

ÉCOLE DOCTORALE MSII (ED n° 269)

Laboratoire ICube (UMR 7357)

# THÈSE

présentée par :

**Marion GSTALTER**

soutenue le : 12 octobre 2018

pour obtenir le grade de : **Docteur de l'université de Strasbourg**  
Discipline/ Spécialité : Electronique, Microélectronique, Photonique

**Assemblage de verre sur verre par impulsions  
laser femtosecondes**

**THÈSE dirigée par :**

**M. LECLER Sylvain**

**M. REHSPRINGER Jean-Luc**

Maître de conférences (HDR), Université de Strasbourg  
Directeur de recherche - CNRS, IPCMS, Strasbourg

**RAPPORTEURS :**

**M. COURVOISIER François**

**M. STOIAN Razvan**

Chargé de recherche (HDR), Université de Franche-Comté  
Directeur de recherche, Université Jean Monnet, Saint-Etienne

---

**AUTRES MEMBRES DU JURY :**

**M. CANIONI Lionel**

**M. BAHOUKA Armel**

Professeur, Université de Bordeaux  
Encadrant entreprise, IREPA LASER

**INVITÉS :**

**M. CHABROL Grégoire**

**M. DORKENOO Kokou-Dodzi**

Co-encadrant, Enseignant-chercheur, ECAM Strasbourg-Europe  
Co-encadrant, Professeur, IPCMS, Strasbourg



# Confidentialité

Ce mémoire de thèse contient des informations relatives à des inventions, savoir-faire ou techniques développés dans l'unité de recherche et/ou chez le partenaire industriel dont l'intérêt scientifique et technologique pourrait donner lieu à une procédure de protection intellectuelle, en vue d'une future exploitation industrielle ou commerciale.

En conséquence, doivent être considérées comme strictement confidentielles toutes informations relatives aux projets étudiés et exposées dans ce manuscrit.

En conséquence, aucune des dites informations ne pourra être diffusée sans l'accord préalable écrit des représentants d'IREPA LASER, de l'unité de recherche et/ou de l'Université de Strasbourg, ni ne pourra être utilisée pour quelque application que ce soit, à des fins personnelles ou collectives, privées, professionnelles ou commerciales, sans cet accord préalable.

Cette confidentialité est prise pour une durée de **deux ans** à compter du jour de la soutenance avec effet rétroactif au jour de la remise en ma personne par un représentant de l'unité de recherche, directement ou indirectement, de la première information ou premier document relatif à la thèse de doctorat.

En cas de difficultés sur l'interprétation ou l'exécution de la présente clause de confidentialité, les parties s'efforceront de résoudre leur différend à l'amiable. En cas de désaccord persistant, le litige sera porté par la seule Cour compétente.



À mes parents,  
à ma soeur,  
et à Bastien.



# Remerciements

De nombreuses personnes ont contribué, de près ou de loin, par leur savoir ou leur présence, à la réalisation de ce travail de thèse et à l'écriture de ce mémoire, et je tiens à les remercier.

Cette thèse a été réalisée dans le cadre d'une collaboration entre le centre de transfert de technologies IREPA LASER et les laboratoires ICube et IPCMS, dont je remercie les différents directeurs, Jean-Paul Gauffillet, Michel De Mathelin et Stefan Haacke.

Je tiens à remercier tous mes encadrants pour leur présence et leur implication tout au long de ces trois années de travail. Un grand merci à Sylvain Lecler, le plus disponible des directeurs de thèse, pour son investissement et son expérience, et à Jean-Luc Rehspringer, mon co-directeur de thèse pour ses conseils et ses connaissances sur le verre. Un grand merci également à Armel Bahouka, mon encadrant-entreprise, pour sa confiance et son soutien. Merci aussi à Honorat Dorkenoo pour ses connaissances sur les lasers femto-secondes. Et enfin, un grand merci à Grégoire Chabrol pour son optimisme constant et son aide précieuse.

Merci à Razvan Stoian, directeur de recherche à l'Université Jean Monnet et à François Courvoisier, chargé de recherche de l'Université de Franche-Comté d'avoir accepté d'être rapporteurs et d'évaluer mon travail. Merci aussi à Lionel Canoni, professeur à l'Université de Bordeaux, d'avoir accepté d'être membre du jury et de présider ma soutenance de thèse.

Merci à tous les collègues d'IREPA LASER pour leur accueil et leur bonne humeur. Je tiens à remercier en particulier mes voisins de l'Open Space (Camille, Catherine, Eric, Guillaume, Damien, Ludovic, ...) ainsi que les membres de l'équipe micro-usinage avec qui j'ai eu l'occasion de travailler et de partager sur la MUSE (Frédéric, Luc, Diane,...).

Je tiens également à remercier les collègues de l'équipe Instrumentation et Procédés Photoniques. Je pense en particulier à Paul Montgomery, Patrice Twardowski et à Pierre Pfeiffer pour le soin et l'attention qu'ils portent aux doctorants, à Robin et Hisham à qui je souhaite bon courage pour leur thèse, et à Audrey et Stéphane qui ont su rester humbles malgré leur position très avantageuse de post-doc.

J'ai eu la chance de rencontrer de nombreuses personnes qui ont accepté de m'aider dans différents travaux. Je remercie Laurence Serreau et Jean-

Louis Heitz du CRITT Matériaux Alsace pour m'avoir initiée à la photoélasticimétrie. Merci aussi à Frédéric Antoni, François Stock et Laura Diebold de l'équipe MaCePV pour leur aide sur la spectroscopie Raman. Je pense également à Grégory Taupier qui m'a accompagnée durant mes phases d'essais à l'IPCMS, ainsi qu'aux autres membres que j'ai pu croiser. Un grand merci aux différents membres de l'ECAM Strasbourg-Europe qui m'ont acceptée dans leur salle de TP pour que je puisse réaliser les tests mécaniques.

Enfin un énorme merci à tous les proches qui m'ont soutenue tout au long de ce doctorat, et à tous ceux qui ont pu assister à l'aboutissement de ces trois années lors de ma soutenance. Merci aux filles, Camille, Audrey et Catherine pour tous les fous rires, les séances de sport et les réunions d'urgence (Hakuna Matata!). Ce fut un grand plaisir de faire la thèse avec vous. Merci à Julien (Papa Femto) qui a été mon mentor sur le laser et à Stéphane pour tous les délires des repas de midi. J'ai également une pensée pour les docteurs Brasov et Palinka, qui ont été présents au quotidien (littéralement). Un grand merci à mes parents pour leur soutien, votre fierté me touche. Un grand merci aussi à Audrey et Cyrille, traiteurs officiels des thèses de l'équipe IPP, pour le superbe pot de thèse que vous avez préparé. Et enfin, un énorme merci à Bastien, pour sa présence et sa patience depuis plus de cinq ans.

# Table des matières

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Introduction générale</b>  | <b>23</b> |
| <b>1 Intérêt de l'assemblage de verres</b>  | <b>27</b> |
| 1.1 Introduction . . . . .  | 28        |
| 1.2 Le verre . . . . .  | 28        |
| 1.2.1 Historique et développement . . . . .                                       | 28        |
| 1.2.2 Définition, composition et mise en forme . . . . .                          | 30        |
| 1.2.3 Utilisation du verre . . . . .  | 32        |
| 1.3 Applications de l'assemblage de verres . . . . .                              | 33        |
| 1.4 Techniques classiques d'assemblage de verres . . . . .                        | 33        |
| 1.4.1 Jonction adhésive . . . . .   | 33        |
| 1.4.2 Jonction par assistance thermique . . . . .                                 | 34        |
| 1.4.3 Jonction par contact optique . . . . .                                      | 34        |
| 1.4.4 Jonction anodique . . . . .   | 35        |
| 1.4.5 Jonction par brasage . . . . .  | 36        |
| 1.4.6 Jonction par laser continu . . . . .  | 37        |
| 1.4.7 Récapitulatif des techniques classiques d'assemblage . . . . .              | 38        |
| 1.5 Conclusion . . . . .  | 38        |
| <b>2 État de l'art du soudage de verre par impulsions laser femtosecondes</b>     | <b>41</b> |
| 2.1 Introduction . . . . .  | 42        |
| 2.2 Interaction impulsions laser ultracourtes et matériaux transparents . . . . . | 42        |
| 2.2.1 Comportement linéaire . . . . .   | 42        |
| 2.2.2 Absorption non linéaire . . . . .   | 43        |
| 2.2.3 Propagation non linéaire de l'impulsion . . . . .                           | 45        |
| 2.2.4 Modifications structurelles dans le matériau . . . . .                      | 47        |
| 2.2.5 Effet d'accumulation thermique . . . . .                                    | 51        |
| 2.2.6 Exemples d'applications . . . . .   | 55        |
| 2.3 Applications à l'assemblage de verres . . . . .                               | 56        |
| 2.3.1 Soudage par filamentation laser . . . . .                                   | 57        |
| 2.3.2 Soudage par accumulation thermique à haute cadence . . . . .                | 58        |

|          |  |           |
|----------|--|-----------|
| 2.3.3    | Différentes combinaisons de matériaux . . . . .  | 60        |
| 2.3.4    | Implémentations expérimentales dans la littérature . .   | 62        |
| 2.3.5    | Performances des assemblages réalisés et améliorations   | 64        |
| 2.3.6    | Industrialisation du procédé . . . . .   | 66        |
| 2.3.7    | Modélisation de la distribution de température . . . . .   | 66        |
| 2.4      | Enjeux et objectifs de la thèse . . . . .  | 68        |
| 2.5      | Conclusion . . . . .   | 69        |
| <b>3</b> | <b>Mise en œuvre expérimentale</b>   | <b>71</b> |
| 3.1      | Introduction . . . . .   | 72        |
| 3.2      | Système de soudure laser original à très faible ouverture nu-<br>mérique . . . . .                   | 72        |
| 3.2.1    | Source laser industrielle . . . . .  | 73        |
| 3.2.2    | Machine industrielle de micro-usinage par voie laser .   | 74        |
| 3.3      | Choix des verres utilisés . . . . .  | 75        |
| 3.4      | Caractérisation du faisceau laser . . . . .  | 75        |
| 3.4.1    | Analyse spatiale . . . . .   | 76        |
| 3.4.2    | Mesure de la durée d'impulsion . . . . .   | 77        |
| 3.5      | Techniques de caractérisations des soudures . . . . .  | 78        |
| 3.5.1    | Test de traction . . . . .   | 78        |
| 3.5.2    | Photoélasticimétrie . . . . .  | 81        |
| 3.5.3    | Résistance thermique . . . . .   | 84        |
| 3.5.4    | Transparence : mesure du taux d'absorption . . . . .   | 85        |
| 3.5.5    | Étanchéité . . . . .   | 86        |
| 3.6      | Protocole expérimental . . . . .   | 87        |
| 3.7      | Méthodologie expérimentale : Mise en place d'un plan d'ex-<br>périences . . . . .                    | 88        |
| 3.7.1    | Principe du plan d'expériences . . . . .   | 89        |
| 3.7.2    | Description de l'objet du plan d'expériences : défini-<br>tion du système et des objectifs . . . . . | 89        |
| 3.7.3    | Études préliminaires : détermination et sélection des<br>paramètres d'influence . . . . .            | 91        |
| 3.7.4    | Élaboration du plan d'expériences . . . . .  | 94        |
| 3.8      | Conclusion . . . . .   | 98        |
| <b>4</b> | <b>Résultats expérimentaux : influence des paramètres laser<br/>dans le cadre des verres plans</b>   | <b>99</b> |
| 4.1      | Introduction . . . . .   | 100       |
| 4.2      | Analyse de l'influence des paramètres laser . . . . .  | 100       |
| 4.2.1    | Présentation des résultats du plan d'expériences . . . .   | 100       |
| 4.2.2    | Résistance mécanique des assemblages . . . . .   | 101       |
| 4.2.3    | Caractérisation des contraintes résiduelles . . . . .  | 105       |
| 4.2.4    | Évaluation de la transparence des assemblages . . . . .  | 108       |
| 4.2.5    | Résistance aux chocs thermiques . . . . .  | 111       |

|          |   |            |
|----------|---|------------|
| 4.2.6    | Étanchéité . . . . .  | 114        |
| 4.3      | Analyses complémentaires . . . . .  | 115        |
| 4.3.1    | Discussion des résultats : validation des conclusions<br>tirées du plan d'expériences . . . . .             | 115        |
| 4.3.2    | Analyse des cordons de soudure au microscope . . . . .  | 122        |
| 4.3.3    | Approfondissement de l'étude des contraintes résiduelles  | 123        |
| 4.4      | Optimisation globale des paramètres . . . . .   | 127        |
| 4.4.1    | Création d'une fonction réponse . . . . .   | 127        |
| 4.4.2    | Récapitulatif et choix des paramètres . . . . .   | 128        |
| 4.5      | Conclusion . . . . .  | 128        |
| <b>5</b> | <b>Éléments de compréhension et industrialisation du procédé</b>  | <b>131</b> |
| 5.1      | Introduction . . . . .  | 132        |
| 5.2      | Modélisation thermique de l'élévation de température . . . . .  | 132        |
| 5.3      | Extension du point de fonctionnement du soudage de verres à<br>l'assemblage de verre sur silicium . . . . . | 138        |
| 5.4      | Optimisation et industrialisation du procédé . . . . .  | 142        |
| 5.4.1    | Influence de la géométrie de soudure . . . . .  | 142        |
| 5.4.2    | Relaxation des contraintes par recuit post-traitement . . . . .   | 146        |
| 5.4.3    | Influence de la distance inter-verres . . . . .   | 148        |
| 5.5      | Conclusion . . . . .  | 151        |
|          | <b>Conclusion générale</b>  | <b>153</b> |
|          | <b>A Caractérisations des assemblages lors du plan d'expériences</b>  | <b>157</b> |
| A.1      | Caractérisation mécanique des assemblages . . . . .   | 157        |
| A.2      | Récapitulatif des performances par combinaison . . . . .  | 158        |
|          | <b>B Modélisation de l'élévation thermique</b>  | <b>161</b> |
| B.1      | Calcul de $Q_0$ . . . . .   | 161        |
| B.2      | Calcul du nombre d'impulsions . . . . .   | 162        |
|          | <b>C Approfondissement concernant la formation des cordons</b>  | <b>163</b> |
| C.1      | Analyses physico-chimiques . . . . .  | 163        |
| C.2      | Observation des échantillons par microscopie en génération de<br>troisième harmonique . . . . .             | 164        |
|          | <b>Bibliographie</b>  | <b>169</b> |



# Table des figures

|      |  |    |
|------|--|----|
| 1.1  | Exemples de verres datant de l'Égypte Antique . . . . .  | 29 |
| 1.2  | Exemples de procédés de fabrication du verre plat . . . . .  | 30 |
| 1.3  | Schéma de l'arrangement atomique dans le cas d'un réseau cristallin ou dans le cas d'un verre d'après la description de Zachariansen . . . . .                       | 31 |
| 2.1  | Courbe de transmittance du verre BK7 (Schott) . . . . .  | 43 |
| 2.2  | Illustration des phénomènes de photoionisation non-linéaires : effet tunnel et ionisation multiphotonique . . . . .  | 44 |
| 2.3  | Illustration du procédé d'ionisation par avalanche . . . . .   | 45 |
| 2.4  | Illustration du phénomène de filamentation laser . . . . .   | 47 |
| 2.5  | Échelle de temps caractéristique des phénomènes intervenant lors de l'irradiation d'un matériau transparent par une impulsion laser ultracourte . . . . .            | 48 |
| 2.6  | Évolution des différents régimes de modifications structurales pour de la silice fondue irradiée par des impulsions ultracourtes en fonction de la fluence . . . . . | 49 |
| 2.7  | Nanostructures à l'origine de la biréfringence dans le changement d'indice . . . . .   | 50 |
| 2.8  | Influence du nombre d'impulsions sur les structures formées observée dans du verre par micrographie . . . . .  | 52 |
| 2.9  | Représentation du phénomène d'accumulation thermique . . . . .   | 53 |
| 2.10 | Influence de la fréquence de répétition sur les changements d'indice observés dans du verre, démontrant l'effet d'accumulation thermique . . . . .                   | 54 |
| 2.11 | Stockage d'information dans un matériau transparent . . . . .  | 56 |
| 2.12 | Inscription de guides d'onde dans un matériau transparent . . . . .  | 56 |
| 2.13 | Seuil de fluence permettant d'obtenir un soudage par filamentation laser pour la silice fondue et du borosilicate . . . . .  | 58 |
| 2.14 | Illustration du principe de mise en œuvre du soudage par filamentation laser et de la géométrie réalisée . . . . .   | 59 |
| 2.15 | Résistance à la rupture pour différents verres . . . . .   | 61 |

|      |  |    |
|------|--|----|
| 2.16 | Différentes combinaisons de matériaux réalisées par impulsions laser ultracourtes . . . . .  | 62 |
| 2.17 | Vue schématique des systèmes de fixation des échantillons à souder . . . . .   | 63 |
| 2.18 | Pré-assemblage par contact optique . . . . .   | 63 |
| 2.19 | Schéma expérimental du système utilisé pour le soudage par double impulsions . . . . .   | 65 |
| 2.20 | Distribution de température calculée après irradiation par 1 et 50 impulsions . . . . .  | 67 |
| 2.21 | Distribution de température calculée pour différentes fréquences de répétition . . . . .   | 68 |
| 3.1  | Architecture du système laser basé sur le principe de l'amplification à dérive de fréquence . . . . .  | 73 |
| 3.2  | Système de conversion de fréquence intégré en sortie du laser, ainsi que les trois chemins optiques disponibles . . . . .  | 74 |
| 3.3  | Caractérisation de la distribution énergétique du faisceau : a) profil suivant les axes X et Y, b) distribution énergétique 2D et c) distribution énergétique 3D. . . . .  | 76 |
| 3.4  | Analyse de la durée d'impulsion, mesurée avec l'autocorrélateur PulseCheck : a) Signal détecté pour une durée de 300 fs, ajusté par une fonction secante hyperbolique, b) Signal détecté pour une durée de 1 ps, ajusté par une fonction gaussienne. . . . .     | 77 |
| 3.5  | Schéma de principe de deux configurations de tests de traction : a) Flexion quatre points induisant des contraintes aux extrémités de la zone soudée, b) Arrachement n'induisant pas de flexion . . . . .  | 78 |
| 3.6  | Dispositif développé pour une configuration de tests d'arrachement : a) Machine de traction Shimadzu, b) Fixation de l'échantillon dans la machine de traction, c) Photo d'un échantillon après arrachement avec vue des plots et de l'attache du câble. . . . . | 79 |
| 3.7  | Illustration de l'utilisation du gabarit pour le collage des plots : a) Photo du gabarit en résine et de l'échantillon avant le test, b) Collage d'un plot sur l'échantillon, c) Collage du deuxième plot, aligné grace au gabarit. . . . .                      | 80 |
| 3.8  | Courbes de traction obtenues pour 10 aimants, démontrant la répétabilité du système de caractérisation. . . . .  | 80 |
| 3.9  | a) Exemple de courbe de traction obtenue suite au test d'arrachement sur un échantillon de verre soudé, b) Rupture du verre autour de la zone soudée, c) Arrachement de la zone soudée. . . . .  | 81 |

|      |   |     |
|------|---|-----|
| 3.10 | Microscope à lumière polarisée utilisé pour analyser les contraintes : les axes du polariseur et de l'analyseur sont fixes et orthogonaux entre eux. . . . .  | 82  |
| 3.11 | Analyse de la direction des contraintes résiduelles. a) Image sombre : il n'y a pas de contraintes ou bien la direction des contraintes est parallèle ou perpendiculaire à l'axe du polariseur. b) Maximisation de la brillance : la direction des contraintes est orientée à $\pm 45^\circ$ par rapport à l'axe du polariseur. . . . .   | 83  |
| 3.12 | Illustration du procédé utilisé pour mettre en œuvre un choc thermique sur les échantillons. . . . .  | 85  |
| 3.13 | Photographie du montage optique utilisé pour mesurer la transmittance de la zone soudée. . . . .  | 86  |
| 3.14 | Photographie des échantillons après vaporisation du liquide de ressuage. . . . .  | 86  |
| 3.15 | Différentes étapes du protocole expérimental . . . . .  | 87  |
| 3.16 | Description du système étudié lors du plan d'expériences . . .  | 90  |
| 3.17 | Illustration de la définition du ratio selon la largeur des cordons de soudure et le pas de hachurage : a) schéma d'un échantillon soudé, b) représentation de la zone soudée composée de cordons de soudure parallèles, c) schéma illustrant la largeur des cordons et le pas de hachurage . . . . .   | 92  |
| 3.18 | Illustration des domaines d'énergies et de vitesses permettant le soudage de verre : a) pour une longueur d'onde de 1030 nm, une fréquence de répétition de 2 MHz et une durée d'impulsions de 300 fs, b) pour une longueur d'onde de 1030 nm, une fréquence de répétition de 500 kHz et une durée d'impulsions de 1 ps, c) pour une longueur d'onde de 515 nm, une fréquence de répétition de 500 kHz et une durée d'impulsions de 300 fs. Les croix représentent les essais réalisés se trouvant aux extrémités des différents domaines . . . . . | 93  |
| 3.19 | Observation des cordons de soudure par la tranche, réalisés pour une fréquence de répétition de 500 kHz et une vitesse de balayage de 50 mm/s, attestant de la profondeur des cordons : a) pour une énergie par impulsion de 3 $\mu$ J, b) pour une énergie par impulsion de 4,8 $\mu$ J. . . . .   | 94  |
| 4.1  | Description des différentes sections des tableaux présentant les résultats du plan d'expériences . . . . .  | 101 |
| 4.2  | Diagramme des effets sur la contrainte de rupture (durée d'impulsion fixée à 300 fs et énergie par impulsion libre) . . . . .   | 104 |
| 4.3  | Diagramme des effets sur la contrainte de rupture (longueur d'onde fixée à 1030 nm et puissance moyenne libre) . . . . .  | 105 |

|      |   |     |
|------|---|-----|
| 4.4  | Diagramme des effets sur le retard optique (durée d'impulsion durée à 300 fs et énergie par impulsion libre) . . . . .  | 107 |
| 4.5  | Diagramme des effets sur le retard optique (longueur d'onde fixée à 1030 nm et puissance moyenne libre) . . . . .   | 108 |
| 4.6  | Diagramme des effets sur le taux d'absorption (durée d'impulsion durée à 300 fs et énergie par impulsion libre) . . . . .   | 109 |
| 4.7  | Diagramme des effets sur le taux d'absorption (longueur d'onde fixée à 1030 nm et puissance moyenne libre) . . . . .  | 110 |
| 4.8  | Diagramme des effets sur la résistance aux chocs thermiques (durée d'impulsion durée à 300 fs et énergie par impulsion libre)   | 113 |
| 4.9  | Diagramme des effets sur la résistance aux chocs thermiques (longueur d'onde fixée à 1030 nm et puissance moyenne libre)  | 113 |
| 4.10 | Exemple d'un échantillon étanche, a) visible par la nette démarquation du liquide de ressuage autour de la zone soudée, b) et correspondant à une géométrie de soudure fermée. . . . .  | 114 |
| 4.11 | Exemple d'un échantillon non étanche, a) visible par la diffusion du liquide entre les cordons de soudure, b) et correspondant à une géométrie de soudure ouverte. . . . .  | 115 |
| 4.12 | Observation au microscope optique des cordons de soudure réalisés pour l'étude de l'influence du pas de hachurage : a) pour les paramètres de la combinaison A3, b) pour les paramètres de la combinaison B3. . . . .   | 116 |
| 4.13 | Influence du ratio d'aire soudée, en bleu pour la configuration A, en violet pour la configuration B, sur la résistance mécanique : a) Courbe de la force nécessaire à l'arrachement en fonction du ratio, b) Courbe de la contrainte de rupture en fonction du ratio. . . . .  | 118 |
| 4.14 | Influence du ratio d'aire soudée, en bleu pour la configuration A, en violet pour la configuration B sur : a) le taux d'absorption de la zone soudée, b) le retard optique induit par biréfringence. . . . .  | 118 |
| 4.15 | Comparaison des diagrammes d'effets sur la résistance mécanique : en rouge les nouveaux effets calculés à partir des valeurs ajustées, en gris les effets calculés initialement à partir des valeurs mesurées. En a) sont représentés les effets pour le plan d'expériences n°1, et en b) les effets pour le plan d'expériences n°2. . . . .  | 121 |
| 4.16 | Comparaison des diagrammes d'effets sur la biréfringence induite : en rouge les nouveaux effets calculés à partir des valeurs ajustées, en gris les effets calculés initialement à partir des valeurs mesurées. En a) sont représentés les effets pour le plan d'expériences n°1, et en b) les effets pour le plan d'expériences n°2. . . . . | 121 |

|      |   |     |
|------|---|-----|
| 4.17 | Observation au microscope optique des cordons de soudure obtenus pour chaque combinaison de paramètres définie par le plan d'expérience n°1. . . . .  | 122 |
| 4.18 | Observation au microscope optique des cordons de soudure obtenus pour chaque combinaison de paramètres définie par le plan d'expérience n°2. . . . .  | 122 |
| 4.19 | Étude des soudures par photoélasticimétrie avec ajout d'une lame d'onde de premier ordre :apparaissent en orange les contraintes de compression, en violet les contraintes de traction, et en rose les zones non-contraintes . . . . .      | 124 |
| 4.20 | Étude de soudures par photoélasticimétrie en fonction de l'énergie par impulsion et de la défocalisation du faisceau ( $t_0 = 300 \text{ fs}$ , $\lambda = 1030 \text{ nm}$ , $v = 50 \text{ mm/s}$ , $f = 500 \text{ kHz}$ ) . . . . .     | 125 |
| 4.21 | Étude de soudures par photoélasticimétrie en fonction de l'énergie par impulsion ( $t_0 = 300 \text{ fs}$ , $\lambda = 1030 \text{ nm}$ , $f = 500 \text{ kHz}$ ) . . . . .   | 126 |
| 4.22 | Observation de l'extrémité des soudures par photoélasticimétrie ( $t_0 = 300 \text{ fs}$ , $\lambda = 1030 \text{ nm}$ , $v = 50 \text{ mm/s}$ , $f = 500 \text{ kHz}$ , $E_0 = 3,3 \text{ J}$ ) . . . . .                                  | 127 |
| 5.1  | Élévation de température dans le verre due à l'absorption d'une impulsion sur un diamètre de $8 \mu\text{m}$ et une profondeur de $300 \mu\text{m}$ . . . . .   | 135 |
| 5.2  | Élévation de température dans le verre due à l'absorption d'une impulsion sur un diamètre de $10 \mu\text{m}$ et une profondeur de $250 \mu\text{m}$ . . . . .  | 135 |
| 5.3  | Élévation de température dans le verre due à l'absorption d'une impulsion sur un diamètre de $15 \mu\text{m}$ et une profondeur de $300 \mu\text{m}$ . . . . .  | 136 |
| 5.4  | Effet d'accumulation thermique dans le verre après absorption successives d'impulsions . . . . .  | 137 |
| 5.5  | Élévation de température modélisée pour un objectif de microscope . . . . .   | 137 |
| 5.6  | Photo d'un échantillon soudé de verre sur silicium : a) Vue macroscopique de l'échantillon soudé, la zone soudée apparaissant comme invisible, b) Agrandissement de la zone soudée permettant d'apercevoir les cordons de soudure . . . . . | 139 |
| 5.7  | Schéma d'un pic Raman et signification des ses caractéristiques principales . . . . .   | 140 |
| 5.8  | Contraintes résiduelles le long d'un cordon de soudure verre/silicium soudé par impulsions laser nanosecondes . . . . .   | 140 |
| 5.9  | Courbes illustrant les variations du ratio intensité/largeur le long de la section d'un cordon de soudure verre/silicium . . . . .  | 141 |

|      |  |     |
|------|--|-----|
| 5.10 | Pic du silicium pour différentes position le long de la section d'un cordon de soudure verre/silicium . . . . .  | 141 |
| 5.11 | Observation par photoélasticimétrie de différents orientations de contraintes en fonction de la géométrie des cordons de soudure : certaines géométries présentent un axe de contraintes principales (tirets, mur de briques), tandis que d'autres ont une répartition isotropique (points, anneaux, nids d'abeille) . | 144 |
| 5.12 | Illustration du cycle thermique du recuit mis en oeuvre sur les échantillons. . . . .  | 146 |
| 5.13 | Réduction des contraintes résiduelles par recuit thermique : à partir de 400 °C, les contraintes résiduelles sont relaxées dans le matériau. . . . .   | 147 |
| 5.14 | Photo de deux lames de verre avant soudage, présentant des zones en contact optique et des zones dont la distance inter-verre est supérieure à 120 nm, visible grâce aux anneaux de Newton. . . . .  | 149 |
| 5.15 | Correspondance entre la couleur des franges d'interférences observées et la distance inter-verre associée. . . . .   | 149 |
| 5.16 | Formation d'un soudage sans contact optique : a) franges d'interférences avant soudage démontrant une distance inter-verre de l'ordre de 500 nm, b) Soudage créé sans contact optique préalable. . . . .   | 150 |
| 5.17 | Propagation du contact optique : a) franges d'interférences avec le soudage significatives d'une distance allant jusqu'à 2,5 µm, b) franges d'interférences autour de la géométrie soudée démontrant une distance inter-verre inférieure à 500 nm. .   | 151 |
| C.1  | Observation d'un assemblage de verre borosilicate sur verre au plomb par EDX . . . . .   | 164 |
| C.2  | Observation microscopique des cordons de soudure d'un assemblage de verre borosilicate sur verre au plomb par EDX .  | 164 |
| C.3  | Système expérimental utilisé pour l'analyse des cordons de soudure par microscopie de génération de troisième harmonique   | 165 |
| C.4  | Microscopie THG de cordons de soudure . . . . .  | 166 |
| C.5  | Microscopie THG de la tranche des cordons de soudure . . . .   | 167 |

# Liste des tableaux

|     |  |    |
|-----|--|----|
| 1.1 | Composition et applications des principaux types de verres . . .   | 31 |
| 1.2 | Jonction adhésive : avantages et inconvénients . . . . .   | 34 |
| 1.3 | Jonction par assistance thermique : avantages et inconvénients   | 34 |
| 1.4 | Jonction par contact optique . . . . .   | 35 |
| 1.5 | Jonction anodique : avantages et inconvénients . . . . .   | 36 |
| 1.6 | Jonction par brasage : avantages et inconvénients . . . . .  | 37 |
| 1.7 | Soudage par laser continu : avantages et inconvénients . . . .   | 38 |
| 1.8 | Avantages et inconvénients des méthodes conventionnelles<br>d'assemblage de verres . . . . .   | 38 |
| 3.1 | Liste des paramètres intervenant lors du procédé de soudage<br>de verre . . . . .  | 91 |
| 3.2 | Correspondance entre les valeurs de puissance moyenne et<br>d'énergie par impulsion, jusqu'à leur valeur maximale, pour<br>les fréquences de répétition de 500 kHz et de 2 MHz pour une<br>longueur d'onde de 1030 nm . . . . .  | 95 |
| 3.3 | Correspondance entre les valeurs de puissance moyenne et<br>d'énergie par impulsion, jusqu'à leur valeur maximale, pour<br>les fréquences de répétition de 500 kHz et de 2 MHz pour une<br>longueur d'onde de 515 nm . . . . .   | 95 |
| 3.4 | Valeurs des paramètres sélectionnées pour les niveaux -1 et 1<br>dans le cadre du plan d'expériences n°1 . . . . .   | 96 |
| 3.5 | Valeurs des paramètres sélectionnées pour les niveaux -1 et 1<br>dans le cadre du plan d'expériences n°2 . . . . .   | 96 |
| 3.6 | Ensemble des combinaisons de paramètres à implémenter pour<br>les essais du plan d'expériences n°1 étudiant l'influence de<br>la longueur d'onde, du taux de répétition, de la puissance<br>moyenne et de la vitesse de balayage, pour une durée d'im-<br>pulsions fixe de 300 <i>fs</i> . . . . . | 97 |

|     |   |     |
|-----|---|-----|
| 3.7 | Ensemble des combinaisons de paramètres à implémenter pour les essais du plan d'expériences n°2 étudiant l'influence de la durée d'impulsion, du taux de répétition, de l'énergie par impulsion et de la vitesse de balayage, pour une longueur d'onde fixe de 1030 nm . . . . .    | 97  |
| 4.1 | Diamètres des cordons mesurés et distance de hachurage pour chaque combinaison de paramètres laser : détermination de la surface soudée effective dans le cas du plan n°1 . . . . .   | 102 |
| 4.2 | Détermination de la surface soudée effective pour chaque combinaison de paramètres laser dans le cas du plan n°2 . . . . .  | 102 |
| 4.3 | Influence sur la résistance mécanique : mesure de la contrainte de rupture pour différentes combinaisons de la fréquence de répétition, de la longueur d'onde, de la puissance moyenne et de la vitesse (durée d'impulsion fixée à 300 fs et énergie par impulsion libre) . . . . . | 103 |
| 4.4 | Influence sur la résistance mécanique : mesure de la contrainte de rupture pour différentes combinaison de la fréquence de répétition, de la durée d'impulsion, de l'énergie par impulsion et de la vitesse (longueur d'onde fixée à 1030 nm et puissance moyenne libre) . . . . .  | 104 |
| 4.5 | Effets sur la biréfringence (contraintes) : mesure du retard optique pour différentes combinaisons de la fréquence de répétition, de la longueur d'onde, de la puissance moyenne et de la vitesse (durée d'impulsion fixée à 300 fs et énergie par impulsion libre) . . . . .       | 106 |
| 4.6 | Effets sur la biréfringence (contraintes) : mesure du retard optique pour différentes combinaisons de la fréquence de répétition, de la durée d'impulsion, de l'énergie par impulsion et de la vitesse (longueur d'onde fixée à 1030 nm et puissance moyenne libre) . . . . .       | 106 |
| 4.7 | Effets sur la transparence : mesure du taux d'absorption pour différentes combinaison de la fréquence de répétition, de la longueur d'onde, de la puissance moyenne et de la vitesse (durée d'impulsion fixée à 300 fs et énergie par impulsion libre) . . .                        | 109 |
| 4.8 | Effets sur la transparence : mesure du taux d'absorption pour différentes combinaisons de la fréquence de répétition, de la durée d'impulsion, de l'énergie par impulsion et de la vitesse (longueur d'onde fixée à 1030 nm et puissance moyenne libre)                             | 110 |
| 4.9 | Correspondance entre les notes attribuées et la valeur maximale atteinte avant la rupture . . . . .   | 111 |

|      |   |     |
|------|---|-----|
| 4.10 | Effets sur la résistance thermique : chocs thermiques successifs pour différentes combinaisons de la fréquence de répétition, de la longueur d'onde, de la puissance moyenne et de la vitesse (durée d'impulsion fixée à 300 fs et énergie par impulsion libre) | 112 |
| 4.11 | Effets sur la résistance thermique : chocs thermiques successifs pour différentes combinaisons de la fréquence de répétition, de la durée d'impulsion, de l'énergie par impulsion et de la vitesse (longueur d'onde fixée à 1030 nm et puissance moyenne libre) | 112 |
| 4.12 | Combinaisons de paramètres utilisées pour l'étude de l'influence du pas de hachurage sur les performances des assemblages . . . . .   | 116 |
| 4.13 | Différents pas de hachurage implémentés pour la combinaison A, et les valeurs de ratio et aires soudées correspondants. . . .   | 117 |
| 4.14 | Différents pas de hachurage implémentés pour la combinaison B, et les valeurs de ratio et aires soudées correspondants. . . .   | 117 |
| 4.15 | Valeurs mesurées dans le cadre du plan d'expériences pour la contrainte de rupture, le taux d'absorption et le retard optique, et valeurs ajustées . . . . .  | 120 |
| 5.1  | Bornes des paramètres permettant le soudage de verre sur silicium, pour une durée d'impulsion de 300 fs . . . . .   | 138 |
| 5.2  | Différents pas de hachurage implémentés pour la combinaison B, et les valeurs de ratio et aires soudées correspondants. . . .   | 143 |
| 5.3  | Propriétés mesurées pour différentes valeurs du ratio . . . . .   | 143 |
| 5.4  | Propriétés mesurées pour différentes valeurs du ratio . . . . .   | 145 |
| 5.5  | Taux d'absorption en fonction de la géométrie . . . . .   | 145 |
| 5.6  | Mesure de la différence de chemin optique induite par la biréfringence présente dans les cordons de soudure pour différentes température de recuit. . . . .   | 147 |
| 5.7  | Mesure de la différence de chemin optique induite par la biréfringence présente dans les cordons de soudure pour différentes température de recuit. . . . .   | 147 |
| 5.8  | Paramètres seuil permettant le soudage pour différentes valeur de la distance inter-verres, pour une longueur d'onde de 1030 nm et une durée d'impulsion de 300 fs . . . . .  | 150 |
| A.1  | Caractérisation de la résistance mécanique des assemblage dans le cadre du plan d'expériences 1 : mesure de la force nécessaire à l'arrachement et calcul de la contrainte de rupture.  | 157 |
| A.2  | Caractérisation de la résistance mécanique des assemblage dans le cadre du plan d'expériences 2 : mesure de la force nécessaire à l'arrachement et calcul de la contrainte de rupture.  | 158 |
| A.3  | Récapitulatif des performances mesurées pour chaque combinaison de paramètres du plan d'expériences n°1 . . . . .   | 159 |

|     |   |     |
|-----|---|-----|
| A.4 | Récapitulatif des performances mesurées pour chaque combinaison de paramètres du plan d'expériences n°2 . . . . .   | 159 |
| B.1 | Nombre d'impulsions incidentes en un spot en fonction du diamètre du faisceau pour une fréquence de répétition de 500 kHz et une vitesse de balayage de 50 mm/s . . . . . | 162 |

# Introduction générale

Le verre est un matériau remarquable dont la présence au quotidien est justifiée par ses propriétés optiques, mécaniques, thermiques et chimiques exceptionnelles [1]. Parmi les nombreux domaines d'applications, son utilisation dans l'art de la table, dans l'architecture et dans l'automobile présente la plus grande visibilité. Il est toutefois également utilisé comme matériau de protection, comme isolant ou comme contenant dans beaucoup d'autres applications telles que les écrans, les plaques vitrocéramiques ou certains microsystemes par exemple. Compte-tenu de la large gamme d'applications requérant l'utilisation du verre, des techniques fiables d'assemblage du verre, avec un verre ou un autre matériau, sont essentielles.

Différentes méthodes d'assemblage du verre existent, telles que les jonctions adhésive, anodique, par fusion ou l'assemblage par contact optique [2]. Chacune de ces méthodes présente des avantages et des inconvénients, impliquant que le choix de la méthode d'assemblage dépend fortement de l'application visée. L'utilisation d'un matériau additif dans le cadre de la jonction adhésive conduit à une réduction de la résistance chimique et thermique de l'assemblage et à une non-biocompatibilité. L'élévation globale de la température nécessaire lors d'une jonction anodique ou par fusion n'est, elle, pas compatible avec des systèmes ou des matériaux sensibles à la température. Ainsi, le développement d'une méthode d'assemblage permettant de souder localement du verre, sans additif, sans élévation globale de température, sur différents matériaux tout en conservant sa transparence et en offrant une résistance mécanique, chimique et thermique élevée serait bénéfique à de nombreuses applications, comme par exemple dans les domaines du biomédical, de la micro-électronique ou de la micro-fluidique.

Une technique d'assemblage de verres par impulsions laser ultracourtes, femtosecondes ou picosecondes, répondant aux critères précédents, a été démontrée pour la première fois en 2005 [3], et a depuis fait l'objet de plusieurs travaux de recherche [4, 5]. Contrairement aux techniques classiques de soudage laser, reposant sur un dépôt d'énergie dans un matériau absorbant, cette méthode met en œuvre les phénomènes particuliers d'interaction entre un matériau transparent et des impulsions laser ultracourtes.

L'utilisation des lasers à impulsions ultracourtes a fait l'objet de nombreux travaux dans le domaine du micro-usinage des matériaux transpa-

rents [6, 7]. Bien que le verre soit transparent à la longueur d'onde utilisée, les hautes densités de puissance atteintes là où le faisceau est focalisé conduisent à une absorption localisée de l'énergie en volume dans le verre via des processus non-linéaires. L'énergie absorbée, dans un très faible volume, peut induire des modifications structurelles de la matière, pouvant aller d'un changement d'indice de réfraction généré par une densification de la matière, jusqu'à la formation de micro-trous formés par une micro-explosion du matériau. La propagation du faisceau dans le verre peut être affectée par des effets non-linéaires qui peuvent entraîner une autofocalisation, voire une filamentation. Un effet d'accumulation thermique peut aussi apparaître lors de l'utilisation de sources laser à hautes fréquences de répétition [8]. Bien que cet effet puisse être considéré comme problématique dans certains domaines d'applications, par exemple pour la texturation laser de métaux, sa maîtrise dans le domaine de l'interaction laser/verre permet de contrôler l'élévation de température dans le matériau ainsi que les dimensions des modifications observées.

La méthode d'assemblage de verres par impulsions laser ultracourtes repose sur l'utilisation et la mise en œuvre de ces effets. Le principe du soudage consiste à irradier l'interface entre deux lames de verre en contact, l'assemblage étant obtenu lors du refroidissement et de la resolidification de la matière fondue à l'interface. Dans l'état de l'art, deux types de phénomènes peuvent être séparément à l'origine du soudage. Les assemblages réalisés lors de l'utilisation de lasers femtosecondes à faibles fréquences de répétition ( $< 200$  kHz), comme des Titane : Saphir, reposent sur le phénomène de filamentation laser, générant un plasma allongé joignant les deux matériaux à souder [9]. L'utilisation de lasers à hautes fréquences de répétition ( $> 200$  kHz), femtosecondes ou picosecondes, permet d'obtenir le phénomène d'accumulation thermique conduisant à la formation d'un bain de fusion à l'interface [10].

Les différents travaux de recherche menés sur ces méthodes laser d'assemblage de verres ont permis de les adapter à différentes combinaisons de matériaux, d'améliorer leurs performances et de réduire les difficultés de mise en œuvre. En effet, cette méthode a été appliquée à l'assemblage homogène de différents types de verres (silice fondue, borosilicate ou aluminosilicate par exemple), à l'assemblage de verres différents entre eux (silice fondue sur borosilicate par exemple), mais aussi à l'assemblage d'un verre sur un semi-conducteur (comme le silicium) ou un métal (comme le cuivre, l'aluminium ou l'acier). Des premières solutions industrielles ont été développées et peuvent d'ores et déjà être utilisées pour des applications, telles que l'assemblage d'embouts de fibres optiques.

C'est dans ce contexte que se situe le travail de cette thèse, réalisé en collaboration entre le centre de transfert de technologies IREPA LASER et les laboratoires ICube et IPCMS, UMR Université de Strasbourg - CNRS). La volonté d'IREPA LASER est d'acquies et de développer une technique

de soudage de verres par impulsions laser femtosecondes dans le but, dans un deuxième temps, de pouvoir la proposer à ses clients. L'objectif de la thèse porte ainsi sur une compréhension des phénomènes à l'origine du soudage visant à la mise en œuvre de l'assemblage de verre et à une optimisation des paramètres en vue d'une industrialisation du procédé. À ce stade, aucune application particulière n'a été ciblée, l'étude se voulant générale pour permettre de s'adapter à un maximum de besoins.

Contrairement à la majorité des travaux présentés dans la littérature, qui sont effectués en utilisant comme système de focalisation des objectifs de microscope, nous avons fait le choix d'utiliser une tête scanner avec une lentille de longue distance focale ( $f = 100$  mm). Comme nous allons le voir, ce choix présente de nombreux avantages en termes d'industrialisation et de qualité de la soudure.

Ce mémoire synthétise les travaux réalisés lors de la thèse. Il est divisé en cinq chapitres.

Le chapitre 1 introduit le contexte de l'étude, en présentant le matériau « verre » et en soulignant son rôle clé dans de nombreuses applications. Les méthodes conventionnelles d'assemblages de verres y sont présentées, ainsi que leurs avantages et leurs inconvénients, soulignant la nécessité du développement d'une méthode alternative d'assemblage de verres afin d'élargir les champs d'applications, notamment dans des domaines comme la micro-électronique, la micro-fluidique ou le biomédical.

Le chapitre 2 présente un état de l'art des phénomènes d'interactions entre un verre transparent et des impulsions laser ultracourtes, nécessaires pour la compréhension des techniques d'assemblage. Il contient également une compilation des études réalisées sur les procédés de soudage de verre sur verre par impulsions laser ultracourtes. Sur ces bases, les objectifs de la thèse seront précisés.

Le chapitre 3 décrit les outils expérimentaux que nous avons dû mettre en œuvre. Le système laser et les matériaux utilisés sont présentés, ainsi que les systèmes d'analyse utilisés pour caractériser le faisceau laser et pour évaluer la qualité des soudures obtenues. Parmi ces systèmes de caractérisation, la mise en œuvre d'une méthode de traction adaptée aux échantillons soudés a fait l'objet d'un développement spécifique. La stratégie expérimentale y est également présentée. Elle repose notamment sur la mise en œuvre d'un plan d'expériences permettant d'évaluer, sur la base d'une analyse statistique, l'influence des très nombreux paramètres laser sur la qualité des assemblages, et ce dans le cas d'un contact optique. Une analyse préliminaire a permis la détermination des domaines de paramètres permettant le soudage, et ainsi la sélection des paramètres à étudier et leurs valeurs dans le cadre du plan d'expériences.

Les résultats du plan d'expériences sont donnés dans le chapitre 4. L'influence des paramètres laser est analysée pour les différentes propriétés caractérisées des assemblages que sont la résistance mécanique, la résistance ther-

mique, le taux de transmission du verre dans la zone soudée, les contraintes résiduelles et la capacité des assemblages à être étanches. Une étude plus approfondie a été réalisée sur la forme des cordons et sur les contraintes résiduelles dans le matériau.

Enfin, le chapitre 5 est consacré à la compréhension de la formation de la soudure dans le but d'améliorer les performances atteintes, et en vue de permettre une industrialisation du procédé. Une modélisation de l'élévation de température dans le matériau est effectuée, permettant de comprendre ce que notre méthode de soudage a de spécifique. L'influence de la géométrie des soudures, celle d'un recuit et la prise en considération de la distance inter-verre sont aussi abordés dans le but d'améliorer le procédé. La possibilité d'adapter cette méthode à l'assemblage de verre sur silicium a également été démontrée.

# Chapitre 1

## Intérêt de l'assemblage de verres

### Sommaire

---

|            |  |           |
|------------|--|-----------|
| <b>1.1</b> | <b>Introduction</b>                                  | <b>28</b> |
| <b>1.2</b> | <b>Le verre</b>                                      | <b>28</b> |
| 1.2.1      | Historique et développement                          | 28        |
| 1.2.2      | Définition, composition et mise en forme             | 30        |
| 1.2.3      | Utilisation du verre                                 | 32        |
| <b>1.3</b> | <b>Applications de l'assemblage de verres</b>        | <b>33</b> |
| <b>1.4</b> | <b>Techniques classiques d'assemblage de verres</b>  | <b>33</b> |
| 1.4.1      | Jonction adhésive                                    | 33        |
| 1.4.2      | Jonction par assistance thermique                    | 34        |
| 1.4.3      | Jonction par contact optique                         | 34        |
| 1.4.4      | Jonction anodique                                    | 35        |
| 1.4.5      | Jonction par brasage                                 | 36        |
| 1.4.6      | Jonction par laser continu                           | 37        |
| 1.4.7      | Récapitulatif des techniques classiques d'assemblage | 38        |
| <b>1.5</b> | <b>Conclusion</b>                                    | <b>38</b> |

---

## 1.1 Introduction

Ce premier chapitre est consacré au matériau « verre » et permet de présenter le contexte et l'intérêt du travail de thèse : l'assemblage de verres. L'importance et l'utilisation des verres au quotidien sont exposées, ainsi que leurs développements et l'évolution de la compréhension de leurs structures à l'échelle atomique. L'intérêt d'assembler un verre avec un autre verre ou d'autres matériaux découle de cette utilisation massive du verre. Les techniques d'assemblages conventionnelles, telles que la jonction par collage ou la jonction anodique, sont présentées. Les avantages et inconvénients liés à chacune d'entre elles permettent de démontrer de l'intérêt du développement d'une nouvelle méthode d'assemblage de verre.

## 1.2 Le verre

### 1.2.1 Historique et développement

Les origines des procédés de fabrication du verre par l'homme sont encore sujettes à discussion [11]. Plusieurs mythes et légendes existent, dont le plus connu reste le texte de Pline l'Ancien dans son *Naturalis Historia*, écrit durant le 1<sup>er</sup> siècle. Ce mythe décrit la découverte du verre, par hasard, par des marins phéniciens lors d'un bivouac à l'embouchure du fleuve Belus. La légende veut que les marins aient utilisé des blocs de natron pour délimiter le foyer, et qu'ils auraient observé la fonte du sable et du natron, formant un liquide clair jusqu'alors inconnu.

Les objets en verre les plus anciens, vieux de plus de 4000 ans, ont été découverts en Égypte et en Mésopotamie, sous la forme de perles opaques bleues ou vertes [11]. La technique de fabrication du verre a subi une forte évolution pour devenir une industrie majeure aux alentours de 1500 avant notre ère en Égypte [12]. La méthode utilisée à l'époque consistait à façonner un noyau d'argile durci ayant la forme intérieure de l'objet en verre désiré, puis à mouler du verre étiré à chaud autour de ce noyau, avant de le retirer [13]. La plupart des objets créés durant cette période présentent une couleur bleue opaque, imitant le lapis-lazulis.

L'invention de la technique du verre soufflé par les Syriens, vers 200 avant notre ère, a permis une fabrication plus facile et rapide du verre [17]. L'utilisation de cette méthode entraîne une diversification des formes réalisables et remplace rapidement l'ancienne technique pour la fabrication de récipients et de vaisselles [18]. La chimie du verre progresse en parallèle des techniques de fabrication, offrant la possibilité de le rendre transparent par l'ajout de manganèse [19]. Une importation massive de verres s'ensuit alors en Grèce et à Rome, conduisant au transfert des techniques de fabrication et à leur appropriation par Rome vers 100 avant notre ère [18]. Le verre perd son statut de produit de luxe pour devenir un objet du quotidien sous la forme de



FIGURE 1.1: Exemples de verres datant de l'Égypte Antique : a) Bouteille en verre fabriqué sous le règne d'Akhenaton (1350 avant notre ère) [14], b) Perle de verre produite sous le règne d'Hatchepsout (1460 avant notre ère) [15], c) Bijoux d'oreilles portés sous le règne de Thoutmosis III (1470 avant notre ère) [16]

bouteilles et de vaisselles creuses, mais aussi de vitres ou de miroirs, jusqu'à la chute de l'empire Romain [17].

L'industrie du verre décline ensuite en Europe au courant du Moyen-Âge, suite à la cessation des activités entre l'Europe et l'Orient [17]. Le verre à vitre redevient un matériau de luxe, utilisé pour la construction des cathédrales. Deux techniques de verre plat sont développées en Europe : le soufflage en couronne et le soufflage en manchon [20]. Dans le cas du soufflage en manchon, le verre est soufflé sous la forme d'un cylindre de grande dimension, qui est ensuite découpé de façon à former une plaque. Le soufflage en couronne consiste à inciser l'extrémité du verre soufflé lors du procédé de fabrication, puis à aplatir le verre par rotation de la canne de souffleur de verre, afin de créer un verre plat de forme circulaire.

Au cours du IX<sup>ème</sup>, les Vénitiens redécouvrent l'art du verre au contact des Byzantins [21]. Les verreries vénitiennes parviennent à atteindre une qualité remarquable de verre, d'une pureté et d'une transparence inégalées, ce qui leur permet de dominer le marché du verre pendant 200 ans [21], notamment concernant la production de lentilles et de miroirs [17]. Les autres pays d'Europe développent alors de nouvelles techniques pour concurrencer la domination de Venise. La France tente d'attirer les artisans Vénitiens, notamment pour la réalisation de la Galerie des Glaces de Versailles, et le roi Louis XIV fonde la « Manufacture Royale des Glaces de France », connue désormais sous le nom de Saint-Gobain [17]. Le verre de Bohême, plus fin et plus durable, fait son apparition en République Tchèque avant d'être supplanté par le cristal anglais, à forte teneur en plomb.

Le XIX<sup>ème</sup> siècle est témoin de progrès dans tous les domaines de fabrication du verre. Les méthodes d'étirage et de laminage sont perfectionnées, afin de produire des verres plans de dimensions toujours plus grandes. Au début des années 1900, Émile Fourcault développe un procédé de verre étiré

à partir de verre liquide. Le verre est extrait et étiré verticalement à travers des rouleaux, à partir du bain de matière fondue, permettant de supprimer les étapes de polissage [22]. La technique du verre flotté, qui est encore la méthode la plus utilisée actuellement pour la fabrication de verre plat, est inventée en 1952 par Alastair Pilkington et brevetée en 1954, et devient pleinement opérationnelle en 1959 [23]. Cette technique, qui a révolutionné l'industrie du verre, consiste à former un ruban de verre en faisant flotter la matière fondue à haute température, entre 1200 et 600 °C, sur un bain d'étain en fusion à 200 °C. La technique du verre flotté assure une très bonne planéité de surface et un fini de type poli-feu.

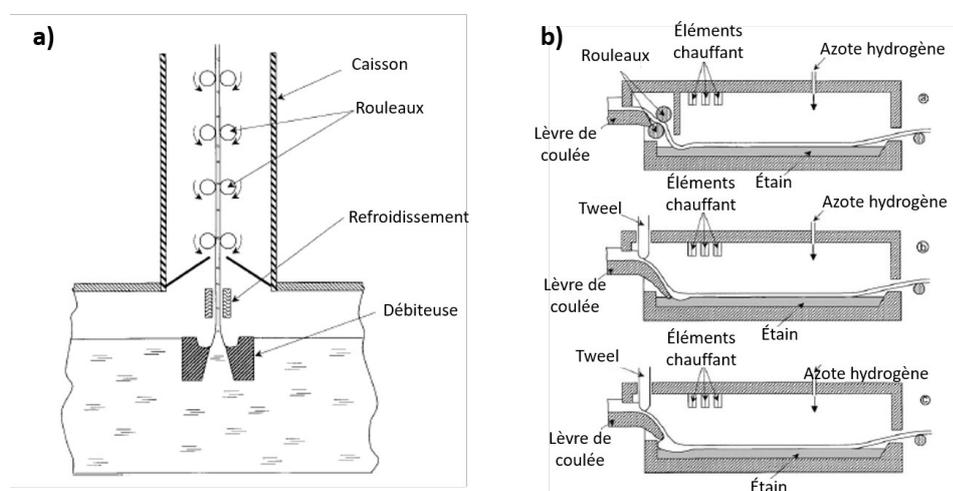


FIGURE 1.2: Exemples de procédé de fabrication du verre plat [24] : a) Schéma de fonctionnement du procédé Fourcault, b) Étape du développement du procédé du verre flotté

### 1.2.2 Définition, composition et mise en forme

La définition du verre a récemment évolué suite aux dernières avancées réalisées dans le domaine. Jusqu'au XX<sup>ème</sup> siècle, le verre était défini comme un matériau fragile, dur et cassant, possédant de remarquables qualités optiques, mécaniques, chimiques et thermiques. Cependant, différents types de verre développés au cours du dernier siècle ne correspondent plus à la définition conventionnelle du verre : le verre métallique n'est pas transparent, les verres organiques ne sont pas réalisés à base de silice, les verres formés par sol-gel ne sont pas obtenus par refroidissement d'un mélange en fusion [1]. La définition actuellement établie décrit le verre comme un solide amorphe, sans structure atomique périodique à longue distance, possédant une zone de transition vitreuse.

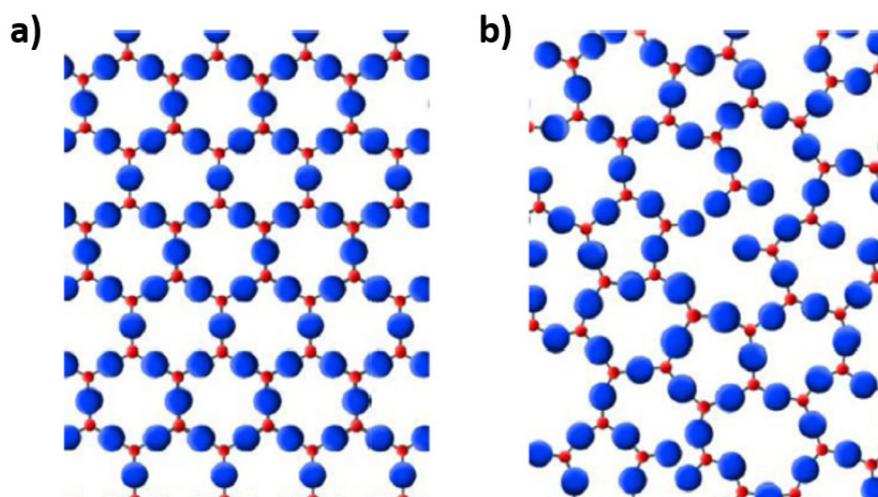


FIGURE 1.3: Schéma de l'arrangement atomique d'après la définition de Zachariassen : (a) dans le cas d'un réseau cristallin, (b) dans le cas d'un verre [23].

Derrière le terme « verre » se cache une énorme quantité de matériaux, pouvant aller du verre à vitre le plus classique aux verres les plus exotiques tels que les verres métalliques ou les verres chalcogénures [24]. Même en ne s'intéressant qu'à la famille des verres minéraux, de nombreux types de verre se distinguent en fonction de leur composition : avec par exemple la silice fondue, les verres au plomb, les borosilicates ou les aluminosilicates. Tous ces types de verres présentent des propriétés de matériaux très variables et ne sont pas destinés aux mêmes applications [24]. Le tableau 1.1 recense la composition et les applications de certains des principaux types de verres.

| Type de verre    | Composition   | Applications  |
|------------------|---|---|
| Silice fondue    | $\text{SiO}_2$  | Fibre optique   |
| Sodocalcique     | $\text{SiO}_2, \text{CaO}, \text{Na}_2\text{O}$                         | Vitrage, bouteille, flacon                              |
| Borosilicate     | $\text{SiO}_2, \text{B}_2\text{O}_3, \text{Na}_2\text{O}$               | Pharmacie, culinaire, laboratoire                       |
| Alumino-silicate | $\text{SiO}_2, \text{Al}_2\text{O}_3, \text{CaO}, \text{B}_2\text{O}_3$ | Fibres de renforcement                                  |
| Verre au plomb   | $\text{SiO}_2, \text{PbO}, \text{K}_2\text{O}$                          | Verrerie d'art, flaconnage de luxe, écran de protection |
| Chalcogénure     | S, Se, Te   | Optique infrarouge                                      |

TABLE 1.1: Composition et applications de certains des principaux types de verres [24]

L'état de surface du verre peut également être très variable en fonction du procédé de fabrication et de mise en forme ou de post-traitement. Par exemple des techniques de polissage standard permettent d'atteindre une rugosité arithmétique inférieure à 2 nm et une planéité de l'ordre de 20  $\mu\text{m}$ , tandis qu'un polissage avancé permet d'atteindre une rugosité arithmétique inférieure à 1,5 nm et une planéité entre 10 et 20  $\mu\text{m}$  [25]. La technique de soudage dite poli-feu permet quant à elle d'atteindre une rugosité arithmétique inférieure à 0,8 nm. Cependant pour cette méthode, la qualité de la planéité n'est pas garantie et dépend du matériau [25].

### 1.2.3 Utilisation du verre

Toutes ces propriétés remarquables font du verre un matériau utilisé au quotidien dans de très nombreux domaines. L'une de ses applications les plus évidentes se retrouve dans l'art de la table, où le matériau est utilisé comme contenant pour les boissons sous la forme de verre à eau, verre à vin ou de bouteille. Il est également parfois utilisé dans la fabrication d'assiettes ou de bols [26].

Les différentes techniques de mise en forme du verre permettent d'obtenir des qualités de surface différentes, et sont notamment mises en œuvre dans le domaine de l'habitat, de l'architecture et du design [27]. Dans ce type d'applications, le verre est utilisé à la fois comme matériau de structure et comme matériau décoratif. Le verre flotté est le type de verre le plus utilisé actuellement, notamment pour le vitrage. La méthode du verre étiré est utilisée spécifiquement dans des projets de rénovation de bâtiments historiques. Le verre coulé, ou décoratif, est un verre ayant perdu sa transparence lors de la structuration de sa surface. Il est principalement utilisé pour des applications nécessitant de protéger du regard, sous la forme d'une paroi de douche par exemple. Le verre est également utilisé pour de nombreuses autres applications dans le domaine du bâtiment, telles que la fabrication de toits en verre et de coupoles, de balustrades, de vitrines, ou même de passerelles ou d'escaliers.

L'évolution des techniques de fabrication du verre permet d'améliorer ses performances dans de nombreuses applications. Son utilisation dans le domaine de l'automobile bénéficie notamment des avantages du développement de nouvelles méthodes de conditionnement du verre [28]. La fabrication de pare-brise repose sur la technique du verre feuilleté, qui consiste à alterner des feuilles de verre avec des films plastiques transparents. Cela permet d'obtenir un verre très résistant aux chocs mécaniques, et qui ne se désagrège pas lors d'un bris. Les vitres latérales, quant à elles, sont réalisées en utilisant la méthode du verre trempé. Cette technique consiste à faire subir un procédé de choc thermique au matériau, qui le rend beaucoup plus résistant qu'un verre traditionnel. De plus, dans le cas où il est brisé, le verre se fracture en de nombreux éclats non coupants et de petite taille.

L'ajout d'oxyde de plomb dans la composition du verre permet de réduire la transmission des radiations nucléaires [27]. Le verre de protection contre les rayonnements est utilisé comme vitre de protection dans les centres de radiologie, ou comme fenêtre d'observation pour des salles de traitement.

### 1.3 Applications de l'assemblage de verres

La majorité des applications faisant intervenir du verre nécessitent un assemblage entre le verre et un autre matériau. Par exemple, les applications dans le domaine de l'architecture, telles que la fabrication de façades ou de structure en verre, requièrent l'assemblage entre elles de vitres de verre [29]. Le domaine du photovoltaïque fait aussi appel à des techniques d'assemblage de substrats de verre [30]. L'assemblage de verre sur métal est utilisé pour de nombreuses applications telles que la fabrication de tubes électroniques, l'encapsulation de diode à semi-conducteur dans du verre ou encore le scellage d'une ampoule [31]. L'assemblage de verre sur des électrodes de métal présente également de nombreuses applications dans la fabrication d'appareils de mesure, de batteries solaires ou d'écrans tactiles [32]. Dans le domaine de l'encapsulation de microsystèmes électromécaniques, c'est l'assemblage de verre sur silicium qui présente le plus d'intérêt [33]. De nombreuses autres applications des techniques d'assemblage de verres peuvent être citées, parmi lesquelles le soudage de fibres optiques ou l'encapsulation de cristaux liquides.

### 1.4 Techniques classiques d'assemblage de verres

Il existe de nombreuses techniques d'assemblage de verres [2, 34]. Ces techniques diffèrent selon leur type de mise en œuvre (haute température, additif extérieur) et selon les matériaux qu'elles permettent d'assembler (verre sur verre, verre sur métal).

#### 1.4.1 Jonction adhésive

La méthode de la jonction adhésive est la technique d'assemblage la plus classique et la plus simple en général à mettre en œuvre, consistant à joindre les matériaux à assembler en appliquant un additif adhésif à l'interface [2]. La technique du collage est très polyvalente : elle permet d'assembler différents types de matériaux tels que du verre, des métaux, des semi-conducteurs, et permet d'utiliser différents types d'adhésifs offrant différentes propriétés. Parmi les différents types d'adhésifs, les colles polymérisant sous UV sont les plus utilisées pour l'assemblage de verre.

Cette méthode présente de nombreux avantages en termes de polyvalence, de facilité de mise en œuvre, de coût et de résistance mécanique [2]. Elle a cependant l'inconvénient de présenter un mauvais vieillissement. De plus, les

assemblages réalisés par jonction adhésive présentent une résistance chimique et thermique relativement faible, et ne sont pas biocompatibles [2].

Cette technique est principalement utilisée pour des applications à température ambiante, notamment pour la fabrication d'éléments micro-optiques [2].

|                   | <b>Avantages</b>   | <b>Inconvénients</b>  |
|-------------------|--|---|
| Jonction adhésive | Simple de mise en oeuvre<br>Tout type de matériaux<br>Résistance mécanique | Non biocompatible<br>Faible résistance chimique<br>Faible résistance thermique<br>Mauvaise étanchéité |

TABLE 1.2: Avantages et inconvénients principaux de la jonction adhésive

#### 1.4.2 Jonction par assistance thermique

La jonction par assistance thermique est une technique d'assemblage de verres dont le principe consiste à élever la température de l'ensemble au-dessus du point de transformation du verre, tout en appliquant une certaine pression sur les matériaux à assembler [2]. L'application principale de cette méthode a pour objet la fabrication d'éléments microfluidiques [35].

Cette technique présente l'avantage de ne pas nécessiter de matériau additif et la capacité à assembler des verres ayant une surface rugueuse ou texturée. La température d'assemblage se situe en général entre 450 °C et 550 °C, sous une pression entre 5 kPa et 0.2 MPa, et pendant une durée variable de 30 minutes à plus de 1000 minutes [2]. Néanmoins, cette technique ne peut pas être utilisée pour des assemblages dont l'un des composants est sensible à la température.

|                    | <b>Avantages</b>  | <b>Inconvénients</b>   |
|--------------------|---|--|
| Jonction thermique | Résistance mécanique<br>Résistance thermique<br>Pas de matériau adhésif | Échauffement de tout l'ensemble<br>Compatibilité des matériaux |

TABLE 1.3: Avantages et inconvénients principaux de la jonction par assistance thermique

#### 1.4.3 Jonction par contact optique

Le procédé d'assemblage de verres par contact optique, ou adhésion moléculaire, est une méthode de jonction sans apport de matière extérieure, principalement utilisée dans la fabrication de composants optiques, tels que

des cavités Fabry-Perot ou des assemblages de cristaux non-linéaires [36]. Cette technique repose sur des forces d'attraction intermoléculaires de types liaisons de Van der Waals, liaisons hydrogènes ou covalentes [37].

Cette méthode ayant été développée pour l'assemblage de wafer de silicium pour des applications dans le domaine de l'électronique, son adaptation à l'assemblage de verre présente quelques difficultés. En effet, le verre étant un matériau amorphe, il présente une rugosité plus élevée que le silicium, même après polissage. De plus, les lames de verres sont plus épaisses et moins flexibles que les wafer de silicium [36].

La mise en œuvre de cette méthode semble plutôt simple. Elle consiste à rapprocher suffisamment près les deux surfaces à mettre en contact. Cependant, atteindre la distance nécessaire à l'initiation du contact impose différentes contraintes sur le verre à assembler. Cette distance est de l'ordre de quelques nanomètres, ce qui requiert une excellente qualité de surface des matériaux à assembler [37]. Une rugosité moyenne inférieure à 0,5 nm est nécessaire, de même qu'une planéité inférieure à 30  $\mu\text{m}$  [38].

Le contact optique ne peut être obtenu que si les matériaux à assembler sont exempts de toute contamination. Une étape de nettoyage est alors essentielle, car la présence de poussière à la surface empêche l'initiation de l'adhésion moléculaire. Ce nettoyage est réalisé en général en salle blanche, ou sous hotte, et consiste en différentes étapes successives destinées à enlever les contaminants, puis ôter les traces résiduelles des produits de nettoyage [39].

Cette méthode présente l'avantage d'une transparence parfaite, de l'absence de contraintes dans le matériau et de l'absence de dégazage. Un procédé de recuit après un assemblage par contact optique permet d'améliorer la résistance mécanique et de pérenniser l'assemblage [40].

|                              | <b>Avantages</b>   | <b>Inconvénients</b>   |
|------------------------------|--|--|
| Jonction par contact optique | Sans additif<br>Tout type de matériaux<br>Résistance thermique | Faible résistance mécanique<br>Nécessite haute qualité de surface<br>Nettoyage |

TABLE 1.4: Avantages et inconvénients principaux de la jonction par contact optique

#### 1.4.4 Jonction anodique

La jonction anodique est une méthode d'assemblage électrochimique reposant sur l'action de la température et d'un potentiel. Cette méthode est généralement utilisée pour assembler des fines lames de verre et de silicium, ou de verre et de métal [2]. L'assemblage de verre sur verre peut également être réalisé en ajoutant un film intermédiaire [41]. Les applications principales de

cette méthode concernent le domaine des capteurs et de l'encapsulation de microsystèmes, mais également celui de la microfluidique [2].

Le procédé de la jonction anodique se réalise en deux étapes : une élévation de température et l'application d'un voltage. L'élévation de température, de l'ordre de 300 à 500 °C, permet de rendre mobile les ions alcalins, tandis que l'application d'un voltage entre 100 et 1000 volts permet de faire migrer ces ions [2].

Cette méthode possède toutefois deux contraintes majeures sur les matériaux qu'il est possible d'assembler. Un contact optique est nécessaire entre les deux substrats, ce qui impose une très haute qualité de surface, et les deux matériaux doivent avoir des coefficients de dilatation thermique proches [2]. Le Pyrex est ainsi le verre le plus souvent utilisé car son coefficient de dilatation thermique, bas pour du verre, est très proche de celui du silicium. Cependant, malgré l'élévation de température lors du procédé d'assemblage, le point de fusion des matériaux n'est pas atteint, ce qui implique que la surface des matériaux à assembler n'est pas détériorée [42]. La résistance mécanique à l'arrachement de la jonction anodique augmente avec la température d'assemblage, et se situe autour de 10 MPa pour un assemblage de verre sur silicium, et autour de 20 MPa pour un assemblage de deux lames de verre à l'aide d'une couche intermédiaire [43].

|                   | <b>Avantages</b>   | <b>Inconvénients</b>  |
|-------------------|--|---|
| Jonction anodique | Résistance mécanique<br>Sans additif pour verre/métal et verre/semi-conducteur | Film additionnel pour assemblage verre/verre<br>Nécessite haute qualité de surface<br>Fort courant électrique |

TABLE 1.5: Avantages et inconvénients principaux de la jonction anodique

### 1.4.5 Jonction par brasage

La jonction par brasage est une technique principalement utilisée dans le domaine des microsystèmes et des microcomposants, où elle est mise en œuvre pour des applications d'encapsulation et d'emballage [2]. En particulier, cette technique est principalement utilisée pour la fabrication de gyroscopes et d'accéléromètres [44]. Cette technique est utilisée pour assembler des plaques très fines, et peut s'adapter à différents types de matériaux tels que les verres, les métaux, les semi-conducteurs ou les céramiques.

La jonction par brasage est un procédé thermo-compressif utilisant de la brasure de verre comme couche intermédiaire entre les plaques à assembler [44]. Cette brasure de verre se présente sous la forme d'une pâte composée d'une poudre de verre, le plus souvent au plomb, d'un solvant et d'un liant, et présentant une température de fusion très basse [45]. La méthode

consiste à appliquer la brasure de verre sur l'échantillon par sérigraphie, puis à élever l'ensemble à une température d'environ 450 °C pendant 30 minutes, tout en appliquant une pression externe, ce qui entraîne un ramollissement de la couche de brasure de verre et un mouillage des substrats à assembler. La jonction se forme lors du processus de refroidissement [44].

L'avantage principal de cette méthode repose sur sa capacité à souder tout type de surfaces, même des surfaces rugueuses ou micro-structurées. Sa force de jonction, permettant à l'assemblage de supporter des contraintes de l'ordre de 20 à 25 MPa, est très proche de celle de la jonction anodique [44]. Cependant, cette technique nécessite une montée en température de l'échantillon complet pendant de longues minutes, et n'est donc pas adaptée aux composants sensibles à la température. De plus, seuls les matériaux ayant un coefficient de dilatation thermique proche de celui de la brasure de verre peuvent être assemblés, ce qui limite les combinaisons de matériaux différents. Enfin, cette méthode est sélective et permet donc de contrôler la géométrie de soudage, mais la largeur minimale conseillée des cordons est de l'ordre de 100 à 200  $\mu\text{m}$  [45].

|                      | <b>Avantages</b>   | <b>Inconvénients</b>  |
|----------------------|--|---|
| Jonction par brasage | Résistance mécanique<br>Hermétique<br>Isolant électrique<br>S'adapte même aux surfaces rugueuses | Haute température d'assemblage<br>Contraintes sur la compatibilité du coefficient de dilatation thermique |

TABLE 1.6: Avantages et inconvénients principaux de la jonction par brasage

### 1.4.6 Jonction par laser continu

Le soudage par laser continu permet d'atteindre d'excellentes performances en termes de sélectivité spatiale. Le soudage d'un verre sur un matériau absorbant par laser repose sur l'absorption de l'énergie par le matériau absorbant, dont la température s'élève localement jusqu'à atteindre son point de fusion [2].

Cependant, cette méthode nécessite la présence d'un matériau absorbant et ne peut donc pas être adaptée à l'assemblage d'un verre sur un verre.

Le soudage de verres par un laser  $\text{CO}_2$  continu a été démontré, dans un procédé plus similaire au soudage métallique. Dans cette situation, le verre est absorbant à la longueur d'onde du laser et peut être soudé en bord à bord [46].

|                            | Avantages  | Inconvénients   |
|----------------------------|--|---|
| Jonction par laser continu | Sans additif<br>Haute résistance mécanique<br>Haute résistance thermique | Pas compatible pour verre/verre<br>Nécessite haute qualité de surface |

TABLE 1.7: Avantages et inconvénients principaux de la jonction par laser continu

### 1.4.7 Récapitulatif des techniques classiques d'assemblage

Ces diverses méthodes d'assemblage présentent de nombreuses différences en termes de propriétés d'assemblage, avec des avantages et des inconvénients très différents, recensés dans le tableau 1.8.

| Méthodes d'assemblage  | Mise en oeuvre | Qualité de surface | Résistance mécanique | Résistance thermique | Résistance chimique | Verre/verre | Verre/autre matériau | Herméticité | Matériau additif | Biocompatibilité | Impact sur le matériau |
|------------------------|----------------|--------------------|----------------------|----------------------|---------------------|-------------|----------------------|-------------|------------------|------------------|------------------------|
| Jonction adhésive      | ✓              | ✓                  | ✓                    | ✗                    | ✗                   | ✓           | ✓                    | ✗           | ✗                | ✗                | ✓                      |
| Jonction thermique     | ✗              | ✓                  | ✓                    | ✓                    | ✓                   | ✓           | ✗                    | ✓           | ✓                | ✓                | ✗                      |
| Contact optique        | ✗              | ✗                  | ✗                    | ✓                    | ✗                   | ✓           | ✓                    | ✗           | ✓                | ✓                | ✓                      |
| Jonction anodique      | ✗              | ✗                  | ✓                    | ✓                    | ✓                   | ✗           | ✓✗                   | ✓           | ✗                | ✓                | ✗                      |
| Jonction par brasage   | ✗              | ✓                  | ✓                    | ✓                    | ✓                   | ✓           | ✓✗                   | ✓           | ✗                | ✓                | ✗                      |
| Jonction laser continu | ✓              | ✗                  | ✓                    | ✓                    | ✓                   | ✗           | ✓                    | ✓           | ✗                | ✓                | ✓                      |

TABLE 1.8: Avantages et inconvénients des méthodes conventionnelles d'assemblage de verres

Le choix de la méthode d'assemblage doit alors se faire en fonction de l'application visée. Les techniques les plus utilisées pour l'assemblage du verre sur verre sont la jonction adhésive et la jonction par fusion. La jonction anodique est le plus souvent utilisée pour du soudage de verre sur semi-conducteur, tandis que l'assemblage de verre sur métal est généralement réalisé par brasage [2, 44]

## 1.5 Conclusion

Les nombreuses utilisations du verre dans différents domaines requièrent la maîtrise d'une méthode fiable d'assemblage de verre. Plusieurs techniques de jonction de verres, ou d'un verre avec un autre matériau, sont disponibles et sont déjà utilisées pour des applications quotidiennes et industrielles. La

prise en compte des avantages et des inconvénients de chaque méthode permet de sélectionner la technique la plus convenable selon l'application visée. Cependant, il existe toujours des applications pour lesquelles les techniques conventionnelles ne sont pas satisfaisantes. C'est pourquoi le développement d'une nouvelle méthode d'assemblage présente un intérêt, notamment dans les domaines du biomédical, de la micro-fluidique ou de la micro-électronique.

La méthode du soudage de verres par impulsions laser ultracourtes, développée en laboratoire depuis plus d'une dizaine d'années [3], semble offrir une nouvelle alternative présentant de nombreux avantages, parmi lesquels une absence de matériau additif, une haute résistance mécanique et une haute tenue thermique, ainsi que la capacité de créer des soudures localisées et de dimensions micrométriques.



## Chapitre 2

# État de l'art du soudage de verre par impulsions laser femtosecondes

### Sommaire

---

|            |  |           |
|------------|--|-----------|
| <b>2.1</b> | <b>Introduction</b>  | <b>42</b> |
| <b>2.2</b> | <b>Interaction impulsions laser ultracourtes et matériaux transparents</b> | <b>42</b> |
| 2.2.1      | Comportement linéaire  | 42        |
| 2.2.2      | Absorption non linéaire  | 43        |
| 2.2.3      | Propagation non linéaire de l'impulsion                                    | 45        |
| 2.2.4      | Modifications structurelles dans le matériau                               | 47        |
| 2.2.5      | Effet d'accumulation thermique   | 51        |
| 2.2.6      | Exemples d'applications  | 55        |
| <b>2.3</b> | <b>Applications à l'assemblage de verres</b>                               | <b>56</b> |
| 2.3.1      | Soudage par filamentation laser  | 57        |
| 2.3.2      | Soudage par accumulation thermique à haute cadence                         | 58        |
| 2.3.3      | Différentes combinaisons de matériaux                                      | 60        |
| 2.3.4      | Implémentations expérimentales dans la littérature                         | 62        |
| 2.3.5      | Performances des assemblages réalisés et améliorations                     | 64        |
| 2.3.6      | Industrialisation du procédé   | 66        |
| 2.3.7      | Modélisation de la distribution de température                             | 66        |
| <b>2.4</b> | <b>Enjeux et objectifs de la thèse</b>                                     | <b>68</b> |
| <b>2.5</b> | <b>Conclusion</b>  | <b>69</b> |

---

## 2.1 Introduction

La méthode du soudage de verre par impulsions laser ultracourtes repose sur les phénomènes d'interactions non-linéaires entre les matériaux transparents et les impulsions laser ultracourtes. Ce chapitre est consacré à l'état de l'art concernant les interactions entre le verre et les impulsions laser ultracourtes, ainsi qu'aux différentes étapes historiques du développement de la méthode de soudage de verres. Les différents phénomènes d'optique linéaire et non-linéaire intervenant dans le cadre du soudage sont présentés, tels que l'effet Kerr optique et l'ionisation non-linéaire. Les différentes modifications structurelles subies par le matériau y sont exposées, ainsi que des exemples d'applications dans lesquelles elles interviennent. Enfin, les principes mis en œuvre dans la littérature dans le cadre du soudage de verre par impulsions laser ultracourtes sont présentés, ainsi que les performances atteintes par cette méthode.

## 2.2 Interaction impulsions laser ultracourtes et matériaux transparents

En régime classique, lorsqu'un faisceau laser de faible densité de puissance se propage dans un matériau transparent, ni le matériau n'est impacté par le passage du faisceau, ni la lumière n'est absorbée par le matériau. Cependant, dans le cas d'impulsions laser de durées ultracourtes (picosecondes ou femtosecondes), de fortes densités de puissance peuvent être atteintes en focalisant le faisceau laser, pouvant induire différentes modifications au matériau ou aux impulsions, telles que par exemple une absorption non-linéaire [6]. L'absorption de l'énergie d'une impulsion par effet non-linéaire n'étant possible qu'en présence d'une densité de puissance suffisante, il est possible de localiser le volume d'absorption de l'énergie à l'intérieur du matériau. En effet, en dehors du volume focal, la densité de puissance atteinte n'est pas suffisante pour permettre une absorption non-linéaire [47]. Cela conduit alors à un dépôt de l'énergie très localisé dans le matériau, pouvant se convertir, entre autres, en énergie thermique, et pouvant générer des changements de phase de la matière ou des modifications structurelles permanentes [7]. Initialement perçu comme un problème, ces phénomènes sont actuellement utilisés pour de nombreuses applications [7].

### 2.2.1 Comportement linéaire

Les verres faisant l'objet de ce travail de thèse, de type silice fondue, borosilicate, aluminosilicate ou sodo-calcique, possèdent une plage de transparence couvrant le domaine de la lumière visible et du proche infrarouge. La figure 2.1 présente la courbe de transmission du BK7 (Schott) sur une large plage de longueurs d'ondes [48].

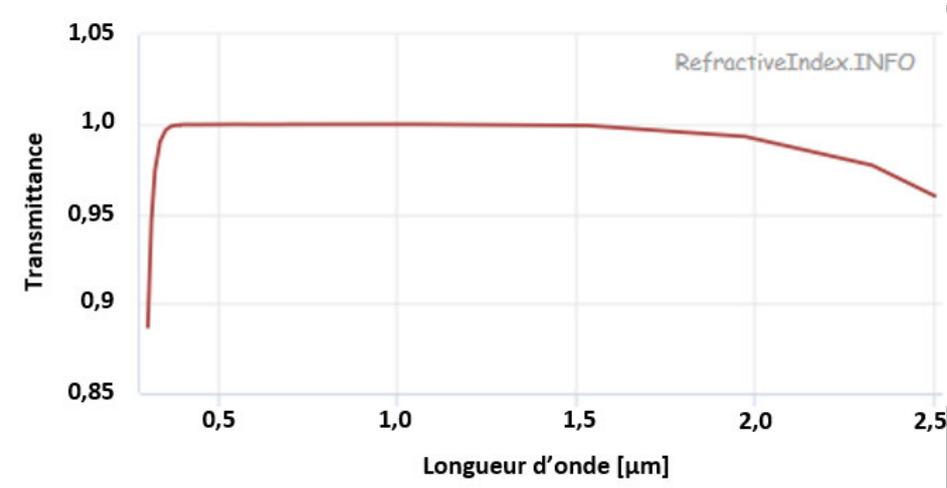


FIGURE 2.1: Courbe de transmittance du verre BK7 (Schott) [48]

Pour le BK7 (Schott), le coefficient d'absorption se situe entre  $0,0032129 \text{ cm}^{-1}$  pour une longueur d'onde de 400 nm et  $0,0066404 \text{ cm}^{-1}$  pour une longueur d'onde de 1400 nm [48]. Ce coefficient d'absorption, très bas dans le domaine du visible et du proche-infrarouge, provient de l'énergie de bande interdite du verre qui est bien supérieure à l'énergie d'un photon à ces longueurs d'onde [49, 47].

Dans notre cas, le coefficient d'absorption est considéré comme négligeable. Cela sera vu comme un avantage, permettant de localiser l'énergie dans le volume du verre, là où beaucoup de techniques ne peuvent déposer de l'énergie qu'en surface.

## 2.2.2 Absorption non linéaire

Lors de la focalisation d'un faisceau d'impulsions laser ultracourtes dans un matériau transparent, la densité de puissance dans le volume focal peut atteindre des valeurs suffisamment élevées pour induire une absorption non-linéaire de l'énergie dans le matériau [50]. Dans le cas du verre, le seuil d'intensité permettant l'ionisation non-linéaire du matériau est situé autour de  $10^{13} \text{ W/m}^2$  [7]. Il existe deux types de mécanismes d'absorption non-linéaires : la photoionisation ou l'ionisation par avalanche [49].

### 2.2.2.1 Photo-ionisation non-linéaire

Le terme de photo-ionisation fait référence au procédé d'excitation directe d'un électron par le faisceau laser [49]. Il existe deux régimes différents de photo-ionisation, l'ionisation multiphotonique et l'ionisation par effet tunnel.

L'ionisation par effet tunnel repose sur une distorsion du potentiel de Coulomb par le champ électrique du laser. Si le champ électrique est très fort, la barrière de Coulomb peut être suffisamment abaissée pour que l'électron traverse la barrière de potentiel afin de devenir un électron libre [49]. Ce type d'ionisation non-linéaire prédomine pour des champs laser intenses et à de faibles fréquences laser.

Un photon du domaine visible ou proche-infrarouge n'ayant pas suffisamment d'énergie pour être absorbé, dans du verre, par un électron de la bande de valence à la bande de conduction (ionisation), plusieurs photons sont nécessaires [51]. L'ionisation multiphotonique consiste alors en l'absorption simultanée de plusieurs photons. La somme de l'énergie des photons absorbés doit être supérieure à l'énergie de bande interdite, ce qui détermine le nombre de photons devant être absorbés simultanément [51].

Ces deux effets interviennent selon différentes conditions opératoires, et peuvent coexister. La transition entre ces deux phénomènes est exprimée par le paramètre de Keldysh décrit par l'équation 2.1 [50, 52].

$$\gamma = \frac{\omega}{e} \left( \frac{m c n \mathcal{E}_0 E_g}{I} \right)^{1/2} \quad (2.1)$$

Où  $\omega$  est la fréquence du laser,  $I$  l'intensité laser au point de focalisation,  $m$  la masse réduite de l'électron et  $e$  la charge de l'électron,  $c$  la vitesse de la lumière,  $n$  l'indice de réfraction,  $E_g$  l'énergie de bande interdite du matériau, et  $\mathcal{E}_0$  la permittivité diélectrique du vide [53].

Lorsque le paramètre de Keldysh est largement supérieur à 1,5, le phénomène de photoionisation est dominé par l'ionisation multiphotonique, tandis que le phénomène est dominé par l'effet tunnel lorsque le paramètre de Keldysh est largement inférieur à 1,5 [6]. Le phénomène de photonionisation peut également provenir d'un régime intermédiaire, lorsque le paramètre de Keldysh est proche de 1,5, faisant intervenir les deux types de phénomènes.

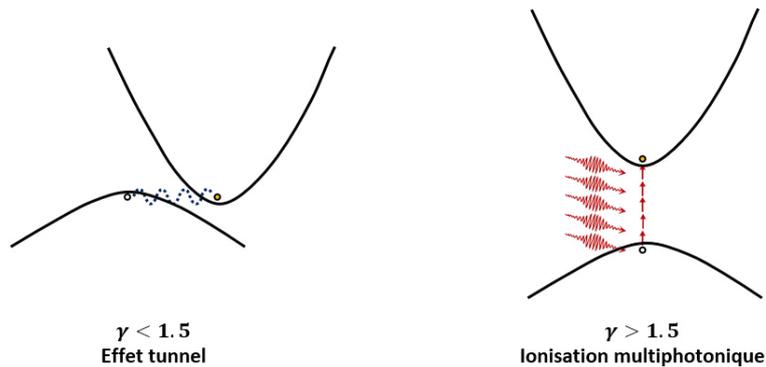


FIGURE 2.2: Illustration des différents phénomènes de photoionisation non-linéaire que sont l'effet tunnel et l'ionisation multiphotonique [54].

### 2.2.2.2 Ionisation par avalanche

Le phénomène d'ionisation par avalanche consiste en l'absorption des photons par les porteurs libres, suivi d'un transfert de l'excédent d'énergie vers les électrons de la bande de conduction [49]. La présence d'électrons libres est alors requise pour initier le phénomène d'avalanche.

Un électron présent dans la bande de conduction peut absorber linéairement plusieurs photons successivement, ce qui lui permet d'atteindre un état d'énergie plus élevé. Lorsque l'énergie de l'électron dépasse l'énergie de la bande de conduction d'une valeur supérieure à l'énergie de la bande interdite, l'électron peut transmettre son excès d'énergie à un autre électron de la bande de valence par collision. Le nombre de photons  $n$  minimum permettant d'atteindre le niveau d'énergie requis est défini par la formule  $n h \omega \geq E_g$ , avec  $h \omega$  l'énergie d'un photon et  $E_g$  l'énergie de bande interdite. Cela résulte en la présence de deux électrons dans la bande de conduction, pouvant absorber à nouveau des photons de façon linéaire, et ainsi exciter d'autres électrons, générant ainsi une ionisation par avalanche [49].

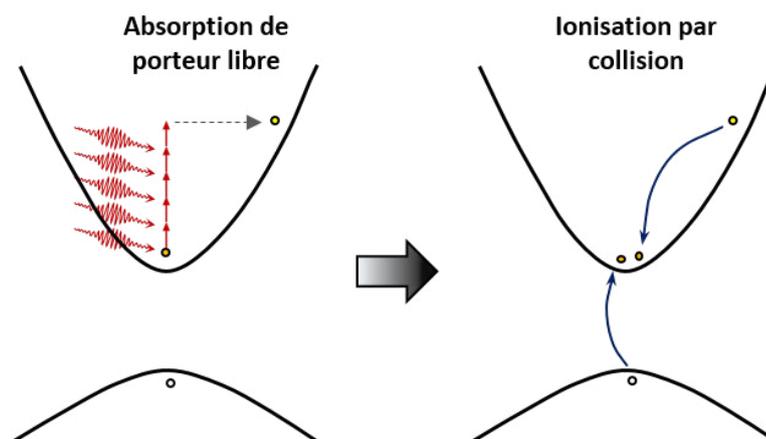


FIGURE 2.3: Illustration du procédé d'ionisation par avalanche : absorptions successives des photons par les électrons libres suivi d'une ionisation par collision [54].

### 2.2.3 Propagation non linéaire de l'impulsion

Les hautes puissances crêtes et intensités de puissance atteintes lors de la focalisation d'un faisceau d'impulsions ultracourtes dans un matériau transparent influent également sur la propagation du faisceau. En particulier, l'autofocalisation par effet Kerr et le phénomène de filamentation laser peuvent être observés dans un verre, mais également dans un gaz ou dans un liquide [55].

### 2.2.3.1 Autofocalisation par effet Kerr optique

En présence d'un champ électromagnétique intense, l'indice de réfraction  $n$  d'un matériau ne dépend plus uniquement de la fréquence du rayonnement s'y propageant, mais également de son intensité  $I$  selon la formule [55] :

$$n = n_0 + n_2 I(r, t) \quad (2.2)$$

L'indice de réfraction non-linéaire  $n_2$  étant en général positif, la propagation d'un faisceau laser intense conduit à une augmentation de l'indice de réfraction. Alors que le seuil pour lequel cet effet n'est plus négligeable se situe pour une puissance crête de l'ordre de 1 GW dans un gaz, il est de l'ordre de quelques MW dans les solides et les liquides [55]. Cet effet peut alors être observé lors de la propagation d'impulsions d'une durée d'une centaine de femtosecondes ayant une énergie de l'ordre de quelques microjoules dans un verre.

Dans le cas d'un faisceau gaussien, l'intensité de la partie centrale de la distribution spatiale est supérieure à celle des extrémités. Le faisceau laser voit alors un indice de réfraction plus élevé au centre de l'enveloppe de la gaussienne (si  $n_2 > 0$ ) qu'en bordure, entraînant une courbure du front d'onde équivalent à celle obtenue pour la traversée d'une lentille convergente. Ce phénomène étant cumulatif, il peut conduire à une focalisation, puis même à un effondrement dramatique du faisceau. [55].

Cet effondrement survient lorsque le phénomène d'auto-focalisation l'emporte sur la diffraction du faisceau laser, ce qui est obtenu pour des faisceaux dont la puissance crête initiale  $P_{in}$  dépasse le seuil de puissance critique  $P_{cr}$  d'auto-focalisation [55, 56].

$$P_{cr} = \frac{3.77\lambda_0^2}{8\pi n_0 n_2} \quad (2.3)$$

Pour un faisceau laser, dont la longueur d'onde est égale à 1030 nm, se propageant dans du verre bososilicate d'indice de réfraction 1,51 et d'indice non-linéaire de  $3, 10^{-16} \text{ cm}^2/\text{W}$  [53], la puissance critique vaut environ 3,5 MW.

En pratique, dans les matériaux transparents, différents mécanismes tels que l'ionisation multiphotonique ou la dispersion de vitesse de groupe permettent d'éviter l'effondrement du faisceau [57].

### 2.2.3.2 Filamentation laser

Les impulsions laser ultracourtes ont longtemps été considérées comme incapables de se propager sur de longues distances, compte tenu des effets de la diffraction et de la dispersion de la vitesse de groupe [55]. Cependant de nombreuses expériences observant les effets d'une intensité de faisceau

très élevée malgré une longue distance de propagation ont permis de démontrer qu'il était possible de conserver un faisceau focalisé sur une longue distance [55]. Ce phénomène, appelé filamentation laser, a en particulier été observé pour la première fois en 1995 par Braun et al., démontrant la propagation dans l'air d'un faisceau d'une longueur d'onde centrée sur 775 nm et d'une puissance supérieure au GW sur quelques dizaines de mètres tout en conservant un diamètre d'environ 100  $\mu\text{m}$  [58]. Le même phénomène a été observé pour différentes longueurs d'onde, mais aussi dans des liquides ou des solides [59], notamment par la propagation d'un filament sur toute l'épaisseur d'une lame de silice fondue de 2 cm [60].

Bien que de nombreux phénomènes interviennent dans la propagation d'un filament, le processus de formation du filament peut simplement être décrit comme une compétition entre l'autofocalisation par effet Kerr optique et la diffraction du faisceau par le plasma formé par absorption multiphotonique [55]. Dans un verre, cela se traduit par la propagation d'un faisceau d'une intensité de l'ordre de  $10^{14} \text{ W/cm}^2$  sur une distance pouvant être plusieurs fois supérieure à la longueur de Rayleigh du faisceau focalisé [59]. Toutefois, les pertes d'énergie sont bien supérieures dans un solide transparent que dans l'air, ce qui limite la longueur du filament suite à la chute de la puissance crête du faisceau sous la puissance critique d'autofocalisation [55].

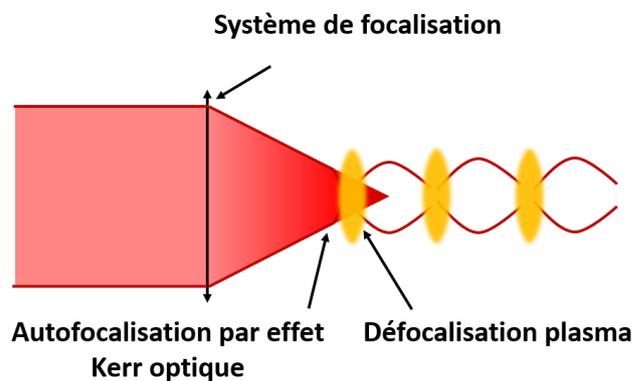


FIGURE 2.4: Illustration du phénomène de filamentation laser obtenu par des phénomènes successifs d'auto-focalisation et de diffraction [55].

#### 2.2.4 Modifications structurelles dans le matériau

La focalisation d'impulsions ultracourtes dans un matériau transparent génère, en plus des modifications subies par l'impulsion, des dommages permanents dans la matière si l'énergie contenue dans l'impulsion est suffisante [6].

Dans le cas d'impulsions laser d'une durée inférieure à quelques picose-

condes, les mécanismes de dommage optique sont découplés, en opposition à ceux intervenant pour des impulsions de longues durées [6]. L'absorption par les électrons se déroule sur une échelle de temps de quelques picosecondes, relativement courte par rapport à l'échelle de temps du transfert d'énergie au réseau qui est de quelques dizaines de picosecondes. Cela crée un découplage entre le phénomène d'absorption et le phénomène d'échauffement du réseau [61], ce qui a contribué à la qualification « d'athermique » des procédés laser ultracourts [62].

La figure 2.5 illustre l'échelle temporelle des différents phénomènes physiques intervenant lors de l'interaction entre un matériau transparent et une impulsion laser ultracourte. À l'échelle de temps de l'impulsion laser, l'énergie de l'impulsion est absorbée dans le matériau par les phénomènes d'ionisation non-linéaire et d'ionisation par avalanche. L'autofocalisation éventuelle par effet Kerr optique, de même que la diffusion par le plasma, se déroulent sur la même échelle de temps [63]. Au bout de quelques picosecondes, l'énergie optique absorbée par les électrons est transférée au réseau, suivie par la propagation d'une onde thermoélastique au bout de quelques nanosecondes [47]. L'énergie thermique est enfin diffusée hors du volume focal à l'échelle de la microseconde, produisant différentes modifications structurales permanentes en fonction des paramètres lasers [47].

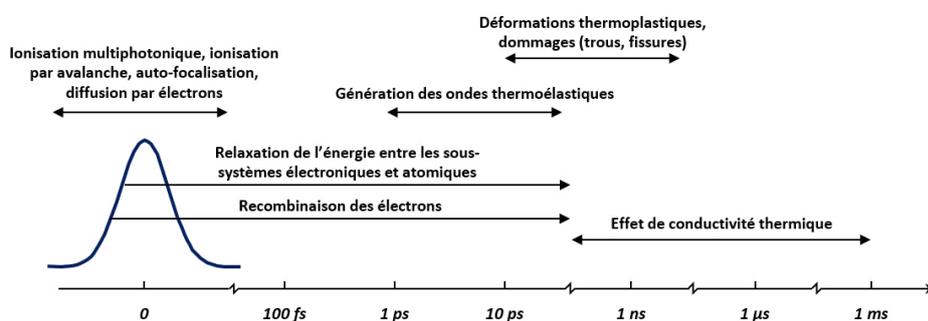


FIGURE 2.5: Échelle de temps caractéristique des phénomènes intervenant lors de l'irradiation d'un matériau transparent par une impulsion laser ultracourte [63].

Les processus d'absorption non-linéaire des impulsions laser conduisent à la formation d'un plasma d'électrons libres [51]. Lors du transfert de l'énergie du plasma au réseau, les propriétés du matériau sont modifiées, pouvant conduire à diverses transformations telles qu'une densification de la matière et un changement d'indice de réfraction, la formation de structures périodiques en surface ou en volume, la formation de micro-trous ou des transitions de phases de types amorphisation ou cristallisation [63]. Le type de modification peut dépendre à la fois des propriétés du matériau, mais également des paramètres d'irradiation laser, tels que l'énergie par impulsion,

la durée d'impulsion, la fréquence de répétition, la longueur d'onde ou la polarisation [64].

### 2.2.4.1 Influence de l'énergie par impulsions

Les principales modifications structurelles observées dans un matériau transparent suite à l'interaction avec des impulsions ultracourtes sont le changement d'indice isotrope, le changement d'indice anisotrope et la formation de micro-trous. Dans le cas de la silice fondue, qui est le cas le plus fréquemment traité dans la littérature, ces trois catégories principales de modifications peuvent être observées rien qu'en modifiant l'énergie par impulsion [65], comme illustré sur la figure 2.6.

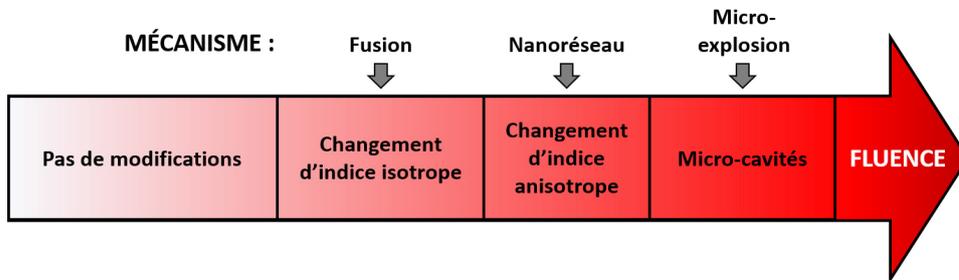


FIGURE 2.6: Évolution des différents régimes de modifications structurelles pour de la silice fondue irradiée par des impulsions ultracourtes en fonction de la fluence [65].

Pour des énergies d'impulsions faibles, juste au-dessus du seuil de modification (par exemple, une énergie de 100 nJ pour une impulsion d'une durée de 100 fs, à une longueur d'onde de 800 nm, focalisée par un objectif de microscope d'ouverture numérique de 0.6), l'interaction entre la silice et les impulsions ultracourtes est à l'origine d'un léger changement d'indice de réfraction lisse et uniforme. Ce changement d'indice est obtenu suite à la densification de la matière lors du refroidissement rapide du volume focal fondu [51]. Dans le cas général, la valeur du changement d'indice dépend de l'énergie par impulsion, mais également du matériau, des changements d'indice positifs et négatifs ayant pu être observés [64].

Pour des énergies supérieures, un changement d'indice biréfringent peut être observé en volume dans la silice fondue. Une des hypothèses serait que la biréfringence est formée par des nanostructures périodiques obtenues par interférences entre le champ laser et les ondes plasma, se présentant comme une succession de zones plus ou moins denses de dimension inférieure à la longueur d'onde [66].

Dans le verre, pour des hautes énergies d'impulsions, produisant une densité de puissance crête supérieure à  $10^{14}$  W/cm<sup>2</sup>, de très hautes pressions sont générées dans le volume focal qui peuvent conduire à la formation d'une

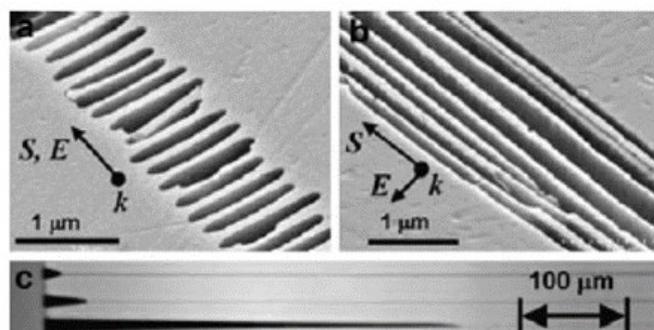


FIGURE 2.7: Nanostructures dans de la silice, formée par attaque chimique sélective, à l'origine de la biréfringence dans le changement d'indice, observées au microscope électronique à balayage [51].

onde de choc après le transfert de l'énergie au réseau [51]. Cette micro-explosion se traduit, suite au passage du faisceau laser, par la formation d'un cœur d'une densité très faible, entouré par une coquille très dense, d'indice de réfraction supérieur.

#### 2.2.4.2 Influence des autres paramètres laser

En plus de la densité d'énergie déterminant le type de modifications structurales formées, d'autres paramètres laser ont également une influence sur les modifications apportées à la matière [6].

La durée d'impulsion, par exemple, présente une influence sur la taille des modifications observées, mais également sur la qualité de ces modifications. En effet, pour des durées d'impulsions supérieures à quelques centaines de femtosecondes, les dimensions des modifications observées sont supérieures aux dimensions du volume focal [6]. La durée de l'impulsion étant supérieure à la durée sur laquelle l'énergie est absorbée par ionisation non-linéaire, la deuxième moitié de l'impulsion est absorbée de façon linéaire, ce qui augmente la taille des modifications observées. De plus, les risques de fissure sont plus élevés dans le cas de l'utilisation d'impulsions plus longues, car la quantité d'énergie nécessaire pour atteindre le seuil d'intensité de modification est plus élevée. Une fois le seuil atteint, la quantité d'énergie absorbée dans le matériau est plus élevée que dans le cas des impulsions d'une durée de quelques dizaines de femtosecondes [61].

L'ouverture numérique présente également une influence sur la morphologie des modifications structurales de la matière observée, mais aussi sur les phénomènes intervenant lors de cette modification [67]. L'utilisation d'objectifs de microscope à faible ouverture numérique, inférieure à 0,25 entraîne une augmentation de la puissance requise pour atteindre le seuil de modifications, qui se rapproche de la puissance critique d'autofocalisation [6]. Il est

alors nécessaire de prendre en compte les phénomènes de propagation non-linéaire lors de l'utilisation d'objectifs à ouverture numérique faible [67]. Au contraire, pour des objectifs de microscope à ouverture numérique supérieure à 0,5, la puissance nécessaire pour générer des modifications structurales diminue [67].

### 2.2.5 Effet d'accumulation thermique

Les procédés laser à base de lasers femtosecondes sont généralement qualifiés d'athermiques, cependant à partir d'un certain nombre d'impulsions incidentes en un même point du matériau, de l'ordre de quelques centaines à quelques milliers d'impulsions, il est nécessaire de considérer l'influence des effets de l'accumulation de ces impulsions [50]. En plus du nombre d'impulsions incidentes, la fréquence de répétition du laser, qui détermine la durée entre deux impulsions successives, est donc un paramètre à prendre en compte [50]. En particulier, le temps entre deux impulsions laser successives arrivant sur le matériau doit être comparé à la durée caractéristique de diffusion thermique de l'énergie déposée dans le matériau [68].

Dans le cas d'un faisceau gaussien, la durée caractéristique de diffusion thermique  $\tau_D$  dépend du coefficient de diffusion thermique du matériau  $D_{th}$  et du waist du faisceau  $w_0$  selon la formule [65] :

$$\tau_D = \frac{w_0^2}{4D_{th}} \quad (2.4)$$

Cette formule peut également être considérée comme valable dans le cas d'une source thermique sphérique.

Le coefficient de diffusion thermique est défini comme suit :

$$D_{th} = \frac{\kappa}{\rho_0 C_p} \quad (2.5)$$

avec  $\kappa$  la conductivité thermique,  $\rho_0$  la densité et  $C_p$  la capacité calorifique à pression constante du matériau. Pour un verre borosilicate, la densité vaut environ  $2200 \text{ kg/m}^3$ , la conductivité thermique  $1,2 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  et la capacité calorifique  $820 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$  [69], ce qui équivaut à un coefficient de diffusion thermique de l'ordre de  $6,7 \times 10^{-7} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ . Ainsi pour un faisceau gaussien dont le waist mesure environ  $2 \text{ }\mu\text{m}$ , le temps de diffusion thermique correspondant dans du verre borosilicate est de l'ordre de  $1,5 \mu\text{s}$ .

Lorsque la fréquence de répétition des impulsions laser est faible, typiquement inférieure à 100 kHz pour du verre, l'énergie déposée dans le matériau est transportée hors du volume focal avant l'arrivée de l'impulsion suivante [8]. Le matériau ne subit alors pas de phénomène d'échauffement par les impulsions successives. Les multiples impulsions agissent indépendamment les unes des autres, mais conduisent néanmoins à une amplification du changement structurel produit par une impulsion unique, ce qui mène à

l'augmentation des modifications observées [51]. Toutefois, dans cette configuration, si l'énergie par impulsion est trop faible pour générer des modifications structurelles dans le matériau, l'accumulation d'impulsions ne permet pas non plus d'induire des modifications structurelles [6]. La figure 2.8, représentant une matrice de points réalisés pour différentes énergies et différents nombres d'impulsions à une fréquence de répétition de 1 kHz, permet de confirmer cet effet. L'augmentation de l'énergie par impulsions induit une augmentation du diamètre impacté, tandis que l'augmentation du nombre d'impulsions augmente le contraste [6].

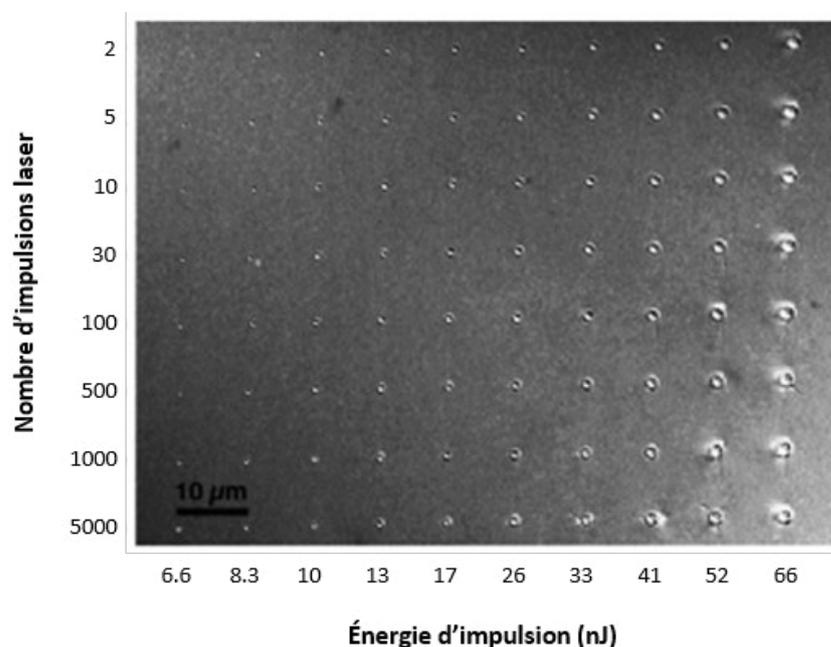


FIGURE 2.8: Influence du nombre d'impulsions sur les structures formées observé dans du verre par micrographie, produites par de multiples impulsions d'une durée de 110 fs à faible fréquence de répétition, focalisées par un objectif de microscope d'ouverture numérique 1,4, avec une énergie et un nombre d'impulsions variables [6].

Au contraire, pour des lasers à haute fréquence de répétition de l'ordre de quelques centaines de kilohertz, la durée entre deux impulsions successives est inférieure à la durée nécessaire à l'énergie pour se dissiper dans le matériau [70]. La chaleur n'est alors pas entièrement diffusée dans le matériau avant l'arrivée de l'impulsion suivante, comme illustré par la figure 2.9, initiant ainsi l'effet d'accumulation thermique. Cela entraîne une élévation de la quantité d'énergie contenue dans le volume focal, et ainsi de la température [8].

Le train d'impulsions laser peut alors être considéré comme une source

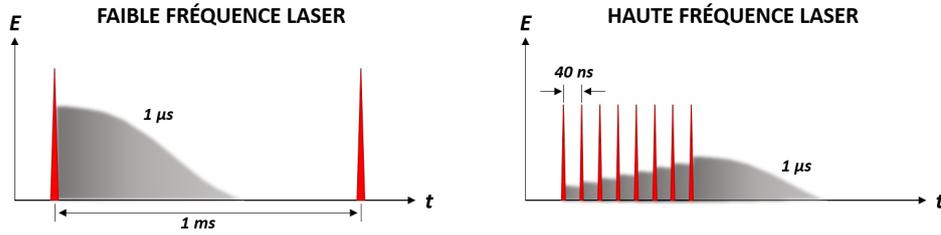


FIGURE 2.9: Représentation du phénomène d'accumulation thermique : À faible fréquence, l'énergie déposée (en rouge) se dissipe (en gris) hors du volume focal avant l'arrivée de l'impulsion suivante. À haute fréquence, l'énergie déposée s'accumule dans le volume focal, ce qui permet d'élever la température du matériau [68].

de chaleur ponctuelle présente à l'intérieur du volume focal du matériau, augmentant graduellement la température dans le matériau jusqu'à la température de fusion. La température atteinte, ainsi que la dimension de la zone fondue, augmentent avec la durée d'irradiation [68].

Cet effet peut être mis en évidence par l'observation des structures produites par un nombre variable d'impulsions à haute fréquence de répétition [8]. La figure 2.10 représente les modifications structurelles générées par un nombre variable d'impulsions à différentes fréquences de répétition du laser, d'une énergie de 450 nJ focalisées sur un diamètre de 2  $\mu\text{m}$ . L'effet d'accumulation thermique apparaît pour des fréquences de répétition supérieures à 200 kHz, observable par la dimension du volume modifié, qui est bien supérieure à la dimension du diamètre focalisé.

La structure est produite par l'accumulation de chaleur dans la matière, qui augmente la dimension du volume atteignant la température de fusion autour du volume focal, suivi d'une resolidification non-uniforme [6]. Plus le nombre d'impulsions est important, plus les dimensions du volume fondu le sont également. Un effet de saturation de la taille de la zone fondue apparaît pour un grand nombre d'impulsions, de l'ordre de  $10^7$ , pour lequel la structure elle-même perturbe la focalisation du faisceau laser, conduisant à une chute de la densité d'énergie sous le seuil d'intensité et empêchant l'absorption de l'énergie dans la matière.

Il a été montré que cet effet d'accumulation thermique dans le matériau, généré par un grand nombre d'impulsions laser successives à haute fréquence de répétition, offre de nouvelles possibilités dans le domaine du micro-usinage de matériaux transparents [6]. En particulier, l'utilisation des effets d'accumulation thermique permet une augmentation de la vitesse d'inscription des modifications dans la matière, avec les avantages de relaxation de contraintes similaires à un phénomène de recuit [70].

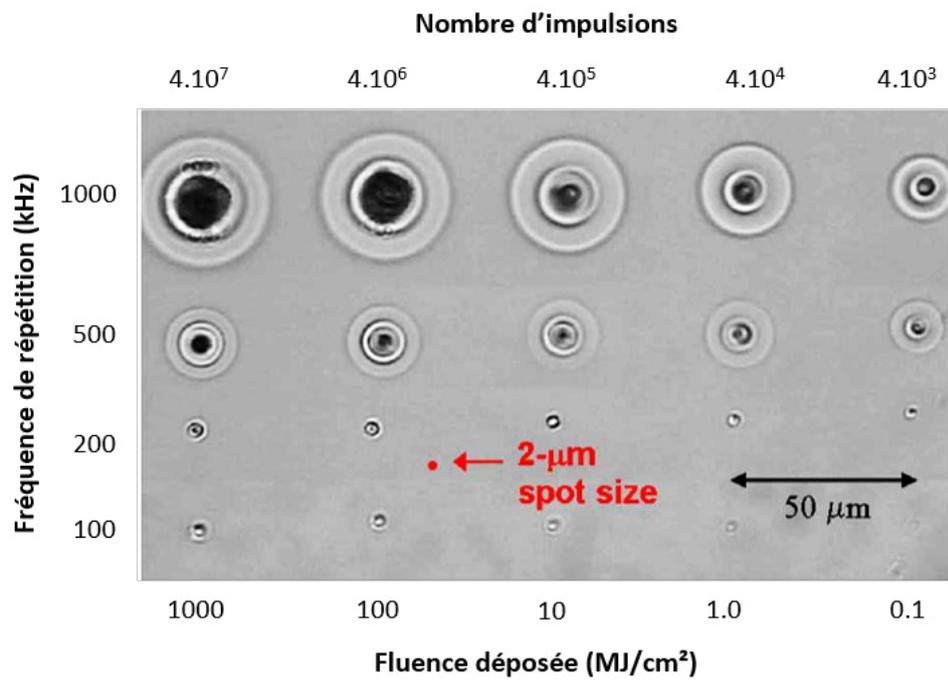


FIGURE 2.10: Observation des changements d'indice dans du verre produits par de multiples impulsions à différentes fréquences de répétition, pour une énergie de 450 nJ générées par un laser femtoseconde à 1045 nm, démontrant l'effet d'accumulation thermique [8].

### 2.2.6 Exemples d'applications

Les caractéristiques particulières des phénomènes d'interaction entre un matériau transparent et des impulsions femtosecondes peuvent être utilisées pour réaliser différentes structures dans différents domaines d'applications [6]. En particulier, outre le soudage, le perçage et la découpe, la fabrication de guides d'onde, le stockage optique de l'information et l'usinage de matériaux biologiques font l'objet de différents travaux évoqués ici [71, 47].

La focalisation d'un faisceau laser sur un verre permet de percer le verre et de créer ainsi de micro-canaux ayant des facteurs de forme importants [72]. Cette application tire parti des avantages du micro-usinage par impulsions laser femtosecondes que sont l'échauffement très localisé, les vitesses de fabrication élevées et la capacité à créer des géométries en volume dans le matériau. Il est possible d'augmenter la profondeur des canaux en perçant à partir de la face arrière du verre. Les impulsions laser femtosecondes ont aussi été utilisées afin de découper du verre [73]. La méthode implémentée consiste à former des matrices de filaments en volume afin de faciliter le clivage du verre. L'utilisation des faisceaux de Bessel a également permis d'améliorer les performances en termes de perçage et de découpe de verre [74].

Un procédé de mise en forme 3D du verre, reposant sur l'augmentation de la vitesse de gravure du verre par attaque chimique après irradiation laser, a été développé par la société FEMTOprint [75]. Des structures complexes en trois dimensions ont ainsi pu être réalisées, avec une résolution inférieure au micromètre.

La fabrication de mémoire optique 3D dans le verre est une des applications potentielles de l'interaction entre des impulsions laser femtosecondes et un matériau transparent. L'un des objectifs du domaine étant l'augmentation de la densité pour le stockage longue durée, la réalisation de différentes couches en profondeur du matériau présente un intérêt majeur [76]. La focalisation des impulsions laser dans le verre permet de créer un volume micro-métrique d'indice de réfraction plus élevé que le reste du matériau, pouvant être considéré comme un bit d'information [77].

L'inscription de guides d'ondes fut l'une des premières applications développée en tirant parti des modifications de la matière induite par l'interaction avec les impulsions ultracourtes [47, 78]. La focalisation d'impulsions ultracourtes dans un matériau transparent induisant une fusion localisée, la translation du point de focalisation permet de créer un canal de matériau modifié dans le volume du verre. Le contrôle de cette modification permanente permettant d'augmenter localement l'indice de réfraction, le canal ainsi formé se caractérise comme un guide d'indice supérieur par rapport à la matière qui l'entoure [6].

L'utilisation des lasers ultracourts présente aussi des avantages dans le domaine de la chirurgie où les tissus biologiques peuvent être considérés translucides dans le proche infra-rouge. [47]. Par rapport aux premières dé-

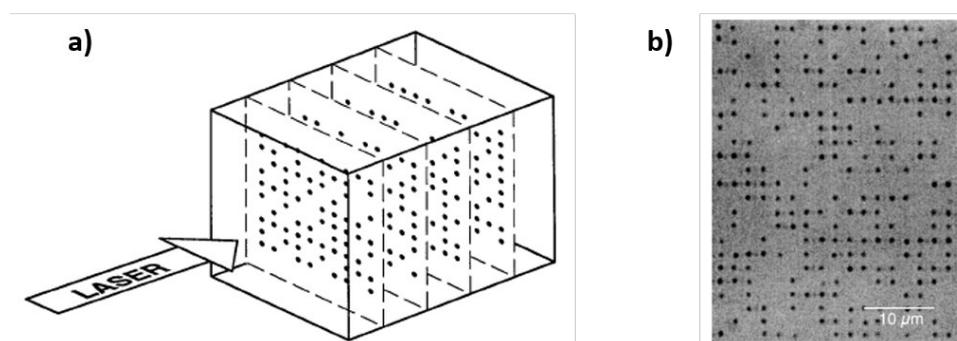


FIGURE 2.11: Stockage d'information dans un matériau transparent : a) Schéma du stockage optique 3D et b) Données binaires inscrites dans de la silice fondue [77].

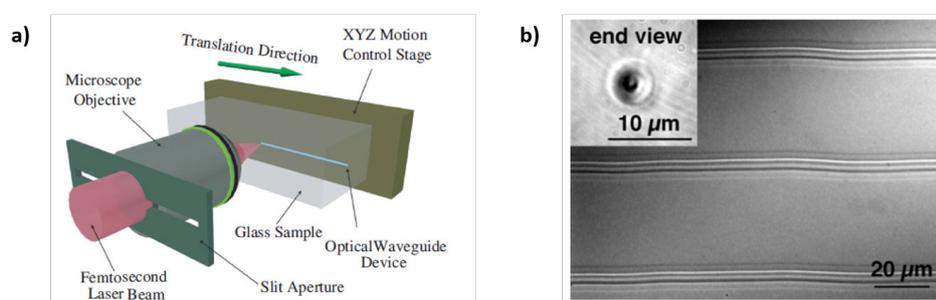


FIGURE 2.12: Inscription de guides d'onde dans un matériau transparent : a) Schéma de principe de l'inscription [79] b) Exemple de guides d'onde dans de la silice fondue [6].

monstrations de chirurgie laser, l'utilisation d'impulsions ultracourtes permet de réduire la quantité d'énergie utilisée, et ainsi l'élévation de température dans les cellules ou les tissus usinés, de même que l'étendue des zones thermiquement affectées [6].

## 2.3 Applications à l'assemblage de verres

La technique du soudage de verres par impulsions laser ultracourtes fait partie des différentes applications rendues possibles par le contrôle des modifications structurales produites par les phénomènes d'interaction entre le verre et les impulsions ultracourtes.

Depuis la première démonstration du procédé de soudage de verres par impulsions laser ultracourtes réalisée en 2005 par Tamaki et al. [3], de nombreux travaux ont permis de développer et d'améliorer le procédé. Comme nous allons le voir dans cette partie, deux différents régimes d'assemblage ont été mis en évidence en fonction de la cadence de répétition du laser,

avant d'adapter cette méthode d'assemblage à différents types de verres, puis différentes combinaisons de matériaux. L'utilisation des lasers à haute fréquence de répétition a permis d'augmenter la vitesse du procédé, et d'apporter un meilleur contrôle de la dimension soudée. Enfin, la mise en place et les conditions d'obtention du soudage ont subi différentes évolutions permettant d'envisager une industrialisation du procédé.

### 2.3.1 Soudage par filamentation laser

Le procédé de soudage de verres par impulsions laser ultracourtes a été démontré pour la première fois en 2005 par les travaux de T. Tamaki, de l'université d'Osaka au Japon [3]. Lors de cette expérience, deux pièces de silice fondue ont été soudées, sans couche intermédiaire, en utilisant un laser Titane : Saphir générant des impulsions d'une durée de 130 fs à une longueur d'onde de 800 nm, focalisé par un objectif d'une ouverture numérique de 0,3. Le soudage a été obtenu pour une fréquence de répétition de 1 kHz et une énergie d'impulsion de 5  $\mu\text{J}$ , pour lesquels la modification du matériau pour une impulsion unique se présente sous la forme d'un filament de 30  $\mu\text{m}$  de profondeur. Une surface soudée est obtenue en balayant l'interface à une vitesse de 5  $\mu\text{m/s}$ .

Dans cette configuration laser, le soudage est obtenu grâce au phénomène de filamentation laser (présenté dans la partie 2.2.3.2, page 46) et la diffraction plasma [3]. Cette filamentation se traduit par un plasma allongée de quelques dizaines de micromètres le long de l'axe optique. La jonction est formée par le mélange de la matière le long de ce filament lorsqu'il traverse l'interface [80].

Différents travaux réalisés dans les années qui ont suivi ont permis de déterminer la fenêtre de paramètres permettant le soudage sur différents matériaux [81, 82] et d'améliorer les performances de cette stratégie de soudage. En particulier, les recherches paramétriques ont permis de déterminer que l'énergie requise pour obtenir le soudage est proportionnelle à la vitesse de balayage de l'échantillon, ce qui a permis d'estimer une fluence totale minimale, illustrée dans la figure 2.13, de l'ordre de 0.83  $\text{kJ/cm}^2$  [80]. Une résistance de jonction en traction de l'ordre de 15 MPa peut être obtenue dans cette configuration d'assemblage, en inscrivant une matrice d'aires soudées de dimensions 100  $\mu\text{m}$  par 100  $\mu\text{m}$ , comme illustré dans la figure 2.14, tout en conservant un taux de transmission de 85 % [80]. La résistance thermique des assemblages a été investiguée, mettant en avant une capacité à supporter des chocs thermiques allant jusqu'à 300 °C dans les meilleures conditions [83].

Les travaux effectués par David Hélie, de l'Université de Laval au Canada, ont permis de démontrer la possibilité d'utiliser cette méthode pour différentes applications [84]. En particulier, l'assemblage d'embouts de fibre optique a été effectué dans cette configuration, de même que l'assemblage

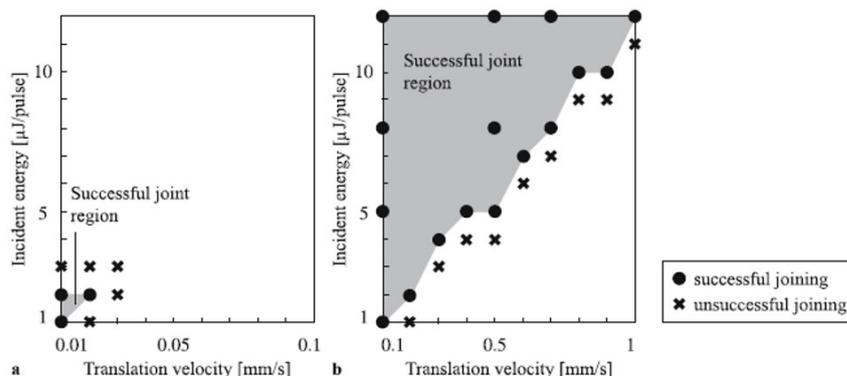


FIGURE 2.13: Seuil de fluence permettant d'obtenir un soudage par filamentation laser pour la silice fondue et du borosilicate [81].

d'un refroidisseur laser à disque.

Cette méthode de soudage par filamentation laser présente l'avantage de ne requérir aucun matériau additif, de permettre la localisation de la zone soudée avec une résolution micrométrique, de déposer l'énergie sans contact de le matériau, et de conférer une haute résistance thermique. Cependant, la résistance mécanique de l'assemblage est légèrement plus faible que celle de la jonction anodique, et surtout la vitesse du procédé est limité à 1  $\text{mm}/\text{s}$ .

### 2.3.2 Soudage par accumulation thermique à haute cadence

Suite à la démonstration de ce procédé de soudage par filamentation laser, une deuxième configuration d'assemblage par impulsions laser ultracourtes a été mise en œuvre par Tamaki et al. en tirant parti des effets d'accumulation thermique présents lors de l'utilisation de lasers à haute fréquence de répétition [9].

Le principe de mise en œuvre reste très proche de celui implémenté pour le soudage par filamentation laser. Les impulsions laser femtosecondes sont focalisées à l'interface entre les deux matériaux à souder, où elles sont absorbées par ionisation non-linéaire. Le matériau subit alors un phénomène de fusion localisée à l'interface, qui joint les deux surfaces des matériaux à assembler, et dont la dimension peut être contrôlée par les paramètres intervenant dans l'effet d'accumulation thermique [9]. L'utilisation d'un laser à haute fréquence de répétition (supérieure à quelques centaines de kilohertz) permet de contrôler l'élévation de température. L'utilisation d'objectifs de microscope à grande ouverture numérique (supérieure à 0.4) permet d'augmenter l'intensité dans le volume focal et de compenser l'énergie, souvent plus faible, fournie par les lasers à hautes fréquences de répétition [9].

La morphologie des cordons de soudure obtenus par accumulation thermique a été étudiée par Horn et al. en observant la tranche des cordons

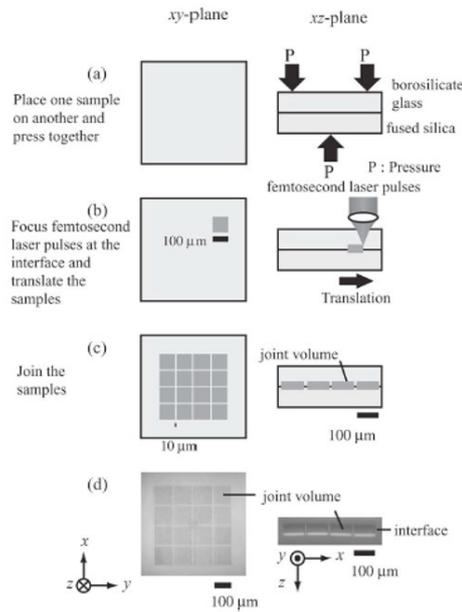


FIGURE 2.14: Illustration du principe de mise en œuvre du soudage par filamentation laser et de la géométrie réalisée [80].

soudés [85]. La coupe d'un cordon de soudure révèle la structure caractéristique des modifications générées par un laser à haute fréquence de répétition, malgré la traversée de l'interface. Cette structure se compose d'une zone centrale en forme de goutte inversée et d'une zone externe de forme elliptique. La zone interne correspond au volume de matière fondue par l'absorption des impulsions laser et la zone externe correspond au volume thermiquement affecté dont la température a dépassé la température de fusion [86].

Cette méthode par accumulation thermique a également été mise en œuvre en utilisant des lasers picosecondes [87, 88, 89, 90]. L'absorptivité non-linéaire, qui correspond au rapport entre l'énergie absorbée par le matériau et l'énergie par impulsion, tend à augmenter avec la durée d'impulsions. Cela s'explique par la contribution plus importante de l'ionisation par avalanche dans la deuxième moitié de l'impulsion picoseconde.

Cette configuration d'assemblage par accumulation thermique par laser femtoseconde ou picoseconde à haute fréquence de répétition présente plusieurs avantages par rapport au soudage réalisé par filamentation laser. Tout d'abord, ce type de lasers en lui-même présente l'avantage d'avoir une puissance de sortie stable, une haute cadence et une excellente qualité de faisceau, tout en restant compact et facile à utiliser [9]. De plus, cette technique permet de contrôler la taille du volume soudé en modifiant les paramètres d'accumulation thermiques, et ainsi d'atteindre une résistance mécanique supérieure, de l'ordre de 25 MPa [40]. Cependant, les risques de fracture dans

le verre et les contraintes résiduelles sont assez élevés.

### 2.3.3 Différentes combinaisons de matériaux

Suite à la première démonstration sur de la silice fondue [3], de nombreuses combinaisons de matériaux ont été réalisées en utilisant de manière non préférentielle le principe de la filamentation laser ou de l'accumulation thermique.

Une première étape, dans le soudage de matériaux différents, a consisté à adapter cette méthode de soudage à différents types de verre. Après la première démonstration effectuée sur de la silice fondue, cette méthode a été utilisée pour souder des lames de verres borosilicates entre elles [80, 86, 87], puis des lames de verres aluminosilicates [9]. L'assemblage de verres différents a également été rapidement implémenté, par la réalisation de soudage de silice fondue sur borosilicate [80, 91, 92], ou de borosilicate sur de l'aluminosilicate [9]. La possibilité de souder ces différents types de verre entre eux présente une avancée dans le domaine de la soudure par élévation de température, car auparavant la différence entre leur coefficient de dilatation thermique entraînait en général la formation de fissures dans les cordons de soudure [80].

Une étude a été menée sur la résistance mécanique des assemblages réalisés pour différents types de verre (silice fondue, borosilicate, BK7, ULE et ZERODUR), dont les résultats sont montrés dans la figure 2.15, durant laquelle des différences de comportements ont pu être mises en évidence [93]. La résistance mécanique maximale de l'assemblage, mesurée par un test de flexion trois points, dépend de chaque matériau : un assemblage de silice fondue voit sa résistance mécanique limitée à 75 % de la résistance de la silice fondue, tandis que la résistance d'un assemblage de borosilicate peut atteindre 95 % de celle du borosilicate. L'assemblage de lames de BK7 entre elles est plus sensible compte tenu de son coefficient de dilatation thermique ( $7,1 \times 10^{-6} K^{-1}$ ) deux fois supérieur à celui du BF33 [93]. Les combinaisons de ces différents types de verre ont également fait l'objet de la même étude [93]. Les différences entre les volumes fondus sont liées aux différences des propriétés thermiques et sont visibles par la discontinuité présente à l'interface dans la figure 2.16.

Cette méthode a également été adaptée à l'assemblage de verre sur semi-conducteur. La première démonstration de soudage sur ce type de combinaison a été réalisée en soudant du verre sur du silicium en utilisant un laser à erbium générant des impulsions d'une longueur d'onde de 1550 nm et d'une durée de 947 fs [9]. L'assemblage de verre sur silicium a ensuite été réalisé avec des impulsions laser femtosecondes et picosecondes de longueurs d'onde comprises entre 800 nm et 1064 nm [83, 85, 94], se situant dans le domaine d'absorption du silicium. Dans cette configuration, deux principes d'assemblage sont décrits, en fonction du positionnement du point de focalisation

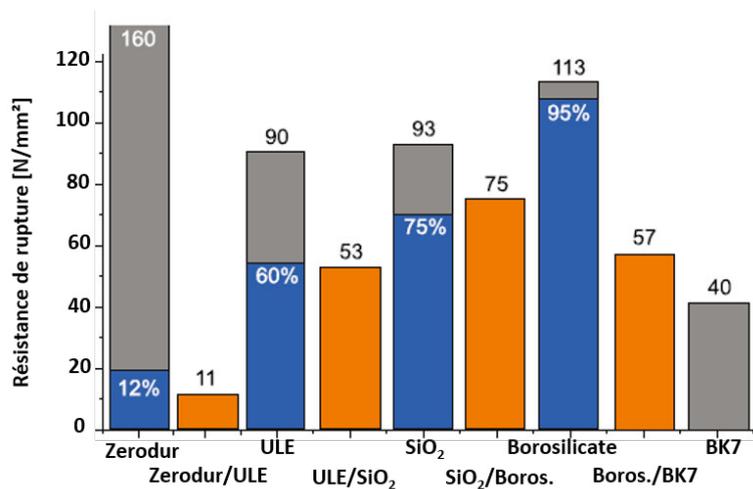


FIGURE 2.15: Résistance à la rupture pour différents verres. Les barres grises représentent la résistance du matériau brut non modifié. Les barres bleues représentent les résultats optimaux pour un assemblage homogène de verre et les barres oranges représentent les combinaisons de verres différents [93].

dans le matériau : soit le soudage peut être obtenu par absorption simultanée de l'énergie laser en volume dans le verre et en surface pour le silicium [85], soit le soudage peut être obtenu par absorption de l'énergie en surface du silicium, suivi d'un échauffement du verre par conduction [94].

La morphologie du cordon de soudure de l'assemblage verre/silicium réalisé par accumulation thermique est similaire à celle obtenue pour le soudage de verre [85]. Les deux régions caractéristiques en forme de goutte et d'ellipse sont visibles dans le verre, indiquant le volume fondu par l'absorption de l'impulsion laser et celui fondu par diffusion thermique. Cependant, une troisième région peut être distinguée proche de l'interface, et pourrait provenir d'un mélange de verre et de silicium.

Malgré de premiers travaux démontrant une résistance en traction initialement faible, inférieure à 4 MPa [9], les assemblages réalisés par accumulation thermique présentent des performances pouvant atteindre jusqu'à 85 MPa en cisaillement, supérieures à celles obtenues par jonction anodique de l'ordre de 20 MPa [94].

Le principe d'assemblage de verre sur métal est décrit de la même façon que celui du verre sur silicium [95]. L'utilisation d'impulsions ultracourtes n'est d'ailleurs pas indispensable pour obtenir une jonction entre un verre et un métal, car ce type d'assemblage a déjà été réalisé en utilisant des impulsions nanosecondes [32]. Cependant, l'utilisation d'impulsions ultracourtes permet de réduire la quantité d'énergie par impulsion nécessaire à générer la soudure, et permet ainsi de réduire les dimensions des zones thermiquement affectées, permettant de souder des matériaux ayant des coefficients de di-

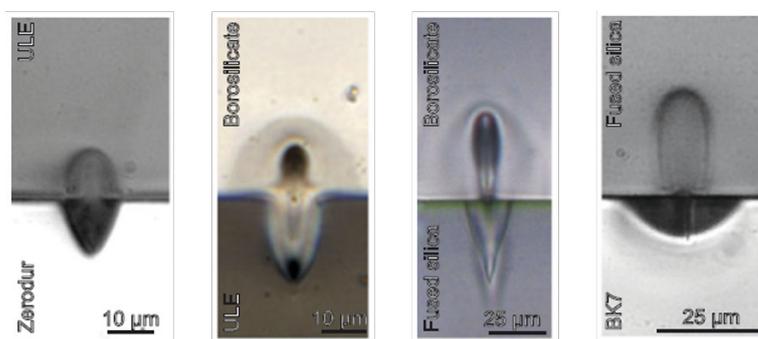


FIGURE 2.16: Différentes combinaisons de matériaux réalisées par impulsions laser ultracourtes : les dimensions des zones thermiquement affectées sont très variables en fonction du coefficient de dilatation thermique du matériau [93].

lataction thermique différents [95]. Des études ont été réalisées sur différents types de métaux, démontrant la capacité à souder du verre sur du cuivre, de l'aluminium et de l'acier par filamentation laser [96].

Toutes ces combinaisons de matériaux permettent de démontrer la robustesse et la polyvalence de ce procédé d'assemblage par impulsions laser ultracourtes.

### 2.3.4 Implémentations expérimentales dans la littérature

Lors des premières études réalisées sur le sujet, la distance entre les lames à souder représentait un élément essentiel à contrôler afin de générer le soudage. L'obtention du soudage par filamentation laser n'était possible que pour une distance entre les lames inférieure à 120 nm [3], qui correspondait à la distance que peut combler la dilatation thermique. Pour des épaisseurs d'air supérieures, une ablation pouvait avoir lieu en surface des lames de verre [80]. Cette distance de 120 nm correspondant à l'épaisseur d'air correspondant à la frange d'interférences sombre centrale des anneaux de Newton [97], il est aisé de déterminer visuellement si un soudage est possible ou non.

Deux configurations différentes ont été implémentées pour satisfaire à ce prérequis d'une distance inférieure à 120 nm : l'obtention d'un contact optique [83], ou l'application d'une pression externe [98].

La configuration la plus utilisée initialement consistait à créer un point de contact par flexion en serrant les lames de verre à l'aide de vis sur une lentille convexe ou cylindrique, comme illustré sur la figure 2.17 [9, 98]. Cependant, cette technique présente deux inconvénients majeurs. La limitation du contact à un point central ou à une ligne réduit la surface de soudage possible, et ainsi la force de jonction de l'assemblage [99]. De plus, la libération de l'échantillon après soudage génère des contraintes fortes sur les extrémités

des cordons de soudure, ce qui peut générer des fissures lorsque la pression est relâchée.

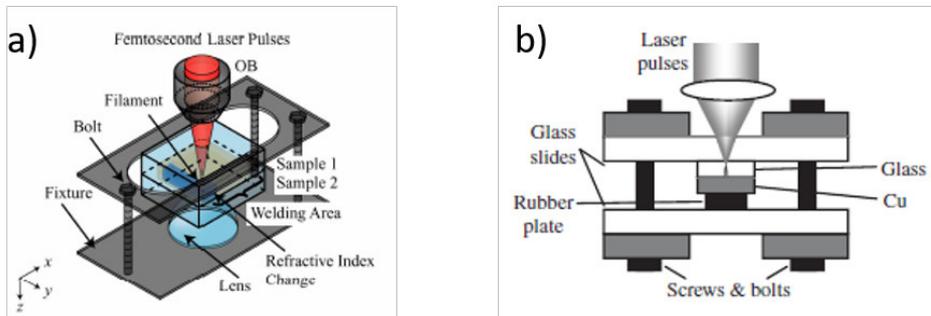


FIGURE 2.17: Vue schématique des systèmes de fixation des échantillons à souder. a) Mise sous pression en utilisant un porte-échantillon et une lentille convexe [9]. b) Mise sous pression en utilisant un support en caoutchouc [95].

Une autre configuration, idéale, repose sur l'obtention d'un contact optique entre les lames à souder avec une distance optimale et une absence de contraintes mécaniques [83]. L'inconvénient de cette configuration repose sur les conditions nécessaires à l'obtention de ce contact optique. Les verres à assembler doivent avoir une rugosité inférieure au nanomètre et une planéité de quelques micromètres pour pouvoir être mis en contact optique [97]. La figure 2.18 illustre la différence entre des lames en contact optique partiel et des lames en contact optique total.

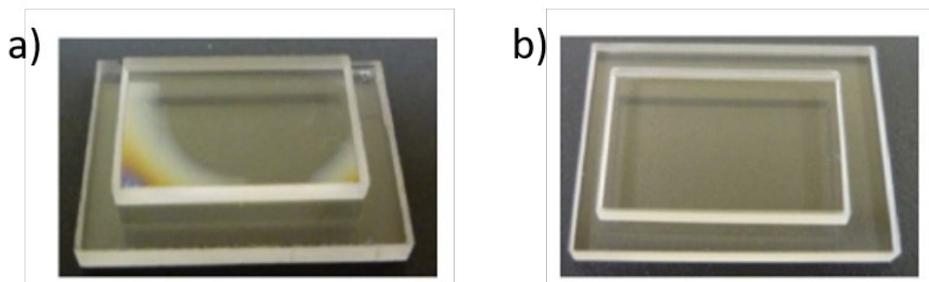


FIGURE 2.18: Pré-assemblage par contact optique [83]. a) Contact optique partiel entre deux lames de silice fondue, où les franges en périphérie indiquent un espace entre les lames. b) Contact optique total entre les lames de silice fondue.

Toutefois, certains travaux plus récents ont démontré la possibilité de souder des lames de verre malgré une distance de quelques micromètres [38, 100, 101]. Ainsi, différentes stratégies peuvent être mises en place pour pallier à cette précédente contrainte. Une première solution consiste à utiliser la déformation du verre liée à la dilatation thermique pour mettre

en contact les deux surfaces de verre [38]. Dans ce cas-là, la jonction n'est plus formée par un bain de fusion à l'interface, mais par les forces de Van der Waals créées lorsque la surface dilatée entre en contact avec la surface de l'échantillon supérieur. Pour obtenir ce contact, les impulsions sont focalisées en profondeur sous la surface de l'échantillon inférieur, de façon à ramollir la surface tout en restant sous la température de fusion et empêcher que le verre fondu ne soit éjecté à l'interface. Par cette méthode utilisant l'expansion du volume du verre irradié, des distances jusqu'à 1  $\mu\text{m}$  ont pu être comblées [38]. En augmentant encore la puissance moyenne déposée, des soudures ont pu être obtenues pour des distances allant jusqu'à 3  $\mu\text{m}$  pour du borosilicate et de la silice fondue [100].

Une autre stratégie plus récente consiste en l'utilisation de trains d'impulsions afin de maximiser le volume dilaté dans le matériau [101]. Dans cette configuration, la position du point de focalisation joue un rôle essentiel sur la capacité à souder.

### 2.3.5 Performances des assemblages réalisés et améliorations

Différentes études ont été réalisées dans le but d'améliorer les performances des assemblages créés par l'utilisation des impulsions laser ultra-courtes.

Comme nous allons le voir, l'étude de l'influence des différents paramètres laser a permis de mettre en évidence la dépendance entre la résistance mécanique de l'assemblage et la puissance moyenne ou l'énergie totale déposée.

Parmi les différentes conditions opératoires à prendre en compte, l'optimisation du ratio de surface soudée par rapport à la surface non irradiée permet de fortement améliorer la tenue mécanique de l'assemblage. Il a été observé que la force nécessaire à la rupture de l'assemblage augmente avec ce ratio [40], jusqu'à atteindre une saturation à une valeur de 25 MPa pour des cordons de soudure rectiligne, et à une valeur 55 MPa pour des matrices de points. Dans le cas d'un assemblage par accumulation thermique femto-seconde, cette saturation apparaît pour un pourcentage de 60 % de surface soudée. À partir de ce ratio, le plan de fracture se déplace dans le volume du matériau, alors qu'il était initialement situé à l'interface. Cela peut être relié à une superposition des contraintes dans le matériau [93]. De plus, comme la largeur du cordon dépend des paramètres laser, l'interligne optimal dépend également des paramètres laser.

Le développement des techniques de mise en forme temporelle de faisceau [100, 102] rend également possible l'amélioration des performances des assemblages. L'utilisation des techniques de trains d'impulsions (burst mode) permet d'augmenter la résistance mécanique des assemblages, grâce à l'augmentation du volume d'absorption et de la quantité d'énergie absorbée [103]. La configuration de train d'impulsions a pour conséquence de modifier le régime d'absorption des impulsions par le matériau. La première impulsion est

absorbée par ionisation non-linéaire, de la même façon que pour une irradiation conventionnelle par une impulsion, tandis que les impulsions suivantes du train sont absorbées par ionisation par avalanche [102].

La première étude réalisée sur l'utilisation d'une double impulsion consistait à diviser les impulsions en deux, en contrôlant le ratio, et à décaler temporellement ces deux impulsions grâce à deux chemins optiques distincts, pour ensuite irradier l'échantillon avec un décalage temporel ajustable, comme illustré sur la figure 2.19 [103]. Il apparaît que la résistance mécanique augmente avec la durée entre les deux impulsions, jusqu'à atteindre le délai optimal. Passé ce délai, les dimensions du volume fondu diminuent, de même que la résistance mécanique. Dans le cas d'un laser femtoseconde générant des impulsions d'une durée de 360 fs à une longueur d'onde de 1045 nm, le délai optimal pour du verre photosensible (FOTURAN, Schott) est évalué à 12,5 ps [102]. Cependant, même avec des délais bien supérieurs entre deux impulsions successives, de l'ordre de 10 ns, les dimensions du volume fondu sont bien supérieures à celles obtenues en configuration conventionnelle.

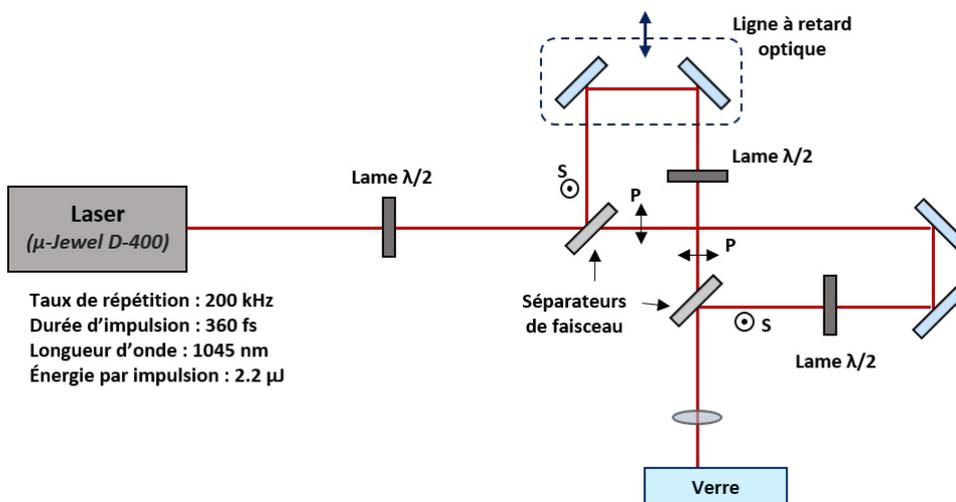


FIGURE 2.19: Schéma expérimental du système utilisé pour le soudage par double impulsions [103].

Le développement industriel des techniques de trains d'impulsions permet de rendre cette technologie plus compacte et accessible, ce qui laisse place à de nouvelles études sur ses effets dans le cadre du soudage de verre. Les dimensions des zones fondues sont plus grandes dans le cas de l'utilisation de trains d'impulsions, ce qui diminue la quantité de contraintes et permet d'améliorer la résistance mécanique. Dans le cas de la silice fondue, les performances mécaniques d'un assemblage homogène réalisé par l'utilisation de trains d'impulsions atteignent 95 % des performances du verre non irradié en

flexion trois points [10]. Cette capacité est bien supérieure aux 50 % et 75 % atteints pour les études sans trains d'impulsions [10, 93]. L'élargissement de la zone fondue permet également d'augmenter la tolérance au positionnement du point de focalisation jusqu'à 400  $\mu\text{m}$  [101].

L'utilisation de faisceaux de Bessel dans le cadre du soudage de verres, offrant une longue profondeur de focalisation, permettrait de réduire les contraintes liées au positionnement du point de focalisation à l'interface, tout en conservant une résistance en cisaillement de 16,5 MPa [104].

Enfin, il a été montré que la mise en œuvre d'un recuit thermique après le procédé de soudage permet d'améliorer la tenue mécanique et de réduire les contraintes résiduelles [81].

### 2.3.6 Industrialisation du procédé

L'amélioration des performances du soudage de verre par impulsions laser ultracourtes, notamment grâce à l'utilisation des lasers à haute fréquence de répétition, a permis le développement de solutions industrielles.

La société PolarOnyx (San Jose, USA) propose par exemple de souder des surfaces de l'ordre de 10  $\text{mm}^2$  sur des verres homogènes ou dissemblables [99]. Cette solution industrielle se base sur l'utilisation d'un laser femtoseconde générant des impulsions d'une durée de 750 fs à un taux de répétition de 1 MHz.

La machine de micro-soudage « Felix » développée par la société Primoce-ler (Tampere, Finlande) [105] a déjà été utilisée pour de nombreuses études, notamment dans des projets de l'industrie des semi-conducteurs, pour des implants médicaux, pour des éléments micro-optiques ou pour les applications spatiales [106].

Une méthode industrielle d'assemblage d'embouts de fibres optiques a été développée par la société Trumpf, et a remplacé l'utilisation de la colle dans leur chaîne de production interne [107]. La technique de soudage leur permet de réduire les coûts de production tout en améliorant la durée de vie des éléments ainsi fabriqués.

### 2.3.7 Modélisation de la distribution de température

Suite aux différentes démonstrations de l'obtention de soudage de verre par impulsions laser ultracourtes, un intérêt s'est porté sur la compréhension de la formation de la soudure. Des modèles numériques ont été développés afin d'estimer les températures atteintes [108], et certains systèmes de caractérisation ont été implémentés de façon à comparer les valeurs calculées aux valeurs mesurées en temps réel [5].

Les différents modèles numériques présentés dans la littérature [86, 108, 5] reposent sur des approximations et des principes similaires. Ils ont été développés pour le soudage obtenu dans la configuration d'accumulation ther-

mique. La première approximation considère que l'élévation de température générée par l'absorption de l'énergie d'une impulsion laser est instantanée [108]. Le modèle numérique revient ensuite à considérer le phénomène d'absorption de l'énergie comme une source de chaleur thermique ayant les dimensions du volume focal. Cette source de chaleur se décrit sous la forme d'une gaussienne spatiale.

La figure 2.20 montre la distribution de températures calculées pour une impulsion unique et après 50 impulsions successives, pour une fréquence de répétition de 1 MHz, une énergie d'impulsion de 200 nJ et une ouverture numérique de 0,5 [5].

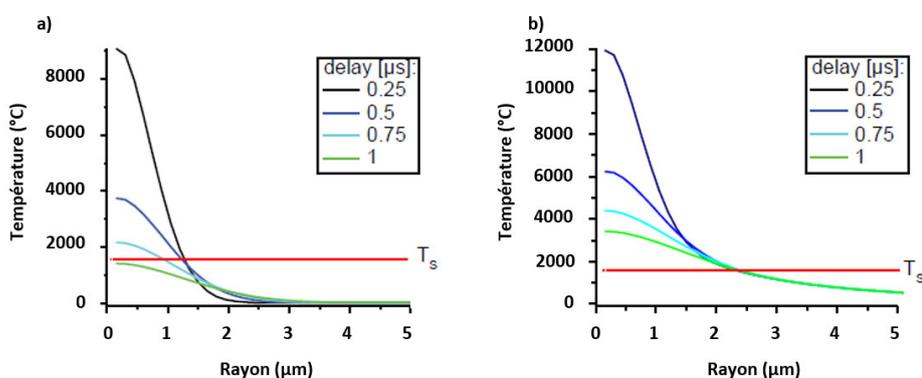


FIGURE 2.20: Distribution de la température calculée pour différents retards après l'absorption : a) d'une impulsion, et b) de 50 impulsions [5].

D'après ces calculs, il apparaît que la température de fusion du verre est atteinte dès la première impulsion, et ce sur un volume supérieur au volume focal. L'effet d'accumulation thermique augmente encore la température dans le verre, et augmente ainsi les dimensions du volume fondu [5].

Ces simulations peuvent être utilisées pour estimer le seuil de paramètres à partir duquel apparaît le phénomène d'accumulation thermique en fonction des paramètres laser, comme illustré sur la figure 2.21.

Les modélisations ont aussi été utilisées dans le but de calculer les dimensions des zones fondues, et les résultats ont été en accord avec les mesures effectuées expérimentalement [86].

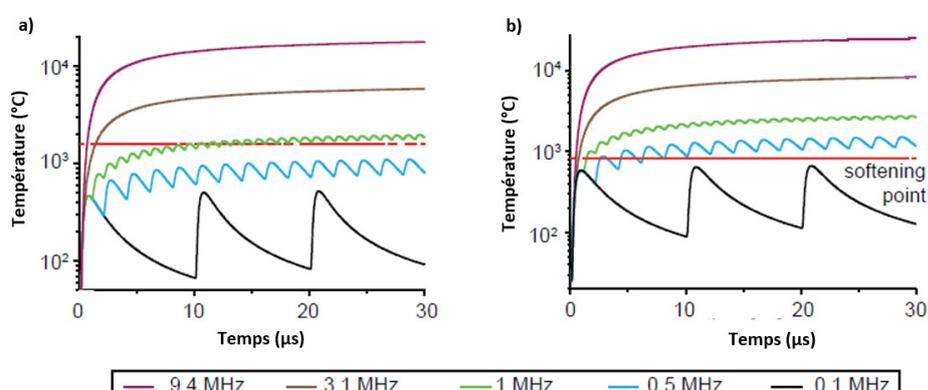


FIGURE 2.21: Distribution de la température calculée pour différentes fréquences de répétition : a) dans de la silice fondue, et b) dans du borosilicate [5].

## 2.4 Enjeux et objectifs de la thèse

Le soudage par accumulation thermique présente généralement de meilleures performances que le soudage par filamentation en termes de tenue mécanique. Cependant, les risques de fissures assez élevés et les vitesses de balayage faibles entraînent une volonté d'améliorer les performances.

Ce travail de thèse étant réalisé dans le cadre d'une collaboration Cifre entre les laboratoires ICube et IPCMS, et le centre de ressources et de transfert de technologies IREPA LASER, l'intérêt industriel du projet est au cœur des travaux expérimentaux. L'objectif pour IREPA LASER est de développer et de maîtriser une technique d'assemblage de verre afin de la proposer à ses clients.

Les objectifs de la thèse sont la compréhension des phénomènes intervenant lors du procédé de soudage de verre par impulsions laser femtosecondes et l'optimisation du procédé, en vue d'une industrialisation.

Pour répondre au mieux à ces différents objectifs, le procédé développé doit pouvoir être concurrentiel avec les résultats obtenus dans l'état de l'art. Il concerne le choix de travailler avec une tête scanner intégrant une lentille à faible ouverture numérique (0.03), couplée à un laser à haute fréquence de répétition en vue d'atteindre des vitesses de soudage importantes. Les assemblages réalisés doivent pouvoir résister à une contrainte mécanique la plus proche possible de la résistance interne d'un verre, tout en modifiant le moins possible le taux de transmission initial du verre. Pour répondre aux contraintes d'industrialisation, les vitesses à atteindre doivent être compatibles avec les cadences des chaînes de production actuelles, et une facilité de mise en œuvre doit être prise en compte. De plus, la possibilité de travailler avec des verres de composition ou de qualité de surface quelconque peut être

essentiel selon les applications.

## 2.5 Conclusion

L'interaction entre le verre et un faisceau d'impulsions femtosecondes repose sur les très hautes valeurs de densité de puissance atteintes par la focalisation du faisceau. La propagation du faisceau dans le matériau est perturbée par le phénomène d'effet Kerr optique qui conduit à l'autofocalisation du faisceau laser. Les phénomènes d'ionisation multiphotonique et d'ionisation par effet tunnel permettent d'initier l'absorption de l'énergie d'une impulsion, avant que le phénomène d'ionisation par avalanche n'intensifie le processus. La formation possible d'un plasma induit des modifications structurelles permanentes dans le matériau, telles qu'un changement local de l'indice de réfraction ou la formation d'un micro-trou. Un phénomène d'accumulation thermique peut apparaître lors de l'utilisation de laser à haute cadence de répétition, conduisant à l'augmentation des dimensions des modifications structurelles. Le contrôle et la maîtrise de ces différents phénomènes permet de développer différentes applications, telles que l'inscription de guide d'onde, la réalisation de mémoire optique, etc.

Parmi ces applications, le soudage de verres par impulsions laser ultracourtes présente de nombreux avantages en comparaison aux techniques conventionnelles. Le principe du soudage consiste à irradier l'interface entre les deux lames de verre à souder, et à balayer la surface afin de créer une aire soudée. Les deux principes physiques permettant de créer le soudage, la filamentation laser et l'accumulation thermique, offrent la possibilité d'assembler du verre sur du verre, du métal ou un semi-conducteur.

Les enjeux du développement de cette technique, qui sont ceux adressés par cette thèse, concernent l'obtention d'une bonne tenue en traction, la minimisation des défauts, des fissures et des contraintes résiduelles, la possibilité d'assembler des verres sans contact optique, la préservation de la transparence initiale des verres, la rapidité du procédé, ainsi que la simplicité de mise en œuvre via l'utilisation d'un laser ultra-bref à fréquence de répétition élevée utilisant une tête scanner avec une lentille à faible ouverture numérique. La mise en œuvre expérimentale fait l'objet du chapitre suivant.



# Chapitre 3

## Mise en œuvre expérimentale

### Sommaire

---

|            |   |           |
|------------|---|-----------|
| <b>3.1</b> | <b>Introduction</b>   | <b>72</b> |
| <b>3.2</b> | <b>Système de soudure laser original à très faible ouverture numérique</b>            | <b>72</b> |
| 3.2.1      | Source laser industrielle   | 73        |
| 3.2.2      | Machine industrielle de micro-usinage par voie laser                                  | 74        |
| <b>3.3</b> | <b>Choix des verres utilisés</b>  | <b>75</b> |
| <b>3.4</b> | <b>Caractérisation du faisceau laser</b>  | <b>75</b> |
| 3.4.1      | Analyse spatiale  | 76        |
| 3.4.2      | Mesure de la durée d'impulsion  | 77        |
| <b>3.5</b> | <b>Techniques de caractérisations des soudures</b>                                    | <b>78</b> |
| 3.5.1      | Test de traction  | 78        |
| 3.5.2      | Photoélasticimétrie   | 81        |
| 3.5.3      | Résistance thermique  | 84        |
| 3.5.4      | Transparence : mesure du taux d'absorption  | 85        |
| 3.5.5      | Étanchéité  | 86        |
| <b>3.6</b> | <b>Protocole expérimental</b>   | <b>87</b> |
| <b>3.7</b> | <b>Méthodologie expérimentale : Mise en place d'un plan d'expériences</b>             | <b>88</b> |
| 3.7.1      | Principe du plan d'expériences  | 89        |
| 3.7.2      | Description de l'objet du plan d'expériences : définition du système et des objectifs | 89        |
| 3.7.3      | Études préliminaires : détermination et sélection des paramètres d'influence          | 91        |
| 3.7.4      | Élaboration du plan d'expériences   | 94        |
| <b>3.8</b> | <b>Conclusion</b>   | <b>98</b> |

---

### 3.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à la présentation des différents éléments de la méthode expérimentale mise en œuvre dans le but de répondre aux objectifs d'optimisation et d'industrialisation du procédé de soudage de verres par impulsions laser ultracourtes que nous avons détaillés dans le chapitre précédent.

Le système laser utilisé, assez classique dans le domaine des micro-applications laser [109], se distingue de ceux présentés dans l'état de l'art pour le soudage du verre par son système de focalisation qui utilise une plus grande distance de travail. Les essais sont réalisés dans un premier temps sur des lames de verre borosilicate de très haute qualité de surface en contact optique et dans un deuxième temps, dans le chapitre V, sur des zones hors contact optique. La qualité des soudures obtenues est évaluée par différentes méthodes de caractérisations mécaniques, thermiques et optiques décrites dans ce chapitre. La mise en place d'un système de test en traction a fait en particulier l'objet d'un effort important. La stratégie expérimentale d'optimisation repose dans un premier temps sur la détermination du domaine des paramètres permettant le soudage. Dans un deuxième temps, la mise en œuvre d'un plan d'expériences a pour but d'identifier les paramètres laser les plus influents ainsi que leurs interactions et de quantifier leurs effets, tout en réduisant le nombre d'essais à réaliser. Puis dans un troisième temps, dans le chapitre suivant, une optimisation des performances est investiguée en modifiant la géométrie des cordons de soudure ou les conditions de pré- et post-traitement.

### 3.2 Système de soudure laser original à très faible ouverture numérique

Le procédé de soudage de verre par impulsions laser ultracourtes repose sur l'absorption non-linéaire du faisceau laser par le matériau. Cette absorption de l'énergie laser par le verre nécessite de hautes densités de puissance obtenues par la focalisation des impulsions laser ultracourtes dans le matériau. Cette nécessité d'obtenir des intensités élevées est certainement la raison pour laquelle ce procédé de soudage a principalement été mis en œuvre en utilisant des objectifs de microscope à grande ouverture numérique, afin de focaliser le faisceau laser sur des diamètres de quelques micromètres [3, 110, 111].

Notre système laser se démarque de la littérature par son système de focalisation, composé d'une lentille de longue distance focale (100 mm) et de très faible ouverture numérique (ouverture numérique de 0.03).

### 3.2.1 Source laser industrielle

Le système expérimental utilisé pour réaliser le soudage de verres à haute cadence est composé d'une source laser Tangerine développée par la société Amplitude Systèmes (France). Le laser Tangerine est un laser à fibre dopée à l'Ytterbium, pompé par diodes, générant des impulsions centrées à 1030 nm et d'une durée d'impulsion ajustable de 300 fs à 10 ps. Ce laser permet de travailler à une puissance moyenne maximale atteignant 30 W. La fréquence de répétition détermine alors l'énergie d'impulsion maximale pouvant être générée, selon la formule  $P_m = E_p \cdot F$  : par exemple, pour une cadence de 2 MHz, une énergie par impulsion maximale de 15  $\mu\text{J}$  peut être obtenue, tandis que pour une cadence de 200 kHz, une énergie par impulsion maximale de 150  $\mu\text{J}$  peut être atteinte.

Le fonctionnement du laser Tangerine repose sur une technique à fibre d'amplification à dérive de fréquence [112]. Cette technique est très similaire à la technique d'amplification à dérive de fréquence implémentée dans les lasers Titane :Saphir, excepté que le milieu d'amplification se trouve sous la forme d'une fibre, permettant un refroidissement plus efficace du matériau actif. Les impulsions générées par l'oscillateur sont d'abord étirées, afin d'éviter d'atteindre des puissances crêtes trop élevées, puis amplifiées avant d'être compressées pour minimiser la durée d'impulsion [113], comme illustré sur la figure 3.1.

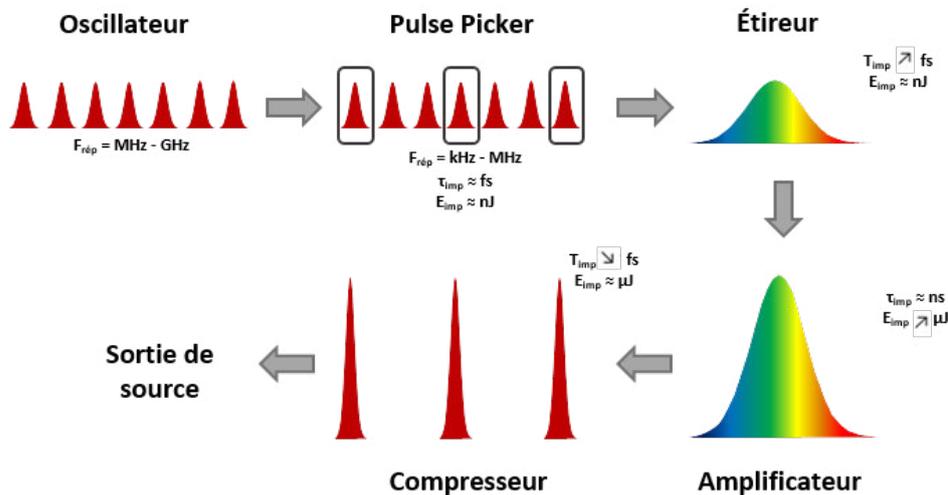


FIGURE 3.1: Architecture du système laser basé sur le principe de l'amplification à dérive de fréquence [112, 109].

À l'extérieur du laser, un module de doublage et triplage en fréquence permet de convertir la longueur d'onde des impulsions laser de 1030 nm à respectivement 515 nm et 343 nm. Une première lame demi-onde rota-

tive, couplée à un polariseur, permet d'orienter le faisceau en fonction de la longueur d'onde souhaitée. Pour une utilisation du faisceau à 1030 nm, le faisceau traverse la lame d'onde et ressort du module sans avoir subi de modifications. Sinon, une rotation manuelle de la lame d'onde permet de dévier le faisceau et de le réfléchir vers les cristaux de conversion. Un premier passage à travers un cristal doubleur non linéaire permet de convertir la longueur d'onde de 1030 nm à 515 nm. Un deuxième système de polariseurs permet ensuite d'utiliser le faisceau à 515 nm de longueur d'onde, ou de le dévier vers un nouvel étage de conversion de fréquence. La longueur d'onde de 343 nm est obtenue dans un second cristal non-linéaire par un phénomène de génération de fréquence somme, entre le faisceau à 515 nm et le résiduel à 1030 nm. Trois chemins optiques sont ensuite disponibles selon la longueur d'onde sélectionnée.

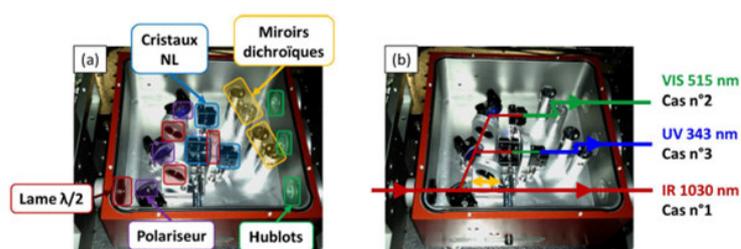


FIGURE 3.2: Système de conversion de fréquence intégré en sortie du laser et les trois chemins optiques disponibles [109].

### 3.2.2 Machine industrielle de micro-usinage par voie laser

Le laser Tangerine est intégré dans une machine de micro-usinage développée sur mesure, il y a quelques années, par la société Optec (Belgique). Cette machine comporte différents éléments optiques qui permettent de transporter et de mettre en forme le faisceau depuis la sortie de la source laser jusqu'à son arrivée sur le matériau à usiner.

Un atténuateur de faisceau (Optec, AT1030 pour l'infrarouge et AT515 pour le visible), composé d'une lame demi-onde et d'un prisme polariseur, permet de diminuer la puissance de sortie du faisceau laser.

Le faisceau est ensuite transporté vers un expanseur de faisceau (Sill Optics, S6EZM5076/328 pour l'infrarouge, et S6EZM5076/292 pour le visible), qui a pour rôle de régler le diamètre du faisceau d'un facteur un à quatre. La focalisation du faisceau laser est assurée par une lentille F-theta (Sill Optics, S4LFT4010/328 pour l'infrarouge et S4LFT4010/292 pour le visible) ayant une distance focale de 100 mm, intégrée dans une tête scanner (Newson, 2D-MSA-A15-W01030 pour l'infrarouge et 2D-MSA-A15-W00515 pour le visible), qui peut être remplacée par un objectif de microscope. Des

miroirs galvanométriques précèdent la lentille de focalisation, et permettent de dessiner diverses trajectoires de faisceau sur une zone de 30 mm x 30 mm, à une vitesse de translation pouvant atteindre 3000 mm/s.

### 3.3 Choix des verres utilisés

Nous avons vu dans le chapitre II (section 2.3.4, page 62) que l'état de surface du verre a une influence sur les performances du procédé de soudage de verre par impulsions laser ultracourtes. Les verres ayant une excellente qualité de surface, avec une rugosité inférieure au nanomètre et une planéité de quelques micromètres, sont compatibles avec la génération d'un contact optique, qui était une des conditions nécessaires au soudage lors des premières démonstrations du procédé [97]. La technique de mesure permettant de déterminer la distance inter-verre est présentée dans le chapitre V.

Le choix des matériaux utilisés lors de cette étude s'est effectué en tenant compte de différents facteurs, principalement les domaines d'applications et la qualité de surface, et s'est ainsi porté sur la gamme « Mempax » développée par la société Schott. C'est une gamme de verre de composition très proche de celle du Borofloat 33 (BF33, Schott), mais dont le procédé de fabrication permet d'obtenir une excellente qualité de surface sans étape de polissage. Cependant, ce procédé de fabrication ne permet d'obtenir que des lames fines, d'une épaisseur maximale de 700  $\mu\text{m}$ . Ces lames de verres possèdent une rugosité inférieure à 0,5 nm, ce qui permet d'obtenir un contact optique sans système de mise sous pression. Ces lames fines de borosilicate ont été sélectionnées pour la mise en œuvre du plan d'expériences, en supprimant comme paramètre d'entrée l'influence de la qualité de surface des verres et ainsi de bénéficier de la répétabilité nécessaire à l'objectivité du plan d'expérience. Les travaux réalisés ainsi permettent d'étudier l'influence des différents paramètres de mise en œuvre, et d'optimiser ces paramètres en s'assurant la présence un contact de bonne qualité entre les lames à souder.

### 3.4 Caractérisation du faisceau laser

L'interaction laser-matière dépend de nombreux paramètres qui ont été abordés dans le chapitre précédent. Parmi tous ces paramètres, la durée d'impulsion et la densité de puissance sur le matériau jouent un rôle prépondérant sur la nature de l'interaction. Il est alors nécessaire de mesurer la durée d'impulsion, de même que le diamètre de focalisation du faisceau laser qui permet de remonter à la valeur de la densité de puissance.

### 3.4.1 Analyse spatiale

L'analyse spatiale du faisceau est réalisée en utilisant l'analyseur NanoScan développé par la société Ophir Photonics, permettant de mesurer le diamètre du faisceau, son profil et sa répartition spatiale. La plage de mesure du capteur (PYRO/9/5/Cu5) permet d'analyser des faisceaux ayant des diamètres à  $1/e^2$  allant de 6 mm à 20  $\mu\text{m}$ .

D'après les caractéristiques du système expérimental, il est possible de calculer le diamètre focalisé théorique du faisceau  $D_{foc}$  selon la formule :

$$D_{foc} = \frac{4\lambda_0 L_{foc} M^2}{\pi D_{faisc} \gamma_G} \quad (3.1)$$

avec  $D_{faisc}$  le diamètre en sortie du laser,  $\lambda_0$  la longueur d'onde centrale des impulsions,  $\gamma_G$  le grandissement effectué par l'expandeur de faisceau,  $M^2$  le facteur de qualité du faisceau, et  $L_{foc}$  la distance focale de la lentille F-théta.

Dans le cadre de nos travaux sur le soudage de verre par impulsions laser ultracourtes, réalisés avec une lentille de distance focale de 100 mm, le grandissement utilisé introduit un facteur 3 sur le diamètre du faisceau de 2 mm en sortie du laser. Dans le domaine infrarouge, pour une longueur d'onde centrale de 1030 nm et un facteur de qualité de 1,2 assuré par Amplitude Système, le diamètre théorique calculé est de 26,2  $\mu\text{m}$ .

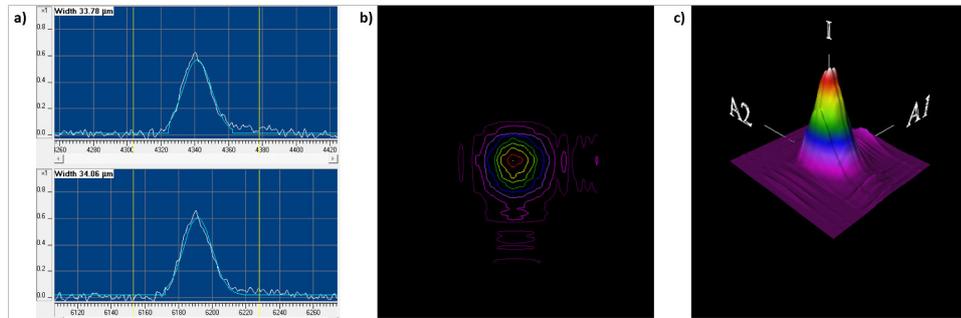


FIGURE 3.3: Caractérisation de la distribution énergétique du faisceau : a) profil suivant les axes X et Y, b) distribution énergétique 2D et c) distribution énergétique 3D.

La figure 3.3 présente la mesure expérimentale du diamètre focalisé à  $1/e^2$  utilisé lors des travaux réalisés dans l'infrarouge. La valeur mesurée, de 34  $\mu\text{m}$ , est légèrement supérieure à la valeur théorique attendue. Ceci peut être dû à de légers désalignements du faisceau sur les différents composants du chemin optique ou à un léger désalignement à l'intérieur de la source laser, ou encore à des aberrations lors de la focalisation.

### 3.4.2 Mesure de la durée d'impulsion

La durée d'impulsion du faisceau laser pouvant être manuellement ajustée et modifiée, de 300 fs à quelques picosecondes, la mesure de cette durée d'impulsion est nécessaire afin de vérifier la correspondance entre la valeur souhaitée et la valeur réellement atteinte. Cette mesure de la durée d'impulsion est ainsi essentielle à chaque modification de la fréquence de répétition du laser, qui entraîne une variation de la dispersion dans le faisceau. De plus, la connaissance de la durée d'impulsion du faisceau laser permet de déterminer la puissance crête à laquelle le matériau est soumis.

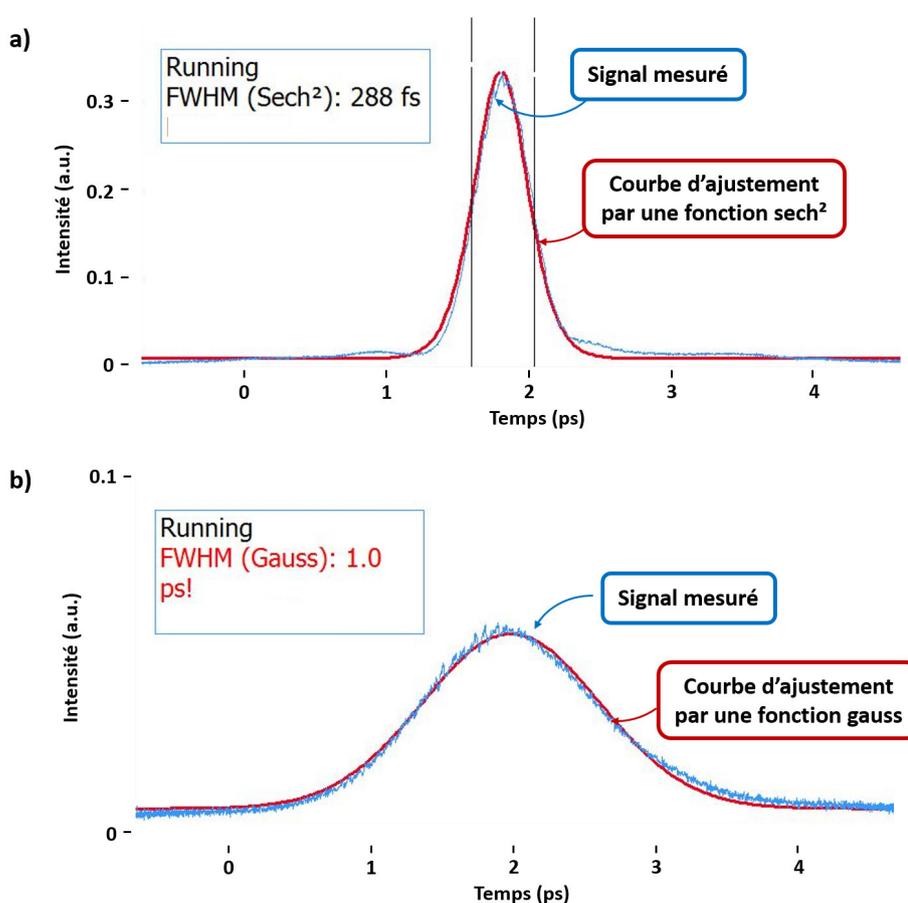


FIGURE 3.4: Analyse de la durée d'impulsion, mesurée avec l'autocorrélateur PulseCheck : a) Signal détecté pour une durée de 300 fs, ajusté par une fonction secante hyperbolique, b) Signal détecté pour une durée de 1 ps, ajusté par une fonction gaussienne.

La durée d'impulsion du faisceau laser est mesurée à l'aide de l'autocorrélateur PulseCheck de la société APE. Lors de la mesure, une courbe

d'ajustement, gaussienne (*gauss*) ou sécante hyperbolique carrée (*sech*<sup>2</sup>), est proposée pour être superposée à la courbe mesurée. La durée d'impulsion minimale mesurée, peu importe la fréquence de répétition du laser, est de l'ordre de 290 fs pour une courbe d'ajustement *sech*<sup>2</sup>, ce qui équivaut à environ 310 fs pour une gaussienne. Pour certains travaux présentés dans cette thèse, la durée d'impulsion a aussi été modifiée pour atteindre 1 ps.

Dans le cas d'une utilisation du laser dans la gamme visible ou UV, pour les longueurs d'onde de 515 nm et 343 nm, l'autocorrélateur ne peut pas être utilisé car le détecteur n'est sensible que de 700 nm à 1100 nm. Dans cette situation, la durée d'impulsions minimale d'environ 300 fs, garantie par Amplitude Système, est obtenue en maximisant la puissance moyenne en sortie du module de doublage/triplage en fréquence. En effet, le principe de conversion repose sur des effets non-linéaires dont l'efficacité est fortement dépendante de la puissance crête, et ainsi de la durée d'impulsions.

### 3.5 Techniques de caractérisations des soudures

Différentes caractéristiques permettent d'évaluer la qualité d'une soudure. La mesure de la résistance mécanique à l'arrachement ainsi que l'évaluation de la résistance aux chocs thermiques permettent de caractériser la qualité de l'assemblage. L'analyse de la transmittance et la mesure des contraintes résiduelles permettent d'étudier l'impact du soudage sur le matériau.

#### 3.5.1 Test de traction

La tenue mécanique d'un assemblage est l'une des premières informations attendues pour évaluer sa qualité. Différentes configurations de sollicitations permettent de caractériser un assemblage telles que le cisaillement, la traction ou la compression. Afin de s'affranchir de l'orientation des cordons de soudure, et d'éviter d'induire de la flexion sur la zone soudée, la sollicitation en arrachement a été choisie.

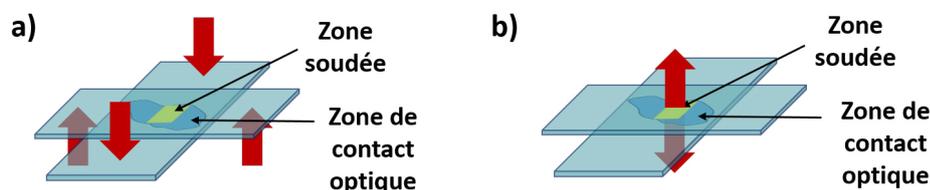


FIGURE 3.5: Schéma de principe de deux configurations de tests de traction : a) Flexion quatre points induisant des contraintes aux extrémités de la zone soudée, b) Arrachement n'induisant pas de flexion

Compte-tenu de la fragilité du verre et de la faible épaisseur des lames utilisées lors de l'étude, il n'est pas possible d'utiliser une machine de traction dans sa configuration classique, qui consiste à serrer les lames à séparer dans des mors. Un dispositif de traction a alors été spécifiquement développé à l'ECAM Strasbourg-Europe pour cette étude dans le but de réaliser des tests d'arrachement sur des échantillons à lames fines soudées. Cet outillage en lui-même est un résultat original de la thèse.

Le système développé doit répondre à différents critères : les tests d'arrachement ne doivent pas induire de flexion sur les lames de verre, ni de cisaillement le long de la zone soudée. La figure 3.5 illustre deux types de sollicitations différentes : la première (nous l'avons testée) induit des contraintes aux extrémités de la zone soudée et conduit à une rupture du verre en bordure de la soudure, tandis que la deuxième, que nous avons retenue, remplit les critères. De plus, l'objectif des tests de traction étant de caractériser la résistance mécanique à l'arrachement, il est nécessaire que le système développé soit plus résistant que les soudures analysées, ce qui a constitué un challenge.

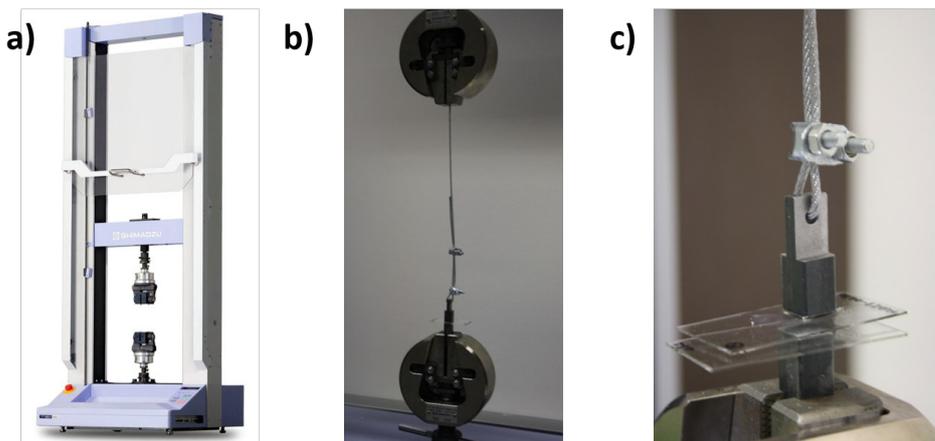


FIGURE 3.6: Dispositif développé pour une configuration de tests d'arrachement : a) Machine de traction Shimadzu, b) Fixation de l'échantillon dans la machine de traction, c) Photo d'un échantillon après arrachement avec vue des plots et de l'attache du câble.

La machine de traction utilisée est une machine de la gamme AGS-X conçue par Shimadzu, ayant une cellule de force pouvant atteindre 10 kN. Afin d'éviter les phénomènes de flexion dans les lames, des plots en acier développés sur mesure sont collés directement sur les lames de verre, à l'aide d'une goutte de colle la plus petite possible, de l'ordre 1 mm de diamètre. La colle se devait d'avoir une tenue en traction la plus élevée possible. Notre choix s'est porté sur la colle acrylate de la marque Loctite 317. Les plots sont

ensuite fixés directement dans le mors inférieur, ou reliés au mors supérieur à l'aide d'un câble en acier tressé de 2 mm de diamètre, comme illustré dans la figure 3.6. La section des plots est limitée par l'ouverture maximale des mors de 8 mm et doit être supérieure à l'aire soudée. En effet, pour des plots de  $5 \times 5 \text{ mm}^2$  de section et des aires soudées de  $5 \times 5 \text{ mm}^2$ , ce n'est pas la soudure qui rompt, mais le collage entre le verre et les plots. C'est pourquoi une section de  $8 \times 8 \text{ mm}^2$  a été privilégiée. Afin de coller les plots sans induire de désalignement, un gabarit a été développé, et fabriqué en résine à l'aide d'une imprimante 3D. L'utilisation du gabarit est illustrée dans la figure 3.7.

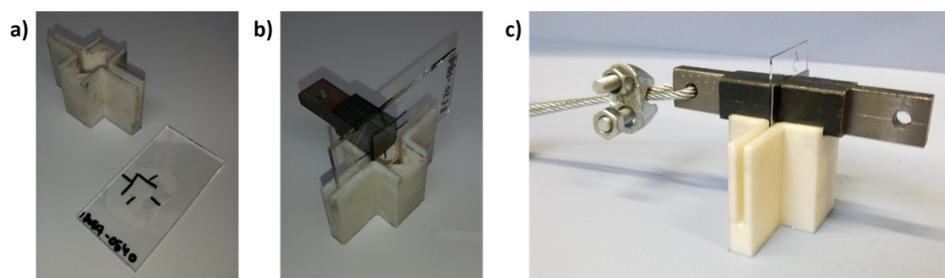


FIGURE 3.7: Illustration de l'utilisation du gabarit pour le collage des plots : a) Photo du gabarit en résine et de l'échantillon avant le test, b) Collage d'un plot sur l'échantillon, c) Collage du deuxième plot, aligné grâce au gabarit.

La fiabilité du dispositif a été évaluée en répétant des tests d'arrachement successifs sur des aimants, dont les résultats sont présentés dans la figure 3.8. Le dispositif développé pour caractériser les échantillons assemblés, testé ici pour des forces jusqu'à 23 N, n'induit pas de biais sur les résultats.

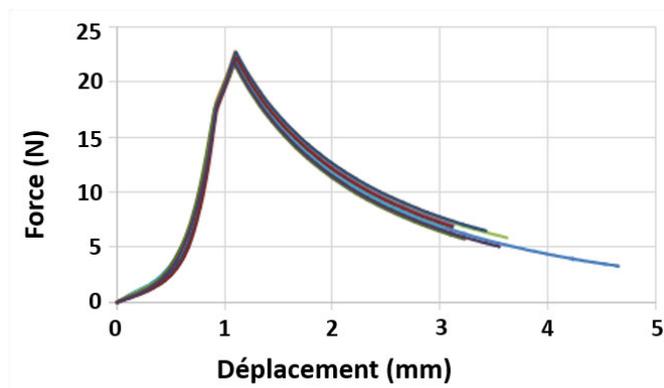


FIGURE 3.8: Courbes de traction obtenues pour 10 aimants, démontrant la répétabilité du système de caractérisation.

La résistance mécanique des assemblages de verres a été caractérisée en

mesurant la force de traction nécessaire à la rupture des échantillons. Cette force de rupture est visible sur la courbe de traction obtenue pour l'échantillon, dont un exemple est donné dans la figure 3.9. Compte tenu de la surface soudée, il est possible de calculer la contrainte pour laquelle l'assemblage se brise. Pour chaque combinaison de paramètres, quatre à dix échantillons ont été caractérisés afin d'évaluer la répétabilité de la mesure. Bien qu'une grande variabilité de la force mesurée soit observée, cette caractérisation est tout de même considérée comme fiable, car la moyenne est supérieure à deux fois l'écart-type.

Deux types de rupture, visibles dans la figure 3.9, peuvent être observés selon les échantillons. Dans un cas, les cordons de soudure se trouvant à l'interface entre les deux lames de verre se brisent suite à la sollicitation, tandis que dans le deuxième cas, une rupture est initiée en volume dans une des lames de verre, et les cordons de soudure restent intacts.

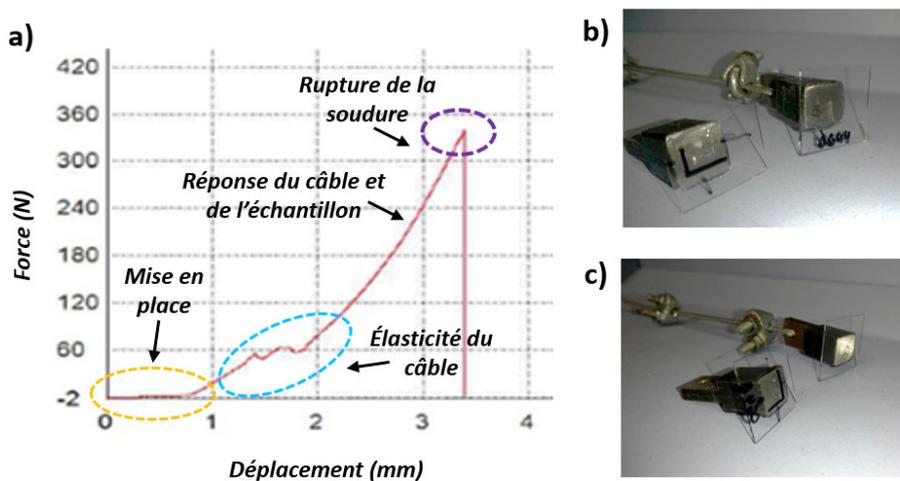


FIGURE 3.9: a) Exemple de courbe de traction obtenue suite au test d'arrachement sur un échantillon de verre soudé, b) Rupture du verre autour de la zone soudée, c) Arrachement de la zone soudée.

### 3.5.2 Photoélasticimétrie

Le procédé de soudage de verres par impulsions laser ultracourtes reposant sur une fusion rapide et un refroidissement du matériau, des contraintes résiduelles de compression et de traction sont induites dans le matériau, générant une biréfringence optique. L'analyse de ces contraintes résiduelles dans les échantillons de verre soudés a été réalisée par photoélasticimétrie [114], en utilisant un microscope à lumière polarisée disponible au CRITT Matériaux

Alsace, avec l'aide de Jean-Louis Heitz et de Laurence Serreau.

Le système de caractérisation, dans sa configuration la plus classique illustrée dans la figure 3.10, est composé de deux polariseurs dont les axes sont orthogonaux, respectivement appelés polariseur et analyseur [115]. Ces deux polariseurs sont situés le long de l'axe de propagation de la lumière blanche émise par la source du microscope. L'échantillon à analyser se place sur le même axe de propagation, entre le polariseur et l'analyseur. La rotation de l'échantillon par rapport à l'axe des polariseurs permet d'analyser visuellement le champ des contraintes.

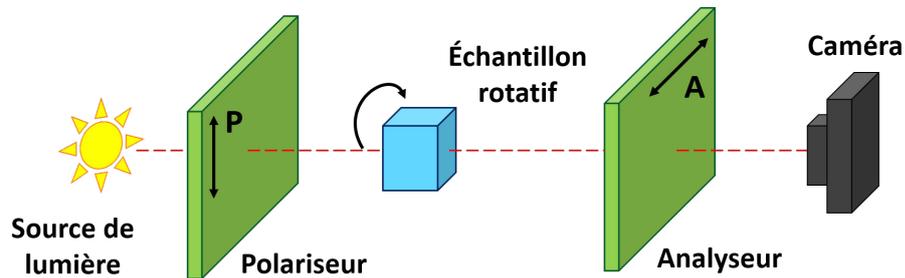


FIGURE 3.10: Microscope à lumière polarisée utilisé pour analyser les contraintes : les axes du polariseur et de l'analyseur sont fixes et orthogonaux entre eux.

En sortie du polariseur, la lumière a une polarisation rectiligne, parallèle à l'axe du polariseur. Un échantillon de verre sans aucune contrainte est isotrope. Dans cette situation, la polarisation de la lumière incidente n'est pas modifiée. La traversée de l'analyseur, dont l'axe est orthogonal à la polarisation de la lumière, conduit à une extinction du faisceau incident.

Le verre peut toutefois devenir anisotrope (biréfringent) quand il est soumis à des contraintes, soit de façon temporaire lorsqu'il subit une charge mécanique, soit de façon permanente après un traitement thermique. C'est le cas lors du procédé de soudage de verre. Lors de la traversée d'un échantillon biréfringent, la lumière incidente peut être considérée comme la somme de deux composantes rectilignes, parallèles et orthogonales aux axes des contraintes, dont l'une est retardée par rapport à l'autre, ce qui va changer l'état de polarisation de la lumière et donc localement la quantité de lumière traversant l'analyseur. L'observation de la carte d'intensité en sortie de l'analyseur permet alors d'analyser la biréfringence induite dans le matériau et indirectement la présence de contraintes.

Lors de la rotation du verre biréfringent autour de l'axe du microscope, il existe quatre positions angulaires pour lesquelles la lumière transmise par le système est éteinte. Ces quatre positions correspondent aux deux orientations pour lesquelles la direction des contraintes dans l'échantillon est parallèle ou perpendiculaire aux axes du système polariseur/analyseur. À

l'inverse, entre ces positions, chaque point de l'échantillon passe par une position pour laquelle l'intensité en sortie du système est maximisée. Ce sont les positions où les contraintes sont à  $45^\circ$  par rapport aux axes du système polariseur/analyseur.

Cet effet est illustré par la figure 3.11, qui montre la réponse d'un échantillon soudé à travers le microscope à lumière polarisée en fonction de son orientation [116]. Pour cet échantillon, la soudure a été obtenue en balayant l'interface à une vitesse de 50 mm/s, avec une énergie d'impulsion de  $3 \mu\text{J}$  à une fréquence de 500 kHz. L'orientation des axes principaux de la biréfringence induite par les cordons de soudure peut être identifiée. Les contraintes sont uniquement localisées sur  $8 \mu\text{m}$  le long des cordons de soudure, alors que le faisceau laser avait un diamètre de  $30 \mu\text{m}$  (cela est dû à l'absorption non-linéaire). On voit une absence de contraintes entre les cordons de soudure, séparés ici de  $30 \mu\text{m}$ . Lorsque les cordons de soudure sont parallèles ou orthogonaux aux directions du système polariseur-analyseur croisés, le champ apparaît sombre, tandis que lorsqu'ils sont orientés à  $45^\circ$  à ces directions, leur transmission est maximale. Les axes principaux de biréfringence sont donc parallèles et perpendiculaires à la direction des cordons de soudure, signifiant que la direction des contraintes résiduelle est parallèle ou perpendiculaire à la direction de balayage du faisceau laser.

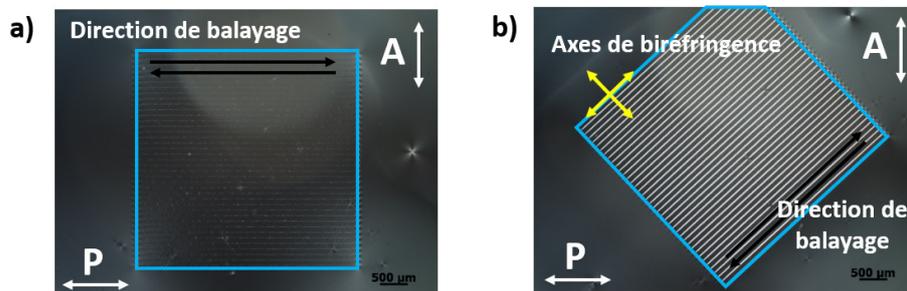


FIGURE 3.11: Analyse de la direction des contraintes résiduelles. a) Image sombre : il n'y a pas de contraintes ou bien la direction des contraintes est parallèle ou perpendiculaire à l'axe du polariseur. b) Maximisation de la brillance : la direction des contraintes est orientée à  $\pm 45^\circ$  par rapport à l'axe du polariseur.

La valeur des contraintes présentes dans le matériau peut être mesurée indirectement en ajoutant un compensateur, qui permet de déterminer le retard optique (biréfringence) qu'elles induisent. Il existe différentes gammes de compensateurs, qui peuvent être utilisées en fonction de la valeur des contraintes. Dans le cas de faibles contraintes, un compensateur de Brace-Kohler (Leitz, Brace-Kohler compensator,  $T_0 = 56.1 \text{ nm}$ ) qui permet de compenser jusqu'à environ 56 nm de retard entre les deux axes principaux

de biréfringence, est utilisé, tandis que pour des contraintes supérieures ou dans un volume plus grand, un compensateur de Berek (Leica, Tilting compensator B,  $5\lambda$ ) est utilisé.

Le principe de mesure est très similaire dans les deux cas. Le compensateur est placé entre l'échantillon et l'analyseur, et est orienté sur une zone non contrainte de façon à n'ajouter aucune biréfringence. L'échantillon est orienté autour de l'axe optique jusqu'à atteindre la position sombre. Une rotation de  $45^\circ$  permet ensuite d'atteindre la position diagonale, où la brillance est maximisée. Le compensateur est ensuite orienté de façon à compenser la biréfringence de la zone d'intérêt.

Dans le cas du compensateur de Brace-Kohler, l'angle  $\alpha_0$ , pour lequel l'extinction est obtenue, permet de calculer le retard optique selon la formule  $\Gamma = \Gamma_0 \sin(2\eta)$ , avec  $\eta = (\alpha_0 - \alpha)$ . Dans le cas du compensateur de Berek, deux angles différents  $i'$  et  $i''$  sont relevés, en fonction du sens de rotation du compensateur. Le retard optique est ensuite déterminé selon un tableau de correspondance avec la somme des deux angles.

La biréfringence correspondante  $\Delta n = n_e - n_o$ , avec  $n_e$  l'indice de réfraction extraordinaire et  $n_o$  l'indice de réfraction ordinaire du verre, peut être déterminée en utilisant la formule  $\Delta n = \Gamma/t$  avec  $t$  l'épaisseur de la région modifiée le long de l'axe du microscope. La quantité de contraintes résiduelles peut alors être déterminée en utilisant la constante photoélastique du verre,  $B$ , par la formule  $\sigma = \Delta n/B$  [117]. Étant donné que la constante photoélastique du verre dépend de la composition du verre [114], la valeur de la constante photoélastique du MEMPax utilisée au long de cette étude a été prise comme égale à celle du verre BF33 commercialisé par Schott ( $B = 4.10^{-12}m^2/N$ ), car ils présentent des compositions similaires (informations données par le fournisseur).

### 3.5.3 Résistance thermique

La résistance thermique de l'assemblage peut être une propriété essentielle selon le domaine d'application.

La résistance thermique des échantillons réalisés a été caractérisée en les soumettant à des chocs thermiques. Les échantillons ont été déposés dans un four à température ambiante, puis ont subi une montée en température à une vitesse de  $100^\circ\text{C/h}$  jusqu'à atteindre la température de test, de  $100^\circ\text{C}$  à  $400^\circ\text{C}$ . Un maintien à la température de test a été effectué pendant 30 minutes, de façon à obtenir une bonne thermalisation. Une fois la température visée atteinte, les échantillons ont été immergés dans de l'eau à température ambiante. Une attention particulière a été portée afin d'éviter tout choc mécanique durant l'immersion qui pourrait détériorer le résultat du test.

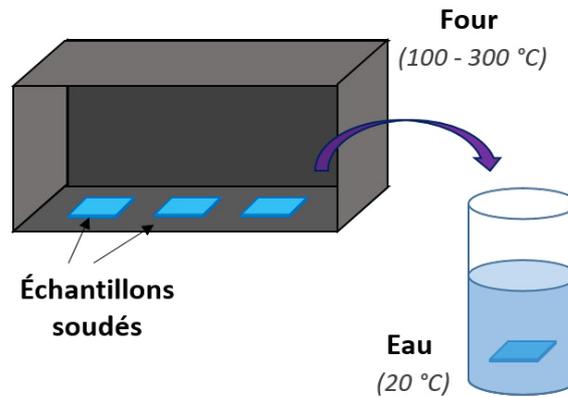


FIGURE 3.12: Illustration du procédé utilisé pour mettre en œuvre un choc thermique sur les échantillons.

Les échantillons ont subis plusieurs chocs thermiques successifs, d'une température initiale de 100 °C à 400 °C, jusqu'à leur rupture éventuelle.

### 3.5.4 Transparence : mesure du taux d'absorption

La transparence du verre étant l'une des propriétés les plus remarquables du matériau, il est souvent essentiel de pouvoir conserver cette transparence lors du procédé d'assemblage. La technique du soudage de verre par impulsions laser ultracourtes ne nécessitant pas l'ajout d'une couche intermédiaire potentiellement absorbante, elle a la capacité de produire un assemblage transparent. Cependant, des contraintes et des changements d'indice dans le matériau sont générés lors du procédé de soudage, ce qui dégrade le taux de transmission de l'assemblage. D'autres phénomènes comme l'apparition de centres colorés ou de micro-défauts peuvent également avoir un effet sur la transparence de l'assemblage. Cette dégradation de la transparence peut être quantifiée grâce à la mesure du taux d'absorption de la zone soudée.

Le taux d'absorption  $\tau_{abs}$  est déterminé à partir du ratio entre la puissance transmise à travers une zone soudée par laser  $P_{zs}$  et la puissance transmise par une zone en contact optique  $P_{co}$  par la formule :

$$\tau_{abs} = 1 - \frac{P_{zs}}{P_{co}} \quad (3.2)$$

Pour cela, un laser He : Ne de faible puissance est utilisé afin de ne pas avoir d'interaction non-linéaire avec le matériau. La puissance transmise à travers la zone en contact optique ne dépend que du matériau, tandis que celle transmise à travers la zone soudée dépend des modifications subies par le matériau irradié et soudé par laser. Remarquons que le terme exacte serait

"extinction" plutôt qu'absorption car la baisse de transmittance peut être due autant à de l'absorption qu'à de la diffusion.

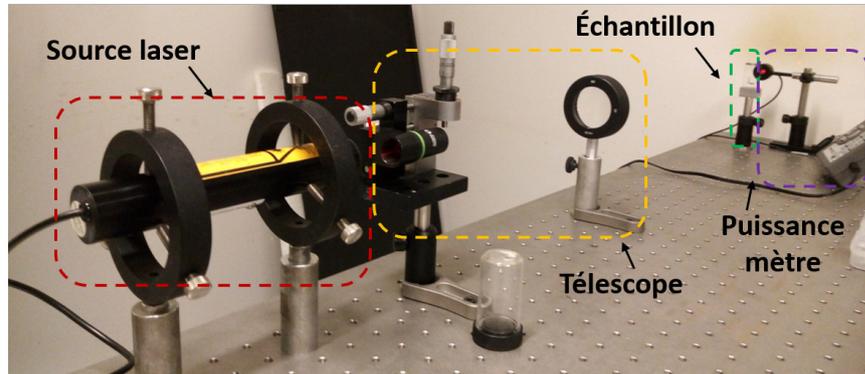


FIGURE 3.13: Photographie du montage optique utilisé pour mesurer la transmittance de la zone soudée.

### 3.5.5 Étanchéité

La capacité d'un assemblage à être étanche peut être une caractéristique essentielle pour certaines applications. D'après la littérature, la méthode du soudage par impulsions laser ultracourtes permet de produire des assemblages étanches, ce qui représente un fort avantage par rapport aux techniques de jonction adhésive [105].

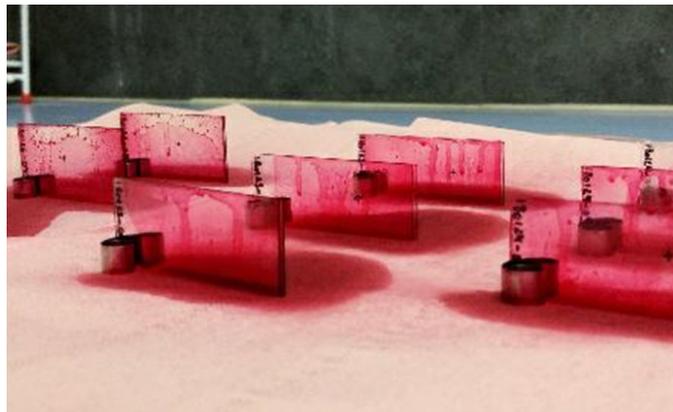


FIGURE 3.14: Photographie des échantillons après vaporisation du liquide de ressuage.

Notre test d'étanchéité se fait par pulvérisation d'un liquide de ressuage coloré sur la tranche des échantillons, qui se propage ensuite par capillarité

au sein de l'échantillon pendant une durée de 20 minutes. Après une étape de rinçage, il est alors possible d'observer à l'œil et au microscope la pénétration du liquide entre les deux lames de verre soudées.

L'étanchéité est avérée lorsque le liquide ne franchit pas la barrière externe formée par les cordons de soudure, dessinant une très nette démarcation entre les zones imprégnées et les zones préservées.

### 3.6 Protocole expérimental

Le protocole de mise en œuvre et d'étude du soudage de verre, présenté dans la figure 3.15, est composé de différentes étapes, qui sont la préparation des lames de verre, la mise en contact de ces lames, l'irradiation des échantillon, et la caractérisation des propriétés de l'assemblage obtenu.

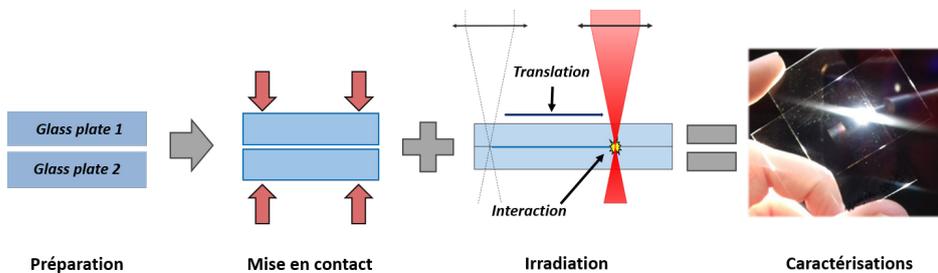


FIGURE 3.15: Différentes étapes du protocole expérimental

La préparation de ces échantillons consiste en un nettoyage à l'éthanol, avant de les mettre en contact optique en appliquant une pression manuelle sur les deux lames. La présence d'un contact optique localisé permet de connaître, autour de ce contact, la distance entre les deux lames en fonction des franges d'interférences [3]. Le centre des anneaux, qui apparaît sombre, correspond à une distance inférieure à 120 nm. Des aimants sont ensuite placés de part et d'autre aux quatre extrémités des échantillons, de façon à protéger le contact optique des effets potentiels de la dilatation thermique lors du procédé de soudage.

La focalisation du faisceau laser à l'interface entre les deux lames de verre, et le balayage du faisceau suivant la géométrie définie, permet de créer les cordons de soudure. La localisation en profondeur du point d'interaction doit faire l'objet d'une attention particulière. En plus de tenir compte de la différence entre le chemin optique et le chemin géométrique, l'autofocalisation du faisceau doit être prise en compte. En effet, pour chaque variation des paramètres laser, la focalisation dans le verre doit être ajustée. Selon les combinaisons de paramètres, la marge d'erreur sur le positionnement du point de focalisation peut varier entre 50  $\mu\text{m}$  et 300  $\mu\text{m}$ .

Après réalisation, les échantillons sont ensuite caractérisés à l'aide des méthodes de caractérisation présentées précédemment.

### 3.7 Méthodologie expérimentale : Mise en place d'un plan d'expériences

De très nombreux paramètres ont une influence sur le procédé de soudage et sur ses performances. Certains de ces paramètres sont liés directement à la source laser, d'autres à la machine de micro-usinage, ou encore au matériau. L'un des objectifs de la thèse étant d'étudier l'influence de ces paramètres pour optimiser le procédé, il a été nécessaire de mettre en place une stratégie expérimentale.

Une des méthodes intuitives d'optimisation consiste en la variation systématique des paramètres de l'expérience les uns après les autres, jusqu'à obtenir le meilleur résultat. Cette méthode n'est cependant pas efficace s'il y a des interactions entre les paramètres influents : l'expérimentateur peut être conduit par cette méthode sur une combinaison de paramètres bien loin de l'optimum [118].

La réalisation d'un plan exhaustif faisant varier de manière croisée tous les paramètres sur leur gamme de variation n'est pas une option envisageable. Même en ne s'intéressant qu'à deux valeurs pour chaque paramètre, un plan factoriel complet, qui comporte toutes les combinaisons de paramètres, demande un nombre d'essais à réaliser égal à  $2^{\text{nombre de facteurs}}$  [119]. Cela entraîne une augmentation du nombre d'essais avec le nombre de paramètres à étudier qui les rend rapidement irréalisables.

Contrairement aux deux approches précédentes, la méthode des plans d'expériences, ou Design Of Experiments (DOE), consiste sur la base d'une analyse statistique en une sélection d'essais définis à l'avance, durant lesquels tous les paramètres sont modifiés simultanément. Cette méthode a pour objectif de recueillir le maximum d'informations en un nombre minimal d'essais, dans le but d'optimiser les combinaisons de facteurs. Elle permet de déterminer l'influence des différents paramètres et de détecter les interactions entre ces paramètres [118].

Afin de répondre au mieux aux différents objectifs d'optimisation et d'industrialisation définis dans les chapitres précédents, une stratégie à deux étapes a été mise en œuvre. Une première étape expérimentale a consisté en la réalisation d'un plan d'expériences sur des verres de haute qualité de surface avec une géométrie de soudure définie. Cette condition sur la qualité des verres permet de limiter l'influence de l'état de surface du matériau sur la répétabilité des performances du soudage. Dans une deuxième étape, décrite dans le chapitre V, des expériences complémentaires ont été menées avec pour objectif d'optimiser les résultats obtenus en implémentant des moyens de post-traitement ou des stratégies d'écriture des cordons différentes. Elle

a aussi eu pour objectif d'adapter les paramètres définis lors du plan d'expériences à différents types de matériaux et différentes qualités de surface, en particulier quand il n'y a pas contact optique sur toute la surface à souder.

### 3.7.1 Principe du plan d'expériences

La méthode statistique moderne des plans d'expériences s'est développée au cours de quatre grandes étapes durant le siècle dernier [120]. Les travaux de Sir Ronald A. Fisher dans le domaine de l'agronomie dans les années 1920 ont permis de poser les bases de la méthode des plans d'expériences, en intégrant le concept de randomisation et de réplication des essais et celui d'étude statistique des résultats. L'adaptation de cette méthode au domaine industriel par Box et Wilson dans les années 1950 a permis d'étendre son utilisation dans les secteurs de la chimie et des procédés industriels. Son utilisation était toutefois limitée par un manque de connaissance des concepts statistiques de base de la part des utilisateurs et par le manque de ressources numériques [120]. Les travaux de vulgarisation de la méthode des plans d'expériences par G. Taguchi dans le domaine de la qualité durant les années 1970 ont permis une vaste diffusion de la méthode dans le milieu industriel, grâce à la réalisation de tables de configurations expérimentales pouvant être facilement utilisées par des non-initiés [121]. La quatrième étape de développement débuta vers la fin des années 1980, avec le développement d'alternatives à la méthode de G. Taguchi et la diffusion de ces méthodes dans les cursus universitaires [120]. Actuellement, la méthode des plans d'expériences est utilisée dans tous les domaines d'activités, de la finance à la recherche.

Le succès d'un plan d'expériences ne peut être obtenu qu'en suivant une démarche bien spécifique. La description complète du système est nécessaire pour assurer une identification exhaustive des paramètres influents, tandis que la définition des objectifs permet de déterminer les données de sortie à mesurer et évaluer. La connaissance du procédé, obtenue par des études préliminaires ou par la littérature, permet de sélectionner les paramètres influents. Le choix du plan d'expériences, formant la liste d'essais à réaliser, est effectué en fonction du nombre de paramètres choisis, et selon les listes de tableaux donnés par la méthode Taguchi. La réalisation des essais et leurs caractérisations permettent d'analyser et d'évaluer les différentes réponses de sortie, et enfin d'étudier de façon statistique les combinaisons de paramètres [120].

### 3.7.2 Description de l'objet du plan d'expériences : définition du système et des objectifs

La description du problème, de l'état du système et des objectifs est une étape indispensable à la mise en œuvre d'un plan d'expériences. La connais-

sance du procédé est un prérequis essentiel dans l'identification des paramètres variables, tandis que la définition des objectifs permet de déterminer les données de sorties pertinentes pour la résolution du problème.

L'objet de ces travaux concerne l'industrialisation et l'optimisation de la technique de soudage de verre par impulsions laser ultracourtes, dont les composants sont présentés dans la figure 3.16.

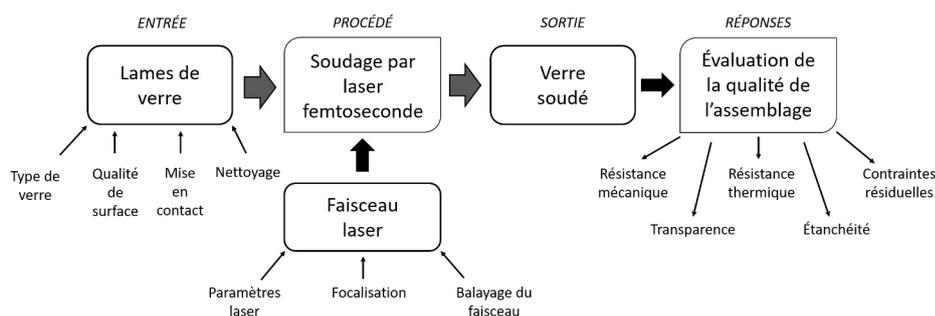


FIGURE 3.16: Description du système étudié lors du plan d'expériences

La source laser se trouve au cœur du procédé. Elle permet de générer les impulsions ultracourtes et d'en définir la plupart des paramètres, tels que la durée d'impulsion, la fréquence de répétition, la longueur d'onde, la puissance moyenne et la polarisation initiale. L'intégration de la source laser dans une machine de micro-usinage permet un contrôle et une mise en forme aisés des impulsions ultracourtes. La puissance laser peut être atténuée, la polarisation peut être modifiée et la longueur d'onde peut être modifiée. Le système permet aussi de contrôler la focalisation du faisceau, sa vitesse de balayage et les trajectoires réalisées. Le choix du matériau, sa préparation et sa mise en place représentent une autre composante ayant une influence sur le procédé.

L'objectif d'optimisation des paramètres répond à plusieurs enjeux, qui sont la maximisation de la tenue mécanique et thermique, la minimisation des contraintes résiduelles tout en assurant la transparence et l'étanchéité de l'assemblage. Le plan de caractérisation des assemblages repose alors sur la mesure de la résistance mécanique par les tests d'arrachement, la tenue aux chocs thermiques, la mesure du retard optique induit par les contraintes résiduelles, la mesure du taux d'absorption des zones soudées et l'observation de la pénétration d'un liquide de ressuage permettant l'étude de l'étanchéité.

Cependant, la probabilité de trouver une combinaison de paramètres répondant simultanément à tous ces enjeux est faible. C'est pourquoi une réponse globale sera créée, dans un deuxième temps, à partir des différentes caractérisations réalisées et fonction de l'application. Pour chaque type de caractérisation, le résultat par échantillon sera converti en une note selon son accord avec l'enjeu visé. La qualité globale de l'échantillon sera évaluée

comme une moyenne pondérée des notes obtenues. Les coefficients accordés à chaque caractérisation seront dépendants des critères de l'application visée, et donc différents pour chaque application.

### 3.7.3 Études préliminaires : détermination et sélection des paramètres d'influence

Le nombre d'essais d'un plan d'expériences est déterminé en fonction du nombre de paramètres à évaluer. Pour cela, une connaissance du procédé via l'état de l'art ainsi qu'une étude préliminaire permettent de réduire ce nombre de paramètres, en identifiant au préalable les paramètres dont l'influence sera moindres, ou dont l'étude sort du cadre des objectifs.

La stratégie expérimentale, présentée précédemment, consacre le plan d'expériences à l'optimisation des paramètres laser, en se limitant à l'étude de l'assemblage de verre borosilicate de haute qualité de surface, permettant le contact optique, et ce avec le système de focalisation choisi, c'est à dire une tête scanner avec une grande distance focale.

Le tableau 3.1 regroupe la liste de tous les paramètres pouvant intervenir lors du procédé, ainsi que leur plage de variation permise par les capacités du système expérimental. Bien que ce tableau se veuille exhaustif, il n'est pas impossible que des paramètres aient été oubliés. Pour chaque paramètres, deux valeurs de test, appelées par la suite +1 et -1, doivent être sélectionnées et doivent être comprises dans la gamme de paramètres permettant le soudage.

| Paramètres                  | Type<br>(Nombre) | Gamme                                 |
|-----------------------------|------------------|---------------------------------------|
| Longueur d'onde $\lambda_0$ | Discret (3)      | 343 nm / 515 nm / 1030 nm             |
| Durée d'impulsion $t_0$     | Continu (-)      | De 300 fs à 10 ps                     |
| Taux de répétition $F$      | Discret (-)      | ... / 200 Hz / 500 kHz / 2 MHz        |
| Polarisation                | Continu (-)      | Circ. / Ellipt. / Rect. + orientation |
| Puissance moyenne $P_m$     | Continu (-)      | De 0 à 25 W                           |
| Energie d'impulsion $E_p$   | Continu (-)      | De 0 à $P_m/F$                        |
| Vitesse $v$                 | Continu (-)      | De 0 à 3000 mm/s                      |
| Géométrie                   | Discret (-)      | Lignes / Points / Cercles / ...       |
| Pas de hachurage            | Continu (-)      | De 1 $\mu\text{m}$ à 1 mm             |

TABLE 3.1: Liste des paramètres intervenant lors du procédé de soudage de verre

Parmi les différentes longueurs d'ondes disponibles grâce au système expérimental, seules les longueurs d'onde de 515 nm et de 1030 nm présentent un intérêt pour l'étude. En effet, l'intérêt de cette technique de soudage reposant sur la transparence du verre, la longueur d'onde de 343 nm a été écartée du plan d'expériences.

D'après la littérature, l'effet d'accumulation thermique apparaît pour des fréquences de répétition autour de 200 à 300 kHz. Des essais préliminaires avaient permis d'obtenir du soudage pour une fréquence de répétition de 250 kHz, mais pour une gamme de paramètre très restreinte. Il a donc été choisi de réaliser les essais du plan d'expériences pour des fréquences de répétition de 500 kHz et de 2 MHz.

L'influence de la polarisation n'a pas été étudiée en détail dans la littérature, mais des essais réalisés pour différentes orientations de l'état de polarisation ont démontré que son influence sur la résistance mécanique des échantillons soudés est faible. Des échantillons réalisés en interne en utilisant différents états de polarisation (circulaire et rectiligne) n'ont pas révélé de variations sur les dimensions des cordons et sur les contraintes résiduelles, de même pour les essais réalisés en polarisation linéaires pour différentes orientations. La suite des travaux expérimentaux sera alors réalisés en utilisant une polarisation rectiligne.

La stratégie expérimentale consistant à réaliser le plan d'expériences afin d'étudier l'influence des paramètres laser, la géométrie a été fixée comme constante tout le long des essais. Pour des raisons de facilité d'interprétation, la géométrie sélectionnée repose sur l'inscription de lignes parallèles, réalisées par aller-retour du faisceau, sur une surface globale de 5 mm x 5 mm. Des essais réalisés avec des interlignes différents ont montré que des fissures peuvent apparaître lorsque les cordons de soudure inscrits se recouvrent. Comme la largeur des cordons variera avec le changement des paramètres, afin de conserver une surface soudée constante tout au long du plan d'expériences, le pas de hachurage sera adapté en fonction de la largeur des cordons de soudure réalisés.

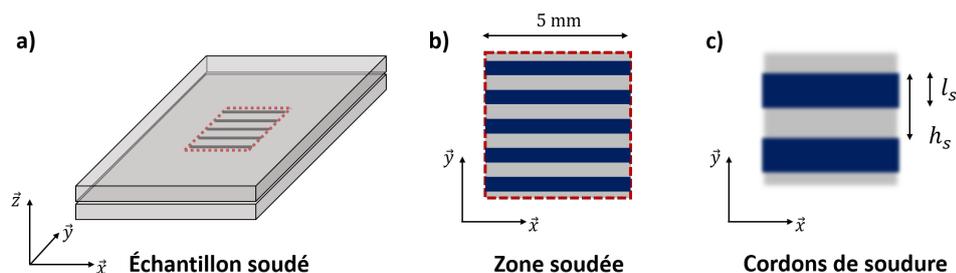


FIGURE 3.17: Illustration de la définition du ratio selon la largeur des cordons de soudure et le pas de hachurage : a) schéma d'un échantillon soudé, b) représentation de la zone soudée composée de cordons de soudure parallèles, c) schéma illustrant la largeur des cordons et le pas de hachurage

L'observation au microscope optique des cordons de soudure réalisés permet de mesurer le diamètre des cordons  $l_s$ , et ainsi d'en déduire l'aire soudée

effective en fonction du pas de hachurage utilisé  $h_s$ . La figure 3.17 illustre les notions de largeur de cordons et de pas de hachurage.

Les cordons de soudure ayant été inscrits sur une surface  $S_{tot}$  de 5 mm par 5 mm, que nous appellerons "surface totale", la surface réellement soudée  $S_{eff}$ , que nous appellerons "surface effective" dépend de la taille des cordons de soudure ainsi que de la distance inter-cordons. La valeur de la surface effective se calcule d'après la formule 3.3, avec  $\alpha$  appelé par la suite "ratio de surface soudée", équivalent au rapport entre la largeur du cordon de soudure et le pas de hachurage.

$$S_{eff} = \frac{l_s}{h_s} S_{tot} = \alpha S_{tot} \quad (3.3)$$

Une étude préliminaire conséquente a dû être réalisée pour définir la gamme de paramètres permettant d'obtenir du soudage sur des lames de borosilicate en contact optique. Les résultats sont présentés dans la figure 3.18. Elle illustre trois domaines d'énergies et de vitesses de balayage favorables au soudage, pour différentes longueurs d'ondes, fréquences de répétition et durées d'impulsions.

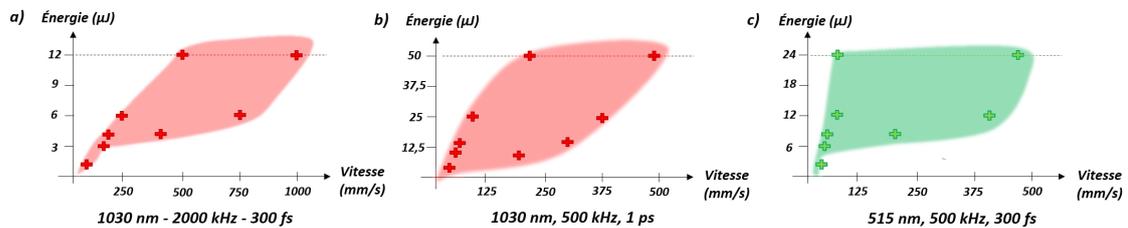


FIGURE 3.18: Illustration des domaines d'énergies et de vitesses permettant le soudage de verre : a) pour une longueur d'onde de 1030 nm, une fréquence de répétition de 2 MHz et une durée d'impulsions de 300 fs, b) pour une longueur d'onde de 1030 nm, une fréquence de répétition de 500 kHz et une durée d'impulsions de 1 ps, c) pour une longueur d'onde de 515 nm, une fréquence de répétition de 500 kHz et une durée d'impulsions de 300 fs. Les croix représentent les essais réalisés se trouvant aux extrémités des différents domaines

Il est d'ores et déjà intéressant de noter que de très grandes vitesses, 500 mm/s et 1000 mm/s, peuvent être atteintes pour des hautes valeurs d'énergies. Cette étude préliminaire permettra également dans la partie suivante de fixer des bornes des paramètres laser à étudier.

Il est également intéressant de noter que le positionnement du point de focalisation à l'interface est assez robuste. En effet, selon les paramètres laser,

une marge de positionnement allant de 50  $\mu\text{m}$  à 300  $\mu\text{m}$  a été observée. La figure 3.19, présentant l'observation de cordons de soudure par la tranche, permet de montrer la profondeur des cordons, d'environ 150  $\mu\text{m}$  pour une énergie d'impulsion de 3  $\mu\text{J}$  et d'environ 250  $\mu\text{m}$  pour une énergie d'impulsion de 4,8  $\mu\text{J}$  (500 kHz, 1030 nm, 50 mm/s).

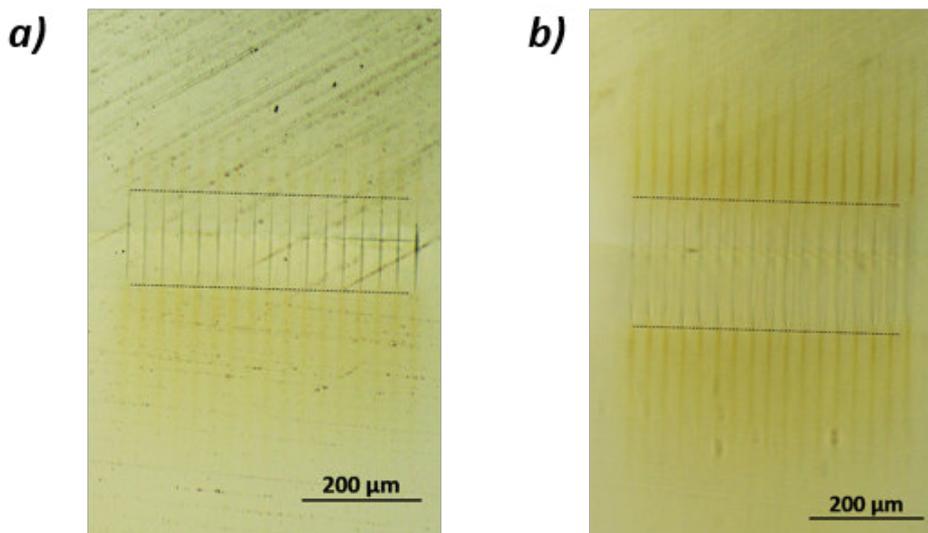


FIGURE 3.19: Observation des cordons de soudure par la tranche, réalisés pour une fréquence de répétition de 500 kHz et une vitesse de balayage de 50 mm/s, attestant de la profondeur des cordons : a) pour une énergie par impulsion de 3  $\mu\text{J}$ , b) pour une énergie par impulsion de 4,8  $\mu\text{J}$ .

### 3.7.4 Élaboration du plan d'expériences

Une fois que les paramètres à étudier ont été identifiés, il reste à déterminer leurs occurrences et à définir la liste des combinaisons de paramètres à implémenter expérimentalement.

Parmi les six paramètres sélectionnés lors de l'étude préliminaire, il est important de noter que l'énergie par impulsion  $E_p$  et la puissance moyenne  $P_m$  ne sont pas indépendantes, mais liées par la fréquence de répétition  $F$  :

$$P_m = E_p \cdot F \quad (3.4)$$

Les tableaux 3.2 et 3.3 recensent l'étendue des valeurs de la puissance moyenne et de l'énergie par impulsion pour les fréquences de répétition de 500 kHz et de 2 MHz respectivement pour une longueur d'onde de 1030 nm et une longueur d'onde de 515 nm.

| Fréquence de répétition : 500 kHz |   |      |      |       |      |
|-----------------------------------|---|------|------|-------|------|
| $P_m[W]$                          | 0 | 6.25 | 12.5 | 18.75 | 25   |
| $E_p[\mu J]$                      | 0 | 12.5 | 25   | 37.5  | 50   |
| Fréquence de répétition : 2 MHz   |   |      |      |       |      |
| $P_m[W]$                          | 0 | 6.25 | 12.5 | 18.75 | 25   |
| $E_p[\mu J]$                      | 0 | 3.13 | 6.25 | 9.38  | 12.5 |

TABLE 3.2: Correspondance entre les valeurs de puissance moyenne et d'énergie par impulsion, jusqu'à leur valeur maximale, pour les fréquences de répétition de 500 kHz et de 2 MHz pour une longueur d'onde de 1030 nm

| Fréquence de répétition : 500 kHz |   |      |      |      |      |
|-----------------------------------|---|------|------|------|------|
| $P_m[W]$                          | 0 | 3    | 6    | 9    | 12   |
| $E_p[\mu J]$                      | 0 | 6    | 12   | 18   | 24   |
| Fréquence de répétition : 2 MHz   |   |      |      |      |      |
| $P_m[W]$                          | 0 | 1.33 | 2.65 | 3.98 | 5.3  |
| $E_p[\mu J]$                      | 0 | 0.66 | 1.33 | 1.99 | 2.65 |

TABLE 3.3: Correspondance entre les valeurs de puissance moyenne et d'énergie par impulsion, jusqu'à leur valeur maximale, pour les fréquences de répétition de 500 kHz et de 2 MHz pour une longueur d'onde de 515 nm

Les valeurs maximales obtenues pour ces différentes configurations s'expliquent par le fait que le laser génère une puissance moyenne maximale de 25 W à 1030 nm, qui est ensuite répartie selon la fréquence de répétition. Ainsi, une fréquence de répétition plus élevée de 2 MHz augmente le nombre d'impulsions par seconde, ce qui réduit l'énergie disponible pour chaque impulsion. Dans le cas de la longueur d'onde de 515 nm, l'efficacité de conversion du module de fréquence dépend de la puissance crête du faisceau laser. Ainsi le rendement à 500 kHz est plus élevé qu'à une fréquence de répétition de 2 MHz car la puissance crête du faisceau à 500 kHz est plus élevée.

De plus, il est impossible de modifier simultanément la longueur d'onde et la durée d'impulsion. En effet, le procédé de doublage en fréquence permettant de générer la longueur d'onde de 515 nm n'est efficace que pour des durées d'impulsions de l'ordre de 300 fs. L'augmentation de la durée d'impulsion conduit à une diminution de la puissance crête, et ainsi à une diminution du rendement de conversion. Cela est confirmé par le constructeur Amplitude Système qui ne garantit l'efficacité du module de conversion de fréquence que pour la durée d'impulsion minimale de 300 fs.

Il a donc été choisi de réaliser deux plans d'expériences indépendants à quatre paramètres, dans le but d'étudier l'influence de la longueur d'onde dans l'un, et l'influence de la durée d'impulsion dans l'autre.

Le premier plan d'expériences, qui sera appelé par la suite « plan d'expériences n°1 », sera consacré à l'étude de l'influence de la longueur d'onde, de la fréquence de répétition, de la puissance moyenne et de la vitesse de balayage. Le choix d'étudier l'influence de la puissance moyenne se justifie par la gamme de puissance et d'énergie disponible à cette longueur d'onde, et la nécessité qu'ils permettent le soudage. Dans le cas d'une étude concernant l'énergie par impulsion, la faible énergie disponible à la fréquence de répétition de 2 MHz impliquerait de travailler avec les mêmes valeurs d'énergie à 500 kHz, qui sont alors en dehors de la gamme de soudage observée lors de l'étude préliminaire. Les valeurs sélectionnées pour les différents paramètres du plan d'expériences n°1 sont présentées dans le tableau 3.4.

| Paramètres              | Niveau -1 | Niveau 1 |
|-------------------------|-----------|----------|
| Longueur d'onde         | 515 nm    | 1030 nm  |
| Fréquence de répétition | 500 kHz   | 2 MHz    |
| Puissance moyenne       | 3 W       | 5,3 W    |
| Vitesse de balayage     | 100 mm/s  | 50 mm/s  |

TABLE 3.4: Valeurs des paramètres sélectionnées pour les niveaux -1 et 1 dans le cadre du plan d'expériences n°1

Le deuxième plan d'expériences, qui sera appelé « plan d'expériences n°2 », sera quant à lui consacré à l'étude de l'influence de la durée d'impulsion, de la fréquence de répétition, de l'énergie par impulsion et de la vitesse de balayage. Les valeurs sélectionnées pour les différents paramètres du plan d'expériences n°2 sont présentées dans le tableau 3.5.

| Paramètres              | Niveau -1 | Niveau 1  |
|-------------------------|-----------|-----------|
| Durée d'impulsion       | 300 fs    | 1 ps      |
| Fréquence de répétition | 500 kHz   | 2 MHz     |
| Énergie par impulsion   | 6 $\mu$ J | 4 $\mu$ J |
| Vitesse de balayage     | 50 mm/s   | 100 mm/s  |

TABLE 3.5: Valeurs des paramètres sélectionnées pour les niveaux -1 et 1 dans le cadre du plan d'expériences n°2

Les combinaisons de paramètres à réaliser expérimentalement ont été déterminées par la méthode des plans d'expériences, par l'utilisation des tables de Taguchi. Dans le cas d'une étude à quatre paramètres, c'est un plan d'expériences à huit combinaisons qui est implémenté. Les tableaux 3.6 et 3.7 recensent les huit combinaisons de paramètres définies par la méthode des plans d'expériences.

Afin de s'assurer de la répétabilité du procédé de soudage de verre, cinq échantillons seront réalisés pour chaque combinaison de paramètres.

| N°  | $t_0$<br>[fs] | $\lambda$<br>[nm] | $F_R$<br>[kHz] | $P_m$<br>[W] | $V$<br>[mm/s] | $E_P$<br>[μJ] |
|-----|---------------|-------------------|----------------|--------------|---------------|---------------|
| 1.1 | 300           | 515               | 500            | 3            | 100           | 6             |
| 1.2 | 300           | 515               | 2000           | 3            | 50            | 1.5           |
| 1.3 | 300           | 1030              | 500            | 3            | 50            | 6             |
| 1.4 | 300           | 1030              | 2000           | 3            | 100           | 1.5           |
| 1.5 | 300           | 515               | 500            | 5.3          | 50            | 10.6          |
| 1.6 | 300           | 515               | 2000           | 5.3          | 100           | 2.65          |
| 1.7 | 300           | 1030              | 500            | 5.3          | 100           | 10.6          |
| 1.8 | 300           | 1030              | 2000           | 5.3          | 50            | 2.65          |

TABLE 3.6: Ensemble des combinaisons de paramètres à implémenter pour les essais du plan d'expériences n°1 étudiant l'influence de la longueur d'onde, du taux de répétition, de la puissance moyenne et de la vitesse de balayage, pour une durée d'impulsions fixe de 300 fs

| N°  | $\lambda$<br>[nm] | $t_0$<br>[fs] | $F_R$<br>[kHz] | $E_P$<br>[μJ] | $V$<br>[mm/s] | $P_m$<br>[W] |
|-----|-------------------|---------------|----------------|---------------|---------------|--------------|
| 2.1 | 1030              | 300           | 500            | 6             | 50            | 3            |
| 2.2 | 1030              | 300           | 2000           | 6             | 100           | 12           |
| 2.3 | 1030              | 1000          | 500            | 6             | 100           | 3            |
| 2.4 | 1030              | 1000          | 2000           | 6             | 50            | 12           |
| 2.5 | 1030              | 300           | 500            | 4             | 100           | 2            |
| 2.6 | 1030              | 300           | 2000           | 4             | 50            | 8            |
| 2.7 | 1030              | 1000          | 500            | 4             | 50            | 2            |
| 2.8 | 1030              | 1000          | 2000           | 4             | 100           | 8            |

TABLE 3.7: Ensemble des combinaisons de paramètres à implémenter pour les essais du plan d'expériences n°2 étudiant l'influence de la durée d'impulsion, du taux de répétition, de l'énergie par impulsion et de la vitesse de balayage, pour une longueur d'onde fixe de 1030 nm

### 3.8 Conclusion

Dans ce chapitre ont été présentés la stratégie et les méthodes et éléments de contrôles expérimentaux mis en œuvre pour répondre aux différents objectifs d'optimisation, d'industrialisation et de compréhension du procédé.

Le système laser utilisé a été choisi pour les hautes fréquences de répétition atteintes par la source laser et pour le système de focalisation à grande distance de travail ( $f = 100$  mm), installé sur une tête scanner, qui permet d'atteindre des vitesses d'usinage plus grande, tout en facilitant la mise en œuvre des essais, autant de points potentiellement intéressants pour une application industrielle. Les caractéristiques temporelles et spatiales du faisceau laser ont été analysées à l'aide d'un autocorrélateur et d'un analyseur de faisceau.

L'influence des paramètres laser est évaluée sur la base des performances des assemblages obtenus pour des conditions définies de matériaux et de mise en œuvre. Les échantillons sont produits en irradiant dans un premier temps des lames de verre de haute qualité de surface, en suivant une géométrie prédéfinie. La qualité de l'assemblage est évaluée selon différents critères couvrant le spectre possible des applications du soudage. Des tests d'arrachement, qui nous ont demandé un effort important pour leur mise en place, permettent d'évaluer la résistance mécanique des assemblages, tandis que des analyses en photoélasticimétrie permettent de déterminer les contraintes résiduelles dans le verre. L'étanchéité, la transparence et la résistance aux chocs thermiques sont également caractérisées.

La méthode du plan d'expériences est appliquée au procédé de soudage de verre par impulsions ultracourtes pour définir le set d'expériences permettant d'optimiser le soudage. Certaines composantes sont fixées telles que le système de focalisation, tandis que d'autres sont choisies pour limiter la variabilité lors de la mise en œuvre, telles que le type et la qualité de surface du verre. Les possibilités du système laser sont prises en compte et limitent la définition du plan d'expériences. Une étude préliminaire conséquente a permis de déterminer le domaine des paramètres permettant le soudage. Au lieu d'un plan d'expériences faisant intervenir les cinq paramètres significatifs, deux plans d'expériences à quatre paramètres sont définis. Le premier plan d'expériences fait intervenir la longueur d'onde du laser, le taux de répétition, la vitesse de balayage et la puissance moyenne, tandis que le deuxième se consacre à l'influence de la durée d'impulsion, du taux de répétition, de la vitesse de balayage et de l'énergie par impulsion. Les résultats de ce plan d'expérience font l'objet du chapitre suivant.

## Chapitre 4

# Résultats expérimentaux : influence des paramètres laser dans le cadre des verres plans

### Sommaire

---

|            |  |            |
|------------|--|------------|
| <b>4.1</b> | <b>Introduction</b>  | <b>100</b> |
| <b>4.2</b> | <b>Analyse de l'influence des paramètres laser</b>                                 | <b>100</b> |
| 4.2.1      | Présentation des résultats du plan d'expériences                                   | 100        |
| 4.2.2      | Résistance mécanique des assemblages   | 101        |
| 4.2.3      | Caractérisation des contraintes résiduelles  | 105        |
| 4.2.4      | Évaluation de la transparence des assemblages                                      | 108        |
| 4.2.5      | Résistance aux chocs thermiques  | 111        |
| 4.2.6      | Étanchéité   | 114        |
| <b>4.3</b> | <b>Analyses complémentaires</b>  | <b>115</b> |
| 4.3.1      | Discussion des résultats : validation des conclusions tirées du plan d'expériences | 115        |
| 4.3.2      | Analyse des cordons de soudure au microscope                                       | 122        |
| 4.3.3      | Approfondissement de l'étude des contraintes résiduelles                           | 123        |
| <b>4.4</b> | <b>Optimisation globale des paramètres</b>   | <b>127</b> |
| 4.4.1      | Création d'une fonction réponse  | 127        |
| 4.4.2      | Récapitulatif et choix des paramètres  | 128        |
| <b>4.5</b> | <b>Conclusion</b>  | <b>128</b> |

---

## 4.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à l'analyse des effets des paramètres laser sur les performances des soudages de verre par impulsions laser femtosecondes, et à l'optimisation des paramètres par la méthode du plan d'expériences dans le cas des verres plans, le cas non plan étant considéré dans le chapitre V.

Comme décrit dans le chapitre précédent, les assemblages obtenus sont caractérisés selon différents critères tels que la résistance mécanique, les contraintes résiduelles, la transparence de la zone soudée, la résistance aux chocs thermiques ou l'étanchéité. Les combinaisons de paramètres ayant été sélectionnées d'après le principe du plan d'expériences, l'influence de chaque paramètre est évaluée, ainsi que les interactions entre ces paramètres. L'optimisation des paramètres s'effectue ensuite en fonction de l'application visée.

## 4.2 Analyse de l'influence des paramètres laser

Les échantillons soudés sont caractérisés afin d'évaluer le succès du procédé de soudage, ainsi que la qualité de l'assemblage. Ces caractérisations sont essentielles à la réalisation du plan d'expériences, car elles permettent d'observer quantitativement les effets des différents paramètres.

L'évaluation de la résistance mécanique, l'analyse des contraintes résiduelles, la mesure du taux de transmission, l'observation de la tenue aux chocs thermiques et la validation de l'étanchéité sont les caractérisations qui attestent au mieux des avantages de la technique, et sont donc utilisées dans le cadre du plan d'expériences.

### 4.2.1 Présentation des résultats du plan d'expériences

Les résultats des plans d'expériences sont présentés sous la forme d'un tableau, dont les différentes sections sont présentées dans la figure 4.1.

Les premières lignes des tableaux contiennent les paramètres faisant l'objet du plan d'expériences, et rappellent les valeurs de ces paramètres sélectionnées, associées aux valeurs +1 et -1 du plan d'expériences.

Les deux premières colonnes contiennent le résultat de la caractérisation réalisée, ainsi que le numéro de l'échantillon à qui il correspond. Les autres colonnes servent à associer le résultat mesuré avec les valeurs +1 et -1 des paramètres pour lesquels ils ont été réalisés.

Les deux dernières lignes des tableaux sont spécifiques aux plans d'expériences. L'avant-dernière ligne recense la valeur moyenne de la grandeur pour les valeurs hautes et basses de chaque paramètre. C'est l'écart entre ces deux moyennes qui détermine si un paramètre influe ou non sur le résultat. La dernière ligne présente l'effet de chaque paramètre, calculé comme l'écart entre les moyennes des valeurs hautes et basses par rapport à la moyenne globale. Ainsi, un effet ayant une influence faible verra ses moyennes du niveau

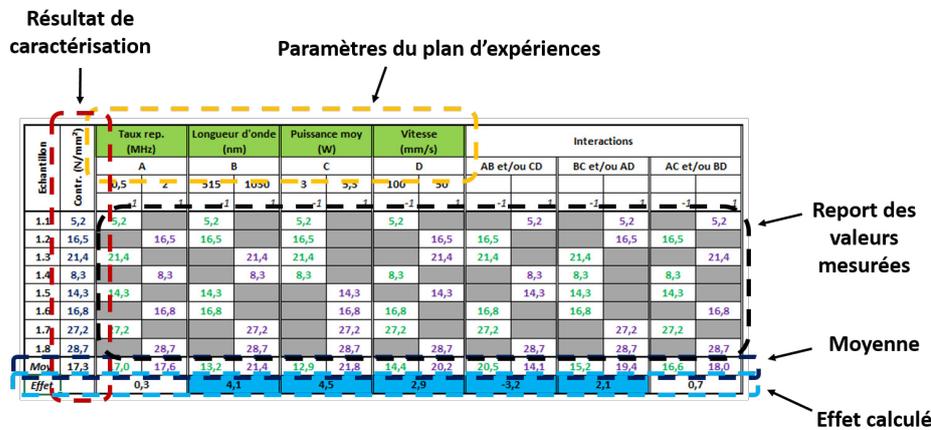


FIGURE 4.1: Description des différentes sections des tableaux présentant les résultats du plan d'expériences

haut et du niveau bas très proches, en comparaison à un paramètre ayant un effet fort. La valeur calculée de l'effet est relative, et doit impérativement être comparée aux valeurs des autres échantillons.

Les dernières colonnes permettent de détecter la présence d'interactions, en étudiant les effets croisés des différents paramètres. Ces plans d'expériences étant des plans à huit essais chacun, les effets des interactions sont aliés, ce qui signifie qu'un même colonne donne des informations sur deux interactions différentes et qu'il n'est pas possible de les séparer. Notre intérêt portant principalement sur les effets individuels des paramètres, cet alias sur les interactions ne sera pas néfaste. Dans le cas où il serait souhaitable que les effets des interactions soient séparément calculés, un plan d'expériences à seize essais, ou plus, devrait être réalisé.

#### 4.2.2 Résistance mécanique des assemblages

La résistance mécanique des assemblages a été caractérisée en mesurant la force de traction nécessaire à la rupture des échantillons, tel que décrit dans le chapitre précédent (section 3.5.1, page 78). Dans le cadre du plan d'expériences, cette force d'arrachement varie d'une valeur minimale d'environ 30 N à une valeur maximale d'environ 200 N. Compte tenu de la surface soudée effective connue, il est possible de calculer la contrainte pour laquelle les cordons de soudure ont été arrachés.

Les valeurs du diamètre des cordons de soudure et du pas de hachage utilisé lors de soudage sont recensées dans les tableaux 4.1 et 4.2 pour chaque combinaison de paramètres. Cela permet de calculer le ratio de recouvrement, ainsi que l'aire soudée effective nécessaire au calcul des contraintes de rupture, comme présenté dans la section 3.7.3 (page 93).

| N°  | Diamètre cordon | Pas de hachurage | Ratio | Aire soudée |
|-----|-----------------|------------------|-------|-------------|
| 1.1 | 7 $\mu m$       | 30 $\mu m$       | 0.23  | 5.8 $mm^2$  |
| 1.2 | 9 $\mu m$       | 30 $\mu m$       | 0.30  | 7.5 $mm^2$  |
| 1.3 | 7 $\mu m$       | 30 $\mu m$       | 0.23  | 5.8 $mm^2$  |
| 1.4 | 12 $\mu m$      | 30 $\mu m$       | 0.40  | 10 $mm^2$   |
| 1.5 | 15 $\mu m$      | 100 $\mu m$      | 0.15  | 3.8 $mm^2$  |
| 1.6 | 20 $\mu m$      | 100 $\mu m$      | 0.20  | 5.0 $mm^2$  |
| 1.7 | 15 $\mu m$      | 70 $\mu m$       | 0.21  | 5.4 $mm^2$  |
| 1.8 | 20 $\mu m$      | 100 $\mu m$      | 0.20  | 5.0 $mm^2$  |

TABLE 4.1: Diamètres des cordons mesurés et distance de hachurage pour chaque combinaison de paramètres laser : détermination de la surface soudée effective dans le cas du plan n°1

| N°  | Diamètre cordon | Pas de hachurage | Ratio | Aire soudée |
|-----|-----------------|------------------|-------|-------------|
| 2.1 | 7 $\mu m$       | 30 $\mu m$       | 0.23  | 5.8 $mm^2$  |
| 2.2 | 25 $\mu m$      | 80 $\mu m$       | 0.31  | 7.8 $mm^2$  |
| 2.3 | 10 $\mu m$      | 30 $\mu m$       | 0.30  | 7.5 $mm^2$  |
| 2.4 | 30 $\mu m$      | 100 $\mu m$      | 0.30  | 7.5 $mm^2$  |
| 2.5 | 8 $\mu m$       | 30 $\mu m$       | 0.27  | 6.7 $mm^2$  |
| 2.6 | 30 $\mu m$      | 130 $\mu m$      | 0.23  | 5.8 $mm^2$  |
| 2.7 | 10 $\mu m$      | 30 $\mu m$       | 0.30  | 7.5 $mm^2$  |
| 2.8 | 25 $\mu m$      | 80 $\mu m$       | 0.25  | 6.3 $mm^2$  |

TABLE 4.2: Détermination de la surface soudée effective pour chaque combinaison de paramètres laser dans le cas du plan n°2

Les détails des valeurs de la force d'arrachement et de la contrainte de rupture sont recensés en annexe. L'écart-type des valeurs mesurées pour chaque combinaison de paramètres y est également recensé.

Les tableaux 4.3 et 4.4 présentent la moyenne des contraintes de rupture pour chaque combinaison de paramètres des plans d'expériences n°1 et n°2 respectivement, tandis que les diagrammes d'effets présentés dans les figures 4.2 et 4.3 permettent de simplifier la lecture des tableaux et de déterminer les paramètres ayant le plus d'influence sur la contrainte de rupture.

Dans le cadre du plan d'expériences n°1, les paramètres ayant le plus d'influence sur la résistance mécanique apparaissent comme étant la longueur d'onde et la puissance moyenne. La vitesse de balayage du faisceau laser sur l'échantillon présente également une influence non négligeable.

L'influence de la puissance moyenne sur la résistance suit les tendances décrites dans la littérature : la contrainte de rupture augmente avec la puis-

| Échantillon | Contr. (N/mm <sup>2</sup> ) | Taux rep. (MHz) |      | Longueur d'onde (nm) |      | Puissance moy (W) |      | Vitesse (mm/s) |      | Interactions |      |             |      |             |      |
|-------------|-----------------------------|-----------------|------|----------------------|------|-------------------|------|----------------|------|--------------|------|-------------|------|-------------|------|
|             |                             | A               |      | B                    |      | C                 |      | D              |      | AB et/ou CD  |      | BC et/ou AD |      | AC et/ou BD |      |
|             |                             | 0,5             | 2    | 515                  | 1030 | 3                 | 5,3  | 100            | 50   |              |      |             |      |             |      |
|             |                             | -1              | 1    | -1                   | 1    | -1                | 1    | -1             | 1    | -1           | 1    | -1          | 1    | -1          | 1    |
| 1.1         | 5,2                         | 5,2             |      | 5,2                  |      | 5,2               |      | 5,2            |      | 5,2          |      | 5,2         |      | 5,2         |      |
| 1.2         | 16,5                        |                 | 16,5 | 16,5                 |      | 16,5              |      | 16,5           |      | 16,5         |      | 16,5        |      | 16,5        |      |
| 1.3         | 21,4                        | 21,4            |      |                      | 21,4 | 21,4              |      |                | 21,4 | 21,4         |      | 21,4        |      | 21,4        |      |
| 1.4         | 8,3                         |                 | 8,3  |                      | 8,3  | 8,3               |      | 8,3            |      | 8,3          | 8,3  |             | 8,3  |             |      |
| 1.5         | 14,3                        | 14,3            |      | 14,3                 |      |                   | 14,3 |                | 14,3 |              | 14,3 | 14,3        |      | 14,3        |      |
| 1.6         | 16,8                        |                 | 16,8 | 16,8                 |      |                   | 16,8 | 16,8           |      | 16,8         |      | 16,8        |      | 16,8        |      |
| 1.7         | 27,2                        | 27,2            |      |                      | 27,2 |                   | 27,2 | 27,2           |      | 27,2         |      |             | 27,2 | 27,2        |      |
| 1.8         | 28,7                        |                 | 28,7 |                      | 28,7 |                   | 28,7 | 28,7           |      | 28,7         |      |             | 28,7 | 28,7        |      |
| Moy.        | 17,3                        | 17,0            | 17,6 | 13,2                 | 21,4 | 12,9              | 21,8 | 14,4           | 20,2 | 20,5         | 14,1 | 15,2        | 19,4 | 16,6        | 18,0 |
| Effet       |                             | 0,3             |      | 4,1                  |      | 4,5               |      | 2,9            |      | -3,2         |      | 2,1         |      | 0,7         |      |

TABLE 4.3: Influence sur la résistance mécanique : mesure de la contrainte de rupture pour différentes combinaisons de la fréquence de répétition, de la longueur d'onde, de la puissance moyenne et de la vitesse (durée d'impulsion fixée à 300 fs et énergie par impulsion libre)

sance moyenne. Cela peut s'expliquer par le fait qu'une puissance moyenne plus grande permette de fondre un volume plus grand.

La longueur d'onde présente un effet très marqué sur les valeurs de la résistance à l'arrachement. L'utilisation d'une longueur d'onde de 1030 nm conduit à une résistance mécanique presque deux fois supérieure à celle d'une longueur d'onde de 515 nm. Bien qu'une longueur d'onde plus petite conduira naturellement à une focalisation plus forte et donc à des cordons plus petits, l'aire soudée pour chaque échantillon a été conservée constante. La résistance mécanique plus faible n'est donc pas liée à cela. Cependant si la surface est la même, la profondeur fondue au niveau du cordon sera sans doute moindre. L'utilisation d'une longueur d'onde de 1030 nm apparaît alors à privilégier lorsqu'une haute résistance mécanique est souhaitée. Cela pourrait aussi être dû à la réponse non-linéaire différente du matériau.

La vitesse de balayage influe sur le taux de recouvrement longitudinal des impulsions, et ainsi sur la quantité d'énergie déposée par zone irradiée du matériau et donc sur le volume fondu. L'implémentation d'une vitesse de balayage plus faible tendrait à améliorer la résistance mécanique des assemblages en fondant un volume plus grand.

Certaines interactions semblent également exister, probablement entre la puissance moyenne et la vitesse de balayage et entre la longueur d'onde et la puissance moyenne.

Dans le cadre du plan d'expériences n°2, le paramètre présentant la plus grande influence sur la résistance mécanique est la fréquence de répétition. La moyenne des valeurs de contraintes de rupture obtenues pour une fréquence de répétition de 2 MHz, de 24,8 N/mm<sup>2</sup>, est bien supérieure à celle obtenue pour une fréquence de répétition de 500 kHz, de 17,8 N/mm<sup>2</sup>. L'énergie

| Echantillon | Contr. (N/mm <sup>2</sup> ) | Taux rep. (MHz) |      | Durée d'imp. (ps) |      | Energie d'imp. (μJ) |      | Vitesse (mm/s) |      | Interactions |      |             |      |             |      |
|-------------|-----------------------------|-----------------|------|-------------------|------|---------------------|------|----------------|------|--------------|------|-------------|------|-------------|------|
|             |                             | A               |      | B                 |      | C                   |      | D              |      | AB et/ou CD  |      | BC et/ou AD |      | AC et/ou BD |      |
|             |                             | 0,5             | 2    | 0,3               | 1    | 6                   | 4    | 50             | 100  |              |      |             |      |             |      |
|             |                             | -1              | 1    | -1                | 1    | -1                  | 1    | -1             | 1    | -1           | 1    | -1          | 1    | -1          | 1    |
| 2.1         | 21,4                        | 21,4            |      | 21,4              |      | 21,4                |      | 21,4           |      |              | 21,4 |             | 21,4 |             | 21,4 |
| 2.2         | 25                          |                 | 25   | 25                |      | 25                  |      |                | 25   | 25           |      |             | 25   | 25          |      |
| 2.3         | 13,6                        | 13,6            |      |                   | 13,6 | 13,6                |      |                | 13,6 | 13,6         |      | 13,6        |      |             | 13,6 |
| 2.4         | 18,7                        |                 | 18,7 |                   | 18,7 | 18,7                |      | 18,7           |      |              | 18,7 | 18,7        |      |             | 18,7 |
| 2.5         | 11,9                        | 11,9            |      | 11,9              |      |                     | 11,9 | 11,9           | 11,9 | 11,9         | 11,9 | 11,9        | 11,9 | 11,9        | 11,9 |
| 2.6         | 31                          |                 | 31   | 31                |      |                     | 31   | 31             | 31   | 31           |      |             | 31   |             | 31   |
| 2.7         | 24,4                        | 24,4            |      |                   | 24,4 |                     | 24,4 | 24,4           |      | 24,4         |      |             |      | 24,4        | 24,4 |
| 2.8         | 24,3                        |                 | 24,3 |                   | 24,3 |                     | 24,3 |                | 24,3 |              | 24,3 |             | 24,3 |             | 24,3 |
| Moy.        | 21,3                        | 17,8            | 24,8 | 22,3              | 20,3 | 19,7                | 22,9 | 23,9           | 18,7 | 23,5         | 19,1 | 18,8        | 23,8 | 20,0        | 22,6 |
| Effet       |                             | 3,5             |      | -1,0              |      | 1,6                 |      | -2,6           |      | -2,2         |      | 2,5         |      | 1,3         |      |

TABLE 4.4: Influence sur la résistance mécanique : mesure de la contrainte de rupture pour différentes combinaison de la fréquence de répétition, de la durée d'impulsion, de l'énergie par impulsion et de la vitesse (longueur d'onde fixée à 1030 nm et puissance moyenne libre)

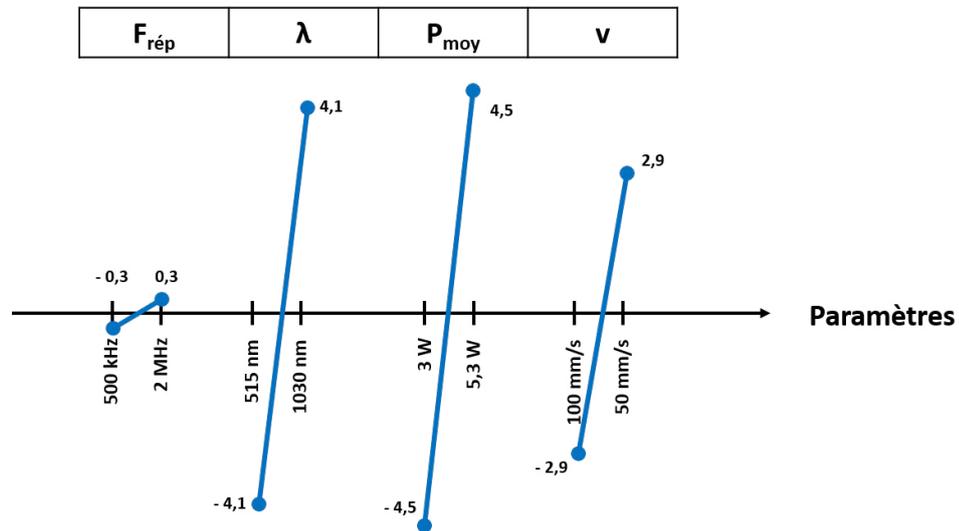


FIGURE 4.2: Diagramme des effets sur la contrainte de rupture (durée d'impulsion fixée à 300 fs et énergie par impulsion libre)

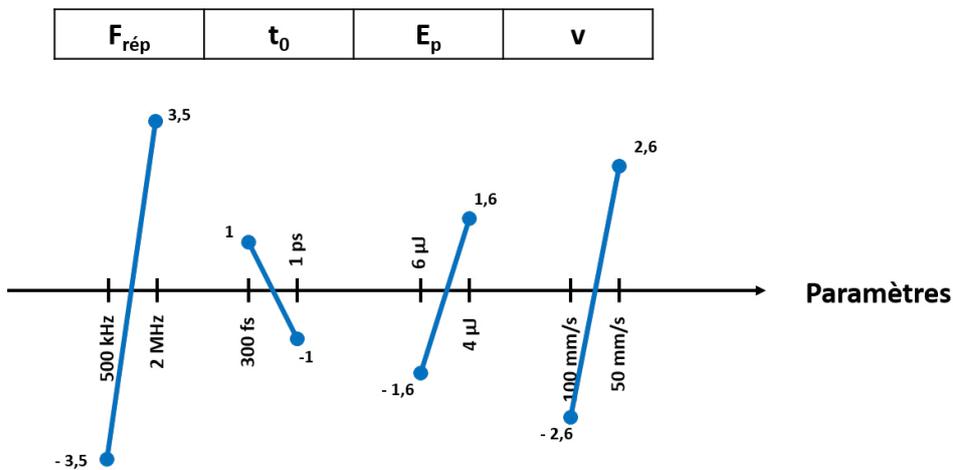


FIGURE 4.3: Diagramme des effets sur la contrainte de rupture (longueur d'onde fixée à 1030 nm et puissance moyenne libre)

par impulsion étant déterminée par la méthode du plan d'expériences, la puissance moyenne du faisceau laser est laissée libre. Elle découle de la valeur de la fréquence de répétition et de l'énergie par impulsion. L'implémentation d'une fréquence de répétition élevée de 2 MHz conduit alors à une puissance moyenne bien supérieure à celle obtenue pour une fréquence de répétition de 500 kHz. L'influence de la fréquence de répétition est ainsi en concordance avec l'effet de la puissance moyenne mesuré dans le plan d'expériences n°1.

L'effet de la vitesse de balayage est en accord avec celui observé lors du plan d'expériences n°1. L'utilisation d'une vitesse de balayage plus faible produit des échantillons présentant une résistance mécanique plus élevée.

Il est intéressant de noter que les moyennes des contraintes de rupture obtenues pour différentes durées d'impulsions (300 fs, 1 ps) sont très proches. L'interaction est liée à la contribution de l'absorption non-linéaire, mais n'est pas spécifique au régime femtoseconde.

### 4.2.3 Caractérisation des contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles présentes dans les cordons de soudure peuvent être calculées indirectement à partir du retard optique mesuré et de la profondeur des cordons, comme décrit dans le chapitre III (section 3.5.2, page 81). Cependant, l'erreur de mesure de la profondeur des cordons étant assez élevée, l'analyse du plan d'expériences a été réalisée en tenant compte de la valeur mesurée du retard optique.

Les tableaux 4.5 et 4.6 présentent les valeurs de retard optique entre les axes principaux de la biréfringence causée par les contraintes, mesurées pour chaque combinaison, respectivement pour les plans d'expériences 1 et

2, tandis que les figures 4.4 et 4.5 illustrent les diagrammes d'effets.

| Echantillon | Retard (nm) | Taux rep. (MHz) |      | Longueur d'onde (nm) |      | Puissance moy (W) |      | Vitesse (mm/s) |      | Interactions |      |             |      |             |      |
|-------------|-------------|-----------------|------|----------------------|------|-------------------|------|----------------|------|--------------|------|-------------|------|-------------|------|
|             |             | A               |      | B                    |      | C                 |      | D              |      | AB et/ou CD  |      | BC et/ou AD |      | AC et/ou BD |      |
|             |             | 0,5             | 2    | 515                  | 1030 | 3                 | 5,3  | 100            | 50   |              |      |             |      |             |      |
|             |             | -1              | 1    | -1                   | 1    | -1                | 1    | -1             | 1    | -1           | 1    | -1          | 1    | -1          | 1    |
| 1.1         | 51          | 51              |      | 51                   |      | 51                |      | 51             |      |              | 51   |             | 51   |             | 51   |
| 1.2         | 61          |                 | 61   | 61                   |      | 61                |      |                | 61   | 61           |      |             | 61   |             | 61   |
| 1.3         | 74          | 74              |      |                      | 74   | 74                |      |                | 74   | 74           |      |             | 74   |             | 74   |
| 1.4         | 41          |                 | 41   |                      | 41   | 41                |      | 41             |      |              | 41   | 41          |      | 41          |      |
| 1.5         | 105         | 105             |      | 105                  |      |                   | 105  | 105            | 105  | 105          | 105  |             | 105  |             | 105  |
| 1.6         | 72          |                 | 72   | 72                   |      |                   | 72   | 72             |      | 72           |      |             | 72   |             | 72   |
| 1.7         | 78          | 78              |      |                      | 78   |                   | 78   | 78             |      | 78           |      |             | 78   |             | 78   |
| 1.8         | 81          |                 | 81   |                      | 81   |                   | 81   |                | 81   |              | 81   |             | 81   |             | 81   |
| Moy.        | 70,4        | 77,0            | 63,8 | 72,3                 | 68,5 | 56,8              | 84,0 | 60,5           | 80,3 | 71,3         | 69,5 | 73,0        | 67,8 | 71,3        | 69,5 |
| Effet       |             | -6,6            |      | -1,9                 |      | 13,6              |      | 9,9            |      | -0,9         |      | -2,6        |      | -0,9        |      |

TABLE 4.5: Effets sur la biréfringence (contraintes) : mesure du retard optique pour différentes combinaisons de la fréquence de répétition, de la longueur d'onde, de la puissance moyenne et de la vitesse (durée d'impulsion fixée à 300 fs et énergie par impulsion libre)

| Echantillon | Retard (nm) | Taux rep. (MHz) |      | Durée d'imp. (ps) |      | Energie d'imp. (μJ) |      | Vitesse (mm/s) |      | Interactions |      |             |      |             |      |
|-------------|-------------|-----------------|------|-------------------|------|---------------------|------|----------------|------|--------------|------|-------------|------|-------------|------|
|             |             | A               |      | B                 |      | C                   |      | D              |      | AB et/ou CD  |      | BC et/ou AD |      | AC et/ou BD |      |
|             |             | 0,5             | 2    | 0,3               | 1    | 6                   | 4    | 50             | 100  |              |      |             |      |             |      |
|             |             | -1              | 1    | -1                | 1    | -1                  | 1    | -1             | 1    | -1           | 1    | -1          | 1    | -1          | 1    |
| 2.1         | 74          | 74              |      | 74                |      | 74                  |      | 74             |      |              | 74   |             | 74   |             | 74   |
| 2.2         | 68          |                 | 68   | 68                |      | 68                  |      |                | 68   | 68           |      |             | 68   |             | 68   |
| 2.3         | 63          | 63              |      |                   | 63   | 63                  |      |                | 63   | 63           |      |             | 63   |             | 63   |
| 2.4         | 76          |                 | 76   |                   | 76   | 76                  |      | 76             |      |              | 76   | 76          |      | 76          |      |
| 2.5         | 26          | 26              |      | 26                |      |                     | 26   | 26             |      | 26           |      |             | 26   |             | 26   |
| 2.6         | 85          |                 | 85   | 85                |      |                     | 85   | 85             |      | 85           |      |             | 85   |             | 85   |
| 2.7         | 31          | 31              |      |                   | 31   |                     | 31   | 31             |      | 31           |      |             | 31   |             | 31   |
| 2.8         | 49          |                 | 49   |                   | 49   |                     | 49   |                | 49   |              | 49   |             | 49   |             | 49   |
| Moy.        | 59,0        | 48,5            | 69,5 | 63,3              | 54,8 | 70,3                | 47,8 | 66,5           | 51,5 | 61,8         | 56,3 | 62,5        | 55,5 | 50,3        | 67,8 |
| Effet       |             | 10,5            |      | -4,3              |      | -11,3               |      | -7,5           |      | -2,8         |      | -3,5        |      | 8,8         |      |

TABLE 4.6: Effets sur la biréfringence (contraintes) : mesure du retard optique pour différentes combinaisons de la fréquence de répétition, de la durée d'impulsion, de l'énergie par impulsion et de la vitesse (longueur d'onde fixée à 1030 nm et puissance moyenne libre)

Dans le cadre du plan d'expériences n°1, la puissance moyenne est le paramètre présentant l'effet le plus important sur le retard optique induit. Une augmentation de 30 % du retard optique est observée lors du passage d'une puissance moyenne de 3 W à 5,3 W. L'influence de la vitesse de balayage peut aussi être observée, influant également sur la quantité totale d'énergie déposée. L'utilisation d'une vitesse de balayage en déposant plus d'énergie, conduit à une augmentation du retard optique induit par rapport à l'inscription de cordons à une vitesse de 100 mm/s.

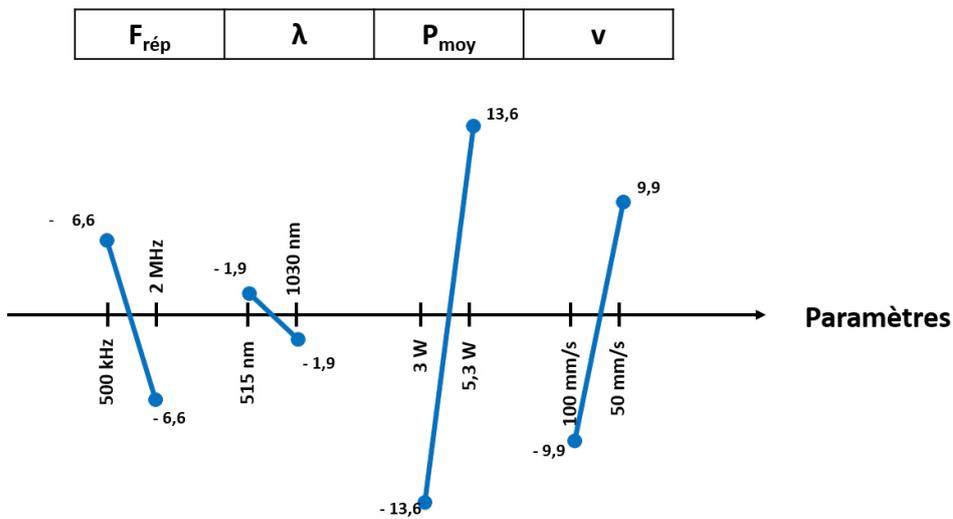


FIGURE 4.4: Diagramme des effets sur le retard optique (durée d'impulsion durée à 300 fs et énergie par impulsion libre)

Il est important de remarquer que dans cette situation, l'effet de la fréquence de répétition est opposé à celui que l'on pourrait imaginer. En effet, l'augmentation de la fréquence de répétition entraîne une diminution du retard optique induit. Cela est lié au fait que pour ce plan d'expériences, la puissance moyenne est fixée, laissant l'énergie libre. L'augmentation de la fréquence de répétition d'un facteur 4 se traduit alors par une réduction de l'énergie par impulsion d'un facteur 4. Bien que l'apport global de puissance moyenne soit identique, la différence d'énergie par impulsion, et ainsi de puissance crête, conduit à une réponse non-linéaire différente du matériau. L'effet de la fréquence de répétition est donc bien en accord avec le fait que la biréfringence augmente avec la quantité d'énergie déposée.

Au contraire, pour le plan d'expériences n°2, une augmentation de la fréquence de répétition entraîne une augmentation des contraintes résiduelles. Dans cette situation, l'énergie par impulsion étant fixée, l'augmentation de la fréquence de répétition conduit à une augmentation de la puissance moyenne. Les deux plans d'expériences sont donc bien cohérents.

L'énergie par impulsion est le paramètre ayant l'effet le plus important dans le cas du plan d'expériences n°2. L'utilisation d'une énergie par impulsion de 6  $\mu\text{J}$  conduit à une biréfringence bien plus importante qu'une énergie par impulsion plus faible de 4  $\mu\text{J}$ .

L'effet de la vitesse de balayage dans le cas du plan d'expériences n°2 est cohérent avec celui observé pour le plan d'expériences n°1.

En comparaison aux effets des autres paramètres, l'effet de la longueur d'onde est plus faible sur le retard optique induit. Il est intéressant de noter que l'utilisation d'une longueur d'onde de 515 nm produit une biréfringence

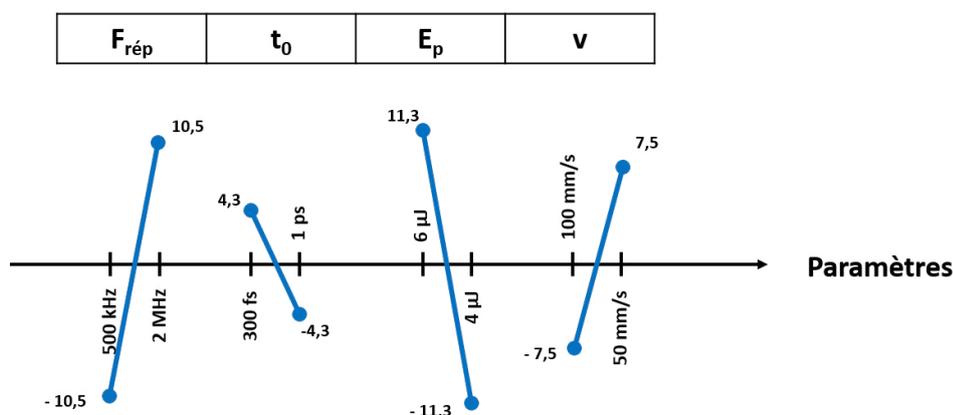


FIGURE 4.5: Diagramme des effets sur le retard optique (longueur d'onde fixée à 1030 nm et puissance moyenne libre)

plus grande que la longueur d'onde de 1030 nm, et que la biréfringence est plus faible pour une durée d'impulsion de 1 ps que pour une durée d'impulsion de 300 fs. Toutefois, ces observations sont à nuancer car la distance entre les cordons joue un rôle très important sur la valeur mesurée du retard optique.

De façon générale, on voit qu'une augmentation d'énergie déposée (faible vitesse, haute énergie, haute puissance), si elle conduit à une plus grande résistance, conduit également à plus de contraintes.

#### 4.2.4 Évaluation de la transparence des assemblages

Afin d'évaluer l'impact du procédé de soudage sur la transparence du verre, la variation du taux d'absorption a été mesurée pour chaque échantillon.

Les échantillons réalisés dans le cadre du plan d'expériences présentent des taux d'absorption allant d'une valeur minimale d'environ 2 % jusqu'à une valeur maximale d'environ 30 %. Cela démontre qu'il est effectivement possible d'ajuster et de réduire la valeur du taux d'absorption de la zone soudée par la maîtrise des paramètres laser, et ainsi d'augmenter la transmission de la zone soudée.

Les tableaux 4.7 et 4.8 présentent les valeurs du taux d'absorption mesurées pour chaque combinaison de paramètres respectivement pour les plans d'expériences n°1 et n°2, et les figures 4.6 et 4.7 présentent les diagrammes d'effets associés.

Pour les deux plans d'expériences, la fréquence de répétition est le paramètre qui présente l'effet le plus important. En effet, les échantillons réalisés avec une fréquence de répétition de 2 MHz présentent un taux d'absorption moyen bien plus élevé que ceux réalisés avec une fréquence de répétition de

500 kHz.

| Echantillon | Absorption (%) | Taux rep. (MHz) |      | Longueur d'onde (nm) |      | Puissance moy (W) |      | Vitesse (mm/s) |      | Interactions |      |             |      |             |      |
|-------------|----------------|-----------------|------|----------------------|------|-------------------|------|----------------|------|--------------|------|-------------|------|-------------|------|
|             |                | A               |      | B                    |      | C                 |      | D              |      | AB et/ou CD  |      | BC et/ou AD |      | AC et/ou BD |      |
|             |                | 0,5             | 2    | 515                  | 1030 | 3                 | 5,3  | 100            | 50   |              |      |             |      |             |      |
|             |                | -1              | 1    | -1                   | 1    | -1                | 1    | -1             | 1    | -1           | 1    | -1          | 1    | -1          | 1    |
| 1.1         | 5,9            | 5,9             |      | 5,9                  |      | 5,9               |      | 5,9            |      |              | 5,9  |             | 5,9  |             | 5,9  |
| 1.2         | 9,8            |                 | 9,8  |                      | 9,8  |                   | 9,8  |                | 9,8  | 9,8          |      |             | 9,8  | 9,8         |      |
| 1.3         | 3,5            | 3,5             |      |                      | 3,5  | 3,5               |      |                | 3,5  | 3,5          |      | 3,5         |      |             | 3,5  |
| 1.4         | 17,8           |                 | 17,8 |                      | 17,8 | 17,8              |      | 17,8           |      |              | 17,8 | 17,8        |      | 17,8        |      |
| 1.5         | 5,5            | 5,5             |      | 5,5                  |      |                   | 5,5  | 5,5            |      | 5,5          | 5,5  |             | 5,5  |             | 5,5  |
| 1.6         | 13,6           |                 | 13,6 | 13,6                 |      |                   | 13,6 | 13,6           |      | 13,6         |      | 13,6        |      |             | 13,6 |
| 1.7         | 8,7            | 8,7             |      |                      | 8,7  |                   | 8,7  | 8,7            |      | 8,7          |      |             | 8,7  | 8,7         |      |
| 1.8         | 18,7           |                 | 18,7 |                      | 18,7 |                   | 18,7 |                | 18,7 |              | 18,7 |             | 18,7 |             | 18,7 |
| Moy.        | 10,4           | 5,9             | 15,0 | 8,7                  | 12,2 | 9,3               | 11,6 | 11,5           | 9,4  | 8,9          | 12,0 | 10,1        | 10,8 | 10,5        | 10,4 |
| Effet       |                | 4,5             |      | 1,7                  |      | 1,2               |      | -1,1           |      | 1,5          |      | 0,3         |      | 0,0         |      |

TABLE 4.7: Effets sur la transparence : mesure du taux d'absorption pour différentes combinaison de la fréquence de répétition, de la longueur d'onde, de la puissance moyenne et de la vitesse (durée d'impulsion fixée à 300 fs et énergie par impulsion libre)

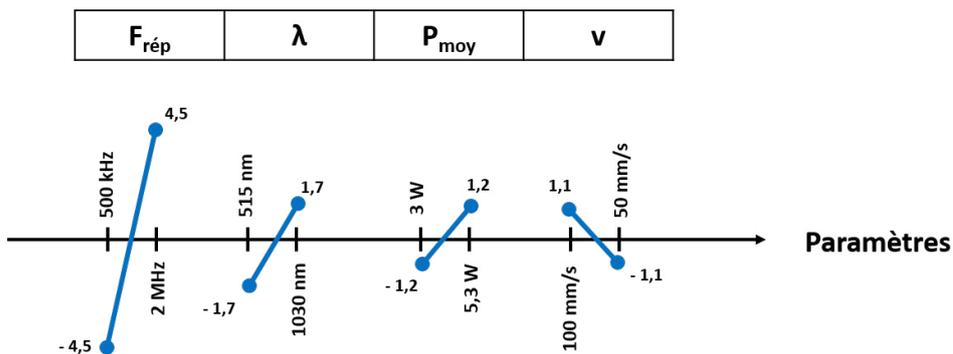


FIGURE 4.6: Diagramme des effets sur le taux d'absorption (durée d'impulsion durée à 300 fs et énergie par impulsion libre)

Dans le cadre du plan d'expériences n°1, les paramètres autres que la fréquence de répétition semblent présenter des effets moindres. Il est toutefois possible de remarquer certaines tendances : les échantillons réalisés en utilisant une longueur d'onde de 1030 nm présentent un taux d'absorption plus élevé que ceux réalisés à l'aide d'une longueur d'onde de 515 nm, de même que ceux réalisés avec une puissance moyenne plus élevée. Il est intéressant de noter que les échantillons réalisés à l'aide d'une longueur d'onde de 515 nm, bien que présentant un taux d'absorption plus faible, présente une légère coloration brun-jaune, tandis que ceux réalisés à 1030 nm sont incolores.

| Echantillon | Absorption (%) | Taux rep. (MHz) |      | Durée d'imp. (ps) |      | Energie d'imp. ( $\mu$ ) |      | Vitesse (mm/s) |      | Interactions |      |             |      |             |      |
|-------------|----------------|-----------------|------|-------------------|------|--------------------------|------|----------------|------|--------------|------|-------------|------|-------------|------|
|             |                | A               |      | B                 |      | C                        |      | D              |      | AB et/ou CD  |      | BC et/ou AD |      | AC et/ou BD |      |
|             |                | 0,5             | 2    | 0,3               | 1    | 6                        | 4    | 50             | 100  |              |      |             |      |             |      |
|             |                | -1              | 1    | -1                | 1    | -1                       | 1    | -1             | 1    | -1           | 1    | -1          | 1    | -1          | 1    |
| 2.1         | 2,7            | 2,7             |      | 2,7               |      | 2,7                      |      | 2,7            |      |              | 2,7  |             | 2,7  |             | 2,7  |
| 2.2         | 25,7           |                 | 25,7 | 25,7              |      | 25,7                     |      | 25,7           | 25,7 |              |      | 25,7        | 25,7 |             | 25,7 |
| 2.3         | 3,9            | 3,9             |      |                   | 3,9  |                          | 3,9  |                | 3,9  |              |      | 3,9         |      |             | 3,9  |
| 2.4         | 31             |                 |      | 31                |      | 31                       |      | 31             |      |              | 31   | 31          |      |             | 31   |
| 2.5         | 2,7            | 2,7             |      | 2,7               |      |                          | 2,7  |                | 2,7  |              | 2,7  | 2,7         |      |             | 2,7  |
| 2.6         | 18,3           |                 | 18,3 | 18,3              |      |                          | 18,3 | 18,3           |      | 18,3         |      | 18,3        |      |             | 18,3 |
| 2.7         | 10,7           | 10,7            |      |                   | 10,7 |                          | 10,7 | 10,7           |      | 10,7         |      |             | 10,7 | 10,7        |      |
| 2.8         | 30,2           |                 | 30,2 |                   | 30,2 |                          | 30,2 |                | 30,2 |              |      | 30,2        |      |             | 30,2 |
| Moy.        | 15,7           | 5,0             | 26,3 | 12,4              | 19,0 | 15,8                     | 15,5 | 15,7           | 15,6 | 14,7         | 16,7 | 14,0        | 17,3 | 17,5        | 13,8 |
| Effet       |                | 10,7            |      | 3,3               |      | -0,2                     |      | 0,0            |      | 1,0          |      | 1,7         |      | -1,9        |      |

TABLE 4.8: Effets sur la transparence : mesure du taux d'absorption pour différentes combinaisons de la fréquence de répétition, de la durée d'impulsion, de l'énergie par impulsion et de la vitesse (longueur d'onde fixée à 1030 nm et puissance moyenne libre)

L'effet de la vitesse de balayage semble être non intuitif. Le taux d'absorption moyen mesuré pour une vitesse de balayage de 50 mm/s est inférieur à celui mesuré pour une vitesse de balayage de 100 mm/s. La vitesse de balayage ayant un lien direct avec la quantité d'énergie déposée, il aurait été plus intuitif de supposer qu'une vitesse de balayage plus faible induirait davantage de modifications dans la matière et ainsi un taux d'absorption plus élevé.

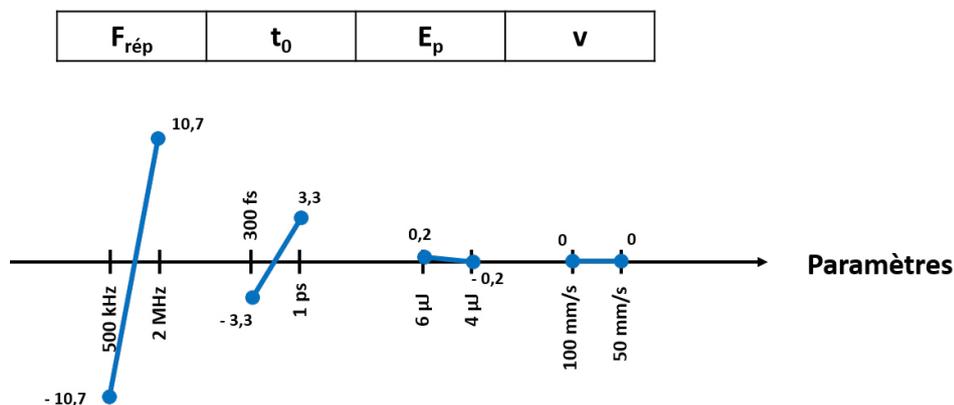


FIGURE 4.7: Diagramme des effets sur le taux d'absorption (longueur d'onde fixée à 1030 nm et puissance moyenne libre)

Dans le cadre du plan d'expériences n°2, l'effet mesuré de la fréquence de répétition est similaire au plan d'expériences n°1. La durée d'impulsion semble jouer un rôle. Les échantillons réalisés en utilisant une durée d'impulsion de 1 ps présentent un taux d'absorption plus élevé que ceux réalisés

à l'aide d'une durée d'impulsion de 300 fs, cela est probablement dû à des puissances crêtes moindres.

#### 4.2.5 Résistance aux chocs thermiques

La capacité des assemblages à résister aux chocs thermiques a été évaluée en faisant subir des chocs thermiques successifs aux échantillons jusqu'à atteindre la rupture des cordons. Les chocs thermiques successifs dont la mise en œuvre a été expliquée au chapitre III (section 3.5.3, page 84), ont été réalisés pour des températures maximales atteignant 100 °C, 200 °C, 300 °C et 400 °C.

Une note sur 20 a été donnée à chaque échantillon, en fonction de l'écart de température pour lequel il s'est brisé. Par exemple, un échantillon qui se briserait lors d'un choc de 100 °C à 25 °C se verrait attribuer la note de 0, tandis qu'un échantillon qui supporterait un choc de 200 °C à 25 °C et qui se briserait pour un choc de 300 °C à 25 °C se verrait attribuer la note de 10. La correspondance entre les notes attribuées et la température maximale atteinte avant la rupture est donnée dans le tableau 4.9.

|                  |     |     |     |     |       |
|------------------|-----|-----|-----|-----|-------|
| Température (°C) | 100 | 200 | 300 | 400 | > 400 |
| Note (/20)       | 0   | 5   | 10  | 15  | 20    |

TABLE 4.9: Correspondance entre les notes attribuées et la valeur maximale atteinte avant la rupture

Tous les échantillons réalisés dans le cadre du plan d'expériences ont résisté à un choc thermique d'environ 75 °C, obtenu en plongeant les échantillons dans de l'eau à 25 °C à partir d'une température de 100 °C en sortie de four.

Les tableaux 4.10 et 4.11 recensent les effets des différentes combinaisons de paramètres sur la résistance thermique, et les figures 4.8 et 4.9 présentent les diagrammes d'effets associés. Compte-tenu de la nature discrète de l'évaluation, il est moins aisé de faire des conclusions sur l'absence d'effet visible.

Selon les deux diagrammes d'effets, la fréquence de répétition aurait un léger effet sur la résistance thermique. L'utilisation d'une fréquence de répétition élevée, de 2 MHz, tendrait à améliorer la résistance thermique. De même, l'utilisation d'une vitesse de balayage plus faible permettrait d'améliorer la résistance mécanique. L'énergie par impulsion semble avoir un effet important dans le plan d'expériences n°2. L'utilisation d'une énergie par impulsion élevée serait à privilégier dans le but d'améliorer la résistance aux chocs thermiques.

Les échantillons réalisés avec une longueur d'onde de 1030 nm présentent de légèrement meilleurs résultats que ceux réalisés avec une longueur d'onde de 515 nm et l'utilisation d'une durée d'impulsion de 1 ps semble produire une

| Echantillon | Note (/20) | Taux rep. (MHz) |      | Longueur d'onde (nm) |      | Puissance moy (W) |      | Vitesse (mm/s) |      | Interactions |     |             |      |             |      |
|-------------|------------|-----------------|------|----------------------|------|-------------------|------|----------------|------|--------------|-----|-------------|------|-------------|------|
|             |            | A               |      | B                    |      | C                 |      | D              |      | AB et/ou CD  |     | BC et/ou AD |      | AC et/ou BD |      |
|             |            | 0,5             | 2    | 515                  | 1030 | 3                 | 5,3  | 100            | 50   |              |     |             |      |             |      |
|             |            | -1              | 1    | -1                   | 1    | -1                | 1    | -1             | 1    | -1           | 1   | -1          | 1    | -1          | 1    |
| 1.1         | 5          | 5               |      | 5                    |      | 5                 |      | 5              |      |              | 5   |             | 5    |             | 5    |
| 1.2         | 20         |                 | 20   |                      | 20   |                   |      | 20             |      | 20           |     |             | 20   |             | 20   |
| 1.3         | 15         | 15              |      |                      | 15   |                   |      |                | 15   | 15           |     | 15          |      |             | 15   |
| 1.4         | 5          |                 | 5    |                      |      | 5                 |      | 5              |      |              | 5   | 5           |      |             | 5    |
| 1.5         | 5          | 5               |      |                      | 5    |                   |      | 5              | 5    |              | 5   | 5           |      |             | 5    |
| 1.6         | 10         |                 | 10   |                      | 10   |                   |      | 10             | 10   |              | 10  | 10          |      |             | 10   |
| 1.7         | 15         | 15              |      |                      |      | 15                |      | 15             | 15   |              |     |             | 15   | 15          |      |
| 1.8         | 15         |                 | 15   |                      |      | 15                |      |                | 15   | 15           |     |             | 15   | 15          |      |
| Moy.        | 11,3       | 10,0            | 12,5 | 10,0                 | 12,5 | 11,3              | 11,3 | 8,8            | 13,8 | 15,0         | 7,5 | 8,8         | 13,8 | 11,3        | 11,3 |
| Effet       |            | 1,3             |      | 1,3                  |      | 0,0               |      | 2,5            |      | -3,8         |     | 2,5         |      | 0,0         |      |

TABLE 4.10: Effets sur la résistance thermique : chocs thermiques successifs pour différentes combinaisons de la fréquence de répétition, de la longueur d'onde, de la puissance moyenne et de la vitesse (durée d'impulsion fixée à 300 fs et énergie par impulsion libre)

| Echantillon | Note (/20) | Taux rep. (MHz) |      | Durée d'imp. (ps) |      | Energie d'imp. ( $\mu$ ) |      | Vitesse (mm/s) |      | Interactions |      |             |      |             |      |
|-------------|------------|-----------------|------|-------------------|------|--------------------------|------|----------------|------|--------------|------|-------------|------|-------------|------|
|             |            | A               |      | B                 |      | C                        |      | D              |      | AB et/ou CD  |      | BC et/ou AD |      | AC et/ou BD |      |
|             |            | 0,5             | 2    | 0,3               | 1    | 6                        | 4    | 50             | 100  |              |      |             |      |             |      |
|             |            | -1              | 1    | -1                | 1    | -1                       | 1    | -1             | 1    | -1           | 1    | -1          | 1    | -1          | 1    |
| 2.1         | 15         | 15              |      | 15                |      | 15                       |      | 15             |      |              | 15   |             | 15   |             | 15   |
| 2.2         | 20         |                 | 20   |                   | 20   |                          |      | 20             | 20   |              |      | 20          |      | 20          | 20   |
| 2.3         | 20         | 20              |      |                   | 20   |                          |      |                | 20   | 20           |      | 20          |      |             | 20   |
| 2.4         | 20         |                 | 20   |                   | 20   |                          |      | 20             |      |              | 20   | 20          |      |             | 20   |
| 2.5         | 5          | 5               |      |                   | 5    |                          |      | 5              | 5    |              | 5    | 5           |      |             | 5    |
| 2.6         | 15         |                 | 15   |                   | 15   |                          |      | 15             | 15   |              | 15   | 15          |      |             | 15   |
| 2.7         | 15         | 15              |      |                   |      | 15                       |      | 15             | 15   |              |      |             | 15   | 15          |      |
| 2.8         | 10         |                 | 10   |                   | 10   |                          |      |                | 10   | 10           |      |             | 10   | 10          |      |
| Moy.        | 15,0       | 13,8            | 16,3 | 13,8              | 16,3 | 18,8                     | 11,3 | 16,3           | 13,8 | 17,5         | 12,5 | 15,0        | 15,0 | 15,0        | 15,0 |
| Effet       |            | 1,3             |      | 1,3               |      | -3,8                     |      | -1,3           |      | -2,5         |      | 0,0         |      | 0,0         |      |

TABLE 4.11: Effets sur la résistance thermique : chocs thermiques successifs pour différentes combinaisons de la fréquence de répétition, de la durée d'impulsion, de l'énergie par impulsion et de la vitesse (longueur d'onde fixée à 1030 nm et puissance moyenne libre)

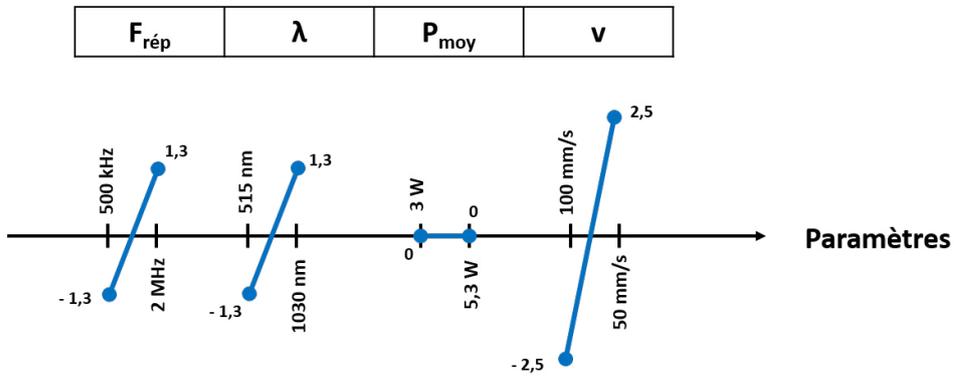


FIGURE 4.8: Diagramme des effets sur la résistance aux chocs thermiques (durée d'impulsion fixée à 300 fs et énergie par impulsion libre)

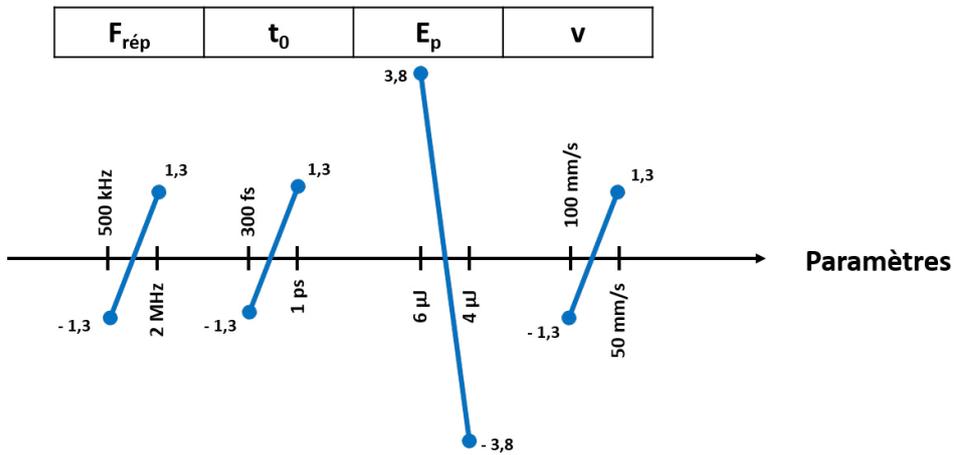


FIGURE 4.9: Diagramme des effets sur la résistance aux chocs thermiques (longueur d'onde fixée à 1030 nm et puissance moyenne libre)

résistance thermique supérieure à celle obtenue pour une durée d'impulsion de 300 fs.

Il est toutefois important de noter que les effets calculés ne tiennent pas compte du ratio d'aire soudé, calculé au début du chapitre. Ainsi une surface soudée plus petite pourrait réduire la résistance thermique, ou au contraire, un recouvrement plus élevé des cordons pourrait induire davantage de contraintes résiduelles et réduire la résistance thermique.

De manière générale, aucun paramètre n'est apparu comme déterminant pour renforcer la résistance thermique.

#### 4.2.6 Étanchéité

Toutes les combinaisons de paramètres ont permis d'obtenir un assemblage étanche, à condition que la géométrie de soudure soit fermée.

Les figures 4.10 et 4.11 illustrent ce constat. Les deux échantillons ont été réalisés en inscrivant une géométrie de cercles concentriques, formant une barrière. On observe que pour l'échantillon pour lequel la barrière est fermée, le liquide de ressuage ne franchit pas la limite externe de la zone de soudage. En revanche, pour le deuxième échantillon, les cordons de soudure ne sont pas fermés, et cet espace permet au liquide de ressuage de pénétrer entre les cordons.

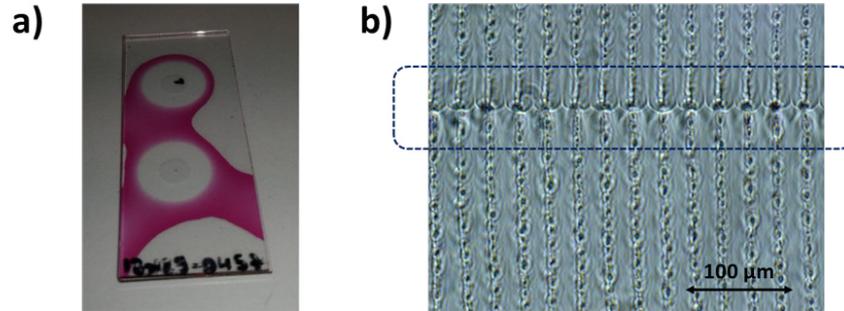


FIGURE 4.10: Exemple d'un échantillon étanche, a) visible par la nette démarcation du liquide de ressuage autour de la zone soudée, b) et correspondant à une géométrie de soudure fermée.

Suite aux différents essais réalisés, il apparaît alors que la capacité d'un assemblage à être étanche ne dépend pas des paramètres lasers, du moment qu'ils permettent de souder. L'étanchéité à des gaz n'a pas été évaluée.

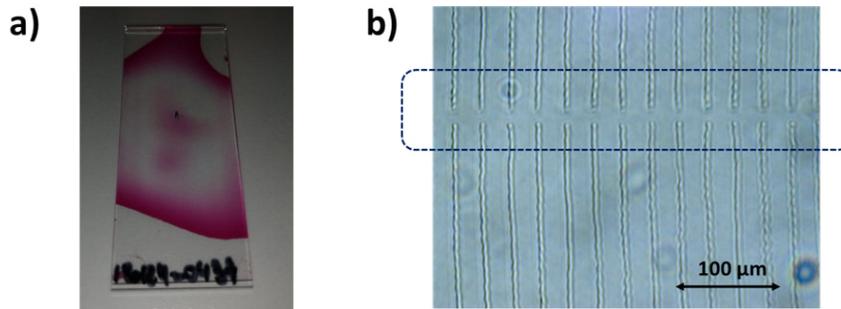


FIGURE 4.11: Exemple d'un échantillon non étanche, a) visible par la diffusion du liquide entre les cordons de soudure, b) et correspondant à une géométrie de soudure ouverte.

### 4.3 Analyses complémentaires

Le plan d'expériences a permis de déterminer l'influence des paramètres laser sur les propriétés mesurées des assemblages, ainsi que la présence d'interaction entre certains des paramètres.

Cependant, la mesure de l'aire soudée effective pour chaque échantillon a démontré la présence d'une certaine variabilité. Une étude a alors été réalisée afin d'étudier l'impact que pourrait avoir cette variabilité de ratio d'aire soudée sur les résultats du plan d'expériences.

Des analyses complémentaires ont également été réalisées sur la base de l'observation des échantillons par microscopie optique et par photoélasticimétrie.

#### 4.3.1 Discussion des résultats : validation des conclusions tirées du plan d'expériences

Une étude de l'influence du ratio d'aire soudée sur les propriétés des assemblages a été réalisée afin d'observer l'erreur qui pourrait être induite par la variabilité de l'aire soudée sur les résultats du plan d'expériences, dans le but de pouvoir alors ajuster les effets calculés de chaque paramètres.

##### 4.3.1.1 Conservation du ratio d'aire soudée

Les valeurs du diamètre du cordon, mesuré par microscopie optique, et de l'aire effective calculée à partir du pas de hachurage ont été recensées dans les tableaux 4.1 et 4.2 de la partie précédente. Il apparaît que le rapport entre le diamètre du cordon et la distance de hachurage n'est pas tout à fait constant d'une combinaison de paramètres à l'autre. Le diamètre des cordons variant en fonction des paramètres, le pas de hachurage a été adapté

qualitativement, au cours de la réalisation des échantillons, dans le but de conserver un ratio constant. Cependant, la mesure du diamètre apparent d'un cordon de soudure, par microscopie optique, est entachée d'une incertitude, compte tenu des difficultés de mise au point liées à la profondeur du cordon, sa forme et son éventuelle inhomogénéité.

Or les performances mécaniques, contraintes de rupture par exemple, varient en fonction du volume et de la surface de matière fondue. Une étude de l'influence du pas de hachurage sur les différentes caractéristiques des assemblages est alors souhaitable pour permettre de statuer sur les premières observations tirées du plan d'expériences.

#### 4.3.1.2 Influence des paramètres du hachurage

L'influence du pas de hachurage peut être observée sur deux combinaisons de paramètres distinctes, présentées dans le tableau 4.12, qui ont été réalisées hors du plan d'expériences. Rappelons que pour chaque combinaison, plusieurs (5) échantillons ont été réalisés.

| N° | $t_0$<br>[fs] | $\lambda$<br>[nm] | $F_R$<br>[kHz] | $P_m$<br>[W] | $V$<br>[mm/s] | $E_P$<br>[μJ] |
|----|---------------|-------------------|----------------|--------------|---------------|---------------|
| A  | 300           | 1030              | 500            | 2.5          | 100           | 5             |
| B  | 300           | 1030              | 2000           | 5            | 100           | 2.5           |

TABLE 4.12: Combinaisons de paramètres utilisées pour l'étude de l'influence du pas de hachurage sur les performances des assemblages

L'observation des cordons de soudure par microscopie optique, présentée dans la figure 4.12, permet de déterminer le diamètre des cordons, et ainsi de calculer le ratio d'aire soudée.

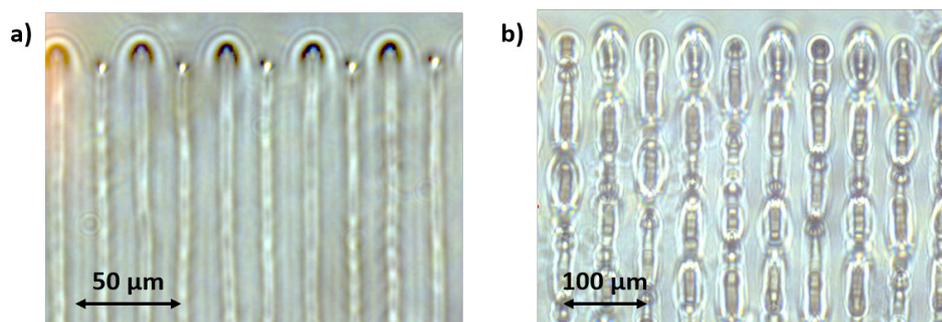


FIGURE 4.12: Observation au microscope optique des cordons de soudure réalisés pour l'étude de l'influence du pas de hachurage : a) pour les paramètres de la combinaison A3, b) pour les paramètres de la combinaison B3.

Les cordons de soudure réalisés en utilisant les paramètres de la combinaison A présentent un aspect homogène, et un diamètre moyen de  $7,5 \mu\text{m}$ , tandis que ceux réalisés pour la combinaison B présentent des inhomogénéités et un diamètre moyen de  $25 \mu\text{m}$ .

Les valeurs de hachurage implémentées pour les différents échantillons des deux combinaisons A et B sont présentées dans les tableaux 4.13 et 4.14 respectivement, de même que le ratio et l'aire soudée effective calculés.

| N°  | Diamètre<br>[ $\mu\text{m}$ ] | Hachurage<br>[ $\mu\text{m}$ ] | Ratio<br>- | Aire soudée<br>$\text{mm}^2$ |
|-----|-------------------------------|--------------------------------|------------|------------------------------|
| A.1 | 7,5                           | 5                              | 1,5        | 25                           |
| A.2 | 7,5                           | 10                             | 0,75       | 18,8                         |
| A.3 | 7,5                           | 20                             | 0,38       | 9,4                          |
| A.4 | 7,5                           | 50                             | 0,15       | 3,8                          |
| A.5 | 7,5                           | 100                            | 0,08       | 1,9                          |

TABLE 4.13: Différents pas de hachurage implémentés pour la combinaison A, et les valeurs de ratio et aires soudées correspondants.

| N°  | Diamètre<br>[ $\mu\text{m}$ ] | Hachurage<br>[ $\mu\text{m}$ ] | Ratio<br>- | Aire soudée<br>$\text{mm}^2$ |
|-----|-------------------------------|--------------------------------|------------|------------------------------|
| B.1 | 15                            | 12                             | 1,25       | 25                           |
| B.2 | 15                            | 25                             | 0,60       | 15,0                         |
| B.3 | 15                            | 50                             | 0,30       | 7,5                          |
| B.4 | 15                            | 125                            | 0,12       | 3,0                          |
| B.5 | 15                            | 250                            | 0,06       | 1,5                          |

TABLE 4.14: Différents pas de hachurage implémentés pour la combinaison B, et les valeurs de ratio et aires soudées correspondants.

La force nécessaire à l'arrachement a été mesurée pour chaque valeur de hachurage, permettant de calculer la contrainte de rupture correspondante. Les courbes des valeurs de la force nécessaire à la rupture, et de la contrainte d'arrachement en fonction du ratio  $\alpha$  sont présentées dans la figure 4.13.

Ces courbes attestent clairement la présence d'une influence du ratio sur la résistance mécanique des assemblages. L'augmentation du ratio  $\alpha$  d'aire soudée entraîne une augmentation de la force nécessaire à la rupture, ce qui est cohérent avec l'augmentation de la surface soudée. Cette augmentation est de type asymptotique. Notons qu'un ratio  $\alpha$  supérieur à 1 correspond à la situation pour laquelle le diamètre des cordons est supérieur au pas de hachurage, induisant un recouvrement transverse des cordons de soudure et une surface effective égale à la surface totale. Il apparaît cependant que la contrainte mécanique à l'arrachement diminue lorsque le ratio  $\alpha$  augmente. Cela est dû au fait que l'augmentation de la surface soudée (linéaire) se fait

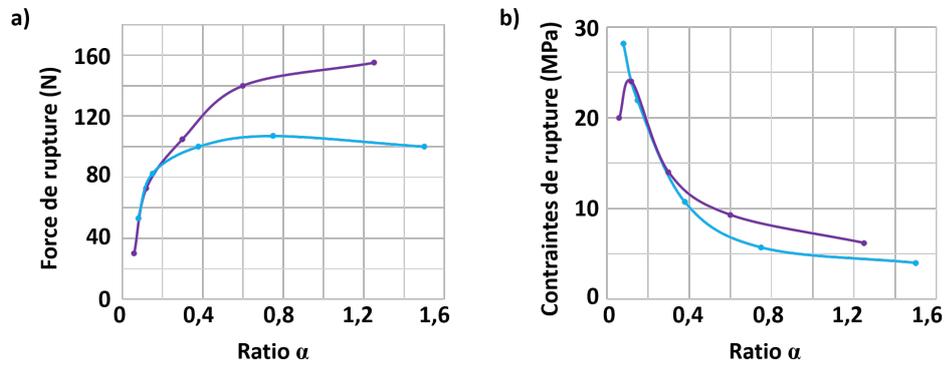


FIGURE 4.13: Influence du ratio d'aire soudée, en bleu pour la configuration A, en violet pour la configuration B, sur la résistance mécanique : a) Courbe de la force nécessaire à l'arrachement en fonction du ratio, b) Courbe de la contrainte de rupture en fonction du ratio.

plus rapidement que celle de la force de rupture (asymptotique). Pour une application donnée, un compromis devra donc être trouvé.

Le taux d'absorption a également été mesuré en fonction du ratio d'aire soudée, de même que la valeur du retard optique induit par biréfringence, dont les résultats sont présentés dans la figure 4.14.

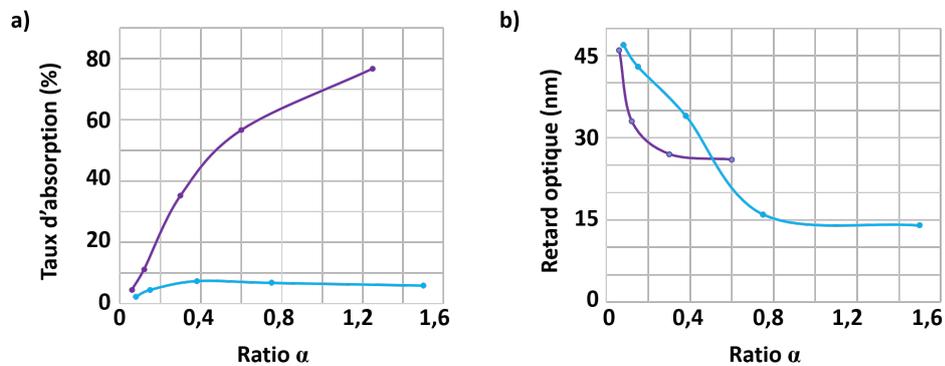


FIGURE 4.14: Influence du ratio d'aire soudée, en bleu pour la configuration A, en violet pour la configuration B sur : a) le taux d'absorption de la zone soudée, b) le retard optique induit par biréfringence.

Comme dans le cas de la résistance mécanique, ces courbes démontrent la présence d'une influence du ratio sur les performances de l'assemblage. Le taux d'absorption augmente avec le ratio pour la configuration de cordons inhomogènes, ce qui est cohérent avec l'augmentation de l'aire modifiée. Dans

le cas des cordons homogènes, le taux d'absorption tend à saturer vers une valeur d'environ 5 %. Le retard optique mesuré diminue lorsque le ratio d'aire soudée augmente. Cependant, il est intéressant de noter que pour des cordons inhomogènes, il n'a pas été possible de mesurer le retard induit pour le ratio de l'ordre de 1,2.

Pour un ratio compris entre 0,2 et 0,4, correspondant au ratio utilisé dans le cadre du plan d'expériences, la pente des courbes est en général la plus importante. La prise en compte de cette relation entre le ratio et les propriétés mesurées pourrait permettre d'ajuster les résultats du plan d'expériences.

#### 4.3.1.3 Ajustement des valeurs du plan d'expériences

Les valeurs du ratio implémentées dans le cadre du plan d'expériences se situent entre 0,2 et 0,4. Compte tenu des relations entre le ratio et les propriétés déterminées précédemment, il pourrait être possible d'ajuster chaque valeur mesurée dans le cadre du plan d'expériences, dans le but de déterminer la valeur qu'elle aurait pu atteindre si son ratio avait été égal au ratio visé.

Par exemple, pour un ratio de 0,25 dans le plan d'expériences, il est possible d'en déduire la valeur de la résistance mécanique qu'il aurait pu atteindre pour un ratio de 0,30, en tenant compte relation entre le ratio et la résistance mécanique déterminée précédemment. La prise en compte de cet ajustement sur toutes les combinaisons de paramètres du plan d'expériences permet de calculer de nouvelles valeurs des effets des paramètres.

À partir des courbes de performances obtenues en fonction du ratio, on peut estimer une relation linéaire entre chaque propriété mesurée et le ratio sur la gamme réduite de 0,2 à 0,4. Le facteur calculé pour la résistance mécanique est de -47 MPa, pour les deux gammes de paramètres. Concernant le retard optique, un facteur de -40 nm est calculé pour des cordons homogènes, et un de -25 nm est calculé pour les cordons inhomogènes. Il est important de noter que ces valeurs sont uniquement utilisées dans ce travail à titre d'estimation afin d'étudier l'influence de la variabilité du ratio sur le résultat global. Concernant le taux d'absorption, la différence de comportement entre les deux combinaisons de paramètres laisse à penser que le taux de transmission de chaque combinaison de paramètres va suivre une loi différente. Ainsi, utiliser un facteur d'ajustement pour les combinaisons de paramètres produisant des cordons inhomogène pourrait entraîner davantage d'erreurs que la simple variabilité du ratio.

La moyenne du ratio pour le plan d'expériences n°1 étant de 0,23, les valeurs de propriétés ont été ajustées pour être estimées à la valeur qu'elles auraient pris si le ratio de l'échantillon avait été de 0,23. Le tableau 4.15 recense les valeurs des propriétés mesurées et celles ajustées par cette méthode. Il est fait de même avec le plan d'expériences n°2, pour un ratio moyen de

0,27.

| N°  | Ratio<br>- | $C_m$<br>[MPa] | $C_a$<br>[MPa] | $R_m$<br>[nm] | $R_a$<br>[nm] |
|-----|------------|----------------|----------------|---------------|---------------|
| 1.1 | 0,23       | 5,2            | 5,2            | 51            | 51            |
| 1.2 | 0,3        | 16,5           | 19,8           | 61            | 62.8          |
| 1.3 | 0,23       | 21,4           | 21,4           | 74            | 74            |
| 1.4 | 0,4        | 8,3            | 16,3           | 41            | 45.3          |
| 1.5 | 0,15       | 14,3           | 10,5           | 105           | 102           |
| 1.6 | 0,15       | 16,8           | 15,4           | 72            | 71,3          |
| 1.7 | 0,15       | 27,2           | 26,3           | 78            | 77,2          |
| 1.8 | 0,15       | 28,7           | 27,3           | 81            | 80,3          |
| 2.1 | 0,23       | 21,4           | 19,5           | 74            | 72.4          |
| 2.2 | 0,31       | 25             | 26.9           | 68            | 69            |
| 2.3 | 0,30       | 13,6           | 15,0           | 63            | 64.2          |
| 2.4 | 0,30       | 18,7           | 20,1           | 76            | 76.8          |
| 2.5 | 0,27       | 11,9           | 11,9           | 26            | 26            |
| 2.6 | 0,23       | 31             | 29,1           | 85            | 84            |
| 2.7 | 0,30       | 24,4           | 25,8           | 31            | 31.8          |
| 2.8 | 0,25       | 24,3           | 23,4           | 49            | 48.5          |

TABLE 4.15: Valeurs mesurées dans le cadre du plan d'expériences pour la contrainte de rupture, le taux d'absorption et le retard optique, et valeurs ajustées

Les effets des paramètres sur la résistance mécanique et sur la biréfringence induite ont été recalculés de la même façon que dans la section précédente, en remplaçant les valeurs mesurées par les valeurs ajustées. Les résultats de cet ajustement sur la valeur des effets sont présentés dans les figures 4.15 et 4.16, respectivement sur la résistance mécanique et sur la biréfringence induite, pour les plans d'expériences n°1 et n°2.

Seules les conclusions du plan d'expériences n°1, sur la résistance mécanique, semblent devoir être revues. Là où initialement, l'effet de la fréquence de répétition a été calculé comme moindre, l'ajustement des valeurs tendrait à montrer que la fréquence de répétition présente également un rôle sur la résistance mécanique, d'une influence comparable à la puissance moyenne et à la vitesse de balayage. Les effets des paramètres sur la résistance mécanique dans le cas du plan d'expériences n°2 calculés à partir des valeurs ajustées sont très proches de ceux calculés à partir des valeurs mesurées, ce qui valide les conclusions faites dans la section précédente.

De la même façon, les effets des différents paramètres sur la biréfringence calculés à partir des valeurs ajustées sont très proches de ceux calculés à partir des valeurs mesurées, confirmant les observations réalisées dans la section précédente.

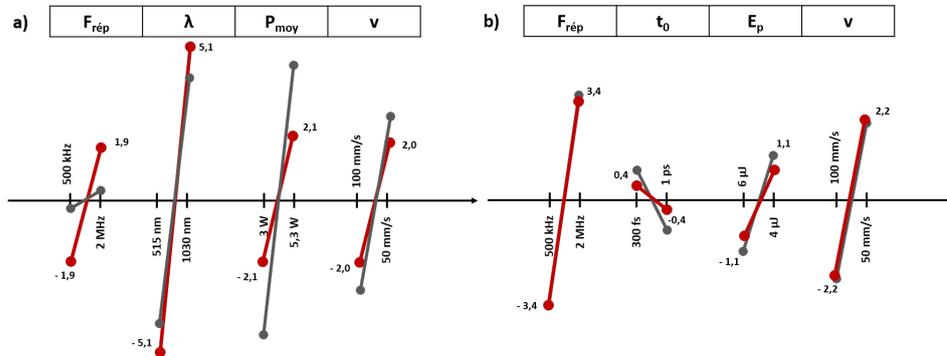


FIGURE 4.15: Comparaison des diagrammes d'effets sur la résistance mécanique : en rouge les nouveaux effets calculés à partir des valeurs ajustées, en gris les effets calculés initialement à partir des valeurs mesurées. En a) sont représentés les effets pour le plan d'expériences n°1, et en b) les effets pour le plan d'expériences n°2.

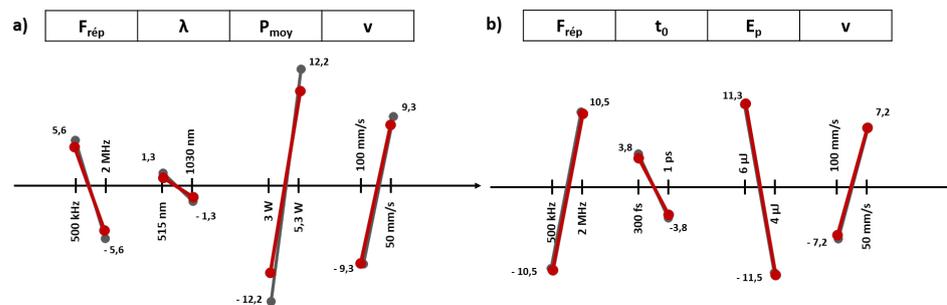


FIGURE 4.16: Comparaison des diagrammes d'effets sur la biréfringence induite : en rouge les nouveaux effets calculés à partir des valeurs ajustées, en gris les effets calculés initialement à partir des valeurs mesurées. En a) sont représentés les effets pour le plan d'expériences n°1, et en b) les effets pour le plan d'expériences n°2.

### 4.3.2 Analyse des cordons de soudure au microscope

Les cordons de soudure ont été observés au microscope optique à l'aide d'un objectif x20. La figure 4.17 regroupe les images obtenues pour le plan d'expériences n°1, faisant intervenir comme paramètres la longueur d'onde du faisceau laser, la fréquence de répétition des impulsions, la puissance moyenne et la vitesse de balayage, tandis que la figure 4.18 présente l'aspect visuel des échantillons obtenus dans le cadre du plan d'expériences n°2.

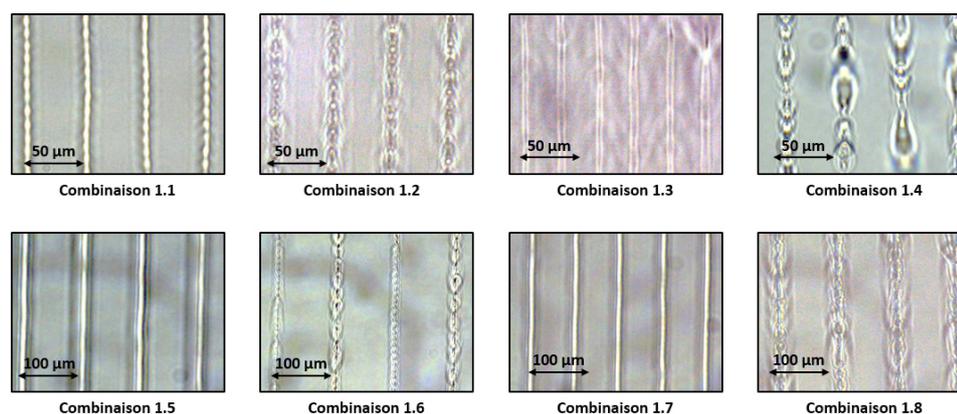


FIGURE 4.17: Observation au microscope optique des cordons de soudure obtenus pour chaque combinaison de paramètres définie par le plan d'expérience n°1.

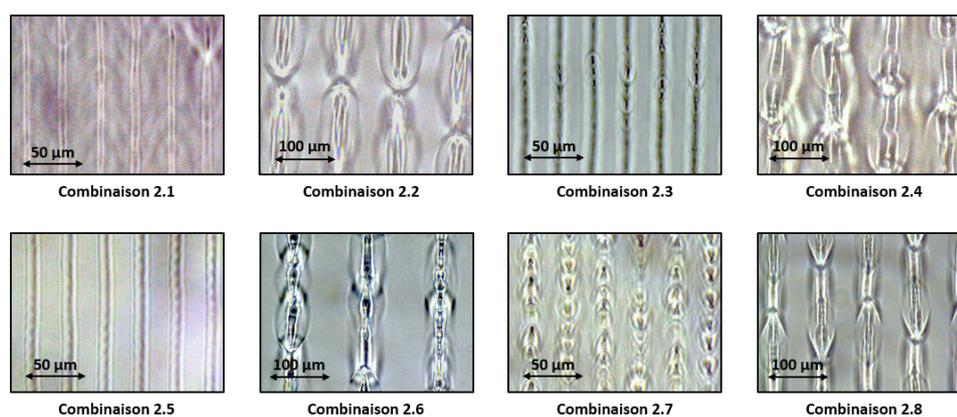


FIGURE 4.18: Observation au microscope optique des cordons de soudure obtenus pour chaque combinaison de paramètres définie par le plan d'expérience n°2.

Les cordons de soudure présentent des aspects visuels très variables en

fonction des combinaisons de paramètres utilisées lors de leur réalisation. Certains cordons apparaissent homogènes, tandis que d'autres présentent une modification quasi-périodique, dont la période varie selon les échantillons. Certains échantillons présentent une inhomogénéité le long du cordon de soudure, et d'autres présentent ce qui peut sans doute être assimilé à une zone thermiquement affectée, autour du cordon de soudure.

Dans le cas du plan d'expériences n°1, dont les échantillons sont présentés dans la figure 4.17, en se référant au tableau de paramètres du chapitre III (section 3.7.4, page 96), il apparaît que les cordons homogènes sont obtenus pour une fréquence de répétition de 500 kHz, tandis que les cordons inhomogènes sont obtenus pour une fréquence de répétition de 2 MHz. Compte-tenu des vitesses de translation de 50 mm/s et 100 mm/s utilisées, les recouvrements transverses sont respectivement de l'ordre de 99.6 % et 99.2 % respectivement pour une fréquence de répétition de 500 kHz, et de l'ordre de 99.9 % et 99.8 % pour une fréquence de répétition de 2 MHz. Les inhomogénéités observées ne sont donc pas générées par un recouvrement plus faible des impulsions, contrairement à ce qui pourrait être supposé. De même les combinaisons 2.2, 2.4, 2.6 et 2.7, inhomogènes dans le plan d'expérience n°2, ont été réalisées à 2 MHz.

Une hypothèse, non démontrée à ce stade, pour expliquer cette inhomogénéité quasi-périodique dans l'axe du cordon, serait l'apparition d'une lentille thermique au niveau du cordon, qui déplacerait la position du point focal jusqu'à ce que, trop déplacée, cette lentille thermique disparaisse et fasse revenir le point focal à sa position initiale. Le phénomène pourrait alors se reproduire périodiquement.

### 4.3.3 Approfondissement de l'étude des contraintes résiduelles

Un approfondissement de l'étude des contraintes résiduelles a été effectué dans le but de lever l'incertitude sur la direction des contraintes, qui avait été identifiée dans le chapitre III (section 3.5.2, page 81), afin de vérifier leur nature. Cet approfondissement a permis de plus à vérifier l'influence de l'énergie déposée, et à observer la présence d'inhomogénéités dans les cordons de soudure.

L'incertitude sur la direction des contraintes peut être levée en ajoutant une lame d'onde d'ordre 1, qui décale la biréfringence globale de  $\lambda$ . Grâce à cette lame d'onde, les zones non-contraintes auparavant qui apparaissaient comme sombre, apparaissent alors d'une couleur rouge-rosé, appelé rouge d'ordre 1, tandis que les zones sous contraintes apparaissent orange ou violette (4.19). Cette différence de couleur entre orange et violet dépend de la nature de la contrainte. Dans notre situation, selon la méthode de test standard (Standard Test Method for Photoelasticimetric Determination of Residual Stress : C 978-04), les contraintes de compression sont en orange, et

les contraintes de traction en violet. Cela indique que les cordons de soudure présentent une contrainte d'étirement orthogonale à la direction de balayage et que les pourtours des cordons présentent une contrainte de compression.

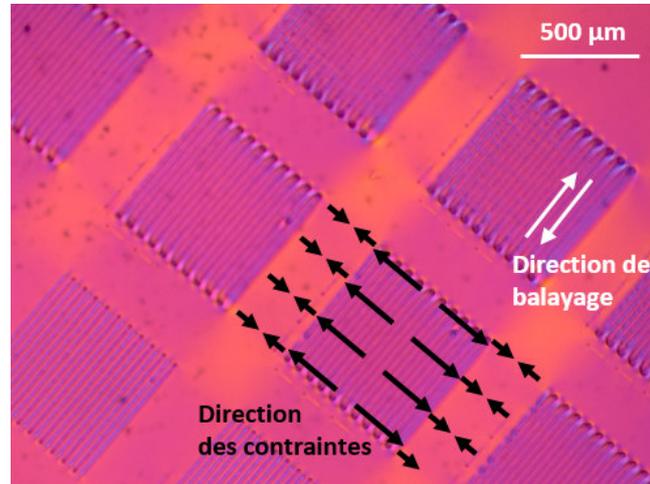


FIGURE 4.19: Étude des soudures par photoélasticimétrie avec ajout d'une lame d'onde de premier ordre : apparaissent en orange les contraintes de compression, en violet les contraintes de traction, et en rose les zones non-contraintes

Pour vérifier maintenant l'influence de l'énergie déposée mise en œuvre dans le plan d'expériences, l'étude des contraintes résiduelles a été réalisée pour des énergies d'impulsions comprises entre  $2.2 \mu\text{J}$  et  $4.6 \mu\text{J}$ , et à différentes positions axiales du point de focalisation à un taux de répétition de 500 kHz, dont les résultats sont présentés dans la figure 4.20. Dans cette gamme de paramètres, la figure montre que la biréfringence principale augmente graduellement avec l'énergie d'impulsion. À vitesse et énergie constantes, les cordons inscrits en volume dans le verre à différentes positions de focalisation présentent eux la même biréfringence. Les cordons inscrits à l'interface étant les seuls à être des cordons de soudure, cela signifie que la biréfringence induite est équivalente pour des cordons de soudure et pour des cordons inscrits dans le volume de matériau. Ainsi, ce n'est pas l'action de souder ensemble deux lames de verre qui génère la biréfringence, mais l'interaction laser/matière induite pour obtenir le soudage.

Différentes vitesses de balayage, de 25 mm/s à 200 mm/s ont été expérimentées en fixant l'énergie par impulsion à  $3 \mu\text{J}$ . La biréfringence induite augmente lorsque la vitesse de balayage diminue. Le taux de répétition étant conservé fixe à 500 kHz, le recouvrement longitudinal du laser, impulsion après impulsion, augmente lorsque la vitesse diminue. Cela conduit à un nombre plus important d'impulsions laser déposées en un même point, de 60

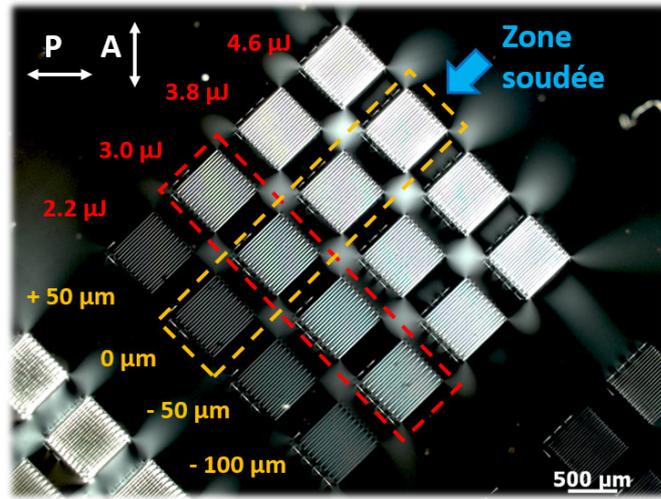


FIGURE 4.20: Étude de soudures par photoélasticimétrie en fonction de l'énergie par impulsion et de la défocalisation du faisceau ( $t_0 = 300 \text{ fs}$ ,  $\lambda = 1030 \text{ nm}$ ,  $v = 50 \text{ mm/s}$ ,  $f = 500 \text{ kHz}$ )

à 500 impulsions, ce qui augmente la quantité d'énergie totale déposée en un point. Chaque point d'un cordon de soudure a été irradié par une fluence totale de  $F_t = f_R \Phi F_p / v$ , où  $f_R$  est le taux de répétition du laser,  $\Phi$  le diamètre du faisceau,  $v$  la vitesse de balayage et  $F_p$  la fluence crête d'une impulsion unique. En première approximation, le diamètre du faisceau a été supposé constant  $\Phi = 30 \mu\text{m}$ . Cela confirme l'augmentation de la contrainte avec l'énergie déposée, qui peut être due à la fois à l'énergie par impulsion et à la vitesse de balayage. Les modifications ne sont toutefois pas linéaires avec la densité d'énergie ou la vitesse, mais plus complexes. Par exemple, l'absorptivité non-linéaire varie avec l'énergie par impulsions, mais également avec la température du matériau, qui elle évolue à chaque impulsion laser.

La valeur totale de biréfringence et de contraintes induites ont été déterminées selon l'algorithme présenté dans le chapitre 3 (section 3.5.2, page 81). Dans le cas d'impulsions de  $3 \mu\text{J}$  d'énergie à un taux de répétition de  $500 \text{ kHz}$  et une vitesse de balayage de  $50 \text{ mm/s}$ , le retard optique mesuré est égal à  $24 \text{ nm}$ , avec une précision de  $0,18 \text{ nm}$ . La profondeur des cordons mesurée étant de l'ordre de  $100 \mu\text{m}$ , avec une précision de  $30 \mu\text{m}$ , la biréfringence est estimée autour de  $2,4 \times 10^{-4}$ . Si on considère que la biréfringence est induite par les contraintes résiduelles dans le matériau, la contrainte interne mesurée est de l'ordre de  $59 \text{ MPa}$ , avec une précision de  $18 \text{ MPa}$ . Cette valeur de contraintes à l'intérieur des cordons est bien inférieure à la résistance interne du matériau qui est de l'ordre de  $1 \text{ GPa}$  [122]. Cette résistance interne ne doit pas être confondue avec la résistance du verre en traction, qui dépend

des défauts du verre.

Si l'énergie déposée est augmentée, en augmentant l'énergie par impulsion ou en diminuant la vitesse de répétition, des inhomogénéités apparaissent dans les cordons, de la même façon que pour les observations en microscopie optique. Comme visible dans la figure 4.21, les cordons obtenus avec une énergie de 4,5  $\mu\text{J}$  et une vitesse de balayage de 25 mm/s ne sont plus des lignes continues et homogènes, en opposition avec celles formées pour des énergies plus faibles.

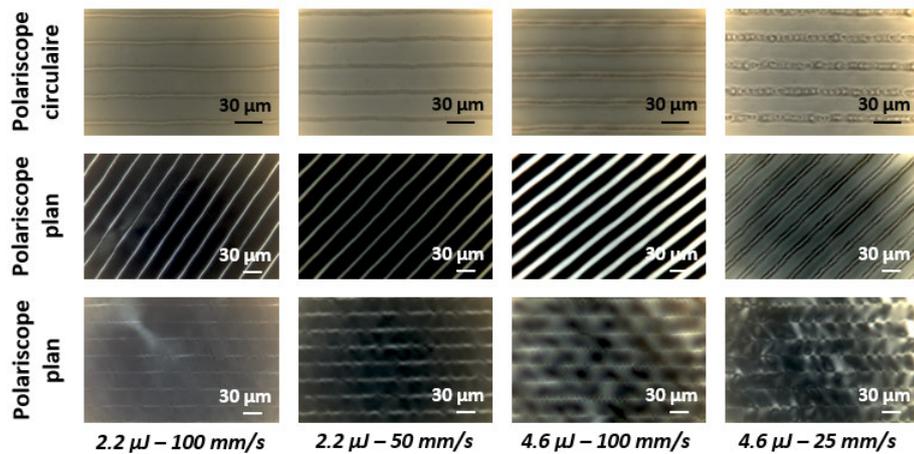


FIGURE 4.21: Étude de soudures par photoélasticimétrie en fonction de l'énergie par impulsion ( $t_0 = 300 \text{ fs}$ ,  $\lambda = 1030 \text{ nm}$ ,  $f = 500 \text{ kHz}$ )

Si l'énergie est augmentée au-delà d'un certain seuil, par exemple 32  $\mu\text{J}$  pour une fréquence de répétition de 500 kHz et une vitesse de balayage de 50 mm/s (1030 nm, 300 fs), des fissures peuvent apparaître aux extrémités des zones soudées. Un point singulier est présent aux extrémités des cordons de soudure, comme visible sur la figure 4.22. Cette singularité est caractéristique d'une biréfringence de symétrie cylindrique, et peut être expliquée par le ralentissement de la vitesse de balayage du laser en fin de cordons. Cela génère une zone de contraintes localisées pouvant être à l'origine de fissures.

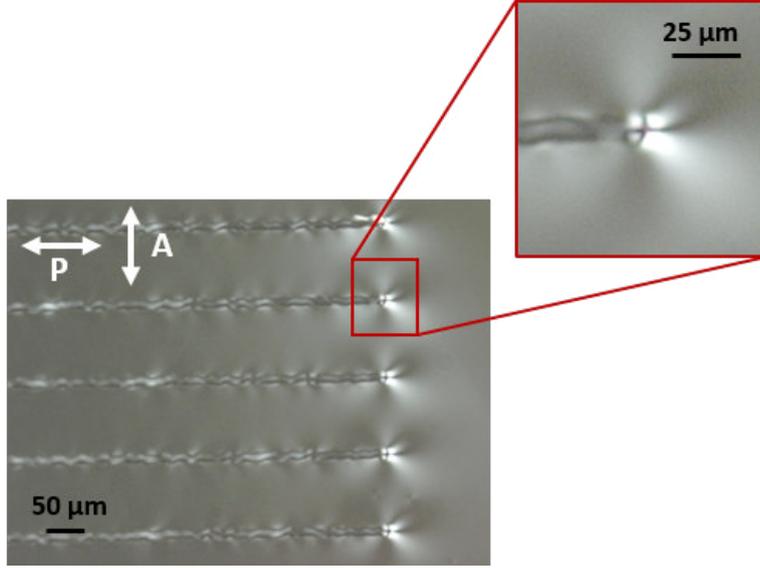


FIGURE 4.22: Observation de l'extrémité des soudures par photoélasticimétrie ( $t_0 = 300 \text{ fs}$ ,  $\lambda = 1030 \text{ nm}$ ,  $v = 50 \text{ mm/s}$ ,  $f = 500 \text{ kHz}$ ,  $E_0 = 3,3 \text{ J}$ )

## 4.4 Optimisation globale des paramètres

### 4.4.1 Création d'une fonction réponse

Suite à l'évaluation des échantillons et à l'étude de l'influence des paramètres, il apparaît qu'il n'existe pas de combinaison de paramètres permettant d'optimiser toutes les caractéristiques de l'assemblage simultanément. L'optimisation d'une certaine caractéristique pouvant se faire au détriment des autres, une fonction réponse (équation 4.1) a été créée afin d'évaluer globalement la performance de chaque échantillon et de pouvoir ainsi évaluer l'influence globale des paramètres sur cette qualité d'échantillon.

$$Y = \frac{b_{Meca} \cdot R_{Meca} + b_{Therm} \cdot R_{Therm} + b_{Trans} \cdot R_{Trans} + b_{Stress} \cdot R_{Stress}}{b_{Meca} + b_{Therm} + b_{Trans} + b_{Stress}} \quad (4.1)$$

Cette fonction réponse attribue des coefficients  $b_i$  à chaque caractéristique  $R_i$ , de façon à pouvoir privilégier une propriété en fonction de l'application visée. Par exemple, pour une application nécessitant une tenue à haute température, pour laquelle la transmittance de l'échantillon ne présente qu'un faible intérêt, le coefficient de résistance thermique sera fixé à une valeur élevée par rapport aux autres coefficients, et le coefficient de transmittance sera fixé à une valeur faible.

La fonction réponse permet alors de donner une note globale à chaque

échantillon, en fonction de l'importance des différentes performances, qui sera alors utilisée durant l'analyse du plan d'expériences.

#### 4.4.2 Récapitulatif et choix des paramètres

La réalisation du plan d'expériences a permis d'étudier les effets des paramètres pour différentes propriétés des assemblages. Le chapitre suivant comprenant une étude d'amélioration des assemblages, il est nécessaire de réduire la gamme des paramètres d'intérêt.

De façon générale, l'augmentation de la quantité d'énergie permet d'augmenter la résistance mécanique et thermique, mais diminue la transparence de la zone soudée et augmente les contraintes résiduelles.

Les performances globales obtenues avec la longueur d'onde de 515 nm présentent des performances moins bonnes que celles obtenues avec la longueur d'onde de 1030 nm. Les travaux du chapitre suivant seront réalisés en utilisant une longueur d'onde fixe de 1030 nm.

Les performances globales obtenues pour une durée d'impulsions de 300 fs et pour une durée d'impulsions de 1 ps sont assez comparables, du moment que le phénomène d'absorption non-linéaire a lieu. L'utilisation d'une durée d'impulsions de 1 ps ne présentant alors pas d'intérêt particulier, la suite des travaux a alors été réalisée pour une durée d'impulsions de 300 fs, correspondant au mode d'utilisation prévu du laser.

### 4.5 Conclusion

La réalisation de ce plan d'expériences a permis d'étudier les effets des paramètres pour différentes propriétés des assemblages. Par exemple les effets présentant la plus grande influence sur la résistance mécanique des assemblages ayant été identifiés, il est possible d'augmenter la résistance mécanique d'un échantillon en travaillant à une longueur d'onde de 1030 nm, à une forte fréquence de répétition et une forte énergie par impulsion. La réduction de la vitesse de balayage permet également d'améliorer la tenue mécanique. En opposition à cela, la transparence des zones soudées peut être améliorée et les contraintes réduites en réduisant la fréquence de répétition et la puissance moyenne du faisceau. L'utilisation d'une durée d'impulsion de 300 fs permet aussi d'améliorer le taux de transmission de la zone soudée. La formation de cordons étanches peut être réalisée pour n'importe quelle combinaisons de paramètres, du moment que le soudage est obtenu avec un design fermé.

Cela a montré que les propriétés ne peuvent pas toutes être améliorées simultanément. Une fonction réponse a alors été proposée dans le but d'étudier l'influence des paramètres sur une qualité globale de l'échantillon, définie en fonction de l'application visée. Cependant, dans le cadre de ce travail de thèse, aucune application spécifique n'a été privilégiée.

La morphologie des cordons de soudure a aussi été observée, mettant en évidence deux morphologies d'aspects très différents. Les cordons réalisés pour de faibles fréquences de répétition et de faibles énergies présentent un aspect homogène, tandis que de larges inhomogénéités quasi-périodiques sont observées le long des cordons réalisés à fortes fréquences de répétition. Ces inhomogénéités ont également été observées par photoélasticimétrie.

Des tendances d'amélioration ayant été identifiées par la réalisation du plan d'expériences, il peut être possible d'améliorer encore les performances des assemblages, par exemples en étudiant l'influence de la géométrie des cordons ou de recuit et en considérant le cas de verres moins plans. Cela fera l'objet du chapitre V. Des éléments de compréhension sur ce que notre technique, basée sur système de focalisation à faible ouverture numérique, a de spécifique, sera également présenté.



## Chapitre 5

# Éléments de compréhension et industrialisation du procédé

### Sommaire

---

|            |   |            |
|------------|---|------------|
| <b>5.1</b> | <b>Introduction . . . . .</b>   | <b>132</b> |
| <b>5.2</b> | <b>Modélisation thermique de l'élévation de température . . . . .</b>                                 | <b>132</b> |
| <b>5.3</b> | <b>Extension du point de fonctionnement du soudage de verres à l'assemblage de verre sur silicium</b> | <b>138</b> |
| <b>5.4</b> | <b>Optimisation et industrialisation du procédé . .</b>   | <b>142</b> |
| 5.4.1      | Influence de la géométrie de soudure . . . . .  | 142        |
| 5.4.2      | Relaxation des contraintes par recuit post-traitement . . . . .                                       | 146        |
| 5.4.3      | Influence de la distance inter-verres . . . . .   | 148        |
| <b>5.5</b> | <b>Conclusion . . . . .</b>   | <b>151</b> |

---

## 5.1 Introduction

La mise en œuvre du plan d'expériences a permis de déterminer empiriquement les principales influences des paramètres laser et leurs interactions, ainsi que les tendances à suivre de façon à optimiser les performances des assemblages verre-verre obtenus. Pour gagner en compréhension, d'une part, et préparer l'industrialisation du procédé d'autre part, ce chapitre est consacré à l'étude du processus de formation de la soudure et à des points d'amélioration supplémentaires.

Un modèle numérique de l'élévation de température lors du traitement laser a été développé dans ce but et des analyses physico-chimiques ont été effectuées afin d'étudier la formation de la soudure. Un des intérêts de la méthode de soudage par impulsions laser ultracourtes étant sa capacité à assembler des matériaux ayant des coefficients de dilatation thermique différents, le procédé a également été implémenté pour l'assemblage de verre sur silicium. L'influence de la géométrie des cordons de soudure sur les performances des assemblages a été étudiée, de même que les bénéfices offerts par un recuit thermique. Enfin, des travaux ont été réalisés pour des distances inter-verres supérieures aux 120 nm correspondant à des verres en contact optique.

## 5.2 Modélisation thermique de l'élévation de température

Pour mieux comprendre ce que notre technique a de spécifique, un modèle numérique a été développé avec le logiciel Comsol Multiphysics (version 5.2a) afin d'estimer l'augmentation de température induite dans le verre par l'absorption des impulsions laser et l'effet d'accumulation thermique. Étant donné la complexité des phénomènes (absorption non-linéaire et propriétés physiques du matériau qui évoluent avec la température), il est difficile de prétendre réaliser des simulations réalistes. Notre objectif, ici, est plus d'observer des tendances et d'obtenir des ordres de grandeurs permettant de guider nos choix et de nous aider dans l'interprétation des résultats.

Différentes études décrivent les mécanismes physiques d'absorption et de transfert de chaleur dans le cas d'une irradiation femtoseconde ou picoseconde à travers un objectif de microscope [86, 5]. Comme dans notre cas la constante de temps de l'absorption de l'impulsion laser, de l'ordre de quelques picosecondes, est inférieure à celle de la diffusion thermique de l'ordre de quelques microsecondes, l'évolution de température peut alors être simulée par un simple modèle de diffusion thermique, en modélisant l'impulsion laser comme une source de chaleur [86, 5]. Le recouvrement longitudinal étant supérieur à 95 % dans notre situation, de façon à bénéficier du phénomène d'accumulation thermique, la translation du faisceau laser peut être,

dans un premier temps, négligée. Un modèle simplifié a été développé pendant la thèse comme première approximation, en considérant des impulsions stationnaires successives irradiant l'échantillon.

L'équation de transfert de chaleur, résolue par une méthode d'éléments-finis via le logiciel Comsol, décrit la distribution de température  $T$  dans le temps et l'espace [123].

$$\rho C_p \frac{\partial T(r, z, t)}{\partial t} - \nabla(k \nabla T(r, z, t)) = Q(r, z, t) \quad (5.1)$$

Cette équation implique la source de chaleur  $Q(r, z, t)$ , la conductivité thermique  $k$ , la densité du matériau  $\rho$ , et la capacité thermique à pression constante  $C_p$ . Ces paramètres dépendent de la température, mais ont été définis comme constants en première approximation, sans tenir compte des changements de phase du matériau. Dans le cas du verre borosilicate, la conductivité thermique  $k$  vaut  $1.12 \text{ W}/(\text{m.K})$ , la densité  $\rho$  vaut  $2200 \text{ kg}/\text{m}^3$  et la capacité thermique  $C_p$  vaut  $820 \text{ J}/(\text{kg.K})$  [69].

La source de chaleur  $Q(r, z, t)$ , en  $\text{W.m}^{-3}$ , décrit la partie de l'énergie absorbée par le matériau dans le temps et l'espace, et a été modélisée comme une source gaussienne 3D spatiale et temporelle.

$$Q(r, z, t) = Q_0 \exp\left(\frac{-r^2}{2\sigma_r^2}\right) \exp\left(\frac{-z^2}{2\sigma_z^2}\right) \exp\left(\frac{-t^2}{2\sigma_t^2}\right) \quad (5.2)$$

Avec  $\sigma_r$ ,  $\sigma_z$  et  $\sigma_t$  les demi-largeurs à  $1/e^2$  du profil radial, longitudinal et temporel de la source de chaleur laser et :

$$Q_0 = \frac{E_0}{4\pi^2 \sigma_r^2 \sigma_z \sigma_t} \quad (5.3)$$

avec  $E_0$  l'énergie absorbée par impulsion (calcul détaillé en annexe).

Compte-tenu du caractère non-linéaire de l'absorption, la largeur mesurée des cordons, de l'ordre de  $8 \text{ }\mu\text{m}$ , est plus faible que la dimension du faisceau focalisé, de l'ordre de  $30 \text{ }\mu\text{m}$ , et de la même façon, la profondeur des cordons d'environ  $200 \text{ }\mu\text{m}$  est inférieure à la longueur de Rayleigh du faisceau focalisé de  $500 \text{ }\mu\text{m}$  dans le verre. Les paramètres spatiaux de la source de chaleur ont alors été fixés en fonction de la dimension des cordons de soudure réalisés plutôt qu'en fonction des paramètres laser,  $4\sigma_r$  et  $4\sigma_z$  étant respectivement la largeur et la profondeur sur laquelle l'énergie thermique est absorbée. Comme il est difficile d'estimer précisément sur quelle largeur et quelle profondeur l'énergie a été absorbée, différentes simulations ont été implémentées en variant les valeurs de  $4\sigma_r$  et de  $4\sigma_z$ , respectivement de  $5$  à  $15 \text{ }\mu\text{m}$  et de  $200$  à  $300 \text{ }\mu\text{m}$ .

La durée d'impulsion  $t_0 = 300 \text{ fs}$ , dont la mesure a été présentée dans le chapitre III, a été mesurée comme une largeur à mi-hauteur. Ainsi, la gaussienne temporelle a été décrite en utilisant  $\sigma_t = t_0 / (2\sqrt{2\ln(2)})$ .

$E_0 = 2 \mu J$  correspond à la part d'énergie absorbée par le matériau. Dans notre situation, un taux d'absorptivité d'environ 2/3 a été supposé, en accord avec les taux d'absorptivité présentés dans l'état de l'art [86] et nos propres mesures.

L'étude a été réalisée en modélisant deux rectangles de verre dans une géométrie axisymétrique 2D. Le maillage est plus resserré le long de l'axe de révolution, qui correspond également à l'axe de propagation du faisceau laser dans le matériau, avec des triangles de dimensions maximales de 0,2  $\mu m$  autour de l'axe, et de dimensions maximales de 32  $\mu m$  aux extrémités de la géométrie. Dans l'idéal, il aurait fallu implémenter des conditions aux limites permettant d'assimiler la géométrie à un solide infini. Cependant, des telles conditions aux limites ne sont pas disponibles pour les études thermiques et il est usuel d'utiliser une condition d'isolant thermique. Ainsi, afin que la condition aux limites ne modifie pas le résultat de la simulation, la géométrie a été fixée de façon à ce qu'elle soit suffisamment grande pour que la température aux limites ne soit jamais élevée après diffusion thermique. Ainsi la simulation a été effectuée dans un cylindre de 50  $\mu m$  de rayon et de 500  $\mu m$  de haut autour de la source de chaleur. La température initiale étant 293 K.

Les figures 5.1, 5.2 et 5.3 présentent l'élévation de température dans le verre suite à l'absorption d'une unique impulsion laser et après diffusion de la chaleur dans le verre. La figure 5.1 correspond à la cartographie de température obtenue pour l'absorption d'une impulsion sur un diamètre de 8  $\mu m$  et une profondeur de 300  $\mu m$ , la figure 5.2 à l'absorption sur un diamètre de 10  $\mu m$  et une profondeur de 250  $\mu m$  et la figure 5.3 à l'absorption sur un diamètre de 15  $\mu m$  et une profondeur de 300  $\mu m$ .

La simulation de ce modèle révèle une élévation thermique maximale faible après une impulsion unique, de l'ordre de 50 °C pour un diamètre d'absorption de 15  $\mu m$ , et de l'ordre de 250 °C pour un diamètre d'absorption de 8  $\mu m$ . Les valeurs ainsi atteintes ne sont pas suffisantes pour une fusion, ce qui confirme la nécessité de l'effet d'accumulation thermique dans le procédé de soudure. La cartographie de température obtenue après diffusion de la chaleur dans le matériau pendant 2  $\mu s$ , correspondant à la durée entre deux impulsions successives pour une fréquence de répétition de 500 kHz, montre bien que la chaleur n'est pas entièrement diffusée entre deux impulsions.

La simulation de plusieurs impulsions successives a été réalisée en utilisant le logiciel Matlab, faisant appel à des commandes Comsol. Le nombre d'impulsions à simuler dépend du taux de recouvrement et donc du diamètre sur lequel l'énergie est absorbée. Le calcul de ce nombre d'impulsions est présenté en annexe. À 500 kHz, pour un diamètre d'absorption de 8  $\mu m$ , 80 impulsions successives sont à considérer, 100 impulsions sont à simuler pour un diamètre de 10  $\mu m$ , et 150 impulsions dans le cas d'un diamètre d'absorption de 15  $\mu m$ . Une fois les impulsions successives simulées, la dynamique de température est observée. Comme la durée entre deux impulsions successives (2  $\mu s$  pour une fréquence de 500 kHz) est plus faible que la du-

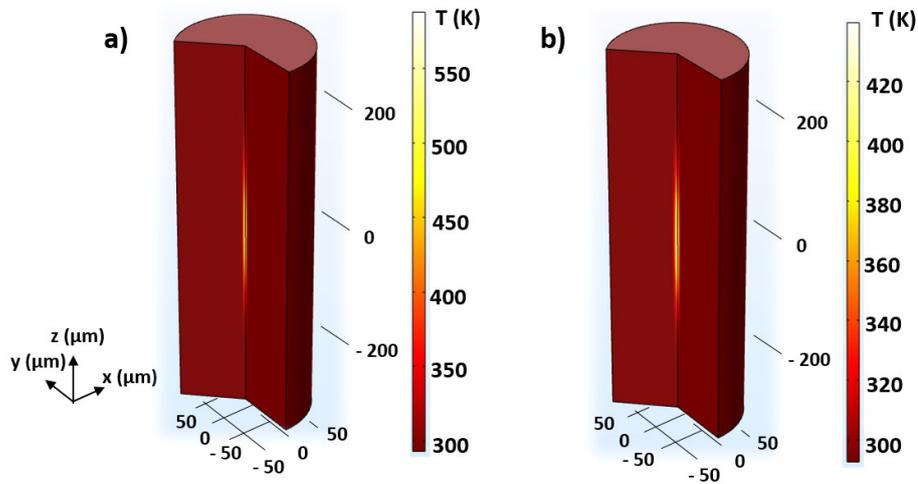


FIGURE 5.1: Élévation de température dans le verre due à l'absorption d'une impulsion sur un diamètre de  $8\ \mu\text{m}$  et une profondeur de  $300\ \mu\text{m}$ . a) Température maximale atteinte lors de l'absorption de l'impulsion. b) Température après diffusion de la chaleur dans le verre durant  $2\ \mu\text{s}$ .

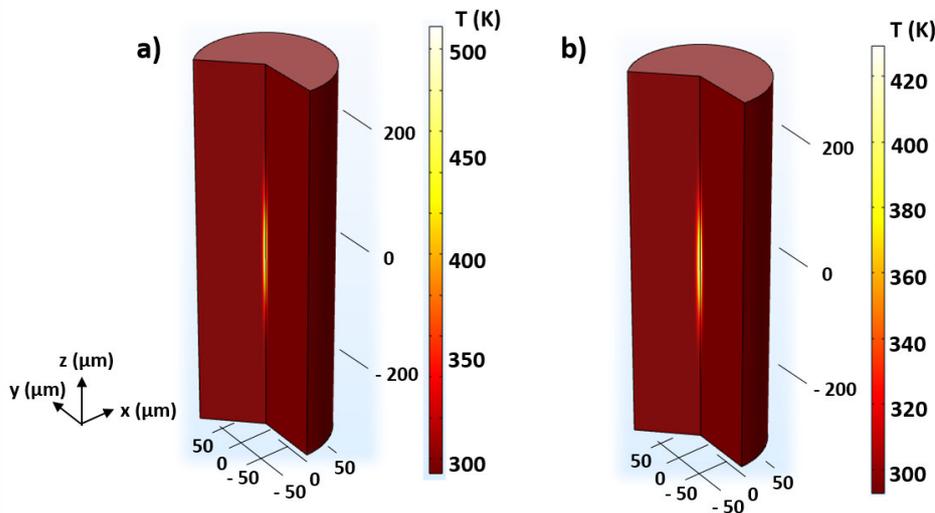


FIGURE 5.2: Élévation de température dans le verre due à l'absorption d'une impulsion sur un diamètre de  $10\ \mu\text{m}$  et une profondeur de  $250\ \mu\text{m}$ . a) Température maximale atteinte lors de l'absorption de l'impulsion. b) Température après diffusion de la chaleur dans le verre durant  $2\ \mu\text{s}$ .

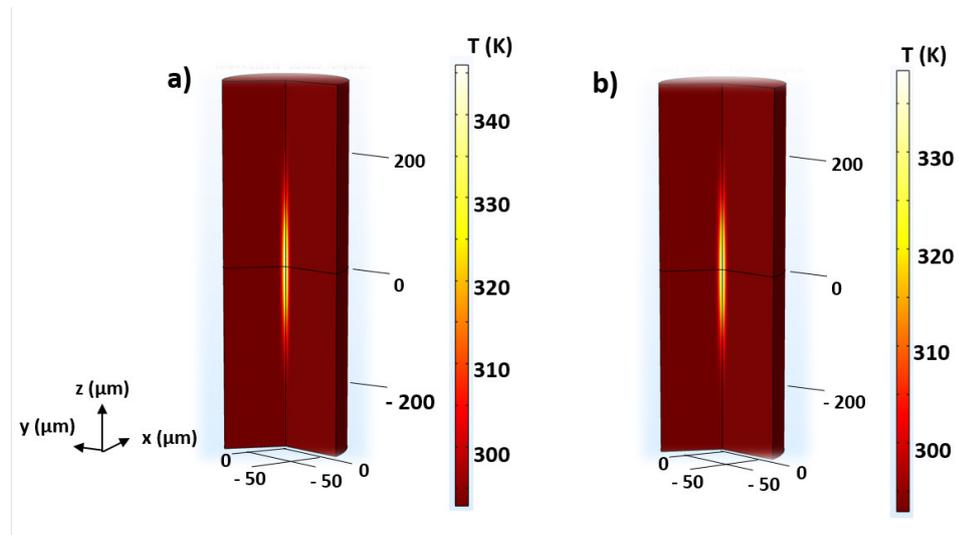


FIGURE 5.3: Élévation de température dans le verre due à l'absorption d'une impulsion sur un diamètre de  $15\ \mu\text{m}$  et une profondeur de  $300\ \mu\text{m}$ . a) Température maximale atteinte lors de l'absorption de l'impulsion. b) Température après diffusion de la chaleur dans le verre durant  $2\ \mu\text{s}$ .

rée caractéristique de diffusion thermique dans le matériau ( $100\ \mu\text{s}$ ) [5], la température augmente localement à chaque arrivée d'une nouvelle impulsion.

La figure 5.4 présente l'élévation de température obtenue pour une absorption de l'énergie sur un diamètre de  $8\ \mu\text{m}$ , de  $10\ \mu\text{m}$  et de  $15\ \mu\text{m}$ . L'effet d'accumulation thermique est visible pour chacune des courbes. Une saturation est également obtenue après un certain nombre d'impulsions, limitant la montée en température.

Cette évolution de température est faible et lente comparée à celle obtenue pour une irradiation à travers un objectif de microscope, dont un exemple est présenté dans la figure 5.5, qui a été obtenue pour un diamètre de  $5\ \mu\text{m}$  et une profondeur de focalisation de  $20\ \mu\text{m}$ . Dans cette situation, l'augmentation de température générée par une unique impulsion dépasse largement le point de fusion du verre.

Dans d'autres études basées sur l'effet d'accumulation thermique dans le cas de l'objectif de microscope, présentées dans l'état de l'art du chapitre II, une température jusqu'à  $12000\ ^\circ\text{C}$  a été simulée [86, 5]. Cette large différence peut être expliquée notamment par la variation du volume d'absorption, d'un diamètre de  $2\ \mu\text{m}$  et d'une longueur de Rayleigh inférieure à  $10\ \mu\text{m}$  pour un objectif de microscope, à un diamètre de  $10\ \mu\text{m}$  et à une longueur de Rayleigh de  $100\ \mu\text{m}$  dans le verre pour la lentille F-theta, produisant un facteur de volume de l'ordre de 250. Ce volume étant également plus grand, les gradients thermiques n'en sont que moindre minimisant les contraintes et les risques

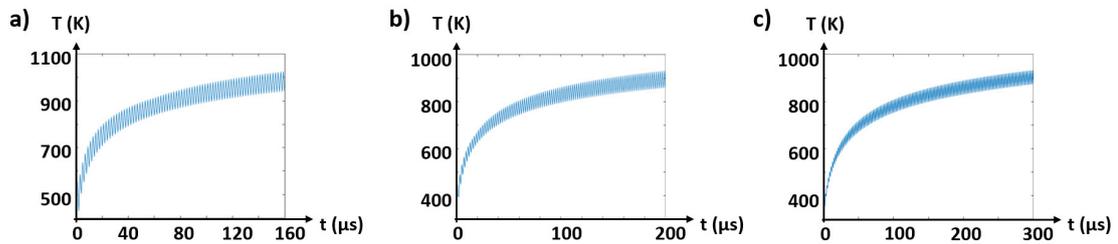


FIGURE 5.4: Élévation de température dans le verre suite à l'absorption d'impulsions laser successives, due à l'effet d'accumulation thermique (500 kHz, 2  $\mu\text{J}$ ) : a) Pour 80 impulsions dans le cas d'un diamètre d'absorption de 8  $\mu\text{m}$ , b) Pour 100 impulsions dans le cas d'un diamètre d'absorption de 10  $\mu\text{m}$ , c) Pour 150 impulsions dans le cas d'un diamètre de 15  $\mu\text{m}$ .

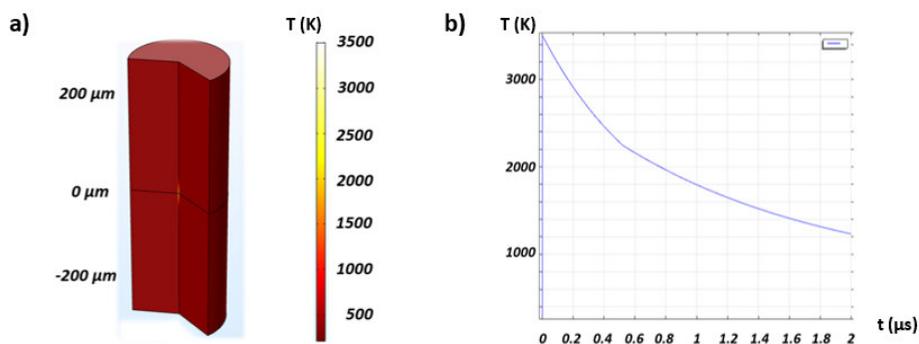


FIGURE 5.5: Élévation de température dans le verre pour l'absorption d'une impulsion unique de 2  $\mu\text{J}$  focalisée par un objectif de microscope, sur un diamètre de 5  $\mu\text{m}$  et une profondeur de focalisation de 20  $\mu\text{m}$  : a) Cartographie de température montrant un échauffement extrêmement localisé, b) Dynamique de diffusion de la température dans le verre entre deux impulsions successives.

de fissures. Ce que nous avons observé expérimentalement. La zone spatiale concernée étant plus longue, les contraintes de positionnement du point focal sont moindres et le procédé de soudure plus rapide, ce qui est un facteur clé nous ayant permis d'atteindre une vitesse de soudure de 1000 mm/s.

Cela démontre un mécanisme différent d'accumulation thermique : dans le cas d'un objectif de microscope, l'effet d'accumulation thermique est utilisé pour augmenter spatialement la zone fondue, tandis que dans le cas de la lentille à longue focale, l'effet d'accumulation thermique est utilisé pour augmenter la température du volume irradié.

### 5.3 Extension du point de fonctionnement du soudage de verres à l'assemblage de verre sur silicium

L'un des avantages de la technique d'assemblage par impulsions laser ultracourtes repose sur le faible volume fondu et la faible zone thermiquement affectée, ce qui rend possible de souder des matériaux ayant des coefficients de dilatation thermique différents. Ainsi le soudage de n'importe quel type de verre sur du silicium est possible, sans être limité au pyrex ayant un coefficient de dilatation thermique proche de celui du silicium. De plus, d'après la littérature, il est possible d'assembler différents types de matériaux avec une même gamme de paramètres lasers [111]. Le point de fonctionnement mis en évidence pour le verre étant très large et robuste, le même phénomène devrait pouvoir être adapté à l'assemblage du verre sur un semi-conducteur ou un métal.

Des travaux d'assemblage de verre borosilicate sur du silicium monocristallin ont été expérimentés à partir du point de fonctionnement identifié pour l'assemblage de verres. Une large gamme de paramètres permettant le soudage, dont les bornes sont présentées dans le tableau 5.1, a ainsi été identifiée.

|                                   | Gamme de soudabilité |
|-----------------------------------|----------------------|
| Longueur d'onde $\lambda$         | 515 nm / 1030 nm     |
| Fréquence de répétition $F_{rep}$ | 500 kHz / 2 MHz      |
| Puissance moyenne $P_{moy}$       | De 2,2 à 24,2 W      |
| Vitesse de balayage $V$           | De 50 à 3000 mm/s    |

TABLE 5.1: Bornes des paramètres permettant le soudage de verre sur silicium, pour une durée d'impulsion de 300 fs

D'un point de vue esthétique, les soudures réalisées ne présentent pas d'endommagement des matériaux ni de bavures ou de fissures, et apparaissent comme « invisibles » à l'œil nu, comme le montre la figure 5.6.

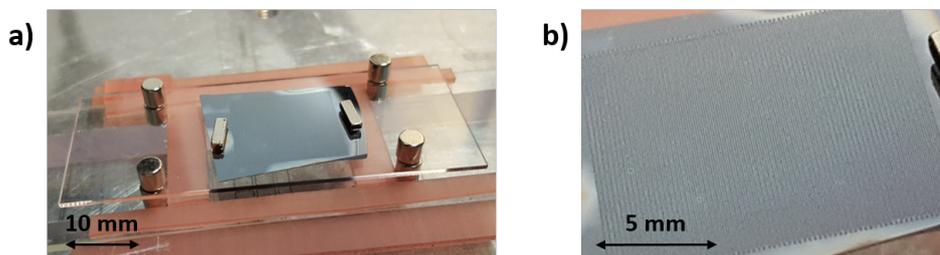


FIGURE 5.6: Photo d'un échantillon soudé de verre sur silicium : a) Vue macroscopique de l'échantillon soudé, la zone soudée apparaissant comme invisible, b) Agrandissement de la zone soudée permettant d'apercevoir les cordons de soudure

Les performances de ce type d'assemblage en termes de résistance mécanique, thermique et d'étanchéité ont été caractérisées de la même façon que pour les assemblages de verres. Une très haute résistance à l'arrachement, de l'ordre de 20 MPa a été atteinte, de même qu'une très haute résistance thermique attestée par la tenue des échantillons à des chocs thermiques allant jusqu'à au moins 300 °C. De plus, de la même façon que pour les assemblages de verres, l'étanchéité des cordons est avérée pour des géométries fermées.

Une technique d'assemblage de verre sur silicium par impulsions laser nanosecondes a déjà été démontrée dans la littérature, mais semble présenter des performances moins intéressantes [32]. La différence entre ces performances est expliquée par le mécanisme différent de formation de la soudure, le soudage par impulsions laser ultracourtes reposant sur une absorption localisée de l'énergie dans le verre et le silicium, tandis que le soudage par impulsions laser nanosecondes repose sur une absorption uniquement par le silicium.

Une analyse des cordons par spectrométrie Raman a été réalisée dans le but d'identifier les différences de structure qui pourrait traduire cette différence de mécanisme. Le spectromètre Raman utilisé, présent à la plateforme C3-Fab du laboratoire ICube, est composé d'une source laser Nd :YAG centrée à 532 nm et présente une résolution inférieure à 1  $\text{cm}^{-1}$ . Les spectres Raman des échantillons ont été mesurés par Frédéric Antoni, et l'analyse de ces spectres, réalisée à l'aide d'un code Matlab développé par François Stock, a porté sur les variations observées sur le pic du silicium à 520  $\text{cm}^{-1}$ , en termes de position, d'intensité ou d'élargissement du pic. La signification des variations est illustrée dans la figure 5.7.

Un décalage du pic du silicium est observé dans le cas du soudage de verre sur silicium par impulsions laser nanosecondes, traduisant la présence de contraintes résiduelles. La figure 5.8 illustre la valeur des contraintes résiduelles  $\sigma$  déterminées à partir du décalage du pic  $\omega_s$  par rapport à sa position

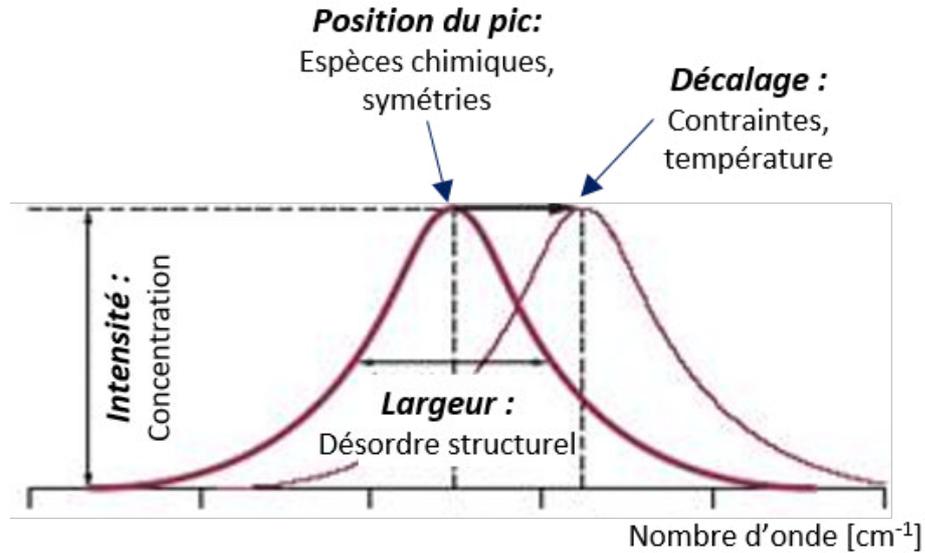


FIGURE 5.7: Schéma d'un pic Raman et signification des ses caractéristiques principales

pour le silicium non irradié  $\omega_r$ , calculée par la formule 5.4 [124]. Au contraire, dans le cas du soudage par impulsions laser femtosecondes, il n'y a aucun décalage du pic.

$$\sigma = -250(\omega_s - \omega_r) \quad (5.4)$$

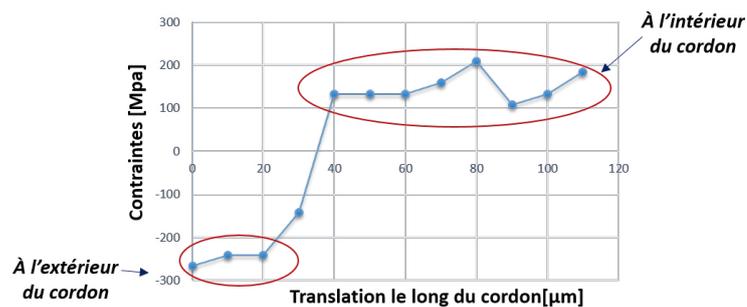


FIGURE 5.8: Contraintes résiduelles le long d'un cordon de soudure verre/silicium soudé par impulsions laser nanosecondes ( $\lambda = 1027 \text{ nm}$ ,  $f = 29 \text{ kHz}$ ,  $P_{\text{moy}} = 11,25 \text{ W}$ ,  $v = 24 \text{ mm/s}$ )

L'analyse du rapport intensité/largeur le long de la section d'un cordon

de soudure permet d'étudier le degré de cristallinité du silicium. Dans le cas du soudage par impulsions laser nanosecondes, une augmentation du ratio démontre une augmentation du degré de cristallinité, tandis que dans le cas du soudage par impulsions laser femtosecondes, la diminution de ce rapport témoigne d'une amorphisation du silicium, comme illustré dans la figure 5.9.

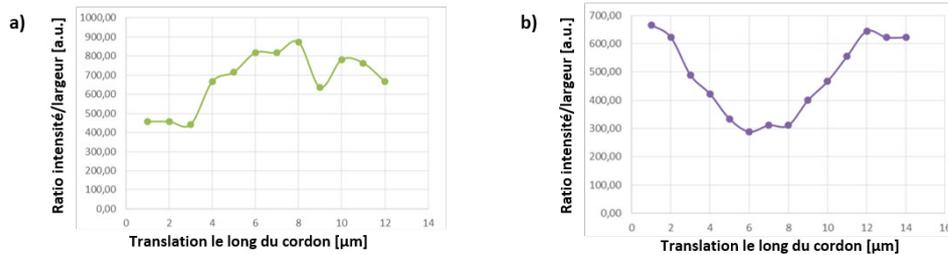


FIGURE 5.9: Courbes illustrant les variations du ratio intensité/largeur le long de la section d'un cordon de soudure verre/silicium : a) pour un soudage nanoseconde ( $\lambda = 1027 \text{ nm}$ ,  $f = 29 \text{ kHz}$ ,  $P_{\text{moy}} = 11,25 \text{ W}$ ,  $v = 24 \text{ mm/s}$ ), b) pour un soudage femtoseconde ( $\lambda = 1030 \text{ nm}$ ,  $f = 500 \text{ kHz}$ ,  $P_{\text{moy}} = 5 \text{ W}$ ,  $v = 100 \text{ mm/s}$ ).

Lors de l'observation de la forme du pic du silicium dans le cas des deux types de soudage, il apparait qu'un épaulement du pic est présent pour le soudage par impulsions laser femtosecondes, et non pour celui par impulsions laser nanosecondes, comme illustré sur la figure 5.10. Cet épaulement traduit un mélange de matières dans le cas du soudage par impulsions laser femtosecondes.

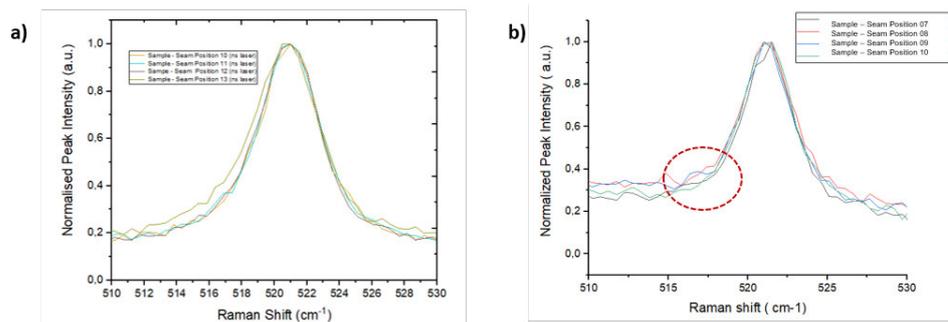


FIGURE 5.10: Pic du silicium pour différentes position le long de la section d'un cordon de soudure verre/silicium : a) pour un soudage nanoseconde ( $\lambda = 1027 \text{ nm}$ ,  $f = 29 \text{ kHz}$ ,  $P_{\text{moy}} = 11,25 \text{ W}$ ,  $v = 24 \text{ mm/s}$ ), b) pour un soudage femtoseconde ( $\lambda = 1030 \text{ nm}$ ,  $f = 500 \text{ kHz}$ ,  $P_{\text{moy}} = 5 \text{ W}$ ,  $v = 100 \text{ mm/s}$ ), pour lequel un épaulement est visible.

D'après ces analyses, le soudage de verre sur silicium par laser nanoseconde s'apparenterait à un assemblage mécanique de surface du silicium sur le verre uniquement, tandis que l'assemblage de verre sur silicium par laser femtoseconde serait formé par un mélange en volume des deux matériaux en fusion. Cette analyse confirme les hypothèses exprimées dans la littérature sur les mécanismes de formation de la soudure par impulsions nanosecondes et femtosecondes, et valide les meilleures performances obtenues en femtosecondes.

Une telle comparaison n'était pas faisable dans le cas de soudure verre-verre, celle-ci ne pouvant pas être réalisée par impulsions nanosecondes. En outre la comparaison des spectres Raman de soudure verre-verre par impulsions femtosecondes, non présentée ici, s'est avérée plus délicate et demanderait des investigations supplémentaires.

## 5.4 Optimisation et industrialisation du procédé

L'analyse du plan d'expériences a donné des pistes d'amélioration des performances en fonction des paramètres laser. Toutefois, d'autres solutions peuvent être mises en œuvre dans le but d'améliorer et d'optimiser le procédé de soudage.

### 5.4.1 Influence de la géométrie de soudure

Dans le cadre du plan d'expériences, la géométrie avait été fixée à la réalisation de cordons de soudure rectilignes, parallèles, pour lesquels la distance inter-cordons était dépendante de la largeur des cordons de façon à conserver un ratio d'aire soudée constant. Cependant, il a été démontré dans la littérature que la géométrie des cordons avait une influence sur les performances du soudage [40].

#### 5.4.1.1 Recouvrement transverse

Jusqu'à présent, la plupart des échantillons étudiés avaient été réalisés pour un recouvrement transverse constant, lié au ratio  $\alpha$  d'aire soudée défini dans le chapitre III (section 3.7.3, page 93). L'étude de l'influence de ce recouvrement sur les différentes propriétés de l'assemblage pourrait permettre d'améliorer davantage les performances. D'après la littérature [40], la valeur de la résistance mécanique obtenue pour des cordons de soudure parallèles dépend de la quantité de matière fondue.

Dans le chapitre précédent, l'influence du recouvrement sur les propriétés des assemblages avait été investiguée afin de valider la pertinence des conclusions tirées des plans d'expériences. Les tableaux 5.2 et 5.3 rappellent les valeurs du diamètre des cordons, du pas de hachurage, du ratio  $\alpha$ , et des propriétés mesurées.

| N°  | Diamètre<br>[ $\mu\text{m}$ ] | Hachurage<br>[ $\mu\text{m}$ ] | Ratio<br>- | Aire soudée<br>$\text{mm}^2$ |
|-----|-------------------------------|--------------------------------|------------|------------------------------|
| A.1 | 7,5                           | 5                              | 1,5        | 25                           |
| A.2 | 7,5                           | 10                             | 0,75       | 18,8                         |
| A.3 | 7,5                           | 20                             | 0,38       | 9,4                          |
| A.4 | 7,5                           | 50                             | 0,15       | 3,8                          |
| A.5 | 7,5                           | 100                            | 0,08       | 1,9                          |
| B.1 | 15                            | 12                             | 1,25       | 25                           |
| B.2 | 15                            | 25                             | 0,60       | 15,0                         |
| B.3 | 15                            | 50                             | 0,30       | 7,5                          |
| B.4 | 15                            | 125                            | 0,12       | 3,0                          |
| B.5 | 15                            | 250                            | 0,06       | 1,5                          |

TABLE 5.2: Différents pas de hachurage implémentés pour la combinaison B, et les valeurs de ratio et aires soudées correspondants.

| N°  | Ratio<br>- | Force<br>[N] | Contrainte<br>[MPa] | Retard<br>[nm] | Absorption<br>[%] |
|-----|------------|--------------|---------------------|----------------|-------------------|
| A.1 | 1,5        | 100          | 4                   | 14             | 5,9               |
| A.2 | 0,75       | 107          | 5,7                 | 16             | 6,8               |
| A.3 | 0,38       | 100          | 10,7                | 34             | 7,4               |
| A.4 | 0,15       | 82,3         | 21,9                | 43             | 4,5               |
| A.5 | 0,08       | 53           | 28,2                | 47             | 2,3               |
| B.1 | 1,25       | 155          | 6,2                 | -              | 76,7              |
| B.2 | 0,60       | 140          | 9,3                 | 26             | 56,6              |
| B.3 | 0,30       | 105          | 14                  | 27             | 35,2              |
| B.4 | 0,12       | 72,7         | 24                  | 33             | 11,1              |
| B.5 | 0,06       | 30           | 20                  | 46             | 4,5               |

TABLE 5.3: Propriétés mesurées pour différentes valeurs du ratio

La mesure du retard optique induit par biréfringence permet d'évaluer les contraintes résiduelles dans les cordons de soudure. La valeur mesurée du retard optique, à paramètres laser constants, augmente lorsque le ratio diminue pour les deux configurations de paramètres laser. Cela se traduit par une augmentation du retard optique mesuré lorsque la distance entre deux cordons successifs augmente. Une hypothèse pour expliquer la diminution de la biréfringence induite lorsque la distance entre les cordons diminue pourrait être la présence d'un phénomène de recuit du premier cordon lorsque le deuxième cordon est inscrit.

La mesure du taux d'absorption permet d'évaluer la transparence de l'assemblage. L'élévation du taux de recouvrement transverse des cordons de soudure entraîne une augmentation du taux d'absorption, ce qui est cohérent

avec l'augmentation de la surface soudée effective.

Il est néanmoins intéressant de noter que le taux d'absorption atteint une saturation autour d'une valeur entre 6 et 8 % pour des cordons de soudure réalisés pour la configuration de paramètres à faibles valeurs d'énergie. Au contraire, pour la configuration de paramètres à haute fréquence de répétition, générant des cordons inhomogènes, le taux d'absorption reste croissant avec le ratio, et atteint des valeurs très élevées entre 70 et 80 %.

Ainsi, il peut être crucial de porter attention au recouvrement transverse des cordons, surtout dans le cas de paramètres laser produisant des cordons de soudure inhomogènes.

#### 5.4.1.2 Influence de la géométrie des cordons

En plus du recouvrement transverse des cordons, la géométrie des cordons de soudure peut avoir une influence sur les performances des assemblages.

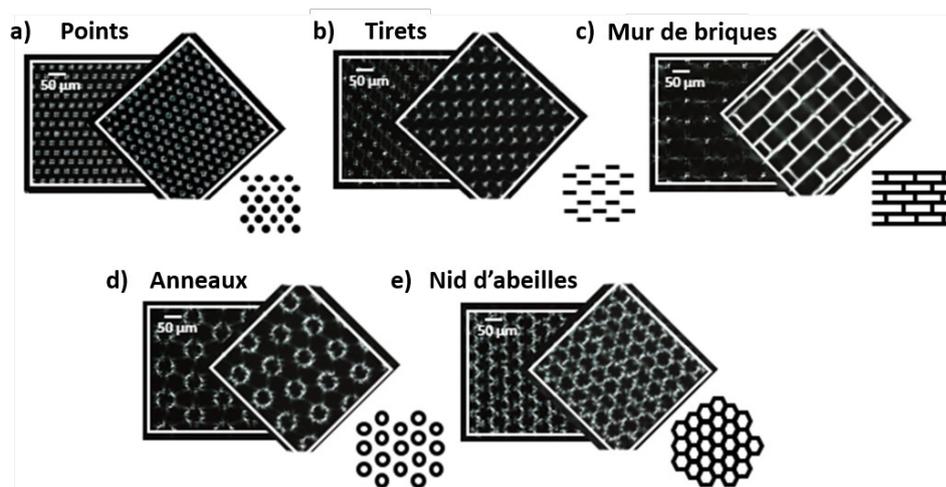


FIGURE 5.11: Observation par photoélasticimétrie de différents orientations de contraintes en fonction de la géométrie des cordons de soudure : certaines géométries présentent un axe de contraintes principales (tirets, mur de briques), tandis que d'autres ont une répartition isotropique (points, anneaux, nids d'abeille)

L'homogénéité et l'orientation de la biréfringence peuvent être contrôlées par la géométrie des cordons de soudure. Dans la figure 5.11, la transmission à travers les polariseurs croisés est présentée pour différentes géométries : points, tirets, mur de briques, anneaux et nids d'abeilles. La transmission à travers le microscope dans le cas des anneaux, de même que pour les points et les nids d'abeilles, ne dépend pas de l'orientation de l'échantillon. Cela signifie que les contraintes sont distribuées dans toutes les directions

à l'échelle microscopique. Au contraire, dans le cas du mur de briques ou de la géométrie en tirets, la transmission à travers le système de polariseurs croisés présente une forte dépendance sur l'orientation de l'échantillon. Les contraintes induites ont alors des directions préférentielles.

La résistance mécanique de deux géométries de cordons différentes, des points et des lignes, a été analysée pour des assemblages de verre sur du silicium. Ces assemblages ont été réalisés en utilisant des paramètres laser identiques, et des recouvrements transverses équivalents. Le tableau suivant recense les valeurs de force à la rupture pour les 5 échantillons de chaque configuration.

| Géométrie | Ech.<br>1 | Ech.<br>2 | Ech.<br>3 | Ech.<br>4 | Ech.<br>5 | Moy.  | E.T. |
|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-------|------|
| Lignes    | 70 N      | 40 N      | 45 N      | 110 N     | 80 N      | 69 N  | 25,4 |
| Points    | 155 N     | 140 N     | 115 N     | 187 N     | 173 N     | 154 N | 25,2 |

TABLE 5.4: Propriétés mesurées pour différentes valeurs du ratio

Il apparaît que la force nécessaire à la rupture est supérieure pour une géométrie d'assemblage en forme de points, d'une moyenne de l'ordre de 150 N, que pour des cordons rectilignes, de l'ordre de 70 N. Cela démontre l'influence de la géométrie des cordons sur la tenue mécanique de l'assemblage. Cela peut être expliqué par le fait qu'une géométrie discontinue peut conduire ou stopper la propagation des fissures.

Le taux d'absorption a aussi été caractérisé pour plusieurs géométries de cordons de soudure. Les valeurs mesurées du taux d'absorption sont recensées dans le tableau 5.5.

| Géométrie  | Lignes | Points | Anneaux | Nid<br>d'abeilles |
|------------|--------|--------|---------|-------------------|
| Absorption | 5,1 %  | 5,1 %  | 6,7 %   | 15,6 %            |

TABLE 5.5: Taux d'absorption en fonction de la géométrie

La valeur plus élevée du taux d'absorption dans le cas de la géométrie en nid d'abeilles s'explique par le fait qu'à distance égale entre deux « cordons », les nids d'abeilles occupent une surface bien supérieure que celle occupée par les autres géométries.

Le choix d'une géométrie en matrice de points apporte de meilleures performances que les cordons rectilignes, avec une meilleure résistance mécanique et une transparence équivalente.

### 5.4.2 Relaxation des contraintes par recuit post-traitement

Il a déjà été présenté dans les chapitres précédents que le principe de formation des cordons de soudure génère des contraintes résiduelles dans le matériau. Ces contraintes peuvent être relaxées par un traitement de recuit mis en œuvre après le soudage [81]. L'influence du procédé de post-traitement par recuit thermique a été étudiée en caractérisant plusieurs échantillons recuits à différentes températures.

Le traitement par recuit a été réalisé suivant le même protocole pour les différentes températures. Les échantillons sont déposés dans un four à froid, puis une montée en température de 100 °C par heure est mise en œuvre, jusqu'à atteindre la température souhaitée. Les échantillons sont maintenus pendant 2 heures à la température de recuit, avant de refroidir lentement avec le four. Les différentes températures de recuit implémentées varient entre 200 °C et 600 °C. La température de 700 °C étant très proche de la température de transition vitreuse du borosilicate, les échantillons ne peuvent supporter un tel recuit.

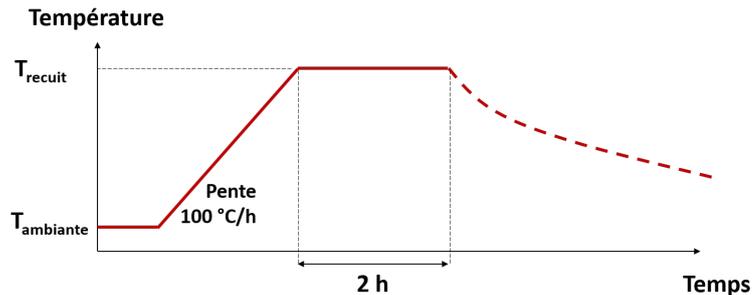


FIGURE 5.12: Illustration du cycle thermique du recuit mis en œuvre sur les échantillons.

Différentes caractérisations ont ensuite été menées sur les échantillons afin d'étudier les variations des propriétés du procédé de soudage après le recuit.

L'analyse des contraintes par photoélasticimétrie permet d'observer la relaxation des contraintes dans le matériau grâce au procédé de recuit. Les contraintes, mesurées d'après la technique présentée au chapitre 3, sont rapportées dans le tableau 5.6. La valeur des contraintes diminue à partir d'un recuit à 400 °C. Pour le recuit à 600 °C, il devient impossible de mesurer la valeur de la contrainte parce que la différence de chemin optique induite n'est plus détectable. La figure 5.13 confirme cette analyse : les contraintes ne sont plus détectables pour une température de recuit de 600 °C. Il est toutefois bon de noter que la figure 5.13 ne permet pas de déterminer la quantité de contraintes dans les cordons, ni de comparer ces contraintes pour les diffé-

rentes températures de recuit. En effet, lors de l'acquisition de ces images par le microscope optique, un réglage automatique du contraste et de la luminosité est réalisé par l'appareil de façon à maximiser la qualité de la prise de vue.

|                   |    |     |     |     |     |
|-------------------|----|-----|-----|-----|-----|
| $T_{recuit}$ [°C] | -  | 200 | 400 | 500 | 600 |
| Contraintes [MPa] | 60 | 60  | 33  | 11  | -   |

TABLE 5.6: Mesure de la différence de chemin optique induite par la biréfringence présente dans les cordons de soudure pour différentes température de recuit.

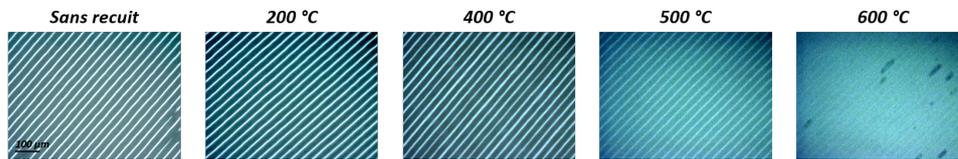


FIGURE 5.13: Réduction des contraintes résiduelles par recuit thermique : à partir de 400 °C, les contraintes résiduelles sont relaxées dans le matériau.

Le taux de transmission des échantillons a aussi été mesuré pour les différentes températures de recuit. Une nette augmentation du taux de transmission peut être observée pour la température de recuit de 400 °C. Cependant, pour la température de recuit de 600 °C, bien que les contraintes aient été relaxées dans le matériau d'après les mesures de photoélasticimétrie, le taux de transmission présente une chute par rapport au taux de transmission initial avant recuit. En effet, une teinte blanchâtre peut être observée, qui est certainement liée à la proximité de la température de recuit par rapport à la température de transition vitreuse du matériau.

|                       |     |     |     |     |      |
|-----------------------|-----|-----|-----|-----|------|
| $T_{recuit}$ [°C]     | -   | 200 | 400 | 500 | 600  |
| Taux d'absorption [%] | 8,2 | 7,3 | 1,1 | -   | 13,3 |

TABLE 5.7: Mesure de la différence de chemin optique induite par la biréfringence présente dans les cordons de soudure pour différentes température de recuit.

La mise en œuvre d'un procédé de recuit présente alors un réel intérêt permettant de réduire les contraintes résiduelles dans le matériau et d'améliorer la transparence de la zone soudée. De plus, d'après la littérature, le procédé de recuit permettrait aussi d'améliorer la résistance mécanique [81].

### 5.4.3 Influence de la distance inter-verres

Tous les essais présentés jusqu'ici ont été réalisés sur des lames de verre mises en contact optique, ce qui correspond à une distance inter-verres inférieure à 120 nm [97]. Cette situation est idéale car la distance à combler pour souder les deux lames de verre est minimale. Cependant, l'obtention d'un contact optique impose de hautes contraintes sur la qualité de surface des lames (rugosité arithmétique moyenne inférieure au nm, planéité de l'ordre de 1  $\mu\text{m}$ ).

D'un point de vue industriel, cette exigence d'une haute qualité de surface serait très contraignante et conduirait à une augmentation des coûts de mise en œuvre. Elle impliquerait soit un traitement particulier de la surface du verre, par polissage, soit une limite de l'utilisation du procédé à certains types de verres dont le procédé de fabrication permet d'atteindre les conditions favorables au contact optique. Pour certaines applications, ces contraintes pourraient toutefois être tolérées, par exemple dans le cas où l'assemblage de verre remplacerait une autre technique d'assemblage qui exigeait déjà un contact optique, telle que la jonction anodique.

La mise en œuvre du procédé de soudage de verre par impulsions laser ultracourtes sans contact optique entre des lames de verre de qualité de surface quelconque présenterait un réel intérêt industriel. Différents travaux de l'état de l'art, présentés dans le chapitre 2, ont déjà démontré la capacité de souder des lames de verre présentant une distance de l'ordre de quelques micromètres [38, 101].

La stratégie mise en œuvre lors de ce travail de thèse a consisté à adapter les paramètres laser en fonction de la distance entre les verres. Plus la distance inter-verre est éloignée d'un contact optique, plus la quantité d'énergie incidente sur le matériau doit être augmentée. L'enjeu de ce travail étant d'être capable de déterminer les paramètres à implémenter en fonction de la distance entre les verres, il est impératif de pouvoir évaluer cette distance inter-verre.

#### 5.4.3.1 Mesure de la distance entre les lames de verre

La distance entre les lames de verre peut être visuellement déterminée grâce aux franges d'interférence appelées anneaux de Newton, visibles sur la photo de gauche la figure 5.14. Le centre des anneaux de Newton, apparaissant sous une couleur sombre, correspond à une distance inférieure à 120 nm, tandis qu'une frange colorée indique une zone pour laquelle la distance inter-verre est constante. Il est ainsi possible de déterminer la distance entre les verres grâce à la couleur de la frange.

Les interférences ont lieu entre la réflexion de la lumière sur la face interne de la lame supérieure et celle sur la face haute du deuxième verre, comme illustré sur le schéma de droite de la figure 5.14. Les anneaux observés cor-

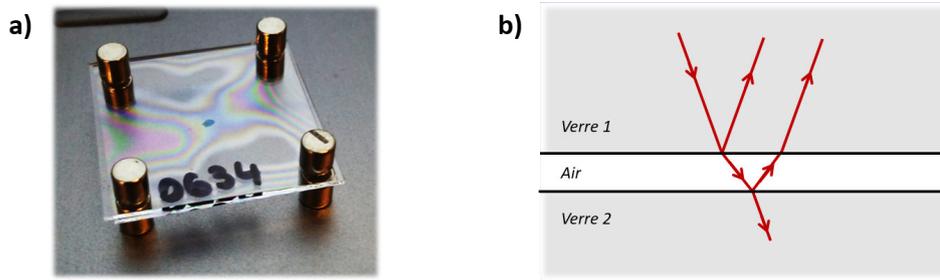


FIGURE 5.14: Photo de deux lames de verre avant soudage, présentant des zones en contact optique et des zones dont la distance inter-verre est supérieure à 120 nm, visible grâce aux anneaux de Newton.

respondent à des interférences constructives ayant lieu pour des distances inter-verre satisfaisant, en incidence normale, la formule :

$$ne = (2p \pm 1) \frac{\lambda_0}{4} \quad (5.5)$$

Avec  $n$  l'indice de réfraction du matériau, de l'air dans notre cas,  $e$  l'épaisseur à déterminer,  $p$  l'ordre des interférences et  $\lambda_0$  la longueur d'onde de la lumière d'observation. Il est alors possible de déterminer la distance entre les lames de verre en fonction de la couleur des anneaux, dont la correspondance est donnée dans la figure 5.15.

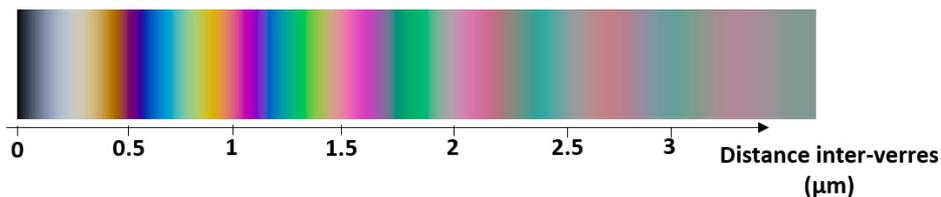


FIGURE 5.15: Correspondance entre la couleur des franges d'interférences observées et la distance inter-verre associée.

Il est plus aisé de déterminer une distance inter-verre lorsqu'une zone en contact optique est au préalable présente, servant de repère pour la détermination de l'ordre des interférences. C'est pourquoi ces travaux ont été effectués sur des lames de haute qualité de surface autorisant la formation d'un contact optique. Cependant, contrairement aux travaux précédents, les essais ont été réalisés sur les zones n'étant pas en contact optique.

### 5.4.3.2 Compensation de l'écart par augmentation de l'énergie déposée

Lors de l'étude préliminaire, la gamme de paramètres permettant le soudage avait été déterminée pour des lames en contact optique. En partant de cette gamme de paramètres, les seuils d'énergies et de vitesses ont pu être identifiés pour différentes valeurs de la distance entre les lames de verre.

Le principe général consiste à augmenter la quantité d'énergie déposée dans le but d'augmenter la dilatation de la matière fondue. La figure 5.16 démontre la faisabilité d'un soudage sur une zone présentant une distance inter-verre initiale de l'ordre de 500 nm.

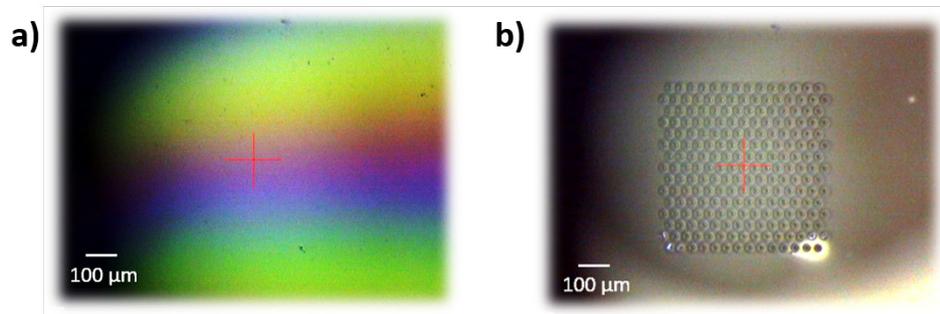


FIGURE 5.16: Formation d'un soudage sans contact optique : a) franges d'interférences avant soudage démontrant une distance inter-verre de l'ordre de 500 nm, b) Soudage créé sans contact optique préalable.

Des exemples de seuils de paramètres permettant le soudage en fonction de la distance inter-verre sont présentés dans le tableau 5.8. L'adaptation de la quantité d'énergie déposée, selon les capacités du système expérimental, a permis d'obtenir un assemblage pour des verres ayant une distance allant jusqu'à 2 μm.

| Distance inter-verres | 0,5 μm  | 1,0 μm  | 1,5 μm  | 2,0 μm  |
|-----------------------|---------|---------|---------|---------|
| $F_{rep}$             | 2 MHz   | 2 MHz   | 2 MHz   | 2 MHz   |
| $E_p$                 | 3,0 μJ  | 4,6 μJ  | 6,5 μJ  | 12 μJ   |
| $V$                   | 50 mm/s | 50 mm/s | 50 mm/s | 10 mm/s |

TABLE 5.8: Paramètres seuil permettant le soudage pour différentes valeur de la distance inter-verres, pour une longueur d'onde de 1030 nm et une durée d'impulsion de 300 fs

Il est toutefois possible, dans certaines conditions, d'aller plus loin et d'augmenter entre cette distance inter-verre de 2 μm. En effet, il apparaît que le processus de soudage de verre, même sur des verres ayant une distance

inter-verre initiale de l'ordre de 1 à 2  $\mu\text{m}$ , crée une situation de contact optique entre les verres autour des cordons de soudure, comme cela est visible dans la figure 5.17. Autour de ces cordons de soudure, les anneaux de soudure observés démontrent que la distance entre les lames de verre est inférieure à la distance entre ces mêmes lames avant le soudage. Il est ainsi possible de propager le contact optique en partant d'une zone en contact optique ou d'une zone pour laquelle la distance initiale est inférieure à 2  $\mu\text{m}$ , pour ensuite souder des zones qui présentaient initialement une distance inter-verre supérieure à 2  $\mu\text{m}$ . En utilisant ce phénomène de propagation du contact optique, des surfaces soudées de dimension de 1  $\text{cm}^2$  ont pu être soudées à partir d'une surface en contact optique d'une surface d'environ 1  $\text{mm}^2$ .

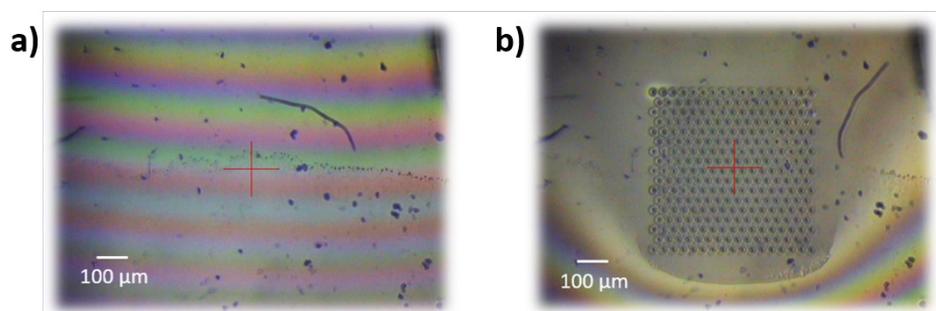


FIGURE 5.17: Propagation du contact optique : a) franges d'interférences avec le soudage significatives d'une distance allant jusqu'à 2,5  $\mu\text{m}$ , b) franges d'interférences autour de la géométrie soudée démontrant une distance inter-verre inférieure à 500 nm.

## 5.5 Conclusion

Nos simulations montrent que le comportement thermique de notre technique basée sur une focalisation via un système de faible ouverture numérique est très éloigné des très hautes températures atteintes en littérature dès l'arrivée de la première impulsion. L'effet d'accumulation thermique dans notre méthode de soudage n'est pas utilisé afin d'augmenter les dimensions de la zone fondue, mais d'augmenter graduellement la température dans un volume plus grand jusqu'à atteindre une température proche de la température de fusion du verre. Cela permet de réduire les gradients thermiques et donc les contraintes résiduelles dans les cordons et de réduire les risques de fracture du verre, ainsi que de maintenir une bonne transparence. Le cordon plus long en profondeur permet un positionnement moins sensible du point focal qui facilite la montée en vitesse de balayage. Les performances obtenues par les assemblages de verre sur verre, comme de verre sur silicium démontrent

une robustesse du procédé de soudage. Une très haute résistance mécanique, supérieure à celle de la jonction anodique a été obtenue, tout en présentant une très haute résistance thermique. Le choix de la géométrie des cordons de soudure permet d'améliorer les performances mécaniques des assemblages et les performances en termes de transparence. En particulier, l'intérêt des matrices de points, qui évitent la propagation des fissures a été montré. La mise en œuvre d'un procédé de recuit permet également l'amélioration des performances mécaniques, de mêmes que la réduction des contraintes résiduelles et du taux d'absorption. Enfin, la capacité démontrée de souder des lames de verre ayant une distance inter-verre supérieure de l'ordre de 3 à 4  $\mu\text{m}$  présente un réel intérêt en vue d'une industrialisation du procédé.

Des analyses complémentaires de la migration d'éléments de plomb à une interface borosilicate/verre au plomb pourraient être effectuées afin d'approfondir la compréhension des mécanismes de formation des cordons de soudure. Une mesure in-situ de la température lors du procédé de soudage permettrait de valider et d'aider à l'amélioration de la modélisation thermique.

# Conclusion générale

Ce travail de thèse a été consacré au soudage de verres par impulsions laser ultracourtes. En particulier, le procédé de soudage a été mis en œuvre par l'utilisation d'un laser femtoseconde à haute fréquence de répétition, couplé à un système de focalisation de faible ouverture numérique.

Après avoir identifié les avantages et les inconvénients des méthodes classiques d'assemblage de verres, la technique de soudage de verres par impulsions laser ultracourtes est apparue comme prometteuse. En effet, elle offre de nombreux avantages pour des applications dans les domaines de la microfluidique, du biomédical ou de la micro-électronique, tels que l'absence de matériau additif, la localisation micrométrique de la soudure, le fait que le procédé n'induit pas une élévation globale de la température et la haute tenue thermique de l'assemblage.

Afin de mieux comprendre les mécanismes de formation de la soudure, les phénomènes d'interactions entre un verre et un faisceau d'impulsions laser ultracourtes ont été décrits. En particulier, les phénomènes d'ionisation multiphotonique, de filamentation laser et l'effet d'accumulation thermique sont au cœur des procédés d'assemblage de verres par impulsions ultracourtes. Les différentes modifications engendrées par ces phénomènes d'interaction ont été répertoriées en fonction de la densité d'énergie déposée dans le matériau, permettant de viser la gamme de paramètres pouvant être favorable au soudage.

Le soudage de verre par impulsions laser ultracourtes peut être obtenu en tirant parti de deux phénomènes différents : la filamentation laser et/ou l'effet d'accumulation thermique. Bien que les premières démonstrations de la méthode mettaient en œuvre le procédé de filamentation laser, les travaux les plus récents tirent parti des capacités de l'effet d'accumulation thermique qui permettent de maîtriser l'élévation de température et permettent d'atteindre de meilleures performances mécaniques. Cependant, les températures maximales atteintes en utilisant ce procédé sont extrêmement élevées et augmentent les risques de fissures. Notre analyse nous amène à penser que cela est dû à une focalisation trop forte du faisceau, avec des systèmes à fortes ouvertures numériques comme des objectifs de microscope.

Nous avons mis en œuvre une méthode de soudage par laser femtoseconde faisant intervenir une lentille de longue distance focale comme système de

focalisation et l'effet d'accumulation thermique, en opposition aux objectifs de microscope communément utilisés, offrant une liberté de positionnement plus importante. Cela permet de travailler à de très hautes vitesses d'usinage, via une tête scanner. La cartographie des domaines de soudage a été expérimentalement déterminée, et ce pour les deux longueurs d'onde investiguées et pour les deux durées d'impulsions.

Un plan d'expériences a été mis en œuvre dans le but d'étudier l'influence des paramètres que sont la durée d'impulsions, la longueur d'onde, la fréquence de répétition, la puissance moyenne, l'énergie par impulsion et la vitesse de balayage sur les performances des assemblages. L'utilisation d'une longueur d'onde de 515 nm conduit à des cordons de soudure plus fins, mais présentant une légère coloration et une résistance mécanique bien plus faible. La longueur d'onde de 1030 nm est donc à privilégier. Les performances obtenues pour une durée d'impulsion de 300 fs et de 1 ps sont proches, indiquant que la durée d'impulsion joue peu, dans cette gamme de durée d'impulsion, du moment que le phénomène d'absorption non-linéaire a lieu. Indépendamment de la longueur d'onde, les paramètres présentant le plus d'influence sont la fréquence de répétition, la puissance moyenne, l'énergie par impulsion et la vitesse de balayage. De manière générale, plus la quantité d'énergie déposée est importante, plus la résistance mécanique est importante, alors qu'une faible quantité d'énergie déposée conduit à une meilleure transparence et des contraintes résiduelles plus faibles. L'optimisation des performances, pour une application particulière, demande donc un compromis et peut être réalisée en identifiant les propriétés qui présentent les intérêts les plus élevés.

L'utilisation de cette méthode d'assemblage nous a permis de souder à des vitesses allant jusqu'à 1000 mm/s, sans création de microfissures, sans baisse importante de la transmission, avec des cordons étanches ayant une bonne résistance mécanique et une bonne tenue aux chocs thermiques. Les résistances mécaniques obtenues, jusqu'à 30 MPa sont comparables à ce qui se fait de mieux dans la littérature.

Des travaux d'optimisation complémentaires sur la paramétrisation, les motifs des cordons ou un post-traitement ont encore permis d'améliorer les conditions de mise en œuvre et les résultats des assemblages. L'adaptation des paramètres a permis de développer une démarche expérimentale permettant de souder des lames de verres espacées jusqu'à 4  $\mu\text{m}$ . L'intérêt d'un recuit thermique dans le but de diminuer les contraintes résiduelles et d'améliorer la transparence des assemblages a également été confirmé, de même que l'influence de la géométrie des cordons sur l'augmentation de la résistance mécanique. La méthode a aussi été appliquée avec succès à l'assemblage de verre sur du silicium.

Le modèle numérique développé pour étudier l'élévation de température dans le verre lors du procédé de soudage a permis de mettre en lumière la différence en termes de températures atteintes entre un procédé de soudure

utilisant un objectif de microscope et notre méthode utilisant une lentille à longue distance focale. L'utilisation d'un système de focalisation à ouverture numérique plus faible conduit à un volume focal plus large et plus profond, réduisant le gradient thermique lors du soudage tout en garantissant une robustesse de positionnement du point de focalisation à l'interface.

Les performances atteintes par les assemblages soudés par impulsions laser ultracourtes répondent aux objectifs qui avaient été définis car la qualité des assemblages en termes de résistances mécanique et thermique qui est équivalente, voire meilleure, à celle des autres méthodes d'assemblage, tout en conservant la transparence du verre, et cela à des vitesses élevées en accord avec les exigences des chaînes de fabrication industrielles.

Dans l'avenir, de nouvelles pistes pourraient être approfondies afin d'améliorer les performances. L'influence de la géométrie sur les performances ayant été démontrée, une étude systématique des motifs réalisés pourrait permettre de pousser les performances des assemblages, principalement en termes de résistance mécanique, de même que l'optimisation de la distance entre les cordons pour chaque géométrie. Les avantages de l'utilisation d'une lentille de focalisation à faible ouverture numérique ayant été identifiés, il pourrait être intéressant de mettre en œuvre ce procédé de soudage pour différentes lentilles de focalisation de faible ouverture numérique. L'amélioration du modèle numérique, en intégrant la modification des propriétés du verre en fonction de la température et le changement d'état, ainsi qu'une confrontation à des mesures de profil thermique et de contraintes permettraient d'affiner la compréhension du phénomène. Le ciblage d'applications particulières avec leurs contraintes propres est désormais pertinent. La question de la parallélisation du procédé peut aussi se poser.



## Annexe A

# Caractérisations des assemblages lors du plan d'expériences

### A.1 Caractérisation mécanique des assemblages

Les tableaux A.1 et A.2 recensent la valeur moyenne de la force d'arrachement et des contraintes d'arrachement pour chaque combinaison de paramètres des plans d'expériences n°1 et n°2 respectivement, de même que l'écart-type des valeurs mesurées sur 4 échantillons.

La contrainte mécanique  $\Sigma$  est déterminée comme le rapport entre la force nécessaire à la rupture  $F$  et la surface soudée  $S$ , selon la formule :

$$\Sigma = \frac{F}{S} \quad (\text{A.1})$$

| N°  | Aire soudée<br>(mm <sup>2</sup> ) | Force (N)   |                   | Contraintes (MPa) |                   |
|-----|-----------------------------------|-------------|-------------------|-------------------|-------------------|
|     |                                   | <i>Moy.</i> | <i>Ecart-type</i> | <i>Moy.</i>       | <i>Ecart-type</i> |
| 1.1 | 5.8                               | 30.4        | 9.8               | 5.2               | 1.7               |
| 1.2 | 7.5                               | 124.0       | 17.9              | 16.5              | 2.4               |
| 1.3 | 5.8                               | 124.0       | 54.0              | 21.4              | 9.3               |
| 1.4 | 10                                | 82.6        | 15.6              | 8.26              | 1.6               |
| 1.5 | 3.8                               | 54.3        | 23.1              | 14.3              | 6.1               |
| 1.6 | 5.0                               | 84.0        | 14.4              | 16.8              | 2.9               |
| 1.7 | 5.4                               | 146.7       | 23.1              | 27.2              | 4.3               |
| 1.8 | 5.0                               | 143.3       | 5.8               | 28.7              | 1.2               |

TABLE A.1: Caractérisation de la résistance mécanique des assemblage dans le cadre du plan d'expériences 1 : mesure de la force nécessaire à l'arrachement et calcul de la contrainte de rupture.

| N°  | Aire soudée<br>(mm <sup>2</sup> ) | Force (N)   |                   | Contraintes (MPa) |                   |
|-----|-----------------------------------|-------------|-------------------|-------------------|-------------------|
|     |                                   | <i>Moy.</i> | <i>Ecart-type</i> | <i>Moy.</i>       | <i>Ecart-type</i> |
| 2.1 | 5.8                               | 124.0       | 54.0              | 21.4              | 9.3               |
| 2.2 | 7.8                               | 195.0       | 49.8              | 25.0              | 6.4               |
| 2.3 | 7.5                               | 102.1       | 36.9              | 13.6              | 4.9               |
| 2.4 | 7.5                               | 140.6       | 14.0              | 18.7              | 1.9               |
| 2.5 | 6.7                               | 80.0        | 50.0              | 11.9              | 7.5               |
| 2.6 | 5.8                               | 180.0       | 56.7              | 31.0              | 9.8               |
| 2.7 | 7.5                               | 183.3       | 47.6              | 24.4              | 6.3               |
| 2.8 | 6.3                               | 153.3       | 41.6              | 24.3              | 6.6               |

TABLE A.2: Caractérisation de la résistance mécanique des assemblage dans le cadre du plan d'expériences 2 : mesure de la force nécessaire à l'arrachement et calcul de la contrainte de rupture.

En général, la contrainte d'arrachement est plus représentative pour comparer l'efficacité de deux techniques d'assemblage que la force nécessaire à la rupture car elle tient compte de la surface assemblée. Il est évident que pour une même technique, si la surface assemblée est plus grande, la résistance nécessaire à l'arrachement est également plus grande. Ainsi, donner une simple valeur de force d'arrachement n'a pas grand intérêt. Cependant, dans le cas d'une application particulière, il est intéressant de connaître cette force d'arrachement pour pouvoir la comparer aux sollicitations que pourrait subir le système. Sur un système donnée, la surface assemblée pouvant dépendre de la technique mise en œuvre, la force nécessaire à la rupture du système est alors plus intéressante à connaître que la contrainte de rupture de la méthode mise en œuvre. C'est pourquoi les deux valeurs ont été conservées dans ces tableaux.

## A.2 Récapitulatif des performances par combinaison

Les tableaux A.3 et A.4 recensent les valeurs moyennes mesurées de retard optique, de taux d'absorption, de contraintes d'arrachement et de chocs de température supportés pour chaque combinaison de paramètres des plans d'expériences n°1 et n°2 respectivement.

A.2. RÉCAPITULATIF DES PERFORMANCES PAR COMBINAISON 159

| N°  | $\Delta n$ | $T_{Trans}$ | Arrach.  | Temp.  | Étanchéité |
|-----|------------|-------------|----------|--------|------------|
| 1.1 | 51 nm      | 94.1 %      | 7.5 MPa  | 100 °C | Oui        |
| 1.2 | 61 nm      | 90.2 %      | 26 MPa   | 400 °C | Oui        |
| 1.3 | 74 nm      | 96.5 %      | 18.5 MPa | 300 °C | Oui        |
| 1.4 | 41 nm      | 82.2 %      | 18 MPa   | 100 °C | Oui        |
| 1.5 | 105 nm     | 94.5 %      | 18 MPa   | 100 °C | Oui        |
| 1.6 | 72 nm      | 86.4 %      | 16.8 MPa | 200 °C | Oui        |
| 1.7 | 78 nm      | 91.3 %      | 42 MPa   | 300 °C | Oui        |
| 1.8 | 81 nm      | 81.3 %      | 28.8 MPa | 300 °C | Oui        |

TABLE A.3: Récapitulatif des performances mesurées pour chaque combinaison de paramètres du plan d'expériences n°1

| N°  | $\Delta n$ | $T_{Trans}$ | Arrach.  | Temp.  | Étanchéité |
|-----|------------|-------------|----------|--------|------------|
| 2.1 | 74 nm      | 97.3 %      | 25.9 MPa | 300 °C | Oui        |
| 2.2 | 68 nm      | 74.3 %      | 24.5 MPa | 400 °C | Oui        |
| 2.3 | 63 nm      | 96.1 %      | 18.5 MPa | 400 °C | Oui        |
| 2.4 | 76 nm      | 69 %        | 22.4 MPa | 400 °C | Oui        |
| 2.5 | 26 nm      | 97.3 %      | 11.9 MPa | 100 °C | Oui        |
| 2.6 | 85 nm      | 81.7 %      | 25 MPa   | 300 °C | Oui        |
| 2.7 | 31 nm      | 89.3 %      | 22.2 MPa | 300 °C | Oui        |
| 2.8 | 49 nm      | 69.8 %      | 19.7 MPa | 200 °C | Oui        |

TABLE A.4: Récapitulatif des performances mesurées pour chaque combinaison de paramètres du plan d'expériences n°2



## Annexe B

# Modélisation de l'élévation thermique

### B.1 Calcul de $Q_0$

La source de chaleur est décrite par l'équation du chapitre 5 :

$$Q(r, z, t) = Q_0 \exp\left(\frac{-r^2}{2\sigma_r^2}\right) \exp\left(\frac{-z^2}{2\sigma_z^2}\right) \exp\left(\frac{-t^2}{2\sigma_t^2}\right)$$

Avec  $4\sigma_r^2$  l'étendue spatiale sur laquelle le faisceau est absorbé,  $4\sigma_z^2$  la profondeur sur laquelle le faisceau est absorbé, et  $\sigma_t = t_0/(2\sqrt{2\ln(2)})$  calculé à partir de  $t_0$  la durée d'impulsion mesurée à mi-hauteur.

La valeur de  $Q_0$  se détermine par la formule :

$$E_0 = \iiint Q(r, z, t) \quad (\text{B.1})$$

Avec :

$$\int \exp\left(\frac{-t^2}{2\sigma_t^2}\right) dt = \sigma_t \sqrt{2\pi} \quad (\text{B.2})$$

$$\int \exp\left(\frac{-z^2}{2\sigma_z^2}\right) dz = \sigma_z \sqrt{2\pi} \quad (\text{B.3})$$

$$\int \exp\left(\frac{-r^2}{2\sigma_r^2}\right) dr = \int \exp\left(\frac{-x^2}{2\sigma_r^2}\right) dx \int \exp\left(\frac{-y^2}{2\sigma_r^2}\right) dy = \sigma_r^2 2\pi \quad (\text{B.4})$$

D'où :

$$Q_0 = \frac{E_0}{4\pi^2 \sigma_r^2 \sigma_z \sigma_t} \quad (\text{B.5})$$

## B.2 Calcul du nombre d'impulsions

La modélisation de l'élévation thermique dans le matériau est réalisée pour plusieurs impulsions successives. Le nombre d'impulsions à simuler est déterminé par le diamètre sur lequel l'énergie est absorbée, la fréquence de répétition des impulsions et la vitesse de balayage par la formule :

$$N = \frac{F\theta_0}{V} \quad (\text{B.6})$$

Le tableau B.1 recense le nombre d'impulsions à simuler en fonction du diamètre d'absorption supposé :

|          |                 |                 |                 |                  |                  |                  |                  |
|----------|-----------------|-----------------|-----------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| $\theta$ | 2 $\mu\text{m}$ | 4 $\mu\text{m}$ | 8 $\mu\text{m}$ | 10 $\mu\text{m}$ | 15 $\mu\text{m}$ | 20 $\mu\text{m}$ | 30 $\mu\text{m}$ |
| $N$      | 20              | 40              | 80              | 100              | 150              | 200              | 300              |

TABLE B.1: Nombre d'impulsions incidentes en un spot en fonction du diamètre du faisceau pour une fréquence de répétition de 500 kHz et une vitesse de balayage de 50 mm/s

## Annexe C

# Approfondissement concernant la formation des cordons

Afin de mieux comprendre les phénomènes de formation de la soudure, des analyses complémentaires ont été réalisées. Cependant, leur interprétation demanderait davantage d'approfondissement, c'est pourquoi elles sont présentées en annexe.

### C.1 Analyses physico-chimiques

Dans le but d'analyser dans les cordons le mélange de matière issue des deux échantillons à assembler, deux verres de compositions très différentes ont été utilisés : une lame de verre borosilicate (MEMPAX, Schott) et une de verre fortement chargé en plomb, dit verre nucléaire (Varay Laborix).

Après assemblage, les échantillons ont été inclus dans une résine epoxyde polymérisable à 80 °C. Les plaques de verres soudées ont été placées de façon à ce que les cordons soient perpendiculaires à la face plane de l'inclusion. L'inclusion est ensuite polie suivant les préconisations de polissage de Buehler pour les verres.

Une première observation a été réalisée au microscope métallographique, puis au microscope numérique. Les échantillons ont ensuite été carbonés et observés en microscopie électronique à balayage. Pour les zones où aucun gap n'est observé entre les deux lames de verres, une cartographie X, présentée dans la figure C.1, a été réalisée pour tenter d'observer, voire de mesurer le transfert de matière entre les pièces de verre.

Il apparaît que pour une échelle de 200  $\mu\text{m}$ , il n'y a pas de migration de plomb visible d'un matériau à l'autre. La largeur des cordons étant de l'ordre de la dizaine de micromètres, une analyse complémentaire à une échelle plus petite a alors été réalisée et est présentée dans la figure C.2.

Il est ainsi possible d'observer le mélange de matière au sein des cordons de soudure. De même que pour la spectroscopie Raman, cela confirme l'hy-

pothèse présentée en littérature supposant que la jonction est obtenue par un mélange de matière dans le bain de fusion, et non par un mouillage des deux surfaces.

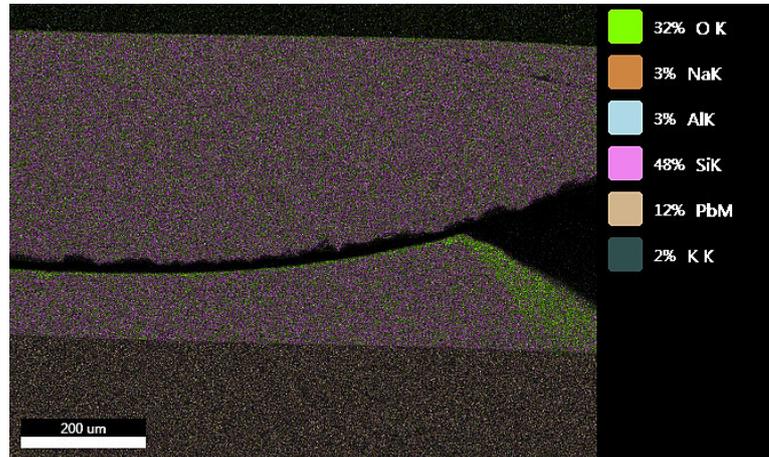


FIGURE C.1: Observation d'un assemblage de verre borosilicate sur verre au plomb par EDX

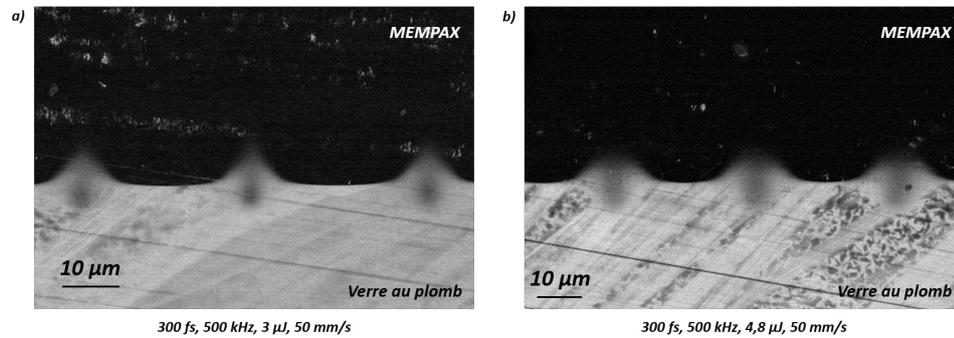


FIGURE C.2: Observation microscopique des cordons de soudure d'un assemblage de verre borosilicate sur verre au plomb par EDX

## C.2 Observation des échantillons par microscopie en génération de troisième harmonique

Les cordons de soudure ont été analysés par microscopie en génération de troisième harmonique (THG) [125] avec l'aide de Grégory Taupier. Pour cela, l'échantillon est illuminé par un faisceau laser émettant à une longueur

d'onde de 900 nm, issu d'un laser Tsunami (Spectra-Physics), et le faisceau de troisième harmonique généré par le matériau est enregistré par la caméra du microscope, d'après le système présenté dans la figure C.3.

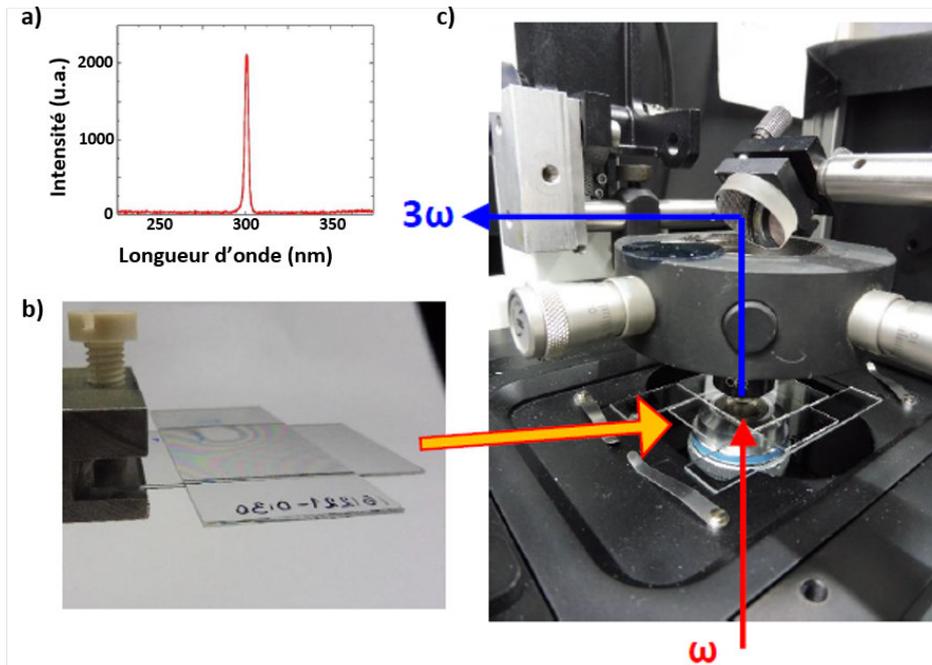


FIGURE C.3: Système expérimental utilisé pour l'analyse des cordons de soudure par microscopie de génération de troisième harmonique : a) spectre du faisceau de troisième harmonique généré par le matériau, b) mise en place de l'échantillon, c) photographie du microscope avec illustration du chemin optique

La figure C.4 montre les cordons de soudure observés par microscopie THG. Le zoom sur un cordon permet de remarquer que le signal THG n'est émis que pour une largeur des cordons de l'ordre de 2 à 4  $\mu\text{m}$ , bien inférieure à la largeur des cordons mesurée par microscopie classique. Cela peut s'expliquer par le fait que la génération de troisième harmonique est sensible aux surfaces et non aux volumes. La mesure d'une largeur de 2  $\mu\text{m}$  pourrait alors signifier que la microscopie par THG ne détecte que la surface supérieure des cordons de soudure.

La tranche des cordons de soudure a également été observée par THG, dont le résultat est visible dans la figure C.5. Le signal de troisième harmonique n'est généré que pour une profondeur d'environ 20  $\mu\text{m}$ , ce qui est bien inférieur à la valeur de la profondeur mesurée par microscopie classique, de l'ordre de 100 à 200  $\mu\text{m}$ . Cela pourrait signifier que parmi les 100 à 200  $\mu\text{m}$  de profondeur observés par microscopie optique, seuls les 20  $\mu\text{m}$  identifiables

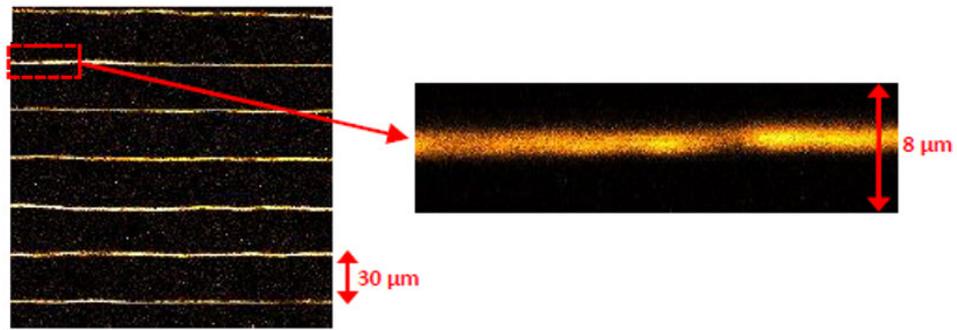


FIGURE C.4: Microscopie THG de cordons de soudure

par microscopie THG ont subi suffisamment de modifications structurales pour permettre leur détection.

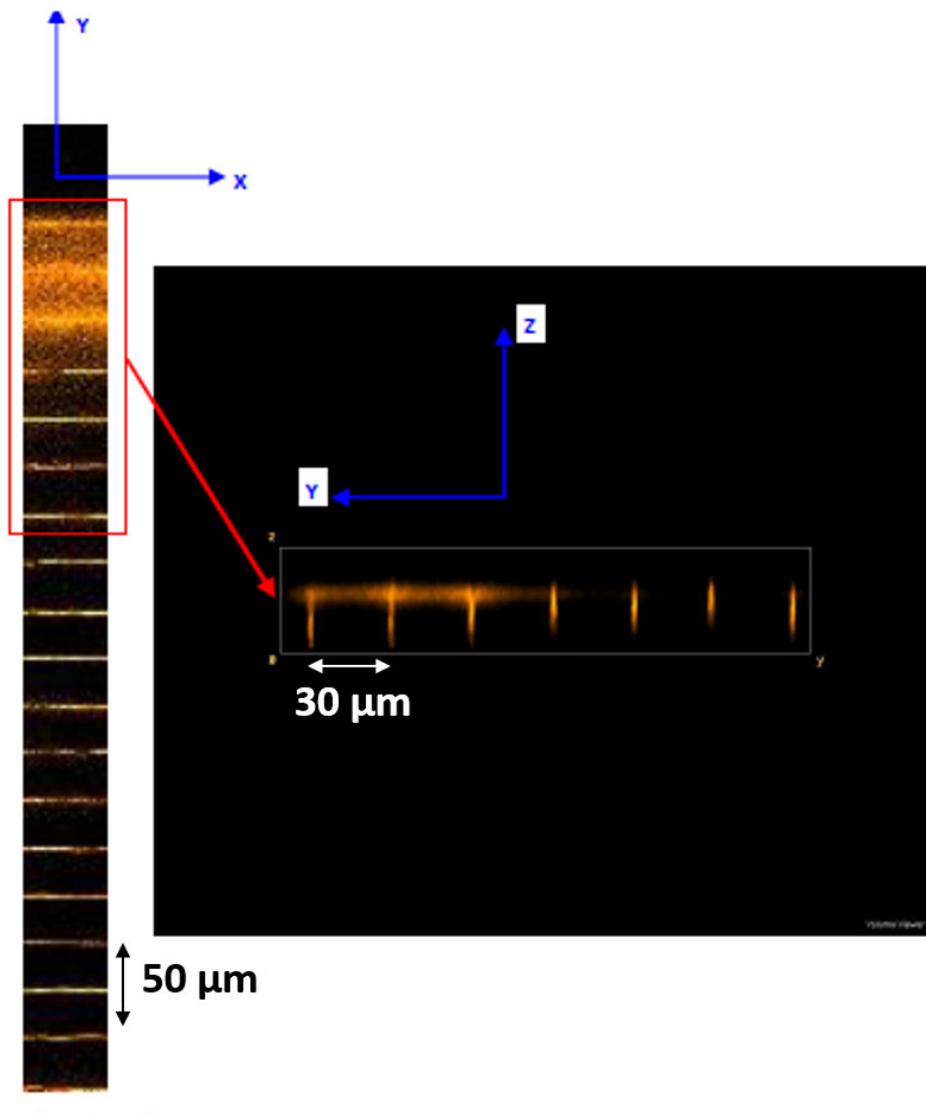


FIGURE C.5: Microscopie THG de la tranche de cordons de soudure



# Bibliographie

- [1] J. E. Shelby, *Introduction to glass science and technology*. Cambridge : Royal Society of Chemistry, 2nd ed ed., 2005.
- [2] D. Hülsenberg, A. Harnisch, and A. Bismarck, “Joining Methods for Glass Based Microdevices,” *Microstructuring of Glasses*, pp. 263–278, 2008.
- [3] T. Tamaki, W. Watanabe, J. Nishii, and K. Itoh, “Welding of transparent materials using femtosecond laser pulses,” *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 44, no. 5L, p. L687, 2005.
- [4] D. Hélie, S. Gouin, and R. Vallée, “Assembling an endcap to optical fibers by femtosecond laser welding and milling,” *Optical Materials Express*, vol. 3, p. 1742, Oct. 2013.
- [5] S. Richter, *Direct laser bonding of transparent materials using ultrashort laser pulses at high repetition rates*. PhD Thesis, Friedrich-Schiller-Universität, Jena, 2014.
- [6] C. B. Schaffer, *Interaction of femtosecond laser pulses with transparent materials*. PhD thesis, Harvard University, May 2001.
- [7] R. R. Gattass, *Femtosecond-laser interactions with transparent materials : applications in micromachinig and supercontinuum generation*. PhD thesis, Harvard University, June 2006.
- [8] S. M. Eaton, H. Zhang, P. R. Herman, F. Yoshino, L. Shah, J. Bovatsek, and A. Y. Arai, “Heat accumulation effects in femtosecond laser-written waveguides with variable repetition rate,” *Optics Express*, vol. 13, no. 12, pp. 4708–4716, 2005.
- [9] T. Tamaki, W. Watanabe, and K. Itoh, “Laser micro-welding of transparent materials by a localized heat accumulation effect using a femtosecond fiber laser at 1558 nm,” *Optics Express*, vol. 14, no. 22, pp. 10460–10468, 2006.
- [10] F. Zimmermann, S. Richter, S. Döring, A. Tünnermann, and S. Nolte, “Ultrastable bonding of glass with femtosecond laser bursts,” *Applied optics*, vol. 52, no. 6, pp. 1149–1154, 2013.

- [11] S. C. Rasmussen, "Origins of Glass : Myth and Known History," in *How Glass Changed the World*, vol. 3, pp. 11–19, Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 2012.
- [12] J. B. Lambert, "THE 2004 EDELSTEIN AWARD ADDRESS THE DEEP HISTORY OF CHEMISTRY," *Bull. Hist. Chem.*, vol. 30, no. 1, p. 9, 2005.
- [13] C. S. LIGHTFOOT, "The Pendant Possibilities of Core-Formed Glass," p. 9.
- [14] W. museum, "Glass bottle," 2018. [En ligne ; Page disponible le 28-aout-2018].
- [15] W. museum, "Name bead of hatshepsut and senenmut," 2018. [En ligne ; Page disponible le 28-aout-2018].
- [16] W. museum, "Ear ornament," 2018. [En ligne ; Page disponible le 28-aout-2018].
- [17] M. L. F. Nascimento, "Through glass, the rise of modern science," 2015.
- [18] J. Herrmann and UNESCO, eds., *History of humanity. Vol. 3 : From the seventh century BC to the seventh century AD*. Routledge reference, Abingdon, Oxon : Routledge, 1996. OCLC : 839866021.
- [19] C. M. Jackson, "MAKING COLOURLESS GLASS IN THE ROMAN PERIOD\*," *Archaeometry*, vol. 47, pp. 763–780, Nov. 2005.
- [20] D. Dungworth, "The Value of Historic Window Glass," *The Historic Environment : Policy & Practice*, vol. 2, pp. 21–48, June 2011.
- [21] I. C. Freestone and M. Bimson, "Early Venetian Enamelling on Glass : Technology and Origins," *MRS Proceedings*, vol. 352, Jan. 1995.
- [22] K. K. Leitch, "Structural Glass Technology : Systems and Applications," p. 73.
- [23] M. L. F. Nascimento, "Brief history of the flat glass patent – Sixty years of the float process," *World Patent Information*, vol. 38, pp. 50–56, Sept. 2014.
- [24] J. Barton and C. Guillemet, *Le verre, science et technologie*. Matériaux, Les Ulis : EDP sciences, 2005.
- [25] Schott, "Glass wafer and substrates," 2018. [En ligne ; Page disponible le 28-aout-2018].
- [26] ARC, "Une histoire d'innovation," 2018. [En ligne ; Page disponible le 29-aout-2018].
- [27] G. T. H. AG, *Le verre et ses applications*. Bützberg : Academic Press, 2013. OCLC : 299632937.
- [28] Saint-Gobain, "Automobile and land transportation," 2018. [En ligne ; Page disponible le 29-aout-2018].

- [29] Pilkington, “Glass systems,” 2018. [En ligne ; Page disponible le 29-aout-2018].
- [30] A. Joshi, A. Tiwari, G. Tiwari, I. Dincer, and B. Reddy, “Performance evaluation of a hybrid photovoltaic thermal (pv/t) (glass-to-glass) system,” *International Journal of Thermal Sciences*, vol. 48, pp. 154–164, Jan. 2009.
- [31] Elan, “Glass-to-metal hermetic seal,” 2018. [En ligne ; Page disponible le 29-aout-2018].
- [32] A. Utsumi, T. Ooie, T. Yano, and M. Katsumura, “Direct bonding of glass and metal using short pulsed laser,” *Journal of Laser Micro / Nanoengineering*, vol. 2, no. 2, 2007.
- [33] S. Theppakuttai, D. Shao, and S. Chen, “Localized laser transmission bonding for microsystem fabrication and packaging,” *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 6, no. 1, 2004.
- [34] J. Werkmeister, “Investigating Different Methods of Bonding Glass Substrates,” p. 4.
- [35] M. Stjernström and J. Roeraade, “Method for fabrication of microfluidic systems in glass,” *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 8, pp. 33–38, Mar. 1998.
- [36] V. Greco, F. Marchesini, and G. Molesini, “Optical contact and van der Waals interactions : the role of the surface topography in determining the bonding strength of thick glass plates,” *Journal of Optics A : Pure and Applied Optics*, vol. 3, pp. 85–88, Jan. 2001.
- [37] J. Haisma, B. A. C. M. Spierings, U. K. P. Biermann, and A. A. van Gorkum, “Diversity and feasibility of direct bonding : a survey of a dedicated optical technology,” *Applied Optics*, vol. 33, p. 1154, Mar. 1994.
- [38] K. Cvecek, R. Odatto, S. Dehmel, I. Miyamoto, and M. Schmidt, “Gap bridging in joining of glass using ultra short laser pulses,” *Optics Express*, vol. 23, p. 5681, Mar. 2015.
- [39] H. Moriceau, F. Rieutord, F. Fournel, Y. Le Tiec, L. Di Cioccio, C. Morales, A. M. Charvet, and C. Deguet, “Overview of recent direct wafer bonding advances and applications,” *Advances in Natural Sciences : Nanoscience and Nanotechnology*, vol. 1, p. 043004, Feb. 2011.
- [40] S. Richter, S. Döring, A. Tünnermann, and S. Nolte, “Bonding of glass with femtosecond laser pulses at high repetition rates,” *Applied Physics A*, vol. 103, pp. 257–261, May 2011.
- [41] A. Berthold, L. Nicola, P. Sarro, and M. Vellekoop, “Glass-to-glass anodic bonding with standard IC technology thin films as intermediate layers,” *Sensors and Actuators A : Physical*, vol. 82, pp. 224–228, May 2000.

- [42] K. Albaugh, P. Cade, and D. Rasmussen, "Mechanisms of anodic bonding of silicon to pyrex glass," pp. 109–110, IEEE, 1988.
- [43] J. Wei, "Wafer Bonding Techniques for Microsystem Packaging," *Journal of Physics : Conference Series*, vol. 34, pp. 943–948, Apr. 2006.
- [44] R. Knechtel, "Glass frit bonding : an universal technology for wafer level encapsulation and packaging," *Microsystem Technologies*, vol. 12, pp. 63–68, Dec. 2005.
- [45] R. Knechtel, M. Wiemer, and J. Frömel, "Wafer level encapsulation of microsystems using glass frit bonding," *Microsystem Technologies*, vol. 12, pp. 468–472, Apr. 2006.
- [46] L. Pohl, P. von Witzendorff, E. Chatzizyrlı, O. Suttmann, and L. Overmeyer, "CO2 laser welding of glass : numerical simulation and experimental study," *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 90, pp. 397–403, Apr. 2017.
- [47] R. R. Gattass and E. Mazur, "Femtosecond laser micromachining in transparent materials," *Nature Photonics*, vol. 2, pp. 219–225, Apr. 2008.
- [48] RefractiveIndex.info, "Refractive index database," 2018. [En ligne; Page disponible le 28-aout-2018].
- [49] C. B. Schaffer, A. Brodeur, and E. Mazur, "Laser-induced breakdown and damage in bulk transparent materials induced by tightly focused femtosecond laser pulses," *Measurement Science and Technology*, vol. 12, pp. 1784–1794, Nov. 2001.
- [50] C. Schaffer, J. Garcia, and E. Mazur, "Bulk heating of transparent materials using a high-repetition-rate femtosecond laser," *Applied Physics A : Materials Science & Processing*, vol. 76, pp. 351–354, Mar. 2003.
- [51] R. Osellame, G. Cerullo, and R. Ramponi, eds., *Femtosecond Laser Micromachining*, vol. 123 of *Topics in Applied Physics*. Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 2012.
- [52] L. V. Keldysh, "Ionization in the field of a strong electromagnetic wave," *Soviet Physics JETP*, vol. 20, pp. 1307–1314, May 1965.
- [53] K. Mishchik, "Ultrafast laser-induced modification of optical glasses : a spectroscopy insight into the microscopic mechanisms," p. 185.
- [54] R. Osellame, G. Cerullo, and R. Ramponi, eds., *Femtosecond laser micromachining : photonic and microfluidic devices in transparent materials*. No. 123 in *Topics in applied physics*, Berlin : Springer, 2012. OCLC : 766342398.
- [55] A. Couairon and A. Mysyrowicz, "Femtosecond filamentation in transparent media," *Physics Reports*, vol. 441, pp. 47–189, Mar. 2007.

- [56] J. Marburger, "Self-focusing : Theory," *Progress in Quantum Electronics*, vol. 4, pp. 35–110, Apr. 1975.
- [57] A. L. Gaeta, "Catastrophic Collapse of Ultrashort Pulses," *Physical Review Letters*, vol. 84, pp. 3582–3585, Apr. 2000.
- [58] A. Braun, G. Korn, X. Liu, D. Du, J. Squier, and G. Mourou, "Self-channeling of high-peak-power femtosecond laser pulses in air," *OPTICS LETTERS*, vol. 20, no. 1, p. 3, 1995.
- [59] A. Couairon and A. Mysyrowicz, "Self-focusing and Filamentation of Femtosecond Pulses in Air and Condensed Matter : Simulations and Experiments," in *Self-focusing : Past and Present* (R. W. Boyd, S. G. Lukishova, and Y. Shen, eds.), vol. 114, pp. 297–322, New York, NY : Springer New York, 2009.
- [60] S. Tzortzakis, L. Sudrie, M. Franco, B. Prade, A. Mysyrowicz, A. Couairon, and L. Bergé, "Self-Guided Propagation of Ultrashort IR Laser Pulses in Fused Silica," *Physical Review Letters*, vol. 87, Nov. 2001.
- [61] B. C. Stuart, M. D. Feit, S. Herman, A. M. Rubenchik, B. W. Shore, and M. D. Perry, "Nanosecond-to-femtosecond laser-induced breakdown in dielectrics," *Physical Review B*, vol. 53, pp. 1749–1761, Jan. 1996.
- [62] B. Rethfeld, K. Sokolowski-Tinten, D. von der Linde, and S. Anisimov, "Timescales in the response of materials to femtosecond laser excitation," *Applied Physics A*, vol. 79, pp. 767–769, Sept. 2004.
- [63] N. M. Bulgakova, R. Stoian, and A. Rosenfeld, "Laser-induced modification of transparent crystals and glasses," *Quantum Electronics*, vol. 40, pp. 966–985, Dec. 2010.
- [64] D. Tan, K. N. Sharafudeen, Y. Yue, and J. Qiu, "Femtosecond laser induced phenomena in transparent solid materials : Fundamentals and applications," *Progress in Materials Science*, vol. 76, pp. 154–228, Mar. 2016.
- [65] A. Royon, Y. Petit, G. Papon, M. Richardson, and L. Canioni, "Femtosecond laser induced photochemistry in materials tailored with photosensitive agents [Invited]," *Optical Materials Express*, vol. 1, p. 866, Sept. 2011.
- [66] R. Stoian, K. Mishchik, G. Cheng, C. Maclair, C. D'Amico, J. P. Colombier, and M. Zamfirescu, "Investigation and control of ultrafast laser-induced isotropic and anisotropic nanoscale-modulated index patterns in bulk fused silica," *Optical Materials Express*, vol. 3, p. 1755, Oct. 2013.
- [67] J. B. Ashcom, R. R. Gattass, C. B. Schaffer, and E. Mazur, "Numerical aperture dependence of damage and supercontinuum generation from

- femtosecond laser pulses in bulk fused silica,” *Journal of the Optical Society of America B*, vol. 23, p. 2317, Nov. 2006.
- [68] R. R. Gattass, L. R. Cerami, and E. Mazur, “Micromachining of bulk glass with bursts of femtosecond laser pulses at variable repetition rates,” *Optics Express*, vol. 14, no. 12, p. 5279, 2006.
- [69] N. P. Bansal and R. H. Doremus, *Handbook of glass properties*. Orlando : Academic Press, 1986. OCLC : 299632937.
- [70] S. M. Eaton, H. Zhang, M. L. Ng, J. Li, W.-J. Chen, S. Ho, and P. R. Herman, “Transition from thermal diffusion to heat accumulation in high repetition rate femtosecond laser writing of buried optical waveguides,” *Optics Express*, vol. 16, p. 9443, June 2008.
- [71] K. Sugioka and Y. Cheng, “Ultrafast lasers—reliable tools for advanced materials processing,” *Light : Science & Applications*, vol. 3, pp. e149–e149, Apr. 2014.
- [72] X. Zhao and Y. Shin, “Femtosecond laser drilling of high-aspect ratio microchannels in glass,” *Applied Physics A*, vol. 104, pp. 713–719, Feb. 2011.
- [73] F. Ahmed, L. M.S., H. Sekita, T. Sumiyoshi, and M. Kamata, “Display glass cutting by femtosecond laser induced single shot periodic void array,” *Applied Physics A*, vol. 93, June 2008.
- [74] F. Courvoisier, R. Stoian, and A. Couairon, “Ultrafast laser micro- and nano-processing with nondiffracting and curved beams,” *Optics and Laser Technology*, vol. 80, June 2016.
- [75] FEMTOprint, “3d printing for glass microdevices,” 2018. [En ligne ; Page disponible le 28-aout-2018].
- [76] J. Qiu, K. Miura, and K. Hirao, “Three-Dimensional Optical Memory Using Glasses as a Recording Medium through a Multi-Photon Absorption Process,” *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 37, pp. 2263–2266, Apr. 1998.
- [77] E. N. Glezer, M. Milosavljevic, L. Huang, R. J. Finlay, T.-H. Her, J. P. Callan, and E. Mazur, “Three-dimensional optical storage inside transparent materials,” *Optics Letters*, vol. 21, p. 2023, Dec. 1996.
- [78] K. M. Davis, K. Miura, N. Sugimoto, and K. Hirao, “Writing waveguides in glass with a femtosecond laser,” *Optics Letters*, vol. 21, p. 1729, Nov. 1996.
- [79] M. Ams, G. D. Marshall, P. Dekker, and M. J. Withford, “Photonic Waveguide Devices Directly Written into Dielectric Materials Using Femtosecond Laser Pulses,” *PIERS ONLINE*, vol. 4, no. 1, p. 5, 2008.
- [80] W. Watanabe, S. Onda, T. Tamaki, K. Itoh, and J. Nishii, “Space-selective laser joining of dissimilar transparent materials using femtosecond laser pulses,” *Applied Physics Letters*, vol. 89, no. 2, p. 021106, 2006.

- [81] W. Watanabe, S. Onda, T. Tamaki, and K. Itoh, "Direct joining of glass substrates by 1 kHz femtosecond laser pulses," *Applied Physics B*, vol. 87, pp. 85–89, Mar. 2007.
- [82] P. Kongsuwan, G. Satoh, and Y. L. Yao, "Transmission welding of glass by femtosecond laser : mechanism and fracture strength," *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, vol. 134, no. 1, p. 011004, 2012.
- [83] D. Hélie, M. Bégin, F. Lacroix, and R. Vallée, "Reinforced direct bonding of optical materials by femtosecond laser welding," *Applied optics*, vol. 51, no. 12, pp. 2098–2106, 2012.
- [84] D. Hélie, *Développement de procédés de micro-usinage de matériaux optiques au laser femtoseconde*. PhD Thesis, Université Laval, 2014.
- [85] A. Horn, I. Mingareev, A. Werth, M. Kachel, and U. Brenk, "Investigations on ultrafast welding of glass–glass and glass–silicon," *Applied Physics A*, vol. 93, pp. 171–175, Oct. 2008.
- [86] I. Miyamoto, A. Horn, J. Gottmann, D. Wortmann, and F. Yoshino, "Fusion Welding of Glass Using Femtosecond Laser Pulses with High-repetition Rates," *Journal of Laser Micro/Nanoengineering*, vol. 2, pp. 57–63, Mar. 2007.
- [87] I. Miyamoto, "Local Melting of Glass Material and Its Application to Direct Fusion Welding by Ps-laser Pulses," *Journal of Laser Micro/Nanoengineering*, vol. 2, pp. 7–14, Mar. 2007.
- [88] Y. Okamoto, "Evaluation of Molten Zone in Micro-welding of Glass by Picosecond Pulsed Laser," *Journal of Laser Micro/Nanoengineering*, vol. 8, pp. 65–69, Feb. 2013.
- [89] I. Miyamoto, K. Cvecek, and M. Schmidt, "Crack-free conditions in welding of glass by ultrashort laser pulse," *Optics Express*, vol. 21, p. 14291, June 2013.
- [90] I. Miyamoto, K. Cvecek, Y. Okamoto, and M. Schmidt, "Novel fusion welding technology of glass using ultrashort pulse lasers," *Physics Procedia*, vol. 5, pp. 483–493, 2010.
- [91] D. Hélie, "Reinforcing a Direct Bond between Optical Materials by Filamentation Based Femtosecond Laser Welding," *Journal of Laser Micro/Nanoengineering*, vol. 7, pp. 284–292, Nov. 2012.
- [92] I. Alexeev, "Characterization of Shear Strength and Bonding Energy of Laser Produced Welding Seams in Glass," *Journal of Laser Micro/Nanoengineering*, vol. 7, pp. 279–283, Nov. 2012.
- [93] S. Richter, F. Zimmermann, S. Döring, A. Tünnermann, and S. Nolte, "Ultrashort high repetition rate exposure of dielectric materials : laser bonding of glasses analyzed by micro-Raman spectroscopy," *Applied Physics A*, vol. 110, pp. 9–15, Jan. 2013.

- [94] I. Miyamoto, Y. Okamoto, A. Hansen, J. Vihinen, T. Amberla, and J. Kangastupa, "High speed, high strength microwelding of Si/glass using ps-laser pulses," *Optics Express*, vol. 23, p. 3427, Feb. 2015.
- [95] Y. Ozeki, T. Inoue, T. Tamaki, H. Yamaguchi, S. Onda, W. Watanabe, T. Sano, S. Nishiuchi, A. Hirose, and K. Itoh, "Direct Welding between Copper and Glass Substrates with Femtosecond Laser Pulses," *Applied Physics Express*, vol. 1, p. 082601, Aug. 2008.
- [96] G. Zhang and G. Cheng, "Direct welding of glass and metal by 1 kHz femtosecond laser pulses," *Applied Optics*, vol. 54, p. 8957, Oct. 2015.
- [97] K. Cvecek, I. Miyamoto, J. Strauss, M. Wolf, T. Frick, and M. Schmidt, "Sample preparation method for glass welding by ultrashort laser pulses yields higher seam strength," *Applied optics*, vol. 50, no. 13, pp. 1941–1944, 2011.
- [98] H. Huang, L.-M. Yang, and J. Liu, "Direct welding of fused silica with femtosecond fiber laser," in *SPIE LASE*, pp. 824403–824403, International Society for Optics and Photonics, 2012.
- [99] H. Huang, L.-M. Yang, and J. Liu, "Ultrashort pulsed fiber laser welding and sealing of transparent materials," *Applied optics*, vol. 51, no. 15, pp. 2979–2986, 2012.
- [100] J. Chen, R. M. Carter, R. R. Thomson, and D. P. Hand, "Avoiding the requirement for pre-existing optical contact during picosecond laser glass-to-glass welding," *Optics Express*, vol. 23, p. 18645, July 2015.
- [101] S. Richter, F. Zimmermann, R. Eberhardt, A. Tünnermann, and S. Nolte, "Toward laser welding of glasses without optical contacting," *Applied Physics A*, vol. 121, pp. 1–9, Oct. 2015.
- [102] S. Wu, D. Wu, J. Xu, Y. Hanada, R. Suganuma, H. Wang, T. Maki-mura, K. Sugioka, and K. Midorikawa, "Characterization and mechanism of glass microwelding by double-pulse ultrafast laser irradiation," *Optics express*, vol. 20, no. 27, pp. 28893–28905, 2012.
- [103] K. Sugioka, M. Iida, H. Takai, and K. Micorikawa, "Efficient microwelding of glass substrates by ultrafast laser irradiation using a double-pulse train," *Optics letters*, vol. 36, no. 14, pp. 2734–2736, 2011.
- [104] G. Zhang, R. Stoian, W. Zhao, and G. Cheng, "Femtosecond laser bessel beam welding of transparent to non-transparent materials with large focal-position tolerant zone," *Optics Express*, vol. 26, no. 2, 2018.
- [105] H. Lundén, T. Kumpulainen, A. Mätänen, and J. Vihinen, "Novel glass welding technique for hermetic encapsulation," in *Electronics System-Integration Technology Conference (ESTC), 2014*, pp. 1–4, IEEE, 2014.
- [106] S. Primoceler, "Schott primoceler glass micro bonding - reliable hermetic sealing technology," 2018. [En ligne ; Page disponible le 29-aout-2018].

- [107] Trumpf, "Laser welding of glass is now ready for industrial practice," 2016. [En ligne ; Page disponible le 29-aout-2018].
- [108] I. Miyamoto, K. Cvecek, Y. Okamoto, and M. Schmidt, "Internal modification of glass by ultrashort laser pulse and its application to microwelding," *Applied Physics A*, vol. 114, pp. 187–208, Jan. 2014.
- [109] C. Hairaye, *Fonctionnalisation de surfaces par microstructuration laser*. PhD thesis, Université de Strasbourg, 2017.
- [110] S. Richter, S. Nolte, and A. Tünnermann, "Ultrashort Pulse Laser Welding - A New Approach for High- Stability Bonding of Different Glasses," *Physics Procedia*, vol. 39, pp. 556–562, 2012.
- [111] R. M. Carter, J. Chen, J. D. Shephard, R. R. Thomson, and D. P. Hand, "Picosecond laser welding of similar and dissimilar materials," *Applied Optics*, vol. 53, p. 4233, July 2014.
- [112] Y. Zaouter, F. Guichard, L. Daniault, M. Hanna, F. Morin, C. Hönniger, E. Mottay, F. Druon, and P. Georges, "Femtosecond fiber chirped-and divided-pulse amplification system," *Optics Letters*, vol. 38, p. 106, Jan. 2013.
- [113] D. STRICKLAND and G. MOUROU, "COMPRESSION OF AMPLIFIED CHIRPED OPTICAL PULSES," *OPTICS COMMUNICATIONS*, vol. 56, no. 3, p. 3, 1985.
- [114] K. Ramesh and V. Ramakrishnan, "Digital photoelasticity of glass : A comprehensive review," *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 87, pp. 59–74, Dec. 2016.
- [115] J. W. Phillips, "Photoelasticity," in *TAM 326 - Experimental Stress Analysis*, board of trustees ed.
- [116] M. Gstalter, G. Chabrol, A. Bahouka, L. Serreau, J.-L. Heitz, G. Taupier, K.-D. Dorkenoo, J.-L. Rehspringer, and S. Lecler, "Stress-induced birefringence control in femtosecond laser glass welding," *Applied Physics A*, vol. 123, Nov. 2017.
- [117] P. Anderson and A. Varshneya, "Stress-optic coefficient of GeAsSe chalcogenide glasses," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 168, pp. 125–131, Feb. 1994.
- [118] L. Eriksson and Umetrics AB, eds., *Design of experiments : principles and applications ; [IID 1016 ; training course]*. Umetrics Academy - training in multivariate technology, Umea : Umetrics AB, 2000. OCLC : 249982676.
- [119] G. Sado and M.-C. Sado, *Les plans d'expériences : de l'expérimentation à l'assurance qualité*. Paris : Afnor, 1996. OCLC : 632707008.
- [120] D. C. Montgomery, *Design and analysis of experiments*. Hoboken, NJ : Wiley, 7. ed., internat. student version ed., 2009. OCLC : 845551630.

- [121] W. Tinsson, *Plans d'expérience : constructions et analyses statistiques*, vol. 67 of *Mathématiques et Applications*. Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 2010.
- [122] T. Holmquist and A. Wereszczak, "The internal tensile strength of a borosilicate glass determined from laser shock experiments and computational analysis," *International Journal of Applied Glass Science*, vol. 5, no. 4, pp. 345–352, 2014.
- [123] J. H. Lienhard and J. H. Lienhard, *A heat transfer textbook*. Dover books on engineering, Mineola, NY : Dover Publ, 4., corr., rev., and updated ed ed., 2011. OCLC : 826531303.
- [124] M. T. Hessmann, T. Kunz, M. Voigt, K. Cvecek, M. Schmidt, A. Bochmann, S. Christiansen, R. Auer, and C. J. Brabec, "Material Properties of Laser-Welded Thin Silicon Foils," *International Journal of Photoenergy*, vol. 2013, pp. 1–6, 2013.
- [125] J. A. Squier, "Third-harmonic generation imaging of laser-induced breakdown in glass," p. 6.



# Assemblage de verre avec verre par impulsions laser femtosecondes

## Résumé

Cette thèse porte sur l'assemblage de verres par impulsions laser femtosecondes. Une source laser femtoseconde à haute fréquence de répétition a été utilisée pour souder des lames de borosilicate de haute qualité de surface. La technique d'assemblage mise en œuvre diffère de la littérature par le système de focalisation utilisé. L'influence des paramètres laser sur les performances des assemblages a été étudiée grâce à la mise en œuvre d'un plan d'expériences. Les assemblages obtenus peuvent atteindre une haute résistance mécanique supérieure à 25 MPa, supporter des chocs thermiques supérieurs à 300 °C tout en conservant un taux de transmission supérieur à 90 %. L'adaptation des paramètres laser en fonction de la distance entre les lames de verre permet de souder des verres hors contact optique. Cette méthode a également été implémentée avec succès à l'assemblage de verre sur du silicium. Une modélisation thermomécanique permet de confirmer la différence fondamentale entre cette méthode et celles présentées dans la littérature en termes de gradients de températures et de températures maximales atteintes.

Mots clé : Impulsions laser femtosecondes, verre, haute fréquences de répétition, soudage de verre, interaction laser-matière, matériau transparent, plan d'expériences

## Abstract

This PhD thesis is about glass bonding by femtosecond laser pulses. A femtosecond laser source generating high repetition rate laser pulses has been used to weld borosilicate glass plates with high surface quality. The method presented in this work differs from the literature by the focusing system implemented. The influence of the laser parameters on the bonded samples performances has been studied implementing a design of experiments. The bonded samples provide high mechanical resistance, higher than 25 MPa, can held high thermal shock above 300 °C and present high transparency above 90 %. Glass bonding with a distance between the glass plates has been performed by adapting the laser parameters. Bonding of glass on silicon has also been performed successfully. Thermomechanical modeling confirms the difference with the method in the state of the art, in terms of temperature elevation and maximal temperatures reached in the material.

Keywords: Femtosecond laser pulses, glass, high repetition rates, glass welding, laser/matter interaction, transparent material, design of experiments