à la nature Gaussienne du faisceau et nécessiterait un laser particulièrement puissant.

**Stratégie N°2.** Il est aussi envisageable d'utiliser le balayage en trame de la totalité de la surface par un spot de dimension plus faible. Dans ce cas, pour parvenir à homogénéiser la montée en température de toute la surface, il faudrait que le balayage soit suffisamment rapide devant le temps de montée en température du verre pour un spot fixe. De cette manière on peut créer l'équivalent d'un chauffage progressif de la totalité de la surface de l'échantillon. Cependant cette stratégie nécessite un balayage particulièrement rapide qu'on peut imaginer reposer sur un scanner à miroir galvanométrique fonctionnant à une vitesse très élevée. Néanmoins, nous ne disposons pas d'un tel équipement.

**Stratégie N°3.** Une dernière stratégie, cette fois-ci envisageable dans la pratique et que nous avons donc retenue, repose sur le balayage en trame « lent » du spot laser, impliquant un polissage de la surface point par point (la surface traitée se solidifie de nouveau après le passage du spot). Cette stratégie sera mise en œuvre par un montage sur-mesure simple basé sur une platine motorisée. Dans ce cas, il nous faudra alors développer une méthode optimisant la combinaison de plusieurs paramètres tels que : la puissance laser, la vitesse de balayage et le taux de recouvrement entre les lignes de balayages en trame.

**Fenêtre de polissage.** Plusieurs travaux ayant étudié les effets d'une irradiation laser  $CO_2$  sur des verres se retrouvent dans la littérature [19, 21, 22]. Les conditions pour obtenir un effet de polissage (ou « fenêtres de polissage ») sont décrites à la fois pour le FS et le BF33 en ce qui concerne les températures de surface à atteindre [19].

Pour le FS, l'effet de polissage est obtenu quand la couche d'absorption de surface atteint une température entre  $1950^\circ C$  (« softening point » en anglais, ou température de ramollissement) et  $2750^\circ C$  (température d'évaporation) à la pression atmosphérique (voir **figure 3.23 (a)**). Cette fenêtre de polissage peut s'obtenir de différentes façons dépendantes de la puissance du laser appliquée, de la section du spot laser et de la vitesse de déplacement du balayage. Considérant les données de la littérature, ces fenêtres s'obtiennent pour des conditions réunissant des vitesses de l'ordre du mm/s, un diamètre de faisceau inférieur au mm et des puissances laser comprises entre 0 et 10 W.

Dans le cas du BF33, la fenêtre de polissage est bien plus étroite car les dopants qui constituent ce matériau s'évaporent à des températures plus faibles que  $SiO_2$ , (voir **figure 3.23 (b)**).

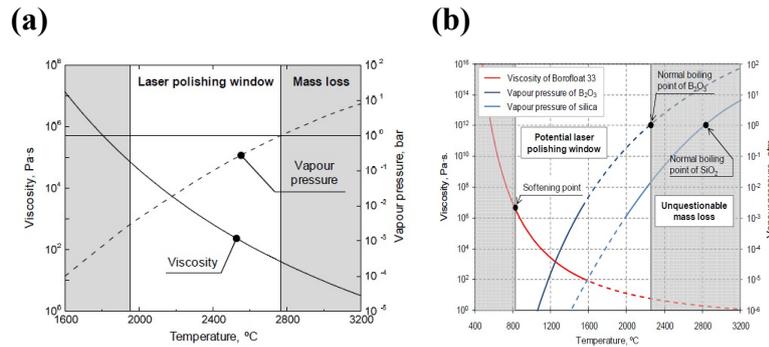


FIGURE 3.23 – (a) Évolution de la viscosité et de la pression de vapeur associée au FS. (b) Évolution de la viscosité et de la pression de vapeur associée au BF33. Tirés de [19]

## 3.2.2 Matériel et conditions expérimentales

### 3.2.2.1 Essais exploratoires sur machine industrielle

Le développement d'une technique de polissage par laser  $CO_2$  a été envisagé dès le début de ce travail de thèse, mais aucun équipement n'était disponible au laboratoire. Naturellement, nous nous sommes tournés vers des fabricants et fournisseurs de machines industrielles de marquage/gravure au laser  $CO_2$ . Grâce à l'entreprise Gamma-Tec (Stafelfelden, France), des essais préliminaires sur une machine de marquage laser Epilog Mini 24 (Epilog, USA) ont été réalisés. Ce modèle est constitué d'un système permettant le déplacement cartésien d'un faisceau d'un laser  $CO_2$  d'une puissance modulable entre 6 et 30 W.

**Protocole.** Le polissage d'une lentille de test sphérique en BF33 fabriquée lors de la première phase expérimentale de développement de l'usinage FLICE a été réalisé. Cette lentille, dont l'usinage est abordé dans la **sous-sous-section 3.1.4.1**, correspond à l'écriture du sommet du dioptré à une profondeur de 20  $\mu\text{m}$ .

Les essais ont consisté à balayer le faisceau laser sous forme de lignes parallèles, comme schématisé en **figure 3.24 (a)**.

La valeur de puissance a été fixée à 6 W (valeur minimale applicable par le laser). La vitesse de balayage, également contrainte, a été fixée à 10 mm/s. Le recouvrement testé a été choisi comme la moitié du diamètre du faisceau, soit 100  $\mu\text{m}$ . Considérant le diamètre du spot spécifié par le constructeur à 200  $\mu\text{m}$  (fixe), on peut estimer que chaque point situé sur une ligne de balayage est irradié pendant 40 ms et l'énergie déposée est de 7,6 J/ $\text{mm}^2$ .

**Résultats.** Les résultats obtenus après ces premiers essais sont présentés au travers des clichés MEB en **figure 3.24 (b) et (c)**. On constate que l'irradiation a provoqué des cassures qui ont été attribuées à un choc thermique que le matériau n'a pas supporté.

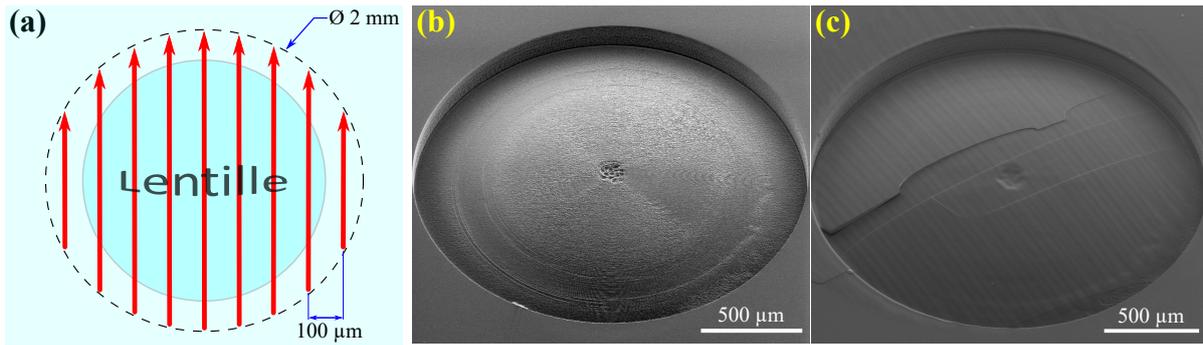


FIGURE 3.24 – (a) Principe de balayage en trame réalisé pour le polissage d’une lentille de test sphérique. Vu de haut. (b) Cliché MEB d’une lentille de test sphérique usinée en BF33 (diamètre 1,89 mm, rayon de courbure 4,19 mm) avant polissage. (c) Même lentille après polissage au moyen d’une machine commerciale de marquage laser  $CO_2$  (Epilog Mini 24). La puissance laser  $CO_2$  a été réglée à 20 % de 30 W pour un spot de 200  $\mu\text{m}$ , le pas de balayage unidirectionnel a été fixé à 100  $\mu\text{m}$ .

Nous remarquons en revanche que l’effet de polissage recherché est très net. Une analyse visuelle plus détaillée ainsi que des mesures de rugosité RMS localisées - non présentées ici - montrent toutefois que l’état de surface n’est pas homogène : les bords de la lentille semblent moins lissés que le sommet et les lignes de balayage sont visibles sur la surface de la lentille. De plus, on observe par contraste la présence de taches en surface que nous attribuons à la migration de certains dopants.

**Bilan.** Ces premiers essais semblent montrer qu’un effet de polissage peut être obtenu sur le BF33 et cela au moyen d’une machine qui n’a pas été conçue pour cet usage. Les résultats obtenus sont donc prometteurs même s’ils suggèrent d’évidentes problématiques à résoudre. Afin de disposer de plus de souplesse de réglage des paramètres d’irradiation laser, l’idée de l’achat d’une machine industrielle a été abandonnée et nous nous sommes tournés vers l’utilisation d’un banc de polissage réalisé au laboratoire.

### 3.2.2.2 Montage sur-mesure

Le banc de polissage disponible, schématisé en **figure 3.25**, se compose d’un laser Diamond C-30 (Coherent, Santa Clara, CA, USA), dont le faisceau fixe est dirigé verticalement par un système optique vers la surface supérieure d’une platine XZ motorisée.

Le système optique comprend plusieurs miroirs et une lentille en ZnSe. Non-schématés, deux premiers miroirs sont placés en sortie du laser afin de régler l’incidence du faisceau sur le miroir de renvoi (qui oriente le faisceau à la verticale). Un dernier miroir, percé (laissant passer le faisceau laser), est aussi installé à la sortie de la lentille afin de pouvoir visualiser l’échantillon au travers un système d’imagerie annexe (caméra et objectif).

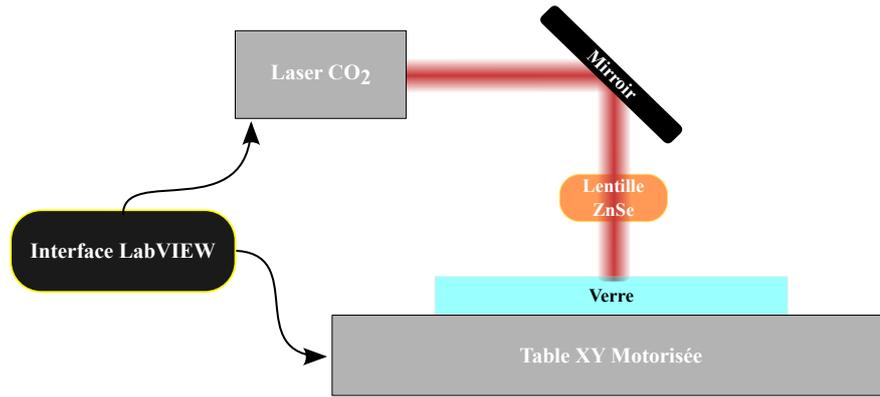


FIGURE 3.25 – Schématisation simplifiée du banc de polissage monté dans notre laboratoire.

Le laser utilisé dans ce système peut fournir une puissance modulée jusqu'à 30 W. En pratique, il est difficile d'obtenir des puissances faibles sous les 5 W. La platine motorisée peut se déplacer jusqu'à des vitesses de 10 mm/s. Pour le pilotage du matériel et l'automatisation du balayage en trame, une interface LabVIEW a spécifiquement été développée.

### 3.2.3 Détermination expérimentale des paramètres de polissage

#### 3.2.3.1 Fenêtre de polissage

Dans un premier temps, les conditions pour lesquelles on obtient un effet de polissage sont recherchées. Les premiers essais sont réalisés sur des cavités en FS de  $600 \times 600 \times 50 \mu\text{m}^3$  précédemment fabriquées dans le cadre du plan d'expérience (voir **sous-sous-section 3.1.4.1**).

Nous commençons par déterminer les valeurs de puissance laser pour lesquelles une rugosité minimale peut être obtenue lorsqu'on pratique une irradiation statique. Dans cet objectif, la taille de notre spot laser est fixée à  $250 \mu\text{m}$  (mesuré à la largeur à mi-hauteur) et le temps d'irradiation statique est fixé à 250 ms.

Grâce à de multiples essais dans ces conditions d'irradiation selon plusieurs puissances laser, on détermine le seuil de puissance pour lequel un effet de polissage apparaît : il s'élève à 4,95 W. La figure **figure 3.26** montre que l'effet de polissage est net et compris dans un disque d'environ  $150 \mu\text{m}$  de diamètre. À ce seuil, la rugosité RMS mesurée dans le disque poli vaut 80 nm, ce qui est encore trop élevé.

À des puissances supérieures testées, on constate que la rugosité diminue et atteint un minimum de 9 nm pour une puissance de 5,70 W. Au-delà de 5,70 W, il n'y a plus de diminution de rugosité et l'irradiation entraîne un phénomène d'affaissement du verre. Ce phénomène d'affaissement, visible en **figure 3.27** pour les puissances de 5,85 et 6,00 W,

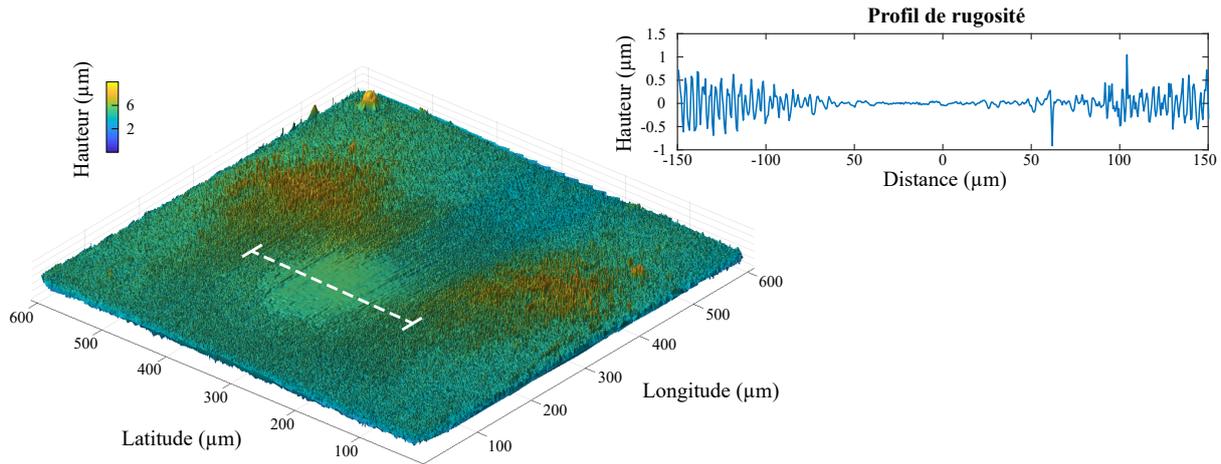


FIGURE 3.26 – (à gauche) Topographie d’une cavité ayant subi une irradiation statique durant 250 ms à 4,95 W selon un spot de diamètre 250 μm (largeur à mi-hauteur). (à droite) Le profil de rugosité obtenu sur la section tracée en tirets.

corrobore avec les données de la littérature. Il est responsable de la formation de puits dont la profondeur augmente avec la puissance et peut atteindre jusqu’à 1,5 μm pic-à-pic pour 6,00 W. Il est attribué, dans le cas particulier du FS, à la contraction du verre induite par l’augmentation momentanée de la « température fictive » [19]. Cette température fictive correspond au degré d’ordre au sein du verre liquide au moment de son figeage, c’est-à-dire lors d’un refroidissement rapide. Plus la température de chauffe est élevée et le figeage rapide, comme c’est le cas pendant le polissage laser  $CO_2$  à haute puissance surfacique, plus la température fictive sera élevée. Dans le cas spécifique du FS, une température fictive élevée a pour effet de contracter le verre (on assiste à une dilatation pour les autres verres comme le BF33 notamment). Ce genre de phénomène n’est pas souhaitable car il peut être responsable d’une déformation du profil. Il témoigne d’une énergie déposée trop importante.

Pour une puissance de 5,70 W (voir **figure 3.27**), ce phénomène d’affaissement n’est pas observé. De plus, la valeur de rugosité mesurée dans le disque poli, s’élevant à 10 nm, correspond au niveau le plus bas obtenu, toutes puissances confondues. Nous concluons ainsi que la puissance laser optimale pour obtenir la plus faible rugosité est de 5,70 W. Nous calculons que les conditions d’irradiation ayant permis cette diminution maximale de la rugosité sont associées à une énergie déposée de 34 J/mm<sup>2</sup> qu’on considère uniformément répartie sur la largeur à mi-hauteur du spot.

Afin d’obtenir un effet de lissage du même niveau que ce qui est obtenu précédemment mais en pratiquant maintenant un balayage unidirectionnel sur le fond de nos cavités, il faut faire en sorte que chaque point balayé soit irradié par un temps identique à celui des essais statiques (250 ms). Considérant le diamètre du spot (largeur à mi-hauteur) de 250 μm, nous calculons qu’une vitesse de 1 mm/s le permet.

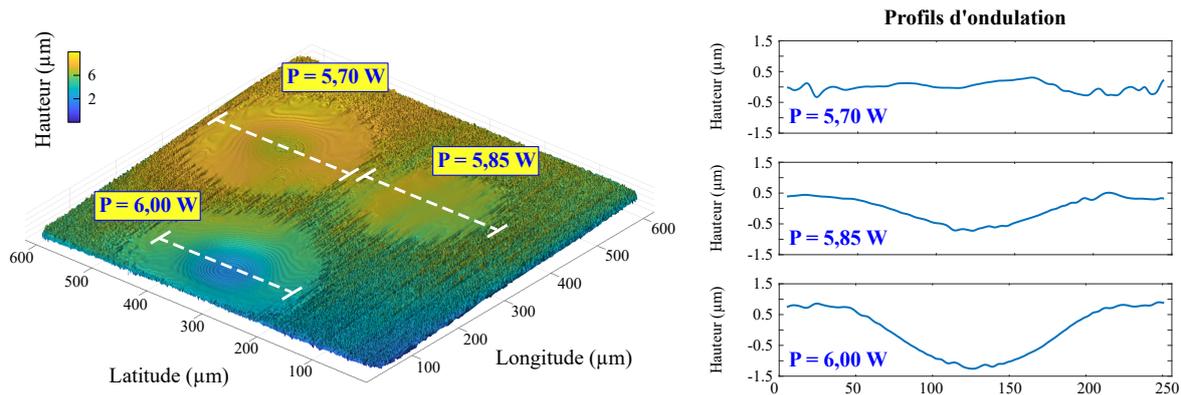


FIGURE 3.27 – (à gauche) Topographie d'une cavité ayant subi 3 irradiations statiques pour des puissances laser de 5,70, 5,85 et 6,00 W. (à droite) Les profils d'ondulation obtenus sur les sections tracées en tirets.

En réalisant des essais selon ces nouvelles conditions consistant à balayer le fond de nos cavités, les résultats montrent que le lissage est détérioré. Les lignes balayées sont en effet creusées pour les puissances testées. Cela est la conséquence du phénomène de contraction du verre décrit précédemment et témoigne d'une énergie déposée trop importante. Afin de diminuer l'énergie déposée, on choisit alors d'augmenter la vitesse de balayage puisque la diminution de la puissance laser n'est pas souhaitable étant donné la difficulté qu'a le laser à moduler des puissances sous les 5 W. Nous choisissons de fixer une vitesse de 2 mm/s. Dans ce cas, l'énergie déposée est divisée par deux.

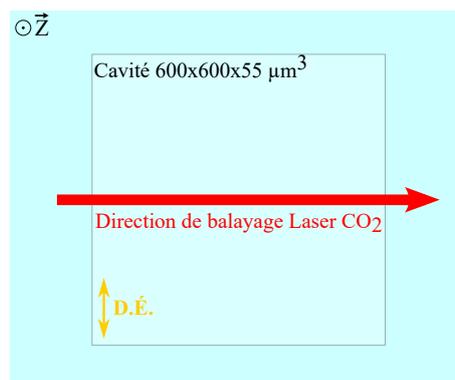
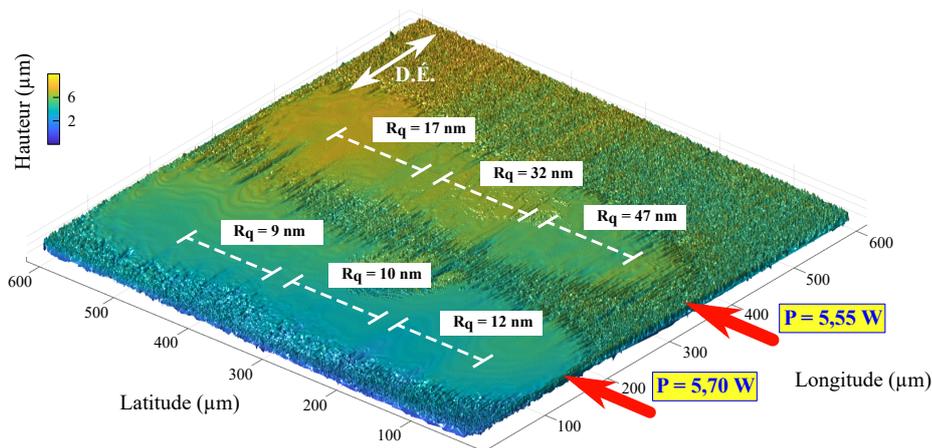


FIGURE 3.28 – Principe de l'expérience, vu de haut. Le spot laser  $CO_2$  est balayé sur le fond d'une cavité usinée par FLICE selon un trajet rectiligne à une vitesse de 2 mm/s et à puissance fixe. Le balayage démarre et s'arrête à plusieurs dizaines de microns des bords de la cavité.

Par l'essai de différentes valeurs de puissance laser centrées autour de 5,55 W, des résultats intéressants sont tirés. On réalise alors une expérience qui consiste maintenant à balayer de part et d'autre le fond des cavités en fonction de 6 puissances laser comprise entre 5,25 et 6,00 W. Les cavités utilisées ici sont les répétitions du point milieu (voir **sous-sous-**

**section 3.1.4.1**) car elles présentent des états de surface similaires (rugosités RMS de l'ordre de 150 nm selon la direction perpendiculaire à l'écriture FLICE). Comme schématisé en **figure 3.28**, la direction de balayage laser  $CO_2$  est choisie pour être perpendiculaire à la direction d'écriture FLICE et le trajet du faisceau démarre et s'arrête en dehors de la cavité, à plusieurs dizaines de microns de distance des bords verticaux, afin de garantir une vitesse de balayage stable lors du passage au niveau du fond de la cavité.

**Uniformité de la rugosité.** Les topographies des surfaces après irradiation au laser  $CO_2$  sont acquises au moyen d'un profilomètre optique (Polytec) et la rugosité est évaluée sur plusieurs tronçons de 100  $\mu\text{m}$  de longueur, en appliquant une fréquence de coupure (cut-off) de 10  $\mu\text{m}$ . On constate que la rugosité n'est pas uniforme le long de la ligne irradiée. Quelque soit la puissance appliquée, elle est généralement plus élevée au départ qu'à l'arrivée, comme on peut l'observer sur la **figure 3.29**. On observe également le fait que les surfaces proches du premier bord vertical traversé par le faisceau laser sont quasiment non-polies.



**FIGURE 3.29** – Topographie à l'échelle  $\times 20$  d'une cavité doublement balayée selon 2 puissances : en haut de 5,55 W et en bas 5,70 W. Le sens de balayage est indiqué par les flèches en rouge. La direction d'écriture FLICE (D.É.) est indiquée en jaune. La rugosité RMS est mesurée selon plusieurs tronçons de 100  $\mu\text{m}$  représentés en tirets blancs, dans la direction du balayage du laser  $CO_2$ .

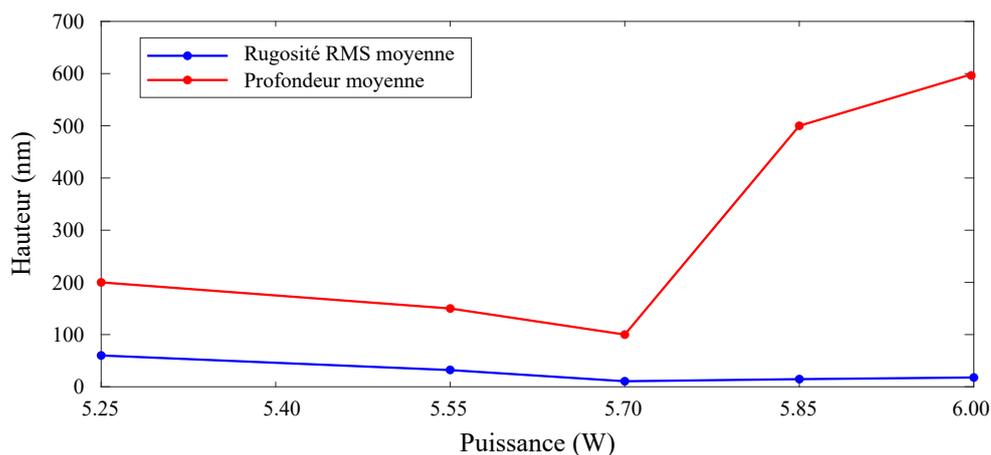
Nous interprétons ces phénomènes par la dynamique du polissage qu'on décrit comme la propagation d'un front thermique dont la température croît progressivement par effet thermique cumulatif, faisant progressivement augmenter l'effet de lissage. Ainsi, lorsque le spot est balayé sur une surface plane, la rugosité tend initialement à baisser le long de la ligne de balayage jusqu'à se stabiliser (équilibre thermique). La rugosité n'est ainsi pas uniforme dans le fond des cavités et plus faible à la fin qu'au début du balayage, indépendamment de la puissance laser appliquée. De plus, on observe que la rugosité reste à un niveau post-usinage (non-poli) du côté du premier bord vertical traversé par le faisceau laser. Nous l'interprétons comme un « effet de marche ». En effet, le balayage démarre en

dehors de la cavité et le front thermique se propage à la surface du substrat jusqu'à ce qu'il rencontre la marche constituée par le premier bord de la cavité, où il est stoppé net. Cette rupture fait perdre la dynamique du polissage. Une fois la marche passée, le front thermique se reforme au fond de la cavité : son lissage ne peut pas bénéficier de l'effet cumulatif précédent et il repart donc à zéro. L'effet cumulatif observé explique pourquoi il est possible d'obtenir des rugosités en fin de balayage d'un niveau proche de celui minimal observé lors de nos essais d'irradiation statique alors que l'énergie déposée a été divisée par 2.

**Évolution de la rugosité.** Les résultats de cette expérience permettent également de vérifier que la rugosité diminue avec l'augmentation de puissance laser. Sur la **figure 3.30**, l'évolution de la rugosité RMS moyenne selon la direction de balayage du laser  $CO_2$  est tracée en bleu en fonction de la puissance laser appliquée.

**Puissance optimale.** La puissance optimale, définie comme le seuil à partir duquel la rugosité ne diminue plus et le phénomène d'affaissement du verre apparaît (voir courbe rouge en **figure 3.30**), est déterminée à 5,70 W. À cette puissance, on obtient une rugosité de 9 nm. Ce niveau de rugosité est intéressant car il est nettement inférieur à celui mesuré pour le polissage de micro-composants usinés par ablation laser [18].

Dans ces conditions d'irradiation laser  $CO_2$ , le diamètre du disque poli vaut entre 150 et 200  $\mu m$ . Ce diamètre est intéressant dans la mesure où nous pourrions être capable de lisser des surfaces localement : on pourra par exemple lisser nos axicons par de multiples passes en prenant soin d'éviter la pointe.



**FIGURE 3.30** – En bleu, évolution en fonction de la puissance laser appliquée de la rugosité RMS moyenne mesurée le long de la ligne de balayage laser  $CO_2$  (cut-off de 10  $\mu m$ ). En rouge, évolution de la profondeur de la tranchée formée (profondeur pic-à-pic mesurée sur le profil perpendiculaire à la direction de balayage du laser  $CO_2$ ).

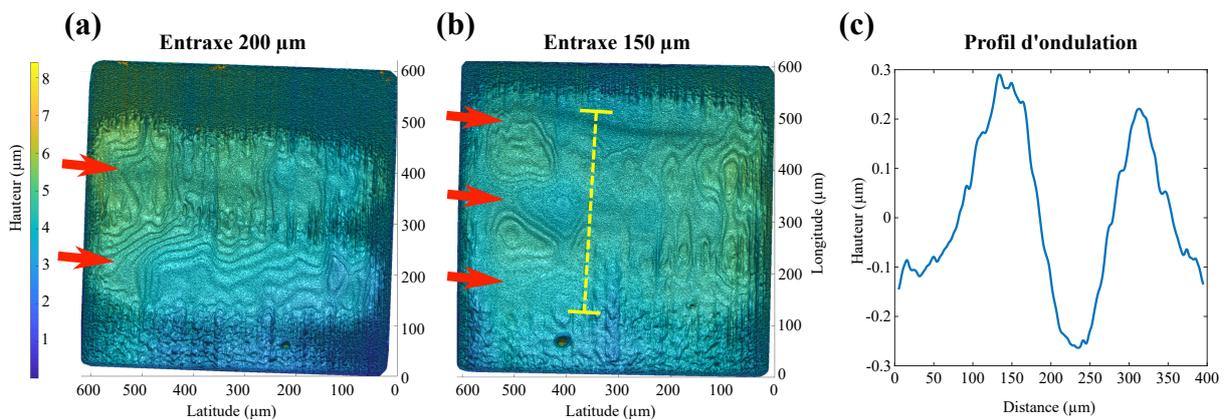
**Cas du BF33.** Plusieurs essais exploratoires sur divers échantillons en BF33 usinés par FLICE nous ont rapidement amené à conclure de la difficulté d'un tel polissage. Nous avons constaté que les substrats en BF33 sont fortement contraints et ont donc tendance à se

fissurer consécutivement à une irradiation au laser  $CO_2$ . Nous attribuons ce comportement à la moindre résistance du BF33 aux chocs thermiques comparée à celle du FS. Afin de diminuer le gradient de température responsable des fissures, une solution pourrait être de chauffer la totalité du substrat au cours du processus de polissage à une température s'approchant au plus près de celle de son ramolissement ( $820^\circ C$ ). Toutefois, cette solution est en pratique difficile à mettre en œuvre en raison des températures concernées.

### 3.2.3.2 Distance de recouvrement

Nous cherchons à présent à déterminer les paramètres de recouvrement pour lesquels la totalité de nos surfaces pourra être lissée de manière homogène et sans déformation de profil. Pour cela, nous commençons par tester sur des cavités en FS le balayage unidirectionnel à  $5,70\text{ W}$  et  $2\text{ mm/s}$  de plusieurs lignes qui se recouvrent avec des entraxes de  $200\text{ }\mu\text{m}$  puis de  $150\text{ }\mu\text{m}$ .

**Résultats.** Le recouvrement de  $200\text{ }\mu\text{m}$  semble être insuffisant car on relève la présence d'une bande interstitielle de rugosité résiduelle importante entre les passages du faisceau laser  $CO_2$  (voir **figure 3.31 (a)**). Lorsqu'un recouvrement de  $150\text{ }\mu\text{m}$  est appliqué (voir **figure 3.31 (b)**), cette bande tend à disparaître. Néanmoins, dans ce dernier cas, une ondulation périodique reste visible dans la direction transverse au balayage laser (voir **figure 3.31 (c)**). Cette ondulation, dont la hauteur pic-à-pic s'élève jusqu'à environ  $500\text{ nm}$ , semble être le résultat de la juxtaposition de tranchées correspondant au passage de chaque ligne de balayage. Elle nous indique vraisemblablement qu'un effet d'affaissement de la surface s'opère et par conséquent, que la puissance laser appliquée est encore trop forte (régime de contraction du verre).



**FIGURE 3.31** – Topographies, vues de haut, de cavités irradiées de gauche à droite selon (a) 2 passages avec un recouvrement de  $200\text{ }\mu\text{m}$ , (b) 3 passages avec un recouvrement de  $150\text{ }\mu\text{m}$ . (c) Profil d'ondulation relevé selon la direction transversale au balayage laser  $CO_2$  (décrite par le trait jaune en (b)) dans le cas de 3 passages avec un recouvrement de  $150\text{ }\mu\text{m}$ . Les flèches en rouges représentent les balayages effectués.

C'est pourquoi l'expérience est réitérée en diminuant légèrement la puissance à 5,55 W. Dans ce cas, on relève une rugosité RMS moyenne certes plus élevée (50 nm selon 90°) mais une ondulation nettement inférieure (environ 100 nm pic-à-pic). Ainsi, pour résumer, l'ondulation est diminuée au détriment de la rugosité.

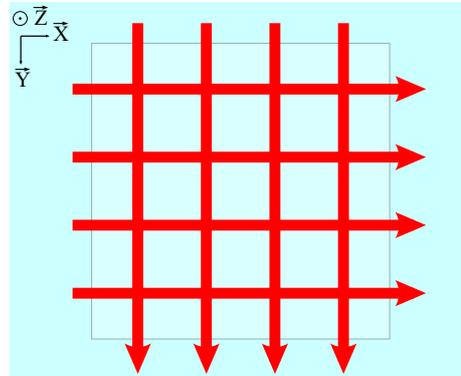


FIGURE 3.32 – Principe du balayage en X puis Y.

**Optimisation.** Afin de réduire la rugosité, un balayage additionnel est appliqué selon une direction perpendiculaire au précédent. Nous réalisons ainsi le balayage d'une cavité sur le principe schématisé en **figure 3.32**. La vitesse est restée fixée à 2 mm/s et la puissance ajustée à 5,55 W.

**Résultats.** Cette expérience montre que la rugosité est maintenant uniforme sur la totalité de la surface. On relève des rugosités similaires dans les directions X et Y, observables en **figure 3.33**. La dispersion mesurée (écart-type) est en effet de l'ordre de 4 nm.

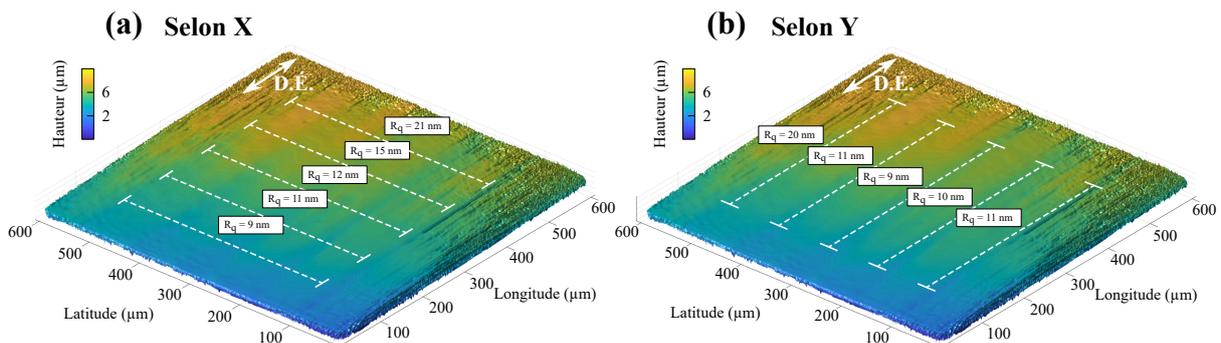


FIGURE 3.33 – Topographie à l'échelle  $\times 5$  d'une cavité balayée par cinq passages consécutifs en X puis Y à une vitesse de 2 mm/s selon une puissance de 5,55 W. (a) Mesures de rugosité RMS selon différents tronçons en X. (b) Mesures de rugosité RMS selon différents tronçons en Y.

Elle montre également que la rugosité est diminuée par rapport à un balayage unidirectionnel et qu'elle est uniformisée selon les 2 axes, ce qui n'est pas le cas après usinage FLICE (du fait de l'anisotropie de la gravure). Nous relevons une rugosité RMS moyenne de 14,1 nm selon la direction perpendiculaire à l'écriture FLICE (axe X) et de 11,4 nm

selon la direction d'écriture FLICE (axe Y). Concernant l'ondulation de surface, elle est aussi uniformisée selon les deux axes de balayage et s'élève à environ 400 nm.

**Bilan.** Nous avons réussi à obtenir une méthode efficace pour abaisser uniformément la rugosité de nos structures en verre sans les déformer. La méthode retenue consiste à effectuer un balayage XY d'un faisceau Gaussien circulaire de 250  $\mu\text{m}$  de diamètre (largeur à mi-hauteur), selon un recouvrement de 150  $\mu\text{m}$  et avec une puissance laser fixée à 5,55 W. La rugosité atteinte est de l'ordre d'une dizaine de nanomètres RMS, ce qui est suffisant pour une utilisation en optique dans le domaine du visible. Cette méthode nous servira de base pour la fabrication de démonstrateurs que nous allons aborder dans le chapitre qui suit.

## Bibliographie du chapitre 3

- [1] Kristian CVECEK et al. « Effects of Spherical Aberrations on Micro Welding of Glass using Ultra Short Laser Pulses ». *Physics Procedia* 39 (2012), p. 563-568. DOI : 10.1016/j.phpro.2012.10.074.
- [2] N. HUOT et al. « Analysis of the effects of spherical aberration on ultrafast laser-induced refractive index variation in glass ». *Optics Express* 15.19 (2007), p. 12395. DOI : 10.1364/OE.15.012395.
- [3] Yves BELLOUARD et al. « Fabrication of high-aspect ratio, micro-fluidic channels and tunnels using femtosecond laser pulses and chemical etching ». *Optics Express* 12.10 (2004), p. 2120. DOI : 10.1364/OPEX.12.002120.
- [4] Audrey CHAMPION et al. « Role of stress in the chemical etching of fused silica exposed to low-energy femtosecond laser pulses ». Sous la dir. d'Alexander HEISTERKAMP et al. San Francisco, California, USA, 2011, 79250Z. DOI : 10.1117/12.886307.
- [5] Sheeba RAJESH et al. « Towards fast femtosecond laser micromachining of fused silica : The effect of deposited energy ». *Optics Express* 18.20 (2010), p. 21490. DOI : 10.1364/OE.18.021490.
- [6] Simas BUTKUS et al. « Fabrication of High Aspect Ratio Channels in Fused Silica Using Femto-second Pulses and Chemical Etching at Different Conditions ». *Journal of Laser Micro/Nanoengineering* (2019). DOI : 10.2961/jlmn.2019.01.0004.
- [7] Satoshi KIYAMA et al. « Examination of Etching Agent and Etching Mechanism on Femtosecond Laser Microfabrication of Channels Inside Vitreous Silica Substrates ». *The Journal of Physical Chemistry C* 113.27 (2009), p. 11560-11566. DOI : 10.1021/jp900915r.
- [8] Jorge ALBERO et al. « Fabrication of spherical microlenses by a combination of isotropic wet etching of silicon and molding techniques ». *Optics Express* 17.8 (2009), p. 6283. DOI : 10.1364/OE.17.006283.
- [9] Juozas DUDUTIS et al. « Laser-fabricated axicons challenging the conventional optics in glass processing applications ». *Optics Express* 28.4 (2020), p. 5715. DOI : 10.1364/OE.377108.
- [10] Simon SCHWARZ et al. « Fabrication and evaluation of negative axicons for ultrashort pulsed laser applications ». *Optics Express* 28.18 (2020), p. 26207. DOI : 10.1364/OE.401084.

- 
- [11] Paul A. TEMPLE et al. « Carbon dioxide laser polishing of fused silica surfaces for increased laser-damage resistance at 1064 nm ». *Applied Optics* 21.18 (1982), p. 3249. DOI : 10.1364/AO.21.003249.
- [12] F. LAGUARTA et al. « Optical glass polishing by controlled laser surface-heat treatment ». *Applied Optics* 33.27 (1994), p. 6508. DOI : 10.1364/AO.33.006508.
- [13] C. BUERHOP et al. « Glass surface treatment with excimer and  $CO_2$  lasers ». *Applied Surface Science* 46.1 (1990), p. 430-434. DOI : [https://doi.org/10.1016/0169-4332\(90\)90184-2](https://doi.org/10.1016/0169-4332(90)90184-2).
- [14] Jakub DRS et al. « Laser-assisted morphing of complex three dimensional objects ». *Optics Express* 23.13 (2015), p. 17355. DOI : 10.1364/OE.23.017355.
- [15] Murat SERHATLIOGLU et al. «  $CO_2$  laser polishing of microfluidic channels fabricated by femtosecond laser assisted carving ». *Journal of Micromechanics and Microengineering* 26.11 (2016), p. 115011. DOI : 10.1088/0960-1317/26/11/115011.
- [16] Ik-Bu SOHN et al. « Fabrication of a bi-directional firing multimode fiber using a high repetition rate femtosecond laser and a  $CO_2$  laser ». *Laser Physics Letters* 10.10 (2013), p. 106101. DOI : 10.1088/1612-2011/10/10/106101.
- [17] Elif U. ŞİMŞEK et al. «  $CO_2$  laser polishing of conical shaped optical fiber deflectors ». *Applied Physics B* 123.6 (2017), p. 176. DOI : 10.1007/s00340-017-6746-3.
- [18] Simon SCHWARZ et al. « Fabrication of a high-quality axicon by femtosecond laser ablation and  $CO_2$  laser polishing for quasi-Bessel beam generation ». *Optics Express* 26.18 (2018), p. 23287. DOI : 10.1364/OE.26.023287.
- [19] K.L. WLODARCZYK et al. « Surface Deformation Mechanisms in Laser Smoothing and Micromachining of Optical Glasses ». Thèse de doct. Heriot-Watt University, 2011.
- [20] Linjie ZHAO et al. « Formation mechanism of a smooth, defect-free surface of fused silica optics using rapid  $CO_2$  laser polishing ». *International Journal of Extreme Manufacturing* 1.3 (2019), p. 035001. DOI : 10.1088/2631-7990/ab3033.
- [21] Krzysztof M. NOWAK et al. « Efficient laser polishing of silica micro-optic components ». *Applied Optics* 45.1 (2006), p. 162. DOI : 10.1364/AO.45.000162.
- [22] E. MENDEZ et al. « Localized  $CO_2$  laser damage repair of fused silica optics ». *Applied Optics* 45.21 (2006), p. 5358. DOI : 10.1364/AO.45.005358.

# Réalisation de micro-axicons

Dans ce chapitre, nous allons aborder l'application de notre procédé à la réalisation de micro-axicons plan-convexes en FS. Cela sera l'opportunité de démontrer la pertinence des méthodes que nous avons développées et de comprendre les perspectives qui en découlent. Après avoir détaillé les raisons pour lesquelles nous avons choisi ce type de composant puis décrit la procédure de fabrication appliquée, nous caractériserons à la fois la morphologie et les fonctions optiques de nos micro-axicons.

## 4.1. Intérêts et Objectifs

Les micro-axicons sont des micro-composants optiques intéressants pour bon nombre d'applications et leur fabrication dans le verre est un atout dès lors qu'on recherche à augmenter leur potentiel notamment en termes de résistance au flux.

**Besoin d'une haute fidélité de fabrication.** L'axicon plan-convexe est une structure optique nécessitant une haute-fidélité de fabrication. En effet, la mise en forme du quasi-faisceau de Bessel (QFB) est très sensible aux erreurs de forme (écarts entre le profil fabriqué et le profil idéal). Par exemple, un axicon dont la pointe est tronquée aura tendance à décaler le démarrage du QFB, comme schématisé en **figure 4.1 (a)**. D'une autre façon, l'arrondissement de la pointe (qu'on retrouve dans un cas plus proche de la réalité) a pour conséquence de donner une composante sphérique au front d'onde et donc d'éloigner de la pointe le QFB tout en modulant la distribution axiale et radiale de son intensité optique (interférences entre la composante sphérique issue de la pointe et les composantes planes des bords), comme l'illustre la **figure 4.1 (b)** [1]. Sur cette figure,  $\alpha$  est l'angle d'apex et  $b$  et  $a$  sont des caractéristiques dimensionnelles aléatoires telles  $\frac{b}{a} = \tan(\alpha)$ . Les courbes en bleu représentent (à gauche) l'intensité optique selon l'axe optique  $Z$  et (à droite) l'intensité selon une coupe radiale prise aux points  $Z_1$  et  $Z_2$ . Dans le cas d'un axicon à la pointe arrondie, l'intensité longitudinale est modulée et les distributions radiales ne sont plus invariables.

La mise en forme du quasi-faisceau de Bessel le long de sa propagation est ainsi dépendante du profil de l'axicon puisque chaque couronne du composant contribue à former le faisceau à une distance  $Z$  donnée. Dans ces conditions, les erreurs de forme sont relativement simples à identifier. Par conséquent les axicons - et *a fortiori* les micro-axicons - sont des objets particulièrement intéressants à réaliser lorsqu'il s'agit de démontrer la pertinence et les aptitudes de notre procédé de fabrication.

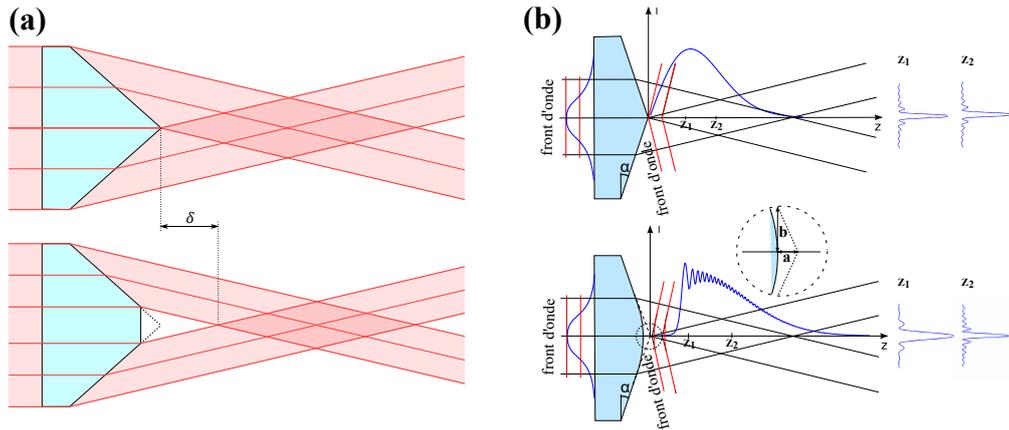


FIGURE 4.1 – (a) Schématisation de la mise en forme d'un faisceau collimaté par un axicon idéal (en haut) et idéalement tronqué (en bas) avec le décalage  $\delta$  sur le démarrage impliqué. (b) Schématisation de la mise en forme d'un faisceau gaussien collimaté par un axicon idéal (en haut) et par un axicon réel dont la pointe est arrondie (en bas). Tiré de [1].

## 4.2. Fabrication des composants

### 4.2.1 Conception des composants

**Dimensions.** Mentionnées en **chapitre 3**, les dimensions retenue pour les micro-axicons sont les suivantes :

- un diamètre de  $500 \mu\text{m}$
- un angle d'apex de  $170^\circ$  ; c'est-à-dire un angle  $\alpha$  de  $5^\circ$

Ces paramètres ont été choisis pour comparer nos résultats à ceux issus d'autres techniques présentées dans la littérature (par exemple [2]) pour lesquelles ces paramètres sont assez standards.

**Conception.** Notre phase de développement du polissage a mis en évidence l'absence d'effet de lissage au niveau des zones proches des bords verticaux. Cet « effet de marche », est donc pris en compte en éloignant les bords verticaux de la surface d'intérêt à polir. Ainsi, les micro-axicons sont imbriqués dans une cavité cubique dont les bords verticaux se trouvent à une distance minimum de  $500 \mu\text{m}$  du composant, comme schématisé en **figure 4.2**. Le micro-axicon présente une faible hauteur, soit  $\approx 22 \mu\text{m}$ . La profondeur de la cavité est fixée à  $55 \mu\text{m}$  pour que la pointe de l'axicon soit localisée  $33 \mu\text{m}$  sous le niveau de la surface du substrat (voxel complètement enterré).

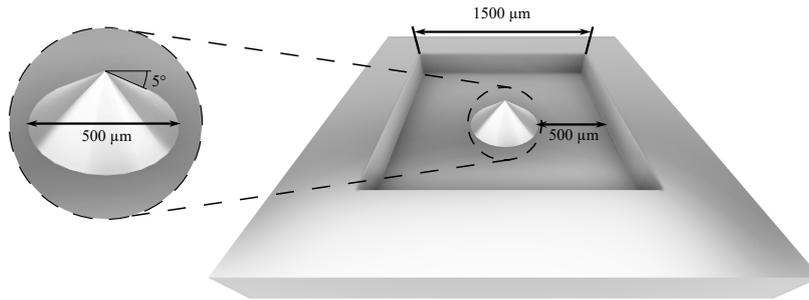


FIGURE 4.2 – Schématisation du micro-axicon de 500 µm de diamètre inséré dans une cavité de  $1500 \times 1500 \times 55 \mu\text{m}^3$ . Les bords verticaux sont éloignés d'au moins 500 µm des contours de l'axicon.

## 4.2.2 Méthode de fabrication appliquée

**Stratégie de gravure.** La stratégie de gravure consiste à :

1. découper le contour vertical de la cavité.
2. découper des surfaces d'accès verticales avec un pas de 100 µm.
3. découper la surface d'intérêt (surface 3D du cône unie avec le fond plat de la cavité).

**Stratégie d'écriture.** Pour chaque type de découpe, les stratégies d'écriture sont les suivantes :

- Le contour de la cavité est écrit comme une superposition de contours carrés horizontaux, espacés de 8 µm.
- Les surfaces d'accès verticales sont écrites comme la superposition de lignes dont la courbure décrit la silhouette de la surface d'intérêt (voir **figure 4.3**). Ces lignes sont espacées de 8 µm. Une distance d'arrêt de 12 µm est maintenue pour éviter le marquage de la surface du composant.
- La surface d'intérêt est écrite comme la juxtaposition de lignes courbes parallèles, espacées latéralement de 1 µm les unes des autres.

**Particularité de l'écriture de la surface d'intérêt.** Notons ici que le logiciel de programmation de l'écriture utilisé, AlphaCAM, génère les trajets d'écriture par interpolation linéaire (approximation de la courbure d'une surface par une série de segments rectilignes), il est donc nécessaire de paramétrer correctement le niveau d'interpolation, décrit par la « tolérance de flèche ». Dans les faits, plus la tolérance de flèche est basse, plus les segments interpolés suivent la surface d'intérêt avec fidélité, mais leur nombre augmente et ils deviennent probablement difficiles à être interprétés par la machine d'écriture. En effet, les segments (ou « cordes ») peuvent mesurer jusqu'à moins d'un dixième de micron si la tolérance de flèche est choisie à 0,1 µm. L'asservissement de la platine de la machine d'écriture nécessite alors des traitements complexes qui peuvent provoquer des erreurs

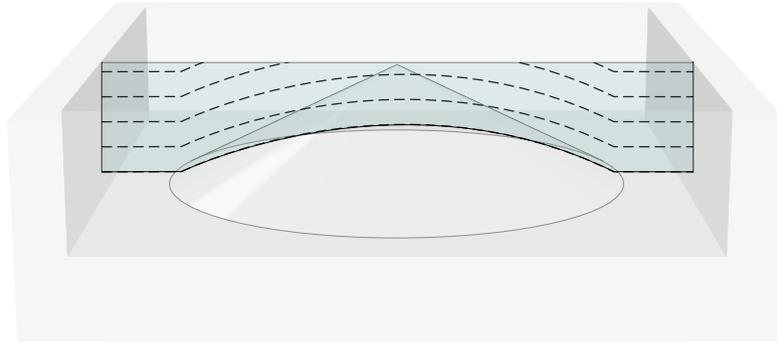


FIGURE 4.3 – Stratégie d’écriture employée pour les surfaces d’accès verticales dans le cas d’un micro-axicon inséré dans une cavité.

d’interprétation conduisant à des erreurs de forme comme nous avons eu l’occasion d’en discuter en **sous-sous-section 3.1.3.1**. A l’inverse, plus la tolérance de flèche choisie est élevée, meilleure sera l’interprétation du trajet programmé, mais au détriment de la fidélité d’usinage. Il faut donc trouver un compromis entre la fidélité d’usinage et la fidélité de la programmation. Pour évaluer l’influence de la tolérance de flèche, nous réalisons donc deux « modèles » dont les tolérances de flèche sont différentes. Le premier modèle « MA1 » est associé à une tolérance de flèche de 1  $\mu\text{m}$  et deuxième « MA2 » à une tolérance de 0,1  $\mu\text{m}$ .

Notons que le temps nécessaire à l’écriture complète d’une structure MA2 soit effective s’élève à environ 10 min quand il est d’environ 6 min pour MA1, soit deux fois moins que pour MA2, ce qui indique clairement que la tolérance de flèche a une influence conséquente sur l’interprétation du programme d’écriture.

Nos études préalables prédisent un temps de gravure de chaque modèle d’environ 60 min qui est bien observé expérimentalement.

Après usinage FLICE, la dernière étape de fabrication consiste à pratiquer le polissage des surfaces obtenues par laser  $CO_2$ . Reposant sur la méthode établie en **section 3.2**, plusieurs essais de polissage effectués nous amènent à diminuer la distance d’entraxe et la puissance laser. Pour chaque structure de chaque modèle, 13 scans rectilignes sont réalisés à une vitesse de 2 mm/s, une puissance du laser de 5,3 W et un recouvrement de 100  $\mu\text{m}$  selon la direction X puis Y successivement.

## 4.3. Caractérisation du profil des composants

### 4.3.1 Caractérisations après usinage FLICE

#### 4.3.1.1 Fidélité de fabrication

**Vérification de l'usinage au MEB.** Après usinage FLICE, nos composants sont d'abord observés au MEB où aucune anomalie morphologique n'est à signaler, comme en témoigne le cliché MEB d'un axicon MA2 en **figure 4.4**.

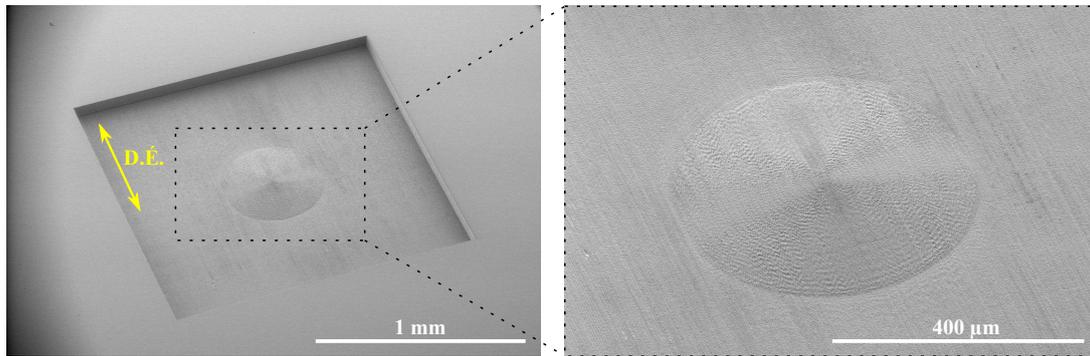


FIGURE 4.4 – Clichés MEB d'un micro-axicon MA2 après usinage FLICE.

**Démarche de caractérisation.** Les premières caractérisations portent sur l'angle d'apex  $\alpha$  et le rayon de courbure  $R_c$  de la pointe. Dans cet objectif, nous recherchons de multiples profils - passant par la pointe - afin de les approximer par une équation décrivant le profil d'un axicon « réel » (un cône arrondi en son sommet). L'équation en question, tirée de [3], se présente sous la forme :

$$z(r) = z_0 - R_c \tan^2(\alpha) \sqrt{\frac{1 + r^2}{(R_c^2 \tan^2(\alpha))}} \quad (4.1)$$

Avec  $z$  l'altitude du profil,  $r$  la coordonnée radiale ayant pour origine l'axe de révolution du cône,  $R_c$  le rayon de courbure de la pointe et  $\alpha$  l'angle d'apex ( $z_0$  correspond à l'altitude de l'apex dans un cas où  $R_c = 0$ ).

**Protocole.** Une solution idéale pour l'obtention de multiples profils serait d'acquérir une topographie de laquelle on extrairait plusieurs coupes radiales passant par la pointe. Toutefois, les surfaces trop rugueuses résultantes de l'étape d'usinage FLICE contribuent à la présence d'artéfacts sur les topographies mesurées par profilométrie optique (rayons réfléchis dans des angles plus grands que les angles de collection de l'objectif du profilomètre). Cette solution sera néanmoins utilisée dans le cas des surfaces polies. Par conséquent, l'acquisition de profiogrammes 2D sur échantillon rugueux est réalisée par profilométrie

mécanique à stylet (Dektak XT, Brüker, France). Notons qu'avec ce dispositif, la distribution des valeurs (moyenne et écart-type) de plusieurs coupes autour de l'axe de révolution des micro-axicons est difficile à obtenir. Afin d'avoir une idée pertinente des caractéristiques morphologiques de nos composants après usinage FLICE, nous réalisons donc des mesures de profil en effectuant deux scans paramétrés pour passer par la pointe de l'axicon, respectivement dans les directions  $0^\circ$  et  $90^\circ$  par rapport à la direction d'écriture FLICE. A ces fins, le profilomètre est équipé d'une pointe de  $2\ \mu\text{m}$  de diamètre et les scans sont configurés pour obtenir une résolution de  $0,1\ \mu\text{m}/\text{pt}$  selon une force appliquée par le stylet de  $6\ \text{mg}$ . Les scans balayent toute la cavité usinée afin que les zones planes du fond puissent servir de repère horizontal. Nous noterons que les mesures réalisées sont inexactes (inexactitude de mesure) puisque les trajectoires des scans programmées ne peuvent pas passer exactement par la pointe.

Concernant les approximations par l'équation 4.1 des profiogrammes 2D obtenus au moyen d'un code écrit sous MATLAB (version R2018b), plusieurs points sont au préalable à souligner :

- Les valeurs de  $R_c$  sont estimées sur une plage de  $[-100 - 100]\ \mu\text{m}$  par rapport à l'axe de rotation de l'axicon (voir exemple en **figure 4.5 (b)**), car cette plage réduite permet une approximation plus cohérente de la pointe. Ces valeurs de  $R_c$  sont plus élevées selon la direction  $0^\circ$  que  $90^\circ$ . Cela peut être la conséquence de la gravure anisotrope susceptible de dégrader plus facilement le profil selon la direction d'écriture que dans la direction transverse. On peut donc s'attendre à une perte de symétrie autour de l'axe de révolution (nous le vérifierons d'ailleurs par la suite dans les caractérisations après-polissage). Nous constatons également que les pointes du modèle MA1 (tolérance de flèche de  $1\ \mu\text{m}$ ) sont caractérisées par un  $R_c$  minimum de  $28,2\ \mu\text{m}$  et sont donc plus acérées que celles du modèle MA2 (tolérance de flèche de  $0,1\ \mu\text{m}$ ) pour lesquelles le  $R_c$  minimum s'élève à  $103,2\ \mu\text{m}$ . Cet écart est attribué à une mauvaise interprétation de la pointe par le programme d'écriture FLICE lorsque la densité de segments devient trop importante. Néanmoins, ces mesures de  $R_c$  relativement faibles suggèrent que la pointe des axicons réalisés est fidèle à la conception conique du composant.
- En ce qui concerne l'angle  $\alpha$ , soulignons que les valeurs sont estimées sur une plage de  $[-200 - 200]\ \mu\text{m}$  par rapport à l'axe de rotation de l'axicon, cette plus large plage permettant une approximation plus cohérente des flancs. On trouve pour les deux modèles MA1 et MA2 des angles plus grands dans la direction  $0^\circ$  que dans la direction  $90^\circ$ . De plus, les angles de l'axicon MA2 sont, quelle que soit la direction, supérieurs à ceux de MA1. Pour MA1, selon la direction  $90^\circ$ , on mesure un angle de  $5,07^\circ$  (pour  $5^\circ$  visé), tandis que l'angle atteint  $5,53^\circ$  pour le modèle MA2 selon la direction  $0^\circ$ . Après usinage, les axicons sont typiquement plus obtus que désiré avec des écarts ne dépassant pas le  $\frac{1}{2}$  degré.

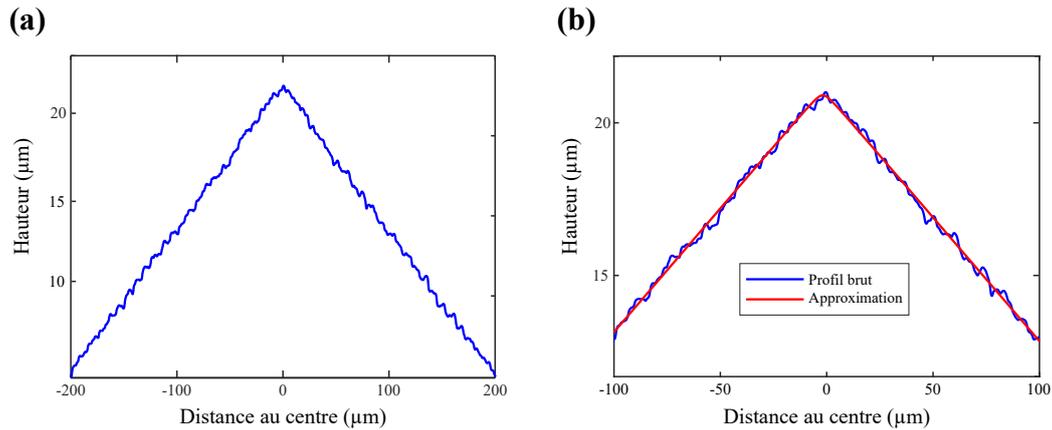


FIGURE 4.5 – (a) Profil extrait d'un des micro-axicons MA1 selon la direction  $90^\circ$  par rapport à l'écriture FLICE. (b) Même profil avec son approximation en rouge par l'équation 4.1.  $R_c$  estimé à  $28,2 \mu\text{m}$  sur  $[-100 - 100] \mu\text{m}$ .  $\alpha$  est estimé à  $5,12^\circ$  sur  $[-200 - 200] \mu\text{m}$ .

Cette première caractérisation opérée après usinage montre une bonne fidélité de fabrication bien que la technique de mesure employée empêche l'étude de la symétrie de rotation. Les échantillons seront donc analysés plus en détail après l'étape de polissage dans la partie suivante.

#### 4.3.1.2 Etat de surface

La caractérisation de l'état de surface de nos composants après usinage FLICE repose sur les mesures au profilomètre mécanique précédemment décrites. Ici, nous extrayons des profils les caractéristiques d'état de surface que sont la rugosité RMS et l'ondulation RMS au moyen d'un code MATLAB qui suit la démarche décrite en **annexe 1**. En guise d'exemple, les profils obtenus d'un micro-axicon MA2 pour une coupe prise à  $90^\circ$  sont présentés en **figure 4.6**.

**Résultats.** Les rugosités RMS déterminées selon la direction  $90^\circ$  sont plus élevées que celle déterminées selon la direction  $0^\circ$ . Dans le cas de MA1, elles s'élèvent en moyenne respectivement à  $140 \text{ nm}$  contre  $85 \text{ nm}$  (cut-off de  $30 \mu\text{m}$ ). Dans le cas de MA2 elles s'élèvent en moyenne respectivement à  $160 \text{ nm}$  contre  $120 \text{ nm}$  (cut-off de  $30 \mu\text{m}$ ). Les rugosités mesurées sur les micro-axicons correspondent à celles mesurées dans le cas de l'usinage d'une simple cavité, soit en moyenne  $150 \text{ nm}$  (voir **sous-sous-section 3.1.4.2**). Notons par ailleurs que MA2 présente une rugosité de surface supérieure en tout point à MA1. La gravure de MA2 semble donc plus irrégulière, probablement à cause de la tolérance de flèche plus faible que celle de MA1 choisie lors de la programmation ( $0,1 \mu\text{m}$  contre  $1 \mu\text{m}$ ).

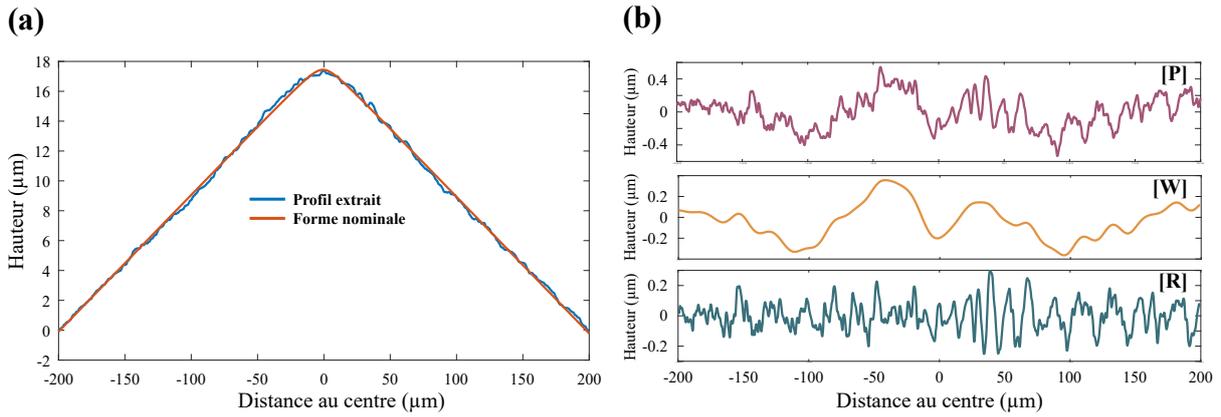


FIGURE 4.6 – (a) Pour une coupe à  $90^\circ$  d'un micro-axicon MA2, profil extrait et la forme nominale obtenue par l'approximation de l'équation 4.1. (b) de haut en bas : profil primaire [P], profil d'ondulation [W] (cut-off de  $30\mu\text{m}$ ) et profil de rugosité [R].

**Discussion.** Les rugosités de surface de nos composants restent trop importantes pour atteindre un poli de surface optique. Ces états de surface justifient donc la nécessité d'un polissage additionnel. On peut néanmoins souligner que les rugosités obtenues sont nettement inférieures à celles de composants similaires usinés par d'autres procédés d'usinage soustractifs que l'on trouve dans la littérature. À titre de comparaison, des rugosités moyennes de 650 nm résultent généralement de l'ablation laser femtoseconde [2, 4], ce qui représente plus de 4 fois les rugosités que nous obtenons.

## 4.3.2 Caractérisations après polissage laser $CO_2$

### 4.3.2.1 Fidélité de fabrication

**Confirmation de l'effet de lissage.** Les clichés pris à la loupe binoculaire de nos composants avant et après polissage confirment le lissage de surface effectif visible en **figure 4.7 (a)**. Les observations MEB, dans le cas de MA1 (voir **figure 4.7 (b)**) ne montrent aucune anomalie morphologique particulière et la surface ne semble pas avoir subi de déformation.

**Procédure d'analyse.** La même procédure que pour les composants non-polis est appliquée à la différence que nous sommes ici en mesure d'acquérir des topographies grâce à l'utilisation d'un profilomètre optique (MSA 500, Polytec, Waldbronn, Allemagne). Ce système nous permet d'étudier, entre autres, la distribution de valeurs des  $R_c$  et de  $\alpha$  autour de l'axe de révolution des axicons. Par ailleurs, les résultats de caractérisation de nos composants sont comparés à ceux d'un axicon commercial dit « de précision » (AX125 de Thorlabs), spécifié à un angle d'apex de  $5^\circ$ . Notons que cet axicon de précision présente un diamètre de 12,7 mm bien supérieur à celui de nos composants.

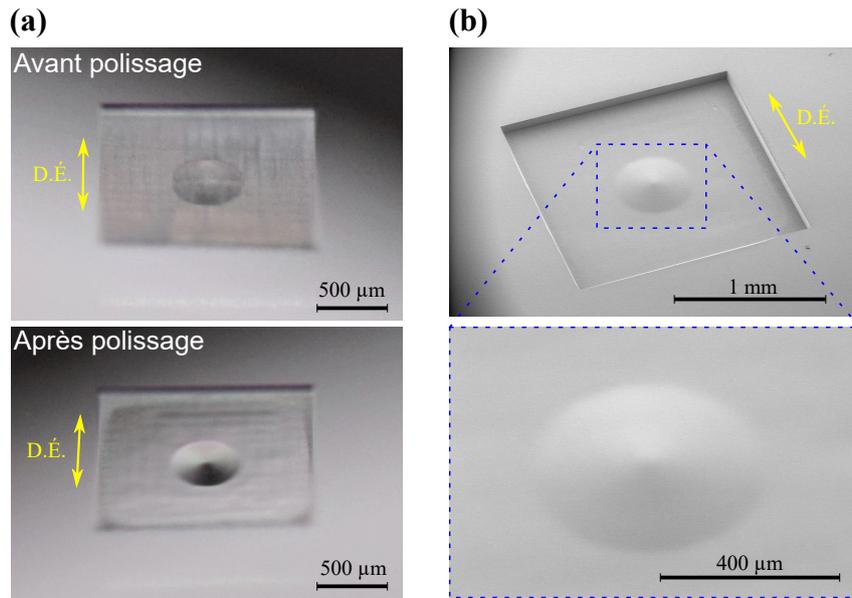


FIGURE 4.7 – (a) Clichés à la loupe binoculaire d’un micro-axicon MA1 avant polissage (en haut) et après polissage (en bas). (b) Clichés MEB du même micro-axicon avec un grossissement  $\times 50$  (en haut) et un grossissement  $\times 150$  (en bas). L’axicon grossi en  $\times 150$  apparaît flou car la surface est lisse.

**Topographies obtenues.** La topographie de chacun des 3 types d’axicons (MA1, MA2 et AX125) est réalisée de sorte que leur sommet soit pris comme référence au centre. La figure 4.8 (en haut) présente chacune de ces topographies. Grâce à elles, nous pouvons alors extraire un nombre important de profils de coupes radiales passant exactement par la pointe. Les profils orientés selon les directions  $0^\circ$  et  $90^\circ$  sont affichées en figure 4.8 (en bas).

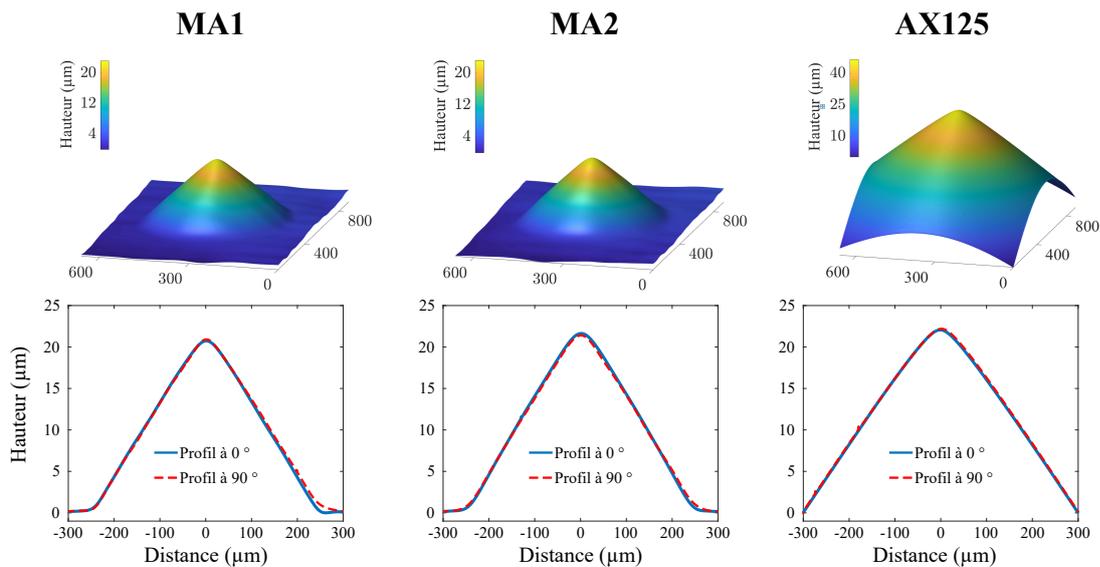


FIGURE 4.8 – (en haut) Topographies 3D de MA1 et MA2 après polissage et de l’AX125. Étendue de la surface :  $886 \times 662 \mu\text{m}^2$ . Facteur d’échelle  $\times 20$ . (en bas) Profils selon les coupes prises à  $0^\circ$  et  $90^\circ$ .

**Distribution de  $R_c$  et de  $\alpha$ .** Dans l'objectif d'analyser la distribution de  $R_c$  et de  $\alpha$ , chacune des coupes extraites est approximée selon l'équation 4.1. Pour chaque topographie obtenue, nous avons extrait 36 coupes (par pas de  $10^\circ$ ). Le **tableau 4.1** résume la distribution des valeurs de  $R_c$  et de  $\alpha$  présentées selon la moyenne, l'écart-type et l'étendue.

TABLEAU 4.1 – Valeurs moyennes, écart-types et étendues de l'angle d'apex  $\alpha$  et le rayon de courbure de la pointe  $R_c$  associés aux trois types de composants mesurés (MA1, MA2 et AX125). Valeurs calculées selon 36 coupes radiales extraites des topographies.

Composant	$\alpha$			$R_c$		
	Moyenne ( $^\circ$ )	Écart-type ( $^\circ$ )	Étendue ( $^\circ$ )	Moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Écart-type ( $\mu\text{m}$ )	Étendue ( $\mu\text{m}$ )
MA1	5,08	0,07	5,02 - 5,22	191	37	157 - 246
MA2	5,32	0,10	5,20 - 5,45	228	19	208 - 258
AX125	4,67	0,01	4,66 - 4,67	344	2	340 - 346

**Conclusions sur  $\alpha$ .** L'analyse de la distribution de l'angle autour de la pointe (voir **tableau 4.1** et **figure 4.9**) permet d'établir plusieurs conclusions quant à la fidélité de fabrication; non seulement concernant le respect de l'angle mais aussi vis-à-vis de la symétrie des composants. Les valeurs moyennes de l'angle associées à MA1 et MA2 s'élèvent respectivement à  $5,08^\circ$  et  $5,32^\circ$  (en tirets noirs sur la **figure 4.9**). Lors des premiers essais de fabrication abordés en **sous-sous-section 3.1.4.2** une valeur moyenne de  $5,77^\circ$  avec une étendue de  $[5,46^\circ - 6,18^\circ]$  (voir **figure 3.15**) était obtenue, on peut donc valider que la méthode de fabrication de nos composants a été optimisée (grâce à l'ajout des coupes de fragmentation du capot). Cependant, nos deux composants présentent des flancs plus obtus que désiré, avec MA1 se rapprochant davantage de la spécification que MA2. On remarque que la valeur moyenne de l'angle de l'axicon commercial AX125 est de  $4,67^\circ$  et diffère davantage de la valeur d'angle spécifiée que les micro-axicons. Toutefois, il est important de garder à l'esprit que cet angle moyen est évalué à partir d'une topographie sur un disque de  $500 \mu\text{m}$  de diamètre (comme pour les micro-axicons); le diamètre de l'AX125 étant bien plus grand ( $12,7 \text{ mm}$ ), cela peut donc expliquer la divergence avec l'angle spécifié de  $5^\circ$ . L'étendue des valeurs d'angle et de l'écart-type de l'angle associé à MA1 et à MA2 (respectivement  $0,07^\circ$  contre  $0,10^\circ$ ) montre que MA1 présente une meilleure symétrie que MA2. À nouveau, nous attribuons ce comportement à une gravure plus régulière obtenue grâce à une écriture FLICE exécutée plus fidèlement concernant MA1. En revanche, elle reste inférieure à celle de l'axicon commercial AX125 pour qui, au vu de l'écart-type de l'angle, est relevé à seulement  $0,01^\circ$ . Cela est probablement lié à leur plus grande dimension et à leur technique de fabrication reposant sur une technique d'abrasion rotative selon le principe exposé dans [5] (technique utilisée pour des composants de taille « macroscopique »).

**Conclusions sur le  $R_c$ .** Les rayons de courbure moyens associés à MA1 et MA2 sont respectivement déterminés à  $191 \mu\text{m}$  et  $228 \mu\text{m}$ . L'augmentation des valeurs de  $R_c$  résulte sans surprise du polissage (auparavant jusqu'à  $28 \mu\text{m}$ ). On retrouve la pointe de MA1

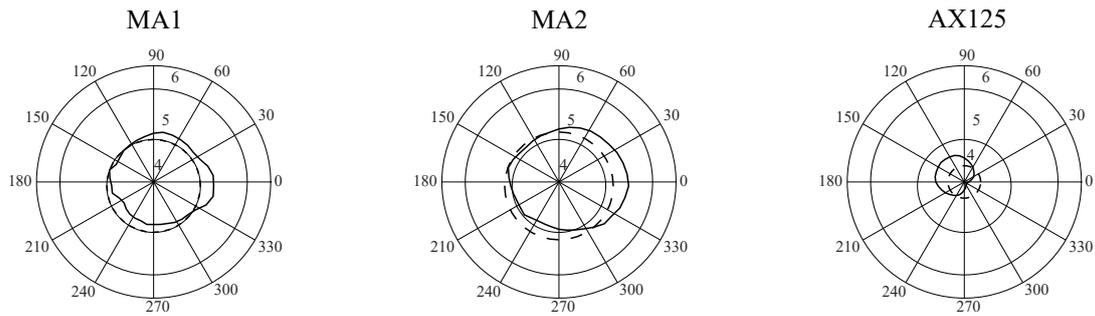


FIGURE 4.9 – Distribution de l'angle d'apex en fonction de 36 coupes radiales. Les moyennes sont tracées en tirets noirs.

plus acérée que celle de MA2 comme avant polissage. Néanmoins, l'écart-type élevé de  $R_c$  que présente MA1 (estimé à  $37 \mu\text{m}$ ) traduit une asymétrie de révolution localisée au niveau de la pointe. Cette tendance étant moins prononcée pour MA2 (écart-type de  $19 \mu\text{m}$ ), nous pouvons en conclure que la forme de la pointe de MA2 est plus symétrique que celle de MA1 mais toutefois moins fidèle (rayon de courbure plus élevé). Lorsqu'on compare avec l'AX125, pour lequel on relève un  $R_c$  moyen de  $344 \mu\text{m}$ , il est intéressant de constater que nos composants sont nettement plus pointus. En revanche, d'une manière analogue à ce que l'on peut conclure relativement à l'angle  $\alpha$ , nos composants restent assurément moins symétriques au niveau de la pointe; l'écart-type du  $R_c$  de l'AX125 est en effet de seulement  $2 \mu\text{m}$ .

**Rectitude des flancs.** Lors de nos premiers essais de fabrication de micro-axicon (voir **sous-sous-section 3.1.3.2**), nous avons déterminé que les flancs/pentes orientés dans la direction d'écriture étaient à la fois incurvés de manière concave mais aussi beaucoup plus inclinés. Les développements consécutifs ont cherché à corriger cet aspect. Pour vérifier si la correction a été faite, nous évaluons la rectitude des pentes selon la démarche suivie dans le cas de nos premiers essais de fabrication (approximation de chacune des pentes par un modèle d'ordre 1 et d'ordre 2 puis calcul de la RMSE). La **figure 4.10** présente la distribution selon la coupe radiale des valeurs de RMSE d'ordre 1 (RMSE1 en bleu) et d'ordre 2 (RMSE2 en rouge).

On constate que les valeurs de RMSE1 de MA1 et MA2 sont nettement plus faibles que celles des composants MA0 réalisés lors de nos premiers essais de fabrication. Celles-ci sont en moyenne inférieures à  $0,1 \mu\text{m}$  alors qu'elles atteignent jusqu'à  $0,4 \mu\text{m}$  avec MA0 (direction  $0^\circ$ ). MA1 semble être celui dont les pentes sont les plus rectilignes car, contrairement à MA2, le RMSE1 est plus faible et plus proche de son RMSE2. Pour MA1 comme pour MA2 nous remarquons finalement que la dispersion n'a pas d'orientation particulière, que ce soit dans la direction d'écriture FLICE ou tout autre direction. En ce sens, l'optimisation d'usinage a été efficace : les pentes sont relativement rectilignes selon une symétrie de révolution et la fidélité de fabrication est donc naturellement plus

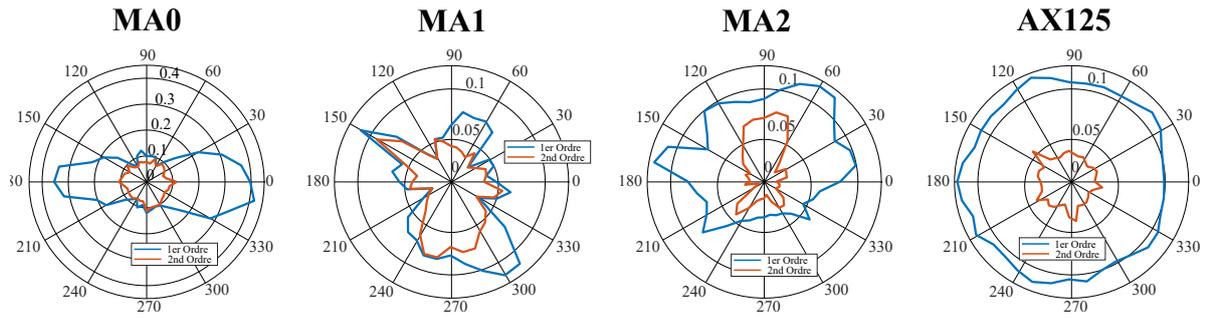


FIGURE 4.10 – Distribution de la RMSE d'ordre 1 (RMSE1 en bleu) et d'ordre 2 (RMSE2 en rouge) en fonction des 36 coupes radiales sélectionnées (calcul sur 200  $\mu\text{m}$  de longueur) pour chacun des composants MA1, MA2 et AX125 mais aussi MA0 repris de la figure 3.15.

élevée. Par ailleurs, on peut remarquer que les pentes de l'AX125 sont nettement moins rectilignes, bien que de symétrie de révolution. Dans les faits, les pentes sont incurvées de manière convexe (d'après les coefficients d'ordre 2 inclus dans les équations des modèles d'ordre 2). Cette incurvation est cohérente avec l'arrondissement prononcé de la pointe de l'AX125.

**Erreur de forme.** L'erreur de forme (ou « shape-error » en anglais) est le résultat de la soustraction d'un profil mesuré au profil idéal (un cône parfait d'angle  $5^\circ$ ). Cette approche souligne principalement l'écart entre la pointe réelle et la pointe idéale. Pour chacun des trois types de composants en notre possession, un profil d'erreur de forme est tracé en figure 4.11 (a). Dans le cas de MA1, on relève au niveau de la pointe un écart à la position idéale de 1,6  $\mu\text{m}$ . Pour ce qui est de MA2, cette erreur de forme est légèrement supérieure (1,8  $\mu\text{m}$ ).

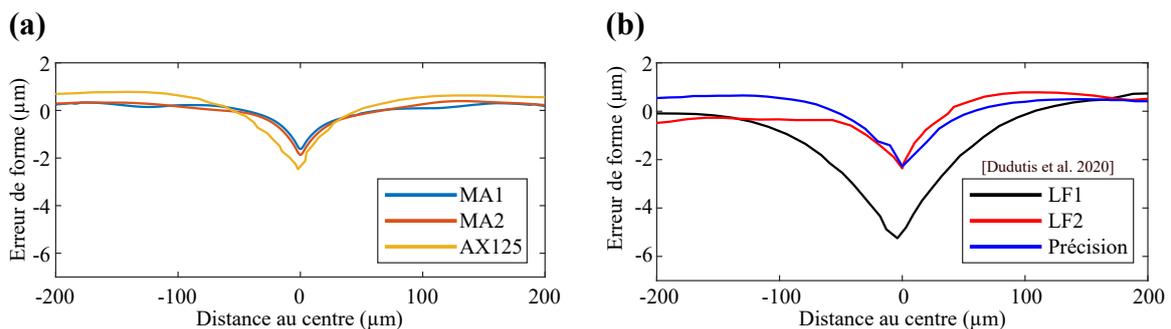


FIGURE 4.11 – (a) Tracé de l'erreur de forme de nos composants MA1, MA2 et AX125. (b) Tracé de l'erreur de forme des composants « LF1 », « LF2 » (fabriqués par ablation laser suivie d'un polissage au laser  $\text{CO}_2$ ) et d'un axicon de précision commercial, publié dans l'article de Dudutis et al. [2].

Ces écarts correspondent à 7 à 8 % de la hauteur totale du composant, néanmoins, ils sont en comparaison presque deux fois plus faibles que celui mesuré sur l'AX125 (erreur d'environ 3  $\mu\text{m}$ ) et même deux à trois fois plus faibles que ceux mesurés sur des composants

similaires fabriqués par une technique d’ablation laser et reporté dans l’article de *Dudutis et al.* [2] (voir **figure 4.11 (b)**). À l’égard de la littérature, cette meilleure fidélité de la pointe s’explique par la meilleure conservation du profil rendue possible par un polissage plus léger en raison d’une rugosité initiale (rugosité après usinage FLICE) plus faible. Nos composants présentent ainsi, en comparaison avec la littérature une plus grande fidélité de fabrication au niveau de la pointe.

#### 4.3.2.2 État de surface

**Procédure d’analyse.** L’acquisition des topographies précédemment obtenues permet de dériver les caractéristiques d’état de surface de nos composants selon la démarche détaillée en **annexe 1**. Les valeurs moyennes, écart-type et étendue de la rugosité RMS et de l’ondulation RMS calculées pour les 36 coupes extraites sont reportées dans le **tableau 4.2**.

*TABLEAU 4.2 – Valeurs moyennes, écart-types et étendues de la rugosité RMS ( $R_q$ ) et de l’ondulation RMS ( $W_q$ ) associés aux trois types de composants mesurés (MA1, MA2 et AX125). Valeurs calculées selon 8 coupes radiales extraites des topographies. Le cut-off appliqué pour l’estimation de ces valeurs est de 10  $\mu\text{m}$ .*

Composant	$R_q$			$W_q$		
	Moyenne (nm)	Écart-type (nm)	Étendue (nm)	Moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Écart-type ( $\mu\text{m}$ )	Étendue ( $\mu\text{m}$ )
MA1	0,9	0,1	0,7 - 1,0	68	13	47 - 85
MA2	0,8	0,2	0,6 - 1,1	55	9	40 - 71
AX125	0,7	0,1	0,6 - 0,8	34	7	23 - 43

**Analyse de la rugosité RMS.** La rugosité des composants est très nettement abaissée par l’étape de polissage. Comme nous pouvons le voir dans le **tableau 4.2**, les rugosités RMS ( $R_q$ ) moyennes pour MA1 et MA2 s’élèvent respectivement à seulement 0,9 nm et 0,8 nm pour un cut-off de 10  $\mu\text{m}$ , soit plus de deux ordres de grandeurs inférieures aux valeurs mesurées sur les composants avant polissage. Ces niveaux de rugosité sont plus bas que ceux observés durant la phase de développement du polissage sur cavités. Nous l’attribuons au recouvrement plus important appliqué lors de l’étape de polissage et aux distances parcourues par le spot laser plus grandes ayant favorisé l’effet cumulatif. Les niveaux moyens de rugosité obtenus, que ce soit sur MA1 ou MA2, sont caractéristiques de surfaces de qualité optique. À titre de comparaison, ils sont proches de celui de l’AX125 spécifié par Thorlabs à 0,6 nm (6 Å) et déterminé expérimentalement par nos soins à 0,7 nm. En outre, on retrouve sur nos composants une dispersion de la rugosité très faible autour de la pointe, notamment associée à un écart-type de seulement 0,1 nm. Cela dénote l’aspect très uniforme de la rugosité résultante après polissage. Néanmoins, notons qu’on observe à nouveau une rugosité est plus élevée selon la direction 90° que 0° ; conséquence définitivement inévitable de la gravure anisotrope induite par l’écriture FLICE par des lignes parallèles.

**Analyse de l'ondulation RMS.** L'ondulation, associée aux valeurs de  $W_q$  estimées et qu'on peut relier à la rectitude « locale » des flancs/pentes des micro-axicons reste très faible quel que soit le type de composant considéré. Les valeurs moyennes estimées sont en effet de l'ordre de 60 nm, valeur plus faible que celle de la rugosité RMS avant polissage. MA2 semble présenter de manière globale des flancs légèrement plus droits, que MA1 ( $W_q$  moyen de 55 nm et écart-type de 9 nm contre  $W_q$  moyen de 68 nm et écart-type de 13 nm). Ce degré de rectitude plus élevé des flancs de MA2 peut s'interpréter par une plus grande fidélité de fabrication au niveau des zones éloignées de la pointe, comme on le constate indirectement sur le tracé de l'erreur de forme en **figure 4.11 (a)**. Ici, l'écriture FLICE semble être interprétée plus fidèlement, contrairement aux zones situées au niveau de la pointe (la densité de segments décrivant le contour des axicons est plus faible qu'au niveau de la pointe car les fréquences spatiales sont plus hautes). Néanmoins, la surface de MA2 - et *a fortiori* de MA1 - reste nettement moins rectiligne que celle de l'AX125 pour lequel on relève une ondulation de 34 nm.

## 4.4. Caractérisation optique des composants

Réaliser la caractérisation optique de nos composants nous permet non seulement de connaître la qualité des faisceaux qu'ils mettent en forme mais aussi indirectement de quantifier la fidélité de leur fabrication. Afin de caractériser leurs aptitudes optiques, nous investiguons la mise en forme d'un faisceau incident sur les axicons en quasi-faisceaux de Bessel (QFB )

### 4.4.1 Méthodologie

#### 4.4.1.1 Matériel

Le banc utilisé permettant de reconstruire en 3D la distribution d'intensité lumineuse d'un faisceau optique. Ce système, assemblé dans le passé par notre équipe [6], est initialement dédié à la mesure de la fonction d'étalement du point en intensité - ou « Intensity Point Spread Function » (IPSF) en anglais - de composants micro-optiques. Il est basé sur l'acquisition de la distribution d'intensité lumineuse sur de multiples plans transversaux constituant le volume focal du faisceau mis en forme. Le dispositif, schématisé sur la **figure 4.12**, capture l'intensité lumineuse de chaque plan transversal au moyen du déplacement longitudinal du système d'imagerie mobile, constituée d'un système optique de grossissement associé à une caméra CMOS ( $\mu$ Eye UI-1545LE-M-GL, IDS). Chaque translation est réalisée grâce à un servomoteur (Ealing 37-1104) selon un pas choisi.

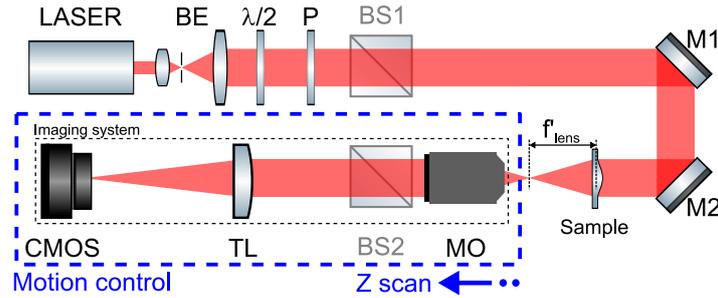


FIGURE 4.12 – Schématisation du système sur-mesure pour la construction en 3D de l'intensité lumineuse de faisceaux optiques. Dans cet exemple, l'échantillon testé est une lentille convergente. On y retrouve un extenseur de faisceau avec filtrage spatial (BE), une lame demi-onde ( $\lambda/2$ ), un polariseur (P), des miroirs (M1 et M2), un objectif de microscope (MO) et une lentille tube (TL). Tiré de [6].

Dans le cadre de nos caractérisations, chaque composant testé est éclairé par un laser He-Ne de longueur d'onde centrée sur  $\lambda = 632,8$  nm et dont le faisceau Gaussien est collimaté par un agrandisseur de faisceau lui permettant d'atteindre un waist  $W_0 = 240$   $\mu\text{m}$ . Le diamètre du faisceau incident est choisi plus faible que l'ouverture de nos composants pour éviter les phénomènes de diffraction sur les bords des composants.

Ce système d'acquisition permet d'extraire de multiples sections transversales (distributions d'intensité XY) et longitudinales (distributions d'intensité XZ) associées aux volumes focaux enregistrés.

Pour les mesures présentées ci-dessous, chaque translation longitudinale est réalisée selon un pas de 25  $\mu\text{m}$  et l'origine de la distance longitudinale est choisie comme la position de la pointe de l'axicon.

#### 4.4.1.2 Critères de caractérisation

**Représentation d'un QFB.** En 3D, la distribution en intensité d'un QFB se caractérise par un long lobe central étroit/mince et intense entouré d'anneaux concentriques uniformément séparés selon les plans transversaux (fonction de Bessel d'ordre 0), comme représenté en **figure 4.13**.

**Caractéristiques du faisceau.** Dans un cas idéal (pointe parfaite), le QFB démarre dès la pointe de l'axicon et son diamètre est invariable jusqu'à son extinction nommée  $Z_{max}$  qui dépend de l'angle de l'axicon et du diamètre éclairé. Le diamètre du lobe central - que nous définirons comme la largeur totale à mi-hauteur du pic d'intensité (FWHM) - est donné par l'expression suivante, tirée de [8] :

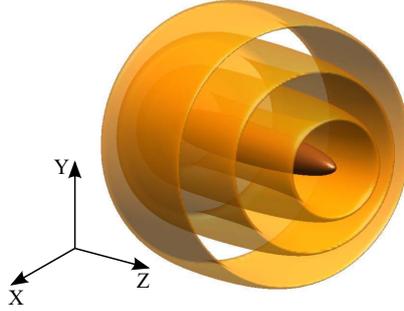


FIGURE 4.13 – Représentation 3D de la distribution en intensité d'un faisceau de quasi-Bessel se propageant selon l'axe Z. Tiré de [7].

$$FWHM = \frac{2,5327}{\frac{2\pi}{\lambda} \sin((n-1)\alpha)}$$

Avec  $\lambda$  la longueur d'onde du faisceau incident,  $n$  l'indice de réfraction (1,45 pour le FS) et  $\alpha$  l'angle d'apex.

L'extinction du lobe central, correspond à la distance nommée  $Z_{max}$ , définie par la relation suivante [8], valable uniquement dans l'approximation paraxiale :

$$Z_{max} = \frac{W_0}{\tan((n-1)\alpha)} \quad (4.2)$$

Avec  $W_0$  le diamètre du faisceau collimaté incident.

Dans un cas réel, la mise en forme du QFB est retardée à une distance donnée de la pointe de l'axicon en raison de son arrondi [1], comme illustré sur la **figure 4.1**. Par ailleurs, le diamètre du lobe central est légèrement modulé en fonction des variations de  $\alpha$  (inclinaison moyenne et ondulation des flancs). On peut donc identifier ces imperfections grâce à l'analyse de la distribution d'intensité générée par le composant.

Dans notre cas, comme on peut le constater en **figure 4.14**, les lobes centraux de MA1, MA2 et AX125 - caractérisés longitudinalement par une ligne longue et fine (en bas) - sont générés à des distances différentes de la pointe des composants ( $z = 0$  mm).

En outre, comme on peut le remarquer sur les différentes coupes transversales sélectionnées (en haut), les dimensions du lobe central ne sont pas identiques, en termes de diamètre et de symétrie.

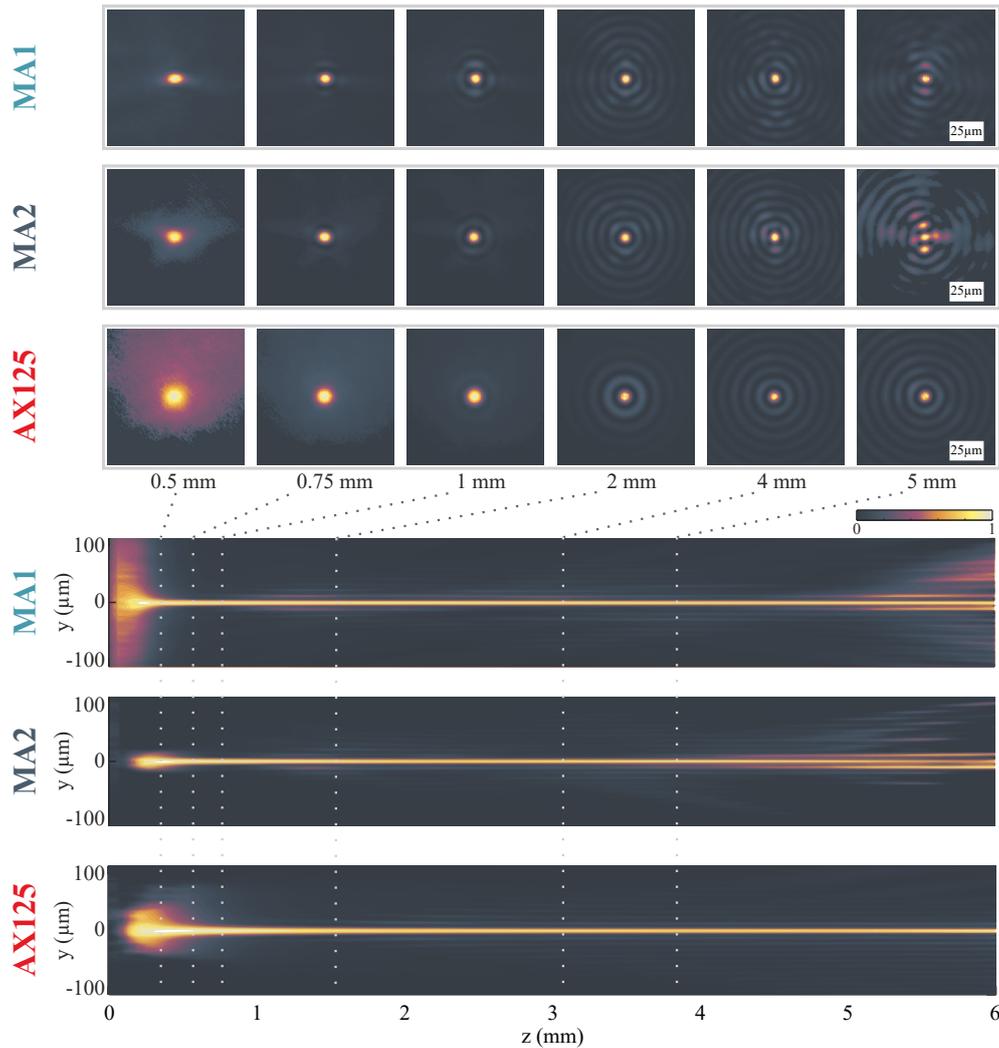


FIGURE 4.14 – (en haut) : sections transversales (XY) du faisceau prises à plusieurs distances de la pointe. On observe sur ces sections un noyau central (associé au pic central très intense) parfois entouré d’anneaux concentriques peu intenses. (en bas) : une section longitudinale (YZ).

## 4.4.2 Caractéristiques des faisceaux et ses implications

### 4.4.2.1 Distance de démarrage

La **figure 4.15** rassemble, pour chaque composant testé, le profil longitudinal d’intensité sur l’axe optique OZ (au milieu) et l’évolution du diamètre du noyau central (en bas) obtenue pour la distribution d’intensité d’une section longitudinale (en haut). En outre, le graphique de l’évolution du diamètre, comporte également la valeur théorique d’un axicon idéal, c’est-à-dire entièrement conique, de même angle (les valeurs d’angle sont reportées dans le **tableau 4.1**). Ces largeurs théoriques sont de  $6,2 \mu\text{m}$  pour AX125,  $5,5 \mu\text{m}$  pour MA1 et  $5,3 \mu\text{m}$  pour MA2.

Au regard du profil longitudinal d’intensité sur l’axe optique OZ et de l’évolution du

diamètre du noyau central, les QFB générés par MA1 et MA2 démarrent plus près de la pointe (typiquement à 1 mm de la pointe) que celui généré par AX125 (2 mm). On notera également qu'en comparaison avec la littérature, ces distances de démarrage sont nettement plus courtes que celles obtenues par des axicons fabriqués par ablation laser [2, 4] qui atteignent typiquement les 3 mm.

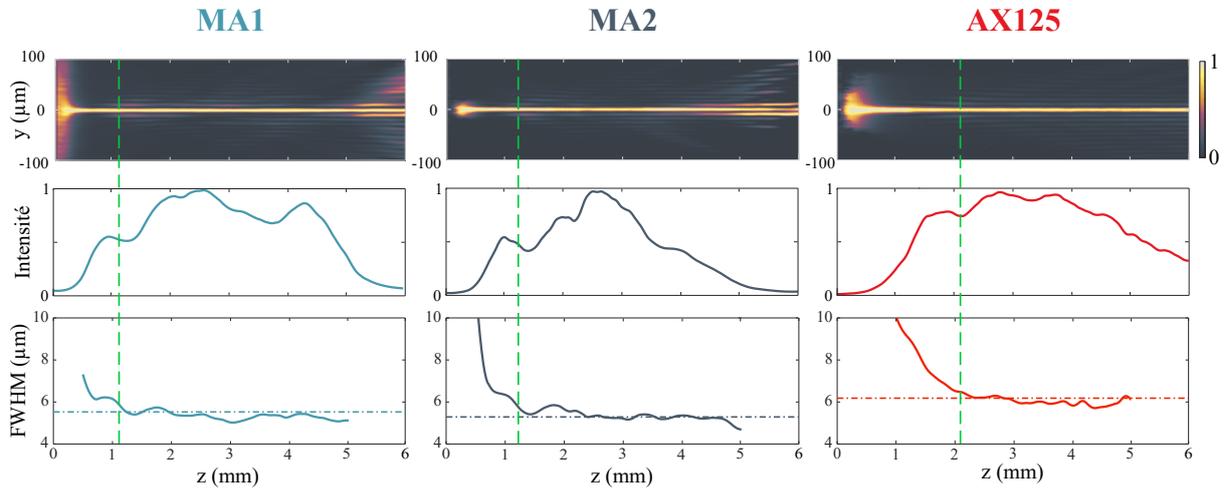


FIGURE 4.15 – Pour chacun des composants testés : (en haut) distribution d'intensité d'une section longitudinale (YZ). L'intensité est normalisée afin de pouvoir visualiser l'entière propagation des faisceaux ; au milieu : profil d'intensité longitudinal sur l'axe OZ ; (en bas) profil du diamètre du lobe central évalué selon la coupe (YZ).

Cela confirme alors indirectement que la pointe de nos composants est effectivement moins arrondie - et donc plus fine - que celle de l'AX125 et des composants fabriqués par ablation laser, ce qui est cohérent avec nos caractérisations morphologiques. Cet aspect est important dans le cadre de la réalisation de composants micro-optiques voués à être intégrés dans des microsystèmes optiques pour lesquels les contraintes de compacité sont importantes.

#### 4.4.2.2 Distance d'extinction $Z_{max}$

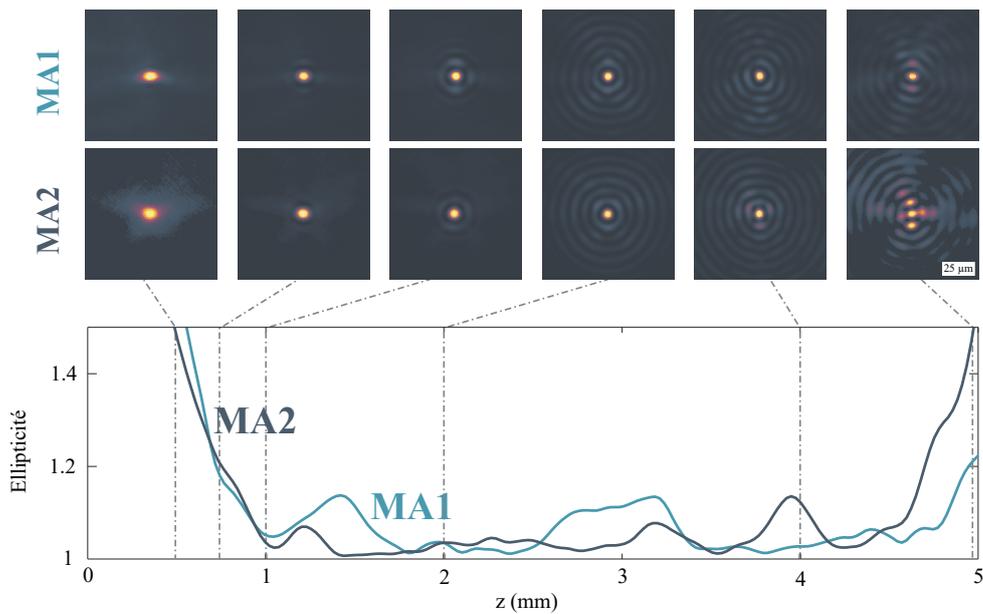
En utilisant l'équation 4.2, si l'on tient compte des angles moyens mesurés rapportés dans le tableau 4.1,  $Z_{max}$  (la distance d'extinction du lobe central) atteint idéalement la valeur de 6,54 mm pour AX125, 6,01 mm pour MA1 et 5,74 mm pour MA2. Ainsi, nos micro-axicons fabriqués doivent générer des QFB plus courts en raison de leurs angles d'apex moyens supérieurs : cette différence s'observe nettement sur les profils d'intensité selon OZ (voir milieu de la figure 4.15). Néanmoins, le  $Z_{max}$  de MA1 et MA2 (distance où l'intensité sur l'axe optique chute drastiquement), se situe aux distances  $z \approx 5,25$  mm pour MA1 et  $z \approx 4,75$  mm pour MA2. Cette disparition prématurée du lobe central se matérialise par l'apparition de lobes latéraux asymétriques nettement visibles sur les coupes transversales en haut de la figure 4.14, pour  $z = 5$  mm. Ce comportement est

attribué à la partie basse de nos micro-axicons (voir **figure 4.1**) et à ses irrégularités en termes de symétrie et d'angle (en particulier MA2).

#### 4.4.2.3 Symétrie du lobe central

Les distributions d'intensité transversales reportées en **figure 4.15 (en haut)** affichent des sections du lobe central qui ne sont pas totalement circulaire mais plutôt elliptique concernant les composants MA1 et MA2. On retrouve ici les conséquences de la symétrie de révolution dégradée de MA1 et MA2 comparée à celle de AX125 observée auparavant lors de nos caractérisations morphologiques.

La **figure 4.16** présente l'évolution de cette ellipticité transverse en fonction de la distance de propagation. La valeur de l'ellipticité du lobe central  $\epsilon$  pour une section transversale donnée est définie comme le rapport du grand axe sur le petit axe, tous deux estimés par analyse de multiples coupes radiales.



**FIGURE 4.16** – Évolution de l'ellipticité  $\epsilon$  du lobe central du QFB généré par MA1 et MA2.

Comme on peut l'observer pour des  $z < 1$  mm - la zone où le QFB commence à se former - le lobe central présente une ellipticité élevée (jusqu'à  $\epsilon = 1,66$  dans le cas de MA1). Cette ellipticité, synonyme d'une forte asymétrie au niveau de la pointe, semble d'ailleurs plus élevée pour MA1 que pour MA2. Cela confirme les conclusions de nos résultats de caractérisation morphologiques : MA1 est moins symétrique que MA2 au niveau de la pointe. De même, l'ellipticité au début du QFB ( $z \approx 1$ mm) est aussi plus élevée pour MA1 que pour MA2 ; ce qui confirme que MA2 est également plus symétrique que MA1 dès lors que l'on s'éloigne légèrement de la pointe, comme nous l'avons vu précédemment.

À l'autre extrémité, pour des  $z > 4,5$  mm, l'ellipticité de MA1 et de MA2 augmentent drastiquement, mais cette fois MA1 produit un faisceau plus symétrique que MA2, lequel produit de surcroît des lobes latéraux asymétriques bien plus tôt. Cela suggère que MA2 est moins symétrique que MA1 au niveau de la partie inférieure, ce qui est en accord avec nos caractérisations morphologiques (dispersion de l'angle plus forte pour MA2). En ce qui concerne les plages intermédiaires, pour des  $z$  compris entre 1 mm et 4,5 mm pour MA2 et pour des  $z$  compris entre 1 mm et 4,75 mm pour MA1, nous remarquons que l'ellipticité reste relativement stable et faible. Les valeurs oscillent en effet entre 1,00 et 1,15 seulement. Pour les deux modèles de micro-axicons, cela traduit une fidélité de fabrication élevée au niveau de la ceinture intermédiaire.

**Longueur opérationnelle.** Si l'on définit la longueur opérationnelle des QFB générés par nos composants comme étant la plage pour laquelle le QFB a un lobe central stable le plus symétrique possible, nous constatons que MA2, malgré une longueur opérationnelle légèrement plus courte que MA1 (3,50 mm contre 3,75 mm), présente une meilleure qualité de faisceau dans la mesure où l'ellipticité reste plus proche de 1 et la largeur plus stable. Ce comportement de MA2 va ainsi dans le sens des conclusions tirées des caractérisations d'état de surface : l'ondulation des flancs de MA2 est plus faible que celle de MA1.

### 4.4.3 Discussion

Pour résumer ce travail de caractérisation, nous retiendrons les points suivants :

- En comparaison avec la littérature, nos composants présentent une pointe plus acérée et ont donc une plus grande fidélité de fabrication. Cette plus grande fidélité au niveau de la pointe se traduit par une mise en forme plus précoce d'un quasi faisceau de Bessel, atout important pour l'utilisation de ce type de composants dans des microsystemes optiques.
- Ils sont légèrement asymétriques au niveau de la pointe mais aussi des parties basses contrairement à la ceinture intermédiaire.
- Le modèle MA1 (tolérance corde élevée) est plus fin au niveau de la pointe que MA2 (tolérance corde basse) mais beaucoup moins symétrique. Au niveau de la ceinture intermédiaire, MA1 est en revanche plus symétrique que MA2. Les flancs de MA1 sont aussi plus droits que MA2 mais les flancs de MA2 présentent une ondulation plus faible.
- Bien que les deux composants MA1 et MA2 présentent des caractéristiques proches, MA2 se distingue. Il est en effet capable de mettre en forme un QFB démarré à seulement 1 mm de sa pointe, qui présente un lobe central de seulement 5,3  $\mu\text{m}$  de diamètre, stable et non-elliptique sur une distance de 3,50 mm, ce qui correspond à un rapport d'aspect de 660.

# Bibliographie du chapitre 4

- [1] Oto BRZOBOHATÝ et al. « High quality quasi-Bessel beam generated by round-tip axicon ». *Optics Express* 16.17 (2008), p. 12688. DOI : 10.1364/OE.16.012688.
- [2] Juozas DUDUTIS et al. « Laser-fabricated axicons challenging the conventional optics in glass processing applications ». *Optics Express* 28.4 (2020), p. 5715. DOI : 10.1364/OE.377108.
- [3] Benoît DÉPRET et al. « Characterization and modelling of the hollow beam produced by a real conical lens ». *Optics Communications* 211.1-6 (2002), p. 31-38. DOI : 10.1016/S0030-4018(02)01900-4.
- [4] Simon SCHWARZ et al. « Fabrication and evaluation of negative axicons for ultrashort pulsed laser applications ». *Optics Express* 28.18 (2020), p. 26207. DOI : 10.1364/OE.401084.
- [5] Thierry GROSJEAN et al. « Fiber microaxicons fabricated by a polishing technique for the generation of Bessel-like beams ». *Applied Optics* 46.33 (2007), p. 8061. DOI : 10.1364/AO.46.008061.
- [6] Maciej BARANSKI et al. « A simple method for quality evaluation of micro-optical components based on 3D IPSF measurement ». *Optics Express* 22.11 (2014), p. 13202. DOI : 10.1364/OE.22.013202.
- [7] Francois COURVOISIER et al. « Contrôle et application des faisceaux “non diffractants” ultrabrefs à l’ablation à haut rapport de forme » (2011).
- [8] D. MCGLOIN et al. « Bessel beams : Diffraction in a new light ». *Contemporary Physics* 46.1 (2005), p. 15-28. DOI : 10.1080/0010751042000275259.

# Conclusion générale et perspectives

## Résumé des travaux

Le travail de cette thèse s'est déroulé en deux grandes étapes :

1. La première étape a concerné le développement d'une méthode de fabrication en explorant et en optimisant diverses stratégies d'usinage et de polissage, afin d'obtenir des résultats les plus satisfaisants possibles en termes de fidélité de fabrication et de qualité optique sur le FS comme sur le BF33. Grâce à des caractérisations morphologiques et/ou d'état de surface de ces composants de test, cette première étape a permis de tirer des conclusions quant à la pertinence des stratégies utilisées et à leur influence sur la fidélité de fabrication.
2. La seconde a concerné la réalisation puis la caractérisation d'un démonstrateur dont le profil particulier permet de le qualifier de « sur-mesure », à savoir un micro-axicon plan-convexe de 500  $\mu\text{m}$  de diamètre et de  $5^\circ$  d'angle d'apex, afin de démontrer l'intérêt et la validité du procédé de fabrication qui a été mis au point.

## Principales conclusions de ce travail

**Influence de l'écriture laser des surfaces à réaliser.** Nous avons observé que la qualité de l'écriture laser peut être considérablement dégradée si les surfaces à écrire sont trop proches d'une interface air-verre, probablement à cause des contraintes mécaniques générées par le laser au moment de l'écriture. Par conséquent, il est important de positionner les surfaces à écrire à une profondeur suffisante, corrélée à la hauteur de la Zone Affectée par le Laser (LAZ) qui dépend donc de l'objectif d'écriture utilisé (10  $\mu\text{m}$  minimum dans le cas de l'utilisation d'un objectif  $\times 50$  par exemple).

Nous avons également constaté qu'une écriture de la surface selon des cercles concentriques conduit à de mauvais états de surface au centre du motif balayé ; sans doute parce que le logiciel de balayage peine à maintenir de manière constante l'énergie laser déposée sur des cercles de faibles rayons. De façon surprenante, une écriture selon des lignes parallèles est donc recommandée, même pour des surfaces de révolution.

**Influence de la gravure.** Après gravure d'une surface d'intérêt (écrite selon des lignes parallèles) on constate que la rugosité RMS est plus faible dans la direction d'écriture que dans la direction perpendiculaire. Cela s'explique par l'anisotropie de ce type de gravure : la solution pénètre plus rapidement dans la direction d'écriture que dans la direction perpendiculaire à l'écriture.

Après gravure d'une surface conique, nous avons mis en évidence des décalages significatifs entre la surface réalisée et la surface souhaitée pour une gravure de la surface d'intérêt démarrant de sa périphérie vers le centre de la lentille. Ces décalages sont dus à des effets de sur-gravure, ce qui nous a amenés à proposer d'acheminer le liquide de gravure vers la surface d'intérêt via des coupes verticales réparties sous la forme d'un quadrillage. Cette méthode a pour effet de fragmenter le volume à évacuer (le capot), mais permet surtout d'homogénéiser le temps d'exposition à la solution de gravure pour tous les points de la surface d'intérêt.

En complément, un plan d'expérience a permis de déterminer les paramètres minimisant le temps de libération de la surface d'intérêt. Nous avons ainsi montré que le « pas d'usinage » (distance entre les lignes de balayage) doit être le plus faible possible (1  $\mu\text{m}$  dans notre cas), tout comme la « distance d'arrêt » (distance entre le fond du quadrillage permettant l'accès de la solution de gravure à la surface d'intérêt) qui doit être de 12  $\mu\text{m}$  pour assurer la libération de la surface sans que les coupes verticales du quadrillage ne « marquent » la surface d'intérêt. De même, le pas de fragmentation du capot doit aussi être le plus faible possible (il a été fixé à 100  $\mu\text{m}$  dans notre expérience). Cette méthode a permis d'améliorer significativement la fidélité d'usinage comme en témoignent à la fois la valeur moyenne de l'angle d'apex plus proche de la valeur ciblée, la plus faible dispersion de l'angle mais aussi la plus grande « rectitude » des flancs relevés sur nos composants MA1 et MA2.

**Influence du polissage par laser  $CO_2$ .** Dans tous les cas, la rugosité résiduelle après gravure reste de l'ordre de 80 nm dans la direction d'écriture et 150 nm dans la direction perpendiculaire, ce qui montre l'absolue nécessité d'un polissage pour permettre des applications à l'optique.

En ce qui concerne la Silice Fondue (FS), un phénomène d'affaissement de la surface se produit lorsque la puissance laser est trop élevée. De ce fait, malgré une diminution significative de la rugosité RMS, la surface est déformée à plus grande échelle ce qui se traduit par une « ondulation » de la surface plus importante. Un bon compromis a été trouvé pour une puissance laser  $CO_2$  de l'ordre de 5,55 W selon un spot laser de 250  $\mu\text{m}$  de diamètre et une vitesse à 2 mm/s. En utilisant deux balayages successifs, d'abord suivant X puis suivant Y, avec un recouvrement entre les lignes de 150  $\mu\text{m}$ , nous sommes parvenus à atteindre une ondulation relativement faible (400 nm) et une rugosité quasi-uniforme (entre 11,4 nm dans la direction d'écriture FLICE et 14,1 nm à 90°).

Au cours de ces expériences nous avons constaté un « effet de marche », c'est-à-dire une diminution de l'effet de polissage quand le faisceau du laser  $CO_2$  traverse une marche verticale. L'illumination des surfaces supérieures et inférieures est perturbée lors du passage d'une marche, ce qui dégrade le polissage des zones proches des bords verticaux. En conséquence, cela nous a amené à devoir décaler les bords verticaux suffisamment loin des composants.

Nous avons aussi observé que le polissage des structures en BF33 est plus difficile que celui du FS. Il entraîne souvent des cassures macroscopiques que nous expliquons par un fort gradient thermique dû à l'irradiation laser  $CO_2$  que le matériau semble difficilement supporter. Malgré un coefficient de dilatation thermique faible et donc une résistance accrue aux chocs thermiques, le polissage par laser  $CO_2$  du BF33 nécessite donc des précautions particulières et reste à développer.

**Conclusions tirées de la fabrication de micro-axicons.** Nous avons réalisé deux modèles (MA1 et MA2) d'un même axicon, qui diffèrent par la précision de la programmation numérique de leur écriture FLICE. Dans les 2 cas, la distance entre une courbe et son approximation par des segments successifs (cordes) doit rester inférieure à la « tolérance de flèche », fixée à 1  $\mu\text{m}$  pour MA1 et 0,1  $\mu\text{m}$  pour MA2 (qui sera ainsi décrit plus finement, avec plus de segments, que MA1). Nous avons aussi pris pour référence un axicon commercial dit « de précision » (AX125) de Thorlabs et des résultats de caractérisation présentés dans la littérature.

Pour les 2 modèles :

- En ce qui concerne l'état de surface, les rugosités RMS ( $R_q$ ) et ondulations RMS ( $W_q$ ) mesurées sur les flancs de nos micro-axicons atteignent des niveaux très faibles (respectivement de 0,9 nm et 55 nm). Ces niveaux sont très proches de ceux relevés sur l'AX125 et nettement meilleures que les composants présentés dans la littérature (réalisés par ablation laser).
- En ce qui concerne la fidélité de fabrication, les rayons de courbure des pointes de nos composants passent de  $\approx 30 \mu\text{m}$  à  $\approx 200 \mu\text{m}$  après polissage. Sur des critères de rayons de courbure et d'erreur de forme, les pointes de nos composants restent finalement plus acérées que celles des composants utilisés pour la comparaison. Pour cette raison, nos composants permettent de générer des quasi-faisceaux de Bessel plus proches de la pointe
- La partie qualifiable de plus fidèle reste la ceinture intermédiaire entre la pointe et la base de nos composants (compte tenu de l'erreur de forme, la dispersion de l'angle, la rectitude des flancs mais aussi de la faible ellipticité relevée sur les QFB générés). Néanmoins, il faut souligner que cette fidélité (notamment au niveau de la symétrie) est toujours bien inférieure à ce qui est obtenu sur un axicon commercial. La fidélité de fabrication perd toutefois en niveau sur la partie basse et la pointe des axicons

où on relève des asymétries plus fortes que l'AX125. Ces asymétries entraînent l'extinction prématurée du quasi-faisceau de Bessel (QFB) et des distorsions du noyau central en début de QFB (baisse des performances optiques).

Différences entre les deux modèles :

- Au niveau de la pointe, l'axicon MA1 est plus fin que MA2 mais beaucoup moins symétrique, donc moins fidèle.
- Au niveau des flancs, MA1 est en revanche plus symétrique et avec des flancs globalement plus droits (donc plus fidèle que MA2). Néanmoins, MA2 présente une ondulation plus faible de ses flancs

Sur des critères « géométriques » il est donc difficile de trancher entre les deux modèles. Cependant, le critère final étant la performance optique, on peut dire que MA2 est le modèle qui présente les meilleurs résultats.

**Bilan.** De toutes ces conclusions, nous retiendrons deux points principaux :

1. Grâce au degré d'optimisation auquel nous sommes arrivés, la méthode de fabrication que nous avons développée permet d'obtenir des microlentilles avec une fidélité plus importante que ce qui est relevé sur un composant commercial dit « de précision » (AX125) et dans la littérature (procédé par ablation laser).
2. Notre méthode fournit des résultats en termes d'états de surface qui rivalisent avec les composants commerciaux (poli optique) et qui sont aussi plus intéressants que ce qu'on retrouve dans la littérature.

En définitive, nous pouvons affirmer que notre procédé de fabrication est, à notre connaissance, le plus pertinent et le plus prometteur pour la réalisation de microlentilles sur-mesure. Néanmoins, de nombreux axes d'amélioration sont encore à prévoir si l'on souhaite repousser les limites que nous avons posées.

## Perspectives

**Perspectives d'optimisation des études.** Au cours du développement de l'usinage FLICE, nous avons à plusieurs reprises été limités par le manque d'accès aux programmes d'écriture laser qui sont interprétés par la machine. Par exemple, nous n'avons pas pu démontrer la raison pour laquelle l'écriture de la surface d'intérêt sous forme de cercles concentriques amenait à des résultats non-escomptés. N'ayant pas eu la possibilité d'examiner le G-Code exécuté, il nous a été difficile de savoir si les erreurs d'usinage proviennent d'une mauvaise interprétation par la machine d'écriture, des instructions dans le code lui-même ou encore de la programmation sur AlphaCAM. Ainsi, il serait intéressant de

pouvoir extraire les informations transmises à la machine à chaque étape pour vérifier l'origine des phénomènes observés et de proposer une correction appropriée.

Plus généralement, le logiciel AlphaCAM ne nous permettait pas de programmer des types d'écritures autres que les cercles concentriques et les lignes parallèles : nous n'avons donc pas pu explorer des stratégies d'écritures basées sur des balayages en spirale ou encore des balayages hybrides. Or, l'écriture sous forme de lignes parallèles (que nous avons retenue) implique une gravure anisotrope qui introduit des irrégularités dans la morphologie des structures, ce que nous avons tenté de compenser par des optimisations. Ce mode d'écriture n'est donc pas nécessairement le plus pertinent : il n'est pas exclu qu'en ayant la possibilité de tester d'autres types de balayage, nous pourrions obtenir de meilleurs résultats.

Quelques interrogations sont aussi restées en suspens, bien qu'optionnelles compte-tenu de nos objectifs visés. Nous n'avons pas pu démontrer avec certitude pourquoi l'écriture d'une surface d'intérêt proche de l'interface air-verre n'est pas faisable. Nous avons déterminé une bande dans laquelle il est vraisemblablement impossible d'usiner une surface correctement, mais il serait intéressant d'en déterminer la raison exacte, dans l'éventualité où des contraintes de conception amèneraient à devoir réaliser une structure très proche de l'interface air-verre.

Au cours du développement du polissage laser  $CO_2$ , nous avons dû abandonner le développement du BF33 en raison des difficultés rencontrées. Néanmoins, nous avons imaginé une solution de résolution même si nous n'avons pas pu la mettre en place et la tester. Celle-ci consiste à chauffer à haute température (proche des  $800^\circ C$ ) le substrat dans son volume afin de minimiser le gradient de température formé lors de l'irradiation entre la surface supérieure et inférieure. S'il était possible d'obtenir, grâce à cette solution par exemple, une méthode de polissage optimisée pour le BF33, cela offrirait des perspectives très intéressantes. Grâce à l'intégration des composants optiques en BF33 sur des microsystemes en Silicium par soudure anodique, il deviendrait alors possible de réaliser des MOEMS.

**Perspectives applicatives.** En guise de démonstrateur, nous nous sommes bornés à la fabrication de micro-axicons de faible angle d'apex. Grâce à la méthode de fabrication que nous avons développée, il serait intéressant de tenter la fabrication d'autres composants optiques avec des profils paramétrés plus arbitraires. La fidélité de fabrication obtenue étant prometteuse, nous pouvons espérer que des profils encore plus sophistiqués puissent être réalisés.

Par ailleurs, les aptitudes de la technique FLICE tels que l'usinage monolithique et dans le volume n'ont pas été exploités au cours de ce travail de thèse. Compte-tenu des résultats obtenus, l'idée de réaliser un démonstrateur entièrement monolithique de type MOEMS telle qu'une lentille intégrée sur un peigne interdigité semble aussi envisageable. Moyennant l'étude de l'usinage de la partie MEMS (le peigne interdigité), nous pensons que de bons

résultats peuvent être obtenus.

Enfin, une autre idée intéressante et peut-être plus concrète serait de réaliser un empilement de lentilles au sein d'un système optique « auto-aligné ». En tirant parti du dispositif d'écriture à notre disposition (la machine FEMTOprint), on pourrait imaginer un système optique bi-face composé d'une lentille sur la face supérieure et d'une autre sur la face inférieure, dont l'alignement serait parfaitement garanti grâce à une session d'écriture unique. Ce genre de structure est déjà en cours de développement et les premiers résultats obtenus à la fin de cette période de thèse sont plutôt encourageants.

**Annexe 1 :**  
**Procédure de caractérisation de la  
morphologie et de l'état de surface**

Dans cette annexe, nous avons souhaité expliquer la procédure appliquée lors de chacune des démarches de caractérisation de la morphologie et de l'état de surface de nos structures fabriquées.

## Choix de l'appareil de mesure

La caractérisation de la morphologie et/ou de l'état de surface des structures usinées par FLICE et parfois polies par laser  $CO_2$ , a pu être réalisée grâce à deux différents types d'appareils de mesure de profil disponibles dans notre institut de recherche, à savoir : un profilomètre optique à lumière blanche et un profilomètre mécanique à stylet. En fonction des conditions d'utilisation, nous avons dû faire le choix de l'un ou l'autre de ces appareils.

- **Le profilomètre optique à lumière blanche** (MSA 500, Polytec, Waldbronn, Allemagne) permet de réaliser la topographie (profil 3D) d'une structure en quelques secondes seulement et selon une résolution sub-nanométrique. C'est donc un moyen ultra rapide et précis de mesure de profil. Grâce à l'acquisition topographique de la structure, nous pouvons extraire et analyser un nombre important de coupes (ou profil 2D), c'est donc clairement l'appareil de mesure le plus efficace pour la caractérisation de la morphologie et l'état de surface de structures 3D. Toutefois, cet appareil ne peut être utilisé que lorsque la rugosité de surface est suffisamment faible - typiquement  $< 50$  nm RMS - car le principe d'interférométrie sur lequel il repose ne fonctionne pas au-delà. Les surfaces trop rugueuses résultantes de l'étape d'usinage FLICE contribuent à la présence d'artéfacts sur les topographies mesurées par profilométrie optique (rayons réfléchis dans des angles plus grands que les angles de collection de l'objectif du profilomètre). Par conséquent, il ne pourra être employé que pour la caractérisation de structures polies.

- **Le profilomètre mécanique à stylet** (Dektak XT, Brüker, France) repose sur des scans unidirectionnels de la surface d'une structure. Contrairement au profilomètre optique, c'est un moyen très lent basé sur l'acquisition de coupes (profil 2D) décrites par la trajectoire rectiligne des scans effectués. L'obtention d'une topographie est possible mais excessivement lente puisqu'elle nécessite la réalisation de multiples scans juxtaposés successifs. En pratique, on l'utilise donc uniquement pour obtenir des coupes. C'est le seul appareil de mesure de profil utilisable lorsque la rugosité de surface de la structure fabriquée est élevée ; c'est pourquoi nous l'utiliserons pour caractériser la morphologie et l'état de surface de nos structures après usinage FLICE (avant polissage donc). Notons que ce moyen de mesure présente un gros désavantage en plus d'être lent : il est imprécis au sens où il est difficile d'obtenir une trajectoire de scan (une coupe) passant par un point donné. Son imprécision, essentiellement causée par le manque de précision du système d'alignement visuel des échantillons, est particulièrement contraignante dans le cas, par exemple, de la caractérisation de la pointe de micro-axicons.

## Évaluation des grandeurs caractéristiques

**Caractéristiques morphologiques.** Chaque type de structure présentée dans ce manuscrit de thèse est associé à des caractéristiques morphologiques qui lui sont propre. En ce sens, nous ne pouvons pas généraliser la démarche d'évaluation de ces dernières dans cette annexe. Voilà pourquoi elle est détaillée dans les paragraphes lorsque nécessaire. Retenons simplement ici que les démarches appliquées se basent systématiquement sur les mesures de profils décrites précédemment.

**Caractéristiques d'état de surface.** L'état de surface peut se définir par plusieurs grandeurs caractéristiques que sont la rugosité et l'ondulation. L'ondulation, ou « waviness » (W) en anglais, décrit les oscillations à basses fréquences spatiales autour de la forme nominale (le profil supposé être suivi). La rugosité, ou « roughness » (R) en anglais, décrit les oscillations de hautes fréquences relativement à un seuil fixé. Elles sont évaluées par des indicateurs statistiques calculés à partir des profils dits « profil d'ondulation » et « profil de rugosité » tous deux extraits des profils bruts (mesures réalisées au profilomètre optique ou mécanique).

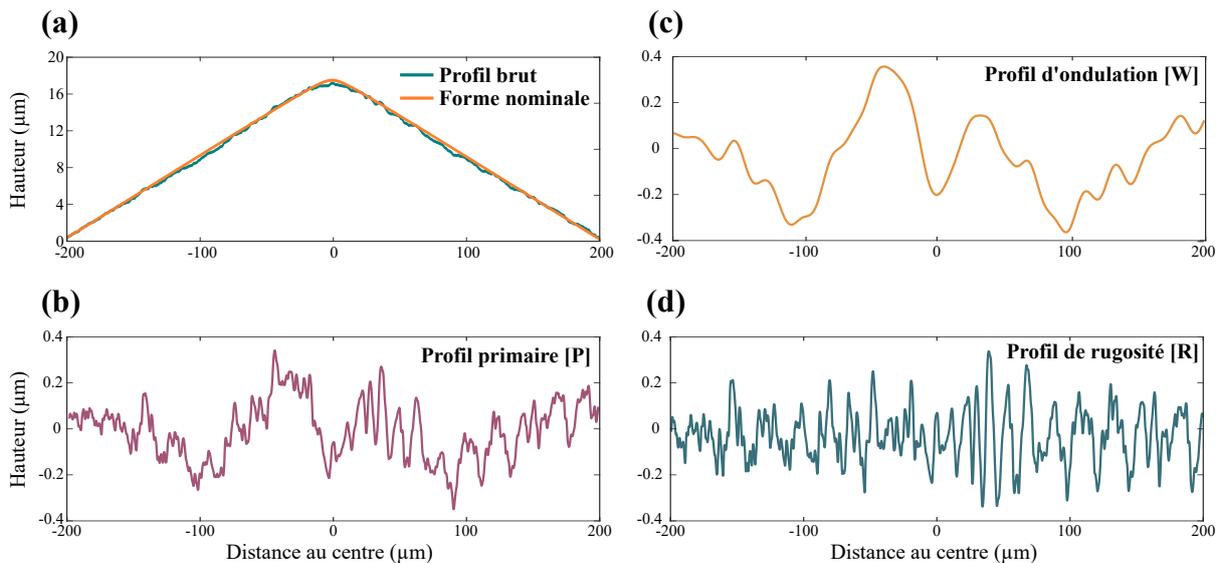


FIGURE 17 – Profils extraits à chaque étape du protocole décrit par la norme ISO 3274, appliqué dans le cas d'un micro-axicon. (a) Profil brut et forme nominale, (b) profil primaire [P], (c) profil d'ondulation [W], (d) profil de rugosité [R].

Dans le cadre de nos caractérisations, ces profils sont extraits au moyen d'un code sur mesure écrit sous MATLAB (version R2018b) et selon le protocole décrit par la norme ISO 3274 (voir <https://guide.digitalsurf.com/fr/guide-techniques-filtrage.html>). Pour illustrer le principe, un exemple est donné en **figure 17** dans le cas d'un micro-axicon. Le code commence par extraire le profil primaire [P] (**figure 17 (c)**), résultat de la soustraction entre le profil brut (**figure 17 (a)**) et la forme nominale (profil supposé être suivi, **figure 17 (b)**).

Par la suite, il extrait le profil d'ondulation [W] (**figure 17 (d)**) obtenu grâce à l'application sur [P] d'un filtre passe-bas, dit « filtre de coupure » ou « cut-off » en anglais, fixé entre 10 et 30  $\mu\text{m}$ . Avec la soustraction de [W] à [P], le code génère ensuite le profil de rugosité [R] (**figure 17 (e)**).

Pour chacun des profils extraits [W] et [R], le code calcule finalement différents indicateurs statistiques décrivant la dispersion des valeurs de hauteur observées. Dans ce manuscrit, nous discuterons essentiellement de la moyenne quadratique (ou « Root Mean Square » (RMS) en anglais). C'est une sorte d'écart-type où les écarts de hauteur ne sont pas calculés par rapport à la moyenne mais par rapport à l'origine (hauteur = 0  $\mu\text{m}$ ). Retenons alors cette définition lorsque nous discuterons de l'ondulation RMS ( $W_q$ ) et la rugosité RMS ( $R_q$ ).