



**HAL**  
open science

# Caractérisation des couches minces optiques et des matériaux pour les lasers de puissance

Hervé Piombini

► **To cite this version:**

Hervé Piombini. Caractérisation des couches minces optiques et des matériaux pour les lasers de puissance. Optique [physics.optics]. Université Paris-Saclay Ecole doctorale n°575, Electrical,Optical, Bio: Physics and engineering (EOBE), 2021. tel-03922169

**HAL Id: tel-03922169**

**<https://hal.science/tel-03922169>**

Submitted on 4 Jan 2023

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

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

# Caractérisation des couches minces optiques et des matériaux pour les lasers de puissance

## Habilitation à Diriger des Recherches de l'université Paris-Saclay

École doctorale n° 575, Electrical, Optical, Bio : Physics and engineering (EOBE)  
Spécialité de doctorat : Physique  
Réfèrent : Faculté des Sciences d'Orsay

HdR présentée et soutenue à Orsay, le 24 mars 2021 par

**Hervé PIOMBINI**

### Composition du Jury

<b>Franck Delmotte</b> Professeur à l'IIOGS	Président
<b>Claude AMRA</b> Directeur de Recherche CNRS	Rapporteur
<b>Ludvik Martinu</b> Professeur à l'école Polytechnique de Montréal	Rapporteur
<b>Laurent Pinard</b> Directeur du LMA	Rapporteur
<b>Raffaele Flaminio</b> Directeur de Recherche CNRS	Examineur
<b>Laurence Bonnet</b> Directrice scientifique, CEA	Examinatrice
<b>Pierre Ferdinand</b> Directeur de Recherche, CEA	Examineur



**Titre :** Caractérisation des couches minces optiques et des matériaux pour les lasers de puissance.

**Mots clés :** Couches minces, Matériaux optiques, Indices optiques, Pertes totales, Réflectomètre, Absorption, Diffusion, Contraintes, Défauts Locaux, Tenue au flux

**Résumé :** Ce document présente un ensemble d'études sur les couches minces et les matériaux optiques qui ont été effectuées pour améliorer leurs performances vis-à-vis de leurs applications sur des chaînes lasers de puissance développées par le **CEA**. Ces études passent par la mise en place de moyens de caractérisation et de codes de calculs parfois spécifiques. Les matériaux et couches minces optiques sont analysés selon les cas suivant leurs propriétés spectrales, angulaires ou temporelles et ceci parfois sous flux laser. La base initiale est la parfaite connaissance de  $n$ ,  $k$  et  $e$  de la couche élémentaire. Les pertes totales de ces composants sont mesurées ainsi que leurs différents contributeurs, en particulier l'absorption et la diffusion, permettant une optimisation globale de ceux-ci. Les contraintes sont mises en évidence et mesurées pour parfois compenser leurs effets ou expliquer des comportements constatés en endommagement laser. L'endommagement est le thème central de ce document qui montre un aspect multiparamétrique impliquant des écarts parfois importants entre différents laboratoires. Ces principaux écarts sont liés aux incertitudes, aux faisceaux et moyens d'analyses, et aux hétérogénéités des composants testés.

**Title :** Characterization of thin-film optics and materials for power lasers

**Keywords :** Thin layers, Optical materials, Refractive indexes, Total losses, Reflectometer, Absorption, Scattering, Stresses, Local defects, Laser damage

**Abstract:** This document presents several studies on thin films and optical materials that have been carried out to improve their performance with regard to their applications on power laser channels developed by the **CEA**. These studies involve the establishment of characterization means and sometimes specific calculation codes. Optical materials and thin layers are analyzed according to their spectral, angular or temporal properties, sometimes under laser power. The initial basis is the perfect knowledge of the  $n$ ,  $k$  and  $e$  of the elementary layer. The total losses of these components are measured as well as their different contributors, in particular absorption and scattering for allowing an overall optimization of these components. Stresses are highlighted and measured to sometimes compensate for their effects or explain the behaviors observed on laser damage. Damage is the main theme of this manuscript, which shows its multiparameter side involving sometimes significant differences between laboratories. The main differences are related to uncertainties, the analytical beams and means and the heterogeneities of the tested components.

# Remerciements

Je tiens de nouveau à remercier **Eric Cassan** ancien Directeur de l'École Doctorale **EOBE** pour son aide dans cette démarche auquel j'associe également son successeur **Jean-Christophe Ginefri** pour son soutien sans faille. Toute ma reconnaissance va à **Philippe Dollfus**, le chef d'orchestre de mon mémoire d'**Habilitation à Diriger des Recherches** qui a su préparer et présenter les dossiers en temps et en heure et m'encourager tout au long de ma démarche.

Je remercie le Professeur **Ludvik Martinu**, de l'**École Polytechnique** de Montréal avec sa grande expérience dans le domaine des couches minces, d'avoir eu la gentillesse d'accepter d'être un des rapporteurs de mon manuscrit. Ma gratitude va également à **Claude Amra**, Directeur de Recherche au **CNRS**, qui a eu l'amitié de juger un travail qu'il a suivi tout le long de nos différentes rencontres au cours de notre carrière commune dans l'optique. Un grand merci bien sûr à **Laurent Pinard**, maintenant Directeur d'un des plus beaux laboratoires de couches minces mondiaux, pour rapporter mon travail qui a commencé en partie avec les collaborations que nous avons établies avec le Pr. **Jean Marie Mackowski** fondateur du **LMA** dans le cadre du projet **SILVA**.

Ma reconnaissance va naturellement au Professeur **Franck Delmotte** de l'**IOGS** qui dans la continuité de ma thèse a gentiment accepté d'examiner ce manuscrit consacré à une partie des caractérisations des couches minces. Je remercie également **Raffaele Flaminio**, Directeur de Recherche au **CNRS**, d'avoir consenti rapidement à participer à ce jury. Ma gratitude va également à **Laurence Bonnet**, notre Directrice Scientifique, pour son soutien, ses conseils avisés et son accord pour examiner mon **HdR**. Enfin, je renouvelle toute ma reconnaissance à mon collègue du **CMOI** **Pierre Ferdinand**, Directeur de Recherche au **CEA**, pour sa participation à mon jury **HdR**.

Dans ces remerciements, il y a obligatoirement une place privilégiée à mon ami et collègue disparu **Pierre Isnard** expérimentateur de talent qui parfois me manque pour régler une manipulation complexe. Avec lui, je remercie **Jean Marc Weulersse** mon référent laser, **Gilles Damamme** mon expert mécanicien avec mon concitoyen **Didier Picart** et **Clément Sanchez** mon spécialiste chimiste associé à **Christophe Boscher**, **Cédric Boissière** et **Guillaume Brotons** pour leur coopération durant ces années ainsi qu'**Olivier Acher** pour son assistance et ses conseils sur l'industrialisation du réflectomètre.

Il va sans dire que ce manuscrit est aussi le fruit d'un travail collectif d'un ensemble de stagiaires, de postdoctorants dont **Matthieu Pommès** et **Philippe Voarino** et de doctorants qui ont toute ma reconnaissance. A ceux-ci, j'associe ma gratitude à l'ensemble des universitaires avec qui j'ai

eu le plaisir de discuter et travailler entre autres le Pr. **M. Commandré**, le Pr. **J. P. Marioge**, le Pr. **C. Boccara**, le Pr. **E. Pelletier**, le Pr. **F. Flory**, le Pr. **P. Ruello**, le Pr. **V. Gusev**, le Pr. **M. Duquennoy**, le Pr. **M. Ouaftouth**, le Pr. **F. Brémand**, le Pr. **C. Dujardin**, le Pr. **L. Belliard**, le Pr. **B. Perrin**, le Pr. **P. Pillat-Finet**, **R. Mercier**, **G. Vaudel**, **B. Montigny**, **F. Lemarchand** et j'en oublie.

Cette reconnaissance va aussi aux industriels avec qui j'ai œuvré et amplement conversé au cours des années, en particulier **A. Malherbes**, **J. Charlier**, **B. Geenen**, **B. Pinot**, **A. Rinchet**, **B. Schmitt**, **M. Bray**, **C. Grèzes-Besset**, **H. Krol**, **J. L. Stehlé**, **J. Dubard**, **J. Hameury**, **R. Décheneaux**, **D. Soler**, **F. Houbre**. Je remercie également quelques collègues étrangers comme **C. Stolz**, **M. Cayrel**, **M. Runkel**, **S. Bruynooghe**, **J. Bellum**, **D. Breider**, **M. R. Jacobson** et **G. Baldwin** pour leurs échanges techniques toujours fructueux. A ceux-ci, je n'oublie pas d'associer tous les membres du club **CMOI** animé par **P. Smigielski** et maintenant par **P. Picart** pour l'entraide toujours apportée sur n'importe quels sujets techniques et matériels avec leur bonne humeur et leur humour.

Enfin je tiens à remercier mes collègues de Saclay, en premier lieu **R. Henry** mon fidèle technicien et ami, mais aussi **D. Doisy**, **M. Gilbert**, **F. Vialla**, **O. Gobert**, **P. Zeller**, **D. Farcage**, **C. Gallou**, **P. Morin**, **G. Salvetat** et **B. Le Garrec** et les membres du **CMO** du **LETI J.C. Deutsch**, **J. Robic**, **J. Dijon** et **P. Chaton**. A ces remerciements, j'associe mes collègues de la **DAM Fabrice**, **Arnault** et **Bertrand** du **CEA/Cesta**, **Eric** et **Thomas** de la **CEA DIF**, **David**, les **Frédéric**, les **Daniel**, **Charlotte**, **Yves**, **Xavier**, **Marc**, **Guillaume**, **Patrick**, **Hervé** et autres du **CEA/Le Ripault** et je n'oublie pas de transmettre toute ma reconnaissance aux membres du **GT laser** et du **GT électromagnétisme** du **CEA** qui m'ont sensibilisé ces dernières années à la sécurité et surtout à la réglementation en vigueur.

Enfin un grand merci à ma femme pour l'ensemble des relectures qu'elle a faites de ce manuscrit.

## Table des Matières

<b>I.</b>	<b>Introduction.....</b>	<b>9</b>
I.1	Le projet <b>SILVA</b> .....	11
I.2	Le projet <b>LMJ</b> (Laser MégaJoule).....	13
I.3	Pourquoi les couches minces ? .....	16
<b>II.</b>	<b>Qu'est-ce qu'un composant optique ?.....</b>	<b>18</b>
<b>III.</b>	<b>Un composant optique pour SILVA ou pour le LMJ.....</b>	<b>21</b>
<b>IV.</b>	<b>Réponses spectrales par la modélisation.....</b>	<b>23</b>
<b>V.</b>	<b>Détermination des indices et des épaisseurs.....</b>	<b>27</b>
V.1	Introduction.....	27
V.2	M-lines.....	27
V.2.1	Principe.....	27
V.2.2	Théorie des ondes guidées.....	28
V.2.3	Montage expérimental.....	30
V.2.4	Résultats des mesures d'indice et d'épaisseur.....	31
V.2.5	Détermination du coefficient d'extinction.....	31
V.3	Mesures à l'aide d'un spectroradiomètre.....	32
<b>VI.</b>	<b>Pertes totales.....</b>	<b>35</b>
<b>VII.</b>	<b>Mesures de réflexion.....</b>	<b>36</b>
VII.1	Introduction.....	37
VII.2	Montage expérimental.....	37
VII.3	Autofocalisation.....	38
VII.4	Incertitudes du réflectomètre.....	42
VII.5	Insensibilité à l'angle d'incidence du réflectomètre.....	44
VII.6	Mesures de billes.....	45
VII.7	Mesures de l'homogénéité d'un traitement.....	49
VII.8	Mesures d'argentures améliorées pour <b>CILAS</b> .....	51

VII.8.1	Introduction.....	51
VII.8.2	Les échantillons mesurés.....	52
VII.8.3	Les moyens utilisés.....	53
VII.8.4	Mesures au réflectomètre.....	53
VII.8.5	Distributions de défauts des échantillons.....	55
VII.8.6	Conclusion.....	57
<b>VIII.</b>	<b>Mesures d'absorption.....</b>	<b>58</b>
VIII.1	Introduction.....	58
VIII.2	Mesures d'absorption des substrats.....	59
VIII.2.1	Matériaux testés en interférométrie .....	60
VIII.2.2	Description du phénomène utilisé.....	60
VIII.2.3	Calcul du champ de température.....	61
VIII.2.4	Validation du modèle numérique.....	62
VIII.2.5	Modèle analytique tenant compte des pertes.....	63
VIII.2.6	Introduction des contraintes et de la différence de marche liées à l'évolution de la température.....	64
VIII.2.7	Exploitation du modèle et études paramétriques.....	66
VIII.2.8	Montage expérimental pour les mesures d'absorption.....	69
VIII.2.9	Résultats.....	69
VIII.2.10	Conclusion.....	70
VIII.3	Matériaux testés en Déflexion Photothermique (D.P.).....	71
<b>IX.</b>	<b>Mesures de diffusion.....</b>	<b>75</b>
IX.1	Introduction.....	75
IX.2	Mesures de <b>TIS</b> .....	75
IX.3	Mesures de <b>BRDF</b> .....	77
IX.3.1	Caractérisations optiques.....	78
IX.3.2	Rappel sur la <b>BRDF</b> et le <b>TIS</b> .....	78
IX.3.3	Description du banc <b>ROMA/LR</b> .....	79



IX.3.4	Nettoyage laser de composants pollués.....	80
IX.3.5	Résultats et commentaires.....	80
IX.4	Conclusion.....	81
<b>X.</b>	<b>Mesures de défauts locaux.....</b>	<b>82</b>
X.1	Introduction.....	82
X.2	Etude de la caméra utilisée et de l'éclairage.....	83
X.3	Augmentation de la dynamique de la caméra.....	85
X.4	Focalisation automatique.....	86
X.5	Caractérisation du faïencage par traitement d'images.....	88
X.6	Evaluation de la diffusion des couches durcies avec un microscope.....	91
X.7	Conclusion.....	94
<b>XI.</b>	<b>Détermination des contraintes.....</b>	<b>95</b>
XI.1	Introduction.....	95
XI.2	Calcul des contraintes par la mesure de la déformation du substrat.....	98
XI.3	Détermination des contraintes par biréfringence.....	102
XI.3.1	Introduction.....	102
XI.3.2	Banc expérimental et pilotage.....	102
XI.3.3	Comparaison théorie/mesure .....	104
XI.3.4	Contact de Hertz.....	107
XI.3.5	Etalonnage.....	108
XI.3.6	Evaluations des contraintes dans les couches d'ormosil.....	109
<b>XII.</b>	<b>Mesures de tenue au flux et conditionnement laser.....</b>	<b>111</b>
XII.1	Introduction.....	111
XII.2	Erreur statistique et intervalle de confiance lors des mesures d'endommagement.....	115
XII.3	Diagnostic de l'endommagement.....	118
XII.4	Détermination de la fluence d'endommagement.....	120
XII.5	Fluctuation des faisceaux.....	124

XII.6	Loi d'endommagement temporelle.....	126
XII.7	Densité de défauts locaux.....	130
XII.8	1 <sup>re</sup> étude sur la tenue au flux .....	140
XII.9	2 <sup>e</sup> Banc de tenue au flux.....	143
XII.10	Banc de conditionnement laser préliminaire à <b>SOCRATE</b> .....	146
XII.10.1	Introduction.....	146
XII.10.2	Qu'est-ce que le conditionnement laser ? .....	147
XII.10.3	Paramètres du conditionnement laser.....	148
XII.10.4	L'installation laser.....	149
XII.10.5	Conditionnement des échantillons du <b>LLNL</b> et résultats.....	155
XII.11	Le banc <b>SOCRATE</b> : un banc dédié aux études d'endommagement laser de matériaux.....	164
XII.11.1	Introduction.....	164
XII.11.2	Dispositif expérimental.....	164
XII.11.3	Caractérisation en temps réel d'une procédure de conditionnement.....	181
XII.11.4	Conclusion.....	188
<b>XIII.</b>	<b>Résumés des thèses, stages postdoctoraux et stagiaires encadrés.....</b>	<b>188</b>
XIII.1	Thèses.....	188
XIII.1.1	<b>Xavier Dieudonné (2011)</b> .....	<b>188</b>
XIII.1.2	<b>Denis Toru (2014)</b> .....	<b>189</b>
XIII.1.3	<b>François Compoint (2015)</b> .....	<b>191</b>
XIII.1.4	<b>Jérémy Avice (2018)</b> .....	<b>193</b>
XIII.1.5	<b>Amira Guediche</b> .....	<b>199</b>
XIII.2	Stages postdoctoraux.....	200
XIII.2.1	<b>Matthieu Pommiès 2004-2006</b> .....	<b>200</b>
XIII.2.2	<b>Phillipe Voarino 2005-2007</b> .....	<b>201</b>
XIII.2.3	<b>Anthony Dyan 2007-2009</b> .....	<b>201</b>

XIII.2.4	<b>Hubert Pages 2005</b> .....	<b>202</b>
XIII.3	Stagiaires.....	<b>202</b>
<b>XIV.</b>	<b>Activité Scientifique</b> .....	<b>204</b>
XIV.1	Sociétés savantes.....	<b>204</b>
XIV.1	Contrat Européen.....	<b>204</b>
XIV.2	Collaborations universitaires.....	<b>204</b>
XIV.3	Reviews.....	<b>205</b>
XIV.4	Publications.....	<b>205</b>
XIV.4.1	Publications Internationales avec Review.....	<b>206</b>
XIV.4.2	Actes de conférences non relus.....	<b>208</b>
XIV.4.3	Revue nationales, Conférences et Colloques avec ou sans acte.....	<b>210</b>
XIV.4.4	Publications liées au CEA.....	<b>212</b>
XIV.5	Brevets .....	<b>213</b>
XIV.6	Thèse.....	<b>214</b>
XIV.7	Jury de thèse.....	<b>214</b>
<b>XV.</b>	<b>Conclusion</b> .....	<b>214</b>
<b>XVI.</b>	<b>Références</b> .....	<b>219</b>
<b>XVII.</b>	<b>Annexe : Contact de Hertz</b> .....	<b>231</b>
<b>XVIII.</b>	<b>Glossaire</b> .....	<b>240</b>
XVIII.1	Symboles des unités des grandeurs physiques utilisées dans le manuscrit et leur signification.....	<b>240</b>
XVIII.2	Symboles des constantes physiques employées dans le manuscrit avec leur signification et leur valeur.....	<b>241</b>
XVIII.3	Fonctions spéciales qui apparaissent dans le manuscrit.....	<b>241</b>
XVIII.4	Symboles des composés chimiques cités dans le manuscrit avec leur signification.....	<b>242</b>
XVIII.5	Nom des différentes variables utilisées dans le manuscrit avec leur signification.....	<b>244</b>

XVIII.6	Nom des différents acronymes utilisés dans le manuscrit avec leur signification.....	<b>251</b>
XVIII.7	Nom des différentes abréviations faites dans le manuscrit avec leur signification.....	<b>255</b>
XVIII.8	Noms d'autres industriels et d'autres laboratoires figurant dans le manuscrit avec leur activité.....	<b>256</b>
XVIII.9	Autres termes utilisés dans le manuscrit avec leur signification.....	<b>257</b>

## **I. INTRODUCTION**

Sortant de l'**Ecole Supérieure d'Optique (ESO)** en 1985, je me suis tourné premièrement vers l'industrie dans une **PME** travaillant pour l'astronomie, la télévision 3 D... pour les observatoires du sud de la France, **EDF**, **FRAMATOME**, la **DCN** de Brest et de Toulon, la **DGA** et le **CEA/Cadarache**. Puis, le **CEA** a démarré le projet **SILVA** (Séparation Isotopique par Laser de la Vapeur Atomique) en 1987 qui m'a intéressé car il y avait beaucoup d'optique (lasers, composants, des couches minces, propagation de faisceau sur de longue distance...) et de problèmes associés dans ce grand projet laser. Ce projet m'ouvrait également le monde de la recherche avec des personnes compétentes dans leur spécialité. Comme le Commissariat à l'**Energie Atomique** et aux **Energies Alternatives (CEA)** est un **Établissement Public** à caractère **Industriel et Commercial (EPIC)** principalement axé sur la recherche et le développement, mon activité au sein du **CEA** a pratiquement été de la recherche à plein temps et ceci de juillet 1987 à maintenant. En 1997, le projet **SILVA** a été concurrencé par la séparation de l'uranium par centrifugation et la **Direction des Applications Militaires (DAM)** du **CEA** réalisait une restructuration importante liée au développement du Programme de simulation acté en 1995. J'ai profité de celle-ci pour évoluer de Saclay vers le centre d'études du **CEA/Le Ripault** situé à Monts dans la région Centre pour d'autres activités de caractérisations optiques principalement axées sur le **LMJ (Laser MégaJoule)**.

Dans ce manuscrit de **HdR (Habilitation à diriger des Recherches)**, je me focaliserai seulement sur l'étude et la caractérisation expérimentale des couches minces et des matériaux optiques que j'ai menées à travers ces deux grands projets avec l'aide de stagiaires, doctorants et postdoctorants que j'ai encadrés afin de mieux connaître leurs propriétés en vue de les améliorer afin de réduire leurs pertes ou d'augmenter leur résistance au flux laser. En effet l'objectif de mes études sur ces deux grands projets est la maîtrise des coûts d'acquisition et de maintenance des chaînes lasers, voire leurs réductions et l'augmentation de la disponibilité des installations soit pour la production d'uranium enrichi dans le cas de **SILVA**, soit pour des expériences de physique pour le **LMJ**. Augmenter les seuils d'endommagement permet soit de réduire la taille du composant et minimiser son coût d'acquisition car le prix d'un composant optique augmente exponentiellement avec sa taille. Mais c'est aussi accroître sa marge de sécurité, augmenter la disponibilité de l'installation et maîtriser les coûts de maintenance. C'est le cas du **LMJ**, où en plus de l'endommagement se rajoute des limites raisonnables liées à leur fabrication du composant comme pour les **(D)KDP** et les plaques lasers. Pour **SILVA**, l'aspect économique est lié entre autres aux performances des composants optiques. Par exemple, si nous supposons que les lasers colorants traversent ou rencontrent une centaine de dioptries, que le rendement des colorants est de 50 % et que le pompage des colorants se fasse par des chaînes **LVC (Laser à Vapeur de Cuivre)** ayant 25 dioptries, avec des pertes de 0,3 % par dioptre, nous devons ajouter 57 % de **LVC** en plus. Si les pertes sont de 0,5 %, il faut plus que doubler la puissance **LVC**

installée. Un autre levier économique pour **SILVA** était l'amélioration des rendements des colorants (pompage, amplificateur, nature du colorant). C'est principalement pour ces raisons économiques que le **CEA** a engagé une recherche et développement sur les composants optiques depuis des années.

Avant de décrire l'ensemble des bancs que j'ai conçus durant ma carrière, je rappellerai brièvement les objectifs de ces deux projets et pourquoi je me suis particulièrement intéressé au domaine des couches minces. J'aborderai ensuite différents moyens et modélisations que j'ai progressivement mis en œuvre au cours de trente années de laboratoire pour analyser de mieux en mieux les composants optiques et en particulier leurs couches minces pour **SILVA** et pour le **LMJ**, en interaction avec différents laboratoires universitaires et différentes sociétés spécialisées. Je commencerai par l'aspect modélisation d'un empilement qui est indispensable avant toutes interprétations expérimentales. Cet aspect sera étendu à la détermination des indices optiques réels et imaginaires et des épaisseurs des couches minces. En effet, les indices optiques dépendent des techniques de dépôts et des laboratoires. Ils sont à la base de tous calculs d'empilement (antireflet sol-gel, miroirs...) et modélisations. C'est aussi une mesure directe de la densité  $\rho$  du matériau déposé dont sa connaissance est indispensable, avec l'épaisseur de la couche, à l'interprétation de nombreuses expériences de mesures de propriétés mécaniques que je ne détaillerai pas dans ce manuscrit. La réponse spectrale globale d'un composant sera évaluée pour des composants faibles pertes par un banc spécifique de mesure des pertes totales. En effet, classiquement les données fournisseur proviennent d'une mesure de transmission issue d'un spectroradiomètre. Cette mesure ne correspond souvent pas à la spécification (réflexion, composants courbes...). Généralement l'incertitude des spectroradiomètres est insuffisante pour les composants haut de gamme. En plus, si les composants sont opaques aux rayonnements, les mesures de transmission sont impossibles sur des spectroradiomètres non équipés d'un montage **V/W**. Les incertitudes des spectroradiomètres sont si importantes que généralement une mesure spectrale d'un miroir ayant des faibles pertes avec ce genre d'appareil fait apparaître des valeurs supérieures à 100 %. Pour réduire l'incertitude de ces mesures, je présenterai un réflectomètre haute précision qui permet d'obtenir la réflectivité spectrale de nombreux composants qui ont des formes ou des composants de petites tailles. Connaissant les pertes totales d'un composant, nous détaillerons les différents moyens expérimentaux qui vont me permettre d'estimer le poids respectif des termes qui composent ces pertes. Ces contributeurs sont l'absorption, la diffusion et la transmission. La transmission n'est pas mentionnée dans le manuscrit bien qu'un banc spécifique a été mis en place à Saclay fournissant les premières évaluations des hétérogénéités spectrales des composants. C'est d'ailleurs pour cela que la majorité des mesures que j'ai entreprises depuis sont sous la forme de cartographie. On comprend bien qu'avec l'utilisation de laser de puissance, il est nécessaire que l'absorption du composant soit faible. L'absorption est responsable des effets thermiques et des effets non-linéaires (absorption multi-photonique, luminescence, **Raman**...). Dans l'aspect thermique de l'absorption se greffe la déformation du substrat et parfois la modification de la réponse spectrale

qui jouent un rôle dans la déformation de la surface d'onde. J'illustrerai nos mesures d'absorption de matériaux par interférométrie calorifique pour sélectionner le meilleur matériau candidat pour servir de substrat. Pour les couches minces, nous utiliserons les méthodes mirages pour évaluer l'absorption avec des sensibilités de quelques **ppm** (**parties par million**). L'autre composante des pertes est la diffusion, qui pour des bons dépôts provient principalement de la qualité de polissage des substrats. Ce qui a nécessité le développement du superpoli chez **MATRA**, **SESO** et **SAGEM**. A Saclay, j'ai développé une méthode de mesure globale de la diffusion, au Ripault j'ai opté pour une mesure directionnelle. Comme la perfection est difficile à atteindre en termes de qualité de surface, il reste parfois une quantité plus ou moins importante de défauts locaux que je mettrai en évidence par des mesures sous microscope optique. Je montrerai que les densités de défauts varient exponentiellement avec la taille des défauts.

Toutes ces caractérisations sont employées pour améliorer la tenue au flux des composants car l'endommagement laser fait intervenir de nombreuses propriétés matériaux et homogénéités de ces composants. Malgré la qualité des diverses installations de tenue au flux dans le monde, j'illustrerai par un exemple la difficulté de définir un seuil d'endommagement laser. Celui-ci dépend de nombreux paramètres en particulier l'énergie du test, la dimension de la tache, la durée d'impulsion, les moyens et les critères de détection du dégât employés sur le banc. Je montrerai qu'il est difficile de faire un lien direct entre le seuil d'endommagement et une propriété particulière à cause de la multitude des effets qui peuvent générer un endommagement laser et à cause de l'hétérogénéité à l'échelle locale du composant et du faisceau laser. Des lois d'échelles temporelles et spatiales sont indiquées mais nécessitent des validations grandeur nature. Ces lois nous donnent des ordres de grandeurs pour comparer les résultats provenant de deux installations différentes.

Enfin, je donnerai un résumé succinct des études menées par les doctorants et postdoctorants que j'ai encadrés avec les principaux résultats ainsi que la liste des stagiaires que j'ai eu le plaisir d'encadrer. J'ajouterai la liste des publications que nous avons soumises avec eux. Enfin, j'afficherai les collaborations universitaires liées aux études couches minces que j'ai initiées au **CEA/Le Ripault**.

## **I.1 Le projet SILVA**

Le procédé **SILVA** [103]<sup>1</sup> avait pour objectif de produire de l'uranium enrichi, combustible des réacteurs électronucléaires à partir de l'uranium naturel avec une forte sélectivité et devait remplacer le procédé de diffusion gazeuse mis au point dans les années 1970 et qui a donné lieu à l'usine **EURODIF** en 1978 renommée en 1988 usine **Georges Besse** située sur le site nucléaire du Tricastin dans la Drome à Pierrelatte avec ses quatre centrales nucléaires dont trois étaient utilisées pour

---

<sup>1</sup> Les références allant de 1 à 102 correspondent à mon activité scientifique.

alimenter les 1400 cascades nécessaires pour séparer l'hexafluorure d'uranium 235 ( $^{235}\text{U}$ ) gazeux de l'hexafluorure d'uranium 238 gazeux ( $^{238}\text{U}$ ).



**Photo 1 : Usine  
EURODIF ou Georges  
Besse avec ses 4  
réacteurs**

La sélectivité du procédé **SILVA** (séparation en 1 étape au lieu des 1400 de la diffusion gazeuse) devait permettre de réduire les coûts de production de l' $^{235}\text{U}$  d'un facteur 3 en rendant les usines plus compactes.

Le procédé **SILVA** utilise la différence des niveaux électroniques de l' $^{235}\text{U}$  et de l' $^{238}\text{U}$  pour ioniser sélectivement l' $^{235}\text{U}$ . Quatre longueurs d'onde sont nécessaires pour ioniser la vapeur atomique de l'isotope  $^{235}\text{U}$  car celui-ci nécessite une énergie d'ionisation de 6,18 eV. Cet apport d'énergie se fait en 3 étapes successives avec 2 eV par étape soit avec des longueurs d'onde autour de 600 nm. La 4<sup>e</sup> chaîne permet de récupérer une fraction non négligeable de l' $^{235}\text{U}$  produit par la vaporisation correspondant à un état métastable et ayant une énergie légèrement supérieure au niveau fondamental. Cette vapeur atomique est produite sous vide par l'évaporation d'une cible d'uranium naturel placée dans un creuset à l'aide d'un faisceau linéaire d'électrons portant l'uranium à plus de 3000 °C.

Ces 4 faisceaux sont issus de 4 chaînes lasers à colorant différentes constituées par un oscillateur, un préamplificateur et un amplificateur pour ajuster finement chaque longueur d'onde au niveau nécessaire pour réaliser à l'excitation de l'isotope  $^{235}\text{U}$  en trois étapes. Ces chaînes lasers sont pompées par des chaînes LVC qui fonctionnent à 5 kHz.

Les 4 faisceaux colorants sont réunis en un seul faisceau par un système de multiplexage spectral avant de rentrer dans le séparateur et interagir avec la vapeur atomique d'uranium. Cette interaction du faisceau avec la vapeur est prolongée grâce à des miroirs placés de part et d'autre du séparateur qui permet plusieurs allers-retours (propagation sur plusieurs centaines de mètres). La vapeur ionisée enrichie en  $^{235}\text{U}$  est récupérée après condensation en phase liquide sur des collecteurs à l'aide de l'application d'un champ électrique.

Ce projet a été arrêté le 11 janvier 2004 [104] après la réalisation, sur le site **CEA/Pierrelatte**, d'un démonstrateur intégré **MEMPHIS**, à l'échelle représentative du procédé **SILVA**. Quelques 200

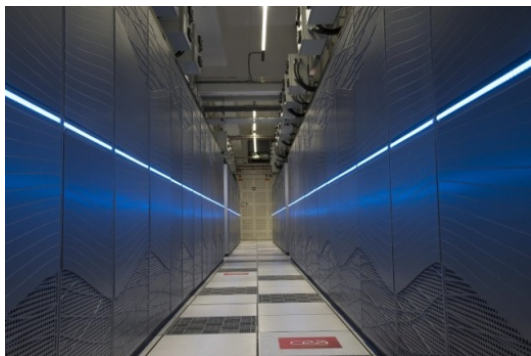


kg d'uranium enrichi à teneur isotopique significative ont notamment été produits en novembre 2003, avec environ une tonne d'uranium appauvri obtenue en parallèle.

## **I.2 Le projet LMJ (Laser MégaJoule)**

Suite à l'arrêt des essais nucléaires acté par la signature du **Traité d'Interdiction Complète des Essais Nucléaires (TICEN)** en 1996, la **DAM** du **CEA** doit garantir la fiabilité et la sécurité de ses armes sans nouvelles expérimentations en vraie grandeur. C'est pourquoi, le Programme Simulation a été mis en place en 1996. Il est organisé en 3 volets visant à fournir les outils nécessaires à la maîtrise des différents domaines de fonctionnement d'une arme nucléaire. Ces trois volets sont [105] :

- la physique de base qui est l'ensemble des études destinées à comprendre et à modéliser chaque phénomène physique élémentaire intervenant dans le fonctionnement des armes ;
- la simulation numérique qui permet de prévoir le fonctionnement d'une arme nucléaire à partir de puissants logiciels et moyens de calculs (**Téra 100-1000**, **Téra 1000-2**) mis en service en fin 2017 est capable de réaliser  $25 \cdot 10^{15}$  opérations par seconde soit 25 pétaflops (**Photo 2**) ;



**Photo 2 :**  
**Supercalculateur Téra**  
**1000-2**

- la validation expérimentale : exploiter les résultats des essais nucléaires passés et ceux d'expériences réalisées avec de grands outils expérimentaux, tels qu'**AIRIX (Photo 3)** et le **LMJ (Photo 4)**.

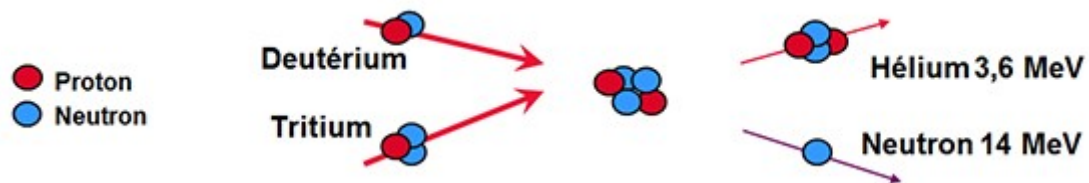


**Photo 3 : Générateur de radiographie X**  
**éclair (machine AIRIX) au sein de**  
**l'installation Epure**



**Photo 4 : Vue générale du bâtiment LMJ**

Le **LMJ**, qui nous intéresse ici, permet la validation expérimentale des modèles et des codes de calculs pour simuler les phénomènes physiques mis en jeu lors de la phase nucléaire de fonctionnement des armes. Depuis l'automne 2019, Le **LMJ** recrée les conditions de densité, de température et de pression nécessaires à la fusion d'atomes de deutérium et tritium contenus dans un microballon avec la production de neutrons à 14 MeV (**Figure 1**).



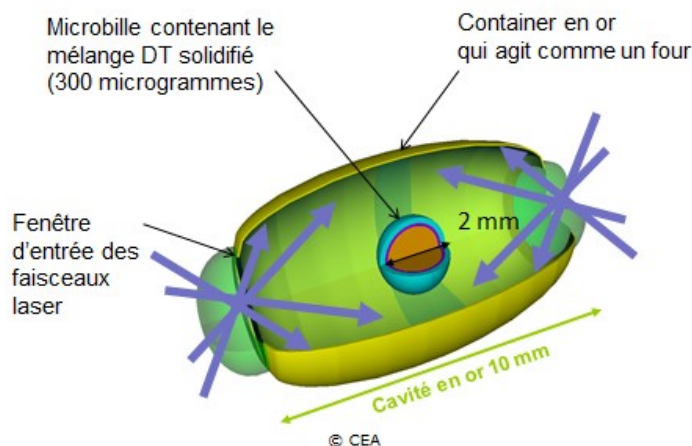
**Figure 1 : Schéma de principe de la fusion ©CEA [105]**

Dans le cas précis où l'énergie thermonucléaire émise par le microballon est supérieure à l'énergie investie du tir laser, le tir laser est qualifié de tir à gain.

Pour faire implorer le microballon deux solutions sont envisageables :

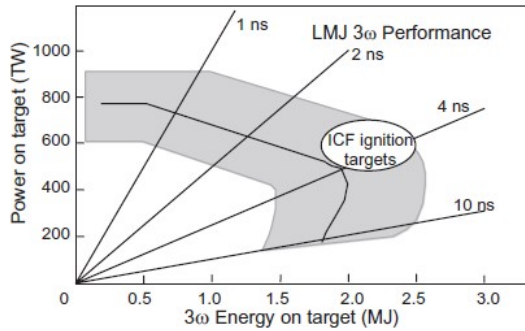
- l'attaque directe où les faisceaux lasers interagissent directement avec le microballon ;
- l'attaque indirecte où les faisceaux lasers irradient les parois internes d'une cavité recouverte d'or contenant le microballon pour produire un rayonnement X intense qui interagit avec le microballon. Le microballon imploré par effet fusée en augmentant fortement sa température ( $\approx 100 \cdot 10^6$  K [106]) et sa pression ( $\approx 200$  GPa [107]) permettant d'obtenir les conditions de fusion de manière plus homogène (Cf. **Figure 2**).

Comme pour le **National Ignition Facility (NIF)**, c'est l'attaque indirecte [108-109] qui a été choisie comme voie nominale par le **CEA**.



**Figure 2 : Schéma de principe de la fusion par confinement inertiel d'une microbille en attaque indirecte**

Les conditions de l'ignition (énergie, durée d'impulsion) sont données [110] par la **Figure 3**.



**Figure 3 : Diagramme énergie/puissance sur le microballon pour avoir l'ignition en attaque indirecte**

Le laser devra avoir une énergie supérieure à 1,3 MJ [111] pour reproduire ces conditions dans le cas d'une attaque indirecte pour une impulsion de 3 ns.

Le **LMJ** est une installation laser dont la construction a commencé en 2003. Le **LMJ** sera composé de 22 chaînes lasers (ou bundles) de 8 faisceaux chacune répartie en 2 quadruplets [112-113]. Chacun des 176 faisceaux fournira après conversion 7,5 kJ dans l'ultraviolet, ce qui donnera les 1,3 MJ d'énergie nécessaire au total [114]. Une explication plus détaillée de la chaîne laser se trouve dans ma thèse [95]. En comparaison le **NIF** comporte 24 chaînes et 192 faisceaux pour une énergie de 1,8 MJ [108]. La durée de l'impulsion laser du **LMJ** peut varier de 0,7 ns à 25 ns [115].

Pour valider les options prises pour le **LMJ**, le **CEA** a construit une ligne prototype reproduisant une chaîne laser nommée **Ligne d'Intégration Laser (LIL)**. La **LIL** a été mise en service en 2002 au **CEA/Cesta** près du futur bâtiment **LMJ (Photo 5)**. Elle a été jusqu'à sa fermeture en février 2014 le plus puissant laser d'Europe en termes d'énergie délivrée. La **LIL** avec son quadruplet opérationnel [114] a permis de valider les choix technologiques du **LMJ** en testant à l'échelle 1 toutes les conceptions et technologies des sous-ensembles développés pour le sous-système laser préalablement au lancement et à la réalisation de l'installation **LMJ** complète. Six cent trente-six expériences sur cible ont été menées pour des applications de la défense et pour des expériences académiques [105].



**Photo 5 : Vue de l'entrée du bâtiment de la ligne d'intégration laser**

© CEA

**Le LMJ a été inauguré par Le Premier Ministre, monsieur Manuel Valls le jeudi 23 Octobre 2014 (Photo 6)** et depuis tous les ans de nouvelles chaînes lasers sont mises en exploitation. Fin 2019, environ 250 expériences ont été réalisées, dont les premières expériences de fusion thermonucléaire.



**Photo 6 : Inauguration du LMJ avec Manuel Valls**

### **I.3 Pourquoi les couches minces ?**

La 1<sup>re</sup> partie de mon travail au **CEA/Saclay** a été la conception des chaînes lasers de la 1<sup>re</sup> installation pilote de **SILVA** à Saclay appelée **HFRA**. Pour cela, j'ai été quelques temps en formation au **CEA/Limeil** qui venait de réceptionner l'installation laser **PHEBUS** et qui avait la responsabilité du montage d'une installation laser à Saclay pour un projet similaire à **SILVA**. Limeil avait à l'époque une expérience supérieure à Saclay dans le domaine des lasers de puissance avec ses installations lasers **OCTAL**, **P102** et **PHEBUS**.

Cette expérience m'a appris la conception des lasers de puissance avec l'oscillateur qui lui donne les principales caractéristiques au laser (spectrale et temporelle), la partie pré-amplificatrice et la partie amplificatrice. Des règles de dimensionnement sont appliquées pour toujours se situer au-dessus de la fluence (énergie par surface) de saturation afin d'extraire un maximum d'énergie à l'amplification, et en-dessous de la fluence d'endommagement pour éviter d'endommager les cuves à colorant ou les cristaux, d'où une augmentation progressive de la taille du faisceau à chaque étage de l'amplification. Ces règles sont toujours utilisées aujourd'hui dans les lasers de puissance et en particulier pour le **LMJ**. On peut aussi rajouter l'utilisation de l'imagerie d'un champ proche (profil spatial du faisceau peu perturbé) par un afocal entre chaque amplificateur pour éviter la diffraction génératrice de surintensités dans le faisceau laser. L'imagerie est également employée pour le pompage des lasers colorants. La conception de chaînes lasers fait que l'on transporte des faisceaux sur des grandes distances dans un bâtiment fixé. Un transport de faisceaux lasers exige pour des stabilités directionnelles des systèmes d'imageries et nécessite des moyens de réglages (position et direction) donc l'introduction systématique de "baïonnette" qui sera systématiquement installée sur chacun des bancs qui seront conçus au cours du temps. Une baïonnette consiste à disposer deux miroirs en cascade réglables en rotation selon deux axes. Ces contraintes de bâtiment imposent des études de

tolérancement qui ont été menées avec un logiciel de calcul matriciel de ma conception conçu en 1987 afin de positionner correctement les images sur des miroirs pour conserver la stabilité des faisceaux lors de la vibration des structures mécaniques. Ce logiciel calculait également les tolérances de polissage des composants. La tolérance totale était répartie sur la stabilité des composants, le tolérancement des miroirs, des lentilles et des dioptries. Il fonctionnait à partir des pentes qui comme les écarts normaux (surface d'onde) se conservent le long d'un trajet optique (théorème de **Gouy**). Ces spécifications "en pente" sont devenues maintenant un mode de spécifications des composants optiques par exemple au niveau du **LMJ**. Avec ce logiciel, nous évaluons également l'éclairement moyen auquel étaient soumises les optiques et le facteur de transmission de la chaîne laser.

Naturellement, les composants optiques de ces chaînes lasers ont dû être approvisionnés chez les industriels. J'ai donc réalisé les plans de définition de ceux-ci avec la normalisation en vigueur (norme **NF**) et défini les procès-verbaux de recette.

J'ai naturellement travaillé sur les systèmes de multiplexage des 4 longueurs d'onde colorants. En effet, le 1<sup>er</sup> système était constitué par un prisme en **SF6**. Ce verre est un flint donc un verre lourd avec un fort indice optique de  $n = 1,805$  et une faible constringence de  $\nu_v = 25,4$  donc fortement dispersif. Le problème de ce verre était son absorption élevée (sa transmission intrinsèque sur 25 mm est de 98 %). Cette absorption élevée a conduit à une autofocalisation d'origine thermique des faisceaux de puissance entraînant un bullage du verre montrant le chemin du faisceau laser dans le prisme. Cette expérience a été le point de départ de mes principales études sur l'effet de la puissance laser sur les matériaux et les composants optiques. Avec un classement des verres optiques selon une fonction de mérite et les données fournisseurs (**SCHOTT** et **CORNING**), nous avons défini un multiplexeur en **F2** qui est toujours un flint (sa transmission intrinsèque sur 25 mm est seulement de 99,8 %). L'indice du **F2** est  $n = 1,62$  et sa constringence est  $\nu_v = 36,11$ . La dispersion de ce verre étant moindre, nous avons doublé le nombre de prismes et le nouveau multiplexeur a conservé son intégrité lors du passage des faisceaux de puissance. Néanmoins, nous nous sommes penchés sur d'autres solutions (réseaux refroidis, polariseurs, dichroïques, miroirs diélectriques gravés pour augmenter l'efficacité des réseaux). Face à l'absorption des verres optiques classiques, nous avons commencé à étudier d'autres matériaux que les verres optiques, en introduisant la silice, la fluorine... qui n'étaient pas utilisées avant sur les chaînes lasers de puissance. Les composants du laser **PHEBUS** étaient initialement en **BK7**. L'aspect matériau a été également déterminant pour le choix du verre des hublots des **LVC**. Ceux-ci étaient au départ en **BK7** et donc absorbaient fortement le rayonnement infrarouge issu du tube **LVC** qui était chauffé à environ 1450 °C ( $\lambda_{\text{wien}} = 1700$  nm). L'absorption du rayonnement par le **BK7** induisait des contraintes thermomécaniques dans le verre qui dépolarisait le faisceau en sortie de laser même lorsque les hublots étaient mis à l'incidence de **Brewster**. Une campagne de mesure a mis en évidence ce phénomène de dépolarisation thermique. Le remplacement par des hublots en silice

a solutionné ce problème et les LVC de la société CILAS ont pu être polarisés convenablement, même pour des modules lasers de 500 W.

Autre point important, les composants optiques étaient préalablement mesurés sur un banc faibles pertes et un banc de tenue au flux installés par le CEA dans les locaux de la société MATRA située à Vélizy, notre principal fournisseur de couches minces à l'époque. Le banc d'endommagement était équipé d'un LVC de 25 W qui donnait des résultats d'endommagement supérieurs à 50 kW/cm<sup>2</sup> sur les composants de SILVA (miroirs, antireflets, dichroïques...) avec le couple de matériaux TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>. Bien que l'éclairement sur les chaînes lasers soit bien inférieur à ces 50 kW/cm<sup>2</sup>, des miroirs ont cédé sous le flux. Ces faits, nous ont décidés de monter un banc d'endommagement avec une chaîne laser de plus forte puissance afin d'augmenter la surface du faisceau de test sur le composant. Cette constatation reste encore d'actualité, il reste difficile de comparer des résultats d'endommagement entre différents bancs lasers (lois d'échelle) quand les dimensions des faisceaux et les durées des impulsions sont différentes.

**Tous ces problèmes, que nous avons découverts au fur et à mesure des premières expériences, ont montré la nécessité de se pencher sur l'étude et la caractérisation des composants optiques hors flux et sous flux pour aider nos industriels (CILAS, LASERDOT, MATRA, MTO, SAGEM, SESO, SOPELEM, TOFICO...) à fournir des composants traités répondant à notre besoin avec l'aide des divers laboratoires universitaires (ENSPM Pr. Emile Pelletier, ESPCI Pr. Claude Boccara, IN2P3 Pr. Jean Marie Mackowski, IOTA Pr. Jean Paul Marioge) et CEA (LETI/CMO).**

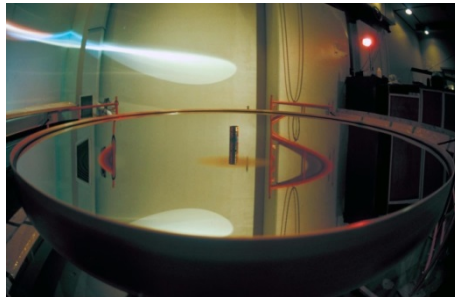
## **II. QU'EST-CE QU'UN COMPOSANT OPTIQUE ?**

Un composant optique est un élément dioptrique ou catadioptrique qui permet de modifier la trajectoire ou l'intensité de certains rayons lumineux selon sa forme et les propriétés qui composent la lumière incidente (son spectre, sa polarisation, son incidence). La lumière subit selon les cas :

- une convergence ou une divergence du faisceau lumineux dans le cas d'utilisation d'éléments dioptriques (lentilles) ou catadioptriques (miroirs) non plans ;
- un changement de direction souvent lié à l'utilisation de miroirs ou prismes ;
- une séparation spectrale ou spatiale due à des réseaux de diffraction, à des prismes, des filtres interférentiels, des lames dichroïques... ;
- une séparation de polarisation souvent liée à l'angle limite du matériau ;
- un changement de l'état de polarisation provoqué par l'angle d'incidence ou par un matériau biréfringent (lames cristallines, cristaux...)

- une atténuation par une séparation spatiale du faisceau ou par une absorption du matériau (densités optiques, séparatrices...);
- une dispersion spatiale comme pour les diffuseurs...;
- un guidage dans le cas des fibres optiques et des guides d'ondes;
- une modification de la phase ou de la surface d'onde par exemple pour des lames de phases (lames de **Bernhard Schmidt**,...) ou des miroirs adaptatifs.

Cette liste montre la place de plus en plus importante des composants optiques avec le temps. Les premiers "miroirs" utilisés par l'humanité n'étaient qu'une simple flaque d'eau, puis l'homme a commencé à polir à partir de 6000 ans avant **Jésus-Christ** des matériaux de plus en plus réfléchissants commençant par la pierre puis le cuivre, le bronze, l'étain, l'argent et l'or à l'époque des romains. Le bain de mercure reste une référence pour qualifier la qualité d'une surface en planéité (Cf. **Photo 7**).



**Photo 7 : Photo d'un miroir liquide fabriqué par l'Université de Laval (Canada) prise par Laurent Douek**

La première utilisation scientifique utilisant des miroirs est l'œuvre d'**Isaac Newton** en 1671 qui conçoit son télescope (Cf. **Photo 8**) qu'il a poli lui-même. Celui-ci est toujours utilisé de nos jours, il consiste à l'association d'un miroir primaire parabolique, d'un miroir secondaire plan et d'un oculaire.



**Photo 8 : Télescope de Newton**

De même les premières "lentilles" remontent également au néolithique avec des premières applications à l'époque romaine. Les premières explications sur le pouvoir grossissant des lentilles sont données par **Abu Ali al-Hasan ibn al-Haytham** dit **Alhazen** dans son *Traité d'optique*; c'est d'ailleurs en s'inspirant de ces travaux que **Roger Bacon** en 1268 démontre le pouvoir grossissant des verres permettant à **Allessandro della Spinade** de concevoir la première paire de lunettes au XIV<sup>ème</sup> siècle. Mais c'est avec la lunette de **Galileo Galilei** dit **Galilée** en 1609 (Cf. **Photo 9**) et les lois de **Snell Descartes** publiées dans la *Doptrique* en 1637 que les lentilles prennent de l'importance dans le domaine des sciences et en particulier en astronomie.



*Photo 9 : Les lunettes de Galilée*

La naissance de la photographie avec **Nicéphore Niepce** en 1826, puis du cinéma par les frères **Louis et Auguste Lumière** en 1895 entraînent le développement des premiers objectifs photographiques par **Charles Chevalier** en 1829, des premiers téléobjectifs par **Thomas Dallmeyer** et **Adolph Miethe** en 1891 et des premiers zooms par **Roger Cuvillier** en 1949 (Cf. **Photo 10**) travaillant pour **SOM-BERTHIOT (SOPELEM)**.



*Photo 10 : Roger Cuvillier et le premier zoom le Pan Cinor*

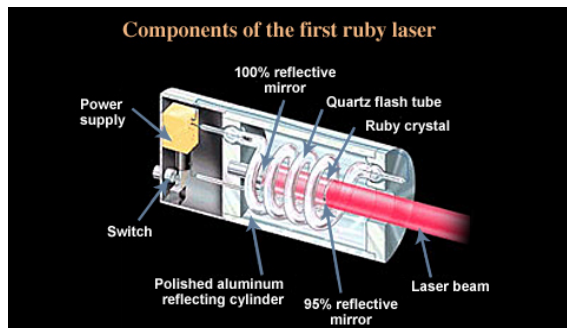
L'amélioration de ces composants simples s'est faite conjointement avec le développement des premiers traitements de surface qui pour des miroirs ont vu le jour en 1835 grâce à **Justus von Liebig** qui arrive à déposer chimiquement une couche d'argent sur du verre. Le premier dépôt sous vide d'un miroir avec une couche d'aluminium a été réalisé par **Nahrwold** en 1887. Pour les lentilles, il a fallu attendre 1935, pour qu'**Olexander Smakula** de **Carl ZEISS** brevete le premier antireflet.

Le formalisme matriciel pour étudier des empilements des couches minces en suivant les équations de **James Clerk Maxwell** a été établi en 1950 par **Florian Abelès** [116]. Avec ce formalisme, on peut donner des fonctions particulières aux différentes surfaces pour la réalisation de "filtres". Ces filtres sont fabriqués grâce aux développements des bâtis de dépôts sous vide et des diverses techniques physiques d'évaporation ou de pulvérisation appelées couramment **Physical Vapor Deposition (PVD)**.

En 1913 **Julius Elster** et **Hans Geiter** ont réalisé le premier détecteur de lumière et la société **RCA** a commercialisé dès 1936 les tubes photomultiplicateurs. En 1952, **Jun-ichi Nishizawa** invente la diode à avalanche. Nous rentrons dans le domaine de la photonique où la lumière devient non seulement un moyen de visualisation de scène mais un outil de physique général. Ceci est d'autant plus



vrai avec l'avènement de la fibre optique en 1956 avec **Larry Curtiss** qui fabriqua les premiers faisceaux de fibres de verre et **Charles Kuen Kao** pour les télécommunications par fibres, et en 1960 avec le laser grâce à **Théodore Maiman** (Cf. **Photo 11**).



**Photo 11 : le 1<sup>er</sup> laser à rubis de Théodore Maiman**

Depuis l'optique et ses composants se sont généralisés partout dans les transmissions, la téléphonie, les imprimantes, la soudure, la gravure, la voiture, le médical, le militaire, le spatial, l'instrumentation...

L'utilisation des polymères rend les lunettes et les systèmes plus légers, plus faciles à fabriquer et moins chers. L'apparition des formes libres grâce au progrès de la robotique permet de supprimer des lentilles dans les combinaisons optiques entraînant des gains en poids et en prix. La miniaturisation des composants permet de placer l'optique partout comme on peut le voir avec les différents capteurs, les téléphones, les voitures, les lecteurs DVD... L'optique avec ses composants possède l'avantage de mesurer de nombreuses caractéristiques sans contact, en étant parfois non intrusive.

### **III. UN COMPOSANT OPTIQUE POUR SILVA OU POUR LE LMJ**

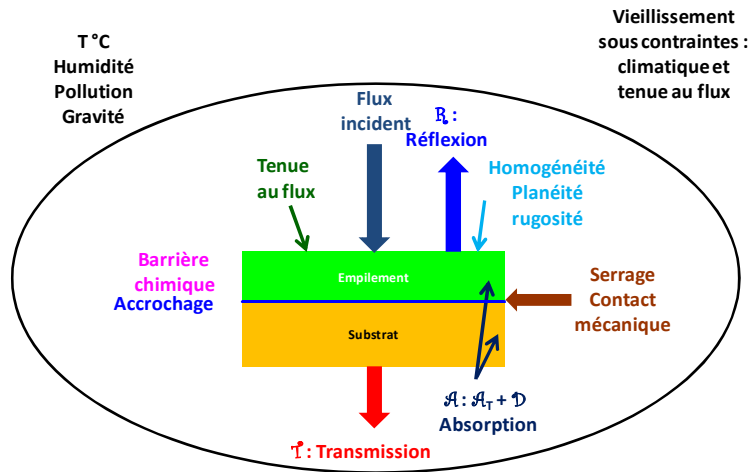
Ces deux installations de recherche se différencient par la taille des composants plus importante pour le **LMJ** (400X400 mm<sup>2</sup>) et par la largeur du domaine spectral plus importante pour **SILVA** (510-578 nm, et 550-680 nm). Les types de composants utilisés sont voisins, on retrouve principalement des miroirs, des lentilles, des réseaux, des polariseurs.

Un composant optique est donc l'association d'un substrat et de couches minces. La forme du substrat donne la puissance intrinsèque  $\mathcal{P}_i$  du composant ( $\mathcal{P}_i = -\frac{1}{f}$ , où  $f$  est la focale du composant). L'empilement de couches minces donne la fonction du composant : antireflet, miroir, filtre... Et, nous devons juger l'ensemble des deux sachant que les réponses du substrat peuvent dépendre du traitement et vice et versa. Tout ceci sera d'autant plus vrai, que ces composants peuvent être soumis à un flux laser intense et naturellement il faut tenir compte de :

- son montage dans son support ainsi que de la gravité terrestre ;

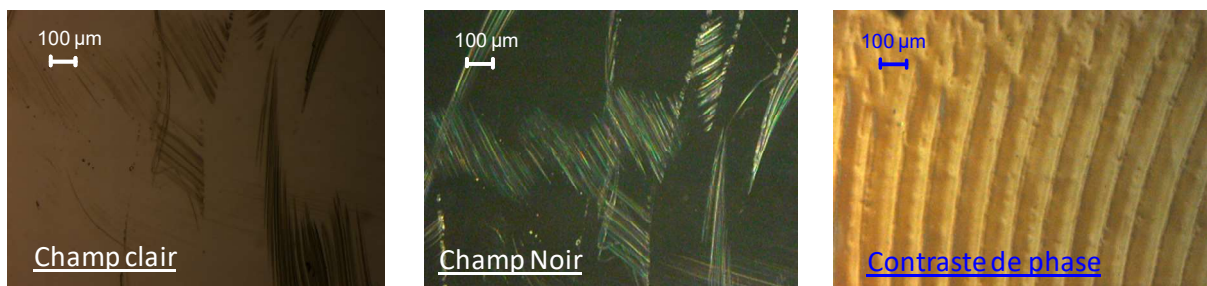
- de l'environnement extérieur, en particulier l'humidité ;
- du vieillissement naturel ou sous contrainte (flux laser par exemple).

La **Figure 4** résume la situation d'un composant pour une installation laser de puissance.



**Figure 4 :**  
**Problématique d'un**  
**composant pour laser**  
**de puissance**

Les couches ou le substrat servent de barrières chimiques. Une bonne accroche des couches sur le substrat est indispensable pour conserver l'intégrité du composant durant sa durée de vie. Le substrat comme les couches peut être également absorbant, ce qui peut engendrer avec des sources lasers de puissance des modifications sur la surface d'onde par leurs propriétés thermomécaniques. Selon la nature du substrat, il peut y avoir des migrations de polluants du substrat vers les couches minces [117]. Le substrat donc le composant optique peut être déformé par les contraintes mécaniques générées lors du traitement. Ces contraintes sont non seulement liées à l'épaisseur du dépôt et à la technique de dépôts par la température mais aussi aux paramètres mécaniques des couches minces. A ceci il faut ajouter la qualité des couches et du substrat qui peuvent révéler de nombreux défauts comme nous pouvons le constater sur la **Photo 12**. Les couches déposées ont une tendance à suivre la qualité du substrat et donc il nous faut également contrôler la qualité du substrat initial.



**Photo 12 :** Microscopie en champ clair, en champ noir et en contraste interférentiel avec un objectif X5 de l'échantillon traité avec un antireflet

Pour caractériser au mieux nos composants, nous nous sommes occupés avec mes différents collègues, stagiaires, doctorants, postdoctorants et avec l'apport d'universitaires à effectuer des études spécifiques avec la conception de bancs de caractérisation adéquates :

- de la forme avec un interféromètre et un banc de focaultage ;
- des réponses spectrales par la modélisation ;
- de la détermination des indices et des épaisseurs avec un spectrophotomètre et par la modélisation mais aussi avec des techniques d'optique guidée ;
- des pertes totales ;
- des mesures d'absorption par interférométrie calorifique et effet mirage ;
- des mesures de réflexion ;
- des mesures de diffusion optique ;
- des mesures de tenue au flux et du conditionnement laser ;
- des mesures d'homogénéité ;
- de détermination des contraintes ;
- des mesures de défauts locaux ;
- des mesures d'indentation.

Je vais décrire sommairement une partie de ces différents thèmes en donnant le principe et quelques résultats obtenus avec les étudiants associés.

Les perspectives seront juste abordées, elles restent dans la continuité de mes activités de caractérisation axées sur les couches pour le **LMJ** avec la mesure de leurs propriétés mécaniques. Elles s'appuieront sur des collaborations universitaires actuelles ou futures pour évaluer les propriétés mécaniques des couches minces dans un large domaine fréquentiel en ajoutant l'aspect choc laser. Nous regardons également dans l'avenir avec une thèse le rôle et l'influence des polluants sur la durée de vie du composant **LMJ**, une autre sur l'oxyde de scandium ( $\text{Sc}_2\text{O}_3$ ) dans le cadre de l'amélioration de la tenue au flux du **LMJ** et du laser **PETAL** [113], et aussi avec une autre thèse la caractérisation infrarouge de matériaux.

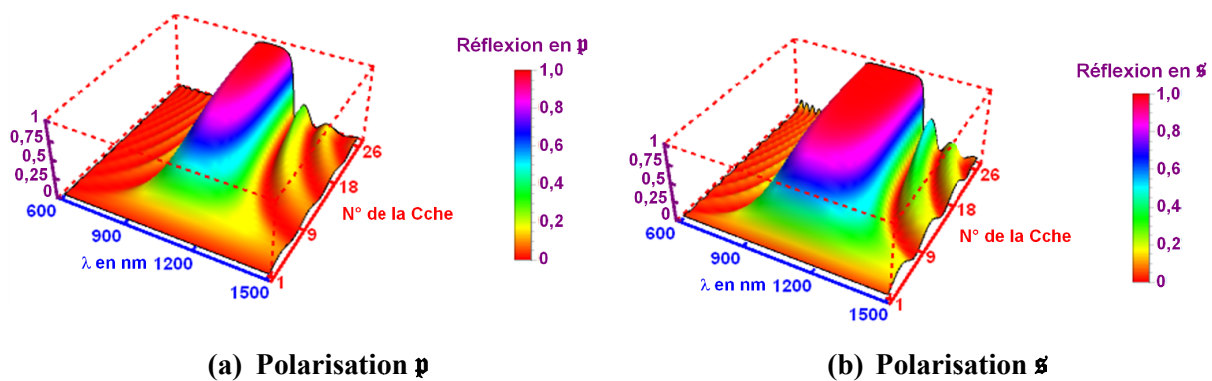
#### **IV. REPONSES SPECTRALES PAR LA MODELISATION**

Pour étudier correctement les couches minces, il est nécessaire d'avoir à sa disposition un code de calculs. Celui-ci a été indispensable pour expliquer les éclatements de faisceaux qui se sont produits sur **SILVA** où un des quatre faisceaux a divergé après sa réflexion sur un miroir alors que les trois autres faisceaux sont restés collimatés et pour évaluer les absorptions [118]. En 1991, les logiciels de couches minces n'étaient pas aussi développés commercialement qu'aujourd'hui et nous avons implémenté le nôtre [119]. Différentes méthodes sont possibles pour connaître les réponses spectrales ou angulaires d'un empilement [120] :

- le calcul matriciel ;
- la méthode vectorielle ;

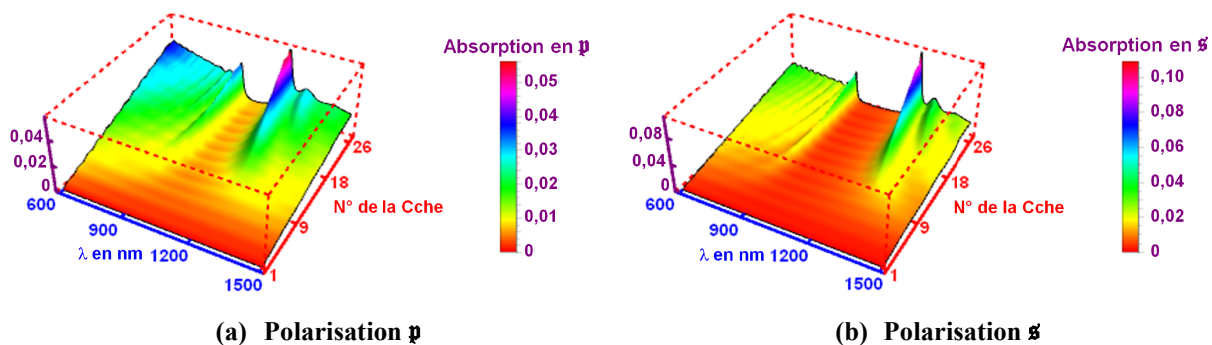
- la méthode alternative ;
- le diagramme de **Smith** souvent utilisé par le calcul d'antireflet.

Je n'ai développé que le calcul matriciel [116, 120] qui est issu des équations de **Maxwell**. Grâce à ce formalisme, j'ai été à même de calculer les réponses spectrales de tous les matériaux et les empilements de couches minces connaissant les indices (ceux-ci pouvant contenir des gradients dans l'épaisseur) et les épaisseurs de ces couches quelques soit l'incidence, la polarisation et la longueur d'onde. Ce progiciel a permis l'étude de solutions possibles de miroirs pour la séparation isotopique [121] qui ont été manufacturés au fil du temps par nos partenaires industriels. Ce logiciel a été mis à la disposition du laboratoire d'optique du Pr. **C. Boccara**. En 2010, j'ai fait une version **Excel** de ce progiciel et en 2017, une version **Mathematica**. L'originalité de ce progiciel est la visualisation des différentes grandeurs en fonction de la couche déposée. Par exemple, la **Figure 5.a** représente la réflectivité spectrale en  $\mathfrak{p}$  et la **Figure 5.b** la réflectivité en  $\mathfrak{s}$  en fonction du nombre de couches d'un miroir  $S(HB)^{13}B$ .



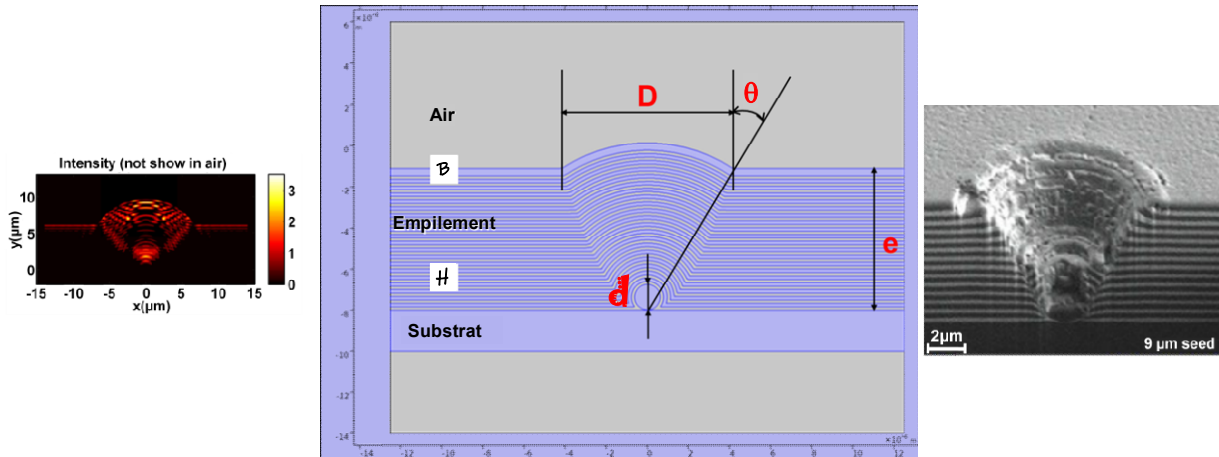
**Figure 5 :** Réflectivité spectrale pour une incidence de  $45^\circ$  en polarisation  $\mathfrak{p}$  et  $\mathfrak{s}$  d'un miroir  $S(HB)^{13}B$  à  $1054 \text{ nm}$  ( $n_S = 1,45$ ,  $n_B = 1,45$ ,  $k_B = 10^{-5}$ ,  $n_H = 2$  et  $k_H = 10^{-3}$ )

La **Figure 6.a** représente l'absorption spectrale en  $\mathfrak{p}$  et la **Figure 6.b** l'absorption en  $\mathfrak{s}$  en fonction du nombre de couches du miroir  $S(HB)^{13}$ .



**Figure 6 :** Absorption spectrale pour une incidence de  $45^\circ$  en polarisation  $\mathfrak{p}$  et  $\mathfrak{s}$  d'un miroir  $S(HB)^{13}B$  à  $1054 \text{ nm}$  ( $n_S = 1,45$ ,  $n_B = 1,45$ ,  $k_B = 10^{-5}$ ,  $n_H = 2$  et  $k_H = 10^{-3}$ )

Avec ce logiciel, nous comprenons l'influence des nodules emprisonnés dans un empilement qui génèrent des surintensités du champ électrique. En effet lors de la fabrication si un nodule de diamètre  $d$  se trouve sur le substrat, il va induire une modification locale de l'empilement sous forme d'un cône de hauteur  $e$  qui conduira en surface à l'apparition d'un dôme de diamètre  $D$  (Cf. **Figure 7**).



**Carré du champ électrique pour un miroir multidiélectrique avec  $n_B = 1,45$  et  $n_H = 2$  en polarisation  $s$  à  $45^\circ$  d'incidence [122]**

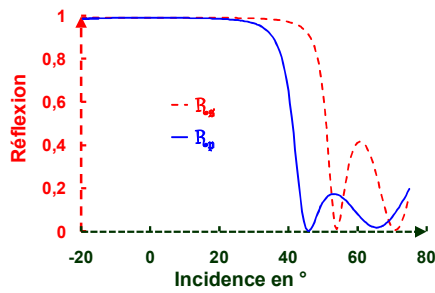
**Figure 7 : Nodule sur un substrat recouvert par un empilement diélectrique type miroir**

**Image MEB d'un nodule [123]**

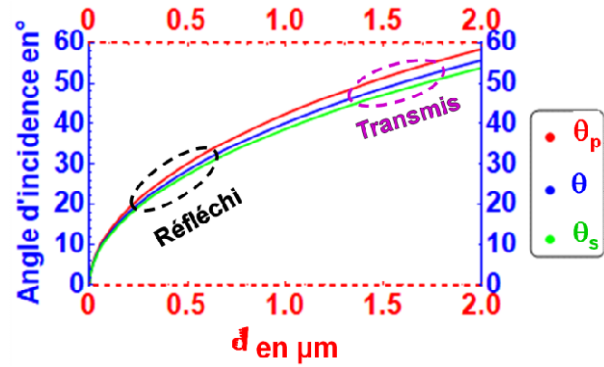
Le diamètre  $D$  dépend de l'épaisseur de l'empilement et de  $d$  (Cf. **Équation 1**). Sur cette zone, nous avons une variation de l'incidence qui induit une variation des réponses spectrales et donc le champ électrique pénètre plus profondément dans l'empilement.

$$D = \sqrt{8 \cdot d \cdot e} \quad (1)$$

En effet, nous savons que le coefficient de réflexion  $R_s(1064 \text{ nm})$  va évoluer avec l'incidence et les indices. Par exemple pour une incidence  $\theta$  de  $0^\circ$ , nous obtenons 99,5 % avec un empilement de formule  $S(HB)^{12}B$  avec comme un indice de 1,886 pour le matériau haut indice et 1,45 pour le bas indice (le substrat ayant un indice également de 1,45). A  $45^\circ$  en polarisation  $s$  pour obtenir 99,5 %, le haut indice ne doit être que de 1,779. Les réponses angulaires en  $p$  et en  $s$  pour un miroir  $S(HB)^{12}B$  sont données par la **Figure 8**. Nous visualisons sur cette figure, une chute du coefficient de réflexion à  $48^\circ$  en  $s$  et à  $38^\circ$  en  $p$ .



**Figure 8 : Réponses angulaires en s et en p d'un miroir S(HB)<sup>12</sup>B à 1064 nm**

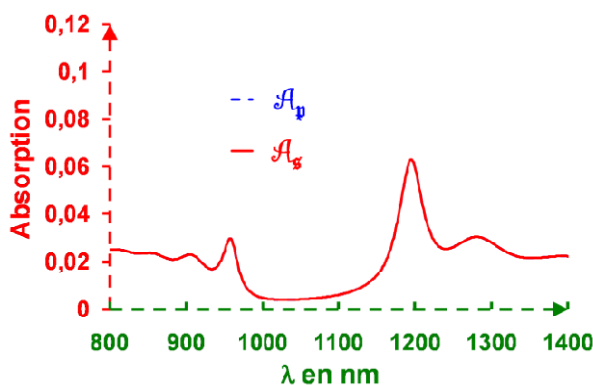


**Figure 9 : Variation de l'incidence en fonction du diamètre du nodule  $d$  pour un empilement S(HB)<sup>12</sup>B selon la polarisation**

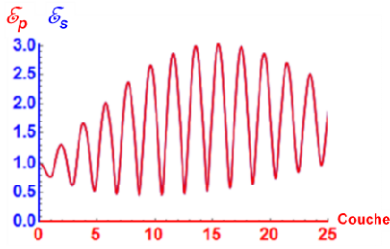
En effet au niveau du dôme, l'incidence initiale varie le long de D donc la réponse locale de l'empilement et son champ électrique vont être modifiés. L'incidence maximale au niveau dôme est donnée par  $\theta = \text{Arctg} \sqrt{\frac{d(2.e+d)}{e^2}}$ , elle se situe sur sa périphérie et augmente avec  $d$  comme l'indique la **Figure 9**.

Pour des petits nodules, la variation de l'incidence est faible et le facteur de réflexion  $R_s$  reste important (Cf. **Figure 8**). Pour des gros nodules, la variation d'incidence devient si importante que la réflexion chute, le champ électrique n'est plus atténué par les couches supérieures et le nodule commence à le voir.

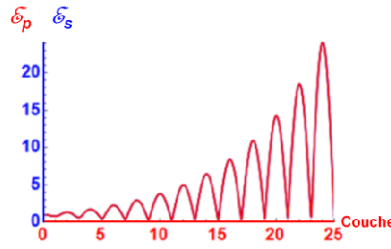
L'absorption spectrale d'un miroir S(HB)<sup>12</sup>B (avec  $k_B = 10^{-6}$  et  $k_H = 10^{-3}$ ) centré à 1064 nm pour une incidence normale ( $\mathcal{A} = \mathcal{A}_p = \mathcal{A}_s$ ) comporte deux pics à 960 nm et 1192 nm (Cf. **Figure 10**). A 1064 nm, nous observons une décroissance progressive du champ électrique  $\mathcal{E}$  (Cf. **Figure 12**). Lorsque nous excitons l'empilement, à 960 nm (Cf. **Figure 11**) et 1192 nm (Cf. **Figure 13**) le champ augmente d'abord en entrant dans l'empilement pour atteindre un optimum au milieu de l'empilement puis il diminue.



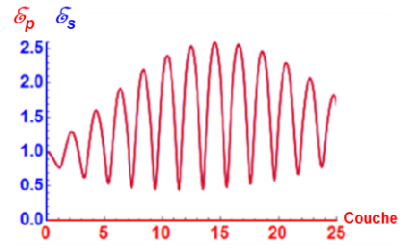
**Figure 10 : Absorption spectrale du miroir S(HB)<sup>12</sup>B en incidence normale**



**Figure 11 : Répartition du champ électrique  $\epsilon$  dans l'empilement à 960 nm**



**Figure 12 : Répartition du champ électrique  $\epsilon$  dans l'empilement à 1064 nm**



**Figure 13 : Répartition du champ électrique  $\epsilon$  dans l'empilement à 1192 nm**

Naturellement, comme la largeur spectrale d'un miroir dépend du rapport d'indice, plus celui-ci sera important, plus sa largeur sera importante et plus le miroir conservera des valeurs de réflexion élevées sur une grande plage angulaire isolant ainsi des nodules de plus en plus importants en taille.

## **V. DETERMINATION DES INDICES ET DES EPAISSEURS**

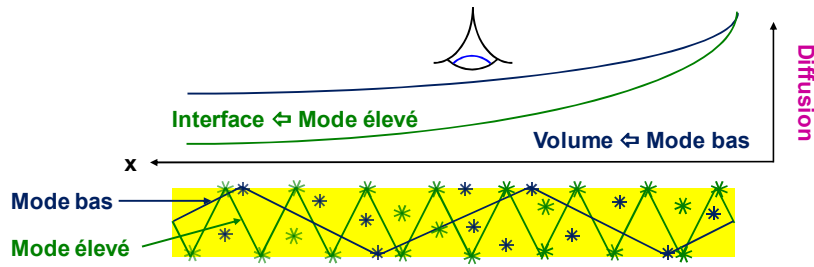
### **V.1 Introduction**

Pour connaître les caractéristiques d'une couche mince, il faut déterminer son indice optique (sa densité) et son épaisseur. Il est possible pour cela d'employer les extremums des oscillations de **Fresnel** mais c'est vite limité si nous avons besoin de connaître les variations d'indice ( $n_c$  et  $k_c$ ) avec la longueur d'onde. Il faut un modèle complet que nous allons présenter, mais avant, je vais parler d'une technique, les M-lines, qui donne ces informations pour des longueurs d'onde discrètes.

### **V.2 M-lines**

#### **V.2.1 Principe**

Le principe de mesure est donné par la **Figure 14**. De la lumière est injectée par l'intermédiaire d'un prisme à réflexion totale [124-126] placé à proximité immédiate d'une couche mince. Il existe des conditions de couplage (sur la base de l'angle d'incidence) qui permettent à la lumière d'être guidée dans cette couche. Pour des directions d'incidence spécifiques, la lumière n'est plus réfléchi à partir de la base du prisme et une ligne noire se forme. Cette ligne noire est appelée M-line. La lumière guidée dans la couche mince est progressivement atténuée le long de sa propagation dans ce guide par absorption ( $\mathcal{A}$ ) et par diffusion ( $\mathcal{D}$ ). Si nous visualisons la ligne de diffusion avec une caméra, nous pouvons quantifier cette atténuation qui provient soit des diverses interfaces lorsque le mode est élevé soit du volume quand le mode est faible. A partir de l'atténuation, nous calculons le coefficient d'extinction  $k_c$  de la couche  $k_c = k_T + k_d$  avec un  $k_T$  pour la partie thermique et un  $k_d$  pour la partie diffusion.

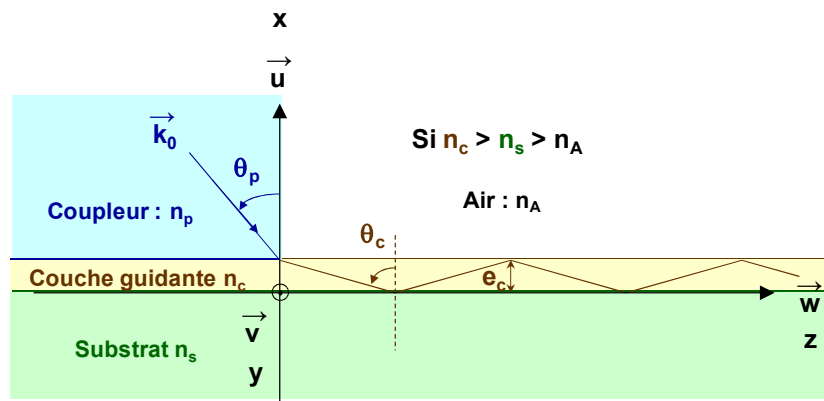


**Figure 14 : Principe de mesure pour la caractérisation d'une couche mince avec des ondes guidées**

D'après la **Figure 14** et selon les modes (ou les incidences) dans la couche, la lumière sera plus sensible aux défauts d'interface (modes élevés) que les modes bas qui eux sont plus sensibles au volume. Cette technique différencie les pertes en surface, des pertes en volume. L'inconvénient des M-lines est qu'ils nécessitent un guidage de l'onde donc il faut que l'indice du superstrat (substrat) soit inférieur à celui de la couche  $n_c$ . Cette technique a été instrumentalisée avec **Guillaume Fréon** lors de son stage de Licence Professionnelle et **Xavier Dieudonné** [98] lors de sa thèse pour répondre à la question : peut-on faire des couches épaisses en multi-passage par sol-gel sans avoir trop de pertes ?

### V.2.2 Théorie des ondes guidées

Une couche mince d'épaisseur  $e_c$  déposée sur un substrat est un guide d'onde plan si l'indice de la couche  $n_c$  est supérieur aux indices des milieux voisins (ici l'air  $n_A$  et le substrat  $n_s$ ).



**Figure 15 : Représentation du problème**

En écrivant les équations des champs électriques et magnétiques dans les différents milieux représentés par la **Figure 15** pour la polarisation **TE** (composante du champ  $\vec{\mathcal{E}}$  parallèle à la surface de la couche) avec un champ se propageant selon  $z$  soit :  $\vec{\mathcal{E}}(x, z, t) = \vec{\mathcal{E}}_{0y} \cdot e^{-i(\omega \cdot t - k_z \cdot z)}$ . On cherche des solutions du champ électrique  $\vec{\mathcal{E}}_{0y}$  parallèle à la surface sous la forme :

$$\vec{\mathcal{E}}_{0y} \begin{cases} B_A \cdot e^{-\alpha_A \cdot x} & x > e_c \\ A_C \cdot e^{-\alpha_C \cdot x} + B_C \cdot e^{-\alpha_C \cdot x} & \text{pour } 0 < x < e_c \\ A_S \cdot e^{-\alpha_S \cdot x} & x < 0 \end{cases}$$

Nous trouvons le système d'**Équations 2** pour le mode **TE** qui possède des solutions si son déterminant (équation transcendante) est nul (Cf. **Équation 3**).



$$\left[ \begin{array}{ccc} \frac{k_z}{\omega \cdot \mu_0} \cdot A_C & -\frac{k_z}{\omega \cdot \mu_0} \cdot B_C & +\frac{k_z}{\omega \cdot \mu_0} \cdot A_S = 0 \\ -\frac{\alpha_C}{\omega \cdot \mu_0} \cdot A_C & +\frac{\alpha_C}{\omega \cdot \mu_0} \cdot B_C & -\frac{\alpha_S}{\omega \cdot \mu_0} \cdot A_S = 0 \\ -\frac{k_z}{\omega \cdot \mu_0} \cdot B_A \cdot e^{-\alpha_A \cdot e_c} & +\frac{k_z}{\omega \cdot \mu_0} \cdot A_C \cdot e^{i \cdot \alpha_C \cdot e_c} & +\frac{k_z}{\omega \cdot \mu_0} \cdot B_C \cdot e^{-i \cdot \alpha_C \cdot e_c} = 0 \\ -\frac{i \cdot \alpha_A}{\omega \cdot \mu_0} \cdot B_A \cdot e^{-\alpha_A \cdot e_c} & +\frac{\alpha_C}{\omega \cdot \mu_0} \cdot A_C \cdot e^{i \cdot \alpha_C \cdot e_c} & -\frac{\alpha_C}{\omega \cdot \mu_0} \cdot B_C \cdot e^{-i \cdot \alpha_C \cdot e_c} = 0 \end{array} \right] \quad (2)$$

$$\operatorname{tg} \alpha_C \cdot e_c = \frac{\frac{\alpha_A}{\alpha_C} + \frac{\alpha_S}{\alpha_C}}{1 - \frac{\alpha_A \cdot \alpha_S}{\alpha_C^2}} \Rightarrow \alpha_C \cdot e_c = \operatorname{Arctg} \left[ \frac{\alpha_A}{\alpha_C} \right] + \operatorname{Arctg} \left[ \frac{\alpha_S}{\alpha_C} \right] - m \cdot \pi \quad (3)$$

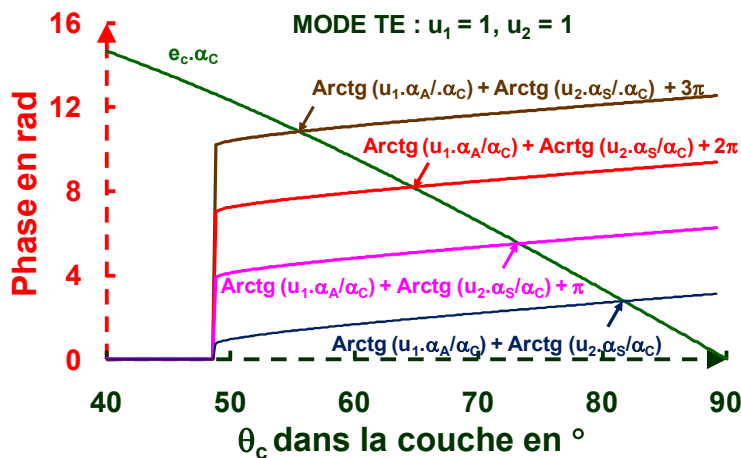
Avec  $\alpha_A$ ,  $\alpha_C$ ,  $\alpha_S$  déterminées par les équations de propagation d'**Helmholtz** :

- l'air :  $\alpha_A^2 = k_z^2 - k_0^2 \cdot n_A^2$  ;
- la couche :  $\alpha_C^2 = k_0^2 \cdot n_c^2 - k_z^2$  ;
- le substrat :  $\alpha_S^2 = k_z^2 - k_0^2 \cdot n_s^2$ .

$k_z$  étant la projection du vecteur d'onde  $\vec{k}_0$  sur l'axe z soit  $k_z = k_0 \cdot \sin \theta_p$ .

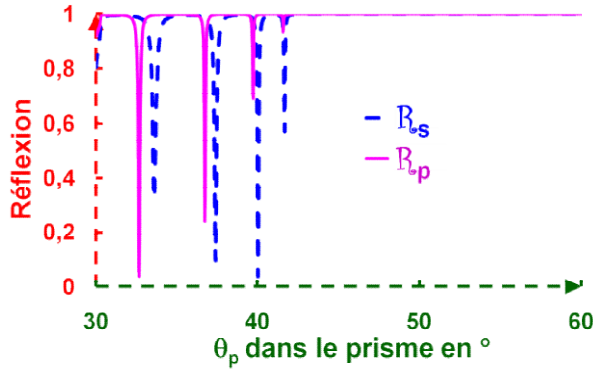
Je vais déterminer, à titre d'exemple, les modes guidés d'une couche de 1  $\mu\text{m}$  d'épaisseur avec un indice de réfraction de 1,95 déposée sur un substrat de silice et un couplage fait avec un prisme de rutile (indice de réfraction 2,87) avec deux méthodes [24] :

- soit résoudre graphiquement l'**Équation 3** pour obtenir  $\theta_{c,s}$  (angle de propagation dans la couche pour la polarisation  $\mathfrak{s}$ ) en utilisant un solveur.  $\theta_{c,s}$  correspond à une des intersection de  $e_c \cdot \alpha_C$  avec le réseau de courbes (Cf. **Figure 16**) ;
- soit calculer la réflectivité ( $R_p$  et  $R_s$ ) selon l'angle d'incidence  $\theta_p$  (angle d'incidence dans le prisme) à une longueur d'onde donnée (Cf. **Figure 17**) avec mon logiciel de couches minces (une autre application de celui-ci).



**Figure 16** : En résolvant en utilisant l'**Équation 3** pour le mode TE, pour le mode TM  $u_1 = \frac{n_c^2}{n_s^2}$

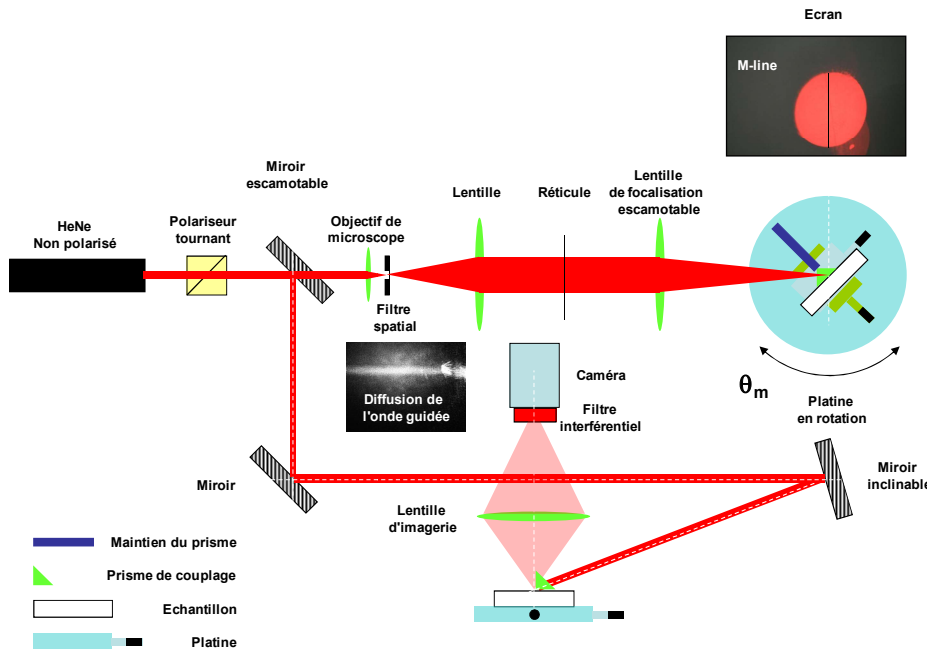
$$\text{et } u_2 = \frac{n_c^2}{n_A^2}$$



**Figure 17 :** En résolvant avec mon logiciel de couches minces

### V.2.3 Montage expérimental

Le dispositif expérimental est donné en **Figure 18**. Ce banc mesure les angles de guidage et la décroissance de la diffusion de l'onde guidée.



**Figure 18 :** Schéma expérimental avec ses 2 voies (miroir escamotable), l'une pour la mesure M-line, l'autre pour la mesure de l'atténuation

Suivant la position du miroir escamotable, à une certaine incidence fixée par la platine en rotation la lumière n'est plus réfléchié et il apparaît alors une fine ligne noire sur le disque lumineux situé sur l'écran de visualisation. Le repérage de cette ligne noire (M-line) à l'aide d'un réticule permet le calcul de l'indice de la couche si on connaît son épaisseur. Dans le cas d'une couche suffisamment épaisse pour avoir plusieurs modes, nous avons alors plusieurs lignes noires qui défilent lors de la rotation de la platine. Avec ces différents modes, nous remontons à l'épaisseur du dépôt. Le repérage de l'angle de rotation de la platine  $\theta_m$ , permet d'évaluer l'angle  $\theta_p$  qui est l'angle d'incidence de l'interface prisme/couche ( $\sin \theta_m = n_p \cdot \sin(\theta_p - \alpha)$ ,  $\alpha$  étant l'angle du prisme de couplage) et de calculer l'indice effectif  $n_{\text{eff}} = n_p \cdot \sin \theta_p = n_c \cdot \sin \theta_c$ . De l'indice effectif, nous déterminons l'indice de la couche en résolvant l'**Équation 3** avec un solveur.

### V.2.4 Résultats des mesures d'indice et d'épaisseur

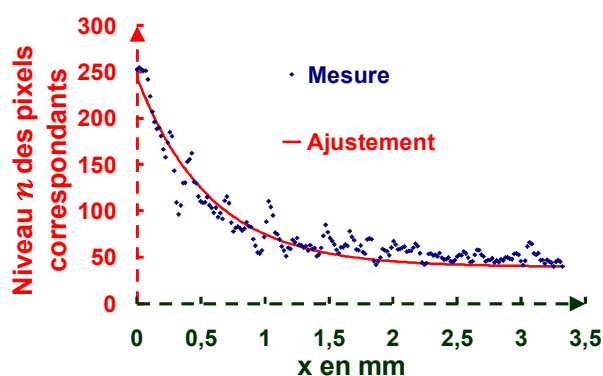
Des empilements de  $ZrO_2$  colloïdal ont été préparés par **Xavier Dieudonné** [98] par voie sol-gel dans une solution de méthanol avec plusieurs couches élémentaires de 160 nm d'épaisseur. Ils ont été mesurés pour vérifier leur épaisseur et leur indice de réfraction. Les résultats figurent dans le **Tableau 1**, ils indiquent que l'indice demeure constant lors de la réalisation de l'empilement quel que soit le nombre de couches élémentaires.

**Tableau 1 : Epaisseur et indice durant le dépôt d'un empilement de  $ZrO_2$  déposé par une succession de couches élémentaires**

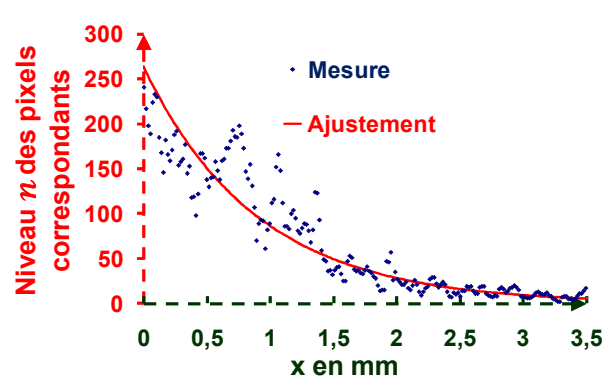
Nbre de couches élémentaires	Epaisseur (nm)	Indice @ 633 nm
3 couches	497	1,693
5 couches	836	1,68
8 couches	1130	1,703
10 couches	1617	1,690

### V.2.5 Détermination du coefficient d'extinction

Les mesures d'atténuation présentées ont été effectuées pour le mode TE2 d'une couche de  $HfO_2$  déposée en PVD sur un substrat de BK7 d'épaisseur 820 nm (couche 2) et le mode TE3 sur une couche d'épaisseur 991 nm (couche 3). Les incidences  $\theta_m$  de ces modes ont été mesurées grâce à la détection des lignes noires. Nous positionnons l'échantillon selon cette incidence en déplaçant le support d'échantillon avec sa caméra et nous enregistrons l'image après une soustraction d'une image de fond faite sans laser. La meilleure ligne est extraite pour être traitée par un filtre médian suivi par l'ajustement avec une exponentielle  $\mathcal{A} = \mathcal{A}_0 \cdot e^{-\alpha_c \cdot x}$ . De la connaissance de  $\alpha_c$  et de l'angle de propagation  $\theta_c$  dans la couche, nous calculons le coefficient d'extinction  $k_c$  de celle-ci ( $k_c = \alpha_c \cdot \sin \theta_c \cdot \lambda / 4\pi$ ). Les **Figure 19** et **Figure 20** donnent le signal le long de x pour les échantillons 2 et 3 [24].



**Figure 19 : Niveau de diffusion de l'onde guidée pour le mode TE2 pour l'échantillon 2 le long de sa propagation**



**Figure 20 : Niveau de diffusion de l'onde guidée pour le mode TE3 pour l'échantillon 3 le long de sa propagation**

Le **Tableau 2** résume les résultats obtenus avec les couches d'oxyde d'hafnium.

**Tableau 2 : Coefficients d'absorption  $\alpha_c$  et d'extinction  $k_c$  de couches d'oxyde d'hafnium**

Couche	$n_c$	$e_c$ (en nm)	Mode	$\theta_c$ (en °)	$\theta_m$ (en °)	$\alpha_c$ (en $m^{-1}$ )	$k_c$
2	2,08	820	TE2	61,7	-14,3	1,759	$1,8 \cdot 10^{-5}$
3	1,97	991	TE3	56,04	-30,85	1,1196	$7,8 \cdot 10^{-5}$

**Remarque :**  $\alpha_c$  correspond à la décroissance exponentielle du signal vue par la caméra et  $k_c$  est le coefficient d'extinction de la couche.

Pour ces couches, nous arrivons à évaluer des valeurs de coefficient d'extinction voisines de  $10^{-5}$  soient 2 à 3 ordres de grandeur plus sensibles que des mesures ellipsométriques ou spectrophotométriques. Ces mesures sont complémentaires aux mesures d'absorption par l'effet mirage [127].

**Remarque :** Nous avons accès avec ce montage aux indices ordinaires et extraordinaires des couches. Il est donc possible d'analyser des couches faites pour la rotation de polarisation si  $n_c > n_s$ .

### V.3 Mesures à l'aide d'un spectroradiomètre

L'indice optique  $n_c$ , le coefficient d'extinction  $k_c$  et l'épaisseur  $e$  d'une couche mince peuvent être déterminés à l'aide d'un spectre en transmission comme nous l'avons établi avec **Erwan Pincemin** lors de son stage de scientifique du contingent. La méthode a été reprise sous **Mathematica** avec **Jérémy Avicé** [102] lors de sa thèse pour évaluer l'effet du durcissement ammoniac sur ses couches de silice sol-gel. La transmission spectrale  $T_c(\lambda)$  d'une couche sur un substrat répond à l'**Équation 4** [128] :

$$T_c(\lambda) = \frac{16 \cdot n_A \cdot n_s(\lambda) \cdot (n_c(\lambda)^2 + k_c(\lambda)^2) \cdot \alpha_c(\lambda)}{A(\lambda) + B(\lambda) \cdot \alpha(\lambda)^2 + 2 \cdot \alpha(\lambda) \cdot \left[ C(\lambda) \cdot \cos\left(\frac{4 \cdot \pi \cdot n_c(\lambda) \cdot d}{\lambda}\right) + D(\lambda) \cdot \sin\left(\frac{4 \cdot \pi \cdot n_c(\lambda) \cdot d}{\lambda}\right) \right]}$$

avec

$$A(\lambda) = [(n_c(\lambda) + n_A)^2 + k_c(\lambda)^2] [(n_c(\lambda) + n_s(\lambda))^2 + k_c(\lambda)^2]$$

$$B(\lambda) = [(n_c(\lambda) - n_A)^2 + k_c(\lambda)^2] [(n_c(\lambda) - n_s(\lambda))^2 + k_c(\lambda)^2] \quad (4)$$

$$C(\lambda) = 4 \cdot k_c(\lambda)^2 \cdot n_A \cdot n_s(\lambda) - (n_c(\lambda)^2 - n_A^2 + k_c(\lambda)^2)(n_c(\lambda)^2 - n_s^2(\lambda) + k_c(\lambda)^2)$$

$$D(\lambda) = 2 \cdot k_c \cdot n_s(\lambda) \cdot (n_c(\lambda)^2 - n_A^2 + k_c(\lambda)^2) + 2 \cdot k_c \cdot n_A (n_c(\lambda)^2 - n_s^2(\lambda) + k_c(\lambda)^2)$$

$$\alpha_c(\lambda) = \exp\left(-\frac{4 \cdot \pi \cdot k_c(\lambda) \cdot e_c}{\lambda}\right)$$

Où  $n_A$  est l'indice de réfraction de l'air,  $n_s(\lambda)$  est l'indice de réfraction du substrat,  $\lambda$  est la longueur d'onde,  $n_c(\lambda)$  est l'indice,  $k_c(\lambda)$  est le coefficient d'extinction,  $\alpha_c$  est l'absorptivité et  $e_c$  est l'épaisseur de la couche.

Le substrat est de la silice afin d'avoir  $k_s(\lambda) = 0$  sur l'ensemble du domaine spectral étudié, ses indices  $n_s(\lambda)$  sont issus soit de tables ou d'une mesure  $\tau_{\text{Silice 2 faces}}^\circ(\lambda)$  représentant la mesure de la transmission du composant avec ses 2 faces. Ainsi l'indice  $n_s(\lambda)$  est donné par l'**Équation 5** :

$$n_s(\lambda) = \frac{2 - \tau_{\text{Silice 2 faces}}^\circ(\lambda) + 2 \sqrt{1 - \tau_{\text{Silice 2 faces}}^\circ(\lambda)}}{\tau_{\text{Silice 2 faces}}^\circ(\lambda)} \quad (5)$$

On suppose que tous les indices  $n_c(\lambda)$  et les coefficients d'extinction  $k_c(\lambda)$  suivent une loi de Cauchy donnée par l'**Équation 6** :

$$\begin{aligned} n_c(\lambda) &= \mathcal{A}_0 + \frac{\mathcal{A}_1}{\lambda^2} + \frac{\mathcal{A}_2}{\lambda^4} \\ k_c(\lambda) &= \mathcal{B}_0 + \frac{\mathcal{B}_1}{\lambda^2} + \frac{\mathcal{B}_2}{\lambda^4} \end{aligned} \quad \text{ou généralement} \quad \begin{aligned} n_c(\lambda) &= \sum_{i=0}^p \frac{\mathcal{A}_i}{\lambda^{2 \cdot i}} \\ k_c(\lambda) &= \sum_{i=0}^p \frac{\mathcal{B}_i}{\lambda^{2 \cdot i}} \end{aligned} \quad (6)$$

Les mesures issues du spectroradiomètre correspondent aux deux faces de l'échantillon. Soit une seule face est traitée et l'autre nue soit les deux faces sont traitées, il nous faut donc calculer la transmission d'une face  $\tau_{\text{c exp}}^\circ(\lambda)$  grâce aux **Équations 7** :

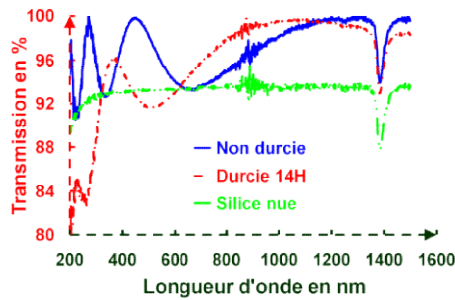
$$\begin{aligned} \text{1 face traitée, l'autre nue} \quad \frac{1}{\tau_{\text{c exp}}^\circ(\lambda)} &= \frac{1}{\tau_{\text{2 faces spectro}}^\circ(\lambda)} - \frac{1}{\tau_{\text{Silice 1 face}}^\circ(\lambda)} + 1 \\ \text{2 traitements identiques de part et d'autre :} \quad \frac{1}{\tau_{\text{c exp}}^\circ(\lambda)} &= \frac{1}{2} \cdot \left( \frac{1}{\tau_{\text{2 faces spectro}}^\circ(\lambda)} + 1 \right) \end{aligned} \quad (7)$$

Un ajustement entre la courbe théorique  $\tau_{\text{c théo}}^\circ$  et la courbe expérimentale  $\tau_{\text{c exp}}^\circ$  au moyen de la méthode de **Newton-Raphson** [129] avec  $\tau_0^\circ(\lambda)$  une constante initiale est effectué. Il conduit à la résolution de cette équation pour chaque paramètre  $X_j$  (Cf. **Équation 8**).

$$d\tau^\circ(\lambda) \cdot \frac{\partial \tau^\circ(\lambda)}{\partial X_j} = \left( \tau_{\text{c exp}}^\circ(\lambda) - \tau_0^\circ(\lambda) \right) \cdot \frac{\partial \tau^\circ(\lambda)}{\partial X_j} = dT\tau^\circ(\lambda) \cdot \frac{\partial \tau^\circ(\lambda)}{\partial X_j} \quad (8)$$

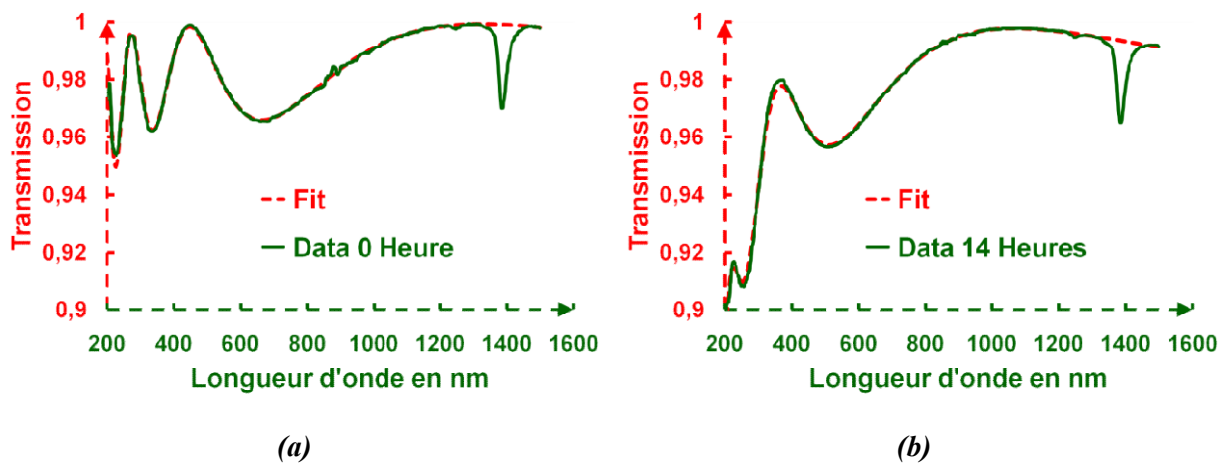
Si on a 7 paramètres, le système linéaire comprenant 7 équations est résolu par une inversion de matrice. Ce système linéaire peut être étendu à  $1 + 2 \cdot p$  équations où  $p$  est l'ordre du développement de  $n_c(\lambda)$  et de  $k_c(\lambda)$  (Cf. **Équation 6**). A partir de valeurs initiales, des itérations successives sont faites pour minimiser une fonction de mérite.

La méthode est illustrée par le calcul du rétreint d'une couche sol-gel provoqué par un durcissement ammoniac de 14 heures [2, 102]. Les courbes spectrales en transmission d'un échantillon nu, de la couche avant durcissement et après un durcissement de 14 heures sont visualisées sur la **Figure 21**. Nous notons un décalage et une réduction de la transmission de la couche durcie par rapport à la couche avant durcissement vers les basses longueurs d'onde. Ces observations sont expliquées par le rétreint de la couche et par le faïençage de celle-ci.



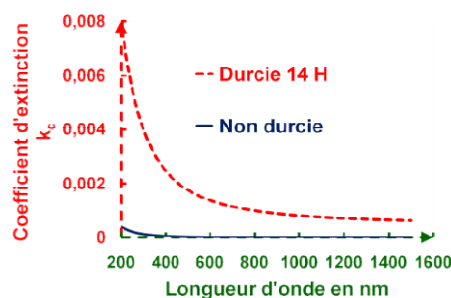
**Figure 21 : Transmission d'un échantillon avant durcissement et après durcissement (14 H) avec la transmission du substrat de silice nu**

Comme la courbe expérimentale est fortement bruitée car elle est faite avec un spectroradiomètre équipé d'une sphère d'intégration, un filtrage médian d'ordre élevé est appliqué avant d'effectuer notre traitement. Les résultats sont donnés sur la **Figure 22** qui indique la superposition des courbes expérimentales et théoriques au pic d'absorption de SiO<sub>2</sub> près.



**Figure 22 : Transmissions et ajustements de la couche avant durcissement (a) et après un durcissement de 14 heures (b)**

Les coefficients d'extinction  $k_c(\lambda)$  issus des ajustements réalisés en **Figure 22** ont été tracés en **Figure 23**.



**Figure 23 : Coefficients d'extinction  $k_c(\lambda)$  pour des couches durcies (14 heures) et non durcies**

Le coefficient d'extinction  $k_c$  de la couche durcie est nettement plus grand que celui d'une couche non durcie. Cette tendance sera observée en microscopie, il explique les pertes constatées dans l'ultraviolet (Cf. **Figure 21**).

L'épaisseur de la couche durcie (220 nm) est bien inférieure à la couche non durcie (267 nm) confirmant le déplacement du spectre vers les basses longueurs d'onde, il y a un rétreint de 17 %.

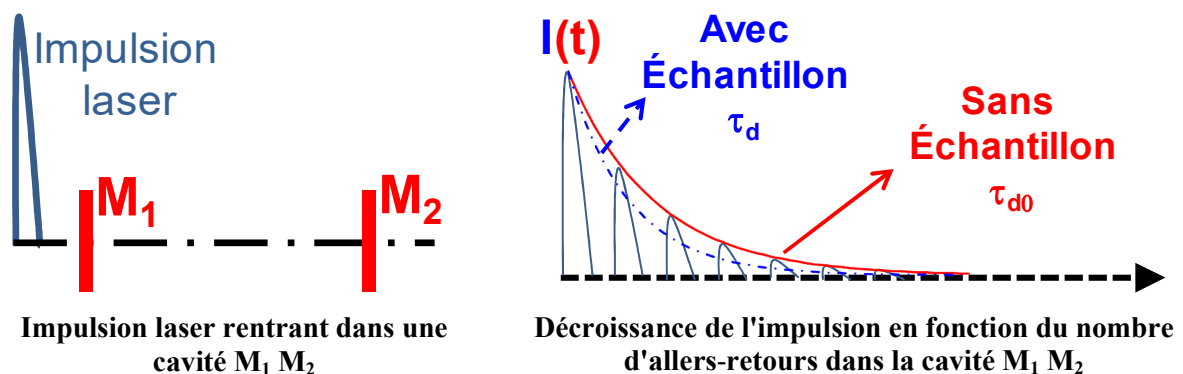
## VI. PERTES TOTALES

La multiplication des composants le long d'une chaîne laser pour **SILVA** étant relativement grande, elle nécessite que chaque composant possède des pertes optiques relativement faibles sur l'ensemble du domaine spectral. Les spécifications exigées en pertes étaient inférieures à 0,3 % pour les deux types de miroirs qui étaient les miroirs **LVC** sur la plage [510-578 nm] et les miroirs colorants sur la plage [550-680 nm]. Pour mesurer ces pertes totales ( $1 - R_0$  ou  $1 - \mathcal{T}$ ), un banc spécifique, qui mesure le temps de décroissance  $\tau_d$  d'une impulsion laser dans une cavité de longueur  $\mathcal{L}$  suivant la Méthode d'**Herbelin** [130-131], a été installé dans les locaux de la société **MATRA** à Vélizy. L'intensité  $I$  de l'impulsion selon le temps  $t$  à l'aller-retour est donnée par les **Équations 9** :

$$I(i) = I_0 \cdot R_0^{2i} = I_0 \cdot \exp[2i \cdot \text{Log}[R_0]] \approx I_0 \cdot \exp[-2i \cdot (1 - R_0)]$$

comme  $i = \frac{c \cdot t}{2 \cdot \mathcal{L}}$  et  $\tau_d = \frac{\mathcal{L}}{c \cdot (1 - R_0)}$  on a  $I(i) = \exp[-\frac{t}{\tau_d}]$  **Équations 9**

La comparaison des temps de décroissance entre la cavité de référence  $\tau_{d0}$  et la cavité comportant l'échantillon  $\tau_d$  permet d'obtenir les pertes du composant. Pour couvrir la gamme spectrale, il fallait un laser pouvant pomper des colorants comme la **coumarine 102** pour produire du vert et la **rhodamine 6G**. Le laser à azote était le candidat idéal pour ce dispositif, il produisait des impulsions de quelques dizaines de nanosecondes à une fréquence de l'ordre de 10 Hz. Pour couvrir la gamme spectrale, 6 cellules à colorants étaient disposées dans un barillet tournant. Un polariseur permettait le réglage de la polarisation et deux jeux de cavités, un pour la partie **LVC** et l'autre pour la partie colorant. Ces miroirs étaient traités en  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$  pour avoir le plus large domaine spectral possible. Enfin le signal était issu d'un photomultiplicateur relié à un oscilloscope **TEKTRONIX 2430 A** qui moyennait les signaux avant de les envoyer vers un ordinateur pour le traitement des données.



**Figure 24** : Principe du banc de mesures de pertes totales

Le principe du banc est donné par la **Figure 24** et son schéma expérimental par la **Figure 25**.

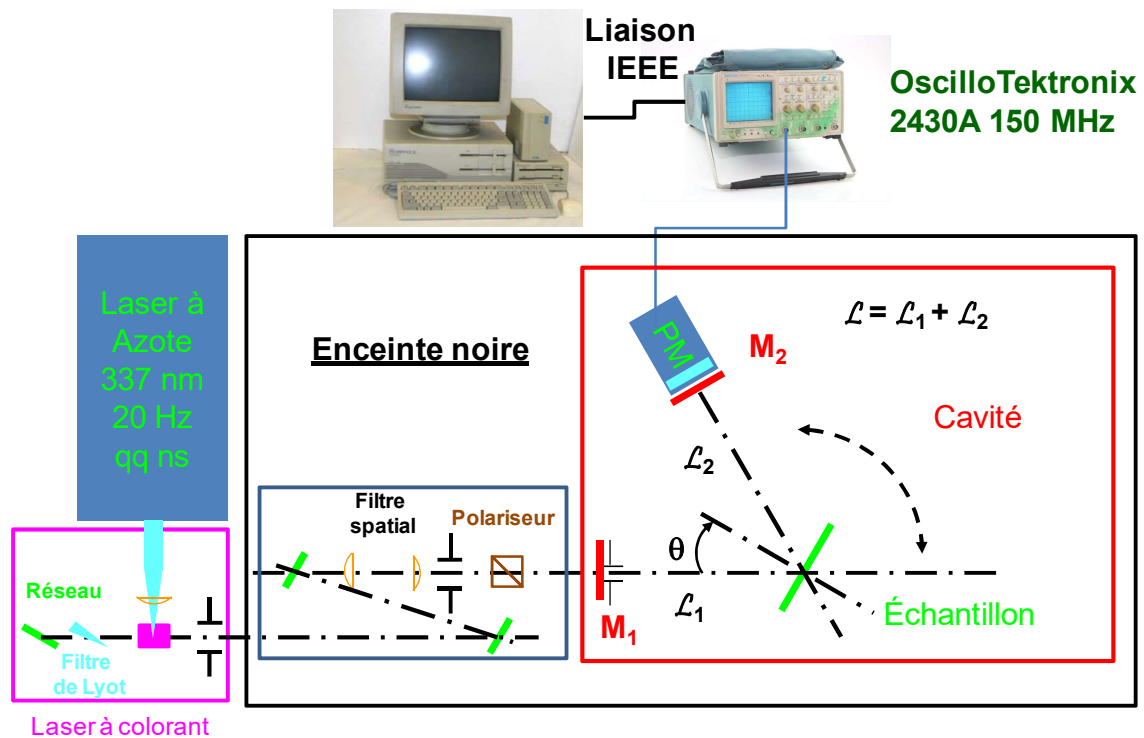


Figure 25 : Schéma du Banc de Mesures Faibles Pertes

Les limitations de ce banc sont des pertes supérieures à 2 % car la décroissance des signaux est trop rapide et celles-ci sont mesurables avec un spectroradiomètre. Ce banc a permis de caractériser l'ensemble des composants pour nos études provenant de fournisseurs et laboratoires variés [132-147] afin de trouver une solution alternative au  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$  qui ne tenait pas au flux laser. Donc en 1991, nous avons séparé les études matériaux pour les miroirs en trois couples de matériaux :

- Le  $\text{ZrO}_2/\text{SiO}_2$  principalement pour les industriels
- Le  $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$  pour le laboratoire Couche Mince Optique (CMO) du LETI
- Le  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  pour le Laboratoire des Matériaux Avancés (LMA) de Lyon avec le CPPN.

Connaissant avec ce banc la valeur des pertes totales, nous nous sommes engagés vers la détermination de celles-ci en étudiant leurs composantes (transmission, absorption, diffusion) [53].

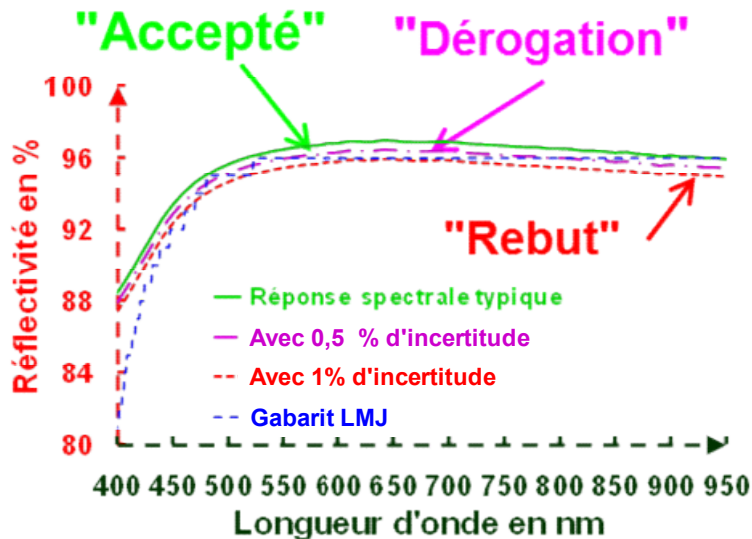
## VII. MESURES DE REFLEXION

Pour des miroirs métalliques, la réflexion n'est pas suffisante pour être mesurée en pertes totales et l'étude des matériaux optiques commence par la détermination des indices. Pour cela nous avons monté deux bancs successifs au Ripault : un banc monospectral de mesures de la réflexion par la méthode V/W [148] avec la participation de deux stagiaires **Samuel Abraham** et **Philippe Chaudet** et un réflectomètre multispectral pour mesurer la réflexion des pièces en forme que nous allons détailler ci-après.



## VII.1 Introduction

Dans le cadre du projet LMJ, le CEA/le Ripault a développé le traitement des argentes des réflecteurs contenus dans les sections amplificatrices [54, 95]. La problématique outre le dépôt de l'argente était le gabarit qu'imposait le projet LMJ comme l'illustre la **Figure 26**.



**Figure 26** : Gabarit LMJ avec une réponse spectrale typique et la problématique liée à l'incertitude du moyen de mesures

Les réponses spectrales typiques des argentes sont relativement proches du gabarit LMJ et comme le projet impose que la courbe spectrale moins les incertitudes de mesures doit être au-dessus du gabarit, nous observons qu'avec une incertitude de 1 % sur la mesure l'ensemble des pièces produites par l'industriel seront dans une situation de rebut. Une autre question se pose également sur ces réflecteurs, c'est leur forme, comme l'illustre la **Photo 13** rendant ces réflecteurs non-mesurables avec un spectroradiomètre classique.

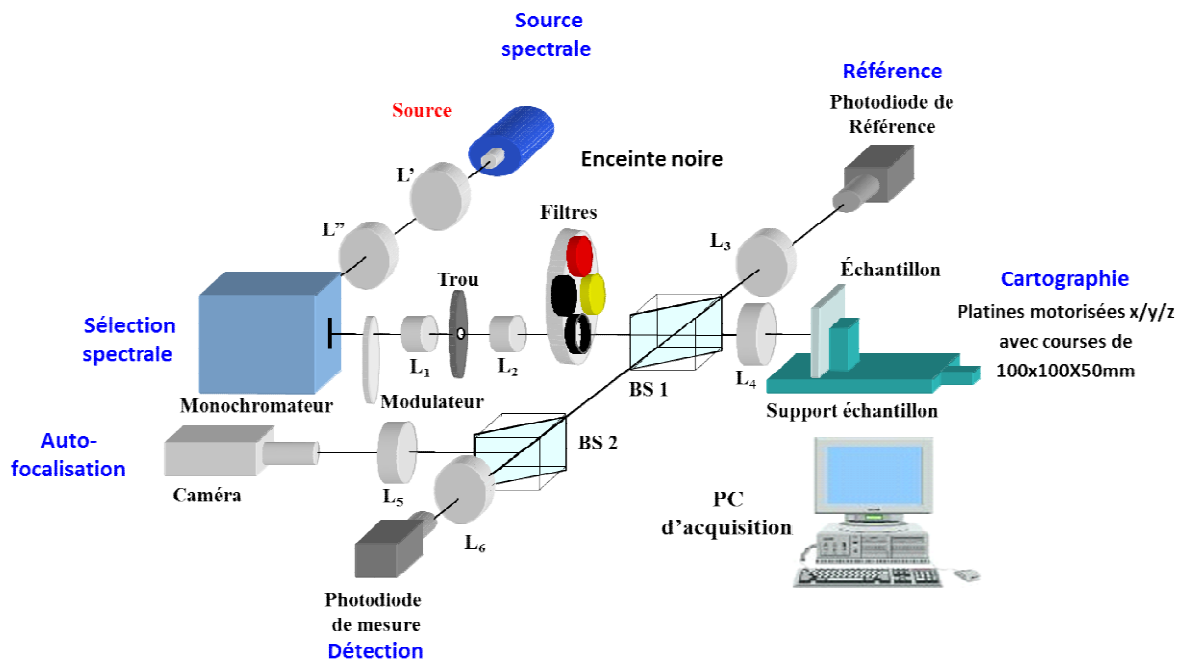


**Photo 13** : Réflecteurs de la section amplificatrice de la LIL

## VII.2 Montage expérimental

Le concept d'un nouveau réflectomètre dans le domaine spectral [400-950 nm] a été développé initialement avec un stagiaire **Mahmound Samy Bouhachour** [149]. Ce concept nous a servi avec

**Philippe Voarino** lors de son contrat postdoctoral pour établir un montage plus complet d'un banc qui a été breveté [54]. Le schéma du banc est présenté par la **Figure 27** [95].



**Figure 27 : Schéma du réflectomètre**

Le réflectomètre se distingue par rapport aux autres spectroradiomètres grâce à trois principales caractéristiques :

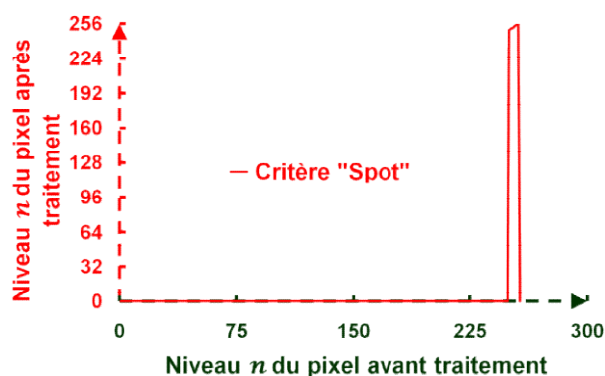
- le faisceau est focalisé sur la surface de l'échantillon et ce spot est lui-même imagé sur un détecteur et sur une caméra vidéo. Ceci permet de réaliser une focalisation automatique de cette image sur les composants à contrôler et conserver ainsi parfaitement l'étendue géométrique du faisceau quelque soit la longueur d'onde ;
- la taille du spot au niveau de l'échantillon est assez petite pour permettre la mesure de pièces en forme ;
- les optiques de collection sont surdimensionnées, comparées au faisceau incident afin de collecter le maximum de lumière.

### **VII.3 Autofocalisation**

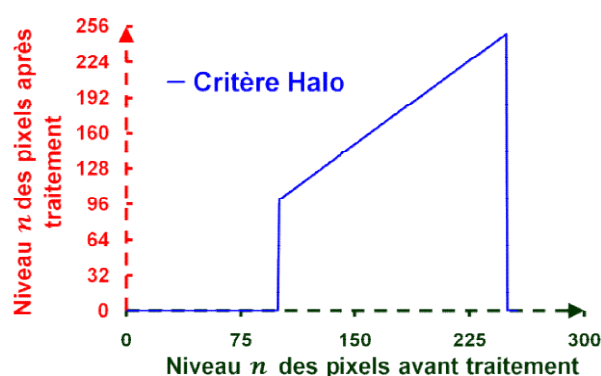
Avec **Sébastien Petitrenaud** lors de son stage de fin d'études et **Philippe Voarino**, nous nous sommes occupés de mettre au point l'autofocalisation du banc [150] avec deux principes :

- l'énergie encerclée que nous nommerons critère "Spot" ;
- les fronts de montée et de descente que nous nommerons critère "Halo".

Ces deux critères coïncident à l'application des 2 tables de correspondance ou Look Up Table (LUT) données aux **Figure 28** et **Figure 29**.

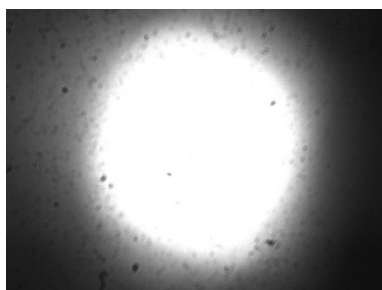


**Figure 28** : LUT employée pour le critère "Spot"

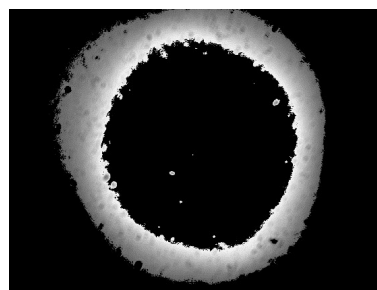


**Figure 29** : LUT employée pour le critère "Halo"

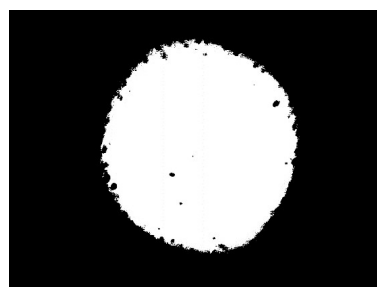
En effet, nous avons observé expérimentalement que l'évolution du nombre de pixels appartenant au critère "Spot" atteint un maximum lors du déplacement de l'échantillon autour du point focal et que la largeur du "Halo" correspondant était minimum. La **Figure 30** montre l'image initiale et les deux images "Halo" et "Spot" obtenues après les traitements qui sont effectués par notre focalisation automatique.



**(a)** Image d'origine



**(b)** "Halo" seul

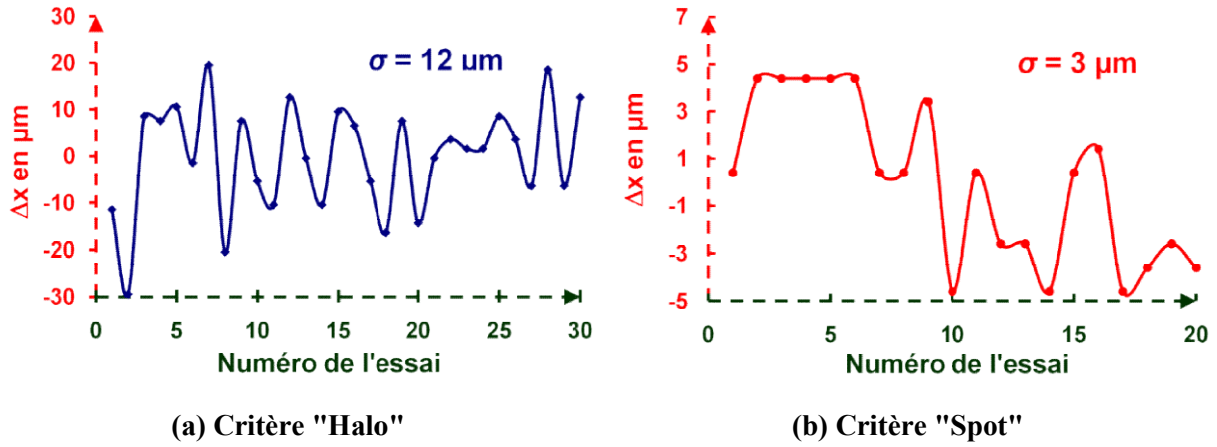


**(c)** "Spot" seul

**Figure 30** : Décomposition d'une image

En effectuant plusieurs focalisations automatiques pour une même longueur d'onde et un même échantillon disposé aléatoirement le long de l'axe optique, nous relevons la position de focalisation

obtenue et nous la comparons à la position moyenne. Le pas minimum pour la focalisation est fixé à 4  $\mu\text{m}$ . Les résultats sont indiqués sur la **Figure 31**.



**Figure 31 : Ecarts de la position obtenue lors des différentes focalisations selon les deux critères "Halo" ou "Spot" proposés**

Pour le critère "Halo", l'incertitude obtenue est de 50  $\mu\text{m}$  pour une répétabilité de 24  $\mu\text{m}$  à 2  $\sigma$ . Le critère "Spot" donne une incertitude de 10  $\mu\text{m}$  pour une répétabilité de 6  $\mu\text{m}$  à 2  $\sigma$  [19, 37-38, 75]. C'est donc le critère "Spot" que nous utiliserons par la suite.

Pour étalonner le réflectomètre, nous n'utilisons pas des étalons classiques correspondant à une couche métallique (aluminium, argent, or, ...) mais une série de miroirs diélectriques faibles pertes. L'incertitude des miroirs métalliques (quelques milliers de **ppm**) est nettement supérieure à l'incertitude sur les pertes de ces miroirs ( $\ll 100$  **ppm**), ainsi grâce à ce choix nous réduisons fortement notre incertitude finale. Comme les miroirs diélectriques ont une bande passante limitée, il faut utiliser 5 miroirs différents pour couvrir la plage spectrale.

Notre coefficient de réflexion  $R_i(\lambda)$  est déterminé par l'**Équation 10** :

$$R_i(\lambda) = \mathcal{K}(\lambda) \cdot \frac{V_{\text{Mesure}}(\lambda) - V_{\text{Fond Mesure}}(\lambda)}{V_{\text{Référence}}(\lambda) - V_{\text{Fond Référence}}(\lambda)} \quad (10)$$

où  $V_{\text{Mesure}}(\lambda)$  est le signal issu de la photodiode de mesure,  $V_{\text{Référence}}(\lambda)$  est le signal issu de la photodiode de référence,  $V_{\text{Fond Mesure}}(\lambda)$  est le bruit de fond de la photodiode de mesure,  $V_{\text{Fond Référence}}(\lambda)$  est le bruit de fond de la photodiode de référence,  $\mathcal{K}(\lambda)$  est le coefficient d'étalonnage qui dépend de  $\lambda$ .  $\mathcal{K}(\lambda)$  est fourni par l'**Équation 11** :

$$\mathcal{K}(\lambda) = R_{\text{Etalon}}(\lambda) \cdot \frac{V_{\text{Référence}}(\lambda) - V_{\text{Fond Référence}}(\lambda)}{V_{\text{Mesure}}(\lambda) - V_{\text{Fond Mesure}}(\lambda)} \quad (11)$$

La **Figure 32** donne la courbe  $\mathcal{K}(\lambda)$  utilisée pour obtenir les différents résultats décrits ci-après.

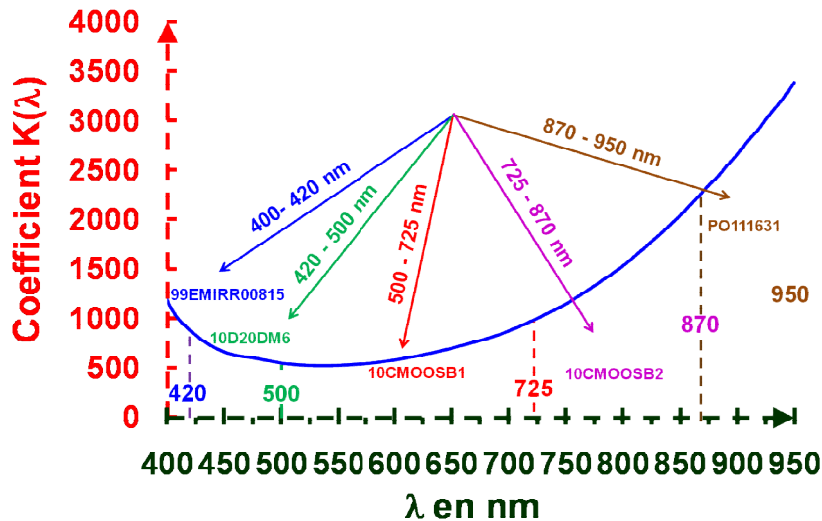


Figure 32 : Evolution de  $K(\lambda)$  en fonction de la longueur d'onde

Cette courbe d'étalonnage est refaite de temps en temps pour pallier l'usure de la lampe (ou lors d'un changement de lampe) ou après un réglage du banc.

L'incertitude obtenue est liée à l'excellente répétabilité de notre système de focalisation. Sur le domaine spectral accessible à notre réflectomètre soit [420-950 nm], nous avons enregistré la réflectivité spectrale obtenue d'une argenture protégée en fonction d'un écart sur la focalisation optimale autour d'une excursion d'amplitude 1,5 mm. Le résultat montre la sensibilité de la focalisation sur la mesure obtenue, il est donné par la Figure 33.

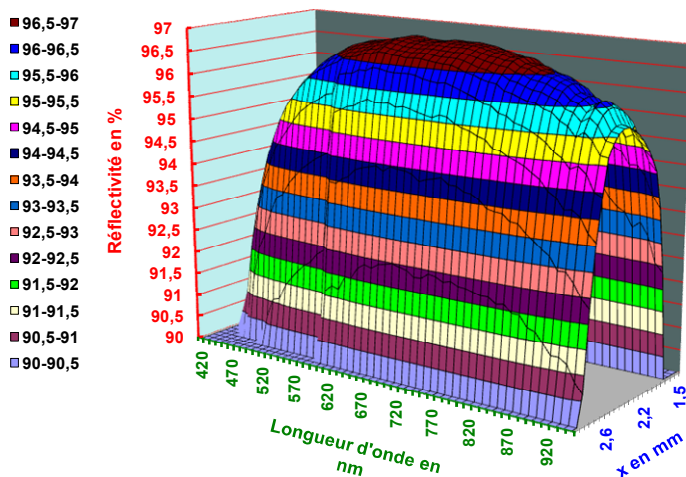


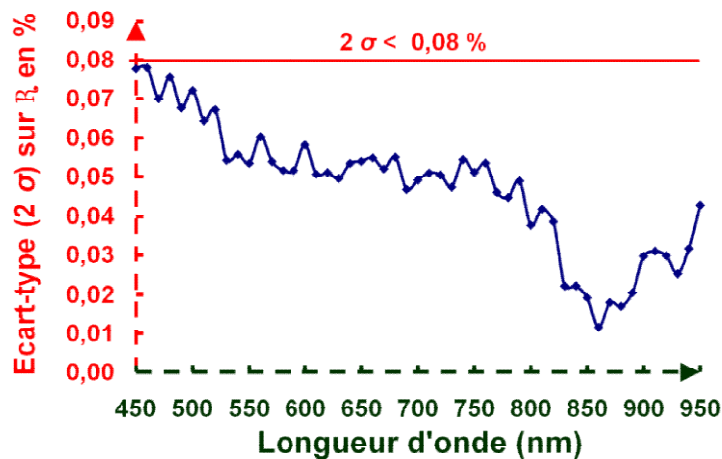
Figure 33 : Réflectivité spectrale d'une argenture protégée en fonction de la défocalisation du condenseur

Ce graphe nous indique que par exemple, qu'à 600 nm pour obtenir une réflexion avec une incertitude inférieure à 0,1 %, il faut avoir une focalisation à  $\pm 50 \mu\text{m}$ , à 500  $\mu\text{m}$  l'erreur de mesure est très supérieure à 5 %.

#### VII.4 Incertitudes du réflectomètre

Pour établir le budget d'incertitude du réflectomètre, nous nous sommes rapprochés du LNE qui a mesuré nos miroirs étalons avec un spectroradiomètre **Lambda 900** et un **Cary 5000** équipés d'un accessoire V/W [148]. Ce budget d'incertitude de mesure de la réflectance a été évaluée en considérant les contributeurs suivants (toutes les valeurs sont indiquées à un écart-type et pour un miroir en aluminium avec une réflectance d'environ 90 %) :

- répétabilité et reproductibilité des mesures : de nombreuses mesures ont été effectuées sur un miroir de référence sur une période de plusieurs semaines. Un miroir a été enlevé et repositionné puis réaligné à chaque fois pour être remesuré plusieurs fois. L'écart-type relatif de l'ensemble de ces mesures est donné par la **Figure 34**, il est de 0,04 % sur la gamme spectrale [450-950 nm] ;



**Figure 34 :**  
Répétabilité spectrale  
en pourcentage de  $R_s$   
d'une mesure  
spectrale

- incertitudes liées à l'étalonnage de la longueur d'onde : la longueur d'onde du rayonnement est connue avec une incertitude de 0,5 nm. Compte tenu du profil spectral défini par le gabarit des réflecteurs (Cf. **Figure 26**), l'incertitude sur la mesure de réflectance est négligeable pour une longueur d'onde supérieure à 500 nm. Pour les longueurs d'onde plus courtes, la pente de la réflectance est prise en compte pour évaluer l'incertitude ;
- incertitudes liées à la largeur de bande spectrale : la largeur de bande spectrale est de 2 nm. Ceci induit un décalage de la longueur d'onde apparente. L'amplitude et la direction du décalage sont directement liées à l'amplitude et à la direction de la dérivée seconde de la réflectance. L'incertitude associée à ce décalage est évaluée de la même manière que pour l'incertitude due à l'étalonnage de la longueur d'onde ;
- incertitudes liées aux miroirs étalons : l'utilisation d'un ensemble de miroirs diélectriques à réflectivité élevée ayant des faibles pertes (transmission résiduelle, absorption et diffusion) comme étalons, donne une incertitude estimée de 0,05 % dans la plage de 400 à 950 nm ;

- incertitudes liées à la linéarité des détecteurs et des détecteurs synchrones : les détecteurs utilisés sont des photodiodes au silicium qui présentent une bonne linéarité sur plusieurs décades. Compte tenu du profil spectral de la réflectance, le rapport entre le signal mesuré avec le miroir étalon et avec le réflecteur testé est voisin de 1. Les détecteurs et les détecteurs synchrones ont un comportement linéaire dans cette plage de variation du signal. Par conséquent, l'incertitude due à la linéarité est négligeable.

D'autres influences ont été prises en compte :

- les variations de température ( $22\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ ) ;
- les réflexions multiples dues aux composants optiques ;
- les variations de la focalisation.

Ils contribuent à la répétabilité et à la reproductibilité de l'incertitude.

Le budget d'incertitude est résumé dans le **Tableau 3** (les valeurs sont données en pourcentage).

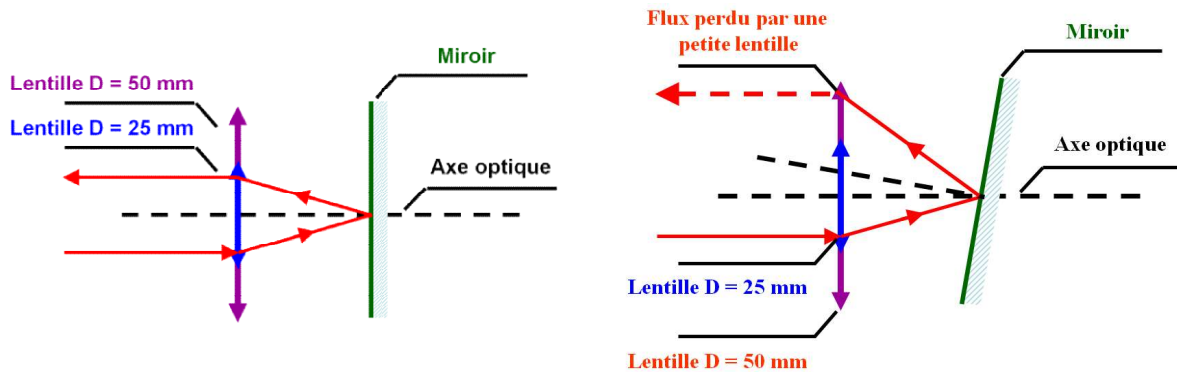
**Tableau 3 : Budget d'incertitude en %**

<b>Nature</b>	<b>Valeur en %</b>
<b>Répétabilité</b>	0,04
<b>Calibrage en longueur d'onde</b>	0
<b>Bande spectrale</b>	0
<b>Miroirs étalons</b>	0,05
<b>Linéarité des détecteurs</b>	0
<b>Incertitude combinée</b>	0,06
<b>Incertitude étendue</b>	0,13

A partir de l'évaluation faite dans le **Tableau 3**, l'incertitude relative combinée pour la mesure de la réflectance est de 0,064 % entraînant une incertitude étendue de 0,13 % si le facteur d'élargissement  $k$  est pris à 2, ce qui correspond à un niveau de confiance de 95 %. Le budget d'incertitude fait avec le LNE a été présenté à la conférence **Optical Interference Coating (OIC)** en 2007 [18] et à la conférence mondiale de radiométrie **NEWRAD** en 2008 [25].

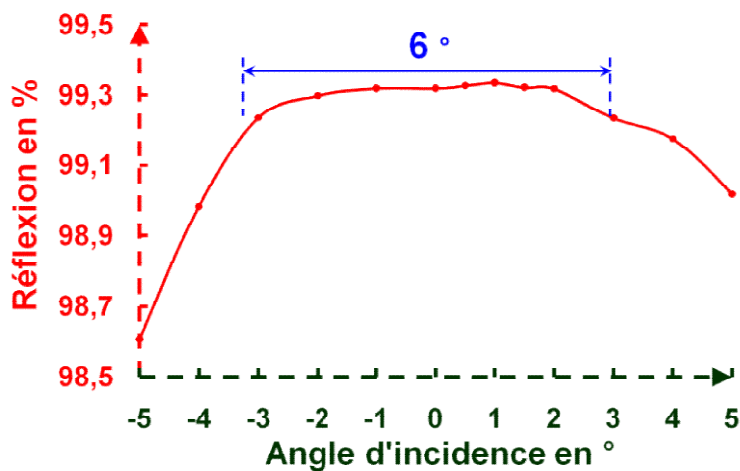
## VII.5 Insensibilité à l'angle d'incidence du réflectomètre

Avant de mesurer des échantillons en forme, il faut vérifier que la mesure faite est insensible à l'angle d'incidence. En effet, le surdimensionnement du condenseur permet de récupérer des rayons qui seraient perdus sans celui-ci comme l'explique la **Figure 35**.



**Figure 35 : Rôle du surdimensionnement du condenseur**

Nous avons étudié expérimentalement avec un miroir diélectrique à 633 nm la réflectivité mesurée en fonction de son orientation afin d'estimer le rôle de la mauvaise orientation d'un échantillon sur l'incertitude de mesure. Pour cela, nous avons enregistré la variation du coefficient de réflexion en fonction de l'orientation d'un miroir diélectrique à 633 nm. Les résultats sont donnés sur la **Figure 36**. Nous constatons que l'erreur sur la réflexion reste minimale ( $< 0,1 \%$ ) pour des angles inférieurs à  $\pm 3^\circ$  soit 52 mrad [17, 22]. Si nous fixons notre limite  $\Delta R_r/R_r < 0,3 \%$ , la tolérance angulaire passe à  $9^\circ$ , valeur qui a été mesurée sur un échantillon plan de silicium [75]. Cette tolérance angulaire permet un positionnement rapide de l'échantillon lors de la mesure des échantillons plans.



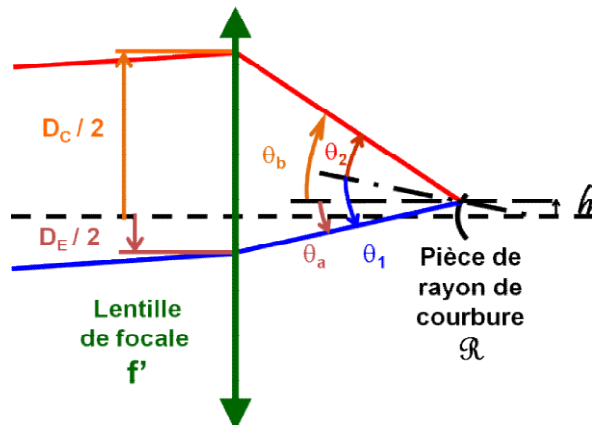
**Figure 36 : Evolution de la réflexion en fonction de l'angle d'incidence**

**Remarque :** Pour ces faibles incidences et cette longueur d'onde, la légère variation de la réponse spectrale du miroir diélectrique est négligeable.



## VII.6 Mesures de billes

La petite taille du spot du réflectomètre autorise la mesure des pièces en forme c'est-à-dire des pièces non planes. En effet, le surdimensionnement du condenseur comme nous venons de le voir permet de collecter l'ensemble des rayons réfléchis par un objet de rayon de courbure  $\mathcal{R}$  (Cf. **Figure 37**).



**Figure 37 : Rôle du surdimensionnement donné au condenseur**

Le rayon de courbure  $\mathcal{R}$  accessible par la mesure est voisin de  $\mathcal{R} = \frac{4.h.f'}{D_C - D_E}$ .

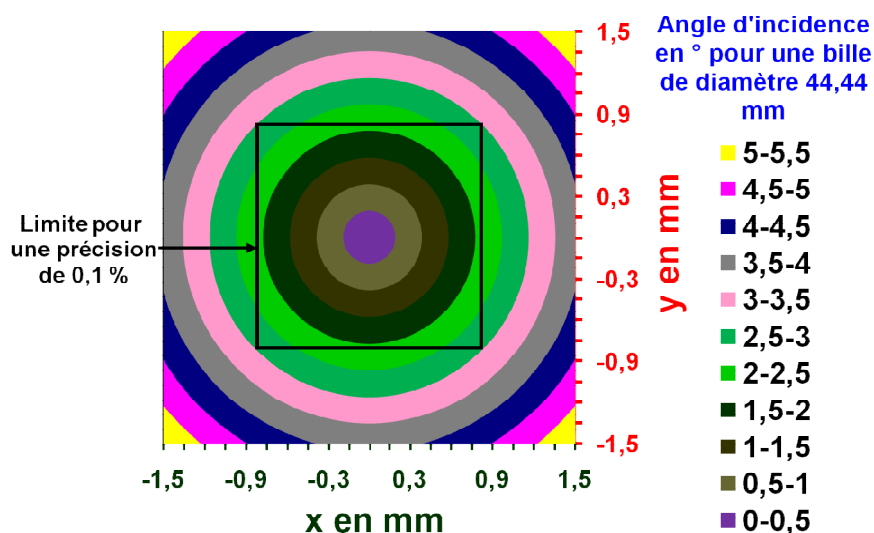
Où  $h$  est le rayon de la tache image,  $f'$  est la distance focale image du condenseur  $f' = 38,5$  mm,  $D_E$  est le diamètre du faisceau d'entrée,  $D_E = 17$  mm,  $D_C$  le diamètre du condenseur,  $D_C = 46$  mm. Donc  $\mathcal{R}$  est égal à 1 mm si le diamètre de la tache image ( $2.h$ ) est de  $400 \mu\text{m}$  et de 2,5 mm si le diamètre ( $2.h$ ) est de 1 mm.

Pour étudier jusqu'où notre mesure était insensible nous avons mesuré, avec **Laurianne Caillon** lors de son stage de **BTS**, un jeu de 8 billes de roulement à billes fourni par la société **SKF**, l'insensibilité de notre réflectomètre à des rayons de courbure allant jusqu'à 7 mm [17, 22-23]. En effet ces billes sont en inox et bien qu'elles ne soient pas polies optiquement, la qualité de leurs surfaces est bonne. Ces 8 billes sont présentées à la **Photo 14** avec une pièce de 1 €. Leurs diamètres respectifs mesurés sont 44,44 mm, 28,57 mm, 23,80 mm, 20,63 mm, 20,61 mm, 19,05 mm, 18,25 mm et 14,27 mm.



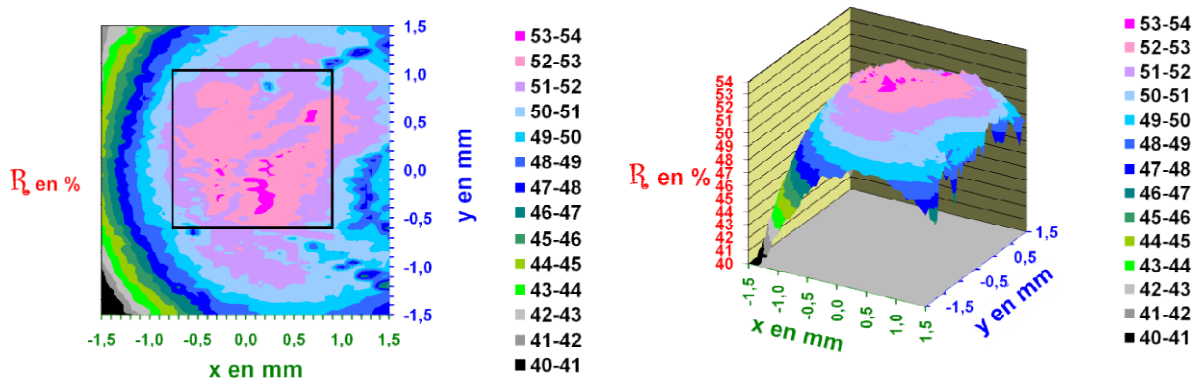
**Photo 14 : Photographie des 8 billes avec une pièce de 1 €**

Si nous voulons mesurer ces billes avec précision, le faisceau doit avoir une incidence inférieure à 3° (Cf. **Figure 36**). La **Figure 38** donne les valeurs d'incidence pour une bille ayant un diamètre de 44,44 mm. Si nous désirons avoir une mesure avec une incertitude relative de 0,1 %, notre spot lumineux doit se situer à l'intérieur du carré noir soit à 1,6 mm maximum du sommet de la bille.



**Figure 38 :**  
Cartographie d'incidence en fonction de la position (x, y) du spot lumineux

Pour identifier précisément le sommet des billes, nous réalisons des cartographies de réflexion (Cf. **Figure 39**) autour d'une position que l'on considère comme proche de celui-ci.



**Figure 39 :** Cartographies de réflexion 2D et 3D à 633 nm pour la bille de diamètre 44,44 mm

Pour chaque bille, nous avons mesuré avec **Laurianne Caillon** la réflexion spectrale en 3 points de la zone (Cf. **Figure 40**) définie par le carré de la **Figure 39**. Ces 3 mesures sont similaires. La **Figure 41** regroupe les mesures des 8 billes.

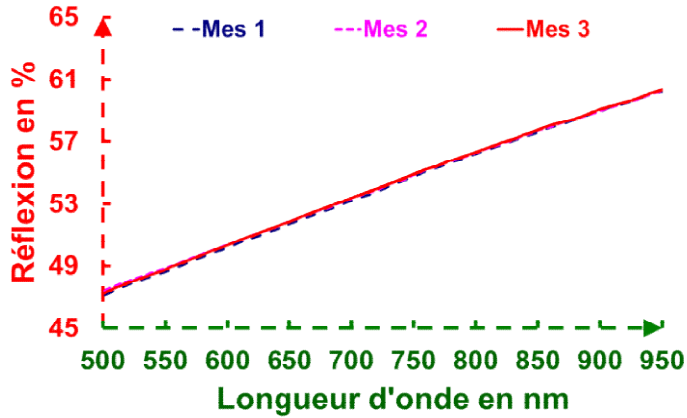


Figure 40 : Mesures faites sur la bille de diamètre 44,44 mm

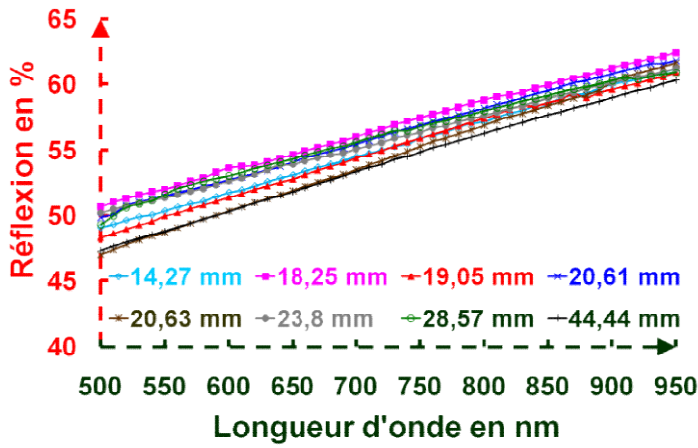


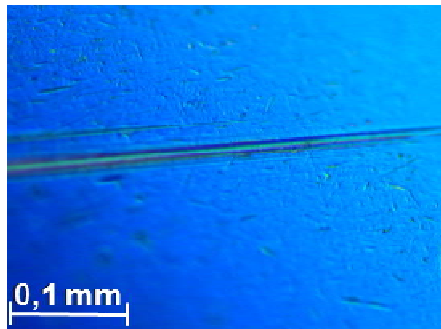
Figure 41 : Résultats des mesures sur les 8 billes

Nous notons que les 8 mesures spectrales sont similaires, la réflectance moyenne sur l'ensemble du domaine spectral [500-950 nm] est de  $55,4 \pm 1,4$  %. Les résultats sont inclus à l'intérieur d'un intervalle de 3,7 %, cette différence correspondant aux basses longueurs d'onde s'amenuise à 2,1 % pour les hautes longueurs d'onde. Le **Tableau 4** donne la réflectivité moyenne sur le domaine spectral de mesure en fonction du diamètre de la bille par ordre croissant.

Tableau 4 : Réflectivité moyenne en fonction du diamètre de la bille

Classement	Réflectivité moyenne en %	Diamètre de la bille en mm
1	54,00	44,44
2	54,38	20,63
3	54,97	19,05
4	55,16	14,27
5	55,75	23,80
6	56,01	28,57
7	56,12	20,61
8	56,68	18,25

La **Figure 41** et le **Tableau 4** démontrent qu'il n'y a pas de lien entre la valeur de la réflectance mesurée et le diamètre de la bille. Les courbes spectrales n'ont pas d'ordre particulier par rapport au diamètre. Par exemple, la réponse spectrale de la bille de 19,05 mm est inférieure à la réponse spectrale de la bille de 18,25 mm mais aussi inférieure à la bille de 23,80 mm. Deux billes ayant un diamètre voisin, comme les billes de diamètre 20,61 et 20,63 mm, montrent des valeurs de réflectance distinctes (56,12 et 53,38 %). Pour expliquer ces différences, nous avons observé les billes avec un microscope (microscope **DMR** de **LEICA**) muni d'un dispositif à contraste interférentiel. Avec ce microscope, nous constatons sur les billes quelques imperfections avec quelques rayures (Cf. **Photo 15**).



**Photo 15 : Exemple de l'état de surface d'une bille avec un microscope muni d'un contraste interférentiel**

Comme **SKF** précise sur leur site [151] que la rugosité arithmétique  $R_a$  de leurs billes est d'environ 10 nm, nous avons calculé la diffusion totale intégrée (**TIS** : Total Integrated Scattering) pour estimer le niveau de la lumière diffusée par des billes en fonction de leur rugosité. Le **TIS** est défini selon l'**Équation 12** [152] :

$$\mathbf{TIS} = \frac{\text{Réflectance diffuse}}{\text{Réflectance spéculaire} + \text{Réflectance diffuse}} \quad (12)$$

Où la réflectance diffuse est la fraction du faisceau incident qui est réfléchi en-dehors de la direction spéculaire. Il existe une relation entre le **TIS** et la valeur de la rugosité **RMS** (Roots Mean Square) d'une surface  $\delta = R_q$ . Elle est donnée en incidence normale par l'**Équation 13**.

$$\mathbf{TIS} = \left( \frac{4 \cdot \pi \cdot \delta}{\lambda} \right)^2 \approx \frac{\text{Réflectance diffuse}}{\text{Réflectance spéculaire}} \quad (13)$$

Où  $\delta$  est la rugosité **RMS** de la surface et  $\lambda$  la longueur d'onde d'éclairage. Nous pouvons donc calculer la fraction de lumière diffusée en fonction de la longueur d'onde sur le domaine spectral [500-950 nm] pour diverses valeurs de la rugosité **RMS**. Nous avons tracé dans la **Figure 42**, la réflexion diffuse pour 5, 7, 10 et 12 nm de rugosité, connaissant la réflectivité spéculaire des billes (Cf. **Figure 41**).

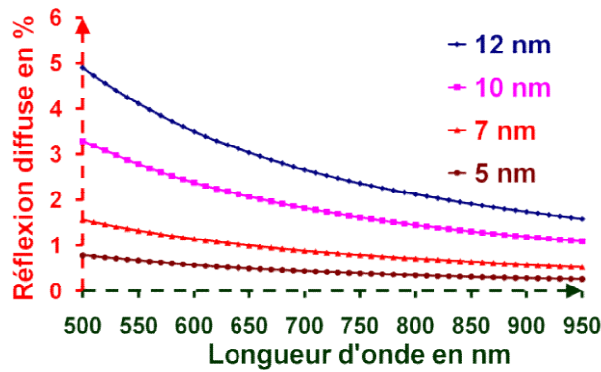


Figure 42 : Lumière diffusée pour 4 valeurs de rugosité  $\delta$  (5, 7, 10 et 12 nm)

La lumière diffuse décroît avec la longueur d'onde et augmente avec la valeur de la rugosité. Une rugosité entre les billes mesurées légèrement différente expliquerait en partie les écarts entre les différentes mesures effectuées sur les billes. En effet suivant la **Figure 41**, l'écart entre les résultats est plus élevé à faible longueur d'onde qu'à forte longueur d'onde. Nous pouvons donc conclure que les différences constatées sont liées à la rugosité et que notre système permet de mesurer des pièces en forme ayant des rayons de courbure supérieurs à 7 mm donnant accès à une nouvelle métrologie pour des composants complexes comme l'indique les résultats obtenus en collaboration avec l'**Institut Fresnel** [17, 22], la société **ZEISS** [28], la société **BOSCH** [22] et voire une cornière avec l'industriel **WINLIGHT SYSTEM** [29].

## VII.7 Mesures de l'homogénéité d'un traitement

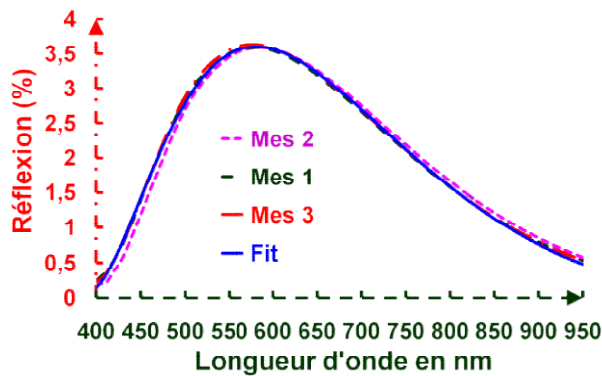
Des mesures d'homogénéités de traitements ont été réalisées lors du contrat postdoctoral de **Philippe Voarino** et comparées à des mesures ellipsométriques [18, 37]. Ici nous présentons les mesures faites avec **François Compoin** qui devait réaliser des couches sol-gel par la technique spin-coating lors de sa thèse [100]. Le spin-coating consiste à injecter quelques millilitres de solution sol-gel sur un substrat en rotation. L'épaisseur  $e_{\text{spin}}$  en nm dépôt est donnée par l'**Équation 14** dite équation de **Meyerhofer** [153].

$$e_{\text{spin}} = 10^9 \cdot \left(1 - \frac{m_0}{m}\right) \cdot \left(\frac{3 \cdot \eta \cdot \lambda}{2 \cdot m_0 \cdot \omega_r^2}\right)^{\frac{1}{3}} \quad (14)$$

Où  $m_0$  est la masse initiale du solvant par volume de solution,  $m$  est la masse du solvant par volume de solution,  $\lambda$  est la vitesse d'évaporation,  $\omega_r$  est la vitesse de rotation et  $\eta$  est la viscosité dynamique de la solution qui est considérée comme étant un fluide newtonien.

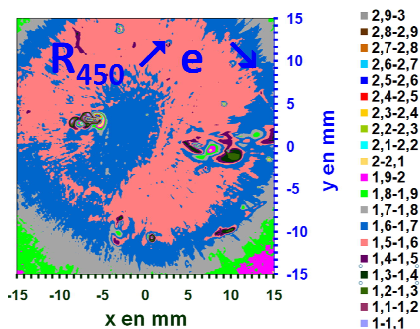
Avec le réflectomètre, une couche d'**ormosil** composée de 90 % silice colloïdale ( $n = 1,22$ ) et de 10 % de **PDMS** ( $n = 1,41$ ) déposée par sol-gel sur un substrat de silice a été qualifiée par **François**

**Compoint.** Trois mesures sur différents sites et leurs ajustements sont données (233 nm d'épaisseur et 1,24 d'indice optique) en **Figure 43**.

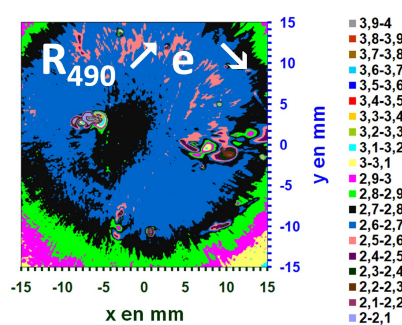


**Figure 43 :** Spectre en réflexion d'une couche d'ormosil de 233 nm

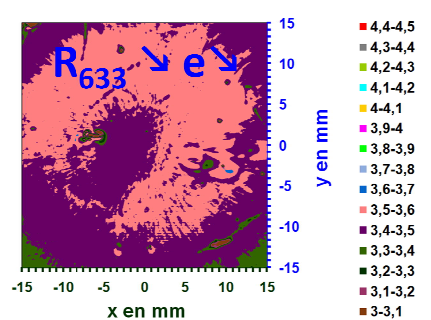
La **Figure 43** indique pour des longueurs d'onde basses comme 450 nm et 490 nm, une légère surépaisseur de la couche induirait une diminution de la réflectivité et une sous-épaisseur donnerait une augmentation de la réflectivité. Par contre à 633 nm, nous avons l'inverse. Une surépaisseur conduit une augmentation de la réflectivité à 633 nm et une sous-épaisseur une diminution. Nous visualisons la radialité de la couche sol-gel faite en spin-coating grâce à des cartographies qui ont été faites à plusieurs longueurs d'onde : 450 nm (**Figure 44**), 490 nm (**Figure 45**) et 633 nm (**Figure 46**). Les cartographies à 450 nm et 490 nm données à la **Figure 44** et la **Figure 45** montrent, une réflectivité plus importante au centre qui diminue progressivement lorsque nous nous éloignons du centre puis ré-augmente progressivement vers l'extrémité de l'échantillon. Ceci signifie que l'épaisseur de la couche est faible au centre et elle augmente progressivement quand nous nous éloignons de l'axe pour diminuer à l'extrémité. Pour la cartographie à 633 nm, la réflectivité au centre de la **Figure 46** est plus faible, elle augmente dès que nous nous éloignons du centre pour réduire sur les bords, ce qui correspond au phénomène inverse des cartographies à 450 et 490 nm.



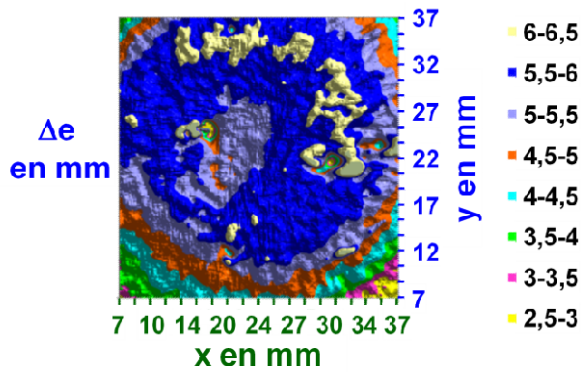
**Figure 44 :** Cartographie 30X30 mm<sup>2</sup> d'une couche d'ormosil à 450 nm



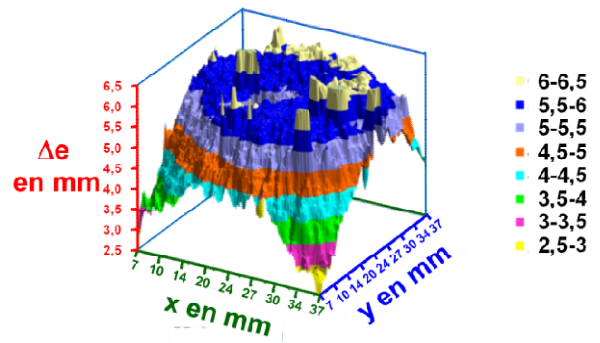
**Figure 45 :** Cartographie 30X30 mm<sup>2</sup> d'une couche d'ormosil à 490 nm



**Figure 46 :** Cartographie 30X30 mm<sup>2</sup> d'une couche d'ormosil à 633 nm



**Figure 47 : Cartographie 2D en variation d'épaisseur 30X30 mm<sup>2</sup> d'une couche d'ormosil à 450 nm**



**Figure 48 : Cartographie 3D en variation d'épaisseur 30X30 mm<sup>2</sup> d'une couche d'ormosil à 450 nm**

On a traduit la cartographie de réflectivité grâce à la méthode issue de mon brevet [74-76] en cartographie d'épaisseur que nous visualisons en 2 dimensions (**Figure 47**) et en 3 dimensions (**Figure 48**). La **Figure 47** montre la radialité de la couche en spin-coating avec une épaisseur au centre plus faible, qui augmente avec le rayon pour diminuer après. La **Figure 48** dévoile la nette diminution de l'épaisseur de la couche sur les bords, qui provient de l'évaporation du solvant qui accentue la diminution de l'épaisseur déposée [154].

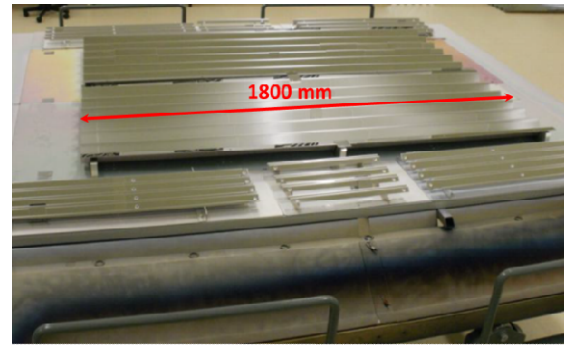
## VII.8 Mesures d'argentures améliorées pour CILAS

### VII.8.1 Introduction

Le procédé de dépôt développé au **CEA/Le Ripault** a été transféré pour la production industrielle des réflecteurs du **LMJ** à l'industriel **CILAS** [54]. Comme la dimension de ces réflecteurs peuvent aller jusqu'à 2 m de long, une machine de production de pièces ayant grandes dimensions appelée **PACA2M** (Cf. **Photo 16**) a été définie par la société **CILAS** pour produire les 30 000 pièces nécessaires pour le **LMJ**. Cette machine a été mise au point par la société **ALLIANCE CONCEPT** dans le cadre d'un projet collaboratif porté par **CILAS** incluant également l'**Institut Fresnel** de Marseille et la société **THALES ALENIA SPACE**. Mais ce procédé est délicat, si nous voulons tenir le gabarit spectral (**Figure 26**) sur des pièces en forme de grandes dimensions (Cf. **Photo 17**).

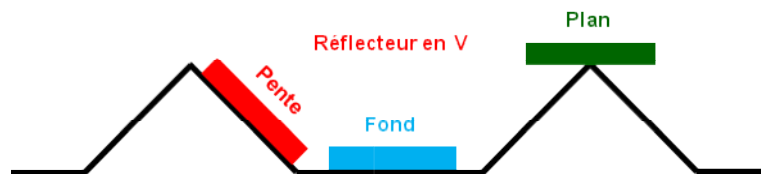


**Photo 16 : Machine de dépôts PACA2M**



**Photo 17 : Photographie de réflecteurs dans leur cadre de traitement**

Pour avoir des marges plus confortables pour la production industrielle, CILAS a proposé des argentures rehaussées. Nous présentons ici des échantillons réalisés à partir de couches haut et bas indices et dont les emplacements sont représentatifs des réflecteurs en V (Cf. **Figure 49**) du LMJ.



**Figure 49 : Schéma d'un réflecteur latéral en forme de V illustrant la position des échantillons testés**

### **VII.8.2 Les échantillons mesurés**

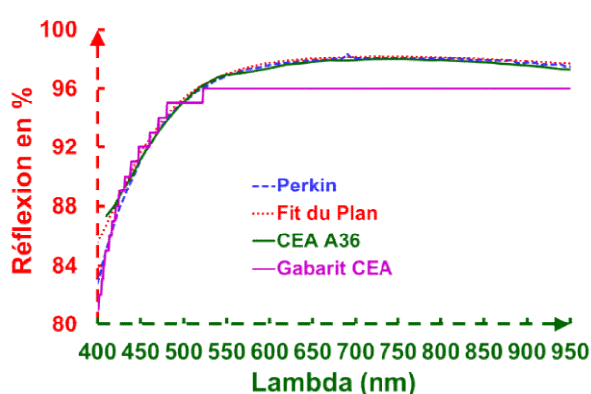
Plusieurs échantillons ont été réalisés par CILAS sur des substrats inox recouverts d'une couche d'accroche et d'une couche d'argent [80-81]. L'argent donne le pouvoir réflecteur sur l'étendue du domaine spectral de l'application CEA. Mais celui-ci, fortement oxydable, doit être protégé par une couche de protection. La couche protectrice initialement choisie par le CEA/Le Ripault [54] est en  $\text{SiO}_2$ . Elle nécessite pour son accrochage à la couche d'argent, l'ajout d'une couche de nickel chrome (NiCr) d'une dizaine d'angström et d'une couche de  $\text{SiO}_2$  non stœchiométrique nommée  $\text{SiO}_x$ . L'épaisseur totale de cet empilement varie de 140 à 160 nm afin que la réponse spectrale se situe au-dessus du gabarit CEA désiré. La difficulté de la production réside dans le fait qu'une trop grande épaisseur de NiCr fait chuter fortement le coefficient de réflexion de par sa forte absorption, qu'une épaisseur de  $\text{SiO}_2$  trop importante entraîne le non-respect du gabarit vers les basses longueurs d'onde, et qu'une épaisseur trop faible induit un non-respect du gabarit vers les hautes longueurs d'onde. Pour pallier cette difficulté, CILAS a proposé de remplacer une partie de la couche de  $\text{SiO}_2$  avec des couches haut indice, notées A ou B pour rehausser la réflectivité. Une caractérisation fine a été effectuée sur trois échantillons réalisés pour chacun des empilements Type A et Type B, un échantillon est représentatif du fond du réflecteur en V (noté "Fond"), un de la pente de ce même réflecteur (noté "Pente") et le dernier d'une position équivalente au sommet (noté "Plan"). Le **Tableau 5** donne le nom de l'échantillon avec la formule de l'empilement proposé.



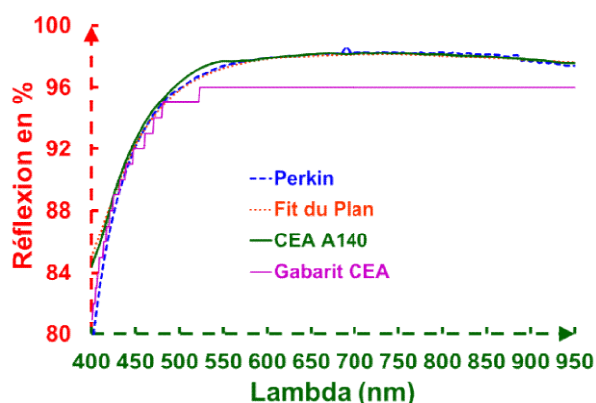
**Tableau 5 : Description des échantillons caractérisés**

Nom	Position	Matériau
A36/A43/A88	Plan/Pente/Fond	Ag/Accroche/Matériau A/SiO <sub>2</sub> / Matériau A
A95/A140/A180	Plan/Pente/Fond	Ag/Accroche/Matériau B/SiO <sub>2</sub> / Matériau B

La **Figure 50** et la **Figure 51** donnent les réponses spectrales théoriques et expérimentales des rehausses proposées issues de **CILAS** qui sont supérieures au gabarit **LMJ** [15].



**Figure 50 : Comparaison théorie/mesure pour la solution rehaussée avec le matériau A**



**Figure 51 : Comparaison théorie/mesure pour la solution rehaussée avec le matériau B**

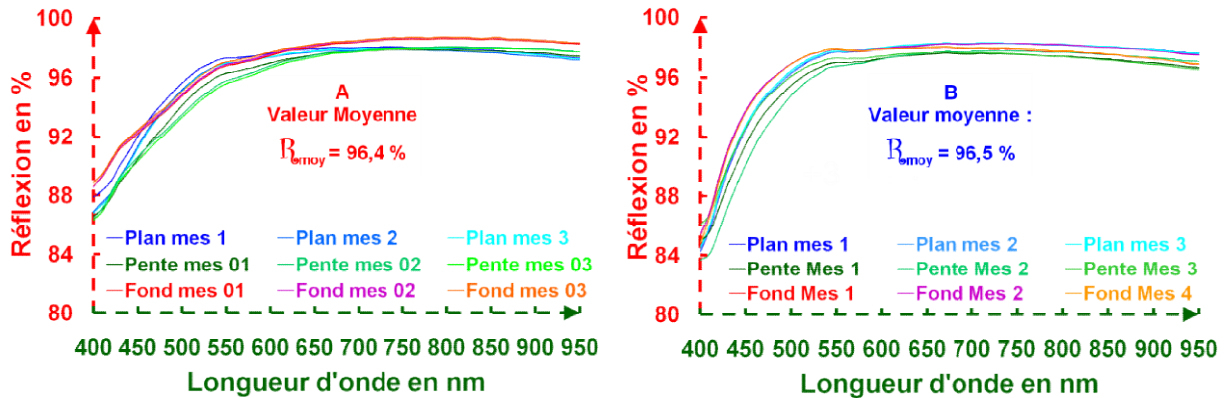
### **VII.8.3 Les moyens utilisés**

Pour caractériser ces échantillons, nous avons utilisé les mesures spectrales et les cartographies issues du réflectomètre afin d'identifier les hétérogénéités d'épaisseur du dépôt et les défauts locaux [55] et un microscope **LEICA DMR** en champ noir pour compter les défauts et connaître leur distribution. Cette application de comptage de défauts a été développée avec **Philippe Voarino** pour valider la gamme de nettoyage des substrats proposée par **CILAS** afin d'éliminer des résidus de colle laissés lorsque l'on enlève le film polymère qui protège le substrat lors des diverses manipulations préalables au traitement. Cette application de défauts a été appliquée à la caractérisation du faïencage par **Jérémy Avice** [102] avec une adaptation que l'on a entreprise avec **Anne Laure Barré** lors de son stage ingénieur de 2<sup>e</sup> année de l'**ENSSAT**.

### **VII.8.4 Mesures au réflectomètre**

Les moyennes spectrales sur le domaine [400-950 nm] de la réflectivité des échantillons mesurés avec notre réflectomètre faites avec 3 mesures sur 3 sites distants de 10 mm sont données dans le **Tableau 6** (Cf. **Figure 52**). Ces valeurs dépassent la valeur moyenne du gabarit ( $R_s = 95\%$ ) sur ce domaine. Il apparaît ici que la solution mettant en œuvre le matériau B présente une meilleure

réflectivité que la solution A. Un réajustement des épaisseurs relatives constituant l'empilement de rehausse pourrait permettre de compenser cet écart de réflectivité.

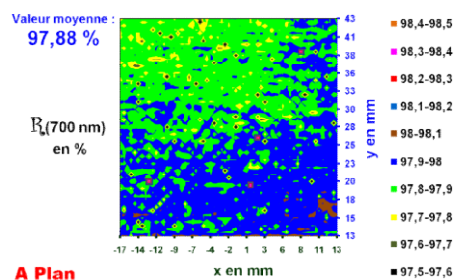


**Figure 52 : Mesures spectrales à l'aide du réflectomètre du CEA des solutions rehaussées incluant le matériau A (à gauche) et B (à droite)**

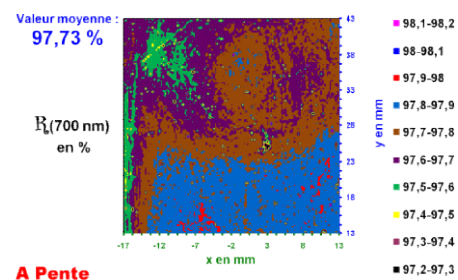
Pour l'ensemble des échantillons (Cf. **Figure 53**), nous avons cartographié une zone de 30X30 mm avec une résolution allant de 31X31 points (pas de 1 mm) à 121X121 points (pas de 0,25 mm)  $\lambda = 700$  nm, qui est une longueur d'onde correspondant à une zone spectrale où le facteur de réflexion varie peu. Les résultats de ces différentes mesures spectrales figurent dans le **Tableau 6**.

**Tableau 6 : Résultats des échantillons mesurés au réflectomètre**

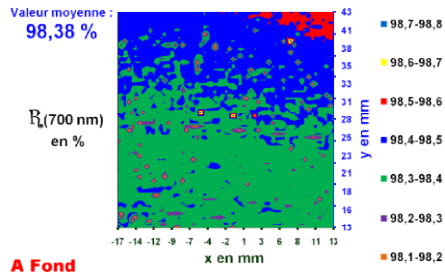
Nom	$R_{moy1}$	$R_{moy2}$	$R_{moy3}$	$R_{moy}$
AA36	96,54	96,24	96,27	96,35
AA43	95,98	95,98	95,85	95,94
AA88	96,82	96,90	96,99	96,90
BA95	96,66	96,90	96,65	96,74
BA140	96,66	96,68	96,76	96,70
BA180	95,93	95,80	96,19	95,97



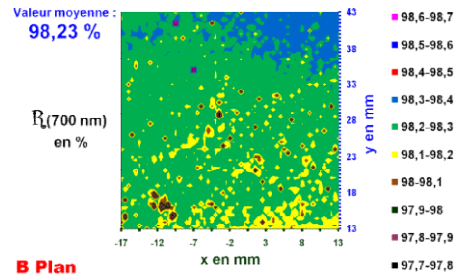
**A A36 : Type A Ech. Plan 61X61 points**



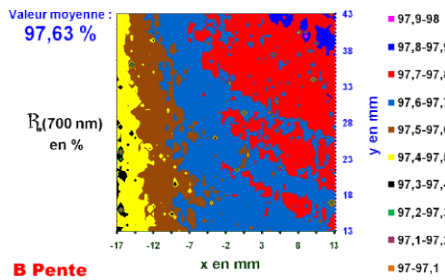
**A A43 : Type A Ech. Pente 121X121 points**



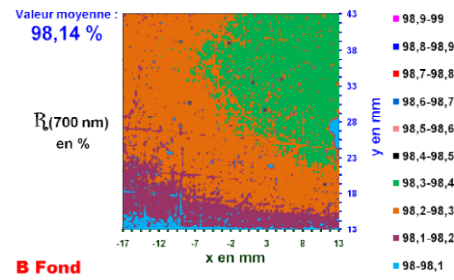
**A A88 : Type A Ech.Fond 61X61 points**



**B A140 : Type B Ech.Plan 61X61 points**



**B A180 : Type B Ech.Pente 61X61 points**



**B A95 : Type B Ech.Fond 121X121 points**

**Figure 53 : Visualisation des cartographies à 700 nm des différents échantillons mesurés**

Ces valeurs dépassent la valeur du gabarit à 700 nm qui est de 96 %. La solution mettant en œuvre le matériau B donne une valeur de réflectivité  $R_{\lambda}$  légèrement meilleure que la solution A. Nous observons peu de variation de l'uniformité en réflectivité à 700 nm.

### VII.8.5 Distributions de défauts des échantillons

Pour vérifier la présence de défauts, nous utilisons un progiciel qui les comptabilise sur une zone de 31,5X33 mm<sup>2</sup> à partir d'un microscope fonctionnant en champ noir avec un objectif X5, d'une platine motorisée et d'une caméra [5, 55].

La présence d'un défaut d'aspect sur la surface génère de la diffusion et donc de la lumière. Les dimensions sont données par la taille des amas correspondants que nous comptabilisons (en pixel), à partir desquelles nous réalisons un histogramme qui nous donne ainsi le niveau de qualité de notre composant. La surface d'un pixel est de l'ordre de 5 μm<sup>2</sup>. Cet histogramme est ajusté avec une loi exponentielle.

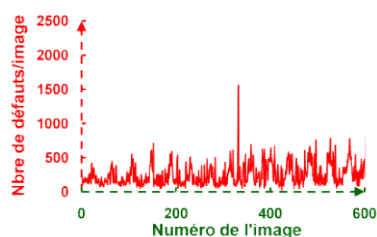
Une fonction de répartition est tracée pour indiquer la proportion des défauts de petites tailles qui sont ici majoritaires. Des photos de chaque échantillon ont été prises avec un microscope à contraste de phase **Normaski** sous différents grossissements (X5 et X10) pour illustrer l'aspect de la surface après traitement. Ce contrôle nous a ainsi permis de vérifier que pour les échantillons produits

par **CILAS**, la population de défauts locaux est voisine de la population de défauts locaux des échantillons produits par le **CEA/Le Ripault** avec le procédé nominal (ici caractérisé par 3 échantillons RDP). Les défauts locaux sont des chemins privilégiés à l'oxydation de l'argenture qui se produit lors du vieillissement [95].

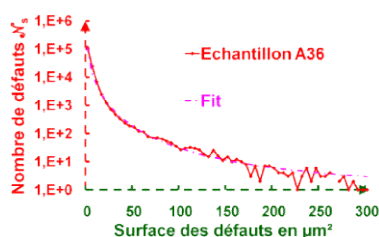
Les résultats sont résumés par le **Tableau 7** et la **Figure 54**. Les échantillons de Type A induisent un nombre plus important de petits défauts que les échantillons de Type B qui néanmoins donnent une surface de défauts inférieure. Les mesures des échantillons produits par le **CEA/Le Ripault** montrent que la surface totale de ceux-ci est moindre que pour les échantillons **CILAS** et que les défauts sont majoritairement très petits.

**Tableau 7 : Echantillons caractérisés en termes de défauts locaux**

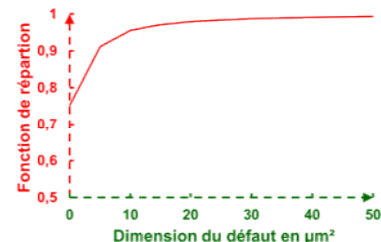
Nom	Nbre total de défauts	Taille moyenne du défaut en $\mu\text{m}^2$	% des défauts $< 5 \mu\text{m}^2$	Dimension maxi des défauts en $\mu\text{m}^2$	% en surface des défauts	% en surface des défauts
A A36	152026	2,83	75,1	2770	0,42	
A A43	168247	3,10	70,5	4595	0,49	0,39
A A88	109007	2,56	74,4	2485	0,26	
B A95	91852	3,30	68,2	4255	0,29	
B A140	119663	3,36	69,5	1005	0,38	0,38
B A180	171361	2,91	75,9	10140	0,47	
DP 650 19-04-11 a	171361	3,63	80,0	1805	0,35	
DP 650 20-04-11 a	126824	2,35	76,9	2345	0,28	0,27
DP 650 22-04-11 a	57977	3,10	73,2	2165	0,17	



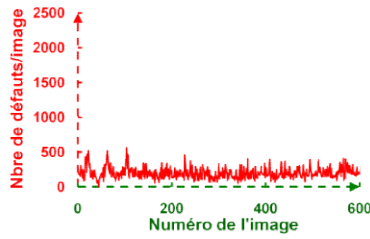
**Nombre de défauts dans les différents images du A36, Type A Ech.Plan**



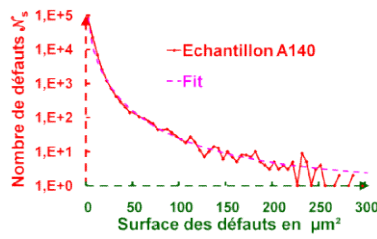
**Distribution de l'aire des amas**



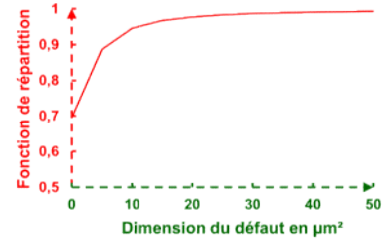
**Fonction de répartition des défauts du A36, Type A Ech.Plan**



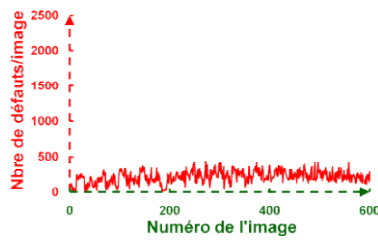
**Nombre de défauts dans les différentes images du B A140, Type B Ech.Plan**



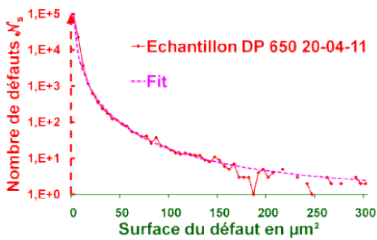
**Distribution de l'aire des amas**



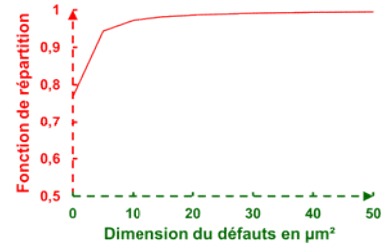
**Fonction de répartition des défauts du B A140, Type B Ech.Plan**



**Nombre de défauts dans les différentes images du DP 650 20-04-11 a**



**Distribution de l'aire des amas**



**Fonction de répartition des défauts du DP 650 20-04-11 a**

**Figure 54 : Nombre de défauts avec la distribution de leurs aires et leurs fonctions de répartition pour les 3 types d'échantillons mesurés**

### **VII.8.6 Conclusion**

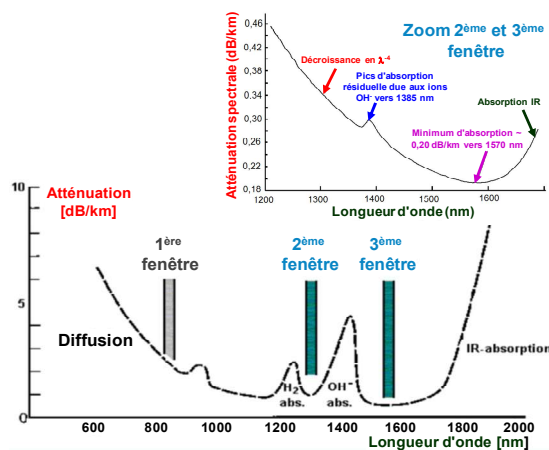
Les échantillons rehaussés montrent une amélioration de la réflectivité moyenne puisqu'elle est supérieure à 95 %. Mais ce gain se fait principalement sur le domaine spectral [600-950 nm].

Pour le domaine [400-600 nm] où se produit la montée de la réflexion, les différences d'épaisseur déposées entre les échantillons engendrent une dispersion de résultats qui sont parfois inférieurs au gabarit LMJ. Pour les défauts locaux, les populations de défauts des échantillons CILAS sont supérieures aux échantillons provenant du CEA/Le Ripault mais l'empilement est plus complexe.

## VIII. MESURES D'ABSORPTION

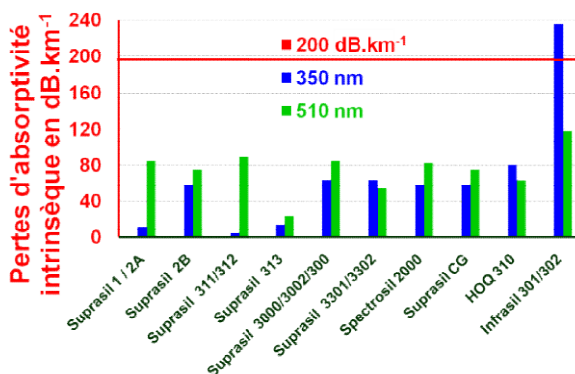
### VIII.1 Introduction

Quand nous devons concevoir une chaîne de puissance laser, il faut nécessairement se poser la question de l'absorption des matériaux et des composants optiques aux longueurs d'onde de travail. En effet l'absorption peut être responsable d'une autofocalisation du faisceau laser, d'un déplacement de la réponse spectrale ou d'un endommagement laser. Nous avons entrepris de mesurer l'absorption des matériaux et également des couches minces d'abord par interférométrie calorifique puis par effet mirage qui a toujours été couplé à des mesures de tenue au flux. Nous nous sommes rapidement tournés vers des matériaux faiblement absorbants comme la silice connue par ses applications dans les fibres optiques dont les pertes (absorption  $\mathcal{A}$  et diffusion  $\mathcal{D}$ ) en fonction de la longueur d'onde d'utilisation sont données par la **Figure 55** [155].



**Figure 55 : Pertes en dB/km en fonction de la longueur d'onde pour une fibre en silice avec un zoom sur la 2<sup>ème</sup> et 3<sup>ème</sup> fenêtré de transmission [156]**

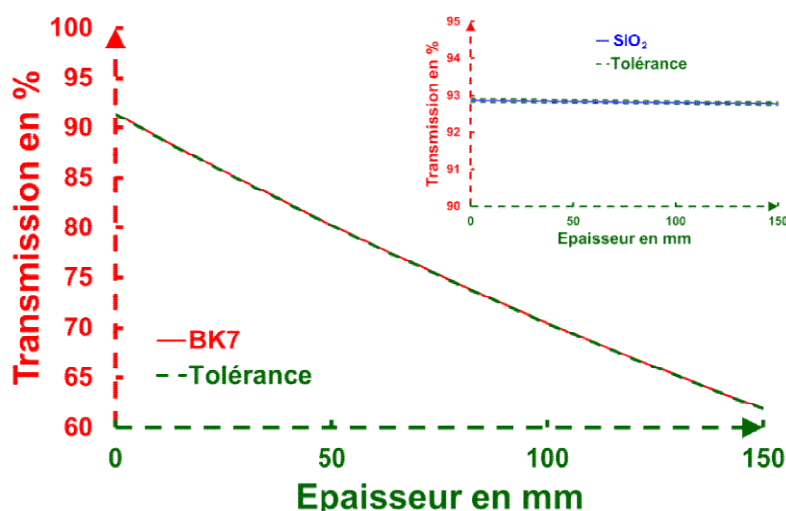
Mais l'absorption des fibres dépend de leur concentration en groupements hydroxyles (OH<sup>-</sup>) détectables par leurs pics d'absorption (725, 880, 950, 1230 and 1370 nm) [157]. Plus la concentration en OH<sup>-</sup> est élevée plus l'absorption est grande [158]. La **Figure 56** indique les absorptivités intrinsèques à 350 et 510 nm de différentes sortes de silices produites par la société HERAEUS [159].



**Figure 56 : Absorptivités intrinsèques en dB.km<sup>-1</sup> à 350 et à 510 nm calculées à partir des spectres donnés par la société HERAEUS [159]**

La **Figure 56** illustre clairement les difficultés de mesurer l'absorptivité de la silice, il y a des valeurs à 350 nm qui sont inférieures aux valeurs correspondant à 510 nm...

Le principal problème vient de l'utilisation de spectroradiomètres pour effectuer les mesures mais leurs précisions sont limitées à 1000 to 2000 ppm [18]. L'absorption de matériaux faiblement absorbants comme le **BK7** peut être évaluée par spectroradiométrie avec deux échantillons un mince et un épais (Cf. **Figure 57**) mais pas la silice. La sensibilité des spectroradiomètres n'est pas suffisante pour évaluer son absorption et il est préférable d'employer la photothermie [160-163].



**Figure 57 :**  
Transmission calculée en fonction de l'épaisseur pour des échantillons en BK7 et en silice utilisant des données internet [164] avec une tolérance de  $\pm 0,1\%$  (soit 1000 ppm)

Les pertes tiennent compte de la diffusion et de l'absorption, qui augmente rapidement quand la longueur d'onde diminue. Mais la diffusion n'a aucun rôle sur la distorsion, la dépolarisation, l'auto-focalisation ou l'endommagement laser quand on travaille avec des lasers de fortes puissances.

## VIII.2 Mesures d'absorption des substrats

Par contre il n'y a que quelques papiers qui traitent de mesures d'absorption de la silice pour les composants optiques [160-163]. Nous proposons de présenter les résultats de mesures d'absorption obtenus sur différents matériaux optiques utilisés pour les chaînes lasers comme celles du projet **SILVA**. Disposant d'une chaîne **LVC** de forte puissance moyenne avec un interféromètre **ZYGO** interfacé, la méthode préconisée est l'interférométrie calorimétrique où nous utiliserons la raie verte du **LVC**. La sensibilité dépend de la puissance laser, de la dimension de l'échantillon et de la reproductibilité de l'interféromètre. Ce travail a été une collaboration avec deux scientifiques du contingent **Pierre Etcheto** qui a effectué les premières mesures et leurs interprétations et **Yann Maigron** qui a aidé à formuler et valider un code numérique pour modéliser les déformations photothermiques. Deux autres stagiaires de l'ESO, **Céline Orgeville** et **Nicolas Bronnec**, ont également participé à des mesures d'absorption de

matériaux sous flux laser. Enfin, les calculs ont été revisités et comparés à une modélisation analytique vingt-cinq ans après durant la thèse d'Amira Guediche avec Gilles Damamme [3].

### VIII.2.1 Matériaux testés en interférométrie

Pour les chaînes lasers de puissance, nous avons testé 3 matériaux : le **BK7**, la silice ( $\text{SiO}_2$ ) et la fluorine ( $\text{CaF}_2$ ) venant de différents fournisseurs (Cf. **Tableau 8**).

**Tableau 8 : Matériaux, fournisseurs et dimensions**

Matériau	Fournisseur	Diamètre (mm)	Epaisseur (mm)
verre optique BK 7	SCHOTT	76	8
Silice 7940	CORNING	100	100
Silice Suprasil 1	HERAEUS	50	153
Fluorine Anapole	SOREM	50	140
Fluorine	MERCK	50	150

Le **Tableau 9** donne les valeurs utilisées dans les calculs des constantes physiques des matériaux. Elles sont issues des catalogues fournisseurs.

**Tableau 9 : Constantes physiques**

Matériau	n	$\beta$ [ $10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$ ]	$\alpha$ [ $10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$ ]	$\lambda_c$ [ $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ]	E [ $\text{N} \cdot \text{mm}^{-2}$ ]	$\nu$	$\gamma$ [ $10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$ ]
<b>BK7</b>	1,5151	1,35	7,1	1,114	81000	0,208	5
<b>SiO<sub>2</sub></b>	1,4570	9,8	0,51	1,38	73000	0,17	10
<b>CaF<sub>2</sub></b>	1,4329	-9	24	9,71	76000	0,26	1,39

Où n est l'indice du matériau à 633 nm,  $\beta = \left[ \frac{dn}{dT} \right]_{\text{absolu}}$  est le coefficient de variation d'indice avec T entre 20 et 40 °C,  $\alpha$  est le coefficient de dilatation thermique entre -30 et 70 °C,  $\lambda_c$  est la conductivité thermique du matériau, E est le module de **Young**,  $\nu$  est le coefficient de **Poisson** et  $\gamma = (n - 1) \cdot \alpha + \beta$ .

### VIII.2.2 Description du phénomène utilisé

Quand un faisceau laser de puissance  $\Phi_0$  traverse une lame d'épaisseur e et d'absorptivité  $\alpha_a$ , il est légèrement absorbé par la matière (loi de **Beer-Lambert**). La puissance absorbée est donnée par l'Équation 15 :

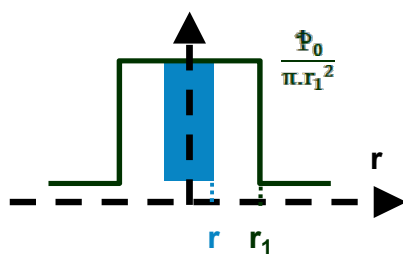
$$\Phi_0 \cdot (1 - \exp(-\alpha_a \cdot e)) \approx \Phi_0 \cdot \alpha_a \cdot e \quad (15)$$



Cette puissance absorbée provoque un gradient local de température  $\frac{\partial T}{\partial r}$  qui produit une variation d'indice  $\frac{\partial n}{\partial r}$ , une dilatation mécanique et une augmentation des contraintes  $\frac{\partial \sigma}{\partial r}$  d'où une modification d'indice  $\frac{\partial n}{\partial \sigma}$  et donc une variation de chemin optique  $\frac{\partial \Delta(r)}{\partial T}$  qui peut être mesurée par interférométrie. Les détails des calculs thermiques peuvent être retrouvés dans la littérature [3, 7, 165] et les expériences peuvent être menées car le laboratoire possédait un interféromètre **ZYGO Mark III**.

### VIII.2.3 Calcul du champ de température

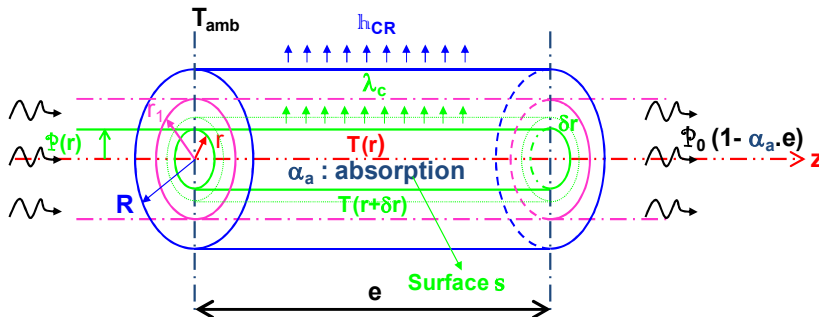
Pour simplifier les problèmes de calcul thermique, nous nous plaçons en symétrie cylindrique : faisceau laser et matériau, avec un faisceau laser de rayon  $r_1$  et de puissance totale  $\Phi_0$  ayant un profil spatial homogène (Cf. **Figure 58**) appelé "Top Hat" avec  $\Phi(r)$  la puissance intégrée dans un rayon  $r$  ( $r < r_1$ ) répondant aux **Équations 16**.



$$\left\{ \begin{array}{l} r \leq r_1 \quad \frac{\Phi_0}{\pi \cdot r_1^2} \quad \Phi(r) = \frac{\Phi_0}{\pi \cdot r_1^2} \cdot \int_0^r 2 \cdot \pi \cdot u \cdot du = \frac{r^2}{r_1^2} \cdot \Phi_0 \\ r > r_1 \quad 0 \quad \Phi(r) = \frac{\Phi_0}{\pi \cdot r_1^2} \cdot \int_0^{r_1} 2 \cdot \pi \cdot u \cdot du = \Phi_0 \end{array} \right. \quad (16)$$

**Figure 58** : Profil spatial d'un faisceau uniforme de puissance totale  $\Phi_0$  et de rayon  $r_1$

La **Figure 59** donne le schéma de chauffage par ce faisceau d'un matériau de rayon  $R$ , de longueur  $e$  et d'absorptivité  $\alpha_a$ . Comme le matériau est faiblement absorbant, le flux absorbé en  $z$  est  $\alpha_a \cdot \Phi_0 \cdot \delta z$ . Il s'évacue radialement vers l'extérieur par conductivité jusqu'à la périphérie puis par transfert conducto-radiatif  $h_{CR}$  à la surface  $s$  de cette périphérie et par ses deux extrémités.



**Figure 59** : Schéma du chauffage d'un matériau ayant une absorptivité ( $\alpha_a$ ) par un faisceau laser de puissance  $\Phi_0$  dans un milieu à température ambiante  $T_{amb}$

Avec les conditions aux frontières sur la périphérie et aux extrémités, le bilan thermique est donné par l'**Équation 17** :

$$\Phi_{Abs} = \Phi_{Conductif} + \Phi_{Convectif} + \Phi_{Radiatif} = \Phi_{Conductif} + \Phi_{Conv-Rad} \quad (17)$$

L'expression de ces flux est donnée par les **Équations 18** :

$$\begin{aligned}\varphi_{\text{Absorbé}}(r) &= 2.\pi.\alpha_a.e. \int_{u=0}^{u=r} \mathcal{P}(u).u.du \quad \text{et} \quad \varphi_{\text{Conductif}}(r) = -2.\pi.r.\lambda_c.e. \frac{\partial T(r)}{\partial r} \\ \varphi_{\text{Convectif}}(r) &= 2.(2.\pi.h_c. \int_{u=0}^{u=r} [T(u) - T_{\text{Amb}}].u.du) \\ \varphi_{\text{Radiatif}}(r) &= 2.(2.\pi.\varepsilon.\sigma_{\text{Step}}. \int_{u=0}^{u=r} [T(u)^4 - T_{\text{Amb}}^4].u.du)\end{aligned}\tag{18}$$

Où  $h_c$  est le coefficient de transfert convectif ( $h_c$  est pris à  $5 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$  sans convection),  $\varepsilon$  est l'émissivité du matériau,  $\sigma_{\text{Step}}$  est la constante de **Stephan**  $\sigma_{\text{Step}} = 5,67.10^{-8} \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}$ .

Comme le milieu est faiblement absorbant  $T(u) = T_{\text{Amb}} = 293 \text{ K}$  ce qui donne une longueur d'onde du maximum d'émission pour le composant à environ  $\lambda_{\text{Wien}} = 10 \mu\text{m}$  selon la loi de **Wien**. Or la silice et le **BK7** sont parfaitement opaques après  $5 \mu\text{m}$  et par conséquent selon la loi de **Kirchhoff**  $\varepsilon = 1$ . Nous linéarisons le flux radiatif (**Équation 19**) car sur  $[293-313 \text{ K}]$  l'erreur commise est inférieure à 10 %.

$$\sigma_{\text{Step}} (T(u)^4 - T_{\text{Amb}}^4) = 4.\sigma_{\text{Step}}.T_{\text{Amb}}^3.(T(u) - T_{\text{Amb}}) = 4.\sigma_{\text{Step}}.T_{\text{Amb}}^3.\Delta T(u) = h_R.\Delta T(u) = 5,71.\Delta T(u) \tag{19}$$

On peut ainsi regrouper les termes conductif et radiatif de l'**Équation 17** par un flux convecto-radiatif de coefficient de transfert  $h_{\text{CR}}$  donné par l'**Équation 20** :

$$h_R = 4.\sigma_{\text{Step}}.T_{\text{Amb}}^3, h_{\text{CR}} = h_c + h_R \text{ d'où } \varphi_{\text{Abs}} = \varphi_{\text{Conductif}} + \varphi_{\text{Conv-Rad}} \tag{20}$$

L'équation simplifiée du bilan thermique est donc donnée par l'**Équation 21** :

$$2.\pi.\alpha_a.e. \int_{u=0}^{u=r} \mathcal{P}(u).u.du = -2.\pi.r.\lambda_c.e. \frac{\partial T(r)}{\partial r} + 4.\pi.h_{\text{CR}}. \int_{u=0}^{u=r} \Delta T(u).u.du \tag{21}$$

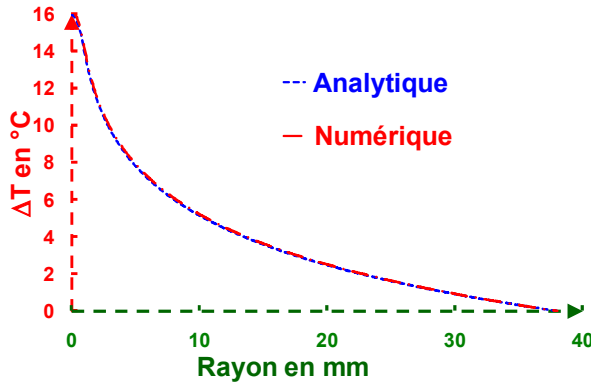
Avec les conditions aux limites données par les **Équations 22** :

$$\begin{aligned}\text{Aux 2 extrémités du cylindre} \\ \left[ \frac{\partial T(r)}{\partial r} \right]_{z=0 \text{ et } z=e} &= \left[ \frac{\partial \Delta T(r)}{\partial r} \right]_{z=0 \text{ et } z=e} \\ \text{A } r = R, \text{ le flux émis par le cylindre} &= \text{flux absorbé} \\ 2.\pi.e.h_{\text{CR}}.T.\Delta T(R) + 4.\pi.h_{\text{CR}}. \int_{u=0}^{u=R} \Delta T(u).u.du &= 2.\pi.\alpha_a.e. \int_{u=0}^{u=R} \mathcal{P}(u).u.du \tag{22} \\ \text{La périphérie} & \quad \text{les deux extrémités} \quad \text{Flux absorbé} \\ \text{La continuité du flux en } r = R \forall z & \\ -\lambda_c. \left[ \frac{\partial T(r)}{\partial r} \right]_{r=R, z} &= h_{\text{CR}}.\Delta T(R)\end{aligned}$$

L'**Équation 21** associée aux **Équations 22** sont résolues numériquement avec **Mathematica**.

### **VIII.2.4 Validation du modèle numérique**

Pour valider le modèle numérique, nous le comparons au modèle analytique détaillé dans la référence [7] en imposant la nullité de  $h_{\text{CR}}$ . C'est ce qui est fait en **Figure 60**, avec un échantillon de **BK7** de 8 mm d'épaisseur et de 76 mm de diamètre ayant une absorptivité de  $0,2702 \text{ m}^{-1}$ .



**Figure 60 :** Comparaison entre le modèle analytique et le calcul numérique dans le cas où nous fixons un coefficient de transfert  $h_{CR} = 0$  pour un échantillon de BK7 absorbant avec un faisceau laser uniforme de 1 mm de rayon et de 100 W de puissance

### VIII.2.5 Modèle analytique tenant compte des pertes

L'équation de la chaleur est donnée par l'Équation 23.a, qui en régime stationnaire et dans le cas de notre géométrie axisymétrique devient l'Équation 23.b.

$$\begin{aligned} \rho \cdot c \cdot \frac{\partial T}{\partial t} - \nabla^2(\lambda_c \cdot T) - Q &= 0 \quad (a) \\ - \frac{\partial}{\partial r} \cdot \left( \lambda_c \cdot \frac{\partial T}{\partial r} \right) - Q &= 0 \quad (b) \end{aligned} \quad (23)$$

Où  $c$  est la capacité calorifique en  $J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$ ,  $\rho$  est la masse volumique en  $kg \cdot m^{-3}$ ,  $\lambda_c$  est la conductivité thermique en  $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ ,  $T$  est la température en  $K$ ,  $t$  est le temps en  $s$ ,  $Q$  est le bilan thermique volumique en  $W \cdot m^{-3}$  qui comprend la production de chaleur volumique moins les pertes par rayonnement et convection vers l'extérieur et  $r$  étant le rayon.

Comme nos matériaux ont néanmoins une absorptivité  $\alpha_a$  très faible, nous supposons que :

- $c$  est indépendant de l'épaisseur ;
- Quand  $r < R$ , nous avons que de la conduction ;
- $\lambda_c$  est une constante ;
- $Q = \mathcal{P}_{déposé} - \mathcal{P}_{perte}$ , avec  $\mathcal{P}_{déposé} = \frac{\Phi_0 \cdot \alpha_a}{\pi \cdot R^2} = \Phi_0$  (en  $W \cdot m^{-3}$ ),  $\Phi_0$  étant la puissance laser en  $W$ ;
- $\mathcal{P}_{perte} = \frac{2 \cdot h_{ca}}{e} \cdot (T - T_{amb}) = H \cdot (T - T_{amb})$ , le facteur 2 vient du fait que l'on a une face d'entrée et une face de sortie à notre échantillon.

En écrivant les équations et en faisant le changement de variables appropriés ( $m^2 = H/\lambda_c$  en  $m^{-2}$ ) nous retrouvons l'Équation 24, une équation de Bessel modifiée avec  $v_{Bessel} = 0$  :

$$\frac{\partial^2 y}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \cdot \frac{\partial y}{\partial r} - m^2 \cdot y = 0 \quad (24)$$

L'Équation 24 est du type d'une équation de **Bessel** modifiée fournie par l'Équation 25 dont les solutions répondent à l'Équation 26 où  $I_{\nu_{\text{Bessel}}}$  et  $K_{\nu_{\text{Bessel}}}$  sont les fonctions de **Bessel** modifiées de 1<sup>re</sup> et 2<sup>e</sup> espèces avec  $C_1$  et  $C_2$  deux constantes d'intégrations :

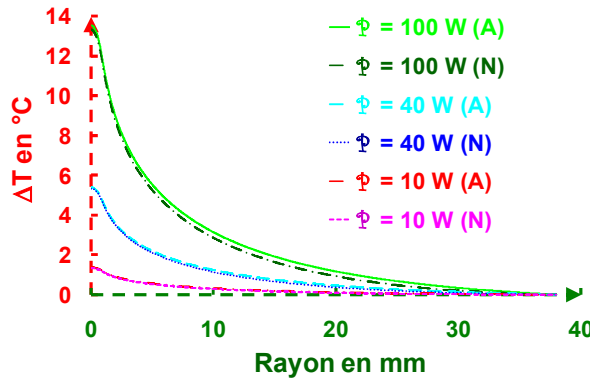
$$y'' + \frac{1}{x} \cdot y' - \left( m^2 - \frac{v^2}{x^2} \right) \cdot y = 0 \quad (25)$$

$$y(r) = C_1 \cdot I_0(m \cdot r) + C_2 \cdot K_0(m \cdot r) \quad (26)$$

En tenant compte des différentes conditions aux limites, la température  $T(r)$  selon  $r$  et la valeur de  $T_1$  sont données par les Équations 27 :

$$\begin{aligned} r < r_1 \quad T(r) - T_{\text{amb}} &= \frac{I_0(m \cdot r)}{I_0(m \cdot r_1)} \cdot (T_1 - T_{\text{amb}}) + \left( 1 - \frac{I_0(m \cdot r)}{I_0(m \cdot r_1)} \right) \cdot \frac{\Phi_0}{2 \cdot \pi \cdot h_{\text{CR}} \cdot r_1^2} \cdot \alpha_a \\ r \geq r_1 \quad T(r) - T_{\text{amb}} &= \frac{K_0(m \cdot r)}{K_0(m \cdot r_1)} \cdot (T_1 - T_{\text{amb}}) \\ T_1 \quad T_1 &= T_{\text{amb}} + \sqrt{\frac{2 \cdot h_{\text{CR}}}{\lambda_c \cdot e}} \cdot I_1 \left( \frac{2 \cdot h_{\text{CR}}}{\lambda_c \cdot e} \cdot R \right) \cdot K_0 \left( \frac{2 \cdot h_{\text{CR}}}{\lambda_c \cdot e} \cdot R \right) \cdot \frac{\Phi_0 \cdot e}{2 \cdot \pi \cdot h_{\text{CR}} \cdot R} \cdot \alpha_a \end{aligned} \quad (27)$$

Une comparaison entre la solution Numérique (N) et cette solution Analytique (A) est présentée à la Figure 61 dans le cas de notre échantillon de BK7 [3].



**Figure 61 :**  
Comparaison entre les modèles numériques et analytiques dans le cas d'un échantillon de BK7

### VIII.2.6 Introduction des contraintes et de la différence de marche liées à l'évolution de la température

Connaissant la répartition de la température dans le matériau, nous allons calculer les variations de contraintes, d'indices optiques et d'épaisseurs liées à l'évolution du champ de température. L'évolution de différence de marche  $\Delta$  avec la température dans la direction  $z$  est donnée par les Équations 28. Les calculs complets se retrouvent dans divers papiers [9, 165] :

$$\Delta = (n - 1) \cdot e \Rightarrow \delta\Delta = (n - 1) \cdot \delta e + e \cdot \delta n \quad (28)$$

$$\delta e = (\alpha + \varepsilon_z) \cdot e \quad \text{et} \quad \delta n = (\delta n)_T + (\delta n)_{\text{Stress}} = \left[ \frac{\partial n}{\partial T} \right]_{\sigma=0} \cdot \delta T + \left[ \frac{\partial n}{\partial \sigma} \right]_{T=\text{cste}} \cdot \delta \sigma$$

Où  $\alpha$  est le coefficient de dilatation thermique,  $\varepsilon_z$  est la composante selon z du tenseur de déformation  $[\varepsilon]$ ,  $\left[ \frac{\partial n}{\partial T} \right]_{\sigma=0}$  correspond à  $\beta$ , le coefficient de variation d'indice avec la température dit coefficient thermo-optique et  $\left[ \frac{\partial n}{\partial \sigma} \right]_{T=\text{cste}}$  correspond à  $K$  [166] le coefficient photo-élastique.

Selon la géométrie du barreau, nous considérons 2 cas :

- l'épaisseur du barreau est inférieure au diamètre, nous serons dans le cas d'un disque mince le disque peut se dilater en z mais la composante suivant z de la contrainte est nulle :  $\sigma_z = 0$  ;
- l'épaisseur du barreau est supérieure au diamètre, nous serons dans le cas d'un disque épais, le barreau ne peut pas se dilater en z car le barreau est supposé "infini", la composante des déplacements selon z est nulle  $\varepsilon_z = 0$  et  $\sigma_z = \sigma_r + \sigma_\theta$ .

$$\begin{aligned} (\delta n)_{r \text{ Stress}} &= -\frac{n^3}{2} \cdot (q_{//} \cdot \sigma_r + q_{\perp} \cdot (\sigma_\theta + \sigma_z)) \\ (\delta n)_{\theta \text{ Stress}} &= -\frac{n^3}{2} \cdot (q_{//} \cdot \sigma_\theta + q_{\perp} \cdot (\sigma_r + \sigma_z)) \end{aligned} \quad \text{Équations 29}$$

**Timoshenko** donne les valeurs des élongations  $\varepsilon_r$ ,  $\varepsilon_\theta$  et  $\varepsilon_z$  et les contraintes associées  $\sigma_r$ ,  $\sigma_\theta$  et  $\sigma_z$  d'un cylindre libre à une température  $\delta T$  [167] selon que le rapport épaisseur/diamètre du faisceau soit supérieur ou inférieur à 1 (Cf. **Équations 30**) :

<p>(a) Disque mince</p> $\begin{aligned} \varepsilon_r &= \left[ \alpha \delta T + \frac{1}{E} \cdot (\sigma_r - \nu \cdot \sigma_\theta) \right] \\ \varepsilon_\theta &= \left[ \alpha \delta T + \frac{1}{E} \cdot (\sigma_\theta - \nu \cdot \sigma_r) \right] \\ \varepsilon_z &= \left[ \alpha \delta T - \frac{\nu}{E} \cdot (\sigma_r + \sigma_\theta) \right] \\ \sigma_r(r) &= \alpha E \cdot \left[ \frac{1}{R^2} \cdot \int_0^R \delta T \cdot r \, dr - \frac{1}{r^2} \int_0^r \delta T \cdot u \, du \right] \\ \sigma_\theta(r) &= \alpha E \cdot \left[ \frac{1}{R^2} \cdot \int_0^R \delta T \cdot r \, dr + \frac{1}{r^2} \int_0^r \delta T \cdot u \, du - \delta T \right] \\ \sigma_z(r) &= 0 \end{aligned}$	<p>(b) Disque épais</p> $\begin{aligned} \varepsilon_r &= \left[ \alpha \delta T + \frac{1}{E} \cdot (\sigma_r - \nu \cdot (\sigma_\theta + \sigma_z)) \right] \\ \varepsilon_\theta &= \left[ \alpha \delta T + \frac{1}{E} \cdot (\sigma_\theta - \nu \cdot (\sigma_r + \sigma_z)) \right] \\ \varepsilon_z &= \left[ \alpha \delta T + \frac{1}{E} \cdot (\sigma_z - \nu \cdot (\sigma_r + \sigma_\theta)) \right] \\ \sigma_r(r) &= \frac{\alpha E}{1-\nu} \cdot \left[ \frac{1}{R^2} \cdot \int_0^R \delta T \cdot r \, dr - \frac{1}{r^2} \int_0^r \delta T \cdot u \, du \right] \\ \sigma_\theta(r) &= \frac{\alpha E}{1-\nu} \cdot \left[ \frac{1}{R^2} \cdot \int_0^R \delta T \cdot r \, dr + \frac{1}{r^2} \int_0^r \delta T \cdot u \, du - \delta T \right] \\ \sigma_z(r) &= \frac{\alpha E}{1-\nu} \cdot \left[ \frac{2}{R^2} \cdot \int_0^R \delta T \cdot r \, dr - \delta T \right] = \sigma_r(r) + \sigma_\theta(r) \end{aligned} \quad (30)$
---	---

Ce qui donne pour  $\delta\Delta$  [14] :

$$\delta\Delta(r) = e \cdot \left( \beta + (n - 1) \cdot \alpha (1 + \nu) + \frac{n^3 \cdot \alpha E}{4} \cdot (q_{//} + q_{\perp}) \right) \cdot \delta T(r) \quad \text{Disque mince : Équation 31}$$

$$\delta\Delta(r) = e \cdot \left( \beta + \frac{n^3 \cdot \alpha E}{4 \cdot (1 - \nu)} \cdot (q_{//} + 3 \cdot q_{\perp}) \right) \cdot \delta T(r) \quad \text{Disque épais : Équation 32}$$

L'ensemble des équations a été exploité pour réaliser différentes études paramétriques.

### VIII.2.7 Exploitation du modèle et études paramétriques

Une étude paramétrique avec un faisceau laser continu avec un échantillon de **BK7** ayant un rayon de 38 mm et une épaisseur  $e$  de 8 mm à température ambiante  $T_{amb} = 293 \text{ K}$  a été entreprise. Son absorptivité est fixée à  $0,207 \text{ m}^{-1}$  et  $h = 10,71 \text{ W.m}^{-2}$ . Les coefficients photo-élastiques  $K_{//}$  et  $K_{\perp}$  dépendent des coefficients piézo-optiques  $q_{//}$  et  $q_{\perp}$  par les **Équations 33** et sont fournis par **SCHOTT** [166].

$$K_{//} = \frac{\partial n}{\partial \sigma_r} = -\frac{n^3}{2} q_{//} = -0,5 \cdot 10^{-6} \text{ Pa}^{-1} \quad \text{et} \quad K_{\perp} = \frac{\partial n}{\partial \sigma_{\theta}} = -\frac{n^3}{2} q_{\perp} = -3,37 \cdot 10^{-6} \text{ Pa}^{-1} \quad (33)$$

A puissance constante, nous constatons une rapide diminution non linéaire avec l'augmentation du rayon du faisceau laser pour la température, de la contrainte totale et de la différence de marche. Quand le rayon du waist est supérieur au 8 mm de l'épaisseur du hublot, il y a une augmentation dans la contrainte et dans la **différence de marche (ddm)** car nous prenons en compte la valeur de  $\sigma_z$  qui avant était supposée nulle. De même la différence de température augmente avec l'épaisseur car l'énergie absorbée est plus importante et le flux conducto-radiatif reste sensiblement le même. Nous constatons que la différence de température et les contraintes augmentent progressivement avec l'épaisseur pour atteindre une asymptote donnée par la solution analytique et que la **ddm** est proche de la solution analytique.

A rayon constant, nous notons qu'avec l'augmentation de la puissance laser, nous avons des variations de la température, des contraintes totales et de la **ddm** qui augmentent linéairement avec la puissance absorbée donc avec la charge thermique.

A fluence constante, nous remarquons qu'une élévation de la puissance laser induit une augmentation quasi linéaire de la variation de la température, des contraintes et de la différence de marche. **Donc pour une même fluence, les effets d'endommagement laser vont davantage se produire avec des faisceaux de fortes puissances qu'avec des faisceaux de faibles puissances. Il est donc normal de trouver des seuils d'endommagement plus élevés avec des faisceaux de faibles puissances qu'avec des faisceaux de fortes puissances.**

Pour une même puissance laser avec des formes de faisceaux différentes, les courbes des variations de température, de contraintes et de **ddm** sont pratiquement indépendantes des formes initiales du profil de faisceau. Il existe seulement au centre des petites différences qui dépendent de l'intensité centrale qui deviennent quasiment invisible avec l'augmentation du rayon du faisceau laser. **Cette insensibilité apparente permet de valider la prise du rayon équivalent (Cf. Équation 34) d'un faisceau lors des mesures d'endommagement.**

$$R_{\text{équi}} = \sqrt{\frac{1}{\pi \cdot I_{\text{max}}} \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} I(x,y) \cdot \delta x \cdot \delta y} \quad (34)$$

Si nous étudions le coefficient d'échange, nous notons que si nous isolons la périphérie  $h_{\text{CR}} = 0$ , le gradient thermique est plus faible donnant ainsi des déformations sur la surface d'onde plus faibles.

**Conclusion :** Les plus grandes variations des contraintes liées à l'absorption du flux laser sont celles qui sont dans la zone correspondant au rayon du faisceau, où la variation de température  $\Delta T$  ne dépend que de la puissance du faisceau (à matériau identique) :

$$\Delta T = T(r=0) - T(r=r_1) = \frac{A_T \cdot \Phi_0}{4 \cdot \pi \cdot \lambda_c} \quad \text{Équation 35}$$

L'endommagement est majoritairement d'origine thermique dans le cas de faisceaux lasers ayant des durées d'impulsion supérieures à la nanoseconde [168], le dimensionnement des rayons des faisceaux laser  $R_{\text{utilisation}}$  sur les optiques en fonction de la puissance peut se faire, comme pour **SILVA** connaissant la puissance associée à l'endommagement  $\Phi_{\text{Test Endommagement}}$  (ou la valeur de **LIDT** (Laser Induced Damage Threshold)) des composants et le rayon du faisceau laser de test utilisé  $R_{\text{Test Endommagement}}$  en conservant  $\Delta T$  constant et en introduisant un coefficient de sécurité  $\delta$  ( $\delta = 1$  pour la comparaison entre bancs d'endommagement) :

$$R_{\text{Putilisation}} = \delta \cdot \frac{\Phi_{\text{utilisation}}}{\Phi_{\text{Test Endommagement}}} \cdot R_{\text{Test Endommagement}} \quad \text{Équation 36}$$

Si on parle en fluence, nous avons :

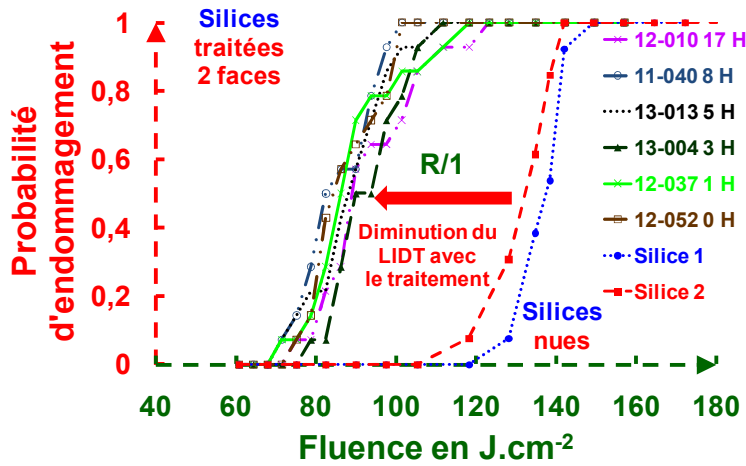
$$\mathcal{F}_{\text{utilisation}} = \delta \cdot \frac{R_{\text{Test Endommagement}}}{R_{\text{Putilisation}}} \cdot \mathcal{F}_{\text{Test Endommagement}} \quad \text{Équation 37}$$

Avec deux **LIDT**  $\mathcal{F}_2$  et  $\mathcal{F}_1$  provenant de deux bancs ayant des caractéristiques de puissance et de rayons différents ( $R_1, R_2$ ) mais avec des profils spatiaux et temporels similaires, nous obtenons :

$$\mathcal{F}_2 = \frac{R_1}{R_2} \cdot \mathcal{F}_1 \quad \text{Équation 38}$$

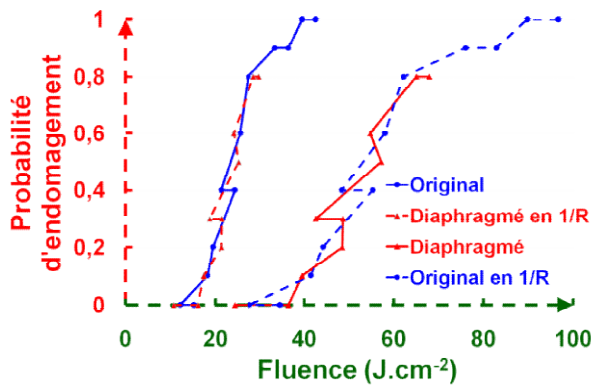
Lors de la thèse de **Jérémy Avice** [102], nous avons testé des dépôts de silice colloïdale et des substrats de silice à 351 nm avec l'installation **Mistral** [26] dont le diamètre à  $\frac{1}{e}$  est de 114  $\mu\text{m}$  avec une durée d'impulsion à mi-hauteur de 7,5 ns. D'après **Figure 62**, le **LIDT** de la silice nue mesuré est autour des 105-118  $\text{J} \cdot \text{cm}^{-2}$  et le **LIDT** d'un substrat traité est inférieur au **LIDT** du substrat nu. Si nous avons utilisé par exemple le banc d'endommagement laser **Blanco** du **CEA/Cesta** [169] dont le diamètre à  $\frac{1}{e}$  de son faisceau est de 600  $\mu\text{m}$  et sa durée d'impulsion est de 5,5 ns, nous aurions obtenu avec l'**Équation 38** un **LIDT** variant entre 20 et 22,5  $\text{J} \cdot \text{cm}^{-2}$  sans tenir compte de la loi d'échelle

temporelle (loi en  $\sqrt{\frac{\tau_{L1}}{\tau_{L2}}}$  voir **Équation 76**) et entre 17 et 19 J.cm<sup>-2</sup> en tenant compte de celle-ci. Ce qui reste un **LIDT** à 355 nm compatible pour une silice (entre 15 et 20 J.cm<sup>-2</sup>) pour le **LMJ**.



**Figure 62 :** Courbes de tenue au flux de couches silcol et de la silice nue faites avec l'installation Mistral en mode R/1. Le LIDT du substrat nu est supérieur au LIDT du substrat traité

Un autre exemple a été expérimenté sur **SOCRATE**, où nous avons avec **Mattieu Pomiès** et **David Damiani** comparé une mesure de tenue au flux avec un diagramme rectangulaire ouvert normalement et un diagramme réduit à un carré de 4X4 mm<sup>2</sup>, l'image au niveau du composant passe de 635X350 μm<sup>2</sup> à 130 μm<sup>2</sup>. Si nous prenons la dimension où les gradients de températures sont les plus importants soit R<sub>1</sub> = 305 μm et R<sub>2</sub> = 130 μm, nous retrouvons sur la **Figure 63** une superposition des courbes en appliquant l'**Équation 38**.



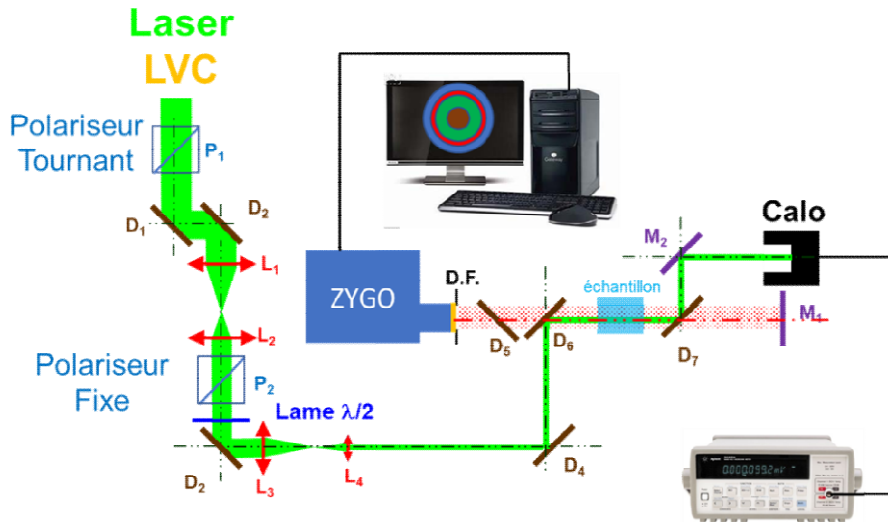
**Figure 63 :** Courbes de tenue au flux du KDP faites sur SOCRATE plein faisceau et avec un faisceau diaphragmé

Nous retrouvons expérimentalement les résultats obtenus dans la thèse de **Jean Hue** [170] encadré par **Jean Dijon** du **CMO** qui ont démontré qu'en test, avec des petits faisceaux, le **LIDT** dépend du rapport entre la puissance et le rayon du faisceau laser. Ainsi à partir d'une mesure du **LIDT**, il est "possible", à l'aide de la loi d'échelle spatiale proposée, d'estimer le **LIDT** du composant en utilisation réelle avec de grands faisceaux si le phénomène de destruction est d'origine thermique.

### **VIII.2.8 Montage expérimental pour les mesures d'absorption**

Le montage expérimental monté avec **Pierre Etcheto** est décrit par la **Figure 64**.



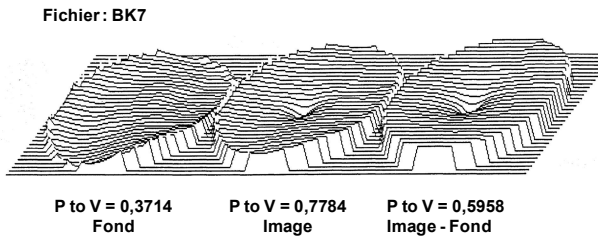


**Figure 64 : Schéma du banc d'interférométrie calorifique utilisé pour mesurer l'absorption des matériaux optiques faiblement absorbants**

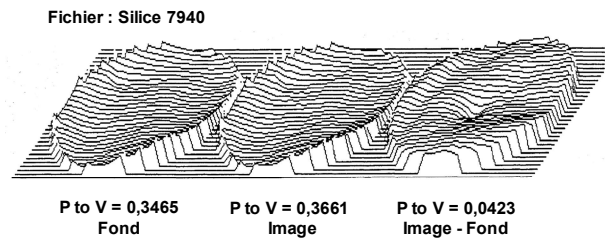
Le faisceau issu d'une chaîne LVC (510 et 578 nm) est polarisé. Un premier polariseur  $P_1$  tournant fait varier la puissance et un second  $P_2$  fixe la polarisation. Deux afocaux ( $L_1$ - $L_2$  et  $L_3$ - $L_4$ ) transportent le faisceau ( $D = 40$  mm) jusqu'au banc pour disposer d'un faisceau d'environ 2 à 3 mm de diamètre sur le banc. Nous travaillons uniquement avec la raie verte du LVC en disposant tout le long du transport optique des dichroïques  $D_i$  travaillant en polarisation  $\pi$  à  $45^\circ$ . Elles réfléchissent le 510 nm et transmettent le 578 nm mais aussi le rouge à 633 nm. La polarisation  $\pi$  minimise les transmissions du LVC à travers les dichroïques (excepté le 578 nm). Pour réduire les déformations induites par le flux, ces dichroïques sont peu absorbantes ( $< 100$  ppm à 510 nm) et sont déposées sur des substrats en silice avec une qualité de polissage de  $\lambda/10$  en onde transmise dans la configuration de mesure ( $45^\circ$ ). La dichroïque  $D_5$  isole les réflexions parasites, issues des faces des barreaux, qui pourraient pénétrer dans le ZYGO et endommager le tube vidéo. Un miroir  $M_2$  renvoie le laser dans un calorimètre pour évaluer sa puissance. Le miroir  $M_1$  sert de miroir de cavité du ZYGO. Le nombre de composants traversés par le faisceau sonde du ZYGO ne nécessite pas l'interposition d'un filtre atténuateur mais il exige des composants parfaitement polis. Un diaphragme D.F. fixe le diamètre du faisceau d'analyse.

### **VIII.2.9 Résultats**

Pour chaque matériau, les déformations moyennes du fond et de l'image ainsi que les déformations résultantes (image - fond) sont fournies en **3 D**. Les déformations produites (**P to V**) en fraction de  $\lambda$  ( $\lambda = 633$  nm), par le LVC apparaissent sous forme de trou puisque la partie de l'onde centrale voit plus de matière (dilatation) et un indice plus fort que la partie périphérique de l'onde. La partie de l'onde centrale est en retard par rapport à la périphérie et un retard est représenté sous la forme d'un trou. La **Figure 65** et la **Figure 66** illustrent les différentes opérations menées respectivement sur le **BK7** et sur la silice **7940**.



**Figure 65** : Surface d'onde correspondant à la mesure du fond, de l'image et à la soustraction des deux pour une puissance LVC de 59,5 W et un hublot en BK7



**Figure 66** : Surface d'onde correspondant à la mesure du fond, de l'image et à la soustraction des deux pour une puissance LVC de 62,2 W et un barreau de silice 7940

Les résultats pour l'ensemble des matériaux du **Tableau 8** se trouvent dans le **Tableau 10** [3]

**Tableau 10** : Matériaux, nombres de mesures faites, déformations, puissances lasers et absorptivités  $\alpha_T$

Matériau	Nombre de fonds/ d'images pris	P to V > 0 en $\lambda$	Puissance laser en W	$\alpha_T$ en $\text{cm}^{-1}$
<b>BK7 verre optique</b>	3/2	0,5278	59,49	$30 \cdot 10^{-4}$
<b>Silice 7940</b>	6/3	0,0276	62,16	$5,5 \cdot 10^{-6}$
<b>Silice Suprasil</b>	3/4	0,1347	61,62	$24 \cdot 10^{-6}$
<b>Fluorine Anapole</b>	8/7	0,0140	56,47	$1,5 \cdot 10^{-4}$
<b>Fluorine MERCK</b>	4/3	0,0254	64,46	$3,3 \cdot 10^{-4}$
<b>Fond</b>	5/3	0,0064	60,50	

### **VIII.2.10**      **Conclusion**

Les valeurs mesurées pour les deux échantillons de silice donnent une atténuation de 2,4 dB.km<sup>-1</sup> (5,5 ppm.cm<sup>-1</sup>) et de 11 dB.km<sup>-1</sup> (24 ppm.cm<sup>-1</sup>). Ces atténuations peuvent être comparées à 10 dB.km<sup>-1</sup> (absorptivité thermique) donnés à 514,5 nm pour la fibre optique [171]. Ces valeurs sont proches des valeurs d'absorptivité de silice mesurées par l'équipe de **VIRGO** (15 ou 18 ppm.cm<sup>-1</sup> à 1064 nm [163, 172]). Pour le **BK7**, l'absorptivité mesurée 0,3 m<sup>-1</sup> est proche des 0,24 m<sup>-1</sup> indiqués par **SCHOTT**. Pour la fluorine, la mesure de l'échantillon de **MERCK** confirme que son  $\beta$  est négatif [160, 173-174]. Pour l'échantillon **Anapole** de **SOREM**, la distorsion induite par le faisceau laser de puissance est imperceptible. Pour obtenir le coefficient d'extinction de cet échantillon, la distorsion due aux dichroïques sous flux laser élevé est supprimée et un lissage est effectué. Les puissances lasers indiquées dans le **Tableau 10** sont mesurées après l'échantillon, ce sont les puissances à l'intérieur de l'échantillon.

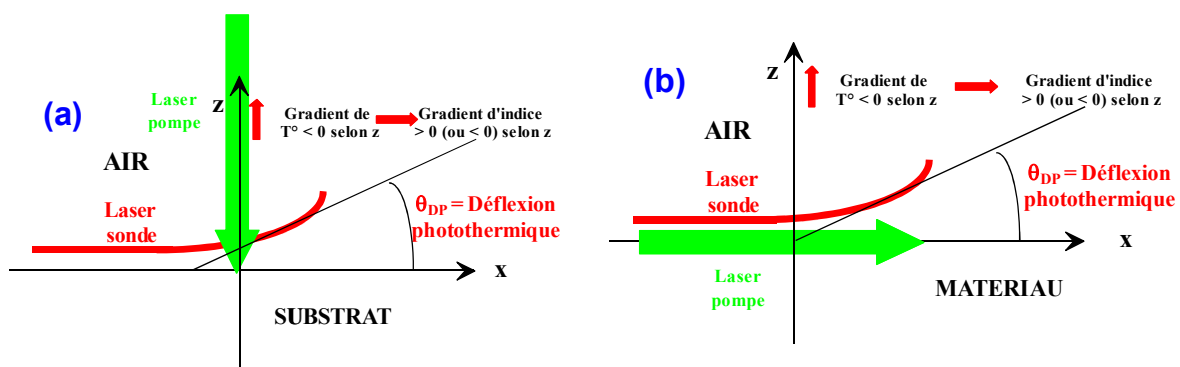
La calorimétrie interférométrique est employée pour mesurer l'absorption de la matière en général. La configuration a été présentée. Pour l'interprétation des mesures, une modélisation

thermique a été développée avec une partie analytique et numérique [3, 7] prenant en compte les pertes liées aux flux radiatifs et convectifs. Les augmentations de température du matériau liées au laser induisent des contraintes thermiques qui affectent la **ddm**. Les absorptions de la silice, le **BK7** et la fluorine ont été mesurées à 510 nm, elles restent cohérentes avec la littérature [171]. Ces résultats peuvent être très utiles pour les lentilles achromatiques utilisées dans différents systèmes tels que les lasers à colorant, ou les **Oscillateurs Paramétriques Optiques (OPO)**.

### VIII.3 Matériaux testés en Déflexion Photothermique (D.P.)

Dans le cas de la **D.P.**, deux configurations sont possibles : les modes transverses ou colinéaires (**Figure 67 a et b**). La **D.P.** colinéaire est adaptée à la mesure de surfaces opaques ou de couches minces que l'on peut "facilement" étalonner avec des couches étalons déposées sur un substrat de même nature, par exemple une couche d'aluminium. La zone irradiée voit sa température augmenter à cause de l'absorption de la couche. Comme l'indice de l'air chaud (moins dense) est inférieur à l'indice de l'air froid (plus dense), la vitesse de propagation  $v$  est plus rapide à proximité de la zone chaude ce qui entraîne une déflexion du faisceau laser appelée effet mirage qui est mesurée par une cellule 4 quadrants. Le signal thermique est lié à la diffusivité du composant qui est donnée principalement par le substrat car la couche déposée est fine. Ce type de montage a été utilisé sur le banc d'endommagement du **CEA/Saclay** afin de mesurer in-situ l'absorption et la tenue au flux. Sur ce banc, l'augmentation brutale et non-linéaire de la diffusion lorsqu'un défaut apparaissait suite à une augmentation de la puissance servait de critère d'endommagement et d'arrêt de l'expérience.

L'étalonnage de la **D.P.** colinéaire (ou longitudinale) est plus compliqué car c'est la variation d'indice du substrat avec la température (et non de l'air) qui influe sur la mesure [7].



**Figure 67 : Schéma de principe de la photothermie transverse (a) et colinéaire (b)**

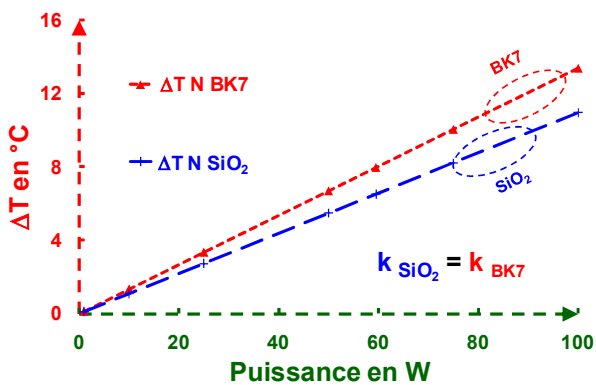
Le chauffage du matériau par le laser produit une variation de la longueur et de l'indice de réfraction donc une variation de **ddm**. La **ddm**  $\Delta$  est reliée à la déflexion photothermique  $\theta_{DP}$  par l'**Équation 39** en considérant les angles petits :

$$\theta_{DP} = \frac{4 \cdot \Delta}{D} \quad \text{où } D \text{ est le diamètre du faisceau} \quad (39)$$

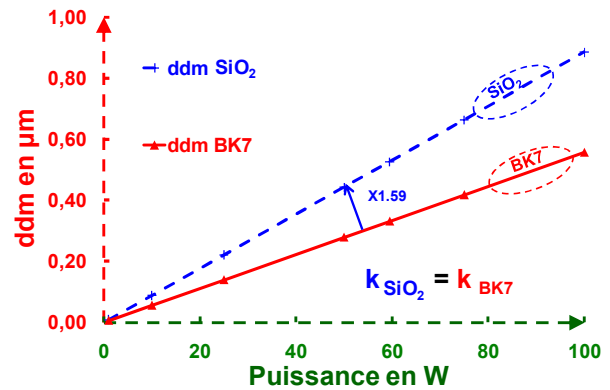
La puissance absorbée induit un gradient de température locale  $\frac{\partial T(r)}{\partial r}$  qui produit une variation locale d'indice avec la température  $\frac{\partial n(r)}{\partial r}$  et une dilatation du matériau avec une augmentation de l'épaisseur et une variation des contraintes  $\frac{\partial \sigma(r)}{\partial r}$ . Toutes ces variations vont être traduites par une augmentation de  $\theta_{DP}$ .

Ainsi, si l'on calcule la température (Cf. **Figure 68**) et la **ddm**  $\Delta$  (Cf. **Figure 69**) d'échantillons de **BK7** et de silice ayant la même absorptivité  $\alpha_a = 0,2702$ , nous nous apercevons que la **Figure 69** souligne un facteur de  $\text{coeff}_D = 1,59$  entre les deux pentes. Ce qui signifie que pour une même absorptivité la **ddm** et la **D.P** sera 1,59 fois plus grande pour de la silice que pour du **BK7**.

Les quatre échantillons (une silice nue, un **BK7** nu et 2 traités en même temps par dip-coating avec deux couches de 210 nm de silice colloïdale déposées sur les deux faces de l'échantillon de silice) ont été évalués sur le banc **Mistral** que nous avons installé avec **Jérémy Avic** [102] et dont le schéma est donné **Figure 70**. Le **BK7** sert d'échantillon étalon et la silice nue permet de connaître l'absorptivité de la silice pour s'affranchir de celle-ci lors de la mesure des échantillons traités.



**Figure 68** :  $\Delta T$  entre silice et BK7 en fonction de la puissance



**Figure 69** : **ddm**  $\Delta$  entre silice et BK7 en fonction de la puissance

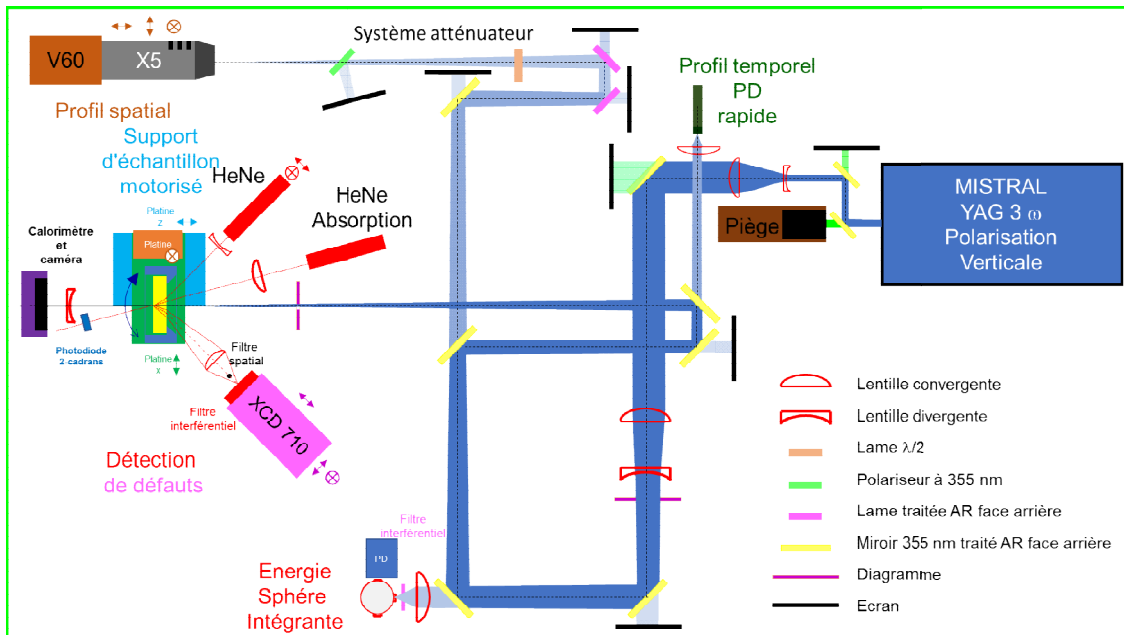


Figure 70 : Schéma du banc Mistral pour étudier la réponse des matériaux au flux laser

Le banc **Mistral** utilise un laser **YAG CONTINUUM** à  $3 \omega$  à 50 Hz. Le faisceau est focalisé sur l'échantillon par un jeu de lentilles formant un afocal et un téléobjectif divergent/convergent. Le profil spatial, le profil temporel et l'énergie sont enregistrés. Un effet mirage colinéaire est installé. Il est constitué d'un laser **HeNe** placé à  $30^\circ$  d'incidence dont la déflexion va provoquer un déséquilibre de l'éclairage reçu par les deux détecteurs d'une cellule 2 quadrants produisant une légère différence de tension. Celle-ci est fournie par une détection synchrone dont le signal de référence provient du trigger du laser. Pour calibrer cette mesure, nous nous servons du **BK7** qui est un verre transparent bien connu dans le milieu de l'optique mais dont l'absorption est mesurable avec des moyens classiques comme des spectroradiomètres. La **Figure 71** montre les résultats obtenus sur les 4 échantillons utilisés.

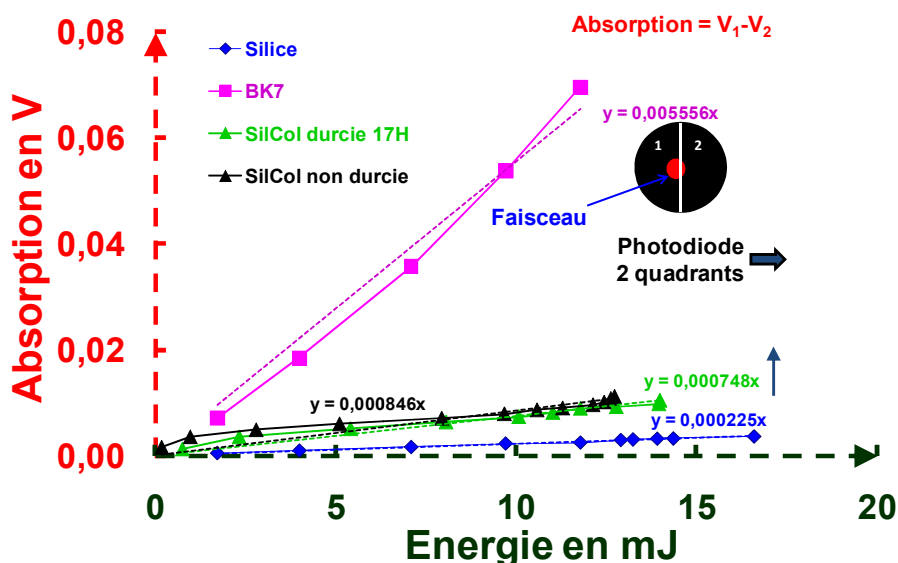


Figure 71 : Mesures expérimentales sur les 4 échantillons

Comme l'incidence du faisceau sonde n'est pas nulle, il faut tenir compte du chemin réel  $l_{\text{SiO}_2 \text{ ou BK7}}$  donc faire une correction géométrique. L'absorptivité  $\alpha_a$  et le coefficient d'extinction  $k_T$  d'une couche mince sont donnés par les **Équations 40** :

$$\begin{aligned}
 \mathcal{A}_{355 \text{ nm SiO}_2} &= \frac{\text{Pente}_{\text{SiO}_2}}{\text{Pente}_{\text{BK7}}} \cdot \frac{1}{\text{coeff}_D} \cdot \mathcal{A}_{355 \text{ nm BK7}} \\
 \mathcal{A}_{355 \text{ nm SiO}_2} &= \alpha_a 355 \text{ nm SiO}_2 \cdot l_{\text{SiO}_2} \quad \mathcal{A}_{355 \text{ nm BK7}} = \alpha_a 355 \text{ nm BK7} \cdot l_{\text{BK7}} \\
 l_{\text{SiO}_2 \text{ ou BK7}} &= \frac{e}{\cos \left[ \text{ArcSin} \left( \frac{\sin \theta_{\text{Sonde}}}{n_{\text{SiO}_2 \text{ ou BK7}} \text{ à } 633 \text{ nm}} \right) \right]} \Rightarrow k_T \text{ SiO}_2 \text{ ou BK7} = \alpha_a 355 \text{ nm SiO}_2 \text{ ou BK7} \cdot \frac{\lambda}{4 \cdot \pi}
 \end{aligned} \tag{40}$$

Le **Tableau 11** indique les résultats obtenus à partir de la **Figure 71** et des **Équations 40** pour les 4 échantillons mesurés dont les couches réalisées par **Jérémy Avice** [7, 102].

**Tableau 11 : Résumé des mesures d'absorption de nos 4 échantillons**

Matériau	BK7	Silice nue	Silcol non durcie	Silcol durcie
<b>Indice de réfraction</b>	1,515	1,457	1,22	1,22
<b>Pente (V/J)</b>	5,556	0,0225	0,0725	0,0727
<b><math>\alpha_a 355 \text{ nm}</math> (<math>\text{m}^{-1}</math>)*</b>	2,596	0,00647		
<b><math>l_{\text{SiO}_2 \text{ ou BK7}}</math> (mm)*</b>	5,297	5,323	5,323	5,323
<b>Absorption (ppm)</b>	13748	34	38	38
<b><math>k_T</math> (355 nm)</b>	$7,33 \cdot 10^{-8}$	$1,8 \cdot 10^{-10}$	$4,8 \cdot 10^{-6}$	$4,8 \cdot 10^{-6}$

\* $\alpha_a 355 \text{ nm}$  correspond à l'échantillon entier (volume et couches si traitement),  $l_{\text{SiO}_2 \text{ ou BK7}}$  est la longueur réelle parcourue par le faisceau dans le matériau en tenant compte de l'incidence.

Ainsi, les coefficients d'extinction des couches sol-gel silcol durcies ou non durcies  $k_T 355 \text{ nm Silcol non durcie} = k_T 355 \text{ nm Silcol durcie} = 4,8 \cdot 10^{-6}$ . Ces coefficients d'extinction thermiques sont moins importants (environ un facteur 1000) que ceux déterminés par spectroradiométrie qui étaient liés à la diffusion due principalement à leur faïençage [2, 5]. Le coefficient d'extinction de la silice à 355 nm est très bas, il est 400 fois plus faible que celui du **BK7**. A 355 nm, l'atténuation de la silice est de  $28 \text{ dB} \cdot \text{km}^{-1}$ . Il est parfois nécessaire de prendre en compte le substrat pour estimer l'absorption des couches minces et leur coefficient d'extinction. Les valeurs trouvées pour les couches sol-gel sont faibles. Les valeurs des coefficients d'extinction  $k_T$  du **BK7** et de la silice mesurées en **D.P.** à 351 nm sont légèrement supérieures aux valeurs mesurées en interférométrie calorifique à 510 nm (**Tableau 10**).

La méthode est applicable pour tous les matériaux faiblement absorbants si nous connaissons tous les paramètres ( $n$ ,  $\lambda_c$ ,  $\beta$ ,  $\alpha$ ,  $v \dots$ ) et que nous restons dans le domaine de linéarité du senseur de position.

## **IX. MESURES DE DIFFUSION**

### **IX.1 Introduction**

Dans le but d'améliorer les performances des miroirs pour **SILVA**, nous devons réduire l'absorption et la diffusion qui deviennent des pertes importantes en bord de bande spectrale. La diffusion est le terme majoritaire des miroirs performants comme les miroirs de gyrolasers ou les miroirs de **VIRGO**. Dans ce cas, elle provient principalement de la qualité du substrat avec ses défauts locaux et sa rugosité. Pour des empilements sol-gel, la diffusion provient des couches et principalement de leur faïençage lié à leur post-traitement, ce qui a été démontré avec **Jérémy Avice** [5, 62, 102]. La mesure de la diffusion peut être faite par la méthode du **TIS** qui donne une information globale intégrant toutes les directions de l'espace. Si on souhaite connaître l'indicatrice de diffusion, nous devons faire une mesure de **BRDF** (**B**idirectional **R**eflectance **D**istribution **F**unction). Ces deux dispositifs ont été mis en place, l'un au **CEA/Saclay** et l'autre au **CEA/Le Ripault**. Ce sont d'excellents moyens pour évaluer la pollution d'un composant optique qui parfois est étudiée avec de simples spectroradiomètres...

### **IX.2 Mesures de TIS**

Ce banc a été monté en collaboration avec **Luc NGuyen** lors de son stage de scientifique du contingent pour caractériser les miroirs de **SILVA** [175]. Les données issues de ce banc ont été traitées par **Gaëlle Lucas Leclin** durant un stage ingénieur **ESO**. Le schéma expérimental est indiqué par la **Figure 72**.

Deux lasers **HeNe** permettent d'étudier des échantillons, soit un vert (de longueur d'onde  $\lambda = 543$  nm) pour les composants **LVC** et un rouge ( $\lambda = 633$  nm) pour les composants colorants. Un polariseur sélectionne la polarisation **p** ou **s** de travail. Un filtrage spatial commun de  $30 \mu\text{m}$  est mis en place et la lentille  $L_2$  minimise la surface à étudier à  $220 \mu\text{m}$  à  $1/\text{cm}^2$ . Un filtre interférentiel vert ou rouge selon le cas est placé devant le photomultiplicateur. La sphère intégrante est une **LABSPHERE ISO-SFAIG** et l'échantillon est disposé sur des platines motorisées **x** et **y** ayant une incidence  $\theta = 45^\circ$  par rapport au faisceau laser incident. Une photodiode **HUV 1100** mesure le flux réfléchi par une lame prélevant 1 % et le banc est interfacé via une liaison **IEEE** pour pouvoir ensuite traiter les données.

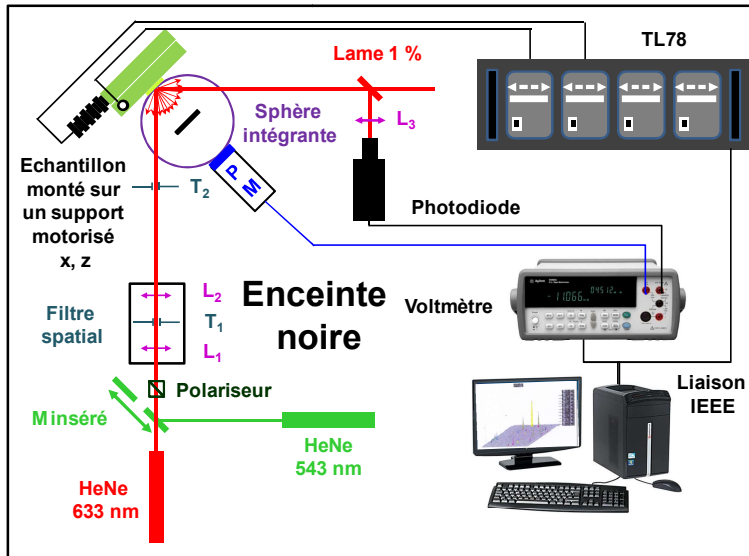
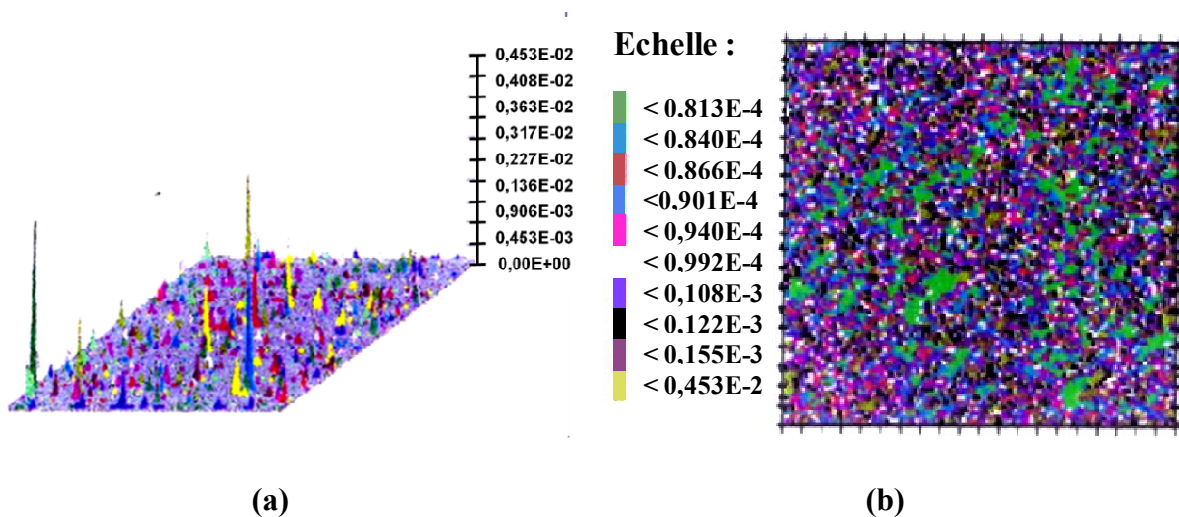


Figure 72 : Schéma du Banc de mesures de diffusion

L'étalonnage de ce banc est effectué par l'atténuation progressive des faisceaux lasers par des densités optiques. Avec ce banc, nous mesurons facilement le TIS correspondant à l'Équation 41 [152] et nous estimons la rugosité de la surface  $\delta$  :

$$\text{TIS} = \frac{\mathcal{F}_{\text{Diffusé}}}{\mathcal{F}_{\text{Réfléchi}} + \mathcal{F}_{\text{Diffusé}}} = \frac{16 \cdot \pi^2 \cdot \delta^2 \cdot \cos^2 \theta}{\lambda^2} \quad \text{soit} \quad \delta = \frac{\lambda}{4 \cdot \pi \cdot \cos \theta} \sqrt{\text{TIS}} \quad (41)$$

Un résultat d'une mesure est affiché en visualisation 3D et 2D sur la Figure 73.



(a) (b)  
Figure 73 : Cartographies 3D (a) et 2D (b) en diffusion d'un échantillon

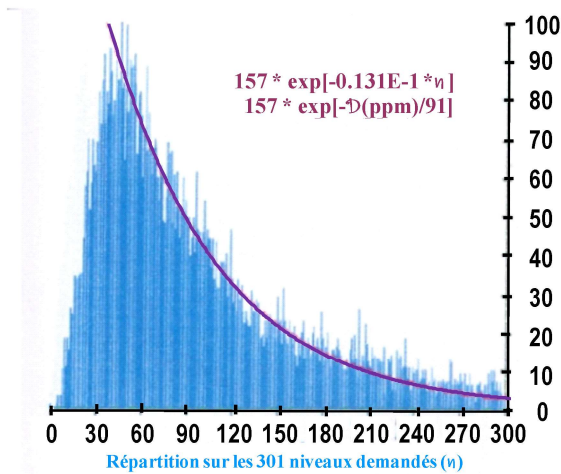
On constate sur la Figure 73 que sur la surface il y a parfois des pics importants correspondant à des défauts locaux, ils sont rares mais il est préférable de ne pas les compter si nous désirons quantifier la "rugosité  $\delta$ " de la surface. Pour cela, nous pouvons seuiller ou faire un filtrage médian ordre 3, 5 ou plus, mais nous pouvons aussi nous servir de l'historgramme  $h(\text{TIS}(x, y))$  en ajustant son allure par une loi soit exponentielle, soit gaussienne (Cf. Équations 42).



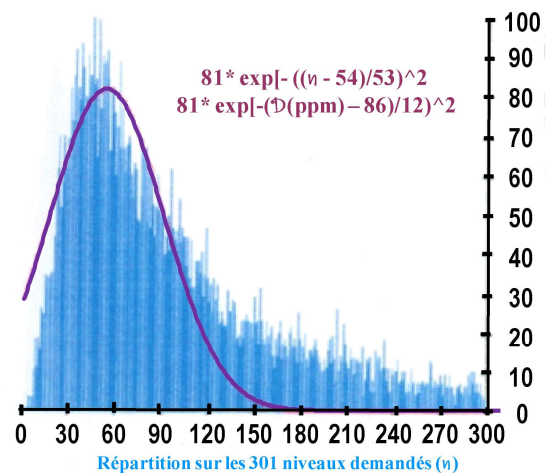
$$h(x) = h_0 \cdot \exp\left[-\frac{x}{\tau_d}\right] \quad \text{Loi exponentielle}$$

$$h(x) = h_0 \cdot \exp\left[-\left(\frac{x - m}{\sigma}\right)^2\right] \quad \text{Loi gaussienne} \quad (42)$$

Lorsque le composant est diffusant, son histogramme suivra plutôt une loi exponentielle, les composants de qualité suivront une loi gaussienne car leur distribution en niveau de diffusion est plus restreinte. Nous remarquons que la population des gros défauts est généralement faible et les petits défauts sont les plus nombreux.



**Figure 74 : Histogramme de la cartographie présentée en Figure 73 avec une répartition exponentielle**



**Figure 75 : Histogramme de la cartographie présentée en Figure 73 avec une répartition gaussienne**

Selon les valeurs du TIS prises, nous obtenons des rugosités légèrement différentes dont les valeurs sont données ci-dessus dans le **Tableau 12** pour le composant mesuré ci-dessus.

**Tableau 12 : Valeurs de la rugosité\* selon son mode de calcul**

Mode de calcul	$\mathcal{D}_{50\%}$	$\tau_d$	$m$	$\sigma$	$\mathcal{D}_{\text{moy}}$
SILVA 8/4	94 ppm	91 ppm	86 ppm	12 ppm	116 ppm
Rugosité en Å	6,9	6,8	6,6	2,4	7,6

\*Les valeurs de la rugosité dépendent beaucoup du domaine des fréquences spatiales mesurées.

Pour des miroirs de gyrolasers, la diffusion mesurée avec ce banc tournait autour des 30 ppm.

### IX.3 Mesures de BRDF

On illustre les mesures de **BRDF** par une application que nous avons réalisée pour le **CNES** dans les années 2000 [85]. Elle consistait à essayer de nettoyer par laser des miroirs recouverts de

pollutions organiques caractéristiques de celles rencontrées par le CNES lors du montage des satellites.

### IX.3.1 Caractérisations optiques

Une problématique de l'étude est de détecter la pollution et d'observer son évolution au fur et à mesure des nettoyages lasers successifs. Des moyens de caractérisations à notre disposition le plus adapté pour mettre en évidence cette évolution est le ROMA/LR pour Réflectivité Optique Multi-Applications. En effet, ce banc que j'ai conçu permet d'obtenir la BRDF des composants. Un faible niveau de pollution modifie fortement, comme nous le verrons par la suite, la forme de cette courbe.

### IX.3.2 Rappel sur la BRDF et le TIS

La BRDF est une fonction caractéristique de la surface d'un matériau qui est définie par l'Équation 43 :

$$\text{BRDF}(\lambda, \theta_{zi}, \theta_{xi}, \theta_{zr}, \theta_{yr}) = \frac{\mathcal{L}_\lambda^r}{\mathcal{L}_\lambda^i \cdot \cos\theta_{zi} \cdot \sin\theta_{zi} \cdot d\theta_{zi} \cdot d\theta_{xi}} \quad (43)$$

Où  $\mathcal{L}_\lambda^r$  est la luminance spectrique réfléchie par l'échantillon dans la direction  $(\theta_{zr}, \theta_{yr})$  et  $\mathcal{L}_\lambda^i$  est la luminance spectrique incidente dans la direction  $(\theta_{zi}, \theta_{xi})$ . E

En d'autres termes la BRDF peut être également, avec les conventions suivantes, définie par :

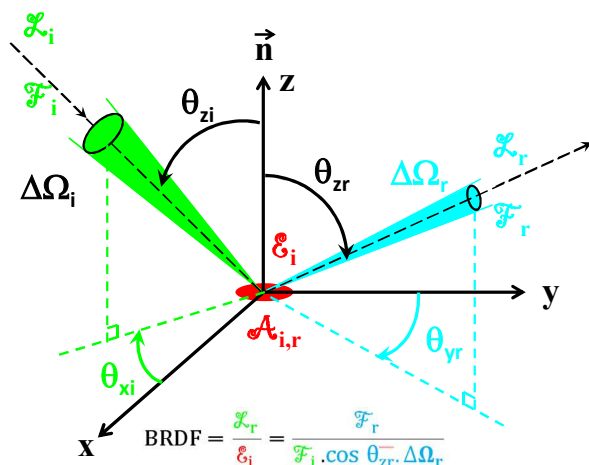


Figure 76 : Schéma pour définir la BRDF

d'où l'Équation 44 :

$$\text{BRDF} \cdot \cos \theta_{zr} = \frac{\mathcal{L}_r \cdot \cos \theta_{zr}}{\mathcal{E}_i} = \frac{\frac{J_r}{A_r}}{\frac{F_i}{A_i}} = \frac{J_r}{F_i} = \frac{F_r}{\Omega_r \cdot F_i} = \frac{\text{Flux diffusé par unité d'angle solide}}{\text{Flux incident}} \quad (44)$$

où  $\mathcal{F}_{i,r}$  est le flux incident (i) ou réfléchi (r),  $\mathcal{E}_i$  est l'éclairement incident,  $\mathcal{A}_{i,r}$  est l'élément de surface recevant le flux  $\mathcal{A}_i = \mathcal{A}_r$ ,  $\mathcal{I}_r$  est l'intensité réfléchie,  $\Omega_i$  est l'angle solide du flux incident,  $\Omega_r$  est l'angle solide du flux réfléchi, et  $\theta_{zr}$  est la direction de réception.

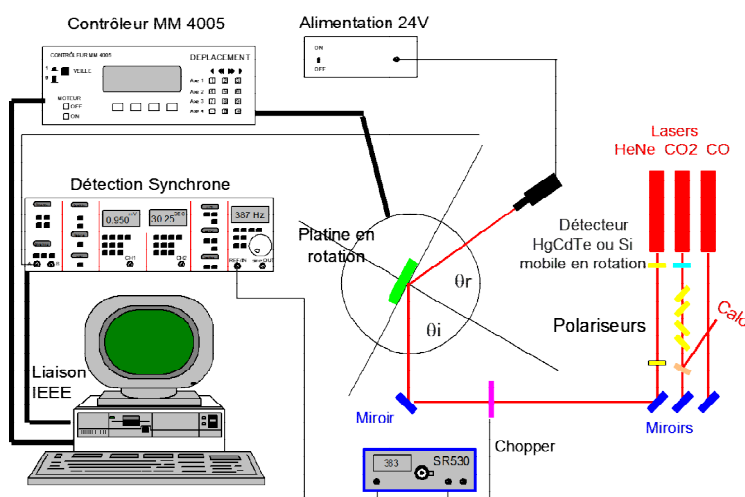
La **BRDF** s'exprime en stéradian<sup>-1</sup>, l'unité d'angle solide. Dans le cas d'une surface spéculaire avec un coefficient réflexion proche de l'unité, la valeur du **TIS** est :

$$\text{TIS} \cong \frac{\mathcal{F}_d}{\mathcal{F}_r} = \int_{\Omega_s} \text{BRDF} \cdot \cos \theta_{zr} \cdot d\Omega_r \quad \text{Équation 45}$$

Le problème pour le calcul de cette valeur est de définir la limite  $\theta_1$  entre le flux spéculaire et le flux diffusé. Avec notre laser, nous prenons  $\pm 3^\circ$  pour le spéculaire suite à nos mesures et donc nous intégrons donc la valeur de la **BRDF** entre  $[-\theta_1, -3]$  et  $[3, \theta_1]$  pour obtenir le **TIS** (Cf. **Figure 78**).

### IX.3.3 Description du banc ROMA/LR

Le principe du Banc **ROMA/LR** est de mesurer dans le plan d'incidence en un point x de l'échantillon, un flux réfléchi ou transmis dans une direction  $\theta_{zr}$  donnée avec un détecteur pour une incidence  $\theta_{zi}$  et une polarisation fixées. Le schéma de principe de l'ensemble du banc est présenté à la **Figure 77** et visualisé sur la **Photo 18**. A la sortie des lasers (**CO<sub>2</sub>**, **CO** et **HeNe**) se trouve une association d'analyseur et de polariseur pour faire varier leur puissance. Le laser **HeNe** est un laser polarisé de 5 mW qui est orienté à  $45^\circ$  par rapport à l'axe du polariseur permettant de travailler en **p** ou en **s**.



**Figure 77 : Schéma du banc ROMA/LR**



**Photo 18 : Banc ROMA/LR**

Le détecteur pour la partie visible est une photodiode qui est isolée spatialement et spectralement. Elle est située à 372 mm de l'axe de rotation des platines de rotation et sa sortie est reliée à une détection synchrone **SR830** de **STANFORD RESEARCH**. Le banc est entièrement

motorisé et informatisé par un programme spécifique développé en langage C pour obtenir une meilleure reproductibilité des résultats. Le logiciel gère en plus de l'acquisition des données, les aspects de sécurité, l'archivage des paramètres de la manipulation et du composant et le stockage des mesures.

#### ***IX.3.4 Nettoyage laser de composants pollués***

Pour nettoyer les optiques polluées par laser, nous avons employé la station de micro-usinage laser à excimère Krypton–Fluor travaillant par projection de masque à 248 nm. Le motif défini par le masque va limiter le faisceau laser qui va être projeté sur la surface du composant à nettoyer (1,7x1,7 mm<sup>2</sup>) qui est disposé sur une table motorisée en x et y. Comme le profil spatial du laser n'est pas uniforme, des balayages de la surface pour le moyenner sont effectués et nous trouvons ainsi le seuil d'ablation en augmentant progressivement à chaque balayage l'énergie jusqu'à l'apparition d'un endommagement visible sur un miroir de référence. Le seuil déterminé est à 460 mJ.cm<sup>-2</sup> pour ces miroirs. La validation de ce seuil est faite par la comparaison de sa **BRDF** ou de son **TIS** avant et après nettoyage avec les valeurs initiales (sans pollutions ou miroir de référence). Pour nettoyer les miroirs, nous nous positionnons sous le seuil et nous réalisons un balayage de la surface totale. S'il reste de la pollution, nous refaisons un autre passage et ainsi de suite jusqu'à ce que le miroir retrouve ses caractéristiques initiales.

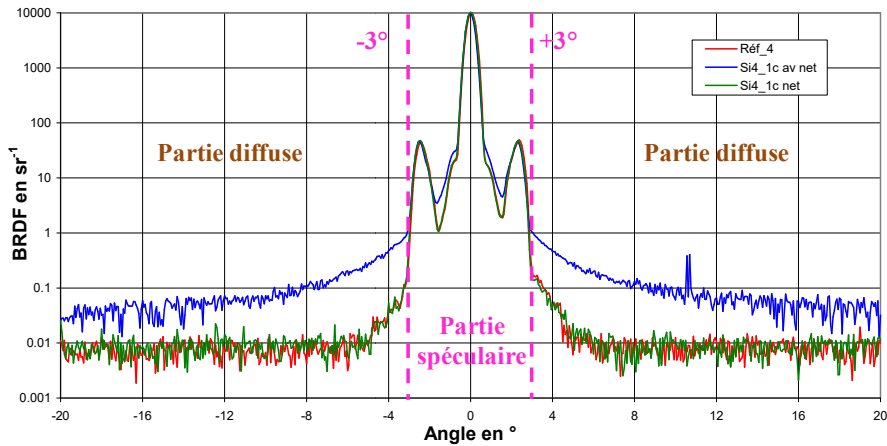
#### ***IX.3.5 Résultats et commentaires***

Tous les miroirs ont été mesurés avec le **ROMA/LR** avant et après nettoyage dans les mêmes conditions de puissance laser, de polarisation et à 45° d'incidence de part et d'autre du spéculaire sur un domaine de ± 20°. La limitation du domaine angulaire sous-estime plus ou moins fortement, en fonction du type et du niveau de pollution, la valeur du **TIS** réelle, mais cela n'a aucune influence sur le but recherché, qui est de retrouver un état proche des miroirs de référence. Nous illustrerons seulement un exemple qui concerne le miroir Si4 pollué avec du silicone qui a été nettoyé en une fois avec les paramètres lasers figurant dans le **Tableau 13** :

**Tableau 13 : Paramètre de nettoyage du miroir Si4**

<b>Fluence</b> en J.cm <sup>-2</sup>	<b>Fréquence</b> en Hz	<b>Vitesse</b> en μm.s <sup>-1</sup>	<b>Passage</b> en nombre
457	80	1000	1

Nous traçons sur les courbes (Cf. **Figure 78**) la variation de la **BRDF** avant nettoyage et après nettoyage. Nous observons qu'après celui-ci, nous retrouvons une **BRDF** voisine de la **BRDF** du miroir de référence Réf\_4.



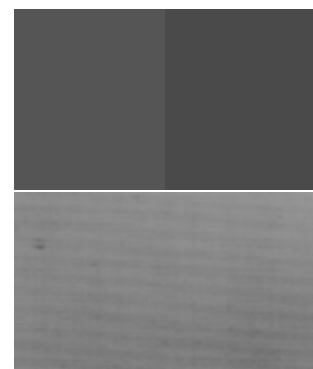
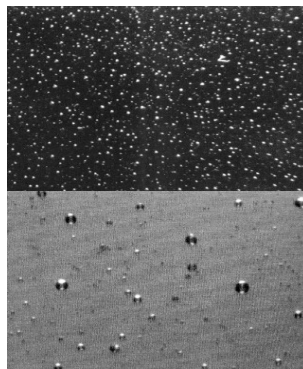
**Figure 78 : Miroir Si4 pollué avant et après nettoyage laser avec la BRDF de référence Réf\_4**

Les valeurs de TIS obtenues par intégration sont de 3,05 % avant nettoyage et 0,39 % après nettoyage, valeurs proches du miroir de référence Réf\_4 qui est de 0,36 %. Le niveau de réflectivité mesuré pour ce miroir après nettoyage est de 90,1 %.

Les Photos 19 montrent une zone du miroir Si4 avec deux grossissements différents prises avant et après nettoyage.

X22

X85



Grossissement

Avant nettoyage

Après nettoyage

**Photos 19 : Photos d'un échantillon pris au microscope avant et après nettoyage**

Nous constatons l'absence totale de gouttelettes après nettoyage, ce qui montre l'efficacité de ce type d'opération sur le silicone. Pour un miroir pollué par des hydrocarbures, 5 passages ont été nécessaires pour qu'il retrouve sa propreté initiale.

#### **IX.4 Conclusion**

Cette pré-étude démontre la faisabilité d'un nettoyage par laser à excimère à 248 nm [85] pour les trois pollutions typiques fournies par le CNES sur des miroirs fabriqués par la société MTO et composés d'une couche d'aluminium protégée par une couche de silice. Elle montre également que le CEA/Le Ripault disposait de moyens pour caractériser la lumière parasite due aux polluants déposés sur un composant optique.

## **X. MESURES DE DEFAUTS LOCAUX**

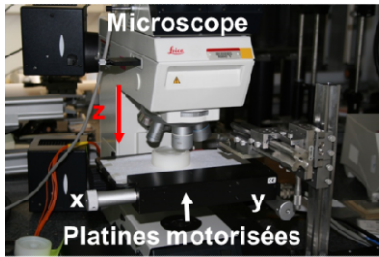
### **X.1 Introduction**

Les défauts locaux ont une grande importance dans les composants par leurs aspects visuels qui nous font rejeter une pièce optique fonctionnelle à cause de son critère esthétique. Mais ils peuvent aussi générer de la diffusion gênante pour l'application ou être des points faibles dans l'endommagement laser. Ils ont plusieurs origines : soit ils présentent une variation de relief ; soit une variation locale d'indice. Leur densité dépend généralement de leurs tailles [15] : plus ils sont gros, moins ils sont présents et plus ils sont petits, plus leur densité est importante (Cf. **Figure 54**). Le traitement initialement mis en place avec **Philippe Voarino** a été perfectionné avec **Jérémy Avice** durant sa thèse portant sur le faïençage des couches sol-gel [102] pour quantifier la diffusion par les défauts locaux [5, 62]. Des applications autour de l'utilisation du microscope comme l'indenteur que l'on a mis au point avec **François Compoin** [100] et des expériences d'endommagement laser [8, 26] nécessitent aussi la caractérisation de défauts. Avant d'utiliser un traitement d'images, les utilisateurs de caméras numériques calibrent la réponse spatiale de la caméra [176] avec un étalon dimensionnel, mais peu ajustent les paramètres de la caméra tels que le gain, le temps d'intégration, la correction de gamma... Nous allons ci-après dérouler notre démarche pour détecter des défauts ayant des faibles contrastes qui peuvent être révélés par un réglage approprié de l'éclairage, des paramètres de la caméra et des filtrages numériques.

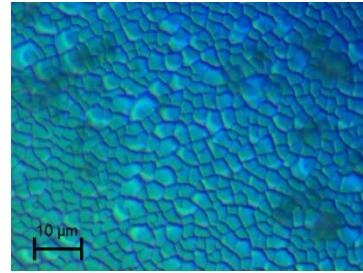
Les échantillons sont des surfaces hétérogènes avec des grandes dimensions par rapport à la surface observée, de sorte qu'une image au microscope n'est pas nécessairement représentative. Nous améliorons la représentativité avec des cartographies de la surface à l'aide d'un microscope automatisé muni de platines x et y avec un ajustement de la focalisation à chaque image. Nous illustrerons la suite avec des études menées avec **Jérémy Avice** dans le cadre de sa thèse [102].

En effet, tous les composants du **LMJ** [112] travaillant en transmission sont revêtus d'une couche antireflet sol-gel. Ces revêtements sont déposés par trempage-retrait [177] et sont initialement très fragiles mécaniquement. Pour les durcir et leur donner une résistance mécanique pour le nettoyage ou la manutention, ils sont immergés dans des vapeurs d'ammoniac [102]. Ce traitement provoque un retrait de la couche qui est parfois accompagné de faïençage (micro-faïençage) que nous souhaitons étudier pour le minimiser ou l'éliminer dans l'avenir en jouant sur les paramètres du dépôt et du traitement ammoniac [2]. L'objectif est de minimiser la diffusion du faisceau **LMJ** et ses effets (surintensité, modulation, tenue au flux...). Pour caractériser ces couches, avec **Jérémy Avice** nous avons mis au point une procédure basée sur un microscope équipé de platines x et y (**Photo 20**) et

d'une caméra **SONY V500** [5, 8] pour déterminer les dimensions caractéristiques d'un faïençage illustré par la **Photo 21** indiquant que la surface peut se résumer à une mosaïque d'amas.



**Photo 20 : Le Microscope et ses platines motorisées**



**Photo 21 : Exemple de faïençage observé en Contraste Interférentiel**

## **X.2 Etude de la caméra utilisée et de l'éclairage**

Une caméra numérique comporte des attributs (paramètres) qui influent sur la réponse des pixels. Pour avoir des résultats répétables et reproductifs, on doit connaître et fixer l'ensemble de ces paramètres et donc les étudier préalablement [55]. Les attributs (Cf. **Tableau 14**) sont pilotables grâce à l'interface **IEEE 1394** [178].

**Tableau 14 : Attributs de la caméra SONY V500 ayant 640 colonnes et 480 lignes**

Attribut	Brighness	Auto Exposure	Sharpness	Hue	Saturation	Gamma	Shutter	Gain	Optical Filter
<b>Nominal</b>	128	128	50	128	128	130	2048	0	0
<b>Minimum</b>	0	1	0	0	0	128	1952	0	0
<b>Maximum</b>	255	255	255	255	255	130	2575	18	1

Pour étudier ces paramètres, l'éclairage et l'objectif (X5) de notre microscope sont fixés et l'observation de l'échantillon est faite en champ clair. Pour chaque image, nous déterminons le maximum, le minimum, la moyenne et le volume  $V$  défini par l'**Équation 46** :

$$V = \sum_{i=1}^{N_i=640} \sum_{j=1}^{N_j=480} n_{i,j} \quad (46)$$

Où  $n_{i,j}$  est le niveau ou l'intensité du pixel  $(i, j)$  correspondant au pixel situé à l'intersection de la colonne  $i$  et à la ligne  $j$  du capteur.  $n_{i,j}$  est compris entre 0 et 255, si le signal vidéo est codé sur 8 **bits**.

Le maximum vérifie la non-saturation de la caméra. Nous ne présentons ici que les variations du gain (Cf. **Figure 79**) et du shutter (Cf. **Figure 80**) qui sont les paramètres employés par la suite. Pour

les estimer, nous calculons pour chaque niveau de gain et de shutter (obturateur), le volume  $V_{G_{\text{expérimental}}}$ . Le gain expérimental  $G_{\text{expérimental}}$  est énoncé par l'Équation 47 :

$$G_{\text{expérimental}} = 10 \cdot \text{Log}_{10} \frac{V_{G_{\text{expérimental}}}}{V_{G_{\text{expérimental}}=0}} \quad (47)$$

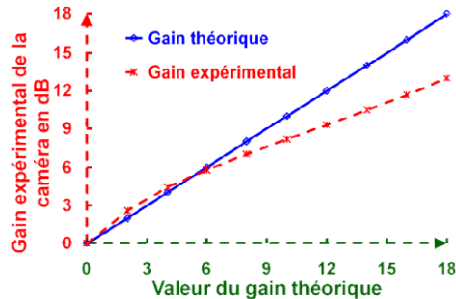


Figure 79 : Gain mesuré et gain théorique de notre caméra

Le gain maximum trouvé est de 13 dB, il est inférieur à la valeur indiquée par le fournisseur (-18 dB).

Le shutter  $\S$  représente le temps d'intégration  $\tau_{\S}$  du CCD donnant à la caméra sa plus grande dynamique (10000). La relation théorique entre le shutter  $\S$  et le temps d'intégration  $\tau_{\S}$  est donnée par l'Équation 48 et visualisée à la Figure 80 :

$$\text{Si } \S > 2048 \text{ alors } \tau_{\S} = \frac{2573,6 - \S}{15734,3} \text{ sinon } \tau_{\S} = \frac{2048 - \S}{30} \quad (48)$$

Expérimentalement,  $\text{Log}_{10} \tau_{\S}$  est donné par l'Équation 49 :

$$\text{Log}_{10} \tau_{\S} = \text{Log}_{10} \frac{V_{\text{Shutter pour } \tau_{\S}}}{V_{\text{Shutter pour } \tau_{\S_0}}} \cdot \tau_{\S_0} \quad (49)$$

Où  $\tau_{\S_0} = 0,633$  s ( $\S = 2029$ ) est le plus grand temps d'exposition qui ne sature pas la caméra.

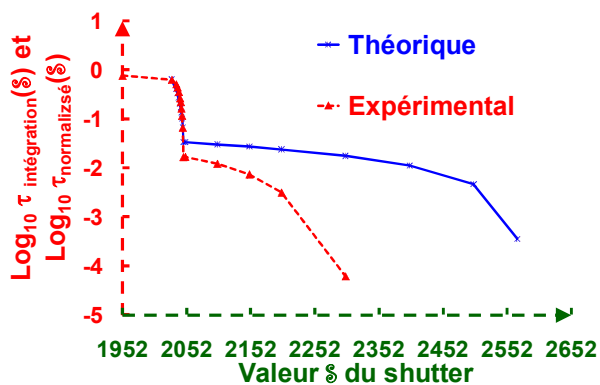


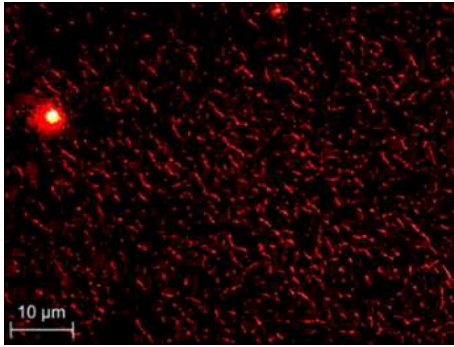
Figure 80 : Logarithme décimal du temps d'intégration  $\tau_{\S}$  expérimental et théorique en fonction du paramètre shutter  $\S$  de la caméra

Après la valeur 2048 du shutter, il y a une différence entre les deux courbes qui provient d'un éclairage insuffisant pour les faibles temps d'intégration.

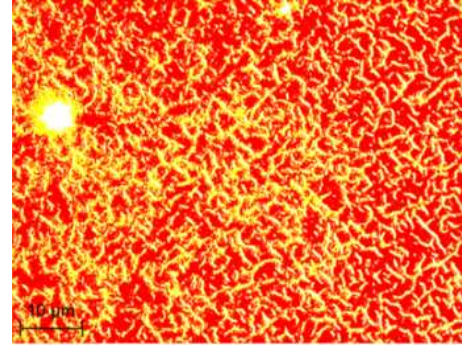


### X.3 Augmentation de la dynamique de la caméra

Généralement, les couches minces possèdent des défauts locaux [5, 15, 19, 62, 65] qui diffusent la lumière nous empêchant de visualiser la rugosité de notre couche. Pour différencier la rugosité des défauts locaux, nous adoptons le gain et le shutter et enregistrons deux images avec des paramètres pour lesquels l'image est non saturée (**Photo 22**) et une autre avec des paramètres produisant une image saturée (**Photo 23**).



**Photo 22 : Image non saturée ( $n_{\text{mini}} = 0$ ,  $n_{\text{maxi}} = 168$ )**



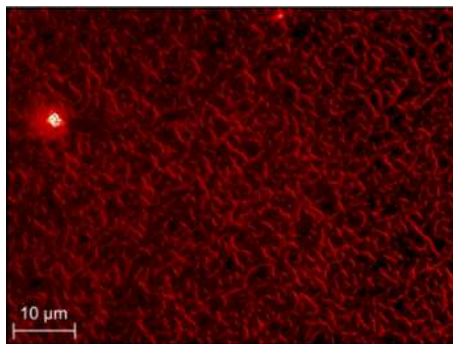
**Photo 23 : Image saturée ( $n_{\text{mini}} = 30,7$ ,  $n_{\text{maxi}} = 255$ )**

Les deux images sont recombinaées pour créer une nouvelle image (**Photo 24**) qui est formée par les pixels  $n_{i,j}$  correspondant aux **Équations 50** [5, 55] :

$$n_{i,j} = \begin{cases} n_{i_S, j_S} & \text{si } n_{i_S, j_S} < 250 \\ \frac{n_{i_S, j_S} \cdot (255 - n_{i_S, j_S}) + \frac{\tau_S \cdot g_S}{\tau_S \cdot NS \cdot g_{NS}} \cdot n_{i_{NS}, j_{NS}} \cdot (n_{i_S, j_S} - 250)}{5} & \text{si } 250 \leq n_{i_S, j_S} \leq 255 \end{cases} \quad (50)$$

$$g_{NS \text{ ou } S} = 10^{\frac{G_{\text{expérimental}_{NS \text{ ou } S}}}{10}}$$

Où  $\tau_{NS \text{ ou } S}$  est un temps d'intégration pour avoir une image non saturée (NS) ou saturée (S) et  $G_{\text{expérimental}_{NS \text{ ou } S}}$  est le gain correspondant pour avoir une image non saturée (NS) ou saturée (S) et  $n_{i_{NS}, j_{NS}}$  ou  $n_{i_S, j_S}$  est le niveau du pixel  $i, j$  pour une image non saturée (NS) ou saturée (S).



**Photo 24 : Image reconstituée ( $n_{\text{mini}} = 30,7$ ,  $n_{\text{maxi}} = 6350$ )**

Dans le cas présenté (**Photo 24**), la dynamique de l'image a été augmentée de 38.

#### X.4 Focalisation automatique

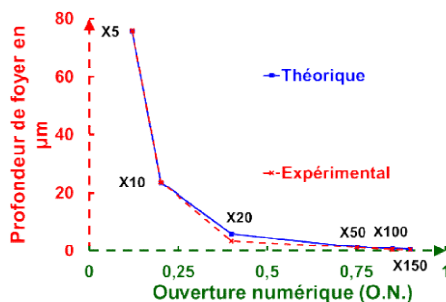
Nos couches sont déposées sur de la silice polie ou des substrats de silicium. Les substrats en silice ne posent pas de problème car leur planéité et leur rugosité sont bonnes. Pour le silicium, la planéité n'est pas excellente (Cf. **Figure 95**), ce que nous devons prendre en compte lors de cartographies avec le microscope.

En effet, avec un objectif de microscope de fort grandissement (X50, X100 ou X150), la profondeur de focalisation est plus faible que les écarts de planéité observés.

La profondeur de focalisation  $d_{\text{Total}}$  (Cf. **Figure 81**) pour un objectif est donnée par l'**Équation 51** :

$$d_{\text{Total}} = \frac{\lambda \cdot n}{\text{O.N.}^2} + \frac{n}{G_y \cdot \text{O.N.}} \cdot \rho \quad (51) [179]$$

Où  $n$  est l'indice du milieu (ici  $n = 1$ ), **O.N.** est l'ouverture numérique de l'objectif,  $G_y$  est le grandissement,  $\rho$  est la plus petite distance résolue par la caméra ( $\rho = 3$  pixels soit ici  $22,2 \mu\text{m}$ ) et  $\lambda$  est la longueur d'onde :  $\lambda = 550 \text{ nm}$ .



**Figure 81 : Profondeur de champ théorique et mesurée de nos objectifs de microscope**

Une cartographie nécessite une mise au point automatique pour chaque image qui peut s'effectuer par des méthodes basées sur les dérivées premières et secondes, sur l'histogramme, sur l'analyse statistique ou la corrélation d'images [180-181]. L'une des plus efficaces est la méthode de **Brenner** [182]. Elle consiste à maximaliser la somme quadratique des pixels d'une image obtenue après l'application du filtre de **Brenner** d'ordre 3. Ce filtre correspond à un filtrage horizontal (**Équation 52**) et donc à la soustraction d'une image translatée de deux pixels selon l'horizontale avec elle-même :

$$\text{Filtre de Brenner} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ -1 & 0 & 1 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (52)$$

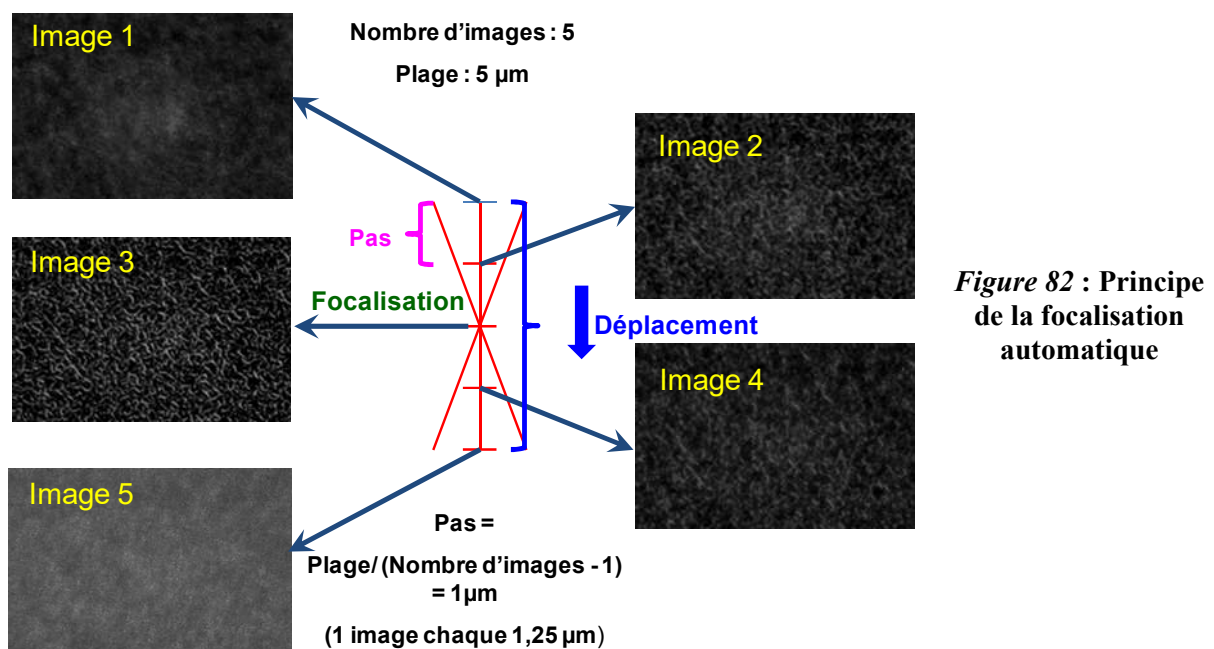
Pour la mise au point automatique autour d'une position, nous avons effectué un déplacement (voir **Tableau 15**) qui est fonction du grandissement de l'objectif en plusieurs étapes. Nous enregistrons les images pour chaque position avec des valeurs de shutter  $\$$  différentes pour obtenir une

grande dynamique de l'image reconstruite  $\mathcal{D} = n_{\max} - n_{\min}$ , où  $n_{\min}$  et  $n_{\max}$  sont les niveaux minimal et maximal qui sont obtenus respectivement avec une valeur de shutter  $\mathcal{S}$  grande ( $\tau_s$  faible) et une valeur de shutter  $\mathcal{S}$  faible ( $\tau_s$  grand).

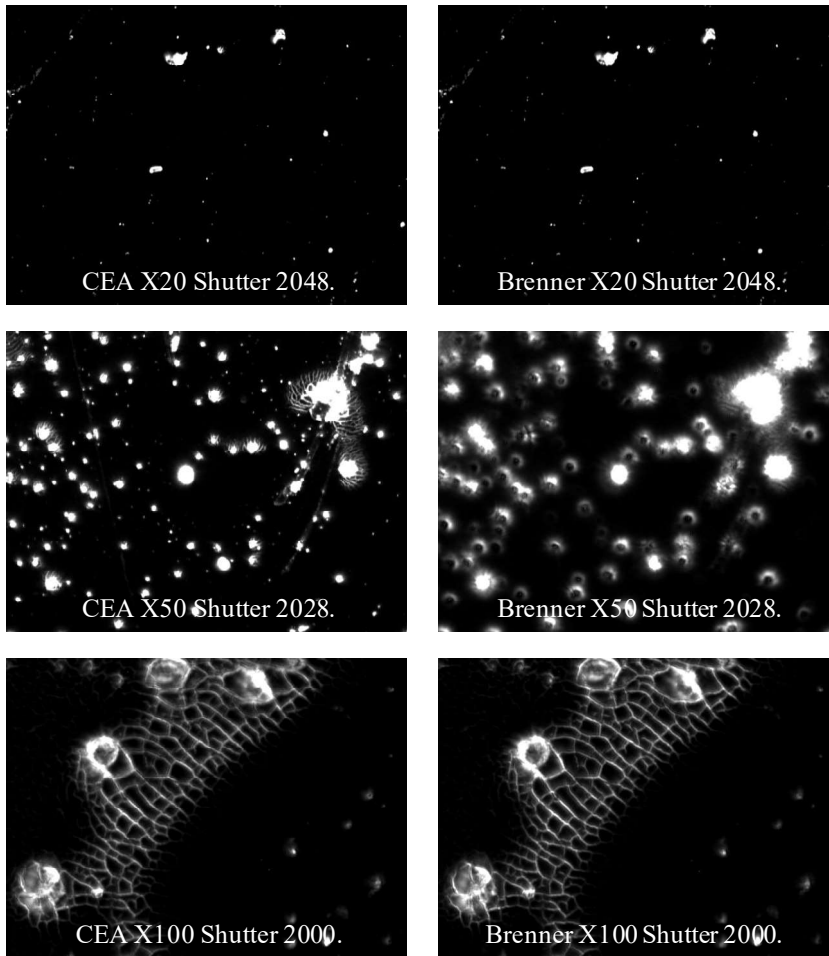
**Tableau 15 : Plage du déplacement selon le grandissement de l'objectif de microscope ( $\mathcal{p} = 3$ )**

Grandissement	Plage du déplacement en $\mu\text{m}$
X5	400
X10	100
X20	25
X50	8
X100	2
X150	2

Pour l'autofocalisation, nous recherchons la plus grande dynamique de l'image qui signifie que nous sommes imagés. La **Figure 82** illustre le principe de cette focalisation automatique avec 5 images sur une plage de  $5 \mu\text{m}$ .



Quelques comparaisons ont été effectuées en champ noir entre l'augmentation de la dynamique  $\mathcal{D}$  et la méthode de **Brenner**, elles sont illustrées par la **Figure 83** avec différents grandissements et une course (Cf. **Tableau 15**) parcourue en 11 étapes équivalentes.

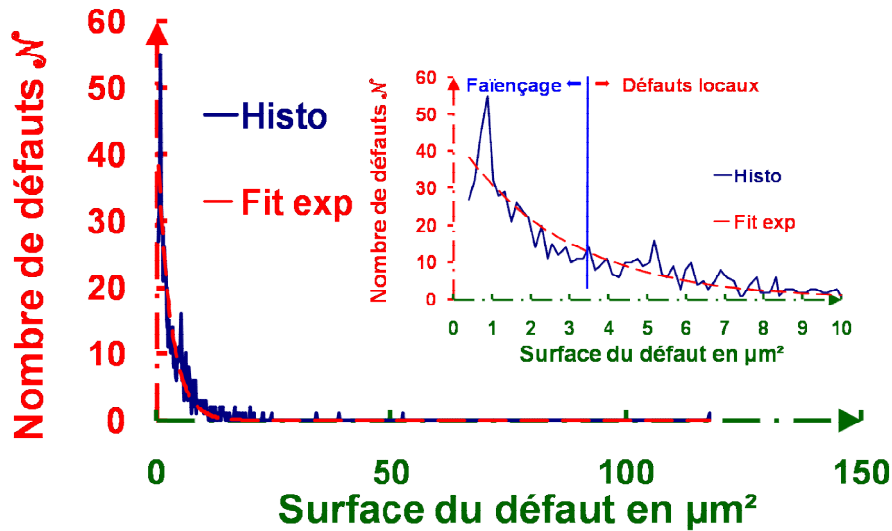


**Figure 83 : Comparaison des meilleures images obtenues après autofocus par la méthode d'augmentation de dynamique et la méthode de Brenner selon différents grossissements (X20, X50, X100) avec la valeur initiale du shutter**

Malgré ces résultats encourageants, des comparaisons doivent encore être menées pour valider entièrement la méthode et choisir la plus adaptée à notre cas d'étude.

### **X.5 Caractérisation du faïençage par traitement d'images**

On assimile le faïençage des couches sol-gel fabriquées par **Jérémy Avice** à des défauts locaux ou à une microrugosité. Pour avoir une meilleure représentativité de celui-ci, nous réalisons une matrice d'images  $N_i \times N_j$  afin d'obtenir un résultat correspondant à une zone plus importante. En effet, une image avec un objectif X100 représente  $4250 \mu\text{m}$ . Les observations au microscope en champ noir montrent que les intensités importantes provenant de défauts locaux et le faïençage apparaît avec des niveaux faibles. Il faut donc augmenter la dynamique de la caméra en ajustant le gain et le shutter. Pour chaque point de notre matrice, deux images sont enregistrées, une non saturée et une autre image partiellement saturée. Puis nous les traitons pour obtenir une matrice d'images reconstituées (**Photo 24**) qui possèdent la dynamique suffisante pour quantifier le faïençage (niveaux faibles) et les défauts locaux (niveaux élevés). L'histogramme de l'image est une exponentielle décroissante du type  $A \cdot e^{-\frac{n_i}{\tau_d}}$  (Cf. **Figure 84**) où  $n_i$  est le niveau ou l'intensité des pixels et  $\tau_d$  est une longueur de décroissance. Nous retrouvons l'allure de la **Figure 74**.



**Figure 84 :**  
**Histogramme de la surface des défauts sans application d'un seuillage avec dans l'encadré un grossissement des premiers 10 μm² où l'on positionne notre critère pour séparer le faïençage de ce que l'on "considère" comme défauts locaux**

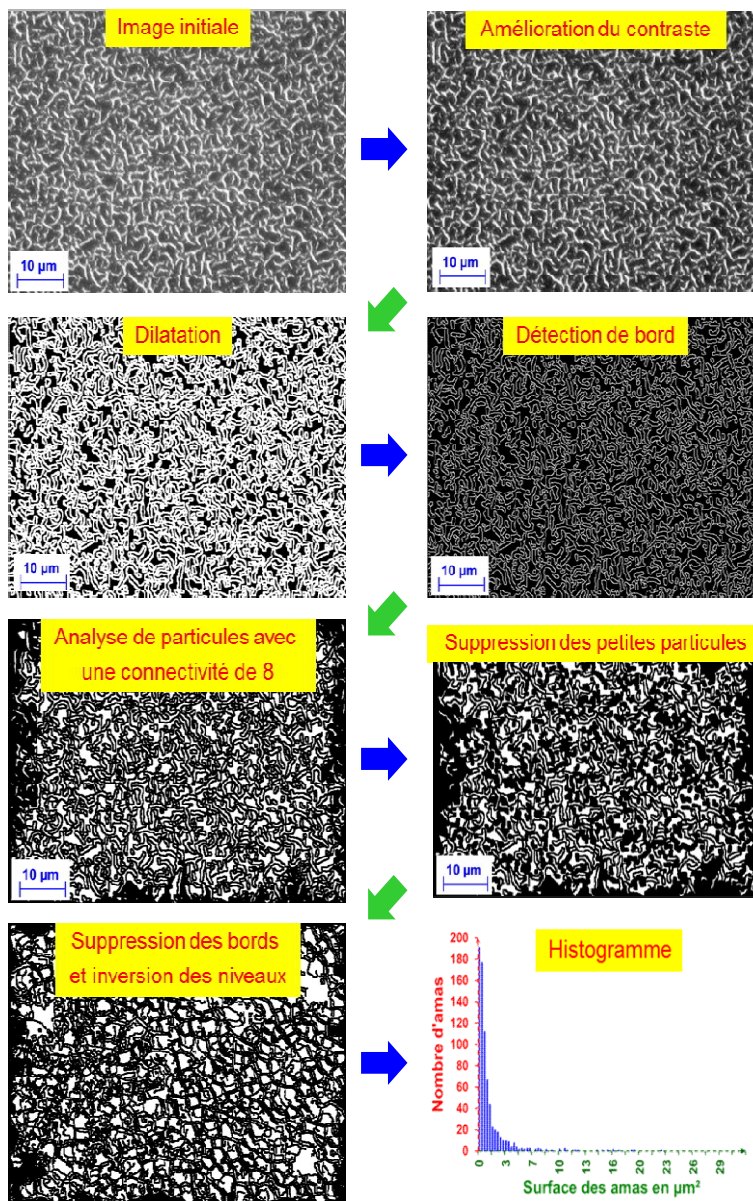
Pour étudier le faïençage, nous effectuons un seuillage avec un niveau déterminé par un histogramme comme deux fois la valeur moyenne de celui-ci. Au-dessus, nous considérons que ce sont des défauts locaux, en-dessous c'est du faïençage. Le volume  $V$  de la diffusion observée dans le champ noir est séparé en deux parties  $V_{\text{Diffusion}} = V_{\text{Défauts Locaux}} + V_{\text{Faïençage}}$  (Cf. **Équations 53**) :

$$\begin{aligned}
 V_{\text{Défauts Locaux}} &= \sum_{i=1}^{N_i=640} \sum_{j=1}^{N_j=640} n_{i,j} \quad \text{avec} \quad n_{i,j} = n_{i,j} \quad \text{si} \quad n_{i,j} > \text{Seuil} \quad \text{Sinon} \quad n_{i,j} = 0 \\
 V_{\text{Faïençage}} &= \sum_{i=1}^{N_i=640} \sum_{j=1}^{N_j=640} n_{i,j} \quad \text{avec} \quad n_{i,j} = n_{i,j} \quad \text{si} \quad n_{i,j} < \text{Seuil} \quad \text{Sinon} \quad n_{i,j} = 0
 \end{aligned}
 \tag{53}$$

La surface des défauts  $S_{\text{Défauts Locaux}}$  est déterminée par le nombre de pixels ayant un niveau supérieur au seuil choisi. Le niveau moyen du faïençage  $n_{\text{Moy Faïençage}}$  est calculé suivant l'**Équation 54**:

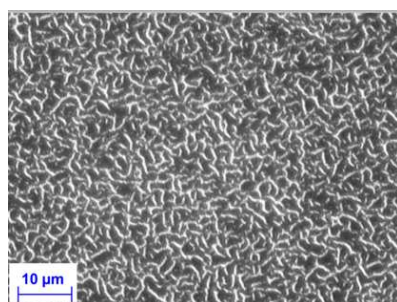
$$n_{\text{Moy Faïençage}} = \frac{V_{\text{Faïençage}}}{N_i \cdot N_j - S_{\text{Défauts Locaux}}}
 \tag{54}$$

La **Photo 21** consiste en une mosaïque d'amas que nous désirons quantifier par leur nombre et leur diamètre moyen pour étudier à l'avenir ces informations en fonction des différents paramètres utilisés (dépôt et durcissement). La taille moyenne des amas du faïençage est déterminée avec un traitement sous **LabView** dont les étapes sont données par le logigramme de la **Figure 85**.



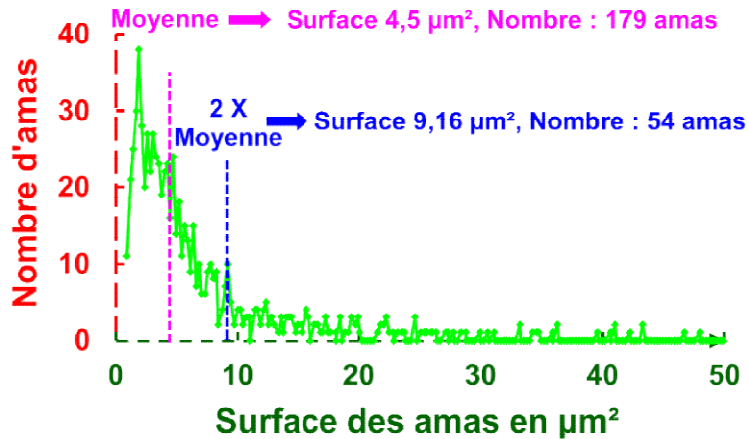
**Figure 85 :**  
Logigramme du traitement d'images utilisé pour connaître la dimension des amas

L'histogramme donne le nombre de particules en fonction de leurs tailles [15, 65]. Sa forme est une exponentielle décroissante liée à un grand nombre de petites particules restant après le traitement. Comme précédemment, un seuil est établi à deux fois la valeur moyenne, ainsi les grandes particules sont conservées. La surface ou le diamètre moyen et le nombre de particules sont donnés par le traitement de cette courbe. La **Photo 25** est un exemple d'une couche sol-gel après durcissement.



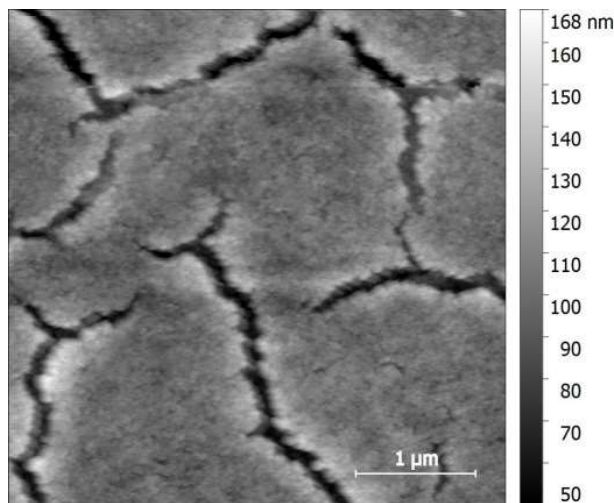
**Photo 25 :** Image d'un faïençage

Cette image est traitée pour obtenir l'histogramme (Cf. **Figure 86**) qui nous indique la surface moyenne des amas de  $4,5 \mu\text{m}^2$  et leur nombre qui est de 176. Si nous seuillons à 2 fois la valeur moyenne, la surface passe à  $9,16 \mu\text{m}^2$  et leur nombre à 54.



**Figure 86 :**  
Histogramme du  
nombre d'amas selon  
leur surface

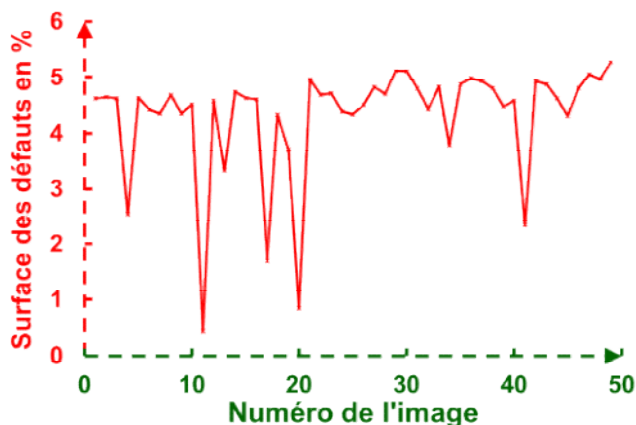
La **Photo 26** montre une topographie de surface réalisée avec un **AFM** sur le même échantillon, elle indique des amas ayant une dimension de l'ordre de  $4 \mu\text{m}^2$  [5], ce qui laisse à penser qu'un seuillage à la valeur moyenne donne une valeur plus représentative de la réalité.



**Photo 26 :** Image du  
même échantillon  
mesuré issue d'un AFM

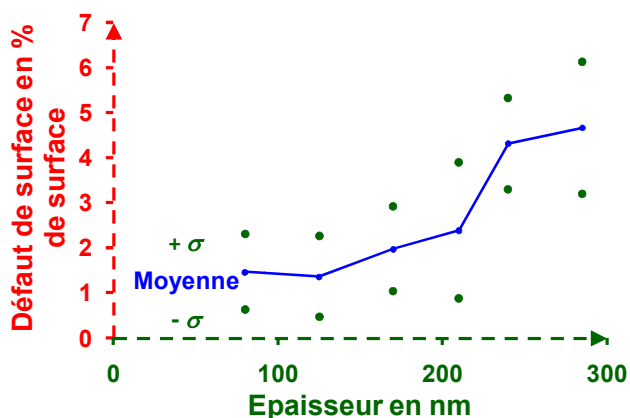
## **X.6 Evaluation de la diffusion des couches durcies avec un microscope**

Six couches de 80, 125, 170, 210, 240 et 270 nm sans et avec durcissement ammoniac préparées par **Jérémy Avice** ont été étudiées au microscope avec un objectif X100. Une matrice de 7x7 images a été faite avec un pas de 0,25 mm soit une surface étudiée de  $0,2 \text{ mm}^2$ . La **Figure 87** donne le pourcentage de surface des défauts locaux mesuré pour la couche de 240 nm. La dispersion en défauts locaux pour ces 49 images est d'environ 1 %.



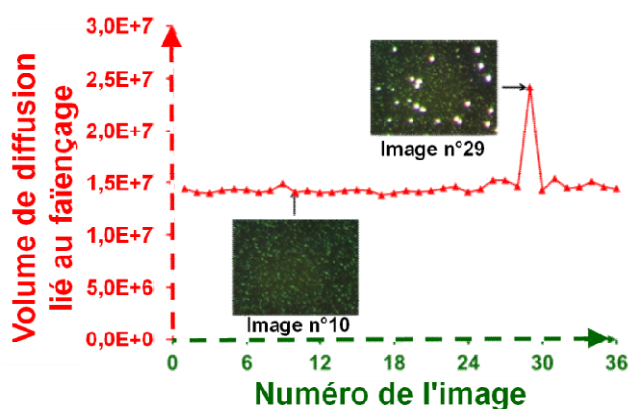
**Figure 87 : % de la surface en défauts selon l'image considérée**

On peut observer sur la **Figure 88** que la surface des défauts augmente légèrement avec l'épaisseur de la couche. Les points donnent les valeurs à  $\pm 1 \sigma$ . Les défauts locaux sont progressivement introduits avec l'épaisseur du dépôt.



**Figure 88 : % en surface des défauts selon l'épaisseur de la couche**

La **Figure 89** indique le volume de diffusion dû au faïençage pour une couche de 210 nm. La dispersion relative ( $\sigma$ ) pour ces 36 images est d'environ 11 %. Cette valeur de dispersion est principalement due à l'image 29 qui présente de nombreux défauts diffusants.



**Figure 89 : Volume de diffusion selon l'image considérée avec des images locales montrant la diffusion locale**

La **Figure 90** présente les résultats pour la diffusion due au faïençage en fonction de l'épaisseur du film pour les couches sans durcissement ou avec 17 heures de durcissement. Ici, le niveau de



diffusion correspondant au volume V (Équation 46) de l'image est normalisé à 1 par rapport à la valeur maximale atteinte lors de cette étude [2, 5].

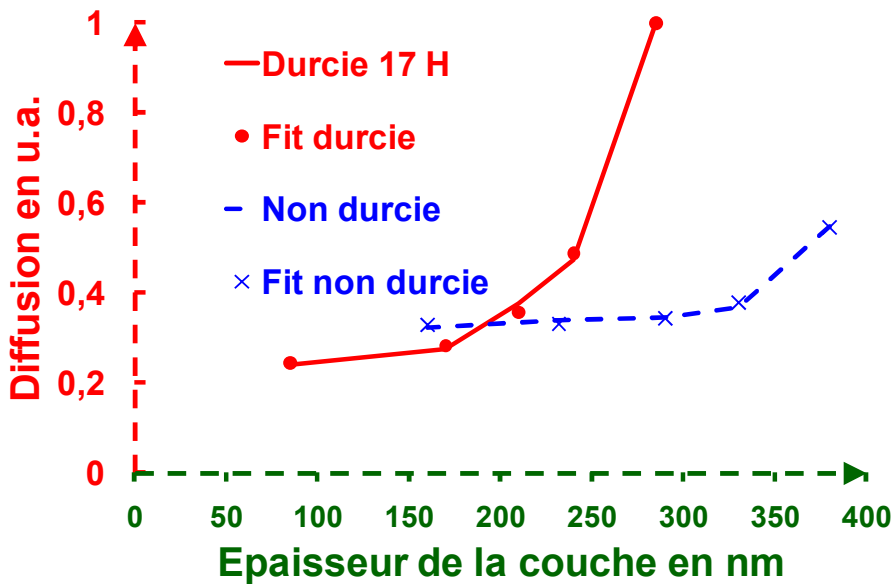


Figure 90 : Diffusion normalisée avec son ajustement selon l'épaisseur d'une couche durcie ou non

La diffusion liée au faïençage augmente exponentiellement avec l'épaisseur  $e_c$  de la couche. Les couches non durcies présentent nettement moins de diffusion que les couches durcies. Il existe un coefficient d'extinction de la diffusion  $k_{\text{Diffusion}} = k_d + k_{\text{Durcissement}}$  ( $k_c = k_T + k_d$  avec ici  $k_T \approx 0$ ) et donc des diffusivités  $\alpha_d = \frac{4 \cdot \pi \cdot k_d}{\lambda}$ . Nous ajustons les résultats avec la somme des 3 termes suivants :

- un terme constant pour la surface du substrat :  $\mathcal{D}_{\text{surface}}$  ;
- un terme exponentiel pour la couche sol-gel :  $\mathcal{D}_{\text{Couche}} \cdot e^{-\alpha_{\text{Couche}} \cdot e_c}$  ;
- un terme exponentiel pour le durcissement :  $\mathcal{D}_{\text{Durcie}} \cdot e^{-\alpha_{\text{Durcie}} \cdot e_c}$ .

Dans notre cas et avec une telle décomposition, nous avons :

$$\mathcal{D}_{\text{surface non durcie}} = 0,328$$

$$\mathcal{D}_{\text{surface durcie}} = 0,239$$

$$\mathcal{D}_{\text{Couche durcie ou non}} = 3 \cdot 10^{-6}$$

$$\alpha_{\text{Couche durcie ou non}} = 0,029$$

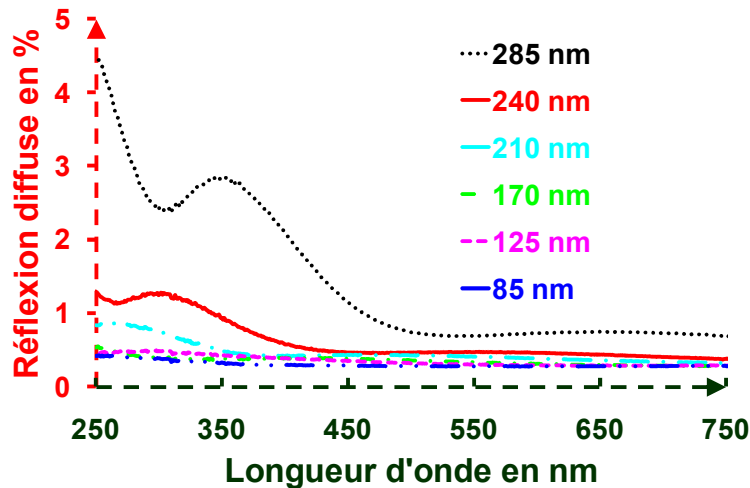
$$\mathcal{D}_{\text{Durcie}} = 639 \cdot 10^{-6}$$

$$\alpha_{\text{Durcie}} = 0,024 \quad \text{si la couche est durcie}$$

$$\mathcal{D}_{\text{Non durcie}} = 0$$

$$\alpha_{\text{Non durcie}} = 0 \quad \text{si la couche est non durcie}$$

La diffusion de la couche sol-gel durcie provient principalement du durcissement ammoniac en particulier au-delà d'une épaisseur de 210 nm où le faïençage devient plus visible. Nos couches durcies ont été également mesurées en réflexion avec une sphère d'intégration (Figure 91) pour confirmer nos résultats sur le domaine spectral [200-800 nm] avec un spectroradiomètre Cary 5000.



*Figure 91 : Réflexion spectrale diffuse de couches durcies d'épaisseurs variables*

La réflexion spectrale diffuse augmente rapidement à partir de l'épaisseur de 210 nm et corrobore nos mesures de diffusion au microscope.

## X.7 Conclusion

Nous avons mis au point un moyen pour étudier différents types de défauts liés à la poussière, à la fabrication (polissage du substrat, dépôt et post-traitement ammoniac), à l'utilisation ou au vieillissement d'un traitement optique (couche mince ou empilement) à partir d'un microscope. Le champ noir est utilisé et les paramètres de la caméra sont adaptés pour avoir la bonne dynamique. Un logiciel a été développé pour augmenter artificiellement celle-ci quand elle est insuffisante. Ainsi, nous pouvons détecter les défauts locaux et la rugosité dans la même image. Cette augmentation de dynamique artificielle est employée pour une focalisation automatique qui est comparable à la méthode de **Brenner**.

Nous utilisons des platines motorisées en x & y de notre microscope pour moyenner spatialement nos résultats. Pour chaque image, nous ajustons la mise au point automatique qui a été implémentée pour compenser les défauts de planéité de l'échantillon ou de déplacement des platines. L'éclairage du microscope est contrôlé afin d'avoir un niveau d'éclairage similaire. Une analyse des défauts locaux peut être faite en nombre et en dimension. Nous utilisons ce moyen pour quantifier :

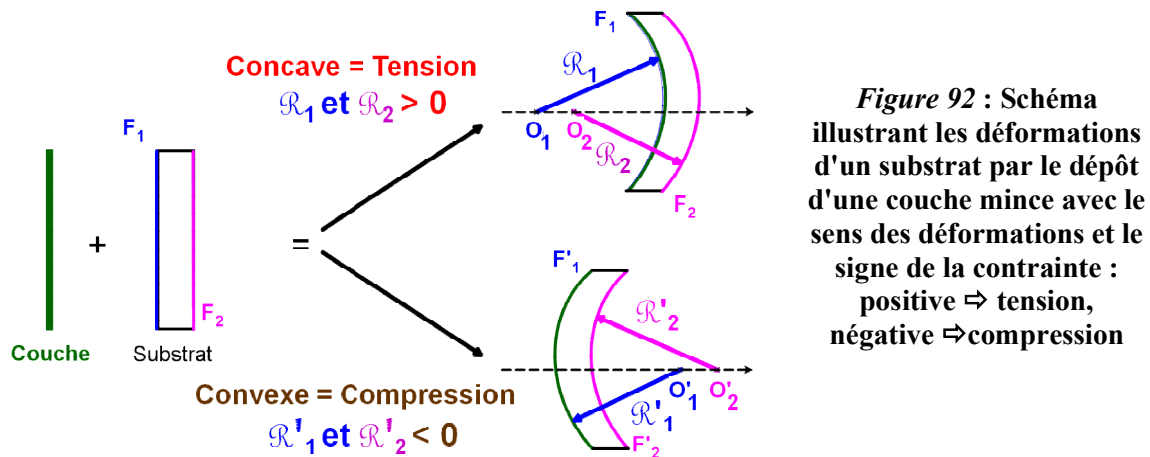
- Le nettoyage d'un substrat par exemple pour contrôler des traces de résidus de colle ;
- le vieillissement par exemple d'une couche d'argent en atmosphère humide [15, 65, 95] ;
- le faïençage de couches sol-gel après un durcissement ammoniac [5, 55].

Ce moyen a été utilisé également pour les études d'indentation liées à la thèse de **François Compoint** [100]. Il devint le sujet d'alternance d'**Amandine Moiny** en novembre 2020 dans l'objectif de caractériser mécaniquement les couches élastiques préparées par **Amira Guediche**.

# XI. DETERMINATION DES CONTRAINTES

## XI.1 Introduction

Une couche mince déposée sur un substrat peut le déformer car elle engendre des contraintes principalement dues aux dilatations différentielles entre le substrat et l'empilement liées à l'augmentation de température provoquée par le dépôt et aux paramètres de mailles différents. L'équilibre de ces tensions ou contraintes s'effectue par une modification de la forme de l'interface ou de la densification du matériau. On suppose le problème comme un bicouche (bilame) composé par un substrat de diamètre  $D$  et d'épaisseur  $e_s$  et une couche d'épaisseur  $e_c$ . Les caractéristiques thermomécaniques du substrat indicé par  $s$  et de la couche indicée par  $c$  sont le module de **Young**  $E$ , le coefficient de **Poisson**  $\nu$  et le coefficient de dilatation  $\alpha$  qui sont supposés isotropes. Si le substrat est plat et l'épaisseur du film uniforme, la déformation sera sphérique, soit convexe si la contrainte  $\sigma$  est en compression ( $\sigma < 0$ ), soit concave si  $\sigma$  est en tension ( $\sigma > 0$ ). Ceci est résumé par la **Figure 92**, elle indique l'importance de la face mesurée pour le signe de la contrainte.



**Figure 92 : Schéma illustrant les déformations d'un substrat par le dépôt d'une couche mince avec le sens des déformations et le signe de la contrainte : positive ⇨ tension, négative ⇨ compression**

Pour mesurer les contraintes, on mesure le profil d'une surface avant et après traitement, la différence entre ces deux profils correspond à une surface sphérique dont on détermine la flèche (déformation maximale)  $\Delta f$ . Pour remonter aux contraintes  $\sigma_c$  dans l'empilement couche/substrat, on emploie la formule de **Campbell** (**Équation 55**) qui correspond à la formule de **Stoney** [183] où le module de **Young**  $E_s$  est remplacé par le module biaxial  $\mathfrak{M}$  [184] qui prend en compte le coefficient de **Poisson** du substrat  $\nu_{sub}$ .

$$\sigma_c \cdot e_c = \frac{4}{3} \cdot \mathfrak{M} \cdot e_s^2 \cdot \frac{\Delta f}{D^2} \quad \text{avec} \quad \frac{8 \cdot \Delta f}{D^2} = \frac{1}{\mathcal{R}} = \frac{1}{\mathcal{R}_{Av}} - \frac{1}{\mathcal{R}_{Ap}} \quad (55)$$

$$\mathfrak{M} = E_{sub} = 130 \text{ GPa pour du silicium}$$

**Stoney** [183]

$$\mathfrak{M} = \frac{E_{sub}}{1 - \nu_{sub}} = 224 \text{ GPa pour du silicium} \quad \text{Campbell [184]}$$

$$\mathbf{M}_{(0,0,1)} = \frac{1}{S_{11} + S_{12}} = 180 \text{ GPa pour du silicium (1, 0, 0)} \quad \text{Jansen [185]}$$

$$\mathbf{M}_{(1,1,1)} = \frac{6}{S_{11} + 8.S_{12} + S_{44}} = 229 \text{ GPa pour du silicium (1, 1, 1)} \quad \text{Jansen [185]}$$

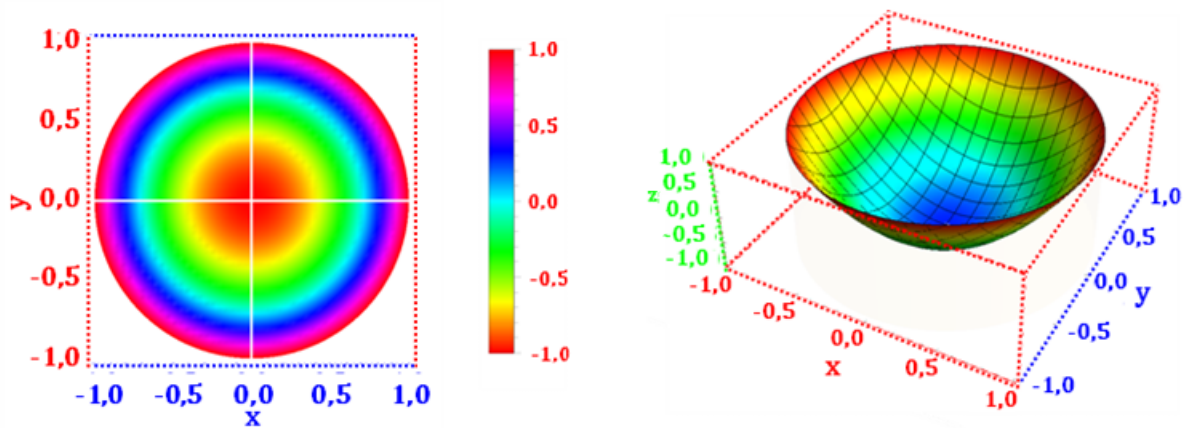
$\mathcal{R}_{Av}$  et  $\mathcal{R}_{Ap}$  sont les rayons de courbure du substrat avant et après dépôt.  $S_{11}$ ,  $S_{12}$ , et  $S_{44}$  sont les 3 composantes du tenseur de complaisance (compliance en anglais)  $S_{ij}$  du silicium [186]. Ces formules sont utilisables avec les hypothèses suivantes valides dans le domaine des couches minces [186] :

- les déformations induites par les contraintes soient isotropes dans le plan de la couche ;
- les flèches soient petites ;
- l'épaisseur du film soit très faible devant celle du substrat ;
- les épaisseurs du film et du substrat doivent être uniformes sinon ces hétérogénéités d'épaisseur sont incluses dans la déformation totale et traduites en contrainte. Ceci est d'autant plus vrai que la couche est faiblement contrainte ;
- le film et le substrat doivent être homogènes, isotropes (ce n'est pas souvent le cas car les substrats de silicium utilisés sont orientés en (1, 0, 0) ou (1, 1, 1) [187]) et élastiquement linéaires ;
- l'échantillon possède de grandes dimensions latérales.

Le substrat gouverne la déformation due aux contraintes dans les couches car son épaisseur est nettement supérieure à celle de l'empilement. Les déformations ou les contraintes dépendent du type de dépôt réalisé, plus le dépôt est énergétique plus les contraintes seront importantes. Il nous faut donc les connaître pour les minimiser ou réaliser des actions correctives pour annuler leurs effets. Ces actions sont :

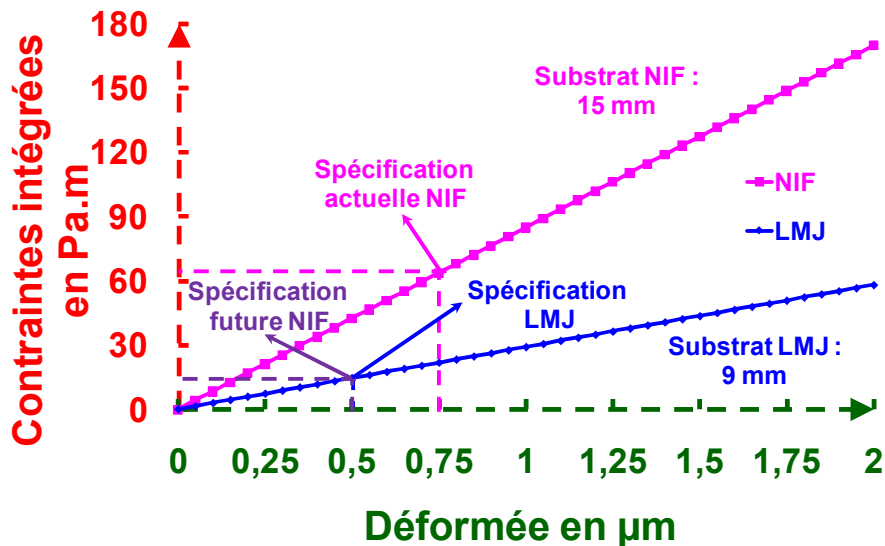
- Utiliser un substrat épais avec un rapport diamètre épaisseur de l'ordre de 4, c'est ce que pratique **VIRGO** [188] ;
- Traiter la face arrière pour compenser les contraintes avec une couche de silice [189] ;
- Compenser la future déformation par la réalisation du rayon de courbure opposé lors du polissage du substrat ;
- Réduire les contraintes par les conditions de dépôt [190].

Pour **SILVA**, nous avons mis en œuvre la 3<sup>e</sup> solution pour la réalisation des miroirs du séparateur où est évaporé l'uranium. Pour cela nous avons effectué nos études avec un interféromètre **ZYGO Mark III** que nous avons interfacé pour décomposer la surface d'onde sous forme de polynômes de **Zernike** afin de déterminer le terme de défocalisation [146, 191].



**Figure 93 : Monôme de Zernike correspondant à la défocalisation**

Pour le LMJ et le NIF, dans le cas du miroir adaptatif M1 les spécifications en contraintes intégrées ( $\sigma_c \cdot e_c$ ) sont données par la Figure 94, les différences entre les deux viennent de l'épaisseur du substrat qui est 9 mm pour le LMJ et de 15 mm pour le NIF. Chaque miroir déformable (M1) de 446x426 mm<sup>2</sup> corrige en dynamique avec leurs 39 actionneurs positionnés sur la face arrière la déformation du front d'onde d'une chaîne du LMJ [192]. Le rapport d'aspect (diamètre équivalent/épaisseur) est de 68, il est nettement supérieur au rapport d'aspect des miroirs du Very Large Telescope (VLT) qui est de 47, ces miroirs étaient considérés comme très flexibles à l'époque de leurs fabrications [193].



**Figure 94 : Spécifications sur les contraintes intégrées selon la déformée pour le NIF et le LMJ**

Dans l'objectif de correction des contraintes éventuelles liées aux couches minces, un concept expérimental pour réaliser des corrections locales à partir d'ablation laser a été validé et breveté [92]. Le sujet de thèse proposé pour la mise en œuvre du procédé n'a pas trouvé de candidat à l'époque.

Les techniques les plus couramment utilisées pour quantifier les contraintes sont :

- les mesures de courbure notamment à partir de la formule de **Stoney** [183] ;
- la diffraction des rayons X [194] ;
- les mesures d'indentation [195] ;
- la photoélasticimétrie [196] ;
- les mesures micro-électromécaniques in-situ [197].

Avec **Xavier Dieudonné** [98], nous nous sommes limités à la méthode de **Stoney** et avec **François Compoin** [100] à la photoélasticimétrie pour tenter d'estimer les faibles contraintes provoquées par des couches sol-gel.

## **XI.2 Calcul des contraintes par la mesure de la déformation du substrat**

Pour mesurer les déformations nous disposons de deux moyens : un profilomètre **8** (Cf. **Photo 27**) qui évalue l'écart entre deux profils selon une ligne et un interféromètre **ZYGO Mark III** (Cf. **Photo 28**) qui mesure une surface d'onde.



**Photo 27 : Profilomètre DEKTAK 8**



**Photo 28 : Interféromètre ZYGO Mark III**

Ces contraintes  $\sigma_c$  sont calculées en recourant à la formule de **Campbell** (Équation 55). Pour maximiser la flèche et obtenir une meilleure incertitude sur la mesure, on peut utiliser deux types de substrat : un en silicium de 0,525 mm d'épaisseur et de diamètre 100 mm poli sur ses deux faces, et un autre en **BK7** dont les caractéristiques sont affichées dans le **Tableau 16**.

**Tableau 16 : Caractéristiques des substrats utilisés**

	<b>Silicium</b>	<b>BK7</b>
<b>Forme</b>	Sphérique	Carré*
<b>Dimension</b>	100 mm	50 mm
<b>Epaisseur</b>	0,525 mm	3,3 mm
<b>Dimension de la zone mesurée</b>	80 mm long	40x40 mm <sup>2</sup>

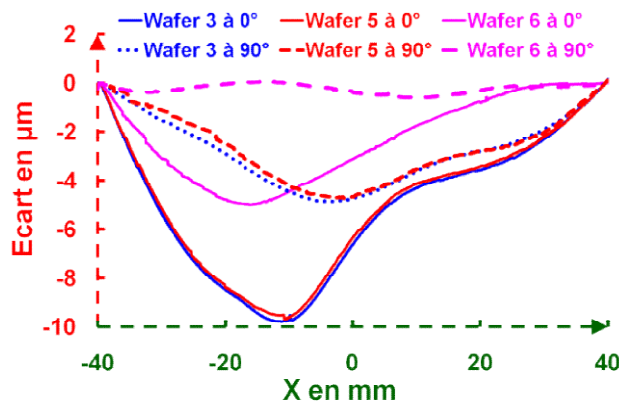
<b>Module d'Young</b>	150 GPa [98]	81 GPa [98]
<b>Coefficient de Poisson</b>	0,17 [98]	0,206 [98]

\*La forme carrée du substrat permet à celui-ci de tenir verticalement sur une platine lors de la mesure interférométrique sans imposer un serrage du composant pouvant introduire un léger flambage à celui-ci.

Le rapport de sensibilité  $R_s$  de ces deux types de substrat est de 4,5 selon l'Équation 56.

$$R_s = \frac{E_{\text{Silicium}}}{1 - \nu_{\text{Silicium}}} \cdot \frac{1 - \nu_{\text{BK7}}}{E_{\text{BK7}}} \left( \frac{e_{\text{Silicium}}}{e_{\text{BK7}}} \right)^2 \cdot \left( \frac{D_{\text{BK7}}}{D_{\text{Silicium}}} \right)^2 \quad (56)$$

La flèche (ou déformation) induite par une même couche sera 4,5 fois plus importante sur le substrat silicium que sur le substrat **BK7**. En plus d'être mince, les substrats de silicium sont parfois initialement déformés (environ 10  $\mu\text{m}$  voir **Figure 95**). Ils seront mesurés horizontalement au **DEKTAK 8** selon deux directions perpendiculaires dans un montage spécifique.

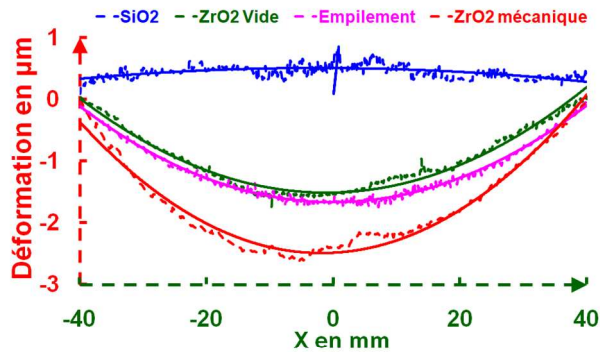


**Figure 95 :**  
Déformations des wafers de silicium nus mesurées au DEKTAK 8

Autre élément, le silicium n'est pas le substrat retenu pour le **LMJ** et n'est donc pas le substrat des couches finales. Il est préférable de les mesurer sur les mêmes substrats ce qui inclut les contraintes liées à l'accrochage des couches sur le substrat qui peuvent être différentes selon la nature du substrat.

Les échantillons traités sol-gel sur **BK7** seront mesurés verticalement avec un interféromètre **ZYGO Mark III**. Les fichiers issus de cet interféromètre seront analysés avec le logiciel **Metropro** de **ZYGO** ou avec un logiciel dédié, appelé **ANAPHASE** [198] fourni par le **CEA/Cesta**. Les contraintes dans l'empilement déposé sur silicium seront déterminées après les mesures au **DEKTAK 8** du substrat avant et après le traitement. Pour les mesures au **DEKTAK 8**, on soustrait la première mesure à la deuxième afin d'obtenir la déformation liée aux contraintes en faisant attention d'avoir le même positionnement entre ces deux mesures. La différence obtenue est ajustée par un polynôme de degré 2 en fonction de la position (Cf. **Figure 96**). Le terme d'ordre 2 de ce polynôme donne la valeur de la flèche servant à évaluer les contraintes. La **Figure 96** visualise les contraintes des couches sol-

gel de silice et de  $ZrO_2/PVP$  qui est une couche composite constituée de nanoparticules de zircon et d'un liant organique le polyvinylpyrrolidone (PVP) et d'un empilement  $S(HB)^5H$  centré à 1053 nm. La **Figure 96** montre que la silice est en compression et l'association  $ZrO_2/PVP$  est en tension donnant au final un empilement en tension. On note également l'influence de la tenue de l'échantillon lors de la mesure (l'aspiration par le vide génère moins de contraintes qu'un maintien mécanique).



**Figure 96 :**  
Déformations seules dues au dépôt de couches minces sol-gel sur les wafers de silicium mesurées au DEKTAK 8

Pour les mesures **ZYGO**, les échantillons sont placés dans un cadre en polyéthylène sans serrage, ne tenant que par gravité. Pour chaque échantillon les deux faces à cinq reprises ont été mesurées. Ainsi, nous mesurons les hétérogénéités et les contraintes de la couche d'un côté et seulement les contraintes de l'autre côté. La courbure est déterminée à l'aide d'une décomposition de la surface sur une base de 36 polynômes de **Zernike** [191] par un ajustement suivant la méthode de **Newton-Raphson** [129]. L'inversion de la matrice 36X36 est faite par la méthode du pivot [199]. Les différences entre les deux courbures nous permettent de déterminer les contraintes comme indiqué dans le **Tableau 17** pour les couches réalisées par **Xavier Dieudonné** [69, 98].

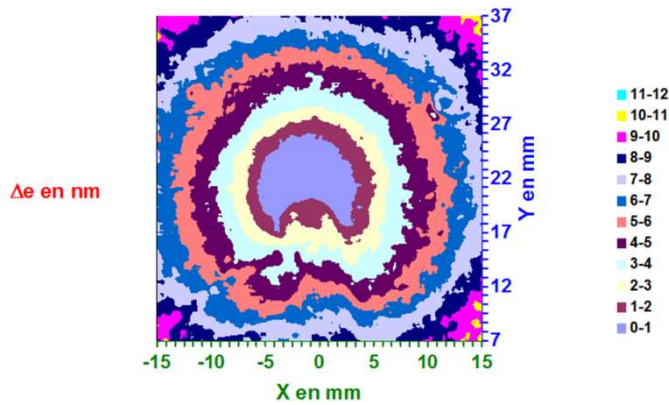
**Tableau 17 : Déformations en nm et Contraintes en MPa des couches sol-gel**

Echantillon		Déformation au DEKTAK 8			Déformation au ZYGO			
		à 0° en nm	à 90° en nm	Contraintes (MPa)	Face 1 en nm	Contraintes (MPa)	Face 2 en nm	Contraintes (MPa)
SiO <sub>2</sub>	Traité - nu	- 304	- 80	- 2,6	- 16 ± 9	- 11 ± 6	16 ± 6	- 11 ± 5
ZrO <sub>2</sub> tenue mécaniquement	Traité - nu	- 2333	2362	42,7	- 72 ± 12	- 60 ± 10	- 23 ± 5	20,5 ± 4
ZrO <sub>2</sub> tenue sous vide	Traité - nu	- 1616		29,4	- 46 ± 8	- 38 ± 5	- 7 ± 8	8 ± 9
Empilement	Traité - nu	- 1584	- 1552	8	- 205 ± 26	- 54 ± 5	- 7 ± 11	1,6 ± 2

Ces contraintes sont très faibles par rapport à la **PVD** [144]. Les résultats de mesures en face avant avec le **ZYGO** donnent des valeurs de contraintes importantes qui sont liées au problème d'uniformité des couches en spin-coating [95, 98]. Nous avons évalué sur un des dépôts de  $ZrO_2/PVP$  d'épaisseur 265 nm l'uniformité du dépôt avec le réflectomètre. Une cartographie a été effectuée à 550



nm sur une zone centrale de 30X30 mm<sup>2</sup> auquel mon traitement convertissant la réflectivité en défaut d'épaisseur a été appliqué [16, 71, 91]. Le résultat révèle la radialité d'un dépôt fait en spin-coating. Elle correspond à une surface concave d'environ 10 nm d'amplitude (Cf. **Figure 97**). La couche réalisée indique une surface concave et donc accentue par ce fait la valeur des contraintes calculées en face 1.



**Figure 97 : Evaluation de la variation d'épaisseur d'une couche ZrO<sub>2</sub>/PVP déposée par spin-coating**

Il est donc préférable face à ce problème d'homogénéité de tenir compte plutôt des mesures faites en face arrière. Comme les contraintes sont additives, les contraintes  $\sigma_{\text{Empilement}}$  d'un empilement sont données par l'Équation 57 où l'on somme des contraintes individuelles  $\sigma_{ci}$  des couches de ZrO<sub>2</sub>/PVP et de SiO<sub>2</sub> pondérées par leurs épaisseurs respectives  $e_{ci}$  :

$$\sigma_{\text{Empilement}} = \frac{\sum_i \sigma_{ci} \cdot e_{ci}}{\sum_i e_{ci}} \quad (57)$$

Le **Tableau 18** donne la comparaison entre le calcul et la mesure pour l'empilement S( $\mathcal{H}\mathcal{B}$ )<sup>5</sup> $\mathcal{H}$ . Elle est cohérente sauf pour les valeurs liées à la face 1 pour les raisons citées ci-dessus.

**Tableau 18 : Comparaison entre contraintes calculées et déterminées pour l'empilement S( $\mathcal{H}\mathcal{B}$ )<sup>5</sup> $\mathcal{H}$**

	Face	Calcul en MPa	Expérience en MPa
<b>DEKTAK 8</b>	Face 1	10,7	8
<b>ZYGO</b>	Face 1	- 25	- 54
	Face 2	- 1,7	1,6

On peut extrapoler les contraintes pour un empilement type miroir **M1** du **LMJ** qui répond à la formule S( $\mathcal{H}\mathcal{B}$ )<sup>12</sup> $\mathcal{H}$  avec des couches  $\lambda/6$  pour  $\mathcal{H}$  et  $\lambda/3$  pour  $\mathcal{B}$  à  $\lambda = 1054$  nm, les contraintes estimées seront en compression égales à -6 MPa si on utilise les valeurs **ZYGO** et 6 MPa si on emploie les valeurs obtenues à partir des mesures au **DEKTAK 8**. L'empilement faisant environ 4,8  $\mu\text{m}$

d'épaisseur, la contrainte intégrée serait comprise entre -30 et 30 N.m<sup>-1</sup> soit une déformée comprise entre -1 et 1 μm. Bien que les valeurs soient faibles, l'incertitude sur ces mesures ne nous permet pas d'affirmer que les spécifications **LMJ** (Cf. **Figure 95**) seront tenues à 100 % pour les miroirs fabriqués par sol-gel ou autre (**PVD** inclus) car celles-ci devraient être inférieures à 3 MPa (pour des couches sol-gel) et à 4 MPa (pour des couches **PVD** qui sont normalement plus fines à cause de leurs indices plus importants). Nous risquons dans tous les cas de mettre en œuvre des procédés de correction sur certains miroirs **M1** [92] pour tenir les spécifications **LMJ**.

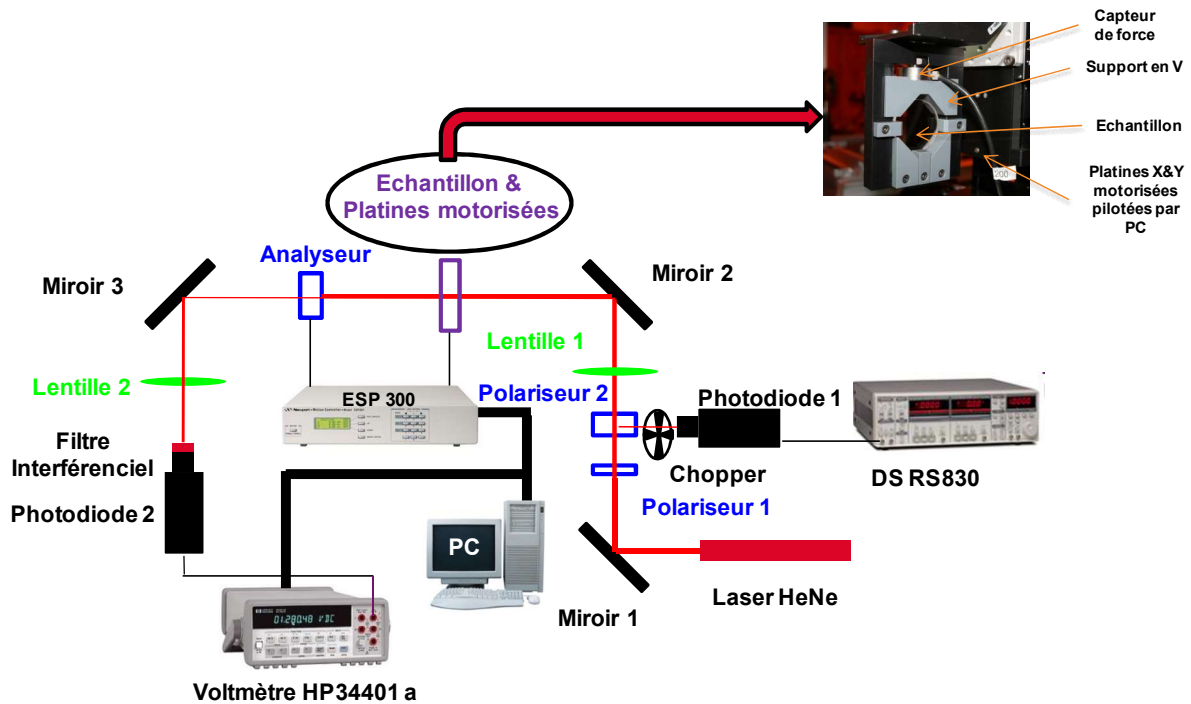
### **XI.3 Détermination des contraintes par biréfringence**

#### **XI.3.1 Introduction**

L'objectif ici est de mesurer l'évolution des couches minces et son substrat avec et sans flux laser par la modification de l'indice optique induit par une contrainte. Lors de la thèse de **François Compoint** [100], portant sur la réalisation d'**ormosil** (**organically modified silicates**) [200]. Le but de sa thèse était de synthétiser des matériaux en couche mince à élasticité variable et de les caractériser. Les **ormosils** sont des matériaux hybrides composés de silice et d'élastomère transparents dans l'UV. La silice donne au mélange sa rigidité et l'élastomère choisi, le **polydiméthylsiloxane (PDMS)**, apporte les propriétés élastiques. Les **ormosils** montrent un large domaine de variation du module d'**Young** [200] qui va induire une variation des contraintes dans les couches déposées qu'il va falloir être capable d'atteindre par nos mesures. Comme les couches génèrent des contraintes radiales identifiables par photoélasticimétrie, la technique consiste à mesurer la biréfringence à l'aide d'un polariscope. Ce polariscope est constitué par une source lumineuse suivie d'un polariseur et d'un analyseur entre lesquels on insère l'échantillon et d'un récepteur. Le polariseur et l'analyseur sont croisés. Si l'échantillon présente une biréfringence, induite ou non, il tourne la polarisation du faisceau qui n'est plus parfaitement arrêtée par l'analyseur et le récepteur perçoit de la lumière. Or les matériaux isotropes, comme la silice, deviennent anisotropes quand ils sont soumis à des contraintes. L'intensité en sortie d'analyseur permet, après étalonnage, l'estimation des contraintes locales. On se propose de réaliser ce calibrage avec un essai mécanique, nommé "l'essai brésilien", qui dispose d'une solution analytique donnant la contrainte locale en fonction de la force appliquée [201-203] et correspondant au montage en V que nous employons.

#### **XI.3.2 Banc expérimental et pilotage**

Ce banc a été installé avec **François Compoint** [100], son schéma est donné par la **Figure 98**.



**Figure 98 : Schéma du banc expérimental**

Un faisceau **HeNe** polarisé est dirigé avec deux miroirs (1 et 2) et focalisé à l'aide de la lentille 1 de 800 mm de focale sur l'échantillon à mesurer qui est placé entre deux glans **Thompson** servant de polariseur et d'analyseur. Le faisceau issu de l'analyseur est focalisé avec la lentille 2 de focale 200 mm sur une photodiode qui est isolée de l'éclairage ambiant par un filtre interférentiel. Le signal de sortie est mesuré par un voltmètre **HP34401A**. L'échantillon est monté dans un support en V sur des platines de translation x et y pour réaliser des cartographies précises (résolution 1  $\mu\text{m}$ ) sur des courses supérieures à 100 mm. L'analyseur est fixé sur une platine de rotation motorisée, pour régler l'orientation correcte de l'analyseur par rapport au polariseur. Les platines motorisées sont reliées à un **ESP 300**. Le premier polariseur est réglé pour atténuer l'**HeNe** évitant ainsi la saturation des détecteurs. Une photodiode 1 contrôle les fluctuations temporelles de puissance du faisceau tandis que la photodiode 2 acquiert le signal. L'échantillon est placé dans un support en V fait en téflon, le serrage se fait à l'aide d'une vis centrée sur le support en V. L'effort de serrage est contrôlé par un capteur de force qui possède une sortie analogique reliée à un oscilloscope **TDS 100**. L'ensemble des appareils est piloté par un ordinateur via des liaisons **IEEE**. Afin de faciliter les mesures et leurs interprétations, un programme sous **LabView** a été implémenté pour piloter et stocker les données et les informations de l'expérience. Avec ce banc, on retrouve la loi de **Malus**, et on mesure le diamètre à  $1/e^2$  de notre laser par la méthode du couteau qui est de 351  $\mu\text{m}$  au niveau de l'échantillon [9].

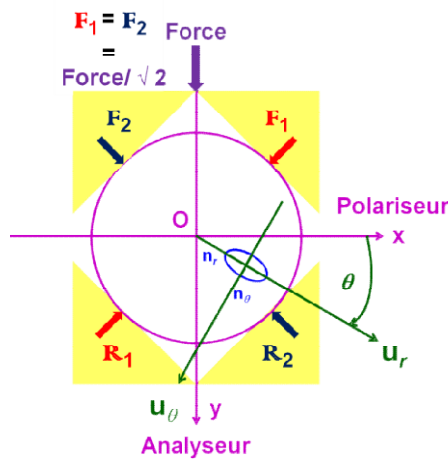
### XI.3.3 Comparaison théorie/mesure

Pour connaître l'état de contraintes d'un échantillon de silice de rayon R, il faut développer une modélisation mécanique d'un essai Brésilien qui a l'avantage d'avoir des solutions littérales puisque les contraintes ( $\sigma$ ,  $\tau$ ) s'expriment par les **Équations 58** [201] :

$$\begin{aligned}\sigma_x(x, y, F_l, R) &= -\frac{2 \cdot F_l \cdot \left( \frac{x^2 \cdot (R-y)}{((R-y)^2 + x^2)^2} + \frac{x^2 \cdot (R+y)}{((R+y)^2 + x^2)^2} \right)}{\pi} \\ \sigma_y(x, y, F_l, R) &= -\frac{2 \cdot F_l \cdot \left( \frac{(R-y)^3}{((R-y)^2 + x^2)^2} + \frac{(R+y)^3}{((R+y)^2 + x^2)^2} \right)}{\pi} + \frac{F_l}{\pi \cdot R} \\ \tau_{xy}(x, y, F_l, R) &= \frac{8 \cdot F_l \cdot R \cdot x \cdot y \cdot ((R^2 - y^2 - x^2) \cdot ((R^2 - y^2 + x^2)))}{\pi \cdot (((R-y)^2 + x^2)^2 \cdot ((R+y)^2 + x^2)^2)}\end{aligned}\quad (58)$$

Comme le support est un montage en V, la force linéique appliquée  $F_l$  peut être décomposée en deux forces égales qui s'appliquent aux 2 points de contact supérieurs support / échantillon (Cf. **Figure 99**). Ce disque est donc le siège d'une superposition de deux essais brésiliens perpendiculaires entre eux. Pour nous raccrocher aux différentes publications de **Claude Klein** [204-205] et étudier l'influence d'un dépôt sur un substrat ou d'un chauffage induit par un faisceau laser sur une couche mince ou dans un matériau [206], nous exprimons les contraintes en géométrie cartésienne ( $x$ ,  $y$ ), en géométrie cylindrique ( $r$ ,  $\theta$ ) grâce aux **Équations 59** [167] :

$$\begin{aligned}\sigma_r &= \sigma_x \cdot \cos^2 \theta + \sigma_y \cdot \sin^2 \theta + 2 \cdot \tau_{xy} \cdot \sin \theta \cdot \cos \theta \\ \sigma_\theta &= \sigma_x \cdot \sin^2 \theta + \sigma_y \cdot \cos^2 \theta - 2 \cdot \tau_{xy} \cdot \sin \theta \cdot \cos \theta \\ \tau_{r\theta} &= (\sigma_y - \sigma_x) \cdot \cos \theta \cdot \sin \theta + \tau_{xy} \cdot (\cos^2 \theta - \sin^2 \theta)\end{aligned}\quad (59)$$



**Figure 99** : Schéma de l'échantillon dans son support

Pour notre disque de silice soumis à une contrainte due à un dépôt isotrope d'une couche homogène, les variations d'indice orthoradial  $\delta n_\theta$  et radial  $\delta n_r$  selon  $u_\theta$  et  $u_r$  (Cf. **Équations 60**) sont donc données par [207] avec  $q_{//}$  et  $q_\perp$  les constantes élasto-optiques parallèle et perpendiculaire dont les valeurs pour la silice sont données par [204].

$$(\delta n)_\theta = -\frac{n^3}{2} \cdot (q_{//} \cdot \sigma_\theta + q_\perp \cdot (\sigma_r + \sigma_z)) \quad (\delta n)_r = -\frac{n^3}{2} \cdot (q_{//} \cdot \sigma_r + q_\perp \cdot (\sigma_\theta + \sigma_z)) \quad (60)$$

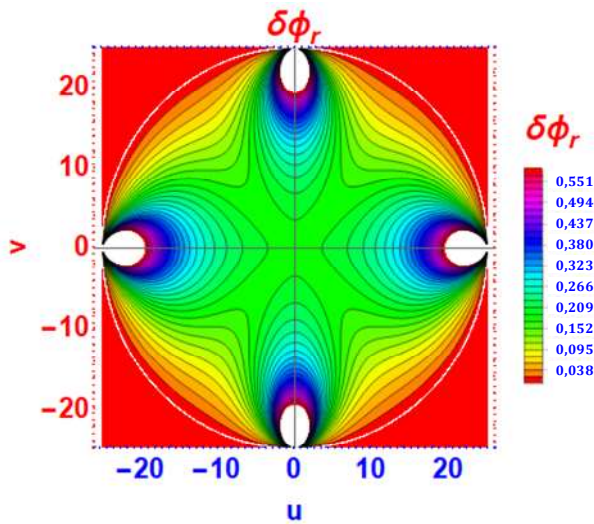
L'onde étant transverse, le  $\delta n$  dépend du point M donné et donc seulement de  $\delta n_\theta$  et de  $\delta n_r$ . Les variations de phases correspondantes dans le repère lié au point M sont données par les **Équations 61** :

$$\begin{aligned} \delta\phi_r &= \frac{2 \cdot \pi \cdot e}{\lambda} \cdot \left[ \frac{(n-1)}{E} \cdot (\sigma_z - \nu \cdot (\sigma_\theta + \sigma_r)) - \frac{n^3}{2} \cdot (q_{//} \cdot \sigma_r + q_\perp \cdot (\sigma_\theta + \sigma_z)) \right] \\ \delta\phi_\theta &= \frac{2 \cdot \pi \cdot e}{\lambda} \cdot \left[ \frac{(n-1)}{E} \cdot (\sigma_z - \nu \cdot (\sigma_\theta + \sigma_r)) - \frac{n^3}{2} \cdot (q_{//} \cdot \sigma_\theta + q_\perp \cdot (\sigma_r + \sigma_z)) \right] \end{aligned} \quad (61)$$

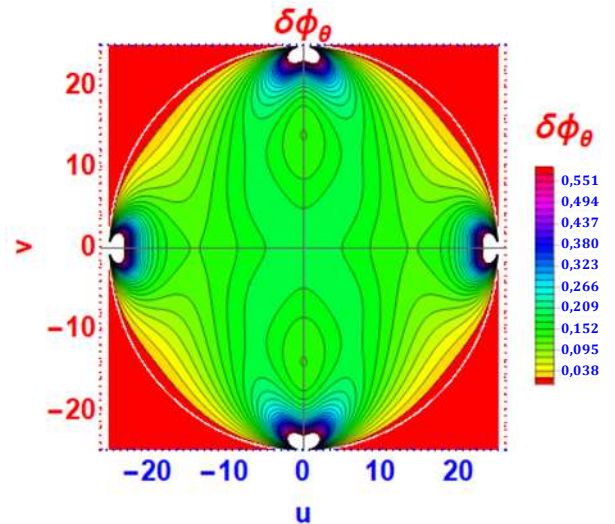
Comme notre disque de silice a une épaisseur  $e$  très inférieure à son diamètre  $D$ , on est dans une géométrie dite "hublot" où les contraintes selon  $z$  sont nulles ( $\sigma_z = 0$ ). Ce qui donne les **Équations 62** :

$$\begin{aligned} \delta\phi_r &= \frac{2 \cdot \pi \cdot e}{\lambda} \cdot \left[ \frac{(1-n)}{E} \cdot \nu \cdot (\sigma_\theta + \sigma_r) - \frac{n^3}{2} \cdot (q_{//} \cdot \sigma_r + q_\perp \cdot \sigma_\theta) \right] \\ \delta\phi_\theta &= \frac{2 \cdot \pi \cdot e}{\lambda} \cdot \left[ \frac{(1-n)}{E} \cdot \nu \cdot (\sigma_\theta + \sigma_r) - \frac{n^3}{2} \cdot (q_{//} \cdot \sigma_\theta + q_\perp \cdot \sigma_r) \right] \end{aligned} \quad (62)$$

Selon la modélisation mécanique et en prenant comme valeurs 73 000 MPa pour  $E$  le module de **Young** de la silice, 0,16 pour  $\nu$  le coefficient de **Poisson** [207], 633 nm pour  $\lambda$  la longueur d'onde de l'**HeNe**, 5 mm pour  $e$  l'épaisseur du disque de silice, 1,45 pour  $n$  l'indice de la silice,  $2,8 \cdot 10^{-6} \text{ Pa}^{-1}$  pour  $q_{//}$  et  $0,58 \cdot 10^{-6} \text{ Pa}^{-1}$  pour  $q_\perp$  [204]. Nous obtenons ces deux cartographies de phase  $\delta\phi_r$  (Cf. **Figure 100**) et  $\delta\phi_\theta$  (Cf. **Figure 101**).

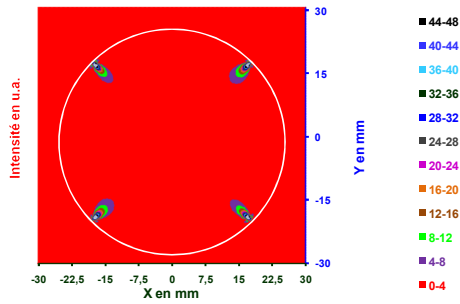


**Figure 100** : Variation de phase radiale

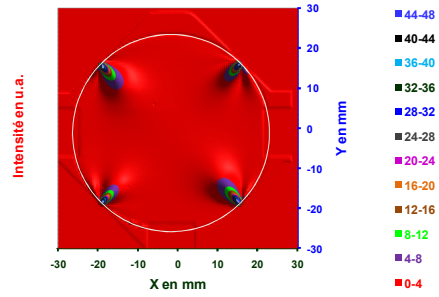


**Figure 101** : Variation de phase orthoradiale

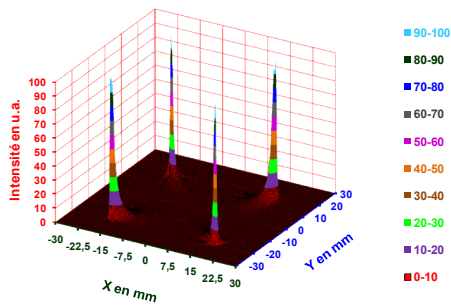
Nous sommes ramenés à un classique problème d'ellipsométrie locale. Les intensités théoriques visualisées sur les **Figure 102** et **Figure 104** sont similaires aux résultats expérimentaux donnés par les **Figure 103** et **Figure 105**.



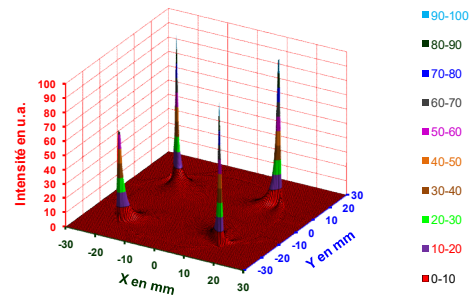
**Figure 102 : Cartographie théorique en 2D en unité arbitraire**



**Figure 103 : Cartographie expérimentale 2D en unité arbitraire**

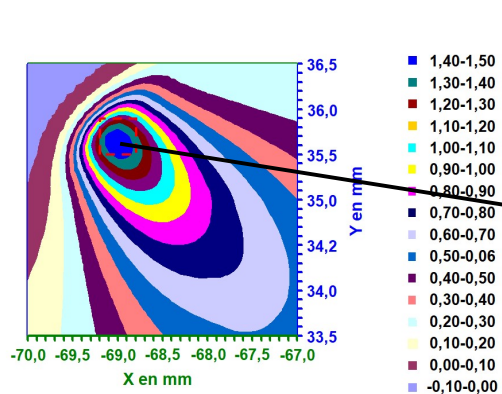


**Figure 104 : Cartographie théorique en 3D en unité arbitraire**

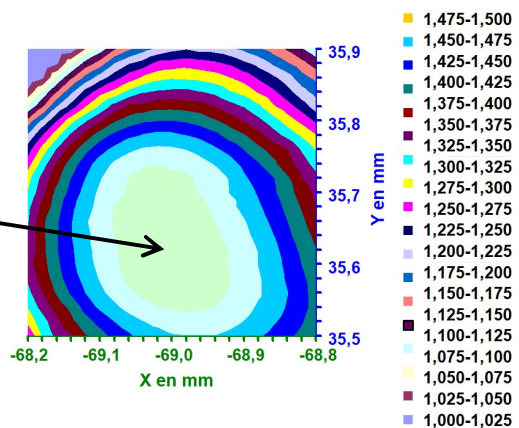


**Figure 105 : Cartographie expérimentale 3D en unité arbitraire**

Les contacts étant linéiques, on utilise les 4 zones proches (secteur 1, 2, 3 et 4) des contacts pour notre étalonnage. Pour un secteur proche d'un contact, on fait une cartographie sur une zone de 3X3 mm<sup>2</sup> avec une charge de 50 N (Cf. **Figure 106**) et une plus précise sur une zone restreinte de 0,4X0,4 mm<sup>2</sup> (Cf. **Figure 107**) afin d'obtenir l'optimum du signal le plus voisin de la réalité.



**Figure 106 : Cartographie du secteur 1 : 3X3 mm<sup>2</sup> au pas de 100 µm**



**Figure 107 : Cartographie du secteur 1 : 0,4X0,4 mm<sup>2</sup> au pas de 20 µm**

Pour l'étalonnage, nous réaliserons l'étude sur ce secteur. Mais avant, nous allons nous intéresser au calcul de la zone de contact afin de pouvoir déterminer convenablement les contraintes appliquées. En effet en fonction de la charge appliquée, la surface de contact va augmenter progressivement et il nous faut estimer cette surface en supposant avoir avec notre support un contact de **Hertz**

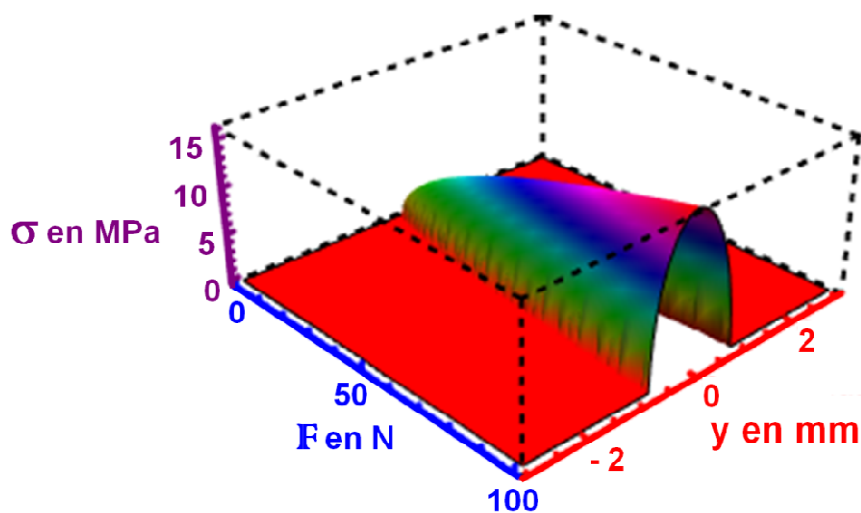
plan/cylindre aux 4 lignes de contact. Le support étant en téflon, donc  $E_{\text{Téflon}} = 800 \text{ MPa}$  et  $\nu_{\text{Téflon}} = 0,46$  [208], en fait un matériau mou par rapport à la silice.

### XI.3.4 Contact de Hertz

La théorie mathématique pour le cas général d'un problème de contact en **3D** a été développée par **Hertz** en 1881 [209] avec les hypothèses suivantes [186] :

- une surface quadratique parfaitement lisse ;
- des matériaux fonctionnant dans leurs domaines élastiques ;
- sans glissement ou friction, les contraintes sont supposées normales aux surfaces en contact ;
- la zone de contact est petite devant les surfaces (rayon de courbure).

Avec ces hypothèses et en suivant le modèle de **Hertz** pour un contact linéique, on calcule la contrainte  $\sigma$  notée aussi  $q(y)$  en fonction de  $F$  (la force ou la charge) et de  $y$  (Cf. **Figure 108**). Les calculs seront détaillés plus amplement en annexe.



*Figure 108 :  $\sigma(y)$  en MPa en fonction de la charge  $F$  en N pour  $e = 5 \text{ mm}$  et  $R = 25 \text{ mm}$*

Mais cette contrainte réelle (Cf. **Figure 108**) étant mesurée à l'aide d'un faisceau **HeNe** ayant un waist de  $160 \mu\text{m}$ , il nous faut en tenir compte en convoluant  $\sigma$  par le faisceau laser.

Les **Figure 109** et **Figure 110** montrent les profils des contraintes en MPa selon  $y$  pour deux valeurs de charge 50 N et 1 N.

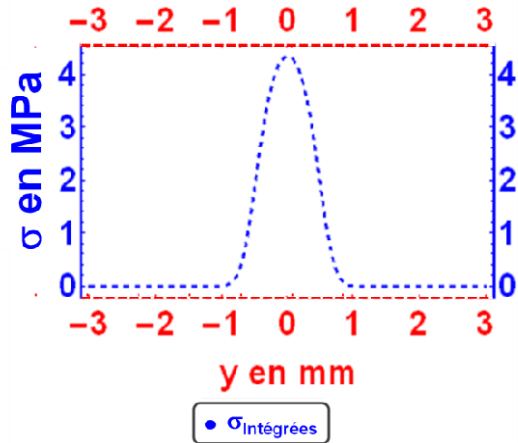


Figure 109 : Contraintes "calculées" selon y pour  $F = 50 \text{ N}$ ,  $e = 5 \text{ mm}$  et  $R = 25 \text{ mm}$

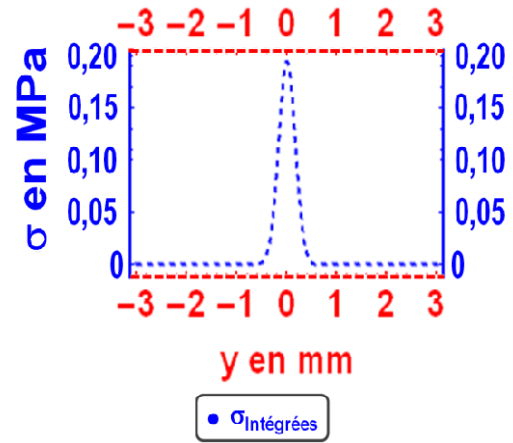


Figure 110 : Contraintes "calculées" selon y pour  $F = 1 \text{ N}$ ,  $e = 5 \text{ mm}$  et  $R = 25 \text{ mm}$

Comme nous nous plaçons au centre pour évaluer la contrainte maximale, on voit sur les Figure 111 et Figure 112, la différence entre la contrainte réelle et la contrainte réellement mesurée qui est fortement différente (plus faible) quand  $F$  est faible.

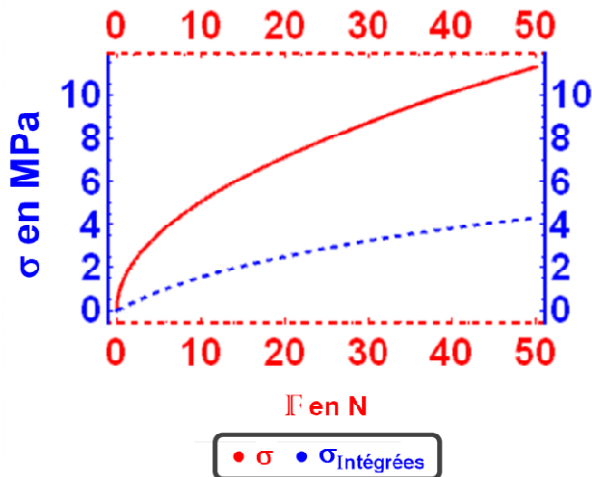


Figure 111 : Contraintes ponctuelles et contraintes intégrées déterminées en fonction de  $F$

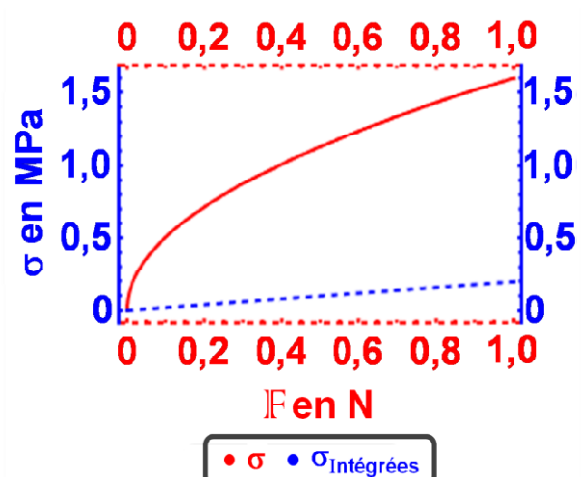
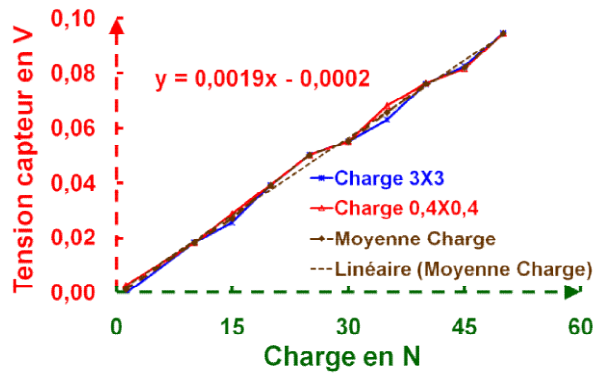


Figure 112 : Zoom entre les contraintes ponctuelles et contraintes intégrées déterminées en fonction de  $F$

### XI.3.5 Etalonnage

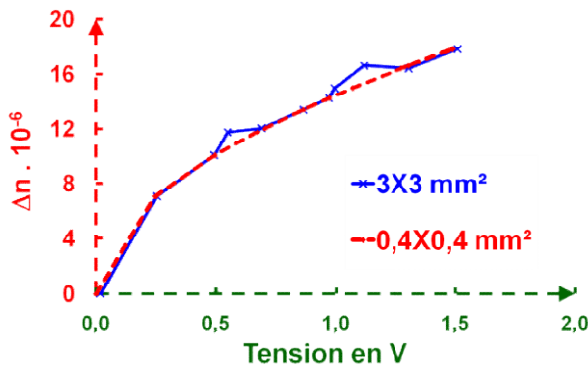
Sur chaque secteur, nous avons réalisé une série de cartographies de  $3 \times 3 \text{ mm}^2$  puis de  $0,4 \times 0,4 \text{ mm}^2$  avec une charge allant de 0 jusqu'à 50 N. La charge est réalisée à partir d'un serrage d'une vis qui appuie sur le capteur de charge directement en contact avec le support. Ce capteur de charge est relié à un oscilloscope TDS 100 qui indiquera les éventuelles dérives de ce capteur. La relation charge/tension en montée et en descente est donnée par la Figure 113, elle n'indique pas d'hystérésis du capteur ni de la silice (domaine élastique) :



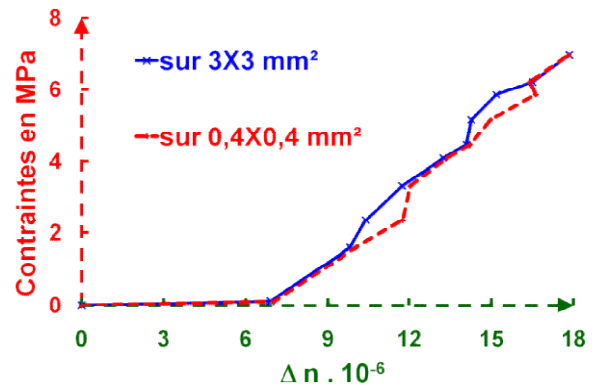


**Figure 113 :**  
Relation entre la tension relevée sur le TDS 100 et la charge appliquée (en N)

Nous avons également vu que la charge dérive très peu dans le temps comme la puissance du laser ce qui permet de nous affranchir de ces fluctuations. La **Figure 114** présente le  $\Delta n$  en fonction des extremums de tensions relevées et la **Figure 115**, la contrainte calculée en fonction de la charge réelle appliquée.



**Figure 114 :**  $\Delta n$  en fonction de la tension mesurée



**Figure 115 :** Contraintes déterminées en fonction de  $\Delta n$

### XI.3.6 Evaluations des contraintes dans les couches d'ormosil

Les couches minces d'**ormosil** réalisées par spin-coating après traitement thermique sont soumises à des contraintes  $\sigma_c$  qui déforment le substrat. En un point  $M$  de l'échantillon, nous avons les contraintes dans la couche mince qui sont équilibrées par la réaction du substrat [168, 210] (Cf. **Équation 63**) :

$$\sigma_c \cdot e_c = \sigma_s \cdot e_s \quad (63)$$

Comme  $e_c \ll e_s$ , on ne mesure par photoélasticimétrie que les contraintes  $\sigma_s$  dans la silice qui détermineront les contraintes dans les couches  $\sigma_c$ . Le facteur d'aspect  $e_c / e_s$  est une difficulté de la méthode.

Chaque substrat et chaque couche sont cartographiés sur une zone de 80X80 mm<sup>2</sup> avec un pas de 1 mm en x et en y entre un polariseur et analyseur faisant un angle de 82° entre eux. Les cartographies sont ensuite traitées pour extraire les 4 points M<sub>i</sub> situés à 20 mm du centre de l'échantillon et qui correspondent à la médiatrice de l'angle entre le polariseur et l'analyseur soit à 45° de l'axe du polariseur (position des points de contact du support échantillon).

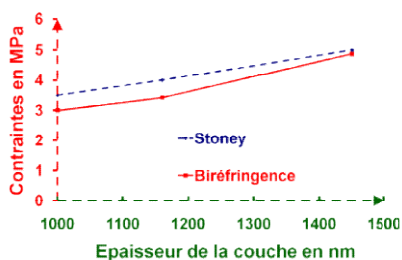
L'intensité de ces points est convertie en variation d'indice Δn<sub>S</sub> par l'Équation 64 :

$$\Delta n = \frac{\lambda}{2 \cdot \pi \cdot e_s} \cdot \sqrt{\frac{2 \cdot \Delta V}{I_0 \cdot l}} \quad (64)$$

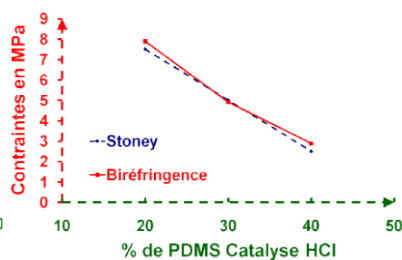
où ΔV est la différence de tensions entre un point M<sub>i</sub> et le point central M<sub>0</sub>, λ est la longueur d'onde soit 633 nm, e<sub>s</sub> est l'épaisseur de l'échantillon, I<sub>0</sub> est la tension maxi donnée par la photodiode quand celle-ci est éclairée par le laser avec le polariseur et l'analyseur parallèle, l est un coefficient dépendant de l'orientation du polariseur et de l'analyseur [9] soit dans notre cas l = 0,48063.

Les variations de Δn trouvées sont traduites en contrainte σ<sub>s</sub> dans la silice et par conséquent en contrainte σ<sub>c</sub> dans la couche. Nous avons avec **François Compoin** comparé nos résultats à des mesures avec le **DEKTAK 8** sur des couches identiques déposées sur un substrat de silicium. Ils se déclinent en 3 conclusions :

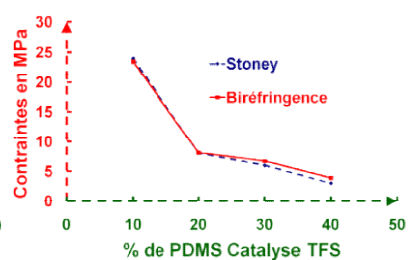
- en fonction de l'épaisseur à même catalyse et même taux de **PDMS** : plus l'épaisseur de la couche est grande plus les contraintes dans celle-ci le sont (Cf. **Figure 116**) ;
- en fonction du taux de **PDMS** pour une catalyse **TFS** (acide triflique) : plus le taux exprimé en pourcentage en poids de **PDMS** est élevé, plus les contraintes dans la couche sont faibles (Cf. **Figure 117**) ;
- en fonction du taux de **PDMS** pour une catalyse **HCl** : plus le taux de **PDMS** est important, plus les contraintes dans la couche sont faibles (Cf. **Figure 118**).



**Figure 116 : Variation des contraintes avec l'épaisseur pour un taux de PDMS de 30 % et une catalyse HCl**



**Figure 117 : Variation des contraintes avec le taux de PDMS avec une catalyse HCl**



**Figure 118 : Variation des contraintes avec le taux de PDMS avec une catalyse TFS**

La comparaison des contraintes entre les catalyses **TFS** et **HCl** tend à montrer que la catalyse **TFS** induit davantage de contraintes dans les couches d'**ormosil** qu'avec des couches réalisées avec une catalyse **HCl**. Malgré la faiblesse des signaux de biréfringence, on observe néanmoins une corrélation avec les mesures faites avec le profilomètre. Les contraintes tendent à diminuer avec le taux de **PDMS** et par conséquent il semble que le module d'élasticité  $\mathfrak{M}_c$  diminue avec le taux en poids de **PDMS** comme pour le matériau massif [200].

## **XII. MESURES DE TENUE AU FLUX ET CONDITIONNEMENT LASER**

Cette partie qui est une parfaite illustration des développements de moyens pour mesurer et comprendre l'endommagement laser des couches et des matériaux optiques avec différents lasers disponibles au cours de ma carrière. Ils ont été menés en partenariat avec différents universitaires dont l'**Institut Fresnel** et avec deux postdoctorants **Anthony Dyan** et **Matthieu Pomiès**. Le travail de **Matthieu Pomiès** sera mis plus en valeur dans la partie expérimentale que je vais décrire.

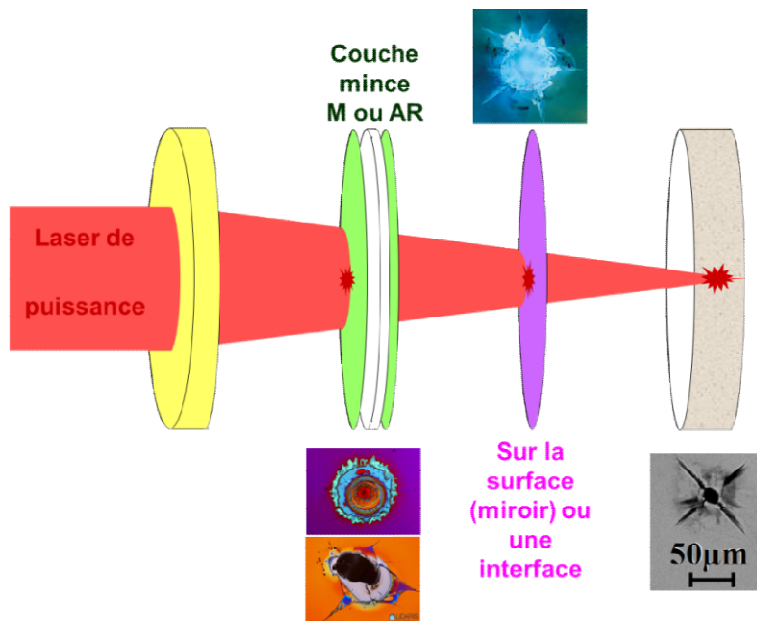
### **XII.1 Introduction**

Le prix des composants optiques dépend exponentiellement de la taille de ceux-ci et il est important qu'ils restent intègres dans le temps pour leurs utilisations. Dès les premiers lasers, il est apparu rapidement des endommagements sur les composants soumis à leur flux. La 1<sup>re</sup> observation a été faite par **Mike Hercher** [211] à l'**Université de Rochester** en 1964. Avec la multiplication des apparitions des endommagements lasers, la communauté scientifique sous l'impulsion d'**Arthur Guenther** et d'**Alex Glass** ont organisé le 1<sup>er</sup> symposium sur l'endommagement laser à **Boulder** situé dans le **Colorado** en 1969 [212]. Les causes de l'endommagement laser sont diverses et variées, elles peuvent être liées :

- à la source laser avec sa puissance ou son énergie, sa longueur d'onde, ses surintensités spatiales et sa durée d'impulsion ;
- à la surface, à l'empilement ou au volume des couches ;
- à des effets linéaires comme l'absorption, les centres colorés, les impuretés ou les défauts intrinsèques ou plus souvent extrinsèques qui sont présents avec des densités volumiques ayant des seuils différents [42] ;
- à la génération d'effets non linéaires dépendant du gap des matériaux (absorption multiphonique, effet **Kerr**, effet **Brillouin** stimulé) ;
- aux contraintes dans l'empilement ;

- aux champs électriques et à l'état de surface du matériau (pores, fissures, rayures, nodules,..) ;
- aux modifications de la réponse spectrale sous le flux laser ;
- à la fatigue du matériau;
- aux pollutions, absorption ou désorption d'eau, d'huiles...

Je résumerai la situation en : un endommagement laser c'est la rencontre entre un point faible du matériau avec une surintensité locale du profil spatial du laser pour ce point (Cf. **Figure 119**).



**Figure 119** : Les différents types d'endommagements lasers avec quelques photos d'endommagement empruntés à la société LIDARIS (Vilnius)

Les conséquences d'un endommagement avant la mise au rebut du composant peuvent être :

- une croissance de celui-ci à chaque tir suivant ;
- une augmentation de la diffusion et une décroissance de la transmission ;
- une déformation du front d'onde ;
- une perturbation de la propagation du faisceau avec une augmentation des surintensités.

Le principe d'une mesure est décrit par la **Figure 120**, on expose un site à une fluence et on évalue si l'intégrité du site est le même après le tir qu'avant celui-ci et on statue selon les critères à notre disposition s'il y a eu endommagement ou pas. En réalisant ceci sur plusieurs sites, on peut tracer une courbe représentant la probabilité d'endommagement qui est définie par l'**Équation 65** comme celle de la **Figure 121** :

$$\text{Probabilité pour 1 fluence donnée} = \frac{\text{Nombre de sites endommagés}}{\text{Nombre de sites testés}} \quad (65)$$

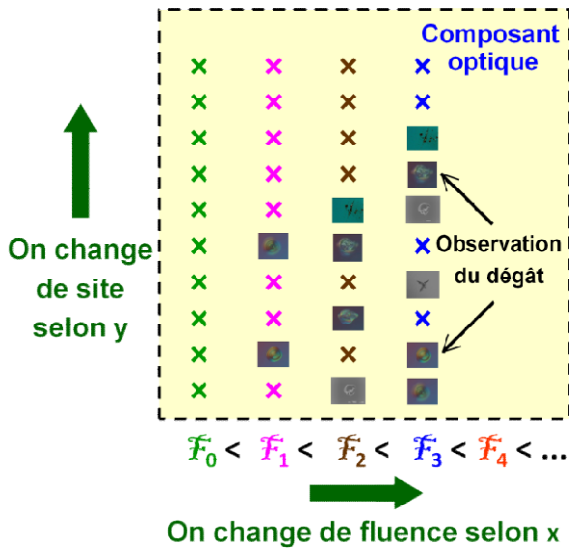


Figure 120 : Procédure de test laser

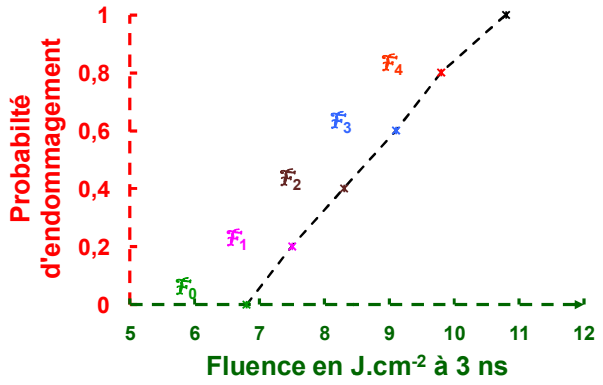


Figure 121 : Courbe de probabilité d'endommagement

Il existe plusieurs tests d'endommagement (1/1, N/1, S/1 et R/1) comme l'illustre la Figure 122.

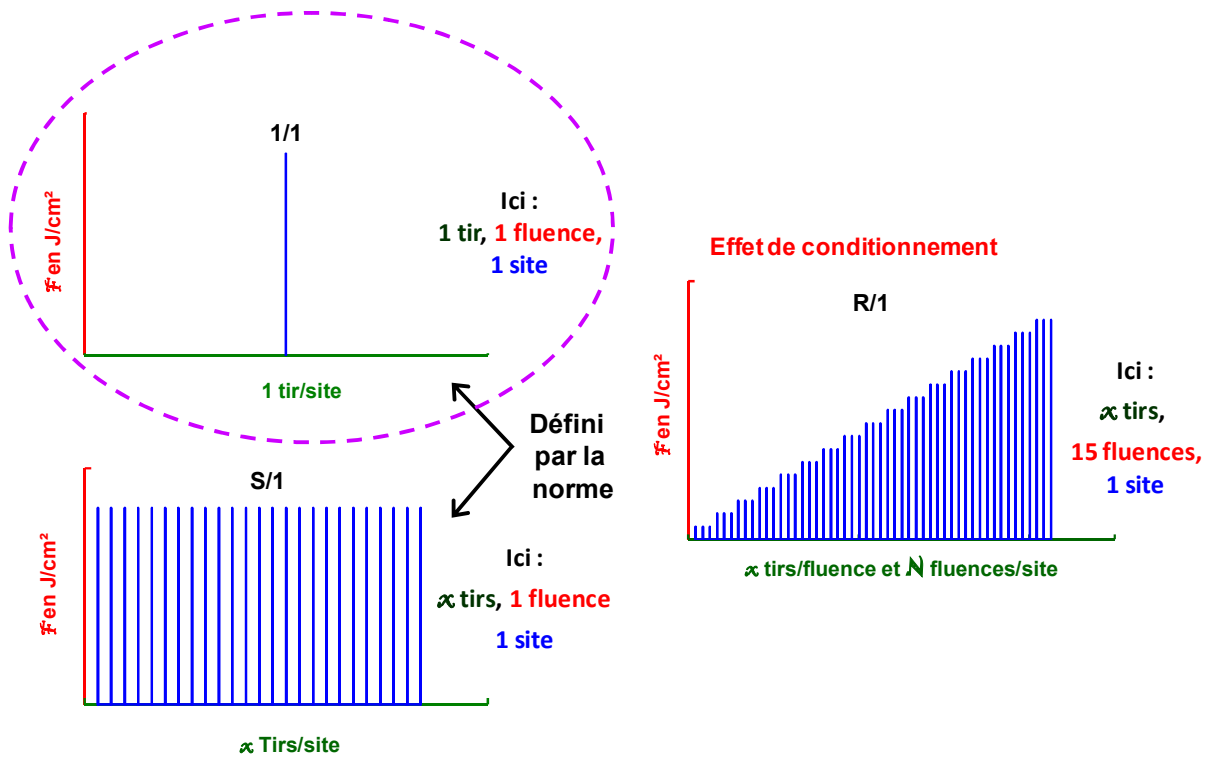


Figure 122 : Les différents types de tests d'endommagement pratiqués par les laboratoires

Le test 1/1 (1 on 1) et le test S/1 (S on 1) correspondent à une norme [213-214] et ces 3 tests ont chacun une réponse qui peut varier d'un test à un autre, comme l'illustre la Figure 123 obtenue sur le même banc avec le même expérimentateur (différence entre un test 1/1 et un test R/1) et la Figure 183 (différence entre un test S/1 et un test R/1).

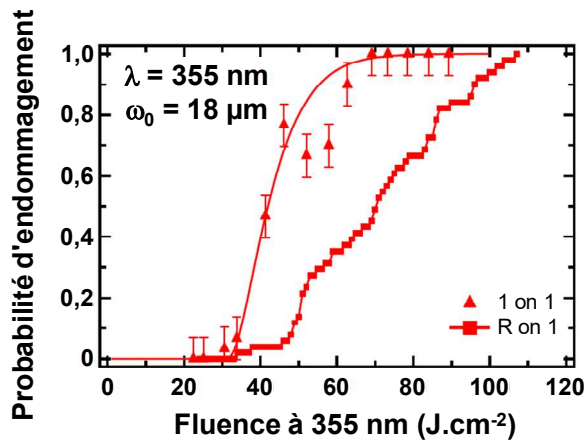


Figure 123 : Différence de probabilités d'endommagement selon le type de test 1 on 1 ou R on 1 [98]

Les tests **R/1 (R on 1)** dépendent des caractéristiques des lasers par leurs longueurs d'onde, leurs fréquence de répétition, leurs largeur de pulse et du nombre de tirs de chaque salve, ils sont à proscrire si on souhaite faire une intercomparaison. Mais il en est de même pour les autres tests aujourd'hui, les remarques que fait **Martin Stickley** [212] sur les motivations de créer la conférence Boulder "laser damage" étaient que les expérimentateurs affichaient des valeurs différentes du seuil de tenue au flux et qu'il fallait se réunir pour en discuter et en trouver les causes. Malgré les années, c'est toujours vrai de nos jours comme l'illustre la campagne d'intercomparaison entre 4 laboratoires mondialement réputés dans la mesure de l'endommagement sur des miroirs (Cf. **Figure 124**) et des antireflets (Cf. **Figure 125**) organisée par l'ESA en 2013 [215].

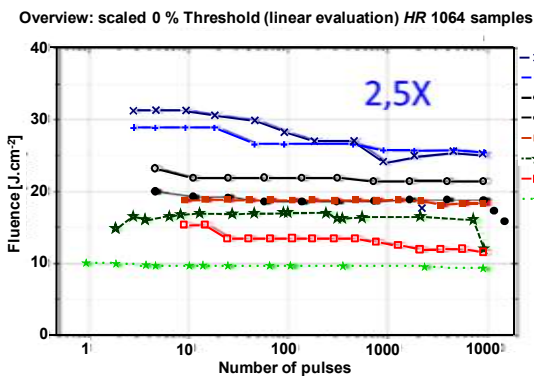


Figure 124 : Résultats sur les miroirs à 1064 nm de l'intercomparaison de l'ESA

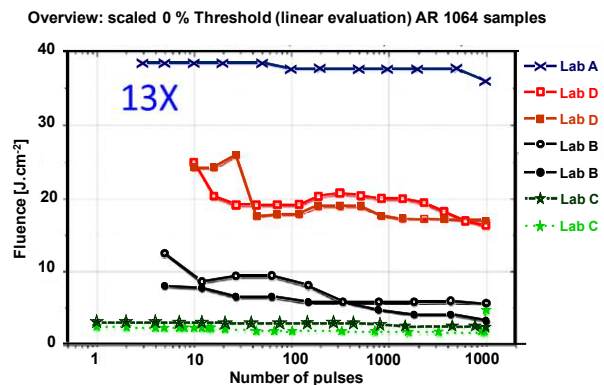


Figure 125 : Résultats sur les AR à 1064 nm de l'intercomparaison de l'ESA

Il est encore difficile de comparer des seuils entre différents bancs, je donnerai ci-après des tendances ou des raisons, mais rien à ce jour ne fait consensus dans la communauté de l'endommagement. Et c'est ce que nous avons constaté en 1989 sur le premier pré-pilote **HFRA** de **SILVA**, les miroirs que nous avons en  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$  bien que testés avec un banc de tenue au flux avec des seuils supérieurs à plus de  $50 \text{ kW.cm}^{-2}$ , ils n'ont pas supporté les quelques kilowatts des faisceaux colorants auxquels ils étaient soumis. La conclusion évidente était que le 1<sup>er</sup> banc conçu utilisait un faisceau de faible puissance (peu de thermique) et donc il n'irradiait qu'une petite zone du miroir (peu

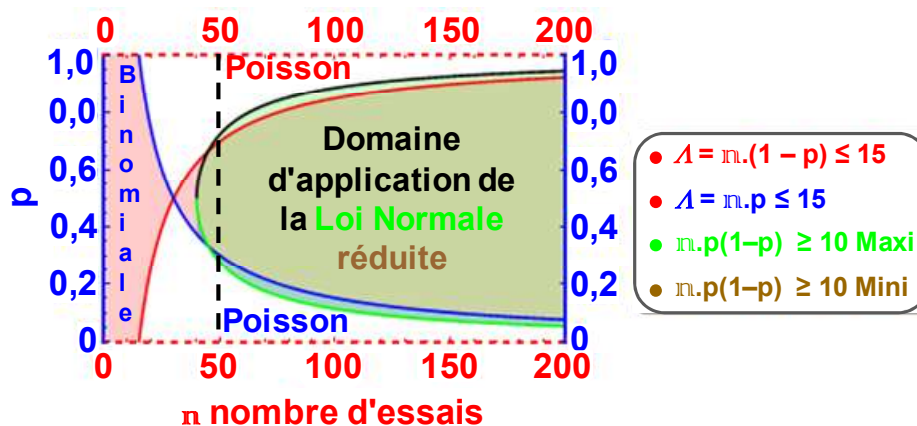
de défauts), il fallait utiliser des faisceaux lasers plus puissants. Ce sujet reste d'actualité, comment être le plus représentatif pour tester des composants qui se retrouveront sur le **LMJ** par exemple ?

## XII.2 Erreur statistique et intervalle de confiance lors des mesures d'endommagement

Cette étude a été réalisée avec **Matthieu Pomiès** afin d'estimer les erreurs expérimentales des mesures d'endommagement. Si le faisceau n'est pas trop focalisé et le matériau homogène ( $\mathcal{N}(x, y, z) = \mathcal{N}$ ), la courbe d'endommagement théorique est un créneau avec un seuil d'endommagement  $\mathcal{F}_0$ . Cette courbe théorique est affectée par :

- L'instabilité du laser (essentiellement  $\Delta \mathcal{F}$  et  $\Delta \tau_L$ ) c'est-à-dire l'instabilité de la répartition spatiale et temporelle de l'énergie d'un tir à l'autre ;
- L'hétérogénéité du matériau étudié (défauts de natures différentes et/ou répartis non uniformément) ;
- Le type de test avec des effets de conditionnement ou de dégradations du matériau si on travaille en mode S/1.

Si le faisceau est très focalisé (cette notion dépend de la densité de défauts), une erreur statistique liée au nombre de sites testés par fluence mesurée est introduite. En effet, la variable aléatoire  $p$  associée au résultat d'un test d'endommagement ne peut prendre que 2 valeurs  $X_i = 0$  s'il n'y a pas d'endommagement ou  $X_i = 1$  en cas d'endommagement et donc répond à la loi de **Bernoulli** ou loi binomiale avec une probabilité d'endommagement estimée  $p = \frac{k}{n}$ , correspondant au nombre de dégâts  $k$  occasionnés lors de  $n$  sites exposés au même flux laser. L'intervalle de confiance à  $\alpha_{\text{Proba}}$  de cette probabilité peut être estimé en utilisant la loi binomiale ou ses approximations. Elles sont si  $n \geq 50$ , la loi normale si  $n \cdot p \cdot (1 - p) \geq 10$  ou la loi de **Poisson** si  $\lambda = n \cdot p$  ou  $n \cdot (1 - p) \leq 15$  [216] conformément à la **Figure 126** (les défauts sont supposés indépendants entre eux).



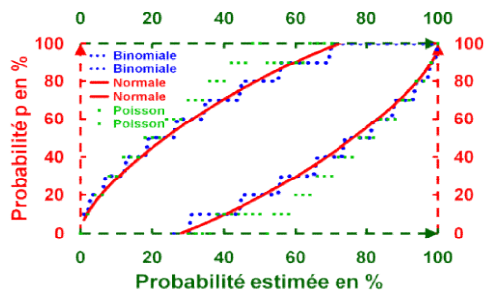
**Figure 126 :**  
**Domaine**  
**d'utilisation**  
**possible des lois**  
**Normale et de**  
**Poisson en**  
**fonction du**  
**nombre de sites**  
**exposés par**  
**rapport à la loi**  
**binomiale**

Comme généralement le nombre de tests par fluence est inférieur à 50, on doit employer la loi binomiale. La loi de Poisson est parfois appliquée, bien qu'elle soit réservée au cas des faibles probabilités d'endommagement ( $p$  petit) ou au cas de fortes probabilités d'endommagement ( $(1 - p = q)$  petit). En statistique l'intervalle de confiance  $\alpha_{proba}$  est généralement pris à 0,95, ce qui permet de calculer les probabilités cumulées  $p_1$  (courbes inférieures) et  $p_2$  (courbes supérieures) qui sont données par les **Figures 127** qui regroupent les trois équations dans le cas où  $n$  est égal à 10, 50 et 300 sites par fluence :

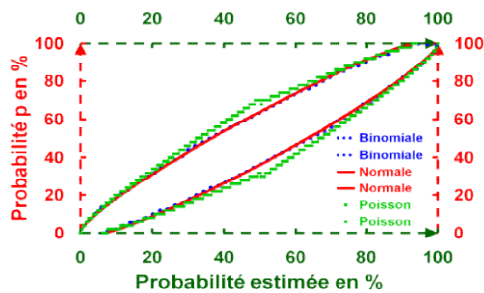
$$\text{Loi Binomiale } \sum_{m=0}^k C_n^m \cdot p_1^m \cdot (1-p_1)^{n-m} = \frac{\alpha_{proba}}{2} \text{ et } \sum_{m=0}^k C_n^m \cdot p_2^m \cdot (1-p_2)^{n-m} = \frac{\alpha_{proba}}{2} \quad \text{Équations 66}$$

$$\text{Loi Normale } -1,96 \leq \frac{\frac{k}{n} - p}{\sqrt{\frac{(1-p) \cdot p}{n}}} \leq 1,96 \quad \text{et} \quad -1,96 \leq \frac{\frac{k}{n} - p}{\sqrt{\frac{(1-p) \cdot p}{n}}} \leq 1,96 \quad \text{Équations 67}$$

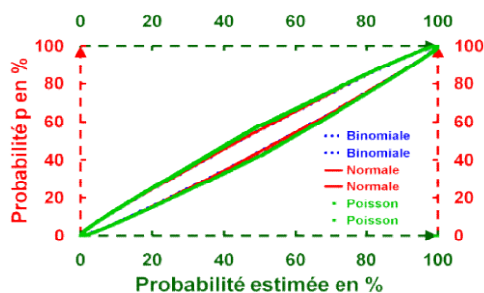
$$\text{Loi de Poisson } \sum_{k < k_1} \frac{e^{-n \cdot p_1} \cdot (n \cdot p_1)^k}{k!} \leq \frac{\alpha_{proba}}{2} \quad \text{et} \quad \sum_{k \geq k_2} \frac{e^{-n \cdot p_2} \cdot (n \cdot p_2)^k}{k!} \geq \frac{\alpha_{proba}}{2} \quad \text{Équations 68}$$



Pour 10 tests



Pour 50 tests

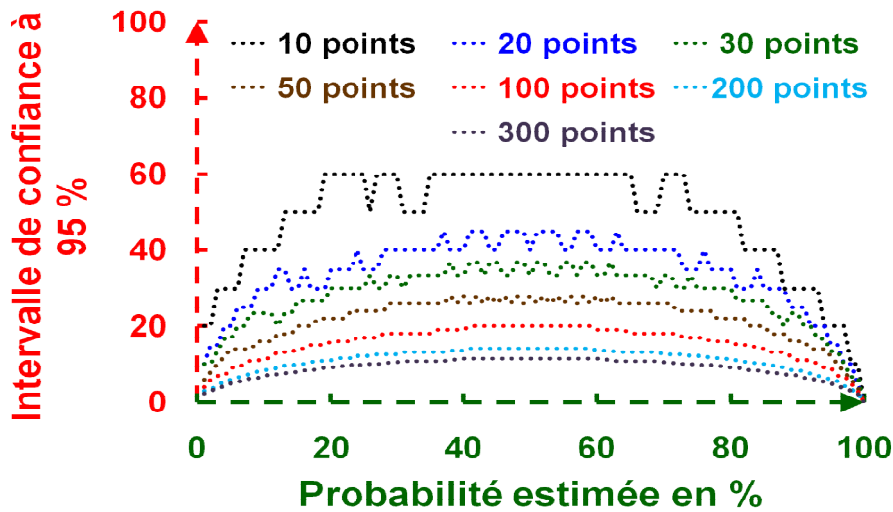


Pour 300 tests

**Figures 127 : Calcul de  $p_1$  et  $p_2$  selon 3 nombres de sites par fluence  $n = 10, 50$  et  $300$  pour les trois lois statistiques (Binomiale, Normale et Poisson)**

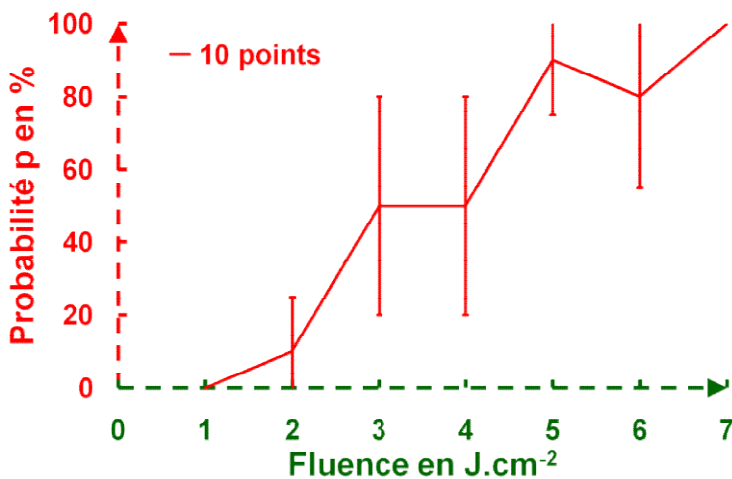


Selon le nombre de sites, l'intervalle de confiance est donné par  $p_2 - p_1$ . Il est tracé en **Figure 128** pour la loi binomiale pour différentes valeurs de  $n$ , le nombre de sites par fluence.



**Figure 128 :**  
Intervalle de confiance de la loi binomiale selon  $n$  le nombre d'essais réalisés

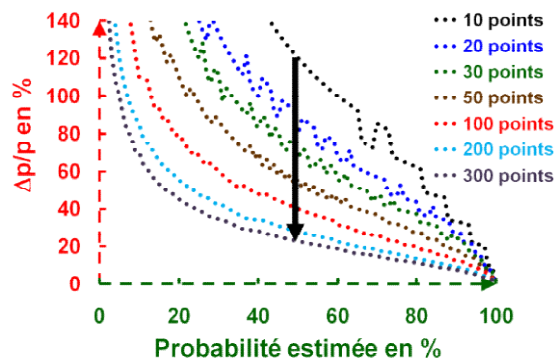
Suivant la **Figure 128**, l'incertitude d'une mesure de tenue au flux est maximale quand la probabilité d'endommagement est voisine de 0,5. Elle est importante, 60 % pour 10 sites explorés, mais elle se réduit quand  $n$  augmente. Si on reporte les valeurs précédentes sur une courbe d'endommagement expérimentale effectuée avec  $n = 10$  sites testés par fluence, on trace la **Figure 129**.



**Figure 129 :** Exemple de courbe expérimentale  $p(\mathcal{F})$  avec  $n = 10$ . On a reporté les intervalles de confiance à 95 % pour chacun des points de mesures

Dans ce cas, l'incertitude est relativement élevée et le faible nombre de points  $n$  par site est susceptible d'expliquer à lui seul la forme en dents de scie de la courbe de la **Figure 129**, même si en pratique l'hétérogénéité du matériau intervient également.

On peut également tracer l'erreur relative maximale pour un intervalle de confiance donné. Les courbes de la **Figure 130** ont été tracées en utilisant un intervalle de confiance de 95 %. L'incertitude relative sur les faibles valeurs de  $p$  est très mauvaise même si elle s'améliore avec le nombre de tirs.



**Figure 130 : Erreur relative sur la mesure de p (intervalle de confiance 95 %) avec une loi binomiale**

Dans le **Tableau 19**, on donne l'erreur absolue maximale en fonction du nombre de tirs (valeurs calculées à partir de la **Figure 128**). Cette erreur suit une loi en  $1/n^2$  et une incertitude absolue inférieure à +/- 10 % sur tout l'intervalle de mesure [ $0 < k/n < 1$ ] nécessite de travailler avec  $n > 100$ , ce qui est rarement pratiqué pour des questions de temps, surface disponible...

**Tableau 19 : Ecart absolu maximal ( $\Delta p$ ) calculé pour un intervalle de confiance à 95 %**

n	Ecart absolu maximal (%)
10	30 %
20	22,5 %
30	18,3 %
50	13 %
100	10 %
200	7 %
300	5,6 %

### **XII.3 Diagnostic de l'endommagement**

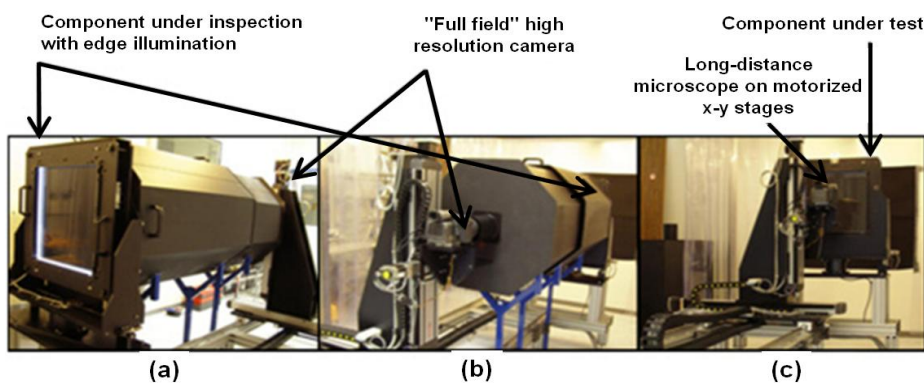
Un des problèmes principaux de l'endommagement laser est le critère adopté pour considérer qu'un défaut est apparu après une irradiation laser et à partir de quelle taille et ceci est d'autant plus délicat que l'on est proche du seuil d'endommagement. Deux écoles pour cela, ceux qui comme moi emploient un diagnostic in-situ, et ceux qui utilisent un diagnostic post-mortem qui parfois permet de valider le diagnostic in-situ. A ceci s'ajoute parfois le critère subjectif de l'observateur et la variation des paramètres d'observation. Personnellement je préfère supprimer le critère humain en fixant des critères automatiques à partir de seuils fixés préalablement. Les zones d'observation ont selon le cas un éclairage constant ou linéaire mais clairement défini car en fonction du type et de la forme de l'éclairage et du grandissement du microscope utilisé, les résultats peuvent varier. Un défaut de 100  $\mu\text{m}$  est plus facilement détectable qu'un défaut de 10  $\mu\text{m}$ .

Les moyens in-situ employés peuvent être :

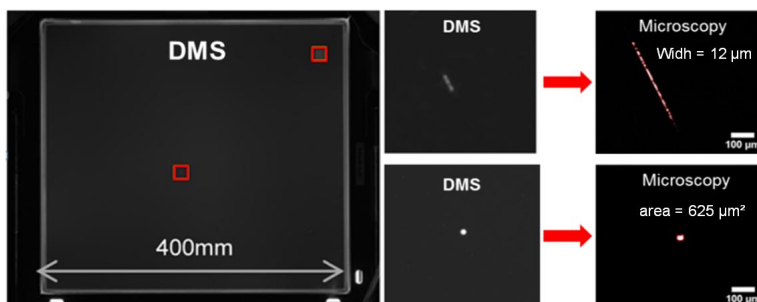
- La détection d'un plasma [125] ;
- La détection sonore lors de l'endommagement [218] ;
- La diffusion ;
- L'imagerie associée à un traitement d'images [27].

La diffusion et le traitement d'images peuvent être utilisés soit avec le laser pompe soit avec un laser sonde avec un montage de strioscopie ou non.

Les moyens post-mortem sont soit des observations visuelles avec un éclairage extérieur, soit des systèmes utilisant des binoculaires, des microscopes, des **MEB**, des **AFM**... avec lesquels on balaye la zone de tests définie par des impacts volontaires ou avec un gros appareil photographique. Bien que moins précis que les microscopes, les appareils photographiques avec la capacité de leurs capteurs de plus en plus grande allant maintenant jusqu'à 250 MPixels sur une surface de 29,2X20,2 mm<sup>2</sup> peuvent être utilisés pour un contrôle industriel qui se doit d'être rapide. Ce type d'appareil nommé **DMS (Damage Mapping Système)** permettrait le contrôle d'un miroir **LMJ** de 400X400 mm<sup>2</sup> avec une résolution 75X75 µm<sup>2</sup> (3 pixels) au-lieu des 300X300 µm<sup>2</sup> donnés avec 16 MPixels [219]. Pour avoir un éclairage des défauts le plus homogène possible, le composant est éclairé par la tranche par plusieurs séries de diodes. La **Photo 29** illustre une installation **DMS** et la **Figure 131** démontre un exemple de détection.



**Photo 29 :**  
Installation DMS du  
CEA/Cesta

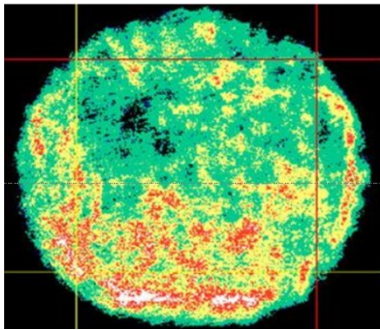


**Figure 131 :** Exemple  
d'informations obtenues avec un  
DMS<sup>1</sup> qui sont confirmées ensuite  
par une observation plus précise au  
microscope

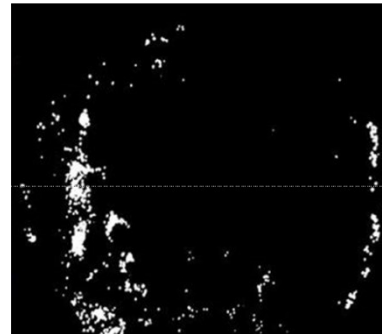
<sup>1</sup> "Large optics metrology for high-power lasers," S. Bouillet et al, *J. Opt. Soc. Am* 36 (11) 2019.

## XII.4 Détermination de la fluence d'endommagement

Un endommagement laser d'un composant optique correspond à la rencontre locale d'une fluence avec un point faible de celui-ci, mais cette fluence locale peut varier fortement d'un point à un autre de la surface du faisceau d'irradiation. Seule une mesure avec un faisceau laser suffisamment grand permettrait d'associer la fluence d'endommagement laser (Cf. **Figure 132**) au résultat de l'endommagement (Cf. **Photo 30**) [220]. Quand on compare ces deux figures, on observe que les zones qui ont cédé au flux ne sont pas obligatoirement celles qui ont reçu la fluence la plus importante.



**Figure 132 : Cartographie de fluences avec un faisceau laser de 16 mm de diamètre**



**Photo 30 : Photographie des endommagements lasers produits par le faisceau correspondant à la Figure 132**

Généralement, on travaille avec des faisceaux lasers de quelques centaines de microns, ce qui rend difficile cette association, on prend alors la valeur de la fluence maximale  $\mathcal{F}_{\max}$  du faisceau responsable de l'endommagement ayant une énergie par impulsion  $\mathcal{E}$  qui répond à l'Équation 69 comme la valeur de fluence d'endommagement [26], bien que **cette valeur n'est peut-être pas celle responsable de l'endommagement** (Cf. **Figure 132** et **Photo 30**).

$$\mathcal{F}_{\max} = \frac{\mathcal{E} \cdot n_{\max}}{\sum_i \sum_j n_{i,j}} \quad (69)$$

La somme des  $n_{i,j}$  est calculée après soustraction d'une image de fond (sans faisceau laser). Souvent les faisceaux lasers ont une extension spatiale relativement importante et j'ai coutume d'appliquer une technique de superposition d'images saturées et non saturées que j'ai détaillée dans la référence [5]. Les images saturées et non saturées sont obtenues soit avant l'ajout ou la soustraction d'une densité optique connue, soit par l'augmentation ou la diminution du gain ou du shutter de la caméra.

Si le faisceau est "top hat" (Cf. **Figure 133**), la fluence d'endommagement est parfois calculée dans la littérature avec des largeurs à mi-hauteur (Cf. **Figure 134** et **Figure 135**). La notion de "top hat" reste cependant relative, le sommet du plateau reste néanmoins un peu chahuté...

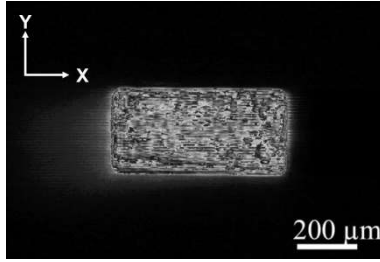


Figure 133 : Profil d'un faisceau "top hat" excimère [20]

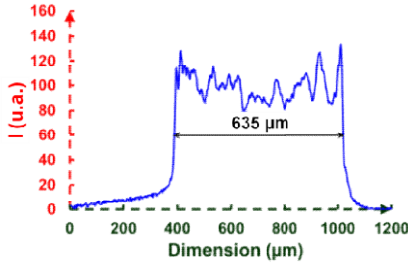


Figure 134 : Profil d'un faisceau "top hat" excimère en horizontale

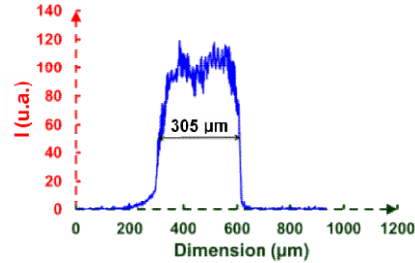


Figure 135 : Profil d'un faisceau "top hat" excimère en verticale

La difficulté de mesurer le profil spatial est de positionner une caméra ou un analyseur de profil à la position équivalente au composant testé. Ceci est d'autant plus difficile que le faisceau laser est peu ouvert car l'incertitude de pointé  $\Delta z$  correspond à l'Équation 70 :

$$\Delta z = 2 \cdot a \cdot p \cdot \frac{f}{D} = 2 \cdot a \cdot p \cdot N \quad (70)$$

Où  $p$  est la largeur du pixel,  $a$  est un coefficient,  $f$  est la focale,  $D$  est le diamètre du faisceau,  $N$  est le nombre d'ouverture ( $N = f/D$ ).

Si le faisceau fait  $D = 8$  mm, la focale 4000 mm ( $N = 500$ ), la largeur du pixel  $6 \mu\text{m}$  et si l'on prend un coefficient  $a$  de 3, l'incertitude de pointé serait de 18 mm soit une incertitude maximale sur la taille de l'image de  $36 \mu\text{m}$ , donnant une imprécision sur la surface d'un faisceau de  $1 \text{ mm}^2$  de 6,5 %.

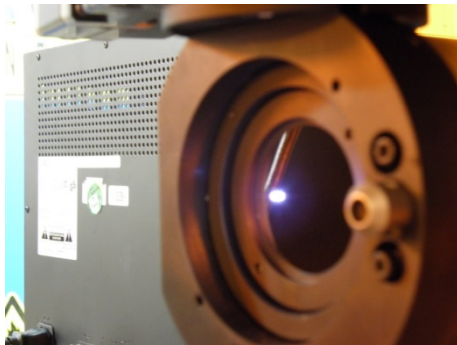
Souvent, on calcule la distance de Rayleigh  $z_R$  qui correspond à la distance sur laquelle la surface du faisceau reste inférieure ou égale à 2 fois sa surface minimale, elle est définie par l'Équation 71, où  $\mathcal{M}^2 = 1$  est le facteur de qualité du faisceau gaussien :

$$z_R = \frac{\pi \cdot \omega_0^2}{\mathcal{M}^2 \cdot \lambda} \text{ avec } \mathcal{M}^2 = \frac{\theta_{\text{réel}}}{\theta_{\text{Gaussien}}} \text{ et } \theta_{\text{Gaussien}} = \frac{\lambda}{\pi \cdot \omega_0} \quad (71)$$

Cette distance est réduite avec l'augmentation du  $\mathcal{M}^2$ , de la longueur d'onde et la réduction de la taille du waist  $\omega_0$  (le  $\mathcal{M}^2$  tend à augmenter avec le doublement ou triplement de fréquence) mais reste très supérieure à notre incertitude de pointé. En effet, pour une dimension image de  $2 \omega_0 = 1$  mm à 1064 nm on trouve  $z_R = 0,74$  m ( $\mathcal{M}^2 = 1$ ) et  $z_R = 2,21$  m à 355 nm. Comme le rayon  $\omega(z)$  et la surface du faisceau  $S(z)$  varient selon les Équations 72 :

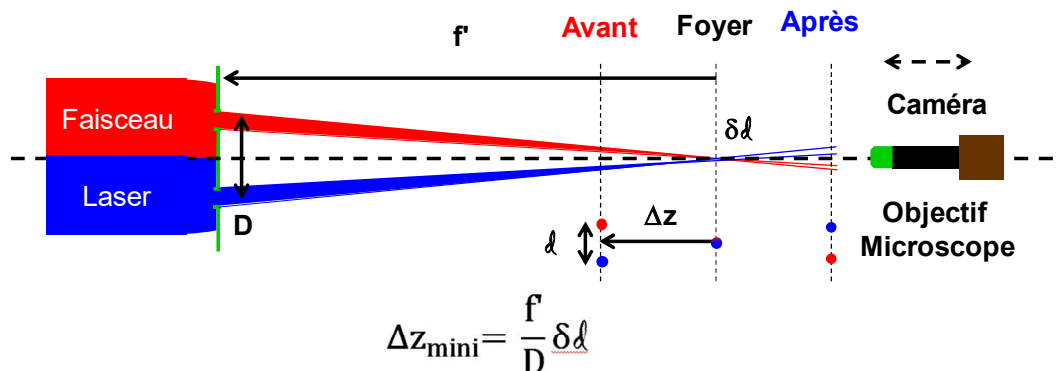
$$\omega(z)^2 = \omega_0^2 \cdot \left(1 + \left(\frac{z}{z_R}\right)^2\right) = \omega_0^2 \cdot \left(1 + \left(\frac{\mathcal{M}^2 \cdot \lambda \cdot z}{\pi \cdot \omega_0^2}\right)^2\right) \Rightarrow \frac{\mathcal{S}(z)}{\mathcal{S}_0} = \frac{\omega(z)^2}{\omega_0^2} = 1 + \left(\frac{z}{z_R}\right)^2 \quad (72)$$

Une variation de 1 % de la surface  $\mathcal{S}(z)$  est induite par un déplacement de 10 % de la distance de Rayleigh par rapport à la position optimale induit soit de 74 mm à 1064 nm et 221 mm à 355 nm. Ceci serait confortable si le  $\mathcal{M}^2$  était égal à 1, et si on connaissait la focale de la lentille utilisée avec une bonne incertitude. Mais celle-ci est souvent une grande focale pour obtenir une dimension d'image suffisante afin d'éviter les plasmas dans l'air (**Photo 31**), et ce qui est en particulier le cas dans les installations **YAG** que j'ai conçues.



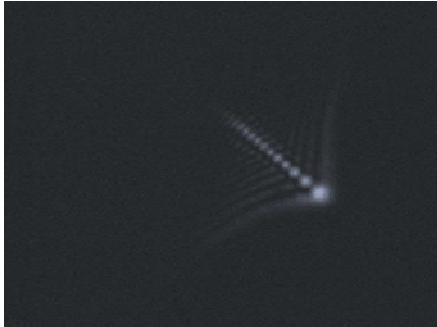
**Photo 31 : Plasma généré dans l'air lors du réglage de la tache image de l'installation d'endommagement Mistral**

En effet, nous avons été amenés faute de place dans mon local laser (destiné initialement à un excimère) à utiliser des téléobjectifs. Comme nous ne savons pas précisément où est le foyer d'un téléobjectif grande focale, nous utilisons la technique du focaultage pour déterminer le point focal avec un faisceau le plus possible expansé au niveau de la dernière lentille. La **Figure 136** illustre la technique que nous appliquons pour positionner correctement le plan focal sur le composant à tester afin d'obtenir la répartition spatiale de l'éclairement en transportant la caméra avec son objectif de microscope, servant de viseur à frontale fixe, de la voie endommagement à la voie acquisition. L'avantage d'employer un viseur à frontale fixe permet d'adapter l'image du faisceau aux dimensions du capteur **CCD** de la caméra, en général un facteur voisin de 3 entre la surface du capteur et la surface du faisceau est utilisé.



**Figure 136 : Schéma de principe du focaultage**

Dans le cas de laser **YAG**  $2\omega$  ou  $3\omega$ , il y a des résidus de  $1\omega$  voire de  $2\omega$  qui restent dans le faisceau car bien qu'ils soient non réfléchis par les miroirs  $2\omega$  ou  $3\omega$ . Ils sont très bien réfléchis par la face arrière des miroirs si ceux-ci travaillent en incidence à  $45^\circ$  et que leur face ne soit pas dépolie. La **Photo 32** illustre ce cas, où on voit une multitude de réflexions parasites liées à la face arrière du miroir.

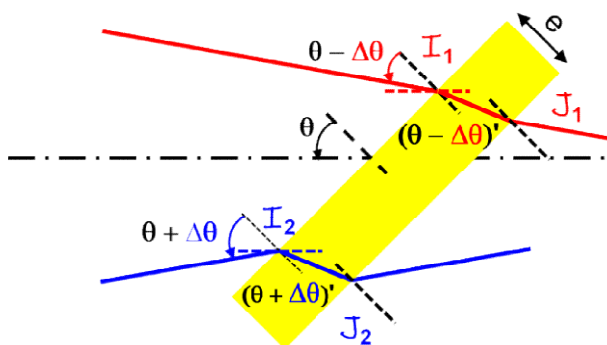


**Photo 32 : Imageries parasites liées aux réflexions de la face arrière polie du miroir utilisé**

Ce cas a été rencontré lors d'un léger dérèglement du doubleur et du tripleur du laser **Mistral** lors de la thèse de **Jérémy Avice**. Nous nous sommes affranchis de ce problème en réglant les cristaux mais surtout en ajoutant un traitement antireflet sol-gel à 532 nm sur toutes les faces arrière de nos miroirs. Ce surplus d'énergie sur la voie imagerie lié à un résidu non converti n'est souvent pas identifié sur certain banc d'endommagement.

Enfin, sur tous mes bancs **YAG**, nous compensons l'astigmatisme généré lors du prélèvement fait derrière un miroir qui travaille en faisceau convergent (d'angle  $\Delta\theta$ ). Comme on peut le distinguer sur la **Figure 137**, les chemins pris par les faisceaux ne sont pas équivalents  $I_1J_1 \neq I_2J_2$  et ceci introduit une légère déformation de la tache focale. Le chemin  $I_{1,2}J_{1,2}$  est donné par l'**Équation 73** :

$$I_{1,2}J_{1,2} = \frac{e}{\cos \left[ \text{Arcsin} \left( \frac{\sin(\theta \pm \Delta\theta)}{n} \right) \right]} \quad \text{avec } \theta = \frac{\pi}{4} \quad (73)$$



**Figure 137 : Génération d'astigmatisme lors de la traversée d'une lame parallèle d'épaisseur e par un faisceau convergent**

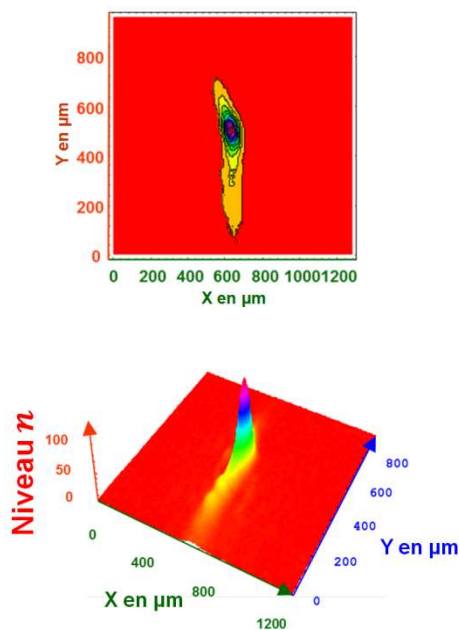
Cet astigmatisme est rarement compensé dans les bancs d'endommagement usuels.

L'image (en **2D** et **3D**) que nous avons obtenue avec **Jérémy Avice** avec la caméra de prélèvement (Cf. **Figure 138**) correspond à la forme de l'impact laser fait sur une couche de chrome

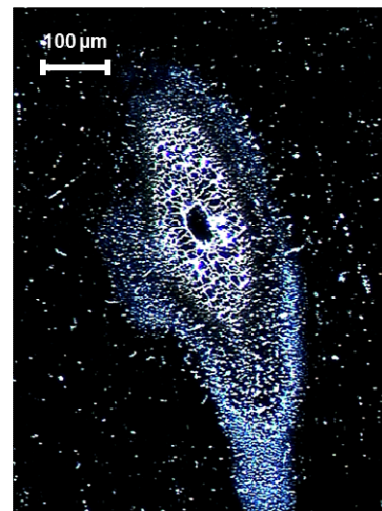
mis dans le porte échantillon de **Mistral** (Cf. **Photo 33**). Pour **Mistral**, les dimensions de la tache laser sont données dans le **Tableau 20**.

**Tableau 20 : Dimensions du rayon de la tache laser de Mistral**

Rayon	Dimension en $\mu\text{m}$
$R_{\text{equiv}}$	72
$R_{1/2}$	46
$R_{1/\epsilon}$	57
$R_{1/\epsilon^2}$	104



**Figure 138 : Image 2D et 3D du faisceau de Mistral sur la caméra de prélèvement**



**Photo 33 : Impact du laser Mistral sur une couche de chrome placée préalablement dans le support échantillon du banc**

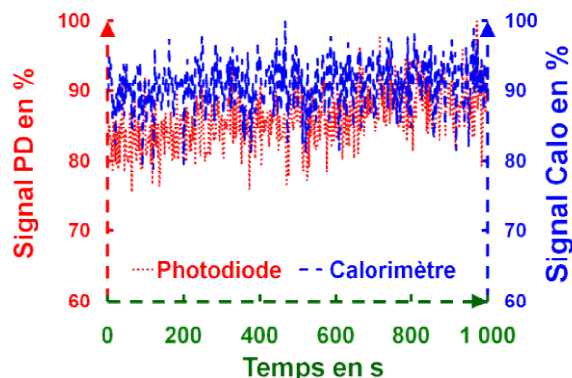
## **XII.5 Fluctuation des faisceaux**

Lorsque l'on fait des expériences d'endommagement, on utilise des faisceaux qui sont ni stables spatialement, ni temporellement du fait de l'existence de plusieurs modes longitudinaux et transverses qu'ils véhiculent. Ceci induit des fluctuations spatiales et temporelles qui sont d'autant plus visibles lorsque les lasers sont doublés ou triplés. Par exemple pour **Mistral** que l'on a utilisé avec **Jérémy Avice**, nous avons enregistré :

- La fluctuation de l'énergie donnée par une photodiode et de la puissance dans le temps (Cf. **Figure 139**) ;

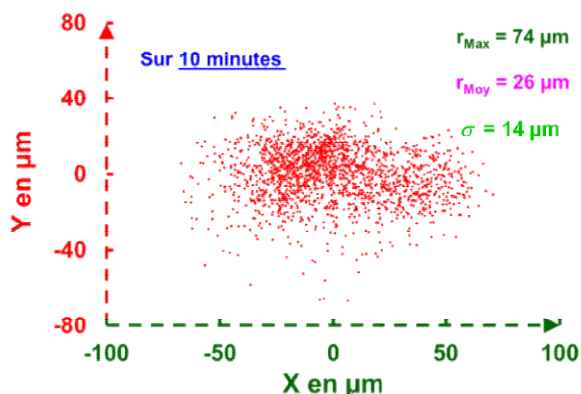


- La fluctuation du centre de gravité de la tache laser sur 10 minutes (Cf. **Figure 140**) ;
- La fluctuation du volume de la tache laser et de son maximum (Cf. **Figure 141**) ;
- Le profil de montée du calorimètre pour différentes énergies afin de déterminer son temps de montée (Cf. **Figure 142**).



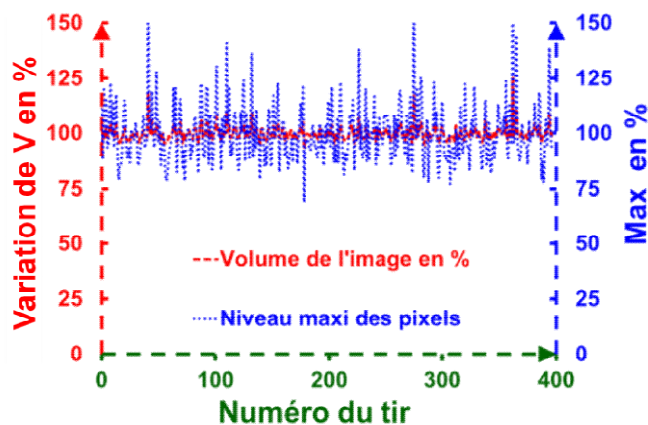
**Figure 139** : La fluctuation lente (signal Calo (Calorimètre)) et rapide (signal PD (Photodiode)) de l'énergie de Mistral

La **Figure 139** indique des fluctuations rapides, l'écart-type  $\sigma$  est de 4 % c'est-à-dire que l'énergie tir à tir de **Mistral** peut varier rapidement de l'ordre de 24 %, on comprend pourquoi il est nécessaire d'enregistrer pour ce type de laser l'énergie tir à tir.



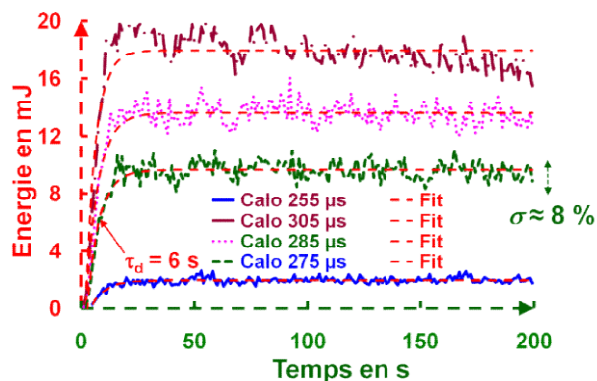
**Figure 140** : La fluctuation du centre de gravité du profil spatial du faisceau de Mistral au cours du temps

La **Figure 140** présente la fluctuation spatiale du centre de gravité de la tache laser de **Mistral** qui dépend naturellement de la focale équivalente utilisée sur le banc. Pour **Mistral**, le déplacement de la tache correspond en moyenne à 52  $\mu\text{m}$  soit environ à son rayon à mi-hauteur (46  $\mu\text{m}$ ).



**Figure 141** : La fluctuation du volume V de la tache laser et de son maximum (point chaud) selon le numéro du tir

La **Figure 141** donne les fluctuations du volume de la tache image de **Mistral** et de son maximum qui correspond au point chaud du faisceau, c'est-à-dire à la valeur maximale locale de l'énergie sur le composant. Le volume varie faiblement.

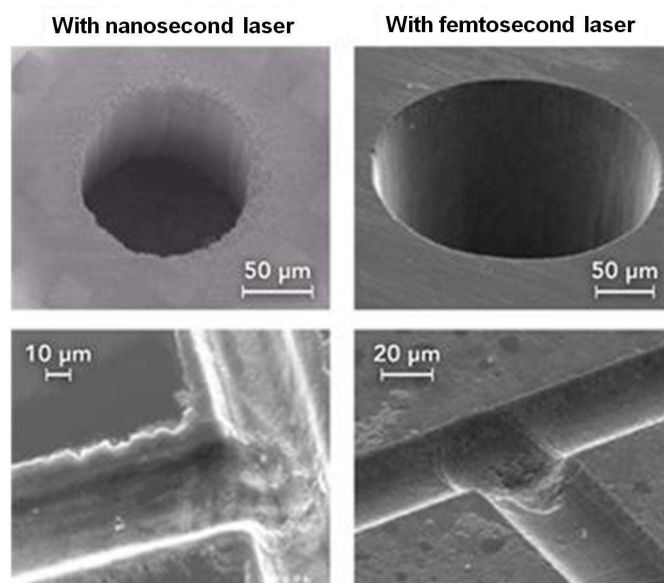


**Figure 142** : Détermination de la constante de temps  $\tau_d$  du calorimètre utilisé pour connaître l'énergie de Mistral

La **Figure 142** indique le temps de montée du calorimètre pour différentes énergies et ses fluctuations, le calorimètre permet d'étalonner le signal issu de la photodiode qui nous sert à connaître notre énergie par pulse.

## XII.6 Loi d'endommagement temporelle

Des durées d'impulsions  $\tau_L$  inférieures à la picoseconde produisent des fractures, des fusions ou de l'ablation des matériaux avec une forte variation du seuil d'endommagement, par compte avec des durées inférieures l'ablation n'est pas accompagnée de dégâts collatéraux et les seuils d'endommagement sont mieux définis [221] (Cf. **Figure 143**).



**Figure 143** : Différence d'ablation d'un verre fait avec un laser nanoseconde et avec un laser femtoseconde [222]

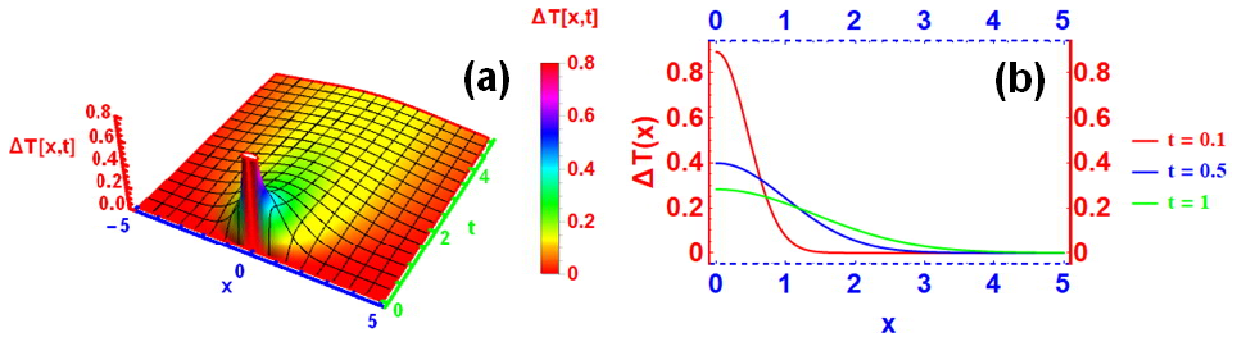
En effet, l'équation de la chaleur en **1D** dans un milieu transparent revêtu par une fine couche absorbante et soumis à une impulsion laser de fluence  $\mathcal{F}$  est donnée par l'**Équation 74**:

$$\frac{\partial T(x,t)}{\partial t} - \mathcal{D} \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{1}{\rho \cdot \mathcal{C}} \cdot \mathcal{F}_a[x] \cdot \text{Cr}(t) \cdot \delta(t) \quad \text{Avec comme condition aux limites } T(x, 0) = T_0 \quad (74)$$

Où  $T$  est la température,  $T_0$  est la température ambiante,  $\mathcal{D} (= \lambda_c / \rho \cdot \mathcal{C})$  est la diffusivité thermique,  $\lambda_c$  est la conductivité thermique,  $\rho$  est la densité du matériau,  $\mathcal{C}$  est la capacité calorifique à pression constante du matériau,  $\text{Cr}$  est la fonction créneau et  $\delta$  la fonction Dirac. Comme  $\mathcal{F}_a[x]$  est un Dirac, on

$$a : \quad \mathcal{F}_a[x] = \mathcal{A} \cdot \mathcal{F} \cdot \delta(x) \text{ soit : } \Delta T(x, t) = T(x, t) - T_0 = \frac{\mathcal{A} \cdot \mathcal{F}}{\sqrt{4 \cdot \pi \cdot \lambda_c \cdot \rho \cdot \mathcal{C} \cdot t}} \cdot e^{-\frac{x^2}{4 \cdot \mathcal{D} \cdot t}} \quad \text{Équation 75}$$

Où  $\mathcal{A}$  est l'absorption et  $\mathcal{F}$  est la fluence. La température  $T(x, t)$  pour absorption de  $\mathcal{F}$  dans une couche fine par rapport à l'épaisseur du substrat est tracée pour 3 valeurs de  $t$  sur la **Figure 144**.



**Figure 144 :** Variation de la température  $T(x, \tau)$  en fonction de  $x$  et  $t$  (a) et selon  $x$  pour 3 temps différents ( $t = 0,1$  s,  $0,2$ s,  $1$  s) (b). Ici  $\mathcal{A} \cdot \mathcal{F} = 1$ ,  $\mathcal{D} = 1$  et  $4 \pi \cdot \lambda_c \cdot \rho \cdot \mathcal{C} = 1$

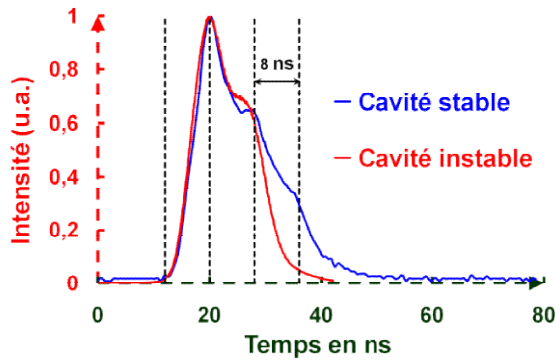
L'**Équation 75** indique que la profondeur de pénétration (valeur à  $1/\epsilon$ ) ou la longueur thermique est égale à  $\sqrt{4 \cdot \mathcal{D} \cdot \tau_L}$ , ce qui correspond à la zone affectée thermiquement, qui est extrêmement petite pour les lasers femtosecondes (ablation "athermique" Cf. **Figure 143**). Si on suppose que l'endommagement est d'origine thermique avec une énergie emmagasinée dans la longueur thermique limitée  $\mathcal{E}_{em \text{ limite}}$ , on retrouve la loi d'échelle utilisée pour passer d'une valeur de seuil d'endommagement expérimentale déterminée avec un laser ayant une durée de pulse de  $\tau_{L1}$  à la valeur du seuil correspondante à une durée de pulse de  $\tau_{L2}$  :

$$\mathcal{E}_{em \text{ limite}} = \mathcal{A} \cdot \mathcal{F}_1 \cdot \mathcal{A} \cdot \sqrt{4 \cdot \mathcal{D} \cdot \tau_{L1}} = \mathcal{A} \cdot \mathcal{F}_2 \cdot \mathcal{A} \cdot \sqrt{4 \cdot \mathcal{D} \cdot \tau_{L2}} \quad \Rightarrow \quad \frac{\mathcal{F}_1}{\mathcal{F}_2} = \sqrt{\frac{\tau_{L2}}{\tau_{L1}}} \quad \text{Équation 76}$$

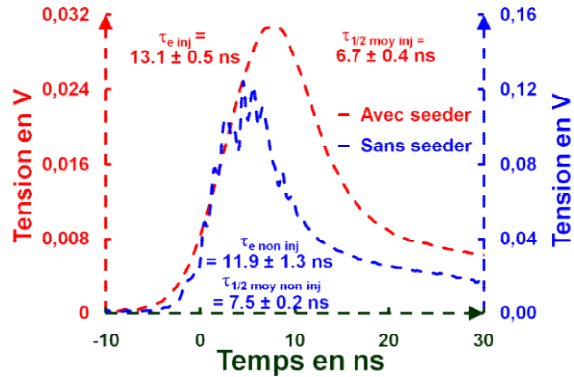
La forme des impulsions peut varier selon que le type de cavité (stable ou instable) ou si celui-ci est injecté ou non. On a l'habitude de prendre comme durée de l'impulsion  $\tau_L$  la durée équivalente  $\tau_e$  de l'impulsion qui est définie par :

$$\tau_e = \frac{1}{I_{\max}} \cdot \int_0^{\infty} I(t) \cdot dt = \frac{1}{I_{\max}} \cdot \sum_i I_i \cdot \Delta t \quad \text{Équation 77}$$

La **Figure 145** montre les profils temporels d'une impulsion provenant d'un laser excimère qui fait 3 allers-retours en cavité stable  $\tau_e = 16$  ns et seulement deux en cavité instable  $\tau_e = 12$  ns. La **Figure 146** montre le profil temporel du YAG triplé ( $3\omega$ ) de l'installation **Mistral** quand celui-ci est injecté ou non. Il fluctue à chaque impulsion et donc il faudrait le mesurer à chaque impulsion.

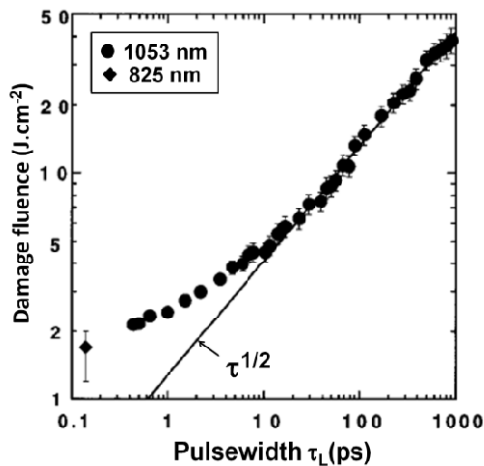


**Figure 145** : Profil temporel d'une impulsion d'un laser excimère en cavité stable et en cavité instable à 351 et 353 nm

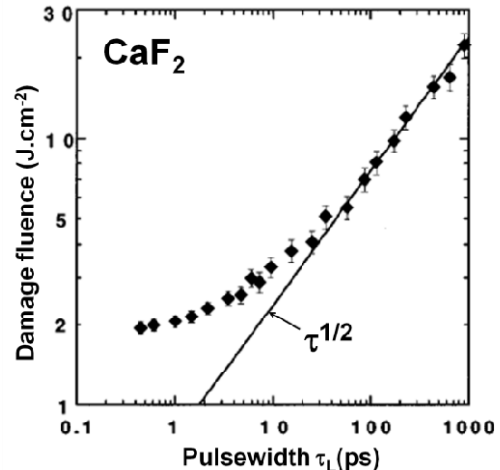


**Figure 146** : Profil temporel d'une impulsion d'un laser YAG avec ou sans injecteur à 355 nm

On remarque que l'injection a non seulement une influence sur le profil temporel de l'impulsion mais sa durée est plus grande qu'en mode non injecté. L'avantage de l'injection est de supprimer des pics de variations temporelles de l'intensité laser et donc de minimiser les points chauds. Les **Figure 147** et **Figure 148** correspondant à des études expérimentales sur du SiO<sub>2</sub> et du CaF<sub>2</sub> [221], elles indiquent que ces matériaux suivent une loi en  $\tau_L^{1/2}$  quand  $\tau_L$  est supérieur à quelques picosecondes, en-dessous l'endommagement n'a pas forcément une origine thermique.



**Figure 147** : Seuil d'endommagement suivant  $\tau_L$ , la durée de l'impulsion pour SiO<sub>2</sub>



**Figure 148** : Seuil d'endommagement suivant  $\tau_L$ , la durée de l'impulsion pour CaF<sub>2</sub>

Des essais comparatifs ont été menés avec **Mathieu Pommès** sur des cristaux de **KDP** taillés pour fonctionner en cellule de **Pockels** (Cf. **Figure 149**), en doubleur (Cf. **Figure 150**) et en tripleur (Cf. **Figure 151**) sur 3 bancs différents ayant des durées d'impulsion de 2,5 ns, 7 ns et 16 ns et les résultats ont été comparés en densité d'endommagement avec une loi simplifiée [41].

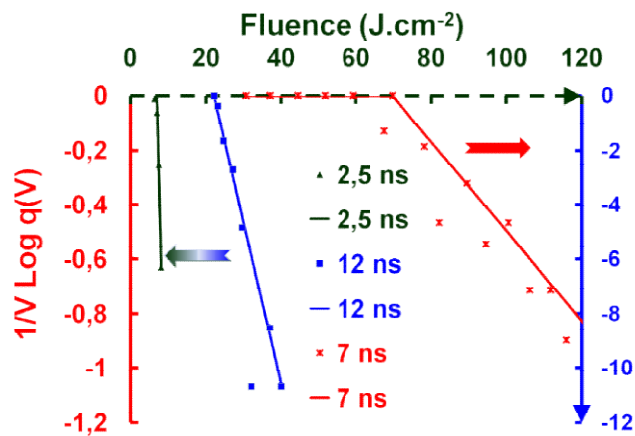


Figure 149 : Comparaison de LIDT pour un KDP taillé en Pockels (PEPC) selon la durée d'impulsion

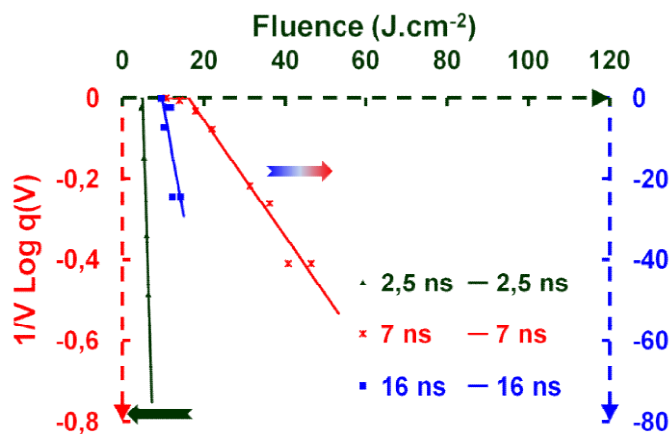


Figure 150 : Comparaison de LIDT pour un KDP taillé en doubleur (SHG) selon la durée d'impulsion

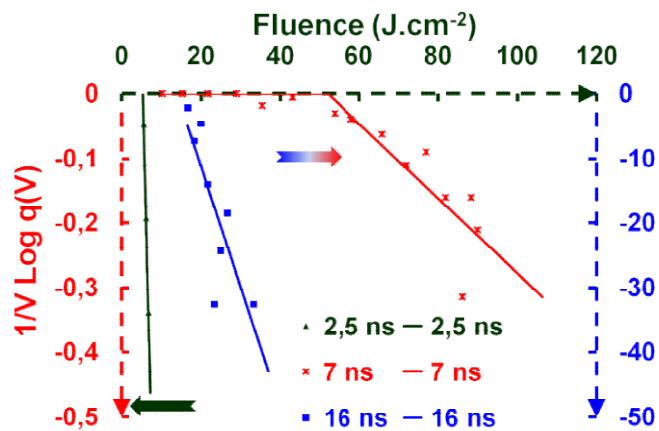


Figure 151 : Comparaison de LIDT pour un KDP taillé en tripleur (THG) selon la durée d'impulsion

Avec cette intercomparaison entreprise sur 3 bancs différents, on retrouve bien l'effet de la durée d'impulsion, une impulsion plus courte donne un **LIDT** plus faible qu'une impulsion avec une durée plus importante. Le **Tableau 21** regroupe le coefficient  $p$ , qui devrait être proche de 0,5, d'une loi en échelle temporelle (Équation 78) en utilisant pour  $\mathcal{F}_2$  les **LIDT** obtenus à  $\tau_{L2} = 12$  ns.

$$\frac{\mathcal{F}_1}{\mathcal{F}_2} = \left( \frac{\tau_{L1}}{\tau_{L2}} \right)^p$$

Équation 78

**Tableau 21 : Coefficient  $\rho$  de l'Équation 78 déterminé avec les valeurs de LIDT des Figure 149, Figure 150 et Figure 151 avec  $\tau_{L2} = 12$  ns**

<b>KDP</b>	$\tau_{L1} = 2,5$ ns	$\tau_{L1} = 7$ ns
<b>PEPC</b>	0,73	-2,12
<b>SHG</b>	0,53	-0,68
<b>THG</b>	0,70	-2,17

Ce tableau indique que pour  $\tau_{L1} = 2,5$  ns, on trouve un  $\rho$  proche des 0,5, chose qui n'est pas le cas pour  $\tau_{L1} = 7$  ns. Donc il faut néanmoins être prudent sur l'utilisation des lois d'échelle (effets non linéaires) en particulier et c'est le cas ici où les dimensions des faisceaux sont fortement différentes (1100  $\mu\text{m}$  pour la durée de 2,5 ns et 9  $\mu\text{m}$  pour la durée de 7 ns). On peut aussi conclure à partir des résultats à 3  $\omega$  que les  $\text{LIDT}_{\text{PEPC}} > \text{LIDT}_{\text{THG}} > \text{LIDT}_{\text{SHG}}$  [44].

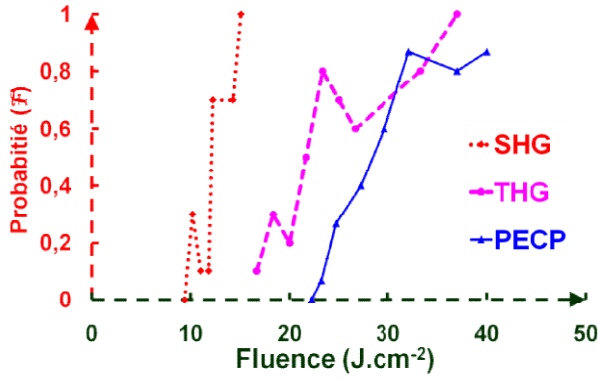
## XII.7 Densité de défauts locaux

Dès le début, nous avons vu qu'une mesure d'endommagement laser était sujette à des fortes variations allant parfois jusqu'à un facteur 6 [223] et donc nous avons commencé par indiquer des valeurs moyennes [53] puis des valeurs de seuils opérationnels (**LIDT**). En 2004, nous avons développé un petit modèle qui transforme nos courbes moyennant la connaissance du volume irradié  $V$  sans que les défauts interagissent entre eux et avec une densité de défauts constant  $\mathcal{N}(\mathcal{F})$ . Il est préférable d'utiliser  $q$  le complémentaire à 1 de  $p$  la probabilité d'endommagement car le volume irradié  $V = \cup V_i$  et  $q(V) = \prod q(V_i)$ . La probabilité d'endommagement est  $p(V_i) = \mathcal{N}_v \cdot V_i$ . Le volume testé contient  $x$  éléments de volume donc la probabilité d'endommagement est  $q = \left(1 - p(V_i)\right)^x = \left(1 - V_i \cdot \mathcal{N}_v\right)^x = \left(1 - \frac{V}{x} \cdot \mathcal{N}_v\right)^x = e^{x \cdot \text{Log}\left[1 - \frac{V}{x} \cdot \mathcal{N}_v\right]}$  qui tend vers  $q = e^{-\mathcal{N}_v \cdot V} = e^{-\mathcal{N}_v \cdot \sum V_i} = \prod e^{-\mathcal{N}_v \cdot V_i}$  quand  $x$  tend vers  $\infty$ .

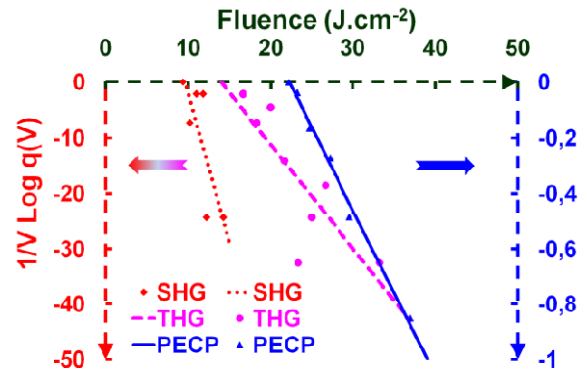
Donc on a  $\text{Log } q = \sum -\mathcal{N}_v \cdot V_i = -\int_V \mathcal{N}_v \cdot dV_i$  soit  $\text{Log } q = -\int_V \mathcal{N}_v(x, y, z, \mathcal{F}) \cdot dV_i$ . Les courbes de probabilité de dommages  $p(\mathcal{F})$  peuvent donc être transformées, moyennant la connaissance du volume irradié  $V$  et en supposant que la densité de défauts  $\mathcal{N}(\mathcal{F})$  est constante [41, 46] et que les défauts n'interagissent entre eux, en :

$$p(V) = 1 - q(V) = 1 - e^{-\int_V \mathcal{N}_v(x, y, z, \mathcal{F}(x, y, z, \tau)) \cdot dV} \quad \text{Équation 79}$$

Un exemple de transformation est donné sur des essais que l'on a entrepris avec **Matthieu Pomiès** en 2005 [41] sur des échantillons de **KDP** taillés en **Pockels**, en **SHG** et en **THG** où l'on observe une distinction entre les **LIDT** avec l'orientation du cristal de **KDP** [44].



**Figure 152 :** Courbes expérimentales de la probabilité d'endommagement en fonction de la fluence à 351 nm ( $t_e = 12$  ns) pour différentes orientations du cristal de KDP



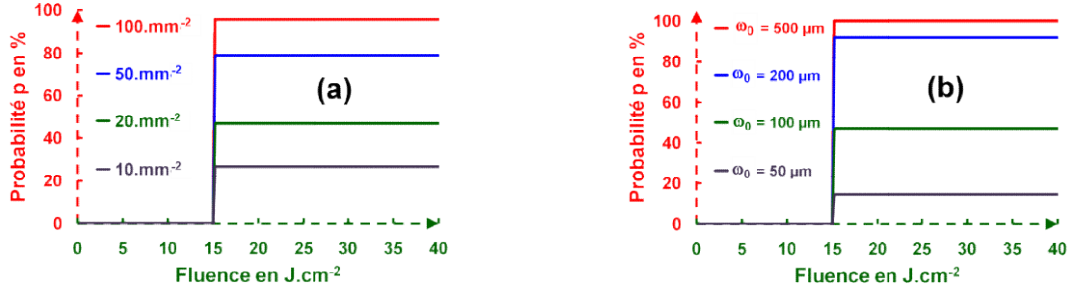
**Figure 153 :** Transformations des courbes expérimentales de la Figure 152 en densité de défauts

En 2004, l'**Institut Fresnel** a transformé ses courbes de probabilité d'endommagement  $p(\mathcal{F})$  en densité de défauts [224] dans un papier commun [46]. Ces calculs dont l'origine venait du papier d'**O'Connell** [225] ont été repris durant la thèse de **Jérémy Avice** et je vais les présenter ci-après en se limitant à des faisceaux gaussiens avec un  $\mathcal{M}^2 = 1$ .

La densité de défauts  $\mathcal{N}(x,y,z,\mathcal{F}(x,y,z))$  peut soit être une densité de défauts surfaciques  $\mathcal{N}_S(\mathcal{F})$  ou une densité de défauts volumiques  $\mathcal{N}_V(\mathcal{F})$  selon le composant. Selon la fluence  $\mathcal{F}_0$ , le nombre de défauts  $\mathcal{N}_S(\mathcal{F})$  ou  $\mathcal{N}_V(\mathcal{F})$  susceptibles de causer un endommagement de surface ou de volume respectivement sont donnés par les **Équations 80** :

$$\begin{aligned} \mathcal{N}_S &= \int_{\mathcal{F}_T}^{\mathcal{F}_0} \mathcal{N}_S(\mathcal{F}) \cdot \mathcal{A}(\mathcal{F}) \cdot d\mathcal{F} \quad \text{si } \mathcal{N}_S(\mathcal{F}) = \text{cste} \quad \text{alors} \quad \mathcal{N}_S = \mathcal{N}_S \cdot \mathcal{A}(\mathcal{F}_T) \\ \mathcal{N}_V &= \int_{\mathcal{F}_T}^{\mathcal{F}_0} \mathcal{N}_V(\mathcal{F}) \cdot V(\mathcal{F}) \cdot d\mathcal{F} \quad \text{si } \mathcal{N}_V(\mathcal{F}) = \text{cste} \quad \text{alors} \quad \mathcal{N}_V = \mathcal{N}_V \cdot V(\mathcal{F}_T) \end{aligned} \quad (80)$$

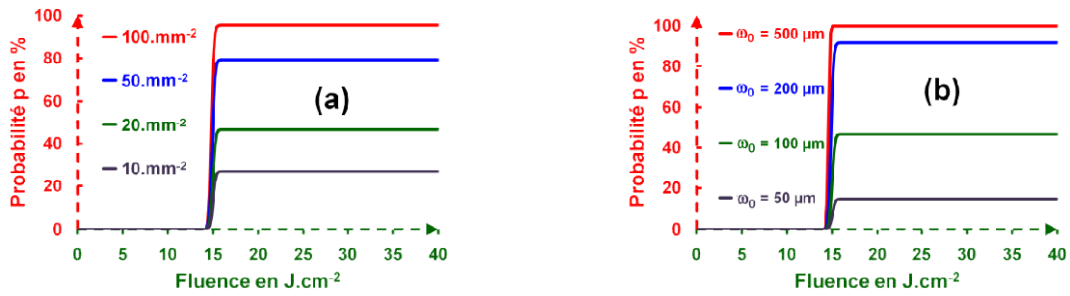
Dans le cas d'une densité de défauts constante et d'un faisceau uniforme, on aurait une courbe de probabilité d'endommagement qui dépendrait du seuil, de la densité de défauts et du rayon du faisceau (Cf. **Figure 154**).



**Figure 154 :** Probabilité d'endommagement (a) avec une densité de défauts constante et un rayon de faisceau  $\omega_0$  de 100  $\mu\text{m}$ , (b) avec une densité de 20 défauts. $\text{mm}^{-2}$  et selon le rayon du faisceau (ici pour un miroir)

Logiquement dans ces cas, plus il y a de défauts plus la probabilité d'endommagement augmente et il en est de même avec la dimension du faisceau (Cf. **Figure 155**).

Dans le cas d'une densité de défauts gaussienne (Cf. **Équation 94**) et d'un faisceau uniforme, on a globalement les mêmes effets.



**Figure 155 :** Probabilité d'endommagement (a) avec une densité de défauts 10, 200, 50 et 100 par  $\text{mm}^{-2}$  constant et un rayon de faisceau de 100  $\mu\text{m}$ , (b) avec une densité de 20 défauts. $\text{mm}^{-2}$  et un rayon de faisceau  $\omega_0$  de 50, 100, 200 et 500  $\mu\text{m}$  (ici la largeur de la gaussienne  $\Delta\mathcal{F}$  est unitaire)

Dans le cas d'une densité gaussienne et d'un faisceau gaussien, il nous faut donc connaître les valeurs de  $\mathcal{A}(\mathcal{F})$  ou  $V(\mathcal{F})$ , ce qui est simple dans le cas d'un faisceau gaussien dont la forme est donnée par les **Équations 81** :

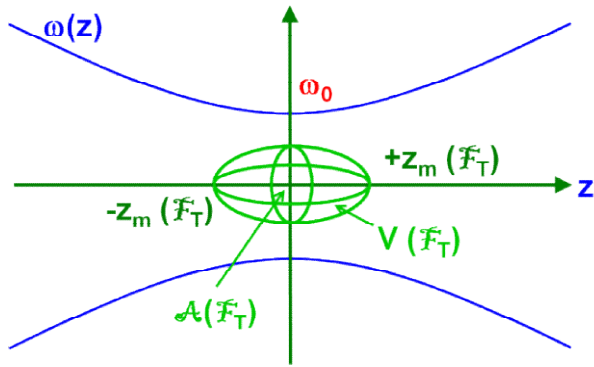
$$\mathcal{F}(z, r) = \mathcal{F}_1 \cdot \exp\left[-2 \left(\frac{r}{\omega(z)}\right)^2\right] \text{ avec } \mathcal{F}_1 = \frac{2 \cdot \Phi_0}{\pi \cdot \omega^2(z)} = \frac{\omega_0^2}{\omega^2(z)} \cdot \mathcal{F}_0 \quad (81)$$

$$\omega^2(z) = \omega_0^2 \cdot \left(1 + \frac{z^2}{z_R^2}\right) \text{ où } z_R = \frac{\pi \cdot \omega_0^2 \cdot n}{\lambda_0} \text{ est la distance de Rayleigh}$$

Où  $z$  est la direction de propagation,  $z_R$  est la distance de **Rayleigh**,  $r$  est la distance radiale,  $n$  l'indice du milieu,  $\lambda_0$  est la longueur d'onde dans le vide,  $\Phi_0$  la puissance du faisceau laser et  $\omega_0$  est le waist du faisceau.

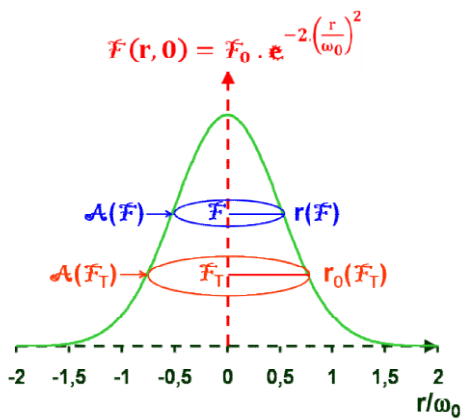
Les **Équations 81** permettent de tracer la **Figure 156**.





**Figure 156 :** Géométrie de la propagation d'un faisceau gaussien proche de son waist  $\omega_0$ , l'ellipsoïde  $V(\mathcal{F}_T)$  et  $\mathcal{A}(\mathcal{F}_T)$  représente le volume et la surface respectivement où la fluence  $\mathcal{F}$  est supérieure à la valeur seuil  $\mathcal{F}_T$  correspondant à un endommagement

Suivant la **Figure 156**, il nous faut connaître les valeurs de  $\mathcal{A}(\mathcal{F})$  ou  $V(\mathcal{F})$ , qui dans le cas d'un faisceau gaussien donné par les **Équations 81** a son maximum d'intensité et donc de fluence sur l'axe de propagation en  $z = 0$  (Cf. **Figure 157**).



**Figure 157 :** Illustration de la réduction de surface à iso-fluence avec l'augmentation de  $\mathcal{F}$

$\mathcal{A}(\mathcal{F}_T)$  est défini par :  $\mathcal{A}(\mathcal{F}_T) = \pi \cdot r_0^2(\mathcal{F}_T)$

**Équation 82**

Où  $r_0(\mathcal{F}_T)$  est le rayon dans le plan  $z = 0$  pour lequel la fluence du faisceau est égale à  $\mathcal{F}_T$  soit :

$$\mathcal{F}_T = \mathcal{F}_0 \cdot \exp\left[-\frac{2 \cdot r_0^2(\mathcal{F}_T)}{\omega_0^2}\right] \Rightarrow r_0^2(\mathcal{F}_T) = \frac{\omega_0^2}{2} \cdot \text{Log}\left[\frac{\mathcal{F}_0}{\mathcal{F}_T}\right] \text{ d'où } \mathcal{A}(\mathcal{F}_T) = \pi \cdot \frac{\omega_0^2}{2} \cdot \text{Log}\left[\frac{\mathcal{F}_0}{\mathcal{F}_T}\right] \quad \text{Équation 83}$$

$\mathcal{A}(\mathcal{F}_T)$  est la surface du faisceau qui a une fluence égale au seuil  $\mathcal{F}_T$ , pour une fluence  $\mathcal{F} > \mathcal{F}_T$  et  $\mathcal{F} < \mathcal{F}_0$ , la surface à iso-fluence  $\mathcal{A}(\mathcal{F})$  diminue comme l'indique la **Figure 157** et l'**Équation 84**.

$$\mathcal{A}(\mathcal{F}) = \pi \cdot \frac{\omega_0^2}{2} \cdot \text{Log}\left[\frac{\mathcal{F}_0}{\mathcal{F}}\right] \quad (84)$$

$V(\mathcal{F}_T)$  et  $V(\mathcal{F})$  peuvent être également calculés au regard de la **Figure 157**.

$$V(\mathcal{F}_T) = 2 \int_0^{z_m} \pi \cdot r_z^2(\mathcal{F}_T) \cdot dz \quad \text{avec} \quad r_z^2(\mathcal{F}_T) = \frac{\omega(z)^2}{2} \cdot \text{Log}\left[\frac{\mathcal{F}_0 \cdot \omega_0^2}{\mathcal{F}_T \cdot \omega(z)^2}\right] \quad \text{Équation 85}$$

Comme  $\omega(z)$  est donné par l'Équation 81, on a  $r_z^2(\mathcal{F}_T)$  :

$$r_z^2(\mathcal{F}_T) = \frac{\omega_0^2}{2} \cdot \left(1 + \frac{z^2}{z_R^2}\right) \cdot \left(\text{Log} \left[\frac{\mathcal{F}_0}{\mathcal{F}_T}\right] - \text{Log} \left[1 + \frac{z^2}{z_R^2}\right]\right) \quad \text{Équation 86}$$

Pour connaître  $z_m(\mathcal{F}_T)$ , il faut trouver la valeur de  $z$  telle que  $\mathcal{F}(0, z)$  de l'Équation 81 soit égale à  $\mathcal{F}_T$  :

$$\mathcal{F}_T = \frac{\omega_0^2}{\omega^2(z_m)} \cdot \mathcal{F}_0 = \frac{\mathcal{F}_0}{1 + \frac{z_m^2}{z_R^2}} = \mathcal{F}_T \Rightarrow z_m = \pm z_R \cdot \sqrt{\frac{\mathcal{F}_0}{\mathcal{F}_T} - 1} \quad \text{Équation 87}$$

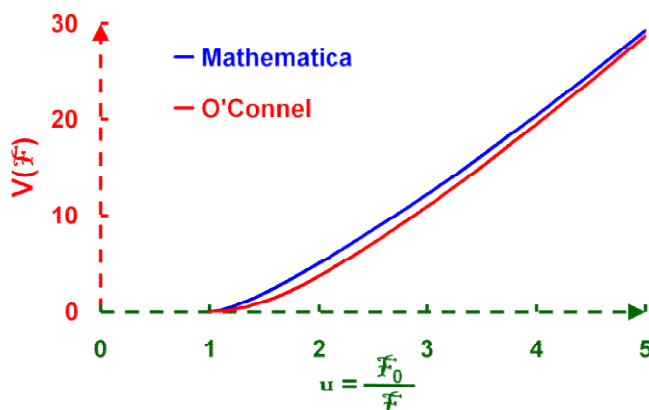
Les Équations 86 et 87 déterminent  $V(\mathcal{F}_T)$  de l'Équation 85 et  $V(\mathcal{F})$  d'une façon générale :

$$V(\mathcal{F}_T \text{ ou } \mathcal{F}) = \pi \int_0^{z_R \cdot \sqrt{\frac{\mathcal{F}_0}{\mathcal{F}_T \text{ ou } \mathcal{F}} - 1}} \omega^2 \left(1 + \frac{z^2}{z_R^2}\right) \cdot \left(\text{Log} \left[\frac{\mathcal{F}_0}{[\mathcal{F}_T \text{ ou } \mathcal{F}]}\right] - \text{Log} \left[1 + \frac{z^2}{z_R^2}\right]\right) \cdot dz \quad \text{Équation 88}$$

La solution de l'Équation 88 est fournie par **Mathematica**  $V_M(\mathcal{F})$ , elle est légèrement différente de la solution  $V_O(\mathcal{F})$ , donnée par **R. O'Connell** [225].

$$\begin{aligned} \text{Mathematica} \quad V_M(\mathcal{F}) &= \frac{2 \cdot \pi^2 \cdot \omega_0^4 \cdot n}{9 \cdot \lambda} \cdot \left[ \left(\frac{\mathcal{F}_0}{\mathcal{F}} + 5\right) \sqrt{\frac{\mathcal{F}_0}{\mathcal{F}} - 1} - 6 \cdot \text{Arctg} \sqrt{\frac{\mathcal{F}_0}{\mathcal{F}} - 1} \right] \\ \text{R. O'Connell} \quad V_O(\mathcal{F}) &= \frac{4 \cdot \pi^2 \cdot \omega_0^4 \cdot n}{3 \cdot \lambda} \cdot \left[ \sqrt{\frac{\mathcal{F}_0}{\mathcal{F}} - 1} - \text{Arctg} \sqrt{\frac{\mathcal{F}_0}{\mathcal{F}} - 1} + \frac{1}{6} \cdot \left(\frac{\mathcal{F}_0}{\mathcal{F}} - 1\right)^{\frac{3}{2}} \right] \end{aligned} \quad \text{Équations 89}$$

Les volumes  $V_M(\mathcal{F})$  et  $V_O(\mathcal{F})$  sont proches comme le montre la **Figure 158**, où  $u$  est le rapport de  $\mathcal{F}_0$  avec  $\mathcal{F}$  et  $n$ ,  $\omega_0$  et  $\lambda$  sont pris égaux à 1.



**Figure 158 : Volumes  $V_O(\mathcal{F})$  et  $V_M(\mathcal{F})$  en fonction de  $u$  le rapport de  $\mathcal{F}_0$  avec  $\mathcal{F}$**

Le **Figure 159** donne l'estimation de l'erreur qui est faite en employant la formule d'O'Connell [225]. Elle est de quelques dizaines de pourcents au départ pour diminuer jusqu'à  $u_0$  (dans notre cas  $u_0 = 13,54$ ) puis remonte pour stagner dans les  $-0,5\%$ .

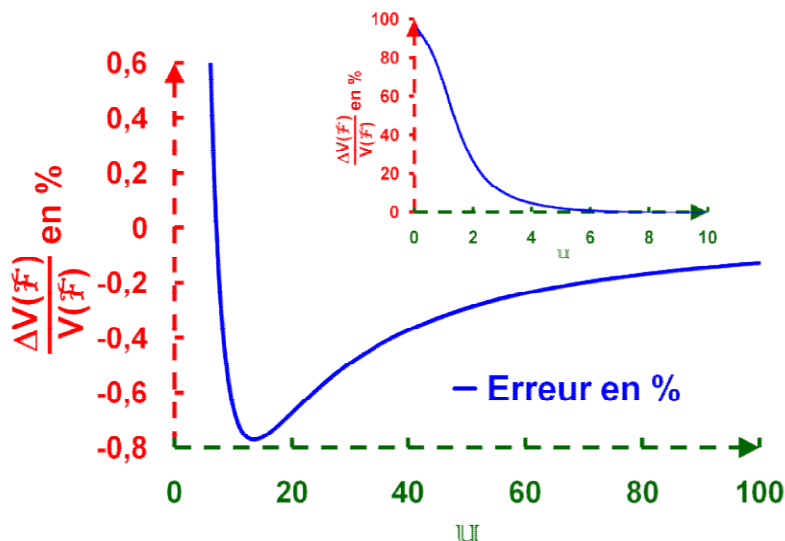


Figure 159 : Erreur relative de la formule d'O'Connell pour un cas où  $n$ ,  $\omega_0$  et  $\lambda$  sont unitaires

Comme  $V(\mathcal{F}_T)$  est un ellipsoïde (Cf. Figure 156),  $r_z(\mathcal{F}_T)$  et  $z$  suivent les Équations 90 :

$$\frac{r_z^2(\mathcal{F}_T)}{r_0^2(\mathcal{F}_T)} + \frac{z^2}{z_m^2(\mathcal{F}_T)} = 1 \Rightarrow \frac{r_z^2(\mathcal{F}_T)}{r_0^2(\mathcal{F}_T)} = 1 - \frac{z^2}{z_m^2(\mathcal{F}_T)} \quad (90)$$

$$\frac{r_z^2(\mathcal{F}_T)}{r_0^2(\mathcal{F}_T)} = \left(1 + \frac{z^2}{z_R^2}\right) \cdot \left[1 - \frac{\text{Log}\left[1 + \frac{z^2}{z_R^2}\right]}{\text{Log}\left[\frac{\mathcal{F}_0}{\mathcal{F}_T}\right]}\right]$$

Avec l'aide de l'Équation 87 et en posant  $\beta = \mathcal{F}_0/\mathcal{F}_T$ , nous trouvons :

$$\frac{r_z^2(\mathcal{F}_T)}{r_0^2(\mathcal{F}_T)} = \left(1 + \left(\frac{z}{z_m(\mathcal{F}_T)}\right)^2\right) \cdot (\beta - 1) \cdot \left(1 - \frac{\text{Log}\left[1 + \left(\frac{z}{z_m(\mathcal{F}_T)}\right)^2\right] \cdot (\beta - 1)}{\text{Log}[\beta]}\right) \quad \text{Équation 91}$$

Pour des valeurs de  $\beta > \epsilon$ , l'optimum n'est plus obtenu au waist  $z = 0$  comme nous pouvons le visualiser sur la Figure 160.

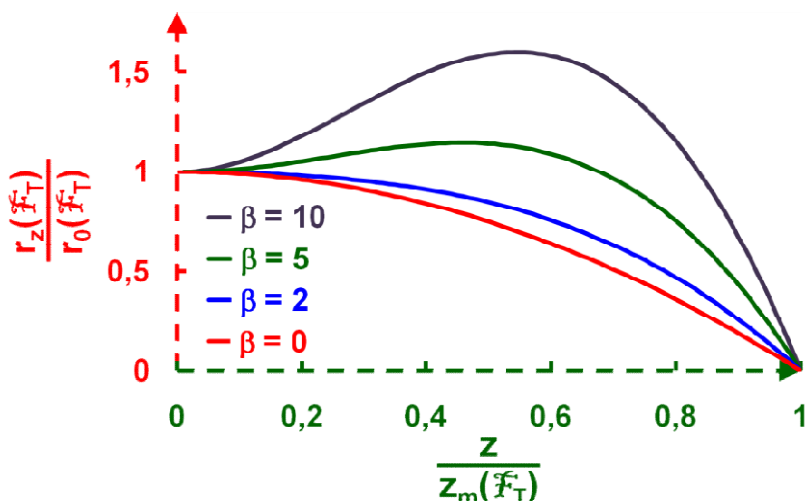


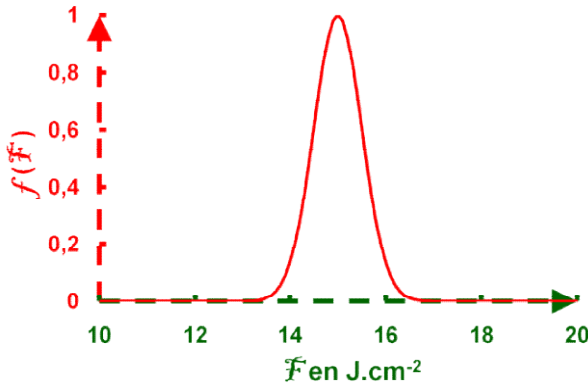
Figure 160 : Variation de  $r_z(\mathcal{F}_T)/r_0(\mathcal{F}_T)$  selon  $z/z_m(\mathcal{F}_T)$  en fonction de différents  $\beta$

La position de l'optimum et sa valeur sont données :

$$\frac{z_{\text{Max}}^2}{z_m^2(\mathcal{F}_T)} = \frac{\beta - \epsilon}{\beta - 1} \text{ ce qui donne } \frac{r_{z_{\text{Max}}}^2(\mathcal{F}_T)}{r_0^2(\mathcal{F}_T)} = \frac{\beta}{\epsilon \cdot \text{Log}[\beta]} \quad \text{Équation 92}$$

Le rayon de  $r_{z_{\text{Max}}}(\mathcal{F}_T)$  augmente avec  $\beta$  dès que  $\beta$  est supérieur à  $\epsilon$ .

Le **Figure 161** décrit une densité de défauts gaussienne centrée à  $\mathcal{F}_T$  de largeur à  $1/\epsilon^2 = \Delta\mathcal{F}$  à un facteur multiplicatif  $A$  prés.



**Figure 161** : Gaussienne centrée à  $\mathcal{F}_T = 15$ , de rayon à  $1/\epsilon^2$  de  $\Delta\mathcal{F}/2 = 1$  et d'amplitude  $A = 1$  :

$$f(\mathcal{F}) = A \cdot \exp \left[ -2 \cdot \left( \frac{\mathcal{F} - \mathcal{F}_T}{\frac{\Delta\mathcal{F}}{2}} \right)^2 \right]$$

L'intégrale de cette courbe correspond à une intégrale de **Gauss**, elle est donnée par :

$$\int_{-\infty}^{+\infty} f(\mathcal{F}) \cdot d\mathcal{F} = \int_{-\infty}^{+\infty} A \cdot \exp \left[ -2 \cdot \left( \frac{\mathcal{F} - \mathcal{F}_T}{\frac{\Delta\mathcal{F}}{2}} \right)^2 \right] d\mathcal{F} = A \cdot \sqrt{\frac{\pi}{2}} \cdot \frac{\Delta\mathcal{F}}{2} \quad \text{Équation 93}$$

En normalisant la fonction  $f(\mathcal{F})$  de façon que son intégrale soit unitaire, nous avons une répartition gaussienne de défauts  $\mathcal{N}_S(\mathcal{F})$  ou  $\mathcal{N}_V(\mathcal{F})$  en fonction de la densité  $\rho_{\text{défaut}}$  qui est :

$$\mathcal{N}_S(\mathcal{F}) \text{ ou } \mathcal{N}_V(\mathcal{F}) = \frac{\rho_{\text{défaut}}}{\Delta\mathcal{F}} \cdot \sqrt{\frac{8}{\pi}} \cdot \exp \left[ -2 \cdot \left( \frac{\mathcal{F} - \mathcal{F}_T}{\frac{\Delta\mathcal{F}}{2}} \right)^2 \right] \quad \text{Équation 94}$$

On va se limiter dans ce manuscrit à l'endommagement de surface où  $\mathcal{F}_T$  est le **LIDT**.

Si la fluence a un profil type "top hat" et que la densité de défauts  $\mathcal{N}(\mathcal{F})$  est gaussienne pour une fluence constante, plus l'énergie dans l'impulsion laser est importante, plus le rayon du faisceau doit être grand pour conserver la fluence constante. Donc un faisceau plus énergétique, donc plus étendu, verra un nombre de défauts plus important et sa probabilité d'endommagement sera d'autant plus grande, mais le **LIDT** sera environ même (Cf. **Figure 165**). En effet à fluence constante un faisceau plus petit (Cf. **Figure 164**) aura une probabilité moins importante de rencontrer un défaut qu'un gros faisceau (Cf. **Figure 166**). Une légère variation du **LIDT** vers les basses fluences est constatée quand la largeur de la distribution gaussienne des défauts augmente (Cf. **Figure 169**).

$$dN_S(\mathcal{F}_T) = \pi \cdot \omega_0^2 \cdot \mathcal{N}_S(\mathcal{F}) \cdot d\mathcal{F}$$

$$N_S(\mathcal{F}_T) = \int_{\mathcal{F}_T}^{\mathcal{F}_0} \frac{\sqrt{8 \cdot \pi} \cdot \omega_0^2 \cdot \rho_{\text{défaut}}}{\Delta \mathcal{F}} \cdot \int_{\mathcal{F}_T}^{\mathcal{F}_0} \exp \left[ -2 \left( \frac{\mathcal{F} - \mathcal{F}_T}{\frac{\Delta \mathcal{F}}{2}} \right)^2 \right] \cdot d\mathcal{F}$$

$$p = 1 - e^{-N_S}$$

Équations 95

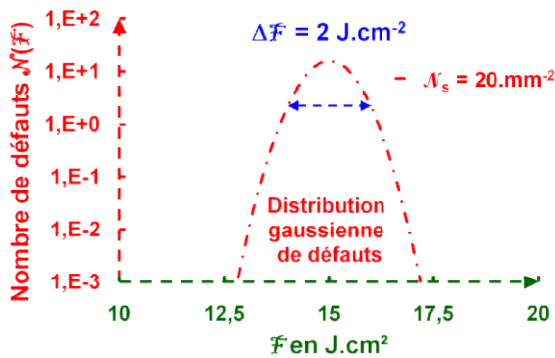


Figure 162 : Densité surfacique de défauts gaussienne avec une largeur totale  $\Delta \mathcal{F}$  à  $1/\mathcal{E}^2$  de 2 J.cm<sup>-2</sup>

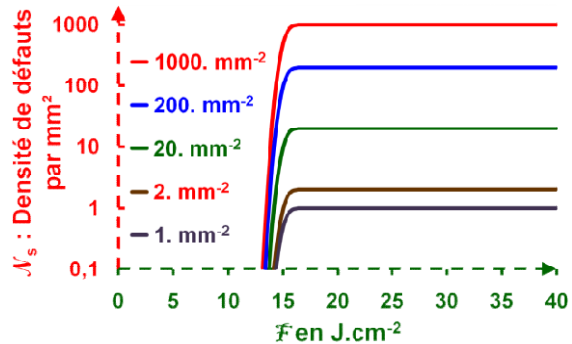


Figure 163 : Nombre de défauts avec la fluence avec des densités de défauts gaussiennes centrées à 15 J.cm<sup>-2</sup> et  $\Delta \mathcal{F} = 2$  J.cm<sup>-2</sup>

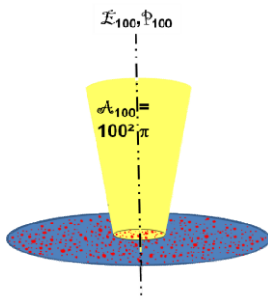


Figure 164 : Petit faisceau  $\mathcal{E} = 100$  mJ, même fluence que Figure 166

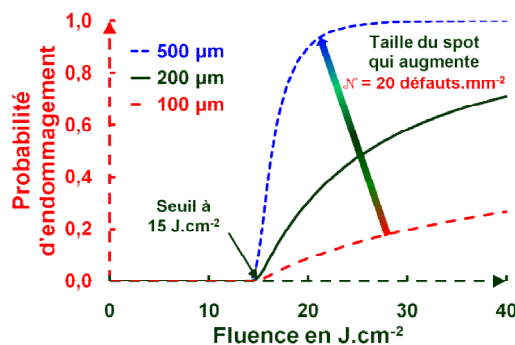


Figure 165 : Courbes de probabilité d'endommagement avec une densité de défauts de 20 mm<sup>-2</sup> selon la taille du faisceau avec une largeur à  $1/\mathcal{E}^2$  de 2 J.cm<sup>-2</sup>

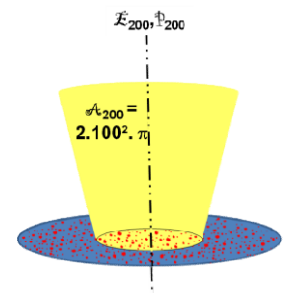


Figure 166 : Gros faisceau  $\mathcal{E} = 200$  mJ, même fluence que Figure 164

Si le faisceau est gaussien, on obtient :

$$dN_S(\mathcal{F}_T) = \mathcal{N}_S(\mathcal{F}) \cdot \mathcal{A}(\mathcal{F}) \cdot d\mathcal{F}$$

$$N_S(\mathcal{F}_T) = \int_{\mathcal{F}_T}^{\mathcal{F}_0} \frac{\sqrt{2 \cdot \pi} \cdot \omega_0^2 \cdot \rho_{\text{défaut}}}{\Delta \mathcal{F}} \cdot \int_{\mathcal{F}_T}^{\mathcal{F}_0} \exp \left[ -2 \left( \frac{\mathcal{F} - \mathcal{F}_T}{\frac{\Delta \mathcal{F}}{2}} \right)^2 \right] \cdot \text{Log} \left[ \frac{\mathcal{F}_0}{\mathcal{F}} \right] \cdot d\mathcal{F}$$

$$p = 1 - e^{-N_S}$$

Équations 96

La Figure 167 et la Figure 168 sont des illustrations des populations gaussiennes ( $\Delta \mathcal{F} = 4$  J.cm<sup>-2</sup>) avec un LIDT de 15 J.cm<sup>-2</sup> avec un faisceau ayant un waist de 100  $\mu\text{m}$  et des densités de

défauts de 20, 50, 100 et 500 défauts par  $\text{mm}^2$  et pour une densité de 20 défauts par  $\text{mm}^2$  avec une variation du waist de 100, 200 et 500  $\mu\text{m}$  respectivement.

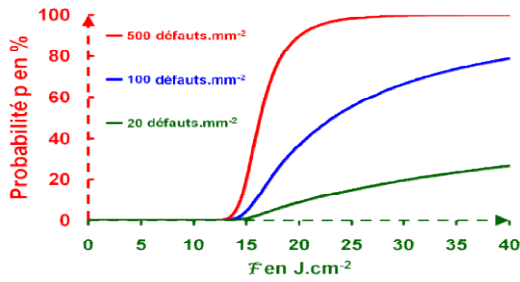


Figure 167 :  $\omega_0 = 100 \mu\text{m}$  et  $d = 20, 50, 100$  et  $500 \text{ défauts.mm}^{-2}$

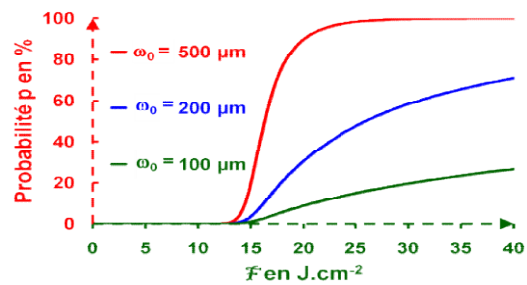


Figure 168 :  $d = 20 \text{ défauts.mm}^{-2}$  et  $\omega_0 = 100, 200$  et  $500 \mu\text{m}$  ( $\Delta\mathcal{F} = 4 \text{ J.cm}^{-2}$ )

La Figure 169 affiche les courbes de probabilité d'endommagement en fonction de la densité de défauts et la figure dénote l'influence de la largeur statistique  $\Delta\mathcal{F}$  d'une population gaussienne de défauts pour un faisceau de 200  $\mu\text{m}$  et pour une densité de défauts de 100 défauts. $\text{mm}^{-2}$  à 15  $\text{J.cm}^{-2}$ .

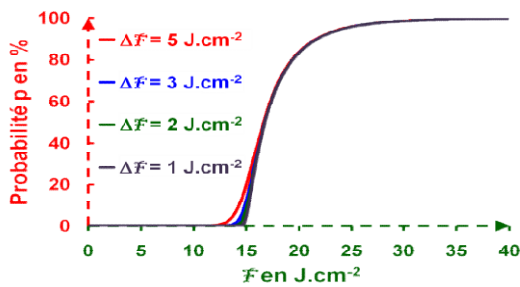


Figure 169 : Influence de la largeur de la gaussienne d'une densité de 100 défauts. $\text{mm}^{-2}$  sur la probabilité d'endommagement avec un facteur  $\Delta\mathcal{F}$  allant de 1 à 5  $\text{J.cm}^{-2}$  avec un  $\omega_0 = 200 \mu\text{m}$

Naturellement, on peut étendre le modèle à plusieurs types de défauts (LIDT différents) et populations, ce qui explique parfois les cassures dans les courbes d'endommagement expérimentales (Cf. Figure 152). Nous illustrons ce cas d'un faisceau de 200  $\mu\text{m}$  avec deux types de défauts ayant des LIDT de 10  $\text{J.cm}^{-2}$  et 15  $\text{J.cm}^{-2}$  et des populations de 20 défauts. $\text{cm}^{-2}$  ( $\Delta\mathcal{F} = 1 \text{ J.cm}^{-2}$ ) pour le 1<sup>er</sup> seuil et de 100, 200, 500 pour le second ( $\Delta\mathcal{F} = 1 \text{ J.cm}^{-2}$ ) et inversement.

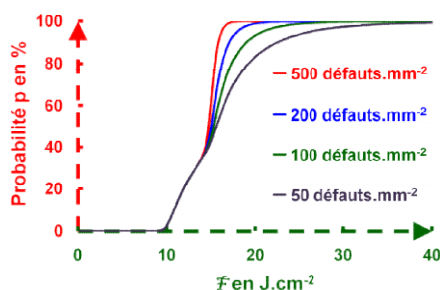


Figure 170 : Courbes d'endommagement avec deux distributions de précurseurs une à 10  $\text{J.cm}^{-2}$  ( $d = 20$ ) et l'autre à 15  $\text{J.cm}^{-2}$  ( $d = 50, 100, 200$  et  $500$ ) avec un  $\omega_0 = 200 \mu\text{m}$

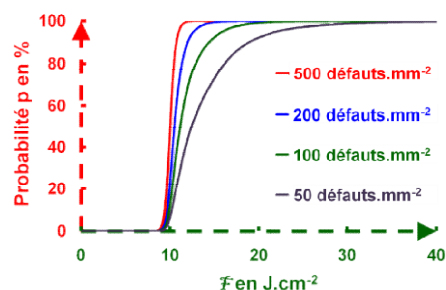
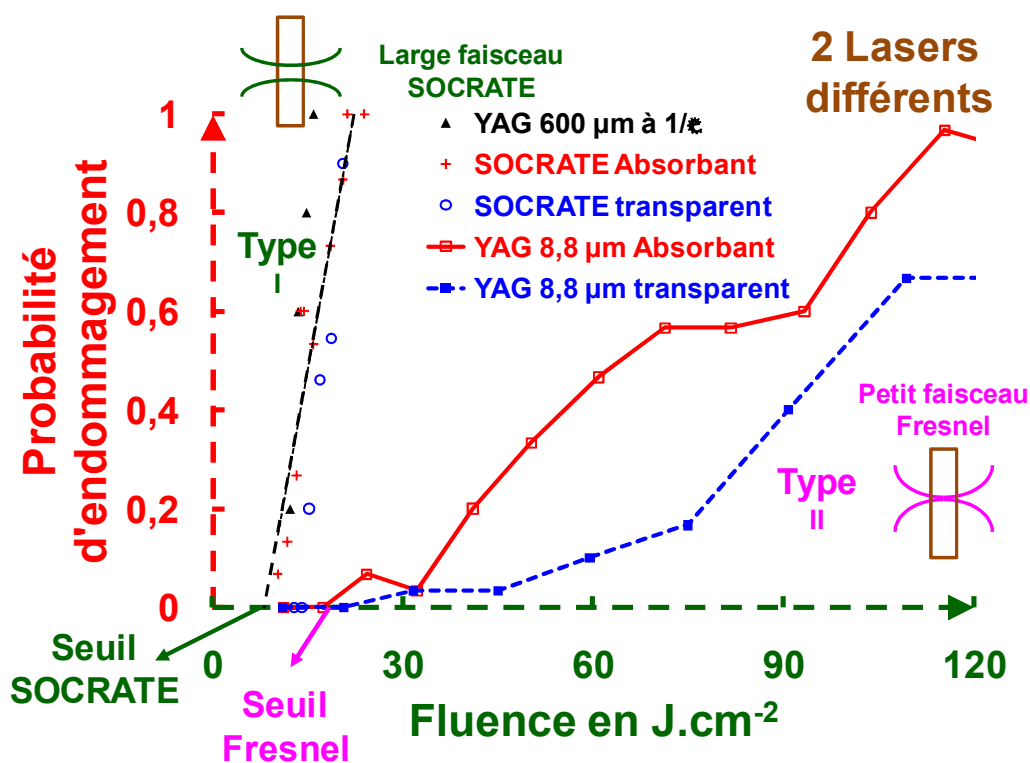


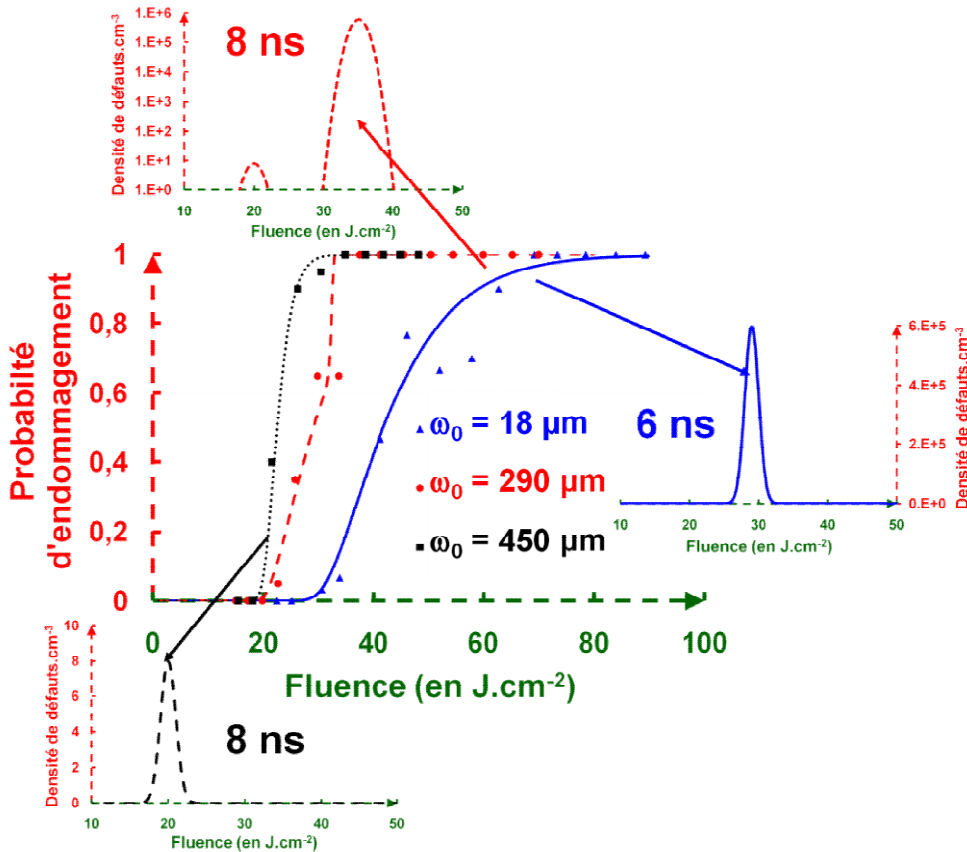
Figure 171 : Courbes d'endommagement avec deux distributions de précurseurs une à 10  $\text{J.cm}^{-2}$  ( $d = 50, 100, 200$  et  $500$ ) et l'autre à 15  $\text{J.cm}^{-2}$  ( $d = 20$ ) avec un  $\omega_0 = 200 \mu\text{m}$

Nous avons comparé sur la **Figure 172** les valeurs mesurées en mode 1/1 sur deux **KDP** pris dans la même partie d'un **KDP** doubleur ayant une jonction de secteurs rendant une partie absorbante (prismatique **PM**) et une partie transparente (pyramidale **PY**) en tenue au flux sur 3 installations, deux dont **SOCRATE** ayant un gros faisceau (environ 600  $\mu\text{m}$ ) et une de l'**Institut Fresnel** ayant un petit faisceau.



**Figure 172 : Courbes d'endommagement de deux KDP doubleurs ayant des zones transparentes et absorbantes effectuées avec 3 installations différentes**

La **Figure 172** indique un décalage des **LIDT** expérimentaux entre les tests gros faisceaux et petits faisceaux et qui est non conforme à la **Figure 168**. Les courbes avec des grands faisceaux sont naturellement décalées vers les basses fluences avec des pentes plus importantes mais les **LIDT** ne respectent pas non plus les lois temporelles liées au régime thermique de l'endommagement (Cf. **Figure 144**). Le décalage des **LIDT** s'explique par la différence importante (rapport  $10^4$ ) entre les volumes sondés des installations. Les **LIDT** ne sont pas sensibles au même type de défauts précurseurs, l'installation petit faisceau va endommager des défauts de type II qui sont présents en plus fortes quantités mais qui ont un **LIDT** plus important, les défauts de type I ont un **LIDT** plus faible étant moins présents ils sont rarement exposés à ce faisceau. Par contre pour les gros faisceaux, ce sont les défauts de type I avec un **LIDT** plus bas qui provoquent l'endommagement. Avec l'**Institut Fresnel** qui possède une autre installation laser avec un laser plus puissant, nous avons tracé les courbes d'endommagement d'un **KDP PEPC** avec un petit faisceau (18  $\mu\text{m}$ ), un gros faisceau (450  $\mu\text{m}$ ) et un faisceau de taille intermédiaire (290  $\mu\text{m}$ ) et calculé les densités de précurseurs correspondantes.



**Figure 173 :**  
**Courbes de tenue**  
**au flux d'un KDP**  
**PEPC doubleur**  
**obtenues sur les**  
**installations de**  
**l'Institut Fresnel**  
**avec leurs**  
**densités de**  
**défauts associées**

La **Figure 176** (les fluences sont rescalées à 6 ns) confirme l'existence de deux populations de défauts différentes avec leur **LIDT** et leur densité propre avec un rapport supérieur à  $10^4$  ( $15.10^6 / 408$ ). Elle démontre aussi le problème d'utilisation de lois d'échelle. En effet si la densité de défauts  $d$  est faible, il y aura un moment où la taille ou le volume du faisceau d'analyse sera inférieure à la distance moyenne  $a$  entre deux défauts ( $\frac{1}{2 \text{ ou } 3 \sqrt{a}}$ ) donc il n'y aura pas forcément d'endommagement. Il faut alors augmenter le nombre de tirs par fluence pour avoir des endommagements et mesurer des densités de défauts faibles. Dans ce cas-là, des techniques de rasterscan (balayage de la surface avec une consigne de fluence fixée) peuvent être employées mais les calculs de densité d'endommagement se font avec des volumes irradiés constants et sans interactions entre les défauts et en négligeant la coalescence des défauts sous flux qui réduit par là même la densité de défauts mesurée.

## XII.8 1<sup>re</sup> étude sur la tenue au flux

Le premier banc d'endommagement monté était simple, il utilisait une chaîne LVC dite **L40** qui délivrait sa puissance que nous focalisions progressivement avec une lentille jusqu'au claquage du composant. L'image du faisceau prise derrière un miroir était analysée par un traitement d'images. Connaissant la puissance du laser, on déterminait la valeur du claquage en prenant la valeur maximum



de la tache dans l'image après avoir naturellement soustrait le fond. Nous avons avec ce moyen rudimentaire confirmé [223] :

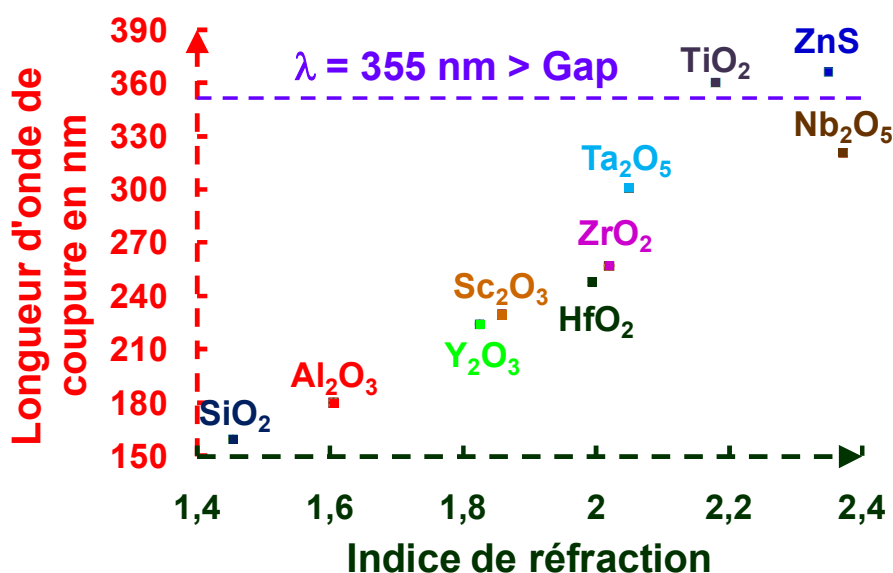
- le seuil bas de tenue au flux du  $\text{TiO}_2$  ;
- tester différents matériaux haut et bas indices ;
- vérifier les distances entre chaque point testé pour s'assurer qu'un dégât est assez éloigné du dernier point testé pour que celui-ci n'influence pas sa valeur, ce point est important lors des mesures d'endommagement par la méthode rasterscan ;
- tester différents composants : dichroïques, polariseurs, antireflets...

Les résultats les plus intéressants ont été la détermination des longueurs d'onde de coupure  $\lambda_{\text{gap}}$  des matériaux testés et leur corrélation avec le LIDT. Le **Tableau 22** indique nos valeurs, qui sont en adéquation avec la **Figure 174** [226] présentée par C. Stolz lors du congrès OIC 2019.

**Tableau 22 : Longueurs d'onde de coupure des matériaux utilisés en couche mince pour des applications visibles au début des années 90**

Matériaux	$\text{TiO}_2$	$\text{ZrO}_2$	$\text{HfO}_2$	Substance 2	$\text{SiO}_2$	ZnS	$\text{ThF}_4$
$\lambda_{\text{gap}}$ en nm	360 nm	257 nm	248 nm	340 nm	< 190 nm	366 nm	< 190 nm

\* $\text{ThF}_4$  est radioactif, il était utilisé comme matériau bas indice en IR mais depuis il est interdit.



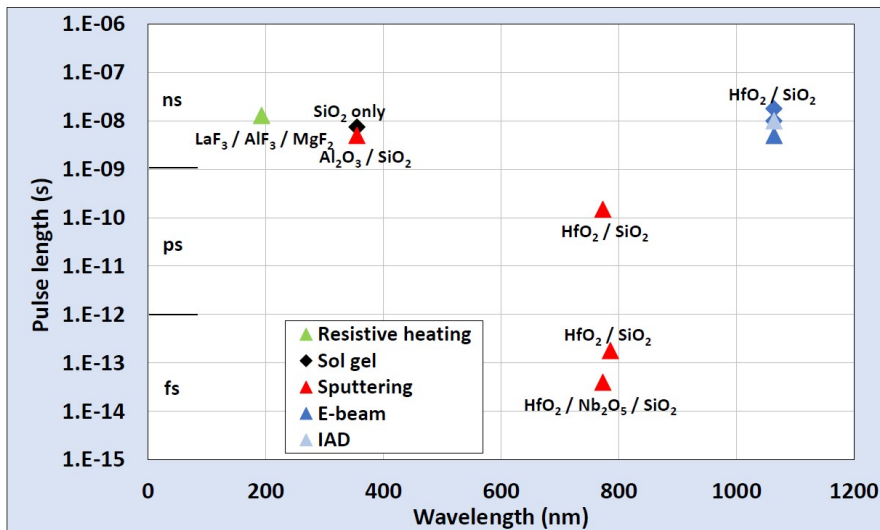
**Figure 174 :**  
Longueur d'onde de coupure en fonction de l'indice de réfraction

Suite à ces différents essais, nous avons banni le  $\text{TiO}_2$  des empilements pour SILVA malgré son fort indice qui permettait de couvrir le domaine spectral des colorants et orienter nos études sur les matériaux  $\text{HfO}_2$  et  $\text{ZrO}_2$ . Les études sur le  $\text{HfO}_2$  ont été suivies par le CMO et Jean Dijon [227] et le  $\text{ZrO}_2$  par nos différents partenaires industriels MATRA et SAGEM. Le  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  sera étudié particulièrement avec le LMA du Pr. Jean Marie Mackowski avec la technologie IBS. La **Figure**

175 donne les tendances issues de 10 années de "concours" lors de la conférence **Boulder** (275 échantillons). Celle-ci confirme les directions que nous avons prises avec le HfO<sub>2</sub> et le SiO<sub>2</sub>. Le ZrO<sub>2</sub> a très peu fait partie des solutions testées (7 %), celles-ci sont principalement à base de HfO<sub>2</sub> (+ de 40 %). Il est vrai que l'absorption multiphotonique explique en partie le choix d'utiliser des matériaux à grand gap. En effet, plus la longueur d'onde d'excitation  $\lambda_e$  se rapproche du gap ( $\lambda_{Gap}$ ) et plus le coefficient d'absorption du matériau  $\mathcal{A}$  augmente avec  $\lambda_u$  une constante positive.

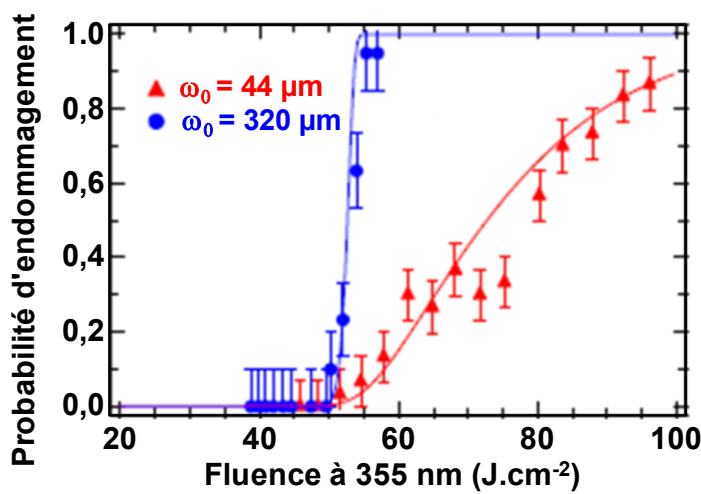
$$\mathcal{A} = \mathcal{A}_0 \cdot \epsilon^{\lambda_u \left( \frac{1}{\lambda_e} - \frac{1}{\lambda_{gap}} \right)}$$

*Équation 97*

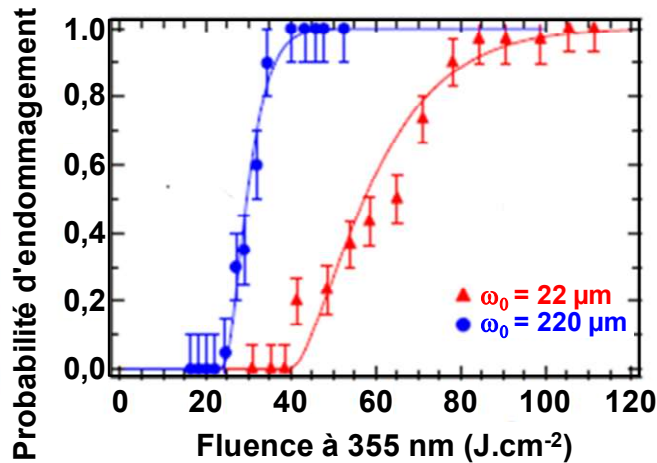


*Figure 175 :*  
Meilleurs couples de matériaux à utiliser selon la longueur d'onde et la largeur du pulse laser [226]

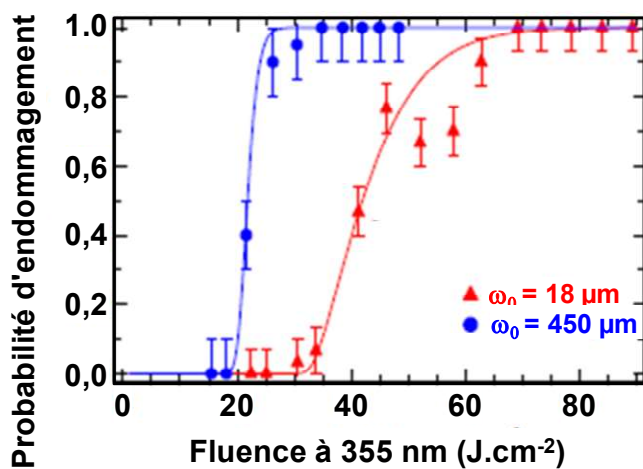
Un exemple d'effet de la longueur d'onde a été donné lors des études sur le **KDP** que l'on a effectuées à l'**Institut Fresnel** lors de la thèse de **Jérémy Capoulade** [98] sur l'endommagement du **KDP**. Le **LIDT** diminue lorsque la longueur d'onde de test est plus courte.



*Figure 176 :* Courbes de probabilité d'endommagement laser d'un échantillon de KDP PEPC à  $\lambda_e = 1064 \text{ nm}$  en mode 1/1. Les mesures ont été effectuées avec deux tailles de spot, 44  $\mu\text{m}$  et 320  $\mu\text{m}$  à 1/8



**Figure 177 :** Courbes de probabilité d'endommagement laser d'un échantillon de KDP PEPC à  $\lambda_e = 532$  nm en mode 1/1. Les mesures ont été effectuées avec deux tailles de spot, 22  $\mu\text{m}$  et 220  $\mu\text{m}$  à 1/1.

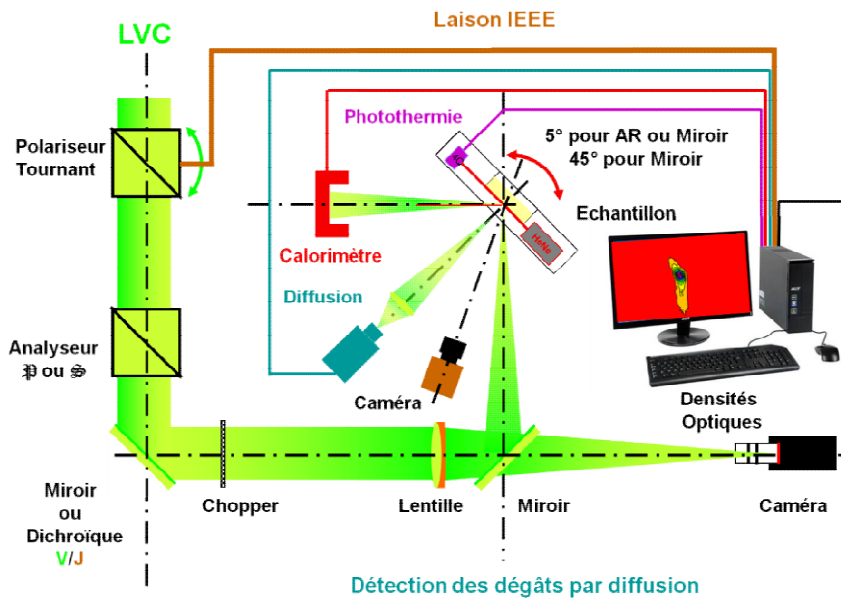


**Figure 178 :** Courbes de probabilité d'endommagement laser d'un échantillon de KDP PEPC à  $\lambda_e = 355$  nm en 1/1. Les mesures ont été effectuées avec deux tailles de spot, 18  $\mu\text{m}$  et 450  $\mu\text{m}$  à 1/1.

Comme nous avons mesuré avec **Anthony Dyan** [21] le gap du (D)KDP à 7,1 eV correspondant à une longueur d'onde de coupure  $\lambda_{\text{gap}}$  de 175 nm, on voit que les LIDT décroissent bien quand la longueur d'onde de tests  $\lambda_e$  se rapproche de la valeur du gap, on passe ainsi de 49  $\text{J.cm}^{-2}$  à 1064 nm à 22  $\text{J.cm}^{-2}$  à 532 nm et 18  $\text{J.cm}^{-2}$  à 355 nm.

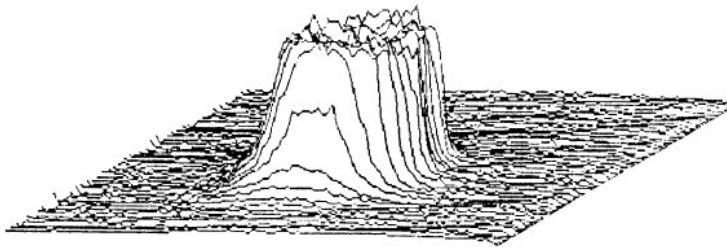
## XII.9 2<sup>e</sup> Banc de tenue au flux

Réaliser un banc pour mesurer l'endommagement peut être une fin en soi, il y a quelques pièges d'instrumentation à éviter mais il est néanmoins plus intéressant d'instrumenter le banc pour la compréhension de l'endommagement. Comme la première réflexion porte sur la thermique causée par l'interaction entre les couches et les LVC. Nous nous sommes donc rapprochés du Pr. **Claude Boccara** et de **Jean Paul Roger** de l'ESPCI [228] qui industrialisaient leur cellule à effet mirage pour l'installer sur notre banc (Cf. **Figure 179**) [229] et qui nous servira de support échantillon.



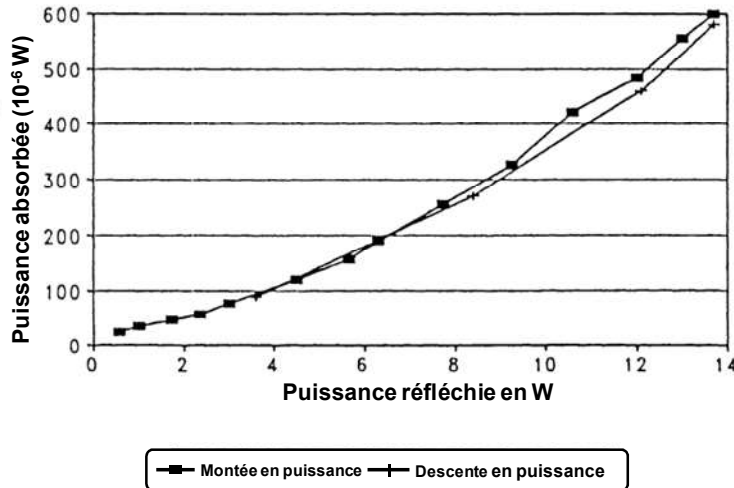
*Figure 179 : Second banc d'endommagement de Saclay*

Contrairement au banc précédent, on image un champ proche correspondant au coupleur de sortie de l'oscillateur de la chaîne LVC L500 sur le composant testé. La **Figure 180** exhibe que le profil est assez homogène.



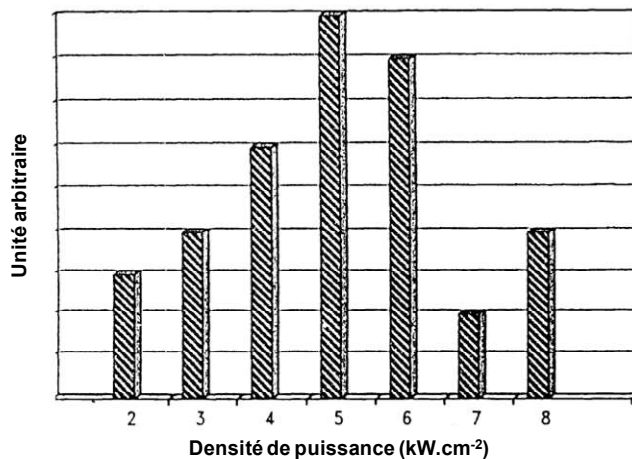
*Figure 180 : Profil du faisceau LVC au niveau du composant sur le second banc de Saclay*

La variation de puissance se fait par la rotation d'un polariseur car depuis nous avons pu polariser les LVC [230], un cube analyseur fixe la polarisation du banc, une dichroïque ou un miroir permet de travailler soit à 510, 578 ou 510 et 578 nm. Le banc est automatisé et possède un traitement d'images CEA. La détection de l'endommagement est faite par une photodiode qui récupère le flux diffusé par l'échantillon irradié par le laser. Une augmentation brutale de celle-ci signale un endommagement du composant et un arrêt du test. Le faisceau après réflexion ou transmission est envoyé dans un calorimètre pour nous fournir la puissance de claquage. Le temps entre deux points de mesure dépend du temps de stabilisation du calorimètre. Enfin une caméra reliée à un magnétoscope enregistre les images du faisceau sur le composant pendant l'exposition pour nous permettre de détecter le point de départ de l'initiation de l'endommagement. Avec ce moyen, nous mesurons les absorptions en fonction du flux, ce qui permettait d'observer parfois des effets "non-linéaires" comme celui indiquait sur la **Figure 181** qui correspond à l'absorption en polarisation  $\sigma$  d'un miroir en  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$  [53].



*Figure 181 : Mesure d'absorption à 510 nm en polarisation  $\perp$  d'un miroir  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$  en fonction de la puissance réfléchie ( $\approx$  incidente)*

La non-linéarité d'absorption peut être produite par de l'absorption multiphotonique mais peut aussi être due à une variation de la réponse spectrale liée à l'évaporation de l'eau piégée dans des couches poreuses d'un empilement miroir sous irradiation laser. Une évaporation d'eau induit une baisse des indices optiques qui ont pour conséquence un déplacement de la réponse spectrale vers les basses longueurs d'onde. Si c'était le cas ici, nous devrions avoir une baisse de l'absorption car nous travaillons à 510 nm, la remontée du miroir s'éloignant des 510 nm. Si nous avions travaillé à 578 nm, là le déplacement de la courbe spectrale liée à l'évaporation de l'eau induirait une augmentation de l'absorption comme visualisée par la **Figure 181** [53]. Ce phénomène lié à l'absorption d'eau dans l'empilement est minimisé si on utilise des techniques de dépôts énergétiques comme l'IAD, IBS... Pour les mesures d'endommagement, elles sont généralement assez dispersées car, dans le cas que je présente, les valeurs expérimentales (Cf. **Figure 181**) varient de  $2 \text{ kW}\cdot\text{cm}^{-2}$  à  $8 \text{ kW}\cdot\text{cm}^{-2}$  voire  $20 \text{ kW}\cdot\text{cm}^{-2}$  [53]. Nous exprimons les valeurs d'endommagement laser par des valeurs moyennes pour les études selon les cas ou par des valeurs correspondant à un seuil opérationnel ici de  $2 \text{ kW}\cdot\text{cm}^{-2}$ . Cette valeur est très en-dessous des  $50 \text{ kW}\cdot\text{cm}^{-2}$  que l'on mesurait au départ et beaucoup plus proche de la réalité.

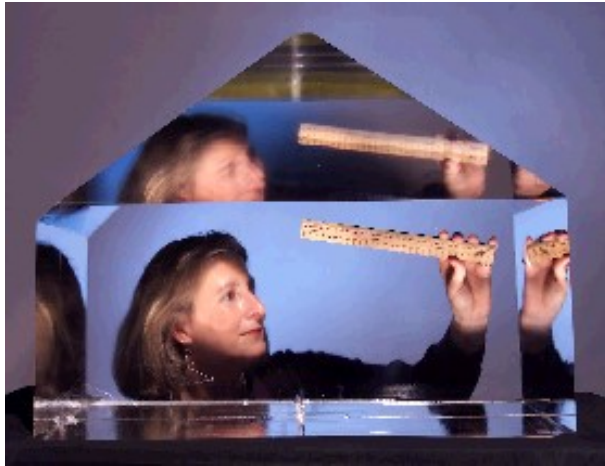


*Figure 182 : Résultat statistique de mesures d'endommagement sur un miroir  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$*

## XII.10 Banc de conditionnement laser préliminaire à SOCRATE

### XII.10.1 Introduction

En 2001, j'ai été sollicité car nous possédions un laser à excimère pour concevoir un banc de conditionnement pour une collaboration entre le LLNL et le CEA. En effet, les Américains étudiaient l'exposition progressive à un flux laser des cristaux de (D)KDP dans le but d'améliorer le LIDT et les expériences menées par leur spécialiste **Mike Runkel** du LLNL se déroulaient chez **MICROLAS**, une société allemande. L'objectif était que ces cristaux de 410X400 mm<sup>2</sup> situés en fin de chaîne du NIF ou du LMJ puissent supporter 15 J.cm<sup>-2</sup> à 3  $\omega$  pour une durée d'impulsion de 3 ns. En effet, la technologie de pousse rapide choisie comme la solution d'élaboration des cristaux (Cf. **Photo 34**) conjointement avec les Américains pour le LMJ et le NIF conduit à une baisse du LIDT de ces cristaux par rapport à une pousse conventionnelle.



**Photo 34<sup>2</sup> : Cristal de KDP de 66.9 X 52.9 X 59.4 cm<sup>3</sup> poussé en 52 jours permettant d'obtenir 14 doubleurs avec Natalia Zaitseva**

Pour pallier ce problème d'endommagement, plusieurs voies d'amélioration sont étudiées car en 2002, pas un seul KDP ou (D)KDP obtenu par pousse rapide ne tenait les spécifications du NIF (14,3 J.cm<sup>-2</sup>) sans conditionnement laser préalable [231] malgré :

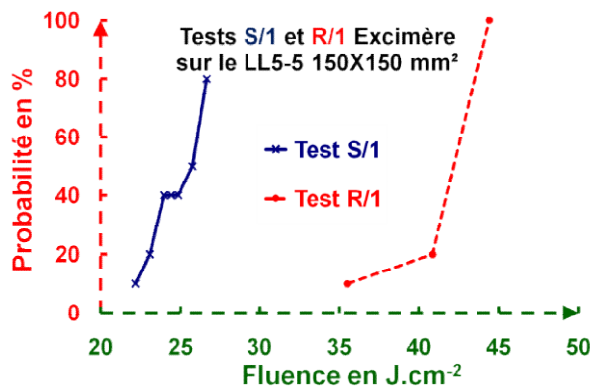
- L'optimisation des conditions de pousse et de la pureté de la solution de base [232-233];
- Le polissage de surface [234-235] ;
- Le recuit thermique [236-237].

Les études concernant l'amélioration des propriétés des KDP proviennent du LLNL en majorité. Leurs travaux montrent qu'un conditionnement des KDP avec un laser à excimère donne des gains d'un facteur 2 à 3 sur le seuil d'endommagement à 10 % [238]. Notre installation laser a été montée à partir de l'excimère en moins d'une année pour permettre de traiter des cristaux de (D)KDP de 150X150 mm<sup>2</sup> du LLNL afin de valider leurs études et d'amorcer une collaboration américaine sur le sujet.

<sup>2</sup> <https://chemconnections.org/crystals/nif-kdp.html>

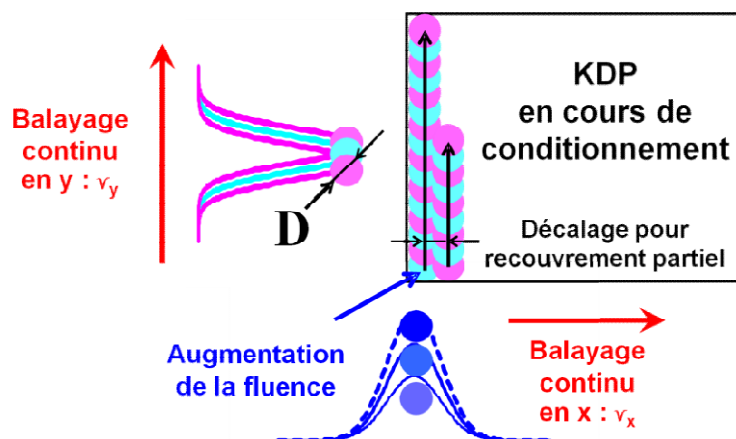
## XII.10.2 Qu'est-ce que le conditionnement laser ?

Lors des mesures d'endommagement sur les composants optiques, les expérimentateurs ont remarqué une augmentation du **LIDT** en fonction de la procédure de test utilisée. En général, les seuils obtenus sont plus élevés quand les composants ont déjà subi une irradiation préalable. Ainsi, les tests **R/1** où les sites voient progressivement une fluence de plus en plus élevée donnent de meilleurs résultats que les tests **S/1** où chaque point voit brutalement une fluence. Ceci est vérifié également lors de nos premiers tests de tenue au flux (**Figure 183**).



**Figure 183 : 1<sup>ers</sup> tests d'endommagement en mode S/1 et R/1 d'un KDP avec notre laser à excimère**

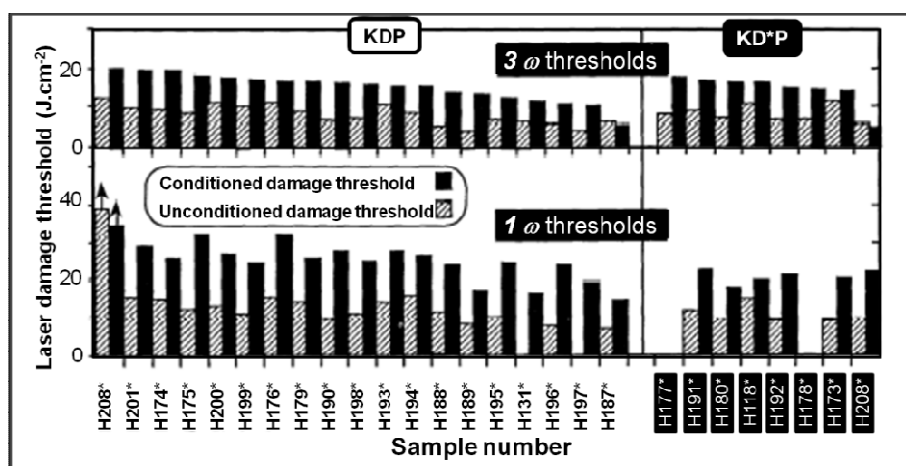
De cette remarque est née l'idée d'un pré-conditionnement qui est une exposition progressive d'un matériau à une fluence laser. Pour cela, une solution consiste à utiliser un petit faisceau et à effectuer un balayage de la surface du composant tout en l'irradiant, par opposition à un traitement direct des **KDP** sur le **NIF** ou le **LMJ**. Cette voie appelée "conditionnement petits faisceaux" permet également d'optimiser à moindre coût les paramètres de conditionnement avec des études empiriques. Elle pourrait être mise en œuvre chez un sous-traitant [239]. En bref, le conditionnement laser est le balayage de la surface d'un composant à vitesse  $v_y$  avec un taux de recouvrement donné (généralement 90 %) avec une fluence qui augmente progressivement à chaque balayage jusqu'à une fluence déterminée qui "n'endommage pas trop la surface" (**Figure 184**).



**Figure 184 : Schéma de principe d'un conditionnement laser**

Le taux de recouvrement lié à la forme spatiale et la fréquence de répétition du faisceau sont les variables qui influent sur la durée expérimentale du conditionnement. Ils favorisent les lasers à excimère qui ont des fréquences de répétition de 100 à 200 Hz alors que des lasers **YAG** fonctionnent plutôt à 10 Hz. De plus, la faible cohérence temporelle des lasers à excimère permet la mise en forme spatiale des faisceaux afin que ceux-ci aient un éclairage uniforme.

Les études réalisées par LLNL montrent un gain de 2,1 (Cf. **Figure 185**) en moyenne sur les **LIDT** à  $1 \omega$  et  $3 \omega$  [234] grâce à un conditionnement laser préalable du composant.



**Figure 185 : Résultats de 1993 obtenus par Livermore sur l'endommagement des KDP et (D)KDP**

Les explications de ce phénomène d'amélioration n'étaient pas toutes connues [240] et elles dépendent des matériaux et des longueurs d'onde (de tests ou de conditionnement).

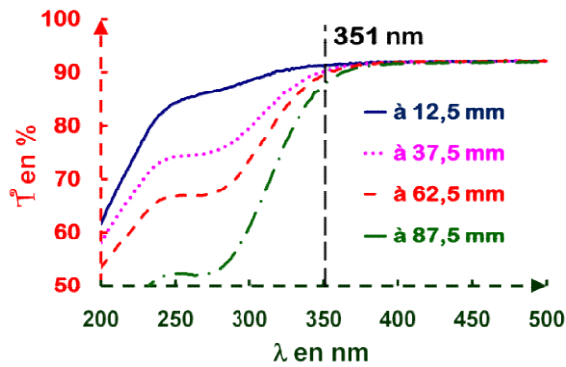
### **XII.10.3 Paramètres du conditionnement laser**

Les paramètres pour réaliser un conditionnement sur un matériau sont :

- la longueur d'onde ;
- la dimension du faisceau petite ou grande ;
- la forme du profil spatial ;
- la durée d'impulsion et à un degré moindre son profil temporel ;
- le taux de répétition ;
- la fluence minimale et la fluence maximale ;
- l'énergie totale absorbée ;
- le nombre d'étapes ou de rampes de fluence ;
- la vitesse de balayage dans le cas de petits faisceaux ;
- le taux de recouvrement dans le cas d'un balayage.

Notre laser est un **PM 846 I** non polarisé de marque **LUMONICS**. Il fonctionnait initialement à 248 nm avec un mélange KrF mais les 1<sup>ères</sup> courbes de transmission de **KDP** (Cf. **Figure 186**) révèlent des fortes variations spatiales dans l'UV des **(D)KDP**.





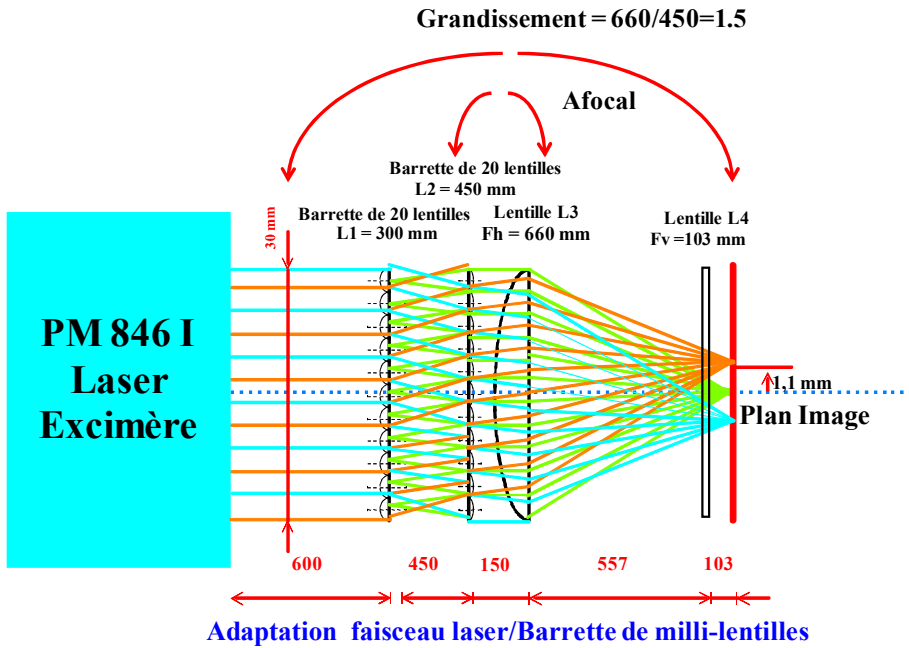
**Figure 186 : Exemple d'hétérogénéité spectrale rencontrée sur d'un KDP doubleur, où chaque courbe correspond à une distance différente par rapport au bord du cristal**

Cette forte absorption risque d'induire des problèmes d'endommagement lors d'essais de conditionnement à 193 nm (ArF) ou à 248 nm (KrF). Le mélange XeCl (308 nm) n'a pas été employé non plus, car il nécessite le changement de l'halogène et donc une adaptation du laser, et de son local du point de vue la sécurité. La longueur d'onde 351 nm ne demande que le changement du gaz rare (Xe) et des miroirs de cavité. Ce choix a également été fait par LLNL [241]. En plus, cette longueur d'onde est proche de la longueur d'onde du LMJ.

#### **XII.10.4 L'installation laser**

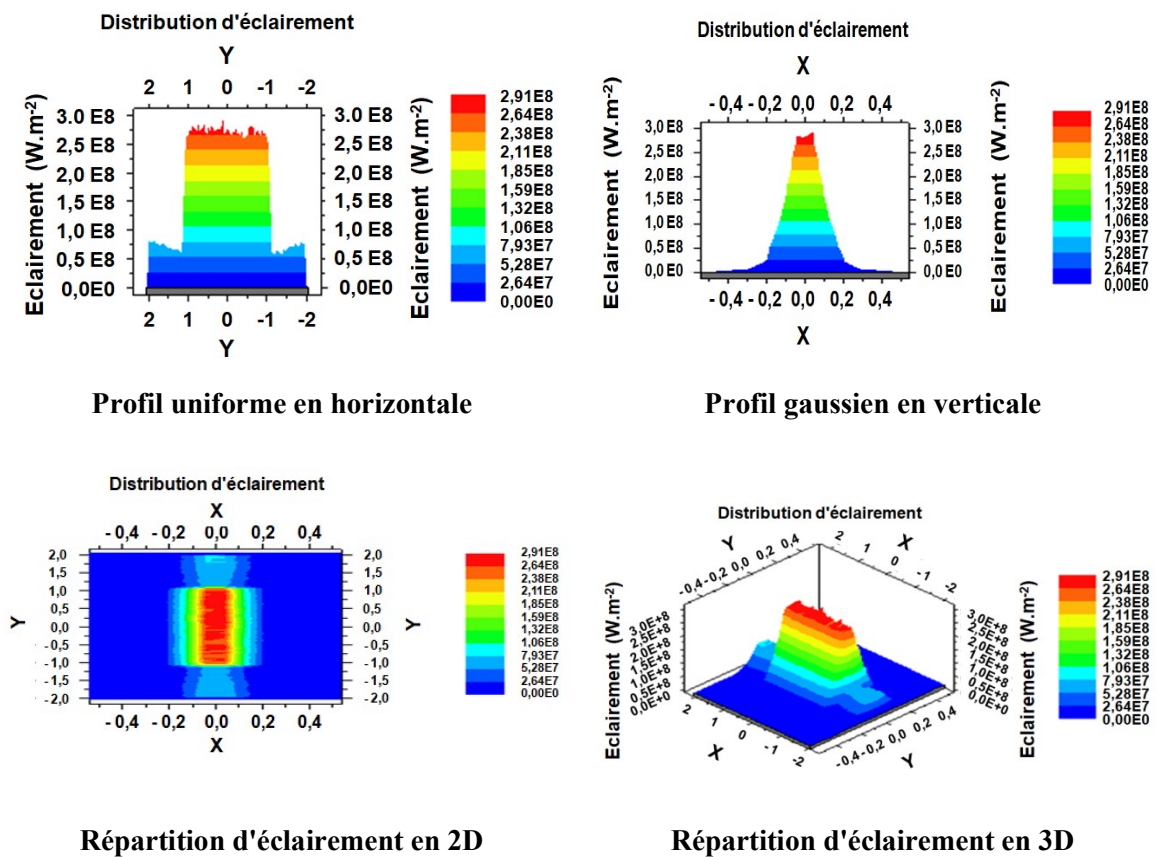
##### **XII.10.4.1 Dimensionnement du banc avec le laser à excimère**

L'objectif est de conditionner pour  $3 \omega$  ( $15 \text{ J.cm}^{-2}$ , 3 ns) les cristaux convertisseurs de fréquence. Si on suit une loi d'échelle type  $\tau_L^{0.5}$ , il faut au moins posséder une fluence supérieure à  $39 \text{ J.cm}^{-2}$  si la durée d'impulsion  $\tau_L = 20 \text{ ns}$ . On se fixera  $50 \text{ J.cm}^{-2}$ . Avec les 275 mJ du laser et en supposant une transmission optique proche de 0,9 soit 250 mJ, l'énergie doit être focalisée sur une tache de  $0.5 \text{ mm}^2$ . Cette imagerie est faite avec des "milli-lentilles" [242] pour disposer d'une tache homogène selon une direction car le laser à excimère en cavité stable possède une très faible longueur de cohérence et ainsi il n'entraîne pas d'effet d'interférences. Le schéma optique de base est donné **Figure 187**, il utilise des lentilles cylindriques en horizontale ( $f_h$ ) et en verticale ( $f_v$ ). Ce schéma optique a été conçu à l'aide d'APILUX [243], un code de radiométrie qui simule les cartographies d'éclairement. Il permet de contrôler la fluence dans le plan image et les différentes fluences vues par les composants. Ainsi une image de  $2,2 \times 0,3 \text{ mm}^2$  est obtenue avec seulement  $25 \text{ J.cm}^{-2}$ , la lentille L4 est soumise quant à elle à un flux supérieur à  $5 \text{ J.cm}^{-2}$ . Ces résultats ont été présentés et discutés avec le responsable de ces études au LLNL, Alan Burnham. Le niveau de fluence de  $25 \text{ J.cm}^{-2}$  correspondait à la fluence utilisée chez MICROLAS à 308 nm par Mike Runkel en mars 2001 [244]. Suite à ces discussions nous avons décidé de réduire la fluence sur lentille L4 (Cf. **Figure 187**), pour cela j'ai réalisé un téléobjectif de focale 100 mm à partir d'une combinaison à deux lentilles séparées par 500 mm, une divergente de focale  $-300 \text{ mm}$  et une convergente de  $200 \text{ mm}$ . Ainsi on disposait d'une focale équivalente de 100 mm avec un tirage optique de 267 mm (distance de la dernière lentille au plan image).



**Figure 187 : 1<sup>er</sup>**  
Schéma optique du  
banc de  
conditionnement

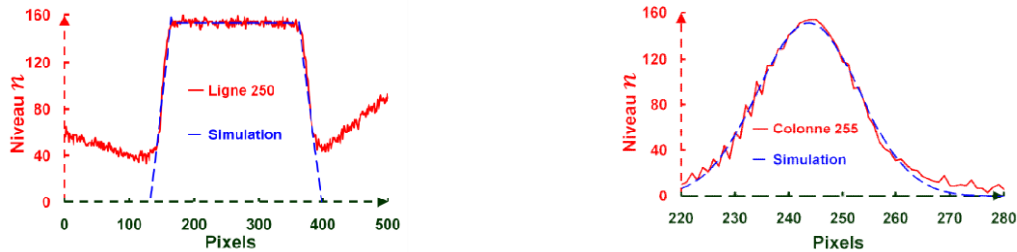
La **Figure 188**, montre le profil uniforme du faisceau en horizontale, le profil gaussien en verticale, la répartition d'éclairement obtenue dans le plan en 2D et en 3D simulée avec APILUX à partir du nouveau schéma optique.



**Figure 188 : Simulation du profil spatial donné par le laser à excimère au niveau du plan image de la configuration finale du système**

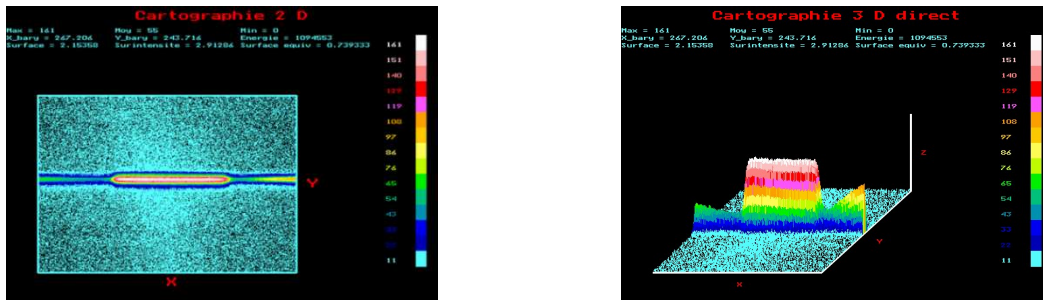
## XII.10.4.2 Caractérisation de la tache image du banc avec le laser à excimère

Après montage et réglage des composants, l'image du faisceau est récupérée sur une caméra avec un traitement d'images maison pour comparer notre simulation à la réalité (Cf. **Figure 189**).



**Profil expérimental en horizontale  $\omega_{1/2} = 2837 \mu\text{m}$**

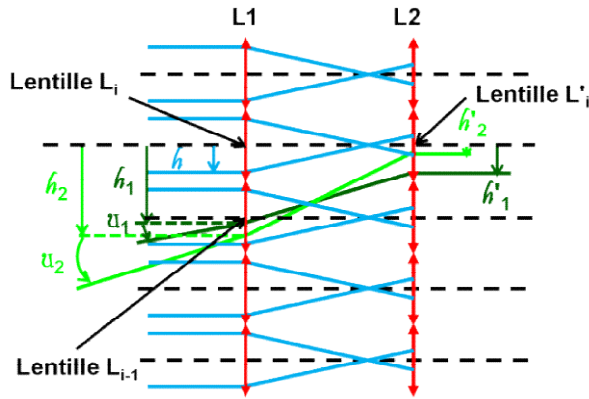
**Profil expérimental en verticale  $\omega_0 = 165 \mu\text{m}$**



**Figure 189 : Profil spatial expérimental (ligne, colonne, 2D et 3D) donné par le laser à excimère au niveau du plan image de la configuration finale de mon système optique**

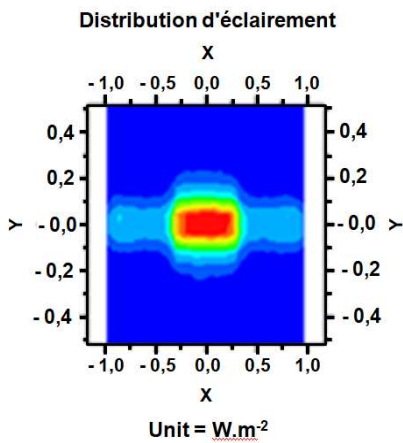
Comme il y a des "ailes" dans le plan image qui contiennent de l'énergie, nous devons les comptabiliser. L'énergie comprise dans les taches parasites est mesurée pour déterminer le pourcentage d'énergie qui se trouve dans la tache principale. L'énergie est proportionnelle à son volume  $V = \sum v_i \cdot H_i$  [5, 26] où  $H_i$  est le nombre de pixels possédant le niveau  $v_i$  (numérisation sur 8 bits du signal vidéo). Selon la Figure 188, la fluence théorique maximale trouvée est de  $29 \text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ . On constate également que seulement 67 % de l'énergie théorique (**Figure 189**) se retrouve dans la tache principale de  $0,3 \times 2,2 \text{ mm}^2$ , le reste se répartissant dans les ailes.

La présence des ailes a fait l'objet du stage **BTS** de **G. Hurst** qui a étudié ce système optique [245]. Il a montré la non-adaptation de la dimension transverse des lentilles composant les matrices avec la divergence du faisceau excimère (Cf. **Figure 190**). Les lentilles  $L_i$  composant  $L1$  sont imagées par les couples de lentilles  $L'_i$  (composant  $L2$ )/Lentilles de focalisation  $L3/L4$  sur le composant. Lorsque la divergence est faible, tous les rayons arrivant sur  $L_i$  sont dirigés vers  $L'_i$  ce qui donne une image parfaite. Quand la divergence augmente, des rayons provenant par exemple de  $L_{i-1}$  arrivent à toucher  $L'_i$ . L'objet initialement formé par  $L_i$  sera formé de  $L_i$  et de  $L_{i-1}$ , ceci provoquera une aile dans le plan image.

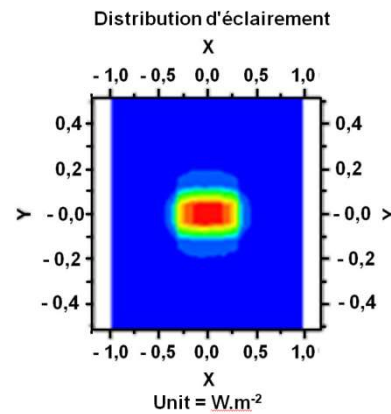


**Figure 190** : Schéma de principe de fonctionnement d'un couple de matrices de lentilles en faisceau fortement ouvert

Une simulation photométrique avec une source possédant une divergence de 1,5 mrad a été faite (Cf. **Figure 191**) et sur laquelle les ailes apparaissent. Avec une divergence de 0,75 mrad, les ailes sont absentes dans le plan image (Cf. **Figure 192**).

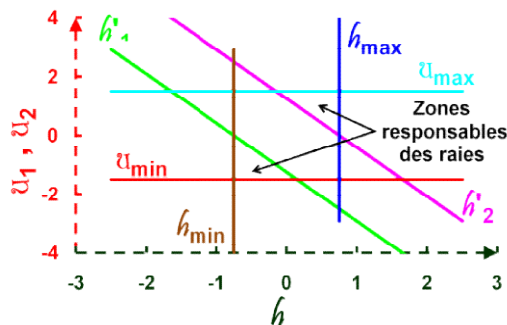


**Figure 191** : image avec une divergence de 1,5 mrad



**Figure 192** : image avec une divergence de 0,75 mrad

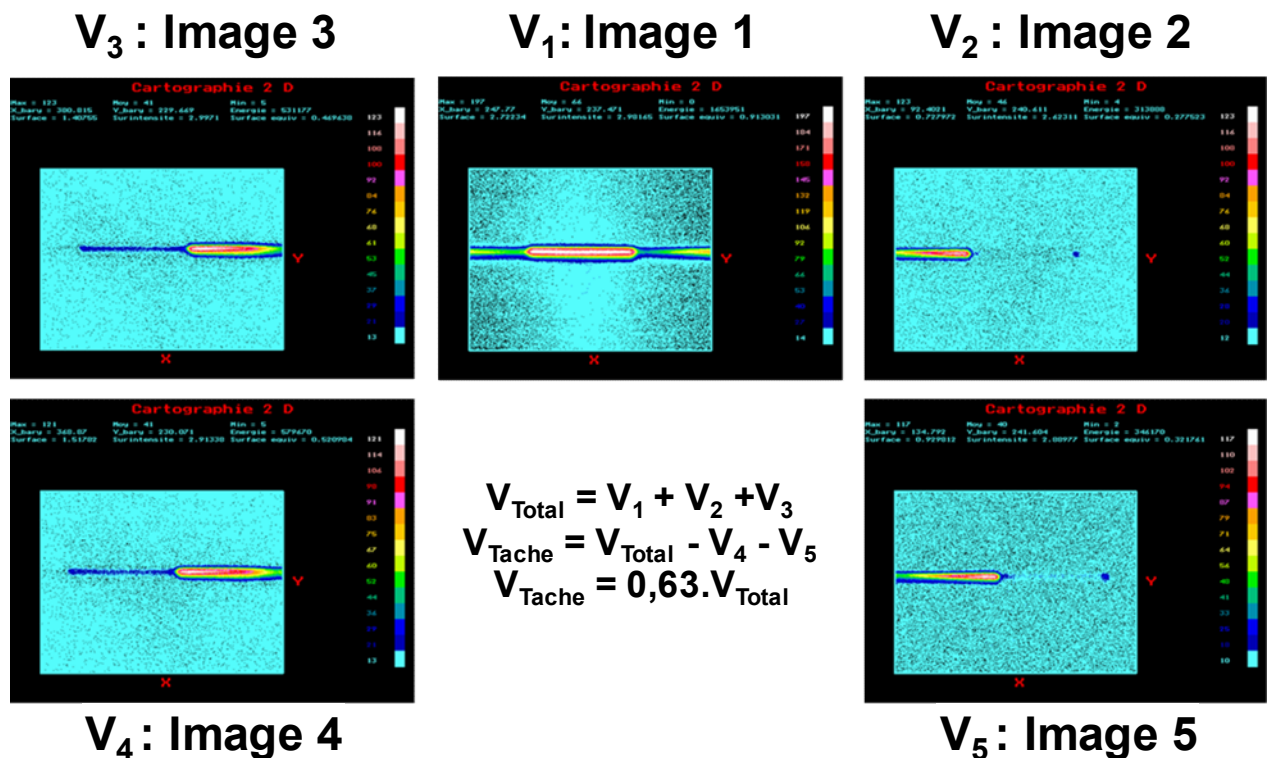
Un abaque ( $u$  étant la divergence et  $h$  la largeur de la milli-lentille) a été tracé en **Figure 193** par **G. Hurst** donnant une zone de fonctionnement d'un système sans ailes et donc sans pertes d'énergie hors la transmission.



**Figure 193** : Abaque dimension des milli-lentilles/demi-divergence du faisceau laser

L'énergie perdue provient donc de la divergence importante de l'excimère. L'énergie totale était comprise dans 5 images dont 4 étaient des images "parasites" indiquant que 63 % de l'énergie était

dans la tache principale pour 67 % théorique. La fluence maximale  $\mathcal{F}_{\text{Max}}$  est donc reliée à l'énergie par pulse  $\mathcal{E}$  par l'Équation 98 :  $\mathcal{F}_{\text{Max}} = 0,063.\mathcal{E}$ .

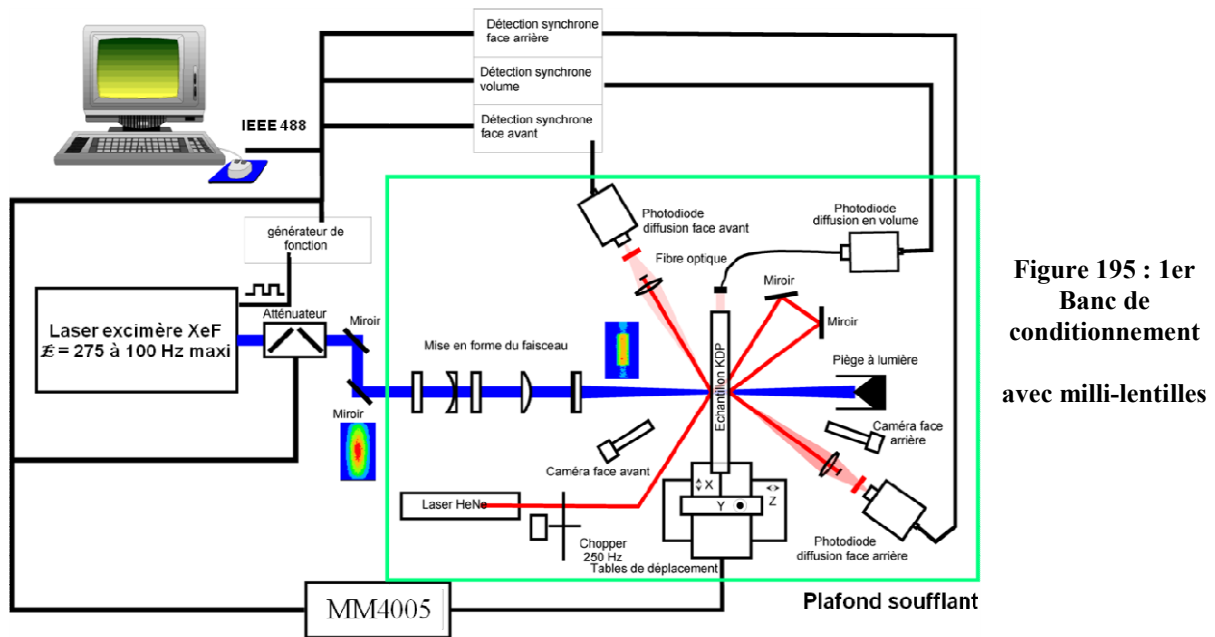


**Figure 194 : Mesure de l'énergie totale du laser distribuée dans différentes taches images**

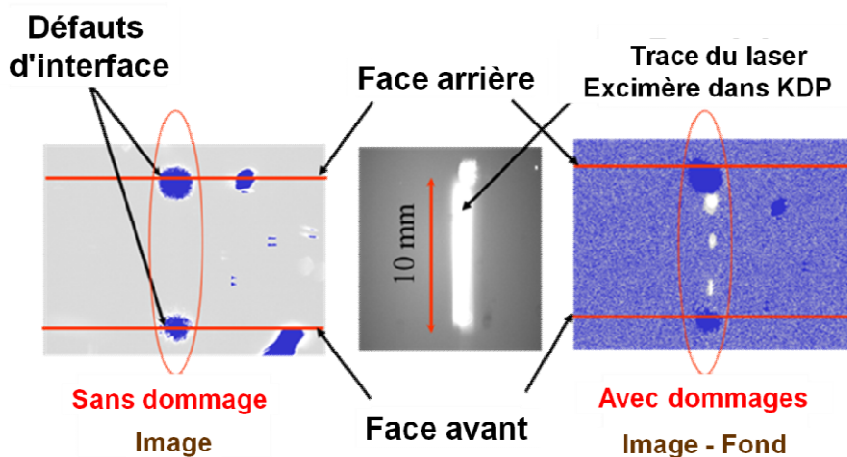
Avec  $\mathcal{E} = 275$  mJ, l'installation ne délivre que 17 à 18 J.cm<sup>-2</sup>, ce qui a permis de traiter seulement les doubleurs. Pour les tripleurs, il faut encore augmenter la fluence en remplaçant la lentille L3 de 660 mm de focale par une de 200 mm. Ainsi l'image obtenue avait une largeur à mi-hauteur  $\omega_{1/2} = 759$  μm et un  $\omega_0 = 173$  μm. Après le nouveau réglage, l'énergie mesurée dans la tache n'est que de 58 % et la fluence atteinte est reliée à l'énergie par pulse  $\mathcal{E}$  (en mJ) par l'Équation 99 :  $\mathcal{F}_{\text{Max}} = 0,186.\mathcal{E}$ . Ainsi il est possible d'atteindre 47 J.cm<sup>-2</sup> et de conditionner les tripleurs.

#### XII.10.4.3 Présentation du banc de conditionnement

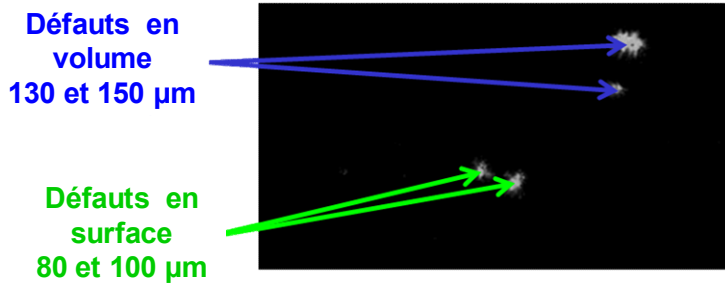
Comme l'installation était prévue pour traiter les échantillons jusqu'à une dimension de 150X150 mm<sup>2</sup>. Les tables de déplacement effectuant les balayages en x et y étaient motorisées avec une course de 200 mm. En sortie de l'excimère un atténuateur permet de disposer d'une fluence variable. Enfin, l'échantillon est placé sous un plafond soufflant de classe 100 (ISO 5). Le banc est décrit par la **Figure 195** :



Comme on souhaite contrôler l'apparition d'endommagement in-situ, le banc dispose de diagnostics de diffusion en face avant, en face arrière et en volume. Les deux premiers utilisent un **HeNe** modulé travaillant à **Brewster** avec des montages du type strioscopie et pointant les zones irradiées par le laser. La détection des défauts de volume se fait au moyen d'une fibre optique située sur un côté du composant qui récupère le flux diffusé, guidé par réflexion totale à l'intérieur du composant jusqu'à celle-ci. On observe les impacts du laser sur les faces d'entrée et de sortie avec 2 caméras à 45° d'incidence munies d'un zoom, on obtient ainsi la position d'un claquage éventuel dans le volume avec une incertitude de 100 μm. Elles serviront de moyens de détection lors des tests d'endommagement en comparant les images avant et après les tirs (Cf. **Figure 196**).



Nous estimons que le défaut est en surface ou en volume en fonction de sa position par rapport à l'impact du faisceau laser en face avant du **(D)KDP**. La dimension des défauts détectés peut aller jusqu'à 10 μm avec le grandissement utilisé.



**Figure 197 :**  
**Visualisation des**  
**endommagements en**  
**surface et volume après**  
**un test S/I sur un**  
**(D)KDP**

Pour piloter l'installation de conditionnement, nous avons mis au point un logiciel temps réel et multitâche fonctionnant sous **LabView**. Un autre **PC** dispose d'une carte **cylope** et d'un logiciel de ma conception en **langage C** pour analyser les images le cas échéant (acquisition, soustraction d'images, cartographie **2D** et **3D**, analyse de lignes et de colonnes, filtrages...).

### **XII.10.5 Conditionnement des échantillons du LLNL et résultats**

Avant de conditionner un échantillon :

- on règle les niveaux de diffusion au minimum avec un oscilloscope ;
- on réalise les cartographies à faible fluence faces avant et arrière de la diffusion initiale;
- on lance le conditionnement après l'entrée des paramètres désirés (courses, vitesse, fluence maxi et mini, pas en fluence...).

Le conditionnement d'un échantillon est effectué par un balayage de la surface en x et en y de l'échantillon par un faisceau laser. L'échantillon, partant d'un de ses coins, se déplace selon y à vitesse constante  $v_y$  en étant irradié jusqu'au bord. Ayant atteint ce bord, le faisceau est coupé et on revient sur la ligne initiale tout en se décalant en x de manière à recouvrir partiellement lors du second passage la première passe. On repart alors en y et ainsi de suite jusqu'à la fin de l'échantillon. Ensuite, dans le cas d'un conditionnement avec plusieurs passages, on revient au point d'origine, on augmente la fluence et on recommence le cycle.

#### **XII.10.5.1 Méthodologie du conditionnement laser appliquée avec le LLNL**

Les études paramétriques réalisées par **LLNL** utilisent :

- un balayage de la zone soit en 1 passage, soit en multi-passage (2 ou 3 en général) à fluence croissante mais avec une vitesse ou un nombre de tirs par site fixe ;
- une variation de la vitesse de balayage ou de la fréquence de tirs pour étudier l'influence des écarts de fluences entre deux tirs ou de l'énergie totale déposée.

L'échantillon conditionné est découpé partiellement en 2 à 4 zones pour tester de 1 à 3 procédures, une zone restant vierge est appelée **NC** (Non Conditionnée). Chaque zone a la dimension suffisante pour effectuer les tests d'endommagement laser.



**Figure 198 : Définition des zones conditionnées**

Chaque zone est irradiée avec une fluence différente  $F_1$ ,  $F_2$  et  $F_3$  dans le cas d'un conditionnement mono-passage. Pour le cas multi-passage, les 3 zones voient  $F_1$ , puis 2 zones seront éclairées par  $F_2$  et enfin une seule subira  $F_3$ .

Les études paramétriques réalisées par le LLNL utilisent un balayage de chaque zone soit en mono-passage, soit en multi-passage (2 ou 3 en général), mais avec une vitesse de balayage  $v_y$  (et donc un nombre de tirs par site) fixe : c'est ce que nous appellerons la méthode LLNL. Pour étudier l'influence des écarts d'éclairement entre deux tirs ou celle de l'énergie totale déposée, les Américains fixent la fluence et font varier la vitesse de balayage ou la fréquence de tirs. Cette méthode ne me semblait pas optimale en termes de vitesse de traitement et de progressivité de l'augmentation de l'éclairement. En effet, soit la vitesse est faible, et le traitement est très long, soit la vitesse est grande, et l'éclairement d'un site entre deux impacts du laser successifs croît rapidement lorsque la fluence devient importante. Personnellement, je reprendrai la méthodologie américaine d'un conditionnement multi-passage mais avec des variations de la fluence et de la vitesse associées pour avoir une variation d'éclairement entre deux impacts du laser successifs moins brutale. J'ai choisi d'adapter la vitesse de balayage à la fluence, de telle sorte que l'écart d'éclairement entre deux tirs successifs sur un même site ne dépasse pas une fraction donnée (en général 10 %) de l'éclairement maximal que verra le site : c'est ce que nous appellerons la méthode CEA.

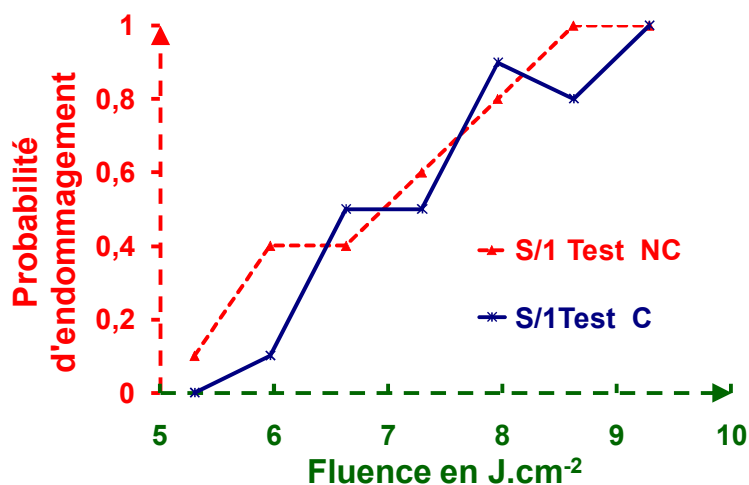
Un des paramètres importants du conditionnement est le taux de recouvrement, qui comprend le recouvrement des colonnes mais aussi, le recouvrement entre deux tirs successifs. Il est fixé par la taille du faisceau, la vitesse d'avancée de l'échantillon et la fréquence de répétition du laser, et il se traduit en un certain nombre de tirs vus par chaque site. Plus ce nombre est élevé et compte tenu du caractère gaussien du profil du faisceau suivant  $y$ , plus la croissance de l'éclairement d'un site entre deux impacts du laser successifs est faible.

#### XII.10.5.2 Comment mesurer l'effet du conditionnement ?

Les mesures d'endommagement laser sont délicates comme nous l'avons signalé précédemment. Il est difficile de tirer des conclusions sur des effets faibles, d'ailleurs c'est pour cela que la technique



du raster-scan a été développée. Dans notre cas, pour prendre un exemple, les tests d'endommagement S/1 sont faits sur 10 sites par fluence avec un YAG à 3  $\omega$  et nous obtenons des courbes telles que :



**Figure 199 :** Tests S/1 sur le BD8-6 sur une zone conditionnée et sur une zone non conditionnée faits avec un YAG à 3  $\omega$

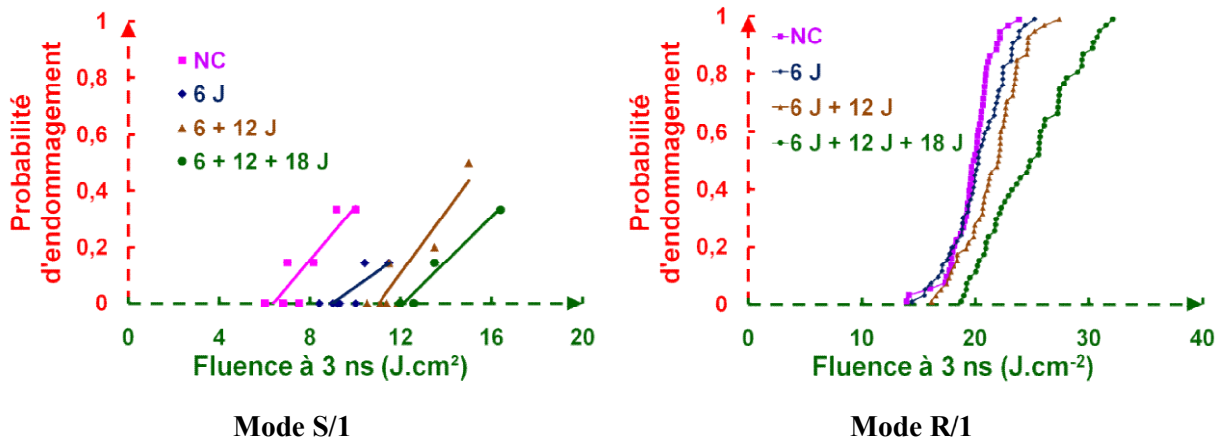
On constate sur la **Figure 199** que la probabilité d'endommagement mesurée ne croît pas de manière monotone avec la fluence. Par ailleurs, si on se place à un seuil de 10 % de probabilité : la zone traitée présente un gain  $g$  lié au conditionnement de 12 %, avec un seuil de 50 % : le gain est nul, et à 8 J.cm<sup>-2</sup> (la fluence moyenne du **LMJ**) , nous obtenons 90 % de probabilité d'endommagement sur la zone conditionnée et 80 % sur la zone vierge ( nous sommes dans l'incertitude de mesure). L'effet dépendrait de la valeur de la probabilité... Pour essayer de surpasser ces difficultés et de dégager des tendances, nous avons préconisé de moyennier l'ensemble des résultats obtenus en adoptant un critère d'amélioration du conditionnement indépendant du seuil de probabilité, donc j'ai proposé d'intégrer la courbe donnant la fluence  $\bar{F}$  en fonction de la probabilité de dommages  $p$ . Plus l'aire sous cette courbe sera importante, meilleur sera en général le composant vis à vis de sa résistance au flux laser. Ainsi, pour classer les performances des méthodes de conditionnement de manière indépendante de la valeur intrinsèque du matériau, j'ai conseillé d'introduire le terme de gain de conditionnement  $g$  défini par :

$$g = \frac{\int_{\text{Zone conditionnée}} F \cdot dp}{\int_{\text{Zone non conditionnée}} F \cdot dp} \quad \text{Équation 100}$$

Ce gain  $g$  sera utilisé quand il sera possible de calculer l'intégration totale ( $p$  atteignant 1).

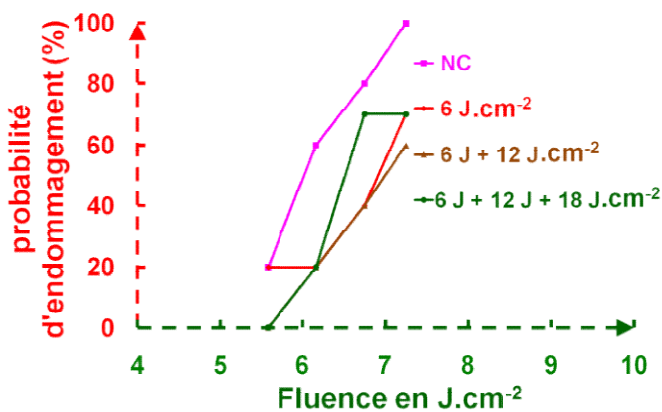
### XII.10.5.3 Résultats sur les **KDP** doubleurs

La **Figure 200** indique l'amélioration en tenue au flux à 1  $\omega$  du cristal due au conditionnement laser multi-passage en mode S/1 et en mode R/1.



**Figure 200 : Probabilité d'endommagement à  $1 \omega$  en mode S/1 d'un KDP doubleur après un conditionnement multi-passage**

On constate toujours que les **LIDT** en mode **R/1** sont plus élevés que ceux des modes **S/1**. On constate également une amélioration sensible du seuil qui augmente avec le nombre de passages et leurs fluences associées allant jusqu'à un facteur 2 en mode **S/1** et seulement de 10 à 30 % en mode **R/1**. Mais des mesures de la **Figure 201**, faites sur un banc à 355 nm indiquent une amélioration moins claire que celle à  $1 \omega$ , ces écarts peuvent être provoqués par l'hétérogénéité spatiale du matériau qui est plus marquée à  $3 \omega$  qu'à  $1 \omega$  (Cf. **Figure 186**) mais aussi à la faiblesse du nombre de fluences par zone (5 fluences avec 10 essais par fluence).



**Figure 201 : Probabilité d'endommagement à  $3 \omega$  en mode S/1 d'un KDP doubleur après un conditionnement multi-passage**

#### XII.10.5.4 Résultats sur les (D)KDP tripleurs

Avant de conditionner les échantillons **(D)KDP** de 150X150 mm<sup>2</sup>, nous avons validé le banc avec dix échantillons 50X50 mm<sup>2</sup> de qualités diverses provenant du **LLNL** en comparant la procédure de **Mike Runkel** et la mienne. Après conditionnement, ces échantillons ont été envoyés pour être testés sur une installation de tenue au flux fonctionnant avec un laser **YAG** à  $3 \omega$  pour évaluer l'effet et choisir la meilleure procédure. L'ensemble des résultats obtenus sont similaires à ceux indiqués par la **Figure 202**.

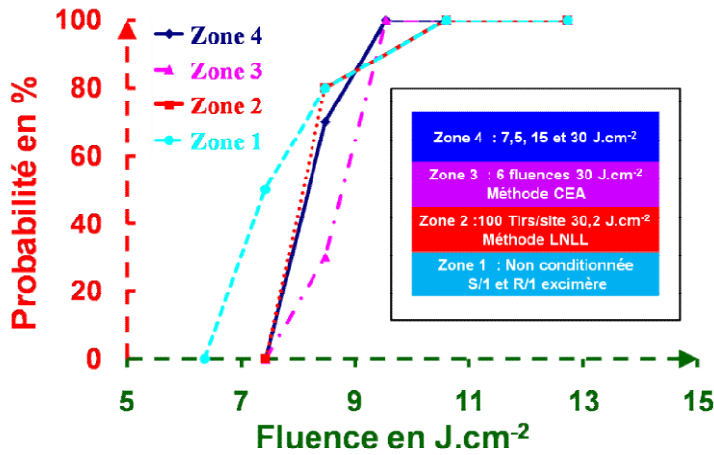


Figure 202 : Probabilité d'endommagement à  $3 \omega$  avec un laser YAG d'un tripleur conditionné avec des méthodes proposées par LLNL et CEA

Les échantillons montrent généralement un gain de conditionnement  $g$  supérieur à 1, il varie de 0,96 à 1,17. La procédure que j'ai proposée donne un gain moyen de 10 %, celle de LLNL un gain de 6 %. Les gains de conditionnement augmentent avec la fluence maximale de conditionnement, ils passent de 6 % en moyenne à 10 % quand la fluence passe de  $30 \text{ J.cm}^{-2}$  à  $35 \text{ J.cm}^{-2}$  [238]. Cet effet se retrouve avec les 3 procédures testées. Afin de pouvoir améliorer le conditionnement, l'évolution de la tenue au flux a été testée avec le laser à excimère en mode S/1 (Cf. Figure 203).

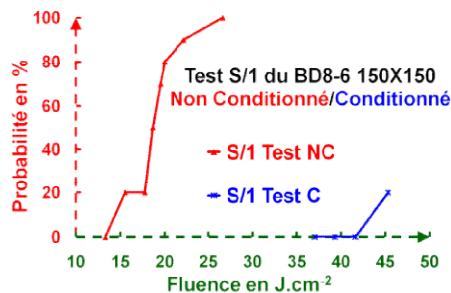


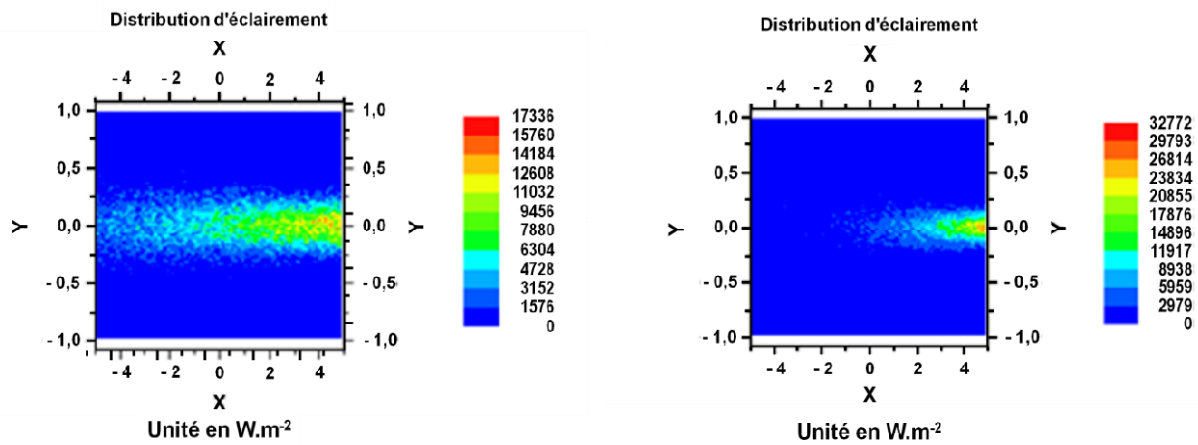
Figure 203 : Probabilité d'endommagement à 351&353 nm (laser excimère) d'un tripleur conditionné

Les gains de conditionnement trouvés avec l'excimère sur 4 échantillons vont de 2 à 3. Ils sont supérieurs à ceux trouvés sur d'autres installations, il apparaît qu'il y avait un problème au niveau de notre conditionnement.

#### XII.10.5.5 *Profondeur de foyers de l'installation et palliatif*

Une des pistes avait déjà été identifiée préalablement avant le montage du banc, c'est la profondeur de foyer de l'installation, en effet, les cristaux de (D)KDP font 10 mm d'épaisseur. Pour obtenir la fluence nécessaire au conditionnement des (D)KDP, on réduit la dimension de la tache image en concentrant plus fortement le faisceau laser sur l'échantillon. Cette augmentation de fluence est accompagnée par une augmentation de l'ouverture numérique du faisceau afin de conserver l'invariant de Lagrange ( $n.h.u = \text{constante}$ ). Ceci provoque une réduction de la profondeur de foyer. La répartition de la fluence dans l'épaisseur évolue rapidement comme montrée dans les deux simulations APILUX (Cf. Figure 204). On visualise la variation ici l'éclairement calculé le long de

l'axe de propagation de la lumière obtenue avec deux lentilles de focale de 200 mm et de 100 mm pour la même source laser.

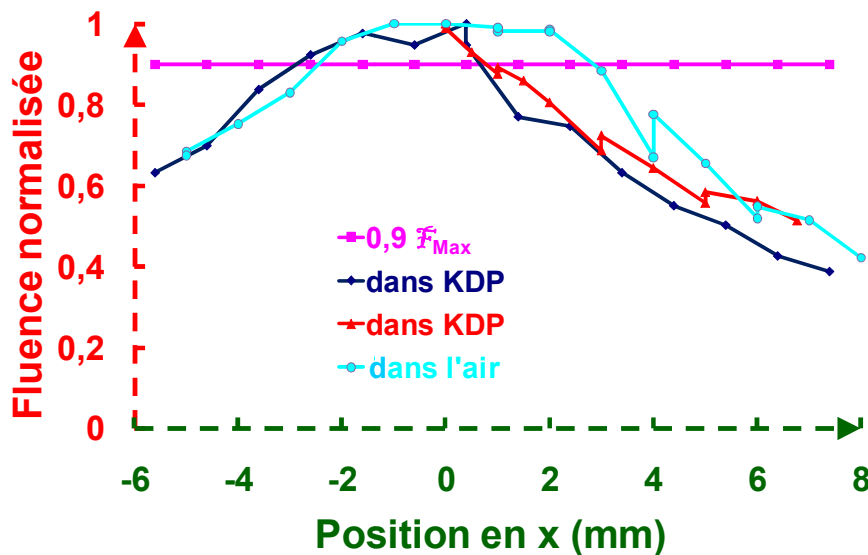


Avec une focale  $f' = 200$  mm, le faisceau venant de la droite a son intensité qui s'atténue d'un facteur 2 sur 5 mm

Avec une focale  $f' = 100$  mm, l'intensité du faisceau s'atténue d'un facteur 2 sur 2,5 mm

**Figure 204 : Influence de l'ouverture numérique sur la profondeur de foyer**

Ceci signifie qu'avec ce schéma une faible zone proche de la surface avant du KDP est conditionnée. La mesure expérimentale donnée en **Figure 205** montre que dans le KDP, la fluence n'est supérieure à 90 % de la fluence maximale que sur une épaisseur inférieure à 3 mm.



**Figure 205 : Mesure de la profondeur de foyer**

En mesurant la tenue au flux d'un échantillon conditionné en face avant et en face arrière comme prescrit par la **Figure 206**, nous trouvons les résultats de la **Figure 208** qui indique un fort écart du LIDT entre la face avant qui a vu le conditionnement et la face arrière qui n'a subi qu'une faible fluence.

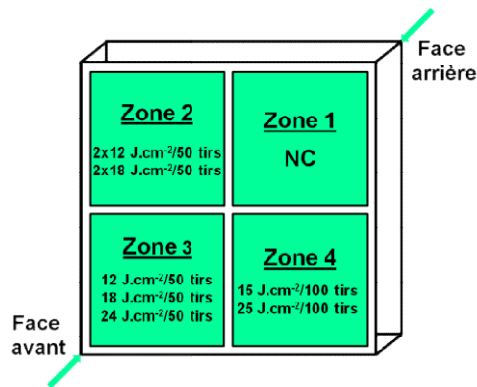


Figure 206 : procédure de conditionnement du PY3 01-0090 utilisée pour démontrer notre manque de profondeur de champ actuelle, x/y correspondent à la fluence et au nombre de tirs respectivement

La Figure 207 donne les résultats des tests de tenue au flux et confirme bien que la face arrière n'a pas été conditionnée, la probabilité d'endommagement est voisine d'une zone non traitée.

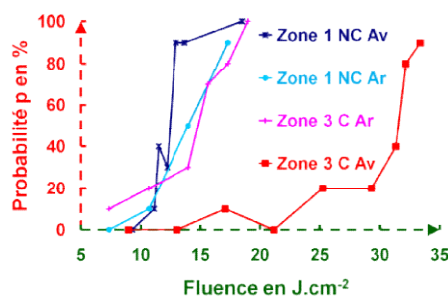


Figure 207 : Tests S/1 face avant (Av) et face arrière (Ar) sur 2 zones, une conditionnée (C) et une zone vierge (NC)

La profondeur de foyer de notre banc est trop faible face à l'épaisseur du cristal et semble être la cause de la faible amélioration constatée avec des installations d'endommagement laser qui ont une grande longueur de Rayleigh. Pour étudier cet effet, j'ai proposé de conditionner un échantillon selon 1 plan, 2 plans et 3 plans comme celui-ci est dans un support motorisé permettant un déplacement axial [46]. Le plan de conditionnement est indiqué par la Figure 208.

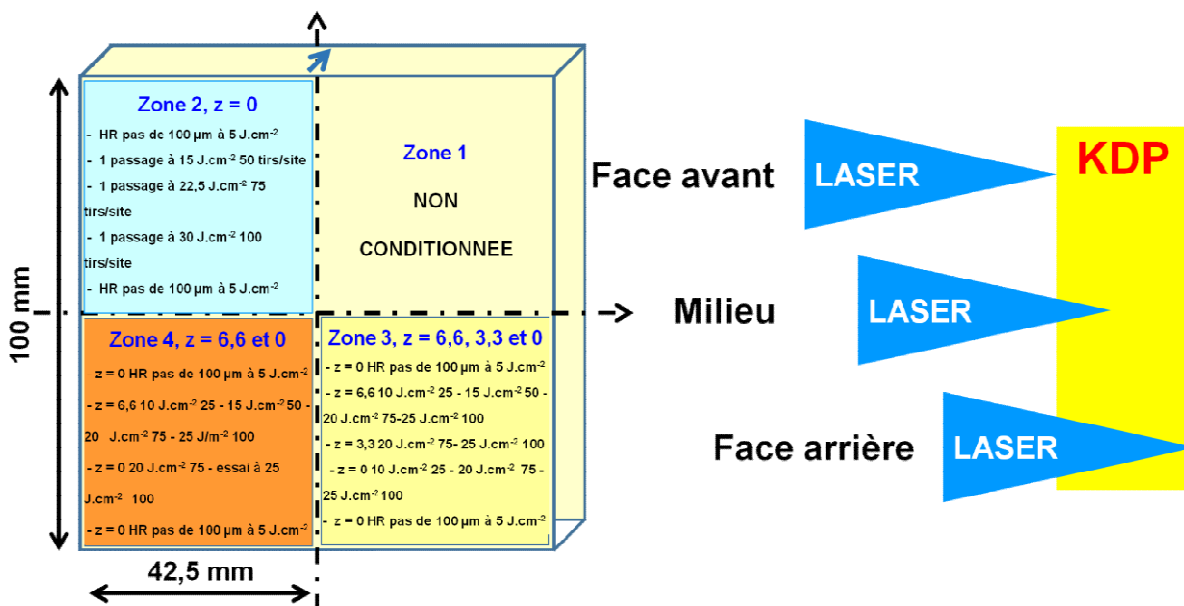


Figure 208 : Plan de conditionnement pour évaluer l'effet d'un conditionnement multi-plan

Cet échantillon a été testé (Cf. Figure 209), puis évalué sur un banc YAG (Cf. Figure 210).

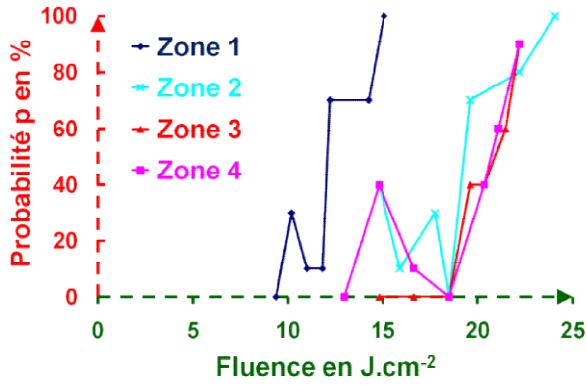


Figure 209 : Tests d'endommagement excimère face avant à 351 nm

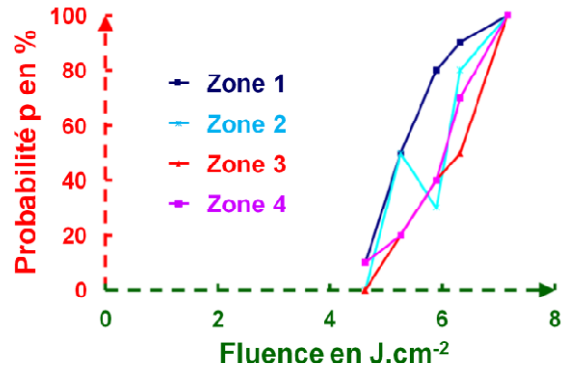


Figure 210 : Tests d'endommagement YAG à  $3\omega$

Sur la **Figure 209**, l'amélioration est identique sur la face avant sur les 3 zones conditionnées (gain **g** d'environ 1,45). Par contre sur la **Figure 210**, l'effet est moindre avec le **YAG**. On note toutefois que **g** le gain de conditionnement (Cf. **Tableau 23**) progresse avec le nombre de plans traités.

Tableau 23 : Gain de conditionnement YAG un KDP conditionné en multi-plan

Numéro de la zone	Nombre de plans	Fluence cumulée	Gain YAG
2	1	5437 J.cm <sup>-2</sup>	1,07
4	2	9000 J.cm <sup>-2</sup>	1,1
3	3	13000 J.cm <sup>-2</sup>	1,13

Comme on collaborait avec l'**Institut Fresnel** sur l'endommagement laser, j'ai proposé que l'**Institut Fresnel** mesure le gain d'endommagement en fonction de la cote **z** car il disposait d'un banc d'endommagement à  $3\omega$  qui pouvait sonder cet effet.

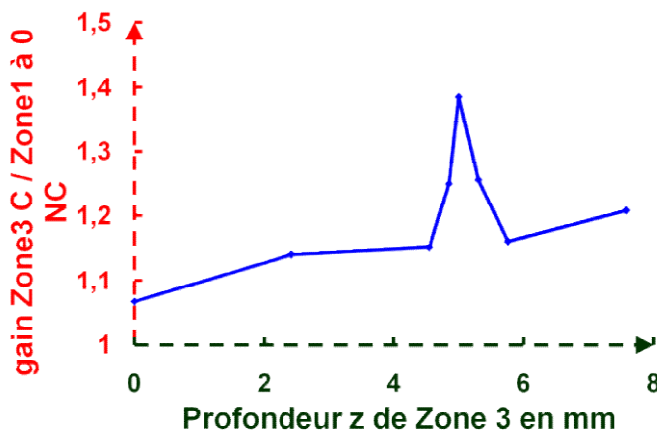
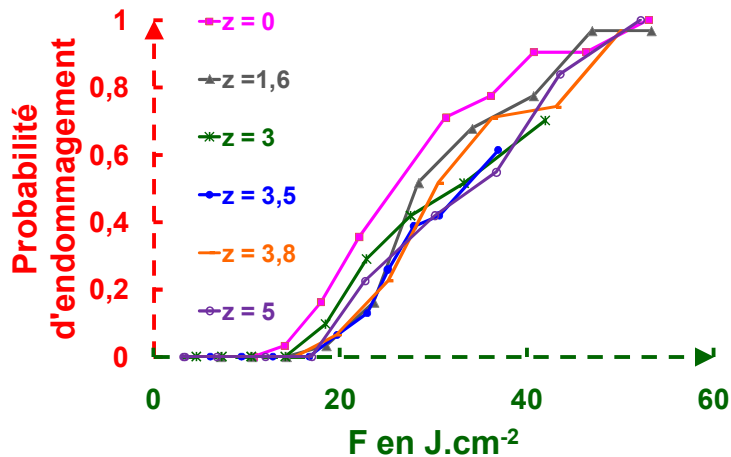


Figure 211 : Gain de conditionnement sur la zone 3 (z3) selon la profondeur **z**

La **Figure 211** indique qu'il existe bien une zone conditionnée autour de  $z = 5$  mm, le gain est proche de 1,4 (1,45 trouvé avec le laser à excimère).

Le **KDP** et le **(D)KDP** sont connus pour sa particularité d'avoir une tenue au flux en volume inférieure à la tenue au flux en surface. Or les résultats obtenus par l'**Institut Fresnel** (Cf. **Figure 212**) lors de cette mesure de gain faite sur la zone conditionnée indiquent le contraire, sur la zone non conditionnée nous avons un résultat analogue.



**Figure 212 : Tests 1/1 en fonction de z de la zone 3 (zone conditionnée) du KDP PM2 01-0094**

La courbe  $z = 0$  correspond à la courbe la plus à gauche, donc la surface a ici la plus forte probabilité d'être endommagée. Ce résultat signale que ce **KDP**, hygroscopique, n'a pas été conservé au cours de son existence correctement et qu'il faut nous pencher également sur l'influence de l'humidité relative afin de stocker dans le temps ce matériau dans les meilleures conditions possibles.

#### XII.10.5.6 Conclusions

Le conditionnement apporte un effet mais il ne semble pas suffisant quand on utilise des faisceaux ayant des faibles divergences. Les **(D)KDP** sont loin d'être homogènes, il faut donc étudier davantage les **(D)KDP** et différents paramètres afin de mieux comprendre les phénomènes en présence et proposer des solutions pour conditionner au mieux les cristaux pour le **LMJ**. Ceci a été fait par :

- Plus de chercheurs pour mener les études avec deux postdoctorants **Matthieu Pommès** et **Anthony Dyan** pour nous aider ;
- Continuer notre collaboration privilégiée avec l'équipe endommagement laser de l'**Institut Fresnel** ;
- Collaborer avec le **CEA/Saclay** avec en particulier l'équipe de **Guillaume Petite** pour regarder les transitions électroniques [4] ;
- La modification de notre banc afin de disposer de diagnostics in-situ permettant de faire des études de compréhension.

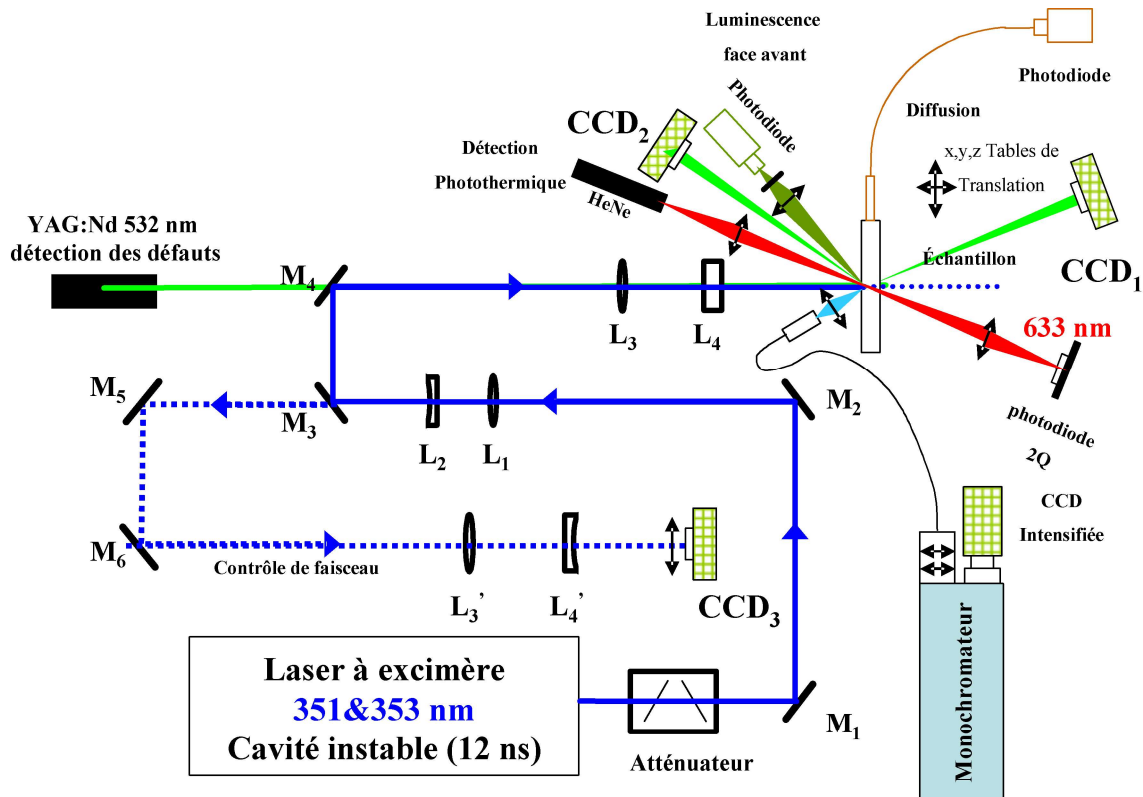
## XII.11 Le banc SOCRATE : un banc dédié aux études d'endommagement laser de matériaux

### XII.11.1 Introduction

Afin d'avoir un gain de tenue au flux sur l'ensemble de l'épaisseur du matériau, nous avons reconfiguré avec **David Damiani** et **Matthieu Pomiès** toute l'installation initiale (local, laser, cavité, système optique, diagnostics) pour obtenir le banc **SOCRATE**, pour **S**ystème **O**ptique de **C**onditionnement et la **R**évélation pour l'**A**mélioration de la **T**enue à l'**E**ndommagement. Cette installation laser, à l'instar d'autres moyens existant au **CEA**, était destinée à l'étude des problèmes d'endommagement laser et de conditionnement des matériaux optiques du **LMJ** (**SiO<sub>2</sub>**, **KDP** et **(D)KDP**). Ce banc a servi également à l'étude de l'influence des défauts sur la tenue au flux et de leurs évolutions sous flux. Les défauts sont mis en évidence en temps réel par des moyens de caractérisations optiques non destructives in-situ comme des mesures d'absorption, de luminescence et des analyses spectrales (**Raman**, **LIBS**, Luminescence...).

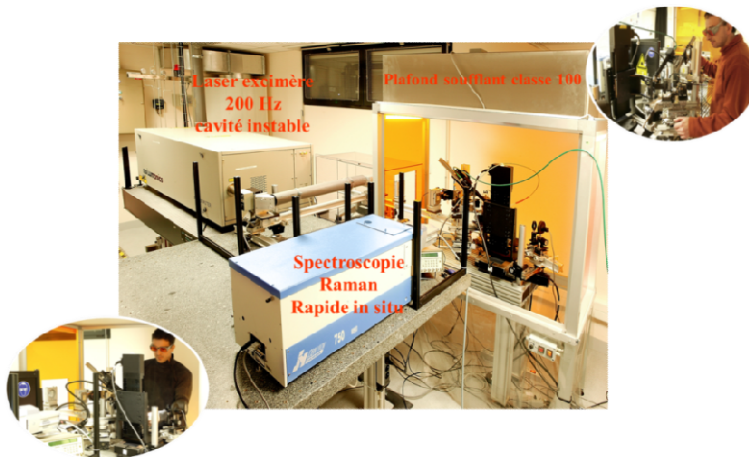
### XII.11.2 Dispositif expérimental

Le dispositif **SOCRATE** est présenté en **Figure 213** et visualisé sur la **Photo 35**.



**Figure 213 : Dispositif SOCRATE utilisé pour le conditionnement laser et la caractérisation non destructive des matériaux optiques pour le LMJ (silice, KDP et (D)KDP)**





**Photo 35 : Banc SOCRATE**

### XII.11.2.1 Source laser

La source utilisée sur le banc **SOCRATE** est un laser **GSI LUMONICS PM 848** opérant à 351 et 353 nm (gaz : XeF) avec un taux de répétition maximum de 200 Hz. Pour augmenter la profondeur de foyer, il faut réduire la divergence initiale du laser. Pour cela, l'utilisation d'une cavité instable entraîne une réduction de presque d'un facteur 10 de la divergence initiale [246-247]. Les modes lasers sortant de la cavité instable sont des modes d'ordre bas. Ils font que la source laser devient plus cohérente. La durée d'impulsion est réduite par rapport à celle donnée par une cavité stable (Cf. **Figure 122**). Le passage du laser d'une cavité stable en cavité instable a augmenté la cohérence temporelle de la source entraînant des interférences dans le plan image avec les milli-lentilles. La **Figure 189** montre l'image sur le composant anciennement obtenue avec le système de mini-lentilles en cavité stable et la nouvelle image du faisceau obtenue avec la cavité instable (Cf. **Figure 133**). Les profils spatiaux des images sont fortement différents, nous n'avons plus un profil "homogène". Sur **SOCRATE**, un champ proche (coupleur de sortie) est imagé sur l'échantillon. La répartition spatiale du flux varie tir à tir, ce qui oblige un contrôle de cette répartition à chaque tir. L'ajout d'une voie supplémentaire ( $M_5$ ,  $M_6$ ,  $L'_3$ ,  $L'_4$ ) sur le banc (**Figure 213**) réalise cette fonction. Le laser est stabilisé en termes de puissance grâce à la variation de la tension d'ionisation du gaz (système **STABILASE**). Par conséquent, les fluctuations d'énergie tir à tir restent limitées. Néanmoins, un contrôle des différents paramètres lasers assurera une métrologie de l'endommagement laser fiable et robuste dans le temps.

### XII.11.2.2 Système optique d'imagerie

Une fois créée, l'impulsion laser traverse un télescope (lentilles  $L_1$  et  $L_2$ ) et un doublet focalisant (lentilles  $L_3$  et  $L_4$ ) qui imagent la sortie du laser sur le matériau à étudier. Cette imagerie minimise les problèmes des dépointés du laser observés avec des bancs où les lasers sont uniquement focalisés sur l'échantillon. Les lentilles sont traitées antireflets par sol-gel à 351-353 nm. Le profil spatial de l'impulsion laser disponible sur **SOCRATE** est dit "top-hat". Sur ce profil, nous observons des fluctuations spatiales de l'ordre de 15 %. Les **Figure 134** et **Figure 135** représentent les profils du

faisceau suivant les deux directions de l'espace avec une image de  $635 \mu\text{m} \times 305 \mu\text{m}$  (dimensions à mi-hauteur).

Avec **SOCRATE**, on peut atteindre des fluences de  $50 \text{ J.cm}^{-2}$ . Lors des études nécessitant la polarisation du laser, le miroir  $M_2$  est remplacé par un cube polariseur. En effet les cristaux de **KDP** et de **(D)KDP** étant biréfringents, le faisceau laser, s'il n'est pas polarisé peut se dédoubler progressivement à l'intérieur du cristal à cause de la biréfringence du matériau modifiant le **LIDT**.

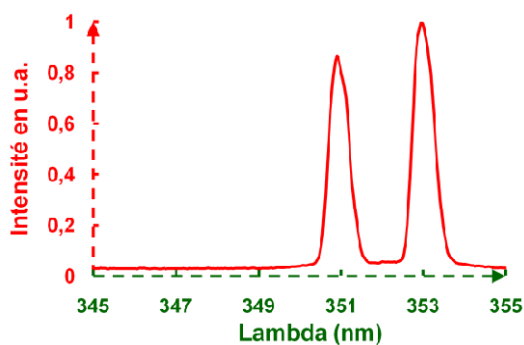
Pour finir, le composant (silice, **KDP** ou **(D)KDP**, voire des empilements de couches minces) est positionné dans un support motorisé 3 axes permettant la réalisation d'une irradiation localisée du matériau pour établir des liens entre les **LIDT** et les caractérisations non destructives du matériau.

L'ensemble du dispositif est dans un environnement en atmosphère contrôlée grâce à un plafond soufflant classe 100 (équivalent à **ISO 5**).

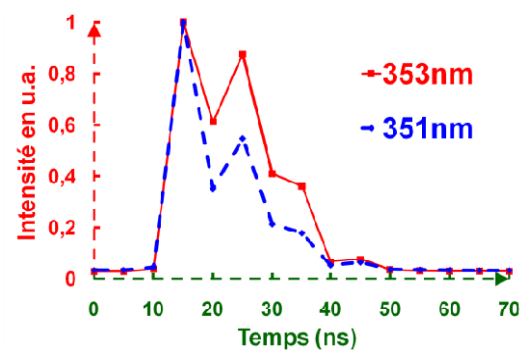
### XII.11.2.3 Contrôle du faisceau et détection de dommages

#### XII.11.2.3.1 *Contrôle du faisceau laser*

Les expériences d'interaction laser-matière nécessitent une connaissance de la forme (spatiale et temporelle) de l'impulsion. Afin de posséder une métrologie fiable, il faut prendre en compte les variations tir à tir pour relier l'endommagement du site à la fluence vraie vue par ce site, ce qui n'est pas fait simultanément sur **SOCRATE**. Pour la mesure du profil spatial, nous utilisons le faisceau transmis par le miroir  $M_3$ . L'utilisation d'un système optique identique permet d'obtenir une image sur la caméra  $\text{CCD}_3$  (Cf. **Figure 213**) du faisceau équivalente à celle située du plan du matériau testé. Le profil temporel est également enregistré à l'aide d'une photodiode rapide et d'un oscilloscope (Cf. **Figure 122**). Les intensités des 2 raies sont obtenues aussi avec une caméra intensifiée (**ICCD ANDOR**) et données par la **Figure 214** qui témoignent qu'elles sont pratiquement équivalentes. De même, on peut obtenir le profil temporel de ces raies (Cf. **Figure 215**).



**Figure 214** : Intensités des 2 raies de l'excimère en mode Xénon-Fluor



**Figure 215** : Formes temporelles des 2 raies de l'excimère en mode Xénon/Fluor

### ***XII.11.2.3.2 Détection et comptage des dommages***

Au cours de l'irradiation, lorsque la fluence dépasse localement le **LIDT** du matériau, il se produit un dégât laser dont les dimensions et le contraste peuvent être variables. Expérimentalement, il est important de détecter les claquages (en surface ou en volume) le plus tôt possible afin d'arrêter l'irradiation (procédure de conditionnement) ou pour être plus précis concernant la statistique de tenue au flux. Sur **SOCRATE**, le critère d'endommagement est la différence d'aspect avant et après tir d'un site, à l'aide d'une caméra **CCD**. Nous détectons les dégâts lasers qui apparaissent en surface ou en volume avec une caméra inclinée en face avant ou en face arrière. La **Figure 196** est une illustration de détection de l'endommagement dans un cristal de **KDP** avec la caméra inclinée placée derrière et visualisant l'épaisseur de l'échantillon. La visualisation des défauts est améliorée par la diffusion, sur les points de claquage en surface ou en volume, d'un laser sonde **Nd:YAG** (532 nm) de 10 mW placé derrière le miroir  $M_4$  (Cf. **Figure 213**) et colinéaire au faisceau excimère :

- Avant le tir, l'image permet d'observer la diffusion du laser **Nd:YAG** sur les deux faces (avant et arrière) du composant. Parallèlement, cette image nous assure qu'aucun défaut macroscopique n'est présent dans le matériau avant l'irradiation ou, dans le cas contraire, à en tenir compte lors de la détection des futurs endommagements ;
- Pendant le tir laser, les caméras **CCD** sont utilisées pour mesurer la région réellement irradiée. Sur la **Figure 196** nous voyons clairement que le faisceau laser utilisé sur **SOCRATE** est maintenant collimaté sur toute l'épaisseur de l'échantillon (environ 10 mm).

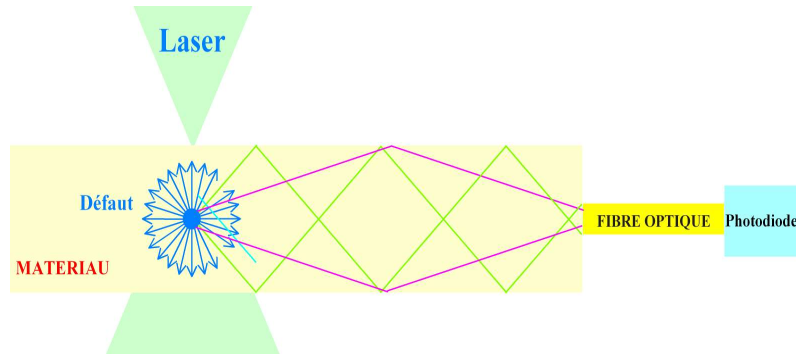
Avec **SOCRATE**, nous détectons des défauts à partir de 10  $\mu\text{m}$ .

### ***XII.11.2.4 Diagnosics optiques non destructifs et exemples de caractérisation sur un même KDP***

Le comportement du matériau en fonction de l'irradiation laser est observé in-situ et en temps réel grâce à des caractérisations non destructives développées sur **SOCRATE**. Dans cette partie, nous présentons le principe de la mesure et quelques exemples de caractérisations obtenues. Pour cela, nous utilisons les travaux duaux sur l'amélioration des procédures de conditionnement des cristaux de **KDP**. Pour valider les techniques présentées, nous comparons les résultats entre eux ainsi qu'à ceux provenant d'autres techniques de caractérisation. Le **KDP** utilisé a une dimension de 100x100 mm<sup>2</sup> et une épaisseur de 10 mm. Les différentes cartographies sont réalisées sur des zones de 42,5x42,5 mm<sup>2</sup> pour les **KDP** 100x100 et sur des bandes de 12,5x50 mm<sup>2</sup> pour les **KDP** 50x50 (4 zones par cristal).

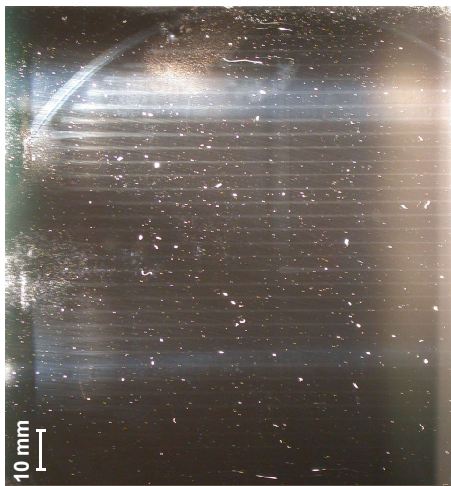
#### XII.11.2.4.1 Mesure de diffusion

Une fibre optique de 1 mm de diamètre de cœur est positionnée sur la tranche de l'échantillon perpendiculairement au laser à excimère (**Figure 216**).

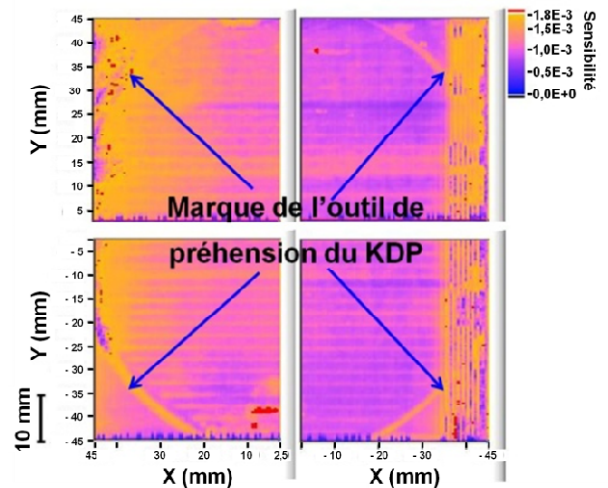


**Figure 216 : Mesure de la lumière diffusée par les claquages induits par l'irradiation laser.**

Le cristal éclairé par la tranche et photographié (Cf. **Figure 217.a**) montre des traces régulièrement espacées ( $\sim 2,7$  mm) ainsi qu'un cercle de 10 cm de diamètre environ. Ces défauts sont également vus par diffusion sur les cartographies effectuées sur SOCRATE avec un faible flux. On met ainsi en évidence les marques laissées par l'outil de préhension qui est employé pour l'usinage de ces cristaux (Cf. **Figure 217.b**).



**a : Photographie de l'échantillon cartographié validant la méthode employée**

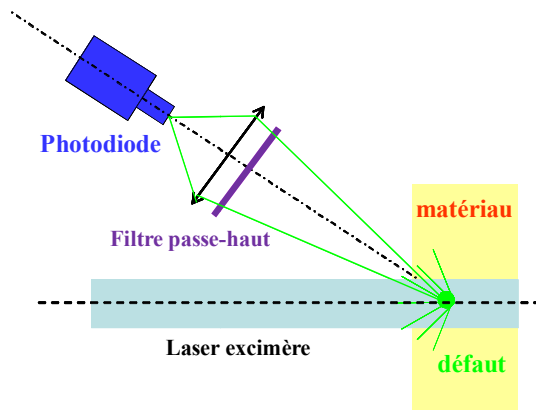


**b : Cartographie de diffusion obtenue sur SOCRATE**

**Figure 217 : Détection des défauts diffusants d'un KDP (100x100 mm<sup>2</sup>)**

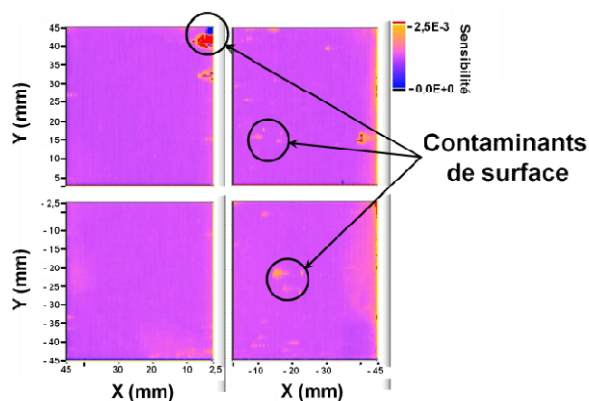
#### XII.11.2.4.2 Mesure de la luminescence

Ici, nous recueillons directement la lumière émise par le composant lors de l'irradiation à partir de l'imagerie de la zone éclairée et en rejetant au moyen d'un filtrage spectral (passe-haut en longueur d'onde) le flux laser diffusé (Cf. **Figure 218**).



**Figure 218 : Mesure du signal de luminescence**

Selon le cas, nous collectons le signal émis soit avec une photodiode, soit avec un spectromètre. La décomposition en différentes raies est caractéristique de la nature des défauts luminescents présents dans le matériau (chocs non-élastiques). Sur le même cristal de **KDP**, nous avons réalisé une cartographie de luminescence de la face avant. La **Figure 219** illustre le résultat de cette mesure. Nous avons révélé avec cette technique des contaminants présents sur la surface du composant, pouvant être attribués à une incorporation de défauts pendant l'usinage ou durant les différentes étapes de manipulation. A travers cet exemple et le précédent, nous voyons que les deux techniques présentées sont complémentaires.

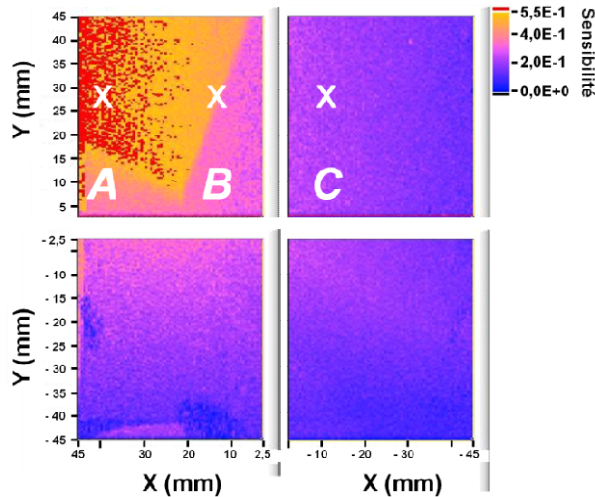


**Figure 219 : Détection des contaminants de surface par mesure de luminescence**

L'utilisation d'une caméra intensifiée sur **SOCRATE** permet une spectroscopie résolue en temps. Celle-ci est un atout pour détecter des éléments mineurs et pour remonter aux mécanismes physiques de recombinaisons des défauts luminescents. Ce moyen détermine si les défauts observés sont ou non des résidus de la diffusion du faisceau laser incident.

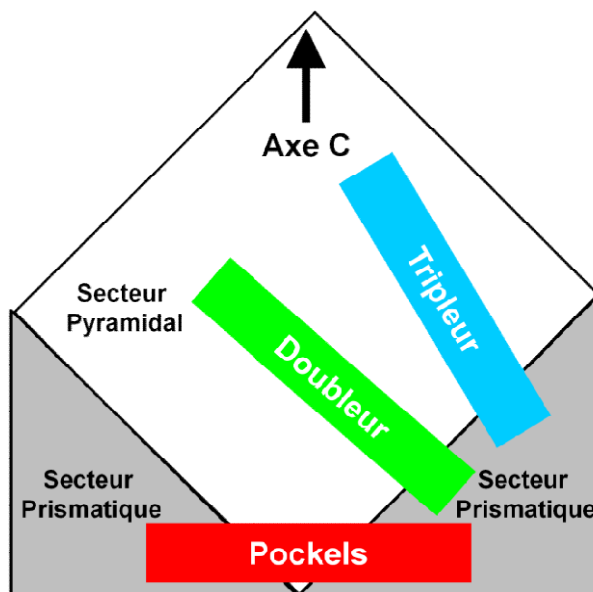
#### **XII.11.2.4.3 Mesure de l'absorption**

Cette technique est basée sur la mesure de l'absorption optique à l'aide de l'effet photothermique [127]. La **Figure 220** représente une cartographie de photothermie réalisée sur le même **KDP**. Cette technique met en évidence et quantifie les différences d'absorption du matériau. Nous constatons que cette technique est complémentaire aux deux autres précédentes car l'information obtenue est fortement différente de celles données précédemment (**Figure 217 b** et **Figure 219**).



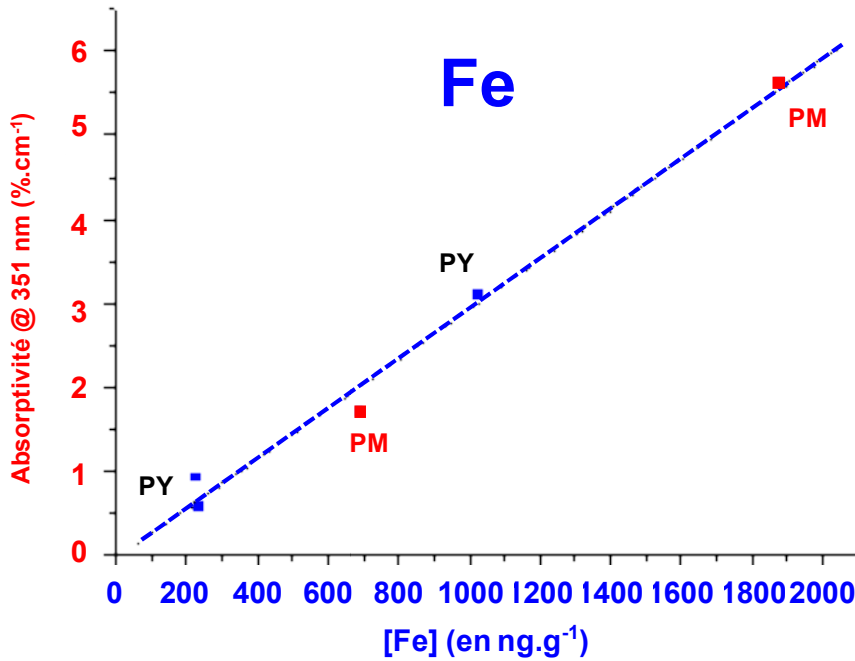
**Figure 220 : Détection des hétérogénéités d'absorption**

Parallèlement, cet échantillon a été caractérisé par diffraction X [35] afin de mettre en évidence d'éventuelles hétérogénéités de structure du matériau. La comparaison des résultats obtenus par ces deux techniques confirme les observations mutuelles faites sur ce cristal. La zone absorbante mise en évidence sur la **Figure 220** est associée à l'existence de deux secteurs de croissances différents (prismatique et pyramidal). Les **KDP** élaborés en pousse rapide (Cf. **Photo 34**) ont une pousse multisectorielle composée d'une partie pyramidale et de parties prismatiques (Cf. **Figure 221**) dans lesquels on extrait des plaques selon leur orientation [95] qui serviront de **PEPC** (coupe à  $0^\circ$ ), de doubleur (coupe à  $41,18^\circ$ ), ou de tripleurs (coupe à  $59,07^\circ$ ).



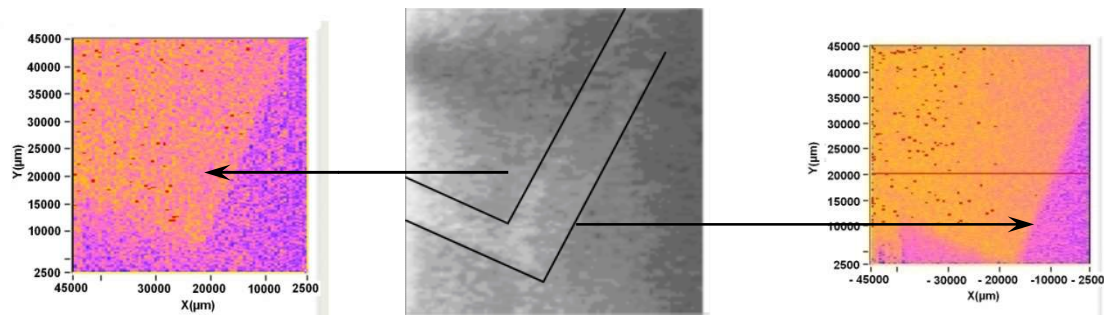
**Figure 221 : Schéma d'un cristal de KDP en pousse rapide avec ses différents secteurs et l'orientation des Pockels (PEPC), des doubleurs et des tripleurs**

La difficulté majeure de cette cristallogénèse du **KDP** est l'obtention des tripleurs qui nécessitent une hauteur du cristal relativement importante et qui présentent donc des parties provenant du secteur pyramidal et des secteurs prismatiques. La différence de vitesses de croissances entre ces secteurs est pilotée par l'ajout d'impuretés métalliques ( $Al^{3+}$ ,  $Fe^{3+}$ ,  $Cr^{3+}$ ...) qui ont tendance à se retrouver préférentiellement dans les secteurs prismatiques (Cf. **Figure 222** dans le cas du fer).



*Figure 222 :*  
Concentration de  
fer en fonction des  
secteurs  
prismatiques (PM)  
ou pyramidaux  
(PY)

Les clichés de diffraction X montrent au niveau du joint de croissance deux zones imbriquées (**Figure 223.b**). Ainsi la réalisation de cartographies d'absorption sur les deux faces (face avant et face arrière) de l'échantillon (**Figure 223.a et c**) montre que la zone absorbante n'a pas la même étendue dans les deux configurations, ce qui confirme la mise en évidence d'un joint de croissance oblique (information complémentaire qui ne peut pas être obtenue avec la diffraction X seule puisque celle-ci est une mesure globale de toute l'épaisseur du matériau). Des analyses chimiques effectuées au **CEA** dans ces deux régions associent cette différence d'absorption à une variation d'impuretés métalliques. En particulier, les concentrations en fer et aluminium sont entre 2 et 4 fois supérieures dans la zone absorbante.



**a : Absorption face avant**

**b : Cliché de diffraction X**

**c : Absorption face arrière**

**Figure 223 : Mise en évidence de l'orientation des défauts par mesure photothermique**

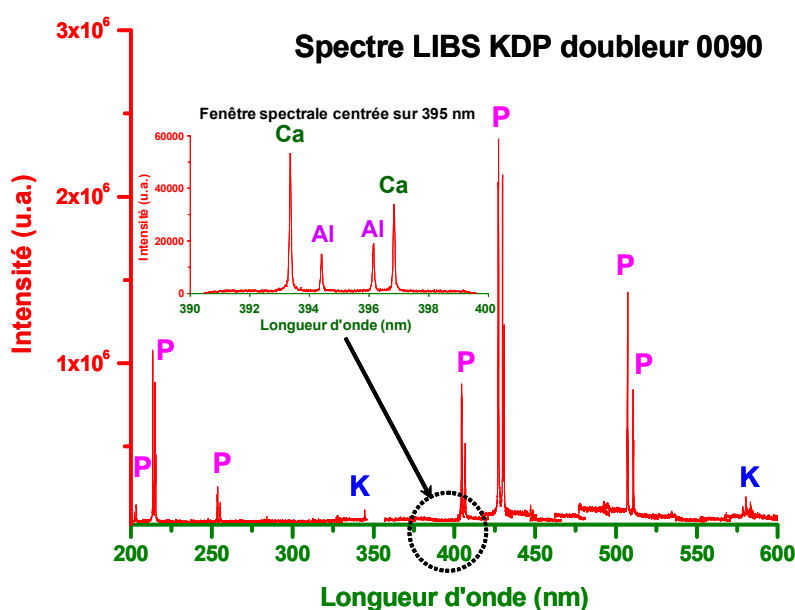
#### XII.11.2.4.4 Mesures spectroscopiques

Des moyens spectroscopiques sont présents sur le banc **SOCRATE** pour tenter de trouver des liens entre la tenue au flux et la présence de certains défauts ou impuretés. Expérimentalement, deux régimes sont étudiés :

- A haute fluence : le **KDP** est irradié à des fluences supérieures au **LIDT** du matériau. Le plasma émis permet de remonter aux éléments chimiques présents dans le matériau. Cette technique est appelée **LIBS** (**L**aser **I**nduced **B**reakdown **S**pectroscopy) ;
- A basse fluence : le **KDP** est irradié à des fluences inférieures au **LIDT**. Aucun plasma ne se forme et nous avons accès aux spectres **Raman** ou aux spectres de luminescence, selon que l'on dispose un filtre notch ou pas en sortie de la fibre optique, qui sont caractéristiques du matériau réel.

##### XII.11.2.4.4.1 Spectroscopie d'endommagement laser (LIBS)

Nous nous plaçons à des fluences suffisantes pour initier l'endommagement du matériau. Les éléments constitutifs (éléments majoritaires et contaminants) sont alors ionisés et un plasma est émis. Le spectre du rayonnement est analysé pour remonter aux éléments présents dans le matériau. La **Figure 224** est l'exemple d'un spectre d'émission réalisé sur un cristal de **KDP**. La fluence utilisée ici est de  $30 \text{ J.cm}^{-2}$ . Dans le cas du **KDP**, nous retrouvons les raies principales des constituants majeurs (P et K) du cristal (**KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>** dihydrogénophosphate de potassium) mais également à un niveau moindre des impuretés comme l'aluminium, le fer, le calcium, l'aluminium, le cérium...



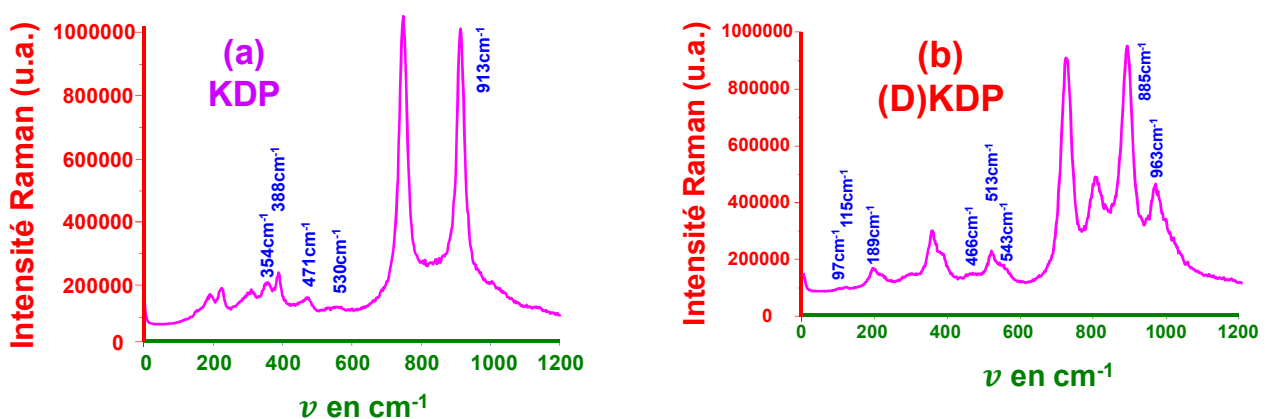
**Figure 224** : Spectres LIBS obtenus sur un cristal de KDP irradié à  $30 \text{ J.cm}^{-2}$



Ce moyen est essentiel pour progresser dans l'identification des contaminants ou des précurseurs à l'origine des mécanismes d'endommagement laser.

#### XII.11.2.4.4.2 Spectroscopie Raman

**SOCRATE**, grâce à son système spectroscopique, permet d'acquérir les spectres **Raman** des matériaux [20]. Ainsi, en introduisant un filtre Notch (filtre dont la transmission est nulle pour la longueur d'onde spécifiée) dans le système optique situé devant la fente d'entrée du monochromateur, il est possible de rejeter les raies d'émissions diffuses du laser. Ces spectres présentés en **Figure 225.a** pour le **KDP** et en **Figure 225.b** pour le **(D)KDP** ont la particularité d'avoir pour chaque liaison deux pics qui sont distants de  $161\text{ cm}^{-1}$  car l'excitation excimère est constituée de deux raies une à  $351\text{ nm}$  et l'autre à  $353\text{ nm}$ . Le spectre **Raman** du **KDP** fait apparaître 3 pics vibrationnels du tétraèdre  $\text{PO}_4$  au voisinage de  $\nu_2 = 358\text{ cm}^{-1}$ ,  $\nu_3 = 530\text{ cm}^{-1}$  et  $\nu_1 = 914\text{ cm}^{-1}$  (le plus intense). Le changement d'une partie  $2x$  des atomes d'hydrogène par du deutérium plus lourd quand on formule du **(D)KDP** ( $\text{KD}_{2x}\text{H}_{2-2x}\text{PO}_4$ ) induit des fréquences de vibrations d'autant plus faibles (décalage vers les faibles énergies) que  $x$  est important comme on peut le constater en comparant les deux spectres de la **Figure 225**. Le décalage **Raman** après étalonnage permet de déterminer le taux de deutération du **(D)KDP**. La taille du faisceau pompe permettrait d'étudier avec précision les hétérogénéités locales du matériau. Avec **Matthieu Pomiès et David Damiani** des spectres **Raman** ont été enregistrés dans les secteurs mis en évidence par photothermie sur la **Figure 220** (**A** : secteur absorbant, **C** : secteur transparent et **B** : jonction entre les deux secteurs). Ces trois spectres se sont avérés identiques à celui présenté **Figure 225.a**. et ceci a été confirmé par d'autres mesures [35]. Ils n'indiquent pas de modifications de structure dans les défauts mis en évidence par l'absorption. Notre mesure **Raman** n'étant pas assez locale, elle ne différencie pas la surface du volume.



**Figure 225** : Comparaison des spectres Raman mesurés sur SOCRATE de KDP et de (D)KDP

Néanmoins, l'utilisation de la spectroscopie **Raman** in-situ permettra d'obtenir des informations complémentaires sur la nature physico-chimique des défauts précurseurs, sur la décomposition du **KDP** au cours de l'irradiation, mais aussi sur la maîtrise et l'homogénéité du taux de deutération des **(D)KDP** (Figure 225.b). En effet, on a pu constater des variations dans les spectres **Raman** quand on augmente la fluence que ce soit sur une partie transparente (Cf. Figure 226.a) ou non (Cf. Figure 226.b).

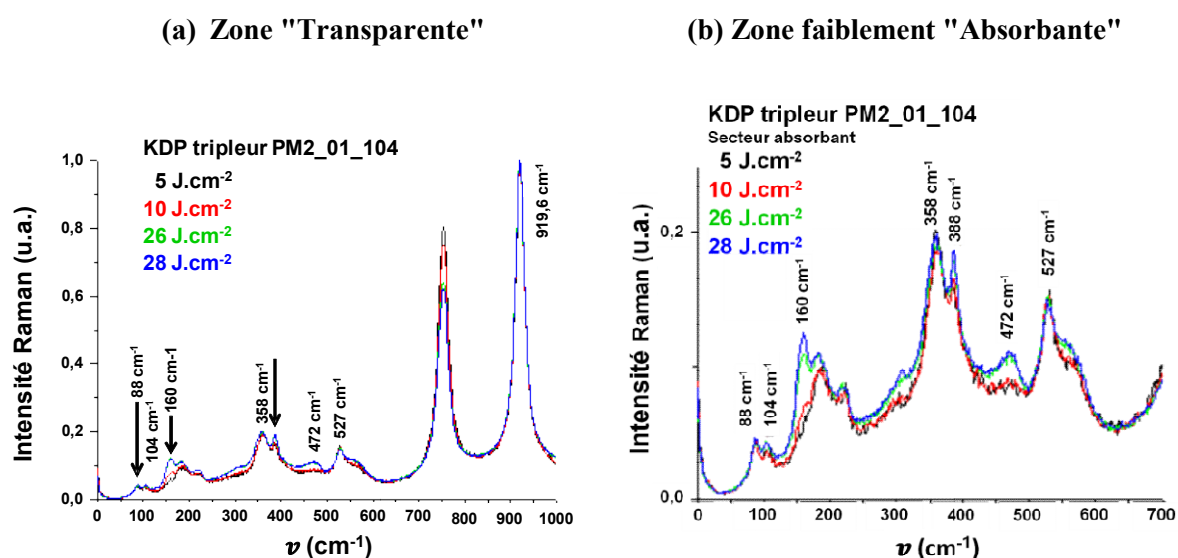


Figure 226 : Variation des spectres Raman avec la fluence sur une zone transparente (a) et sur une zone légèrement absorbante (b)

Naturellement le spectre **Raman** est plus intense dans la partie absorbante et un pic à  $160\text{ cm}^{-1}$  apparaît avec la fluence. Si on augmente la fluence jusqu'à l'endommagement du site, on observe en **Raman** l'apparition d'un pic à  $146\text{ cm}^{-1}$  et une augmentation du signal vers  $\nu = 0\text{ cm}^{-1}$  liée à l'accroissement du flux diffusé que ce soit sur une partie transparente ou légèrement absorbante.

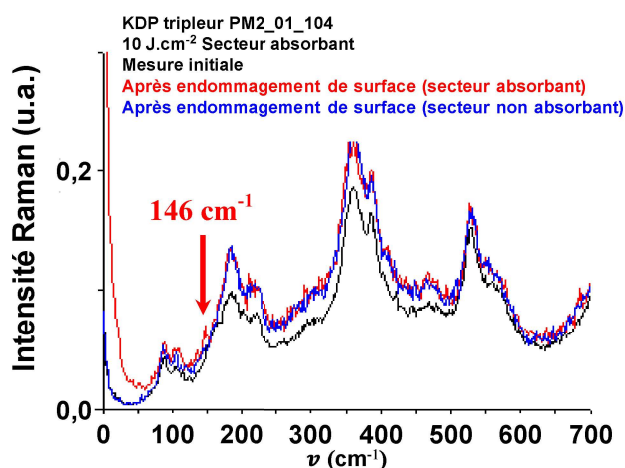
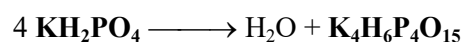
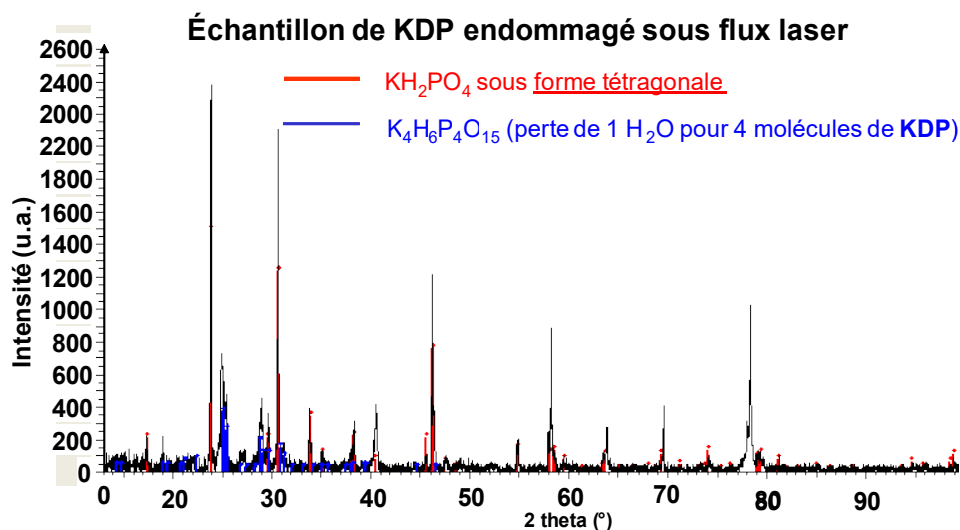


Figure 227 : Spectre Raman de zones endommagées sur une partie transparente et sur une partie légèrement transparente d'un KDP avec SOCRATE

Une zone endommagée contenant un chapelet de petites bulles a été analysée en **DRX** (**D**iffraction des **R**ayons **X**) qui a mise en évidence une perte en H<sub>2</sub>O du cristal, ce qui correspond à une "polymérisation" des phosphates en une phase de **KDP** déshydraté **K<sub>4</sub>H<sub>6</sub>P<sub>4</sub>O<sub>15</sub>** (Cf. **Figure 228**), phase que l'on peut obtenir en chauffant un **KDP** à sa température de décomposition (vers 200 °C).



*Équation 101*



*Figure 228 :*  
Spectre de DRX  
d'une zone  
endommagée  
mettant en  
évidence une phase  
de  $\text{K}_4\text{H}_6\text{P}_4\text{O}_{15}$

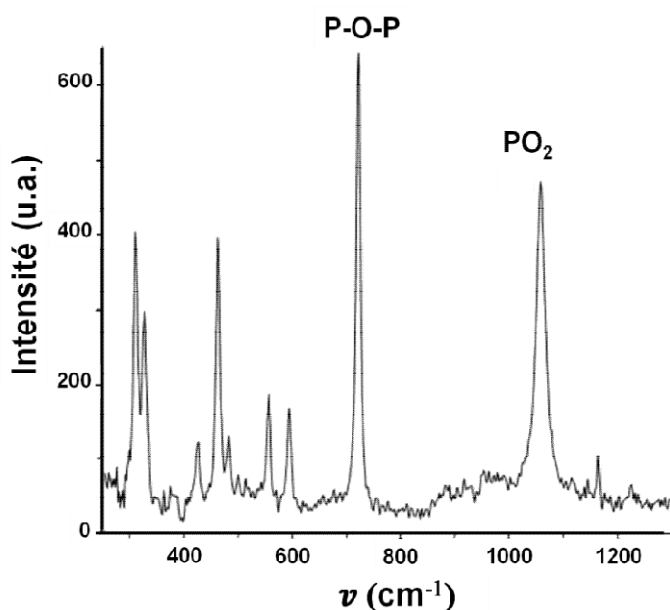
LAITEUX1.DAT- File: laieux1.RAW- Type: 2Th/Thlocked- Start: 13,000°- End: 99,976°- Step: 0,012°- Step time: 1 s - Temp.: 25°C (Room)-

Time Started: 0 s-2-Theta: 13,000° - Theta: 6,500° - Chi: 0 Operations: Background 1,000-1,000 I|Import

H6K4(PO4)2P2O7/K4H6P4O1521-0380 (N)-PotassiumHydrogenPhosphate-Y: 15.62 % - d x by: 1. - WL: 1.54056-

KH2PO4- Tetragonal- 35-0807 (\*)- Archerite syn - Y: 62.50 % - d x by: 1. - WL: 1.54056- a 7,48425- b 7,48425- c 7,00326- alpha 90,000- beta 90,000- gamma 90,000- Body-centred- I-42d (122)- 4 - 39

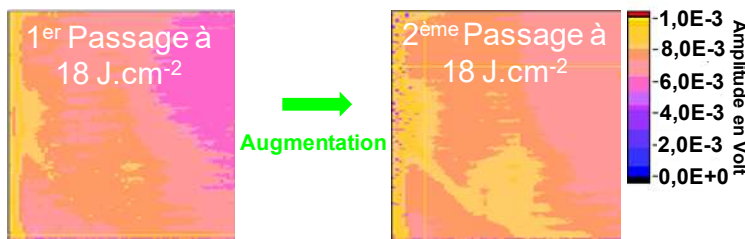
Des liaisons **P-O-P** et **PO<sub>2</sub>** ont été identifiées en micro-**Raman** (Cf. **Figure 229**) confirmant cette hypothèse.



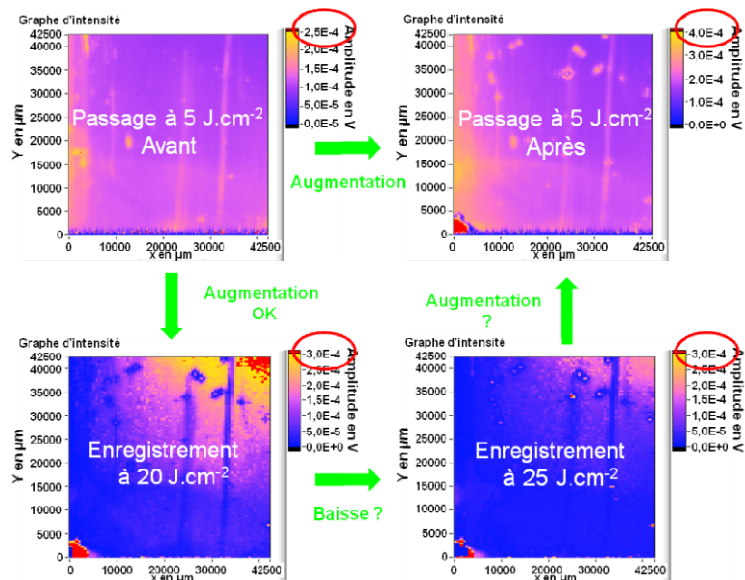
*Figure 229 :* Spectre Raman  
d'une zone endommagée révélant  
un pic P-O-P et un pic PO<sub>2</sub>

### XII.11.2.4.4.3 Spectroscopie de luminescence

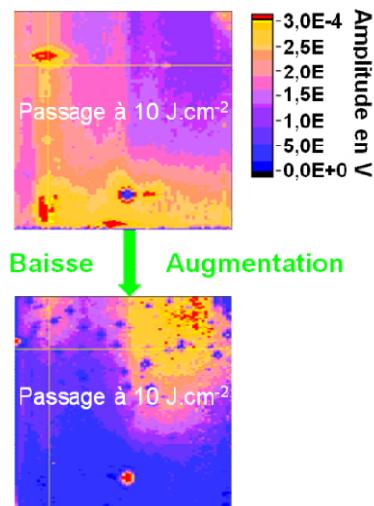
Lors des différentes expériences de conditionnement, j'ai observé des variations des signaux de fluorescence à bas flux ( $5 \text{ J.cm}^{-2}$ ) indiquant des modifications de la réponse du cristal après une irradiation d'une zone. Ces modifications, actuellement non comprises, indiquaient parfois une hausse de la luminescence (Cf. **Figure 230**), parfois une baisse (Cf. **Figure 231**), et quelques fois évoluaient selon l'endroit (Cf. **Figure 232**) quand le cristal était irradié.



**Figure 230 :**  
Augmentation de la luminescence après une seconde irradiation de  $18 \text{ J.cm}^{-2}$  sur la zone 3 du KDP PM1 01-0103

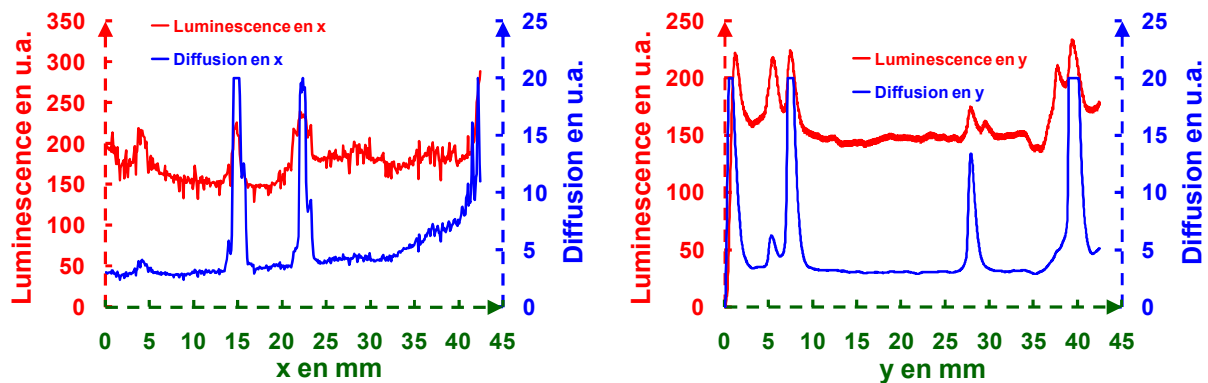


**Figure 231 :**  
Evolution de la luminescence avant et après et durant une irradiation de  $20 \text{ J.cm}^{-2}$  et de  $25 \text{ J.cm}^{-2}$  sur la zone 3 du KDP PM2 01-0094



**Figure 232 :**  
Baisse ou augmentation de la luminescence selon l'endroit après une irradiation de  $20 \text{ J.cm}^{-2}$  sur la zone 4 du KDP PM2 01-0094

L'observation de ces phénomènes aurait mérité des études complémentaires car ils ne correspondent pas à une variation d'absorption, ni de diffusion que nous aurions mise en lumière par les autres cartographies faites simultanément. Cette baisse peut être un effet de conditionnement, elle peut être provoquée par un changement du matériau ou par des états métastables à longue durée de vie. Néanmoins, le filtre passe-haut à 400 nm ne coupe pas entièrement le flux à 351 nm lié à la diffusion des dommages éventuellement provoqués par le traitement. Ceci a été mis en évidence par une bonne corrélation entre les défauts volumiques et les défauts de luminescence (Cf. **Figure 233**) où les pics de luminescence correspondent parfaitement aux pics de diffusion.



**Figure 233 : Corrélation Luminescence/Diffusion obtenue sur la zone 2 du KDP PM2 01-0094**

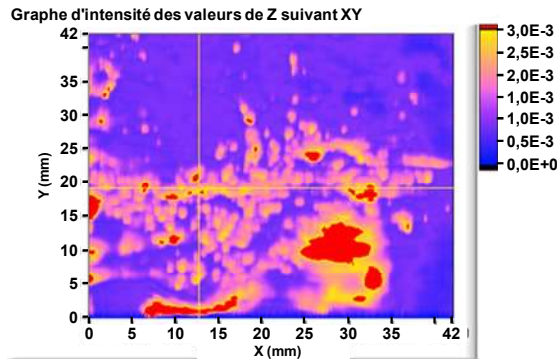
Les spectres obtenus grâce à la caméra intensifiée (ICCD ANDOR) et d'un monochromateur couplé à une fibre révèlent aussi les raies de l'excimère et un signal de fluorescence entre 400 et 500 nm qui a une durée de vie de 100 ns. Suite à cela, un second filtre passe-haut a été rajouté sur la voie de détection pour mieux couper le flux diffusé par les endommagements.

L'ensemble des protocoles des mesures de tenue au flux est possible [216-217] sur le banc **SOCRATE**. Mais la force de **SOCRATE** réside dans ses possibilités d'étudier l'endommagement sur des zones bien précises du matériau et en particulier dans les sites fautés. Tous les diagnostics présentés jusqu'ici sont réalisés avec des volumes d'interaction millimétriques. Des cartographies précises des hétérogénéités du matériau sont obtenues selon un type de défauts en vue d'étudier la corrélation entre la présence de ces centres précurseurs et le **LIDT** du matériau [42-43]. Par exemple, nous avons mis en évidence une corrélation entre les défauts de luminescence et la tenue au flux confirmant les résultats de l'équipe de **S. Demos** du **LLNL** [248]. En effet, nous avons développé un logiciel qui donne la possibilité de mesurer l'endommagement en positionnant notre faisceau laser sur le site désigné par un curseur se déplaçant sur une cartographie de notre choix. Ici, on utilise par exemple celle de la luminescence du **KDP n° 23**. On divise cette cartographie en 3 zones par différents seuillages avec comme niveaux arbitraires 1 et  $3 \cdot 10^{-3}$  :

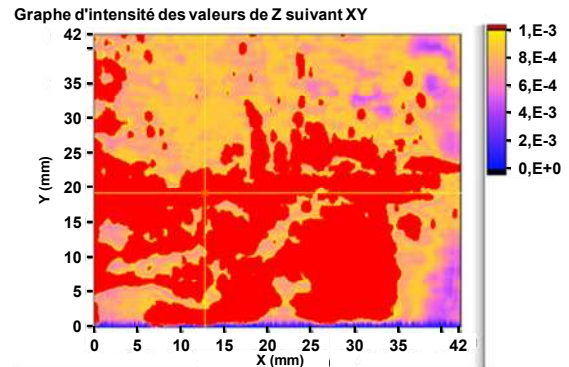
- une zone 1 fortement luminescente : Luminescence  $> 3 \cdot 10^{-3}$  (Cf. **Figures 234.a**) ;

- une zone 2 de luminescence intermédiaire :  $1.10^{-3} < \text{Luminescence} < 3.10^{-3}$  ;
- une zone 3 faiblement luminescente :  $\text{Luminescence} < 10^{-3}$  (Cf. **Figures 234.b**).

La position du curseur est donnée par l'intersection des deux lignes des **Figures 234.a et b**, elle correspond à l'endroit désigné pour la salve laser nécessaire à l'essai d'endommagement.



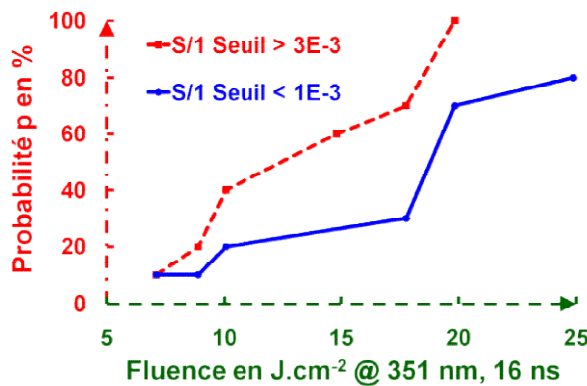
(a) Zone rouge correspondante à la zone 1 où la luminescence est élevée  $\text{Luminescence} > 3.10^{-3}$



(b) Zone rouge correspondante à la zone 1 et à la zone 2 où  $\text{Luminescence} > 10^{-3}$ , en-dehors de cette zone la luminescence est faible correspondant à la zone 3

**Figures 234 : Seuillage d'une cartographie de luminescence pour fixer des zones à forte luminescence (a) et à faible luminescence (b)**

Ensuite nous avons fait des tests S/1 d'abord dans la zone 1 puis dans la zone 3 qui ont donné les résultats montrés en **Figure 235**.

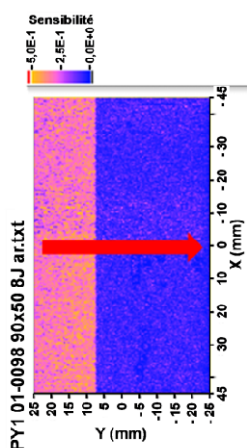


**Figure 235 : Tests de tenue au flux selon le niveau de luminescence détecté**

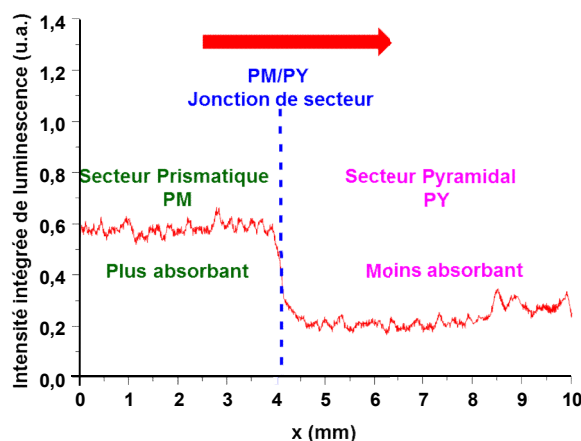
Dans cet exemple, la mesure de tenue au flux est réalisée dans des régions présentant des valeurs de luminescence très différentes. La courbe rouge correspond à une région très luminescente alors qu'au contraire, la courbe bleue est obtenue dans une région où la luminescence est très faible. Ces courbes montrent une très bonne corrélation entre certains défauts luminescents et la tenue au flux de ce matériau. Le gain de conditionnement trouvé est de  $g = 1,22$ , ce qui montre l'influence sur cet échantillon de la luminescence sur la tenue au flux. Cet exemple met en avant l'importance du banc **SOCRATE** dans notre démarche de compréhension des mécanismes de l'endommagement mise en place au **CEA/Le Ripault**. La possibilité de réaliser de façon in-situ une corrélation entre la nature et

l'intensité du défaut et sa tenue au flux laser est fondamentale pour progresser dans la compréhension et dans la détection non destructive des précurseurs de l'endommagement laser pour les matériaux optiques du **LMJ**.

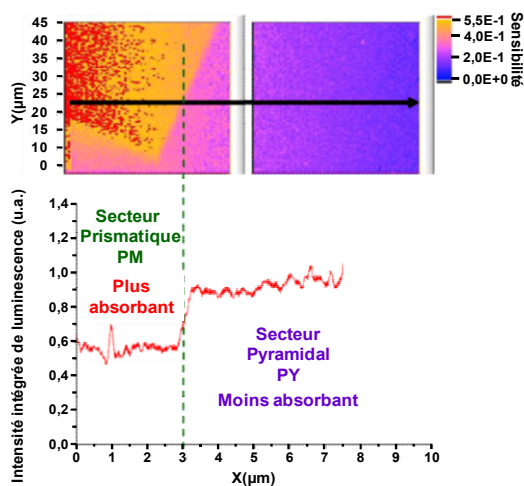
La difficulté d'analyser les **KDP** en endommagement est liée aux différents défauts qu'ils contiennent, qui ne sont pas localement de la même nature et ceci est mis en évidence lorsque l'on compare les signaux d'absorption et de luminescence acquis simultanément.



**Figure 236 : Absorption du PY1 -01 0098 sur une jonction de secteurs**



**Figure 237 : Luminescence selon la direction de la flèche de la Figure 236**

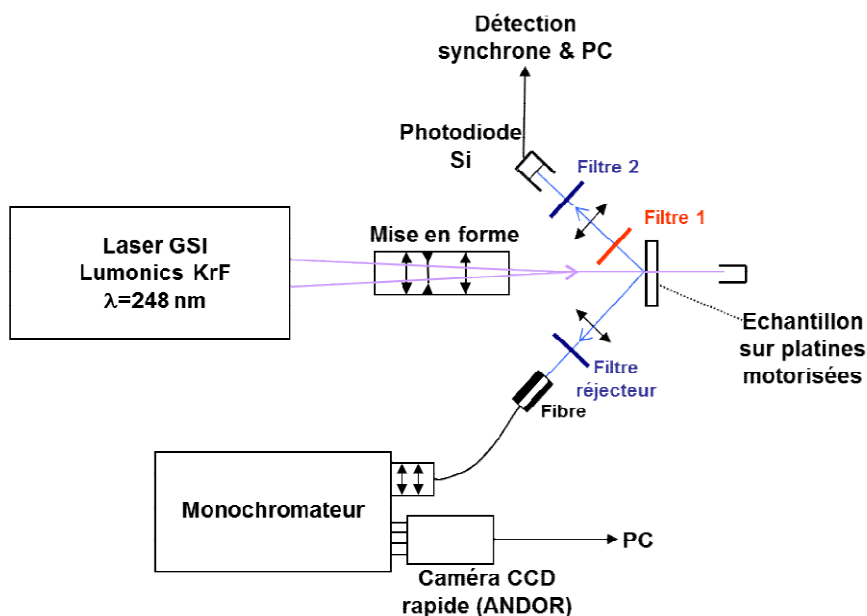


**Figure 238 : Absorption du PM01-103 avec le signal de luminescence associé selon la direction de la flèche**

On voit que pour le **KDP** PY1-01 0098, la partie absorbante du cristal (Cf. **Figure 236**) fournit un signal de luminescence plus fort (Cf. **Figure 237**) que pour la partie moins absorbante, par contre pour le **KDP** PM01-103 (**Figure 238**), nous avons l'inverse. On est en présence de signatures distinctes donc de défauts différents pour ces deux **KDP**.

Généralement éclairé à 351 et 353 nm, le **KDP** ne luminesce pas. Donc pour mettre en évidence les défauts présents (Cf. **Figure 240**) avec **Mathieu Pomiès**, on s'est placé dans UV plus profond

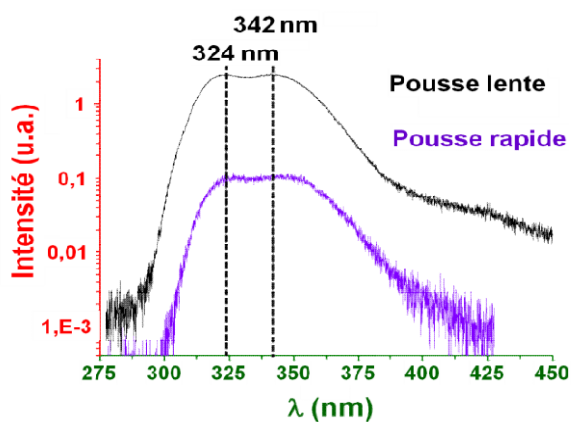
en changeant le gaz de la cavité du laser à excimère afin d'obtenir un rayonnement à 248 nm (XeF → KrF). Le schéma de l'expérience est donné par la **Figure 239**.



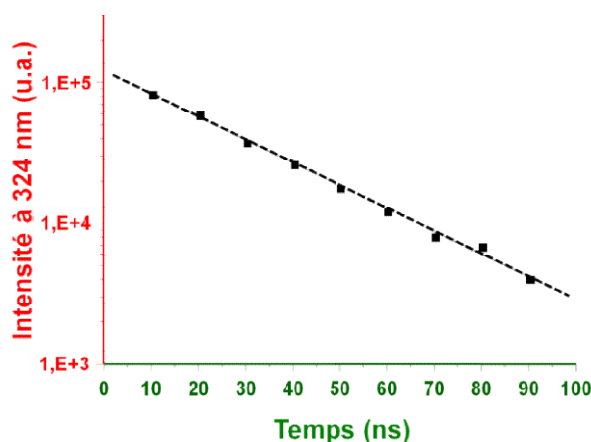
**Figure 239 : Montage expérimental simplifié des mesures de luminescence**

Ces résultats montrent que cette technique de caractérisation permet de différencier les cristaux obtenus par leur taux de défauts luminescents (Cf. **Figure 240**), les **KDP** en pousse lente fabriqués par **UNITED CRYSTALS (U.C.)** luminescent plus que les **KDP** en pousse rapide manufacturés par **SAINT-GOBAIN CRISTAUX ET DETECTEURS (SGCD)**. Parallèlement, des analyses physico-chimiques au **CEA** montrent que les cristaux obtenus par pousse lente révèlent une forte concentration en arsenic (plus de 4 **ppm** ont été détectées).

Une décomposition temporelle de ce signal a également été réalisée afin d'étudier les mécanismes à l'origine de cette émission de lumière (Cf. **Figure 241**).



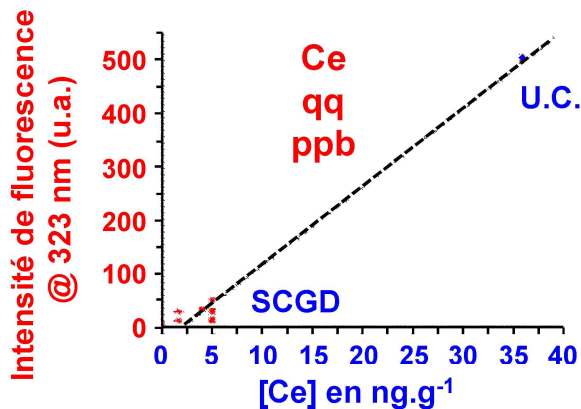
**Figure 240 : Comparaison des spectres de luminescence (excitation à 248 nm) en fonction du type de croissance**



**Figure 241 : Evolution temporelle d'intensité de luminescence à 324 nm**

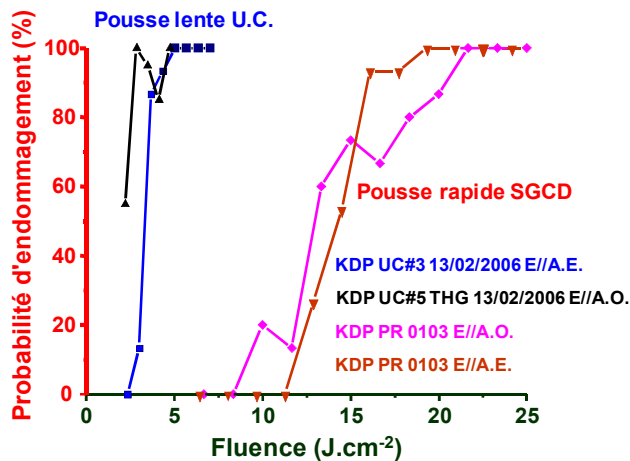


La **Figure 241** représente l'évolution du pic à 324 nm en fonction du décalage temporel entre l'excitation et le signal émis. Cette décroissance nous permet d'estimer expérimentalement le temps caractéristique de la recombinaison (environ 20 ns) des défauts luminescents présents. Ce temps est comparable à celui de la transition dipolaire électrique  $4f^1-5d^1$  du  $Ce^{3+}$  dont l'émission est très intense. Nous avons pu ainsi corrélérer l'intensité de luminescence à 323 nm à la teneur en cérium d'une série d'échantillons de **KDP** dont les teneurs en cérium étaient de quelques **ppb** (partie par billion) ont été déterminées par **ICP-AES** (Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectroscopy).



**Figure 242 : Corrélation entre la teneur en cérium et le signal de fluorescence à 323 nm**

Avec **Matthieu Pommès**, on a effectué des tests de tenue au flux qui corroborent aussi une corrélation entre la luminescence et l'endommagement, plus la luminescence est élevée et plus le **LIDT** est bas.



**Figure 243 : Tenue au flux des cristaux D'UNITED CRYSTALS (U.C.) en pousse lente et de SGCD en pousse rapide**

### XII.11.3 Caractérisation en temps réel d'une procédure de conditionnement

**SOCRATE** a également été conçu pour étudier le conditionnement des optiques de fin de chaîne du **LMJ** (cristaux de **KDP** et **(D)KDP**). A noter que ce banc est très proche optiquement des installations comme **PHOENIX** [250] développées au **LLNL**, mais les installations de nos collègues outre-Atlantique ne possèdent pas sur un même banc tout l'ensemble des moyens de caractérisations

mis en œuvre sur **SOCRATE**. Ces diagnostics présentent un intérêt pour ce type d'étude puisqu'il est possible de suivre l'évolution des propriétés du matériau au cours de la procédure. Nous pouvons à terme effectuer un conditionnement localement plus adapté donc susceptible de fournir des gains supérieurs aux gains actuels avec des durées de traitements plus courtes.

#### XII.11.3.1 *Procédure de conditionnement*

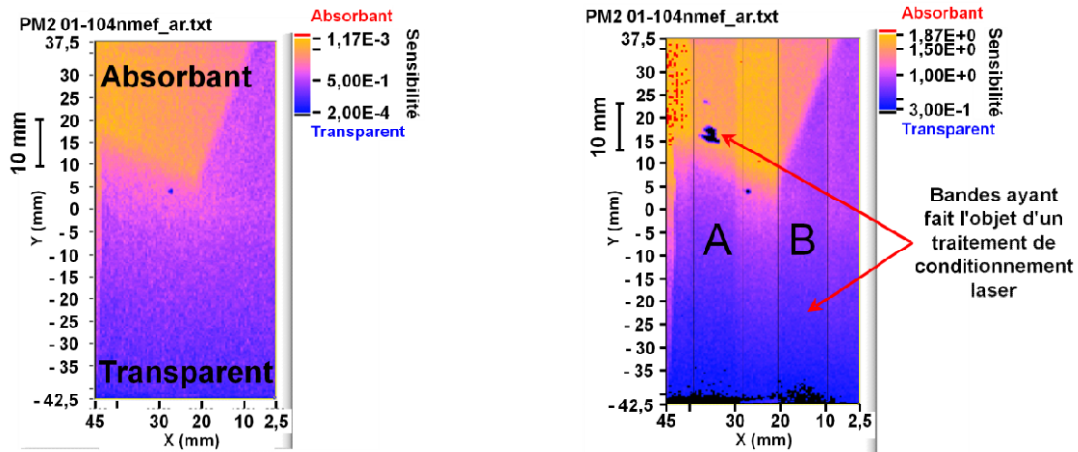
Nous avons montré que l'efficacité du traitement dépendait de nombreux paramètres tels que le volume d'irradiation, l'homogénéité du faisceau ou encore le choix de la procédure (fluence maximum, durée d'impulsion, nombre de passages et pas en fluence) [44, 251]. Dans le cas des cristaux de **KDP**, les fortes hétérogénéités impliquent un choix de fluences relativement basses afin de ne pas endommager les zones les plus fragiles au cours du traitement. Ce choix a comme inconvénient majeur une faible amélioration de la tenue au flux globale du matériau par rapport aux réelles possibilités de la technique. L'avantage de réaliser de façon in-situ et en temps réel une cartographie résolue des propriétés optiques du matériau permettrait à l'installation **SOCRATE** de choisir localement au plus juste les paramètres pertinents pour un conditionnement encore plus efficace.

Par rapport au 1<sup>er</sup> banc de conditionnement (2001) :

- Le volume d'irradiation a été augmenté significativement en repensant le système optique d'imagerie. Ainsi, tel qu'il est présenté, le faisceau laser permet d'illuminer pratiquement uniformément toute l'épaisseur des cristaux de **KDP** ou de **(D)KDP** (environ 10 mm). La **Figure 196** permet d'ailleurs de se convaincre de ce point.
- Le faisceau est globalement "top-hat". La procédure d'irradiation ne nécessite pas d'effectuer des recouvrements du faisceau pour avoir une illumination homogène. Ainsi, la forme du faisceau couplée à ses dimensions et à son fort taux de répétition (200 Hz) réduirait les temps de traitements en vue d'une industrialisation du procédé.
- Une réduction de la durée d'impulsion serait un atout pour réduire la diffusion des endommagements lors du conditionnement.

#### XII.11.3.2 *Evolution de l'absorption d'un cristal de **KDP** avec le traitement laser*

A titre d'exemple, **Matthieu Pommès** a réalisé une cartographie du cristal (à 5 J.cm<sup>-2</sup>) avant conditionnement afin d'avoir une idée précise de l'absorption du matériau (Cf. **Figure 220** zone 1). Puis, deux bandes (notées A et B) sont irradiées selon une procédure de conditionnement. Après traitement, une seconde cartographie photothermique est réalisée (cette fois à 10 J.cm<sup>-2</sup>).



a : Cartographie d'absorption (8X4,25 cm<sup>2</sup>) d'une lame de KDP. Nous voyons dans la partie supérieure gauche une zone de forte absorption

b : Cartographie d'absorption (8X4,25 cm<sup>2</sup>) de la même lame de KDP après traitement laser de deux bandes (A et B). Nous voyons clairement l'amélioration apportée par le traitement

Figure 244 : Evolution de l'absorption optique du matériau après conditionnement

La comparaison des deux résultats montre ici que l'absorption macroscopique du matériau a diminué de façon significative dans ces deux zones suite au conditionnement (environ 20 % de baisse). Le résultat présenté Figure 245 met clairement en évidence l'influence du conditionnement sur la tenue au flux du matériau. Ainsi, les deux bandes A et B de la Figure 245 présentent un seuil d'endommagement environ deux fois supérieurs à celui mesuré dans une région non traitée.

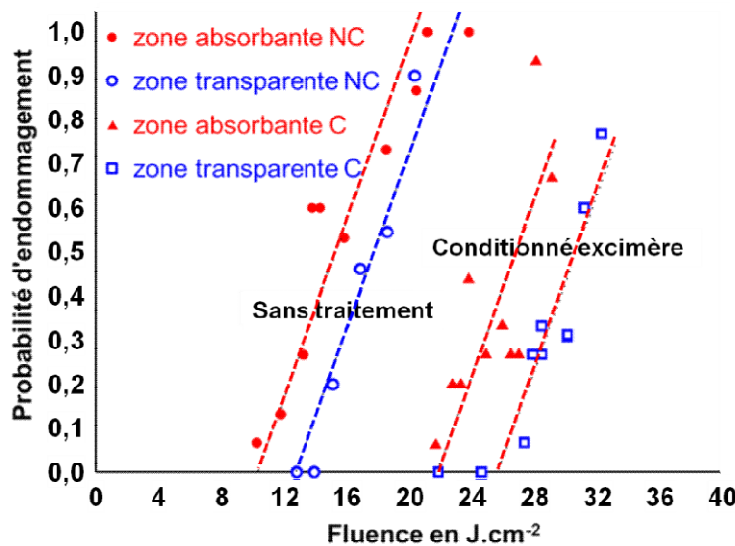
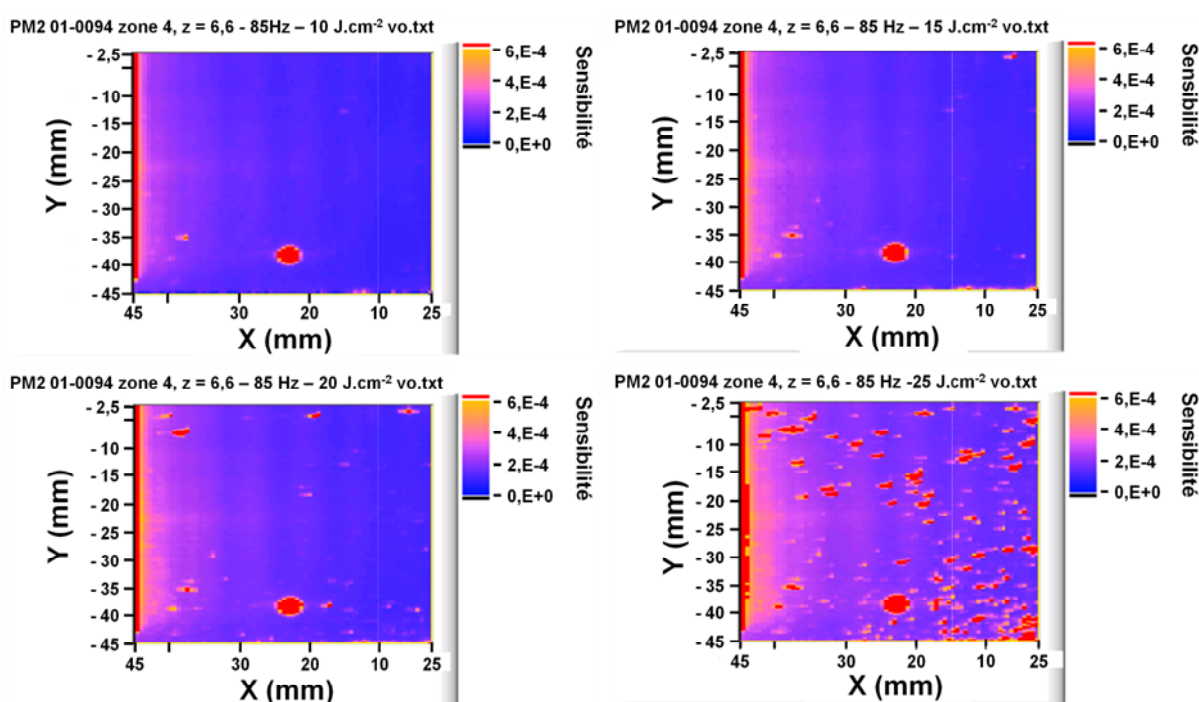


Figure 245 : Comparaison des courbes de probabilité d'endommagement avant et après conditionnement

Ces résultats prouvent l'intérêt de détecter avant conditionnement les zones les plus fragiles en termes de tenue au flux afin de pouvoir réaliser un traitement local du matériau. Nous pouvons imaginer traiter uniquement les zones les plus fragiles et donc diminuer fortement le temps de conditionnement des grandes optiques présentes dans le LMJ.

### XII.11.3.3 *Evolution de la diffusion avec le conditionnement*

Le conditionnement laser consiste à améliorer la tenue au flux des cristaux, il est d'autant plus efficace qu'il est réalisé avec une fluence importante. Malheureusement celle-ci a une limite car à partir d'un certain éclairement, on commence à endommager le cristal. Ci-dessous, on observe grâce à nos cartographies de diffusion son endommagement progressif (Cf. **Figure 246**). La densité de défauts est faible (à 10 et 15  $\text{J.cm}^{-2}$ ) jusqu'à 20  $\text{J.cm}^{-2}$ , mais augmente exponentiellement avec la fluence. A 25  $\text{J.cm}^{-2}$ , la densité de défauts devient très importante et cette valeur de fluence correspond très certainement à la valeur maximale de fluence que l'on peut appliquer à l'échantillon. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par **Runkel** [231]. Cet endommagement réduit la transmission globale et donc si on fixe cette perte de transmission, on peut déduire une valeur optimale du conditionnement.



**Figure 246 : Evolution de la diffusion avec la fluence de conditionnement**

L'avantage avec les **KDP**, est que ceux-ci s'endommagent en volume et que leurs endommagements restent stables sous flux, c'est ce qui est démontré sur la **Figure 247** qui indique que lorsque l'on augmente la fluence sur le cristal BD8-6, on crée progressivement des dégâts mais leur extension spatiale reste identique même après irradiation avec un flux supérieur, il n'y a pas de propagation des endommagements. Donc pour avoir un conditionnement optimal, il faut adapter la fluence de conditionnement localement et donc être capable de prévoir les points faibles du matériau, ce qui pour l'instant n'est pas atteint. On peut également réduire la dimension spatiale de l'endommagement, en diminuant la longueur de diffusion thermique et donc en conditionnant avec des lasers à plus courte durée d'impulsion voire des lasers femtosecondes.

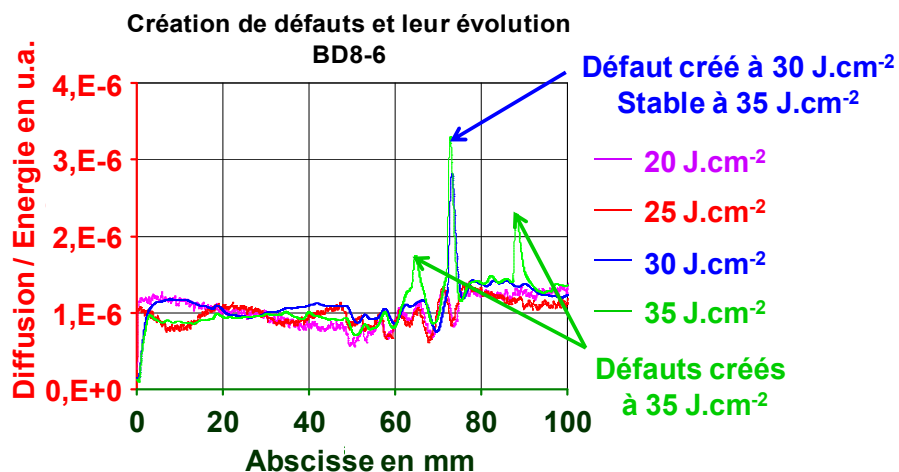
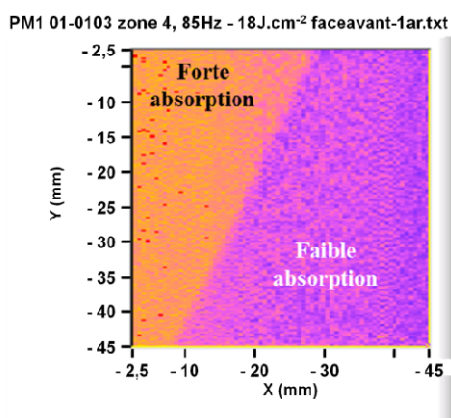


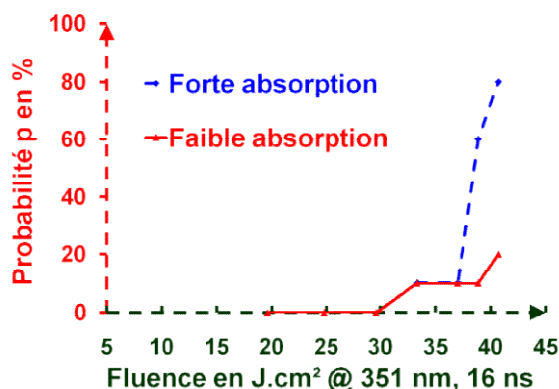
Figure 247 : Evolution de la diffusion avec la fluence de conditionnement

### XII.11.3.4 Evolution de la tenue au flux avec l'absorption

L'absorption est souvent mise en cause dans la tenue au flux, mais son rôle pour des absorptions faibles n'est pas aussi clair sur l'endommagement.



Cartographie d'absorption du PM1-0103 indiquant un secteur pyramidal non absorbant et un secteur prismatique plus absorbant



Probabilités d'endommagement sur les deux secteurs qui se différencient à forte fluence

Figure 248 : Lien entre absorption et tenue au flux

Par exemple dans le cas du KDP PM1-0103 qui présente deux secteurs avec des absorptions clairement différentes, on s'aperçoit que les courbes de probabilité d'endommagement ne diffèrent que pour des fortes valeurs de fluence là où le secteur le plus absorbant présente une probabilité d'endommagement plus forte. Attention aux effets de bord, un test laser effectué proche d'un bord d'échantillon n'est pas représentatif du composant, le LIDT est souvent plus faible (contraintes).

Par contre avec Matthieu Poggiès et l'Institut Fresnel, qui dispose d'un banc d'endommagement  $\omega$  avec une petite taille de faisceau, nous avons étudié la probabilité d'endommagement du KDP PY1-01 0098 dans la direction de la flèche de la

Figure 236 (à la traversée d'une jonction de secteurs) pour une fluence de  $50 \text{ J.cm}^{-2}$  [42].

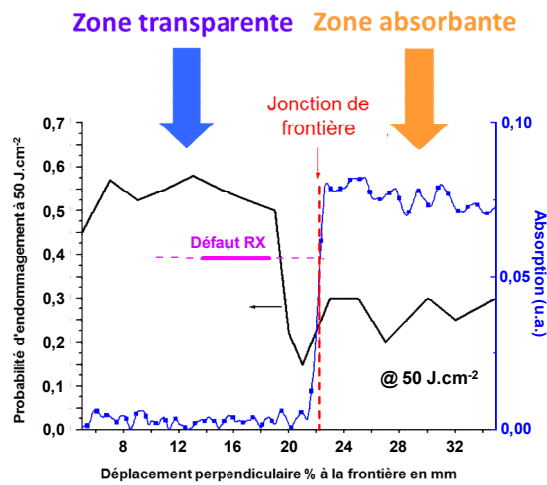


Figure 249 : Tenue à l'endommagement sous  $50 \text{ J.cm}^{-2}$  du KDP PY1-01 0098 le long de la flèche de la Figure 236 avec le signal absorption associé

On voit ici une non-corrélation entre la probabilité d'endommagement et l'absorption, d'autres phénomènes sont en cause en particulier, nous avons une jonction entre deux secteurs. Avec **Matthieu Pommès**, on a montré une évolution du signal en sortie d'un montage de polarisation au niveau du joint de croissance de ce **KDP**, il y a donc en cet endroit une modification des contraintes dans le cristal qui le rend plus fragile au flux laser.

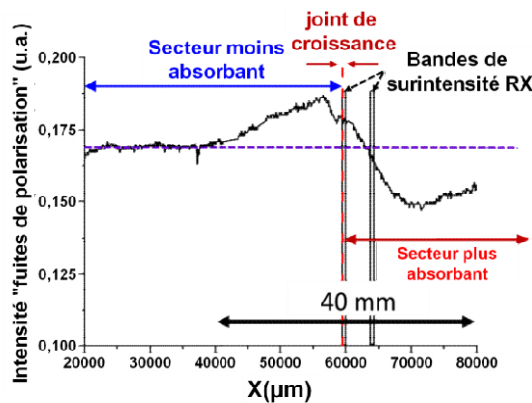
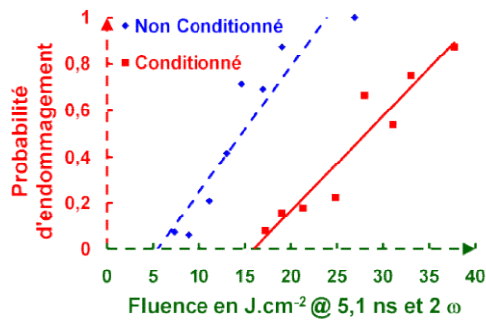


Figure 250 : Signal en sortie de polariseur et d'analyseur croisés lorsque l'on déplace le KDP PY1-01 0098 le long de la flèche de la Figure 236

### XII.11.3.5 Evolution de la tenue au flux avec le conditionnement

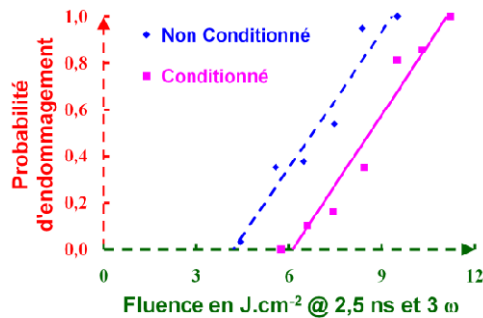
Parallèlement, l'effet du conditionnement est mesuré en termes de tenue au flux. Les courbes de probabilité d'endommagement sont mesurées en mode 1/1 dans les zones conditionnées et dans les zones vierges pour démontrer l'amélioration en tenue au flux amenée par le conditionnement. L'illustration est donnée à l'aide du **KDP** doubleur LPY3 04-210 de 100x100 pris dans la partie pyramidale du **KDP** pris dans de la boule B009 produite par **SGCD**. Le conditionnement a été réalisé sur **SOCRATE** en 4 étapes : 9, 11, 13, 16  $\text{J.cm}^{-2}$  sur la zone réservée pour le test à  $2 \omega$  fait avec un laser **YAG** ayant une durée d'impulsion de 5,1 ns et en 5 étapes : 7, 9, 11, 13, 16  $\text{J.cm}^{-2}$  sur une petite zone pour le test à  $3 \omega$  fait avec un laser **YAG** ayant une durée d'impulsion de 2,5 ns.

Les parties non-traitées (zones vierges) ont fait aussi l'objet de mesures de LIDT à  $2 \omega$  (Cf. **Figure 251**) et à  $3 \omega$  (Cf. **Figure 252**) sur les deux installations précitées.



**Figure 251 :**  
Comparaison de la tenue au flux à  $2 \omega$  d'un KDP obtenue avec un laser YAG ayant une durée d'impulsion de 5,1 ns pour une zone vierge et une zone conditionnée

La **Figure 251** montre un net effet sur le LIDT à  $2 \omega$  puisqu'il évolue d'un facteur 3 suite au conditionnement laser.

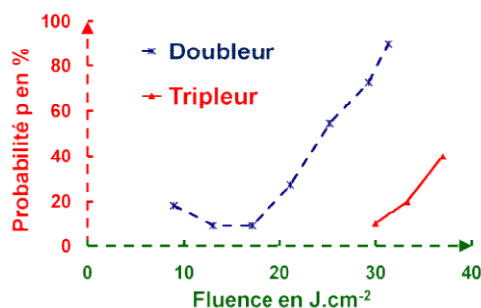


**Figure 252 :**  
Comparaison de la tenue au flux à  $3 \omega$  d'un KDP obtenue avec un laser YAG ayant une durée d'impulsion de 2,5 ns pour une zone vierge et une zone conditionnée

La **Figure 252** montre un effet sur le seuil d'endommagement à  $3 \omega$ , moins marqué qu'à  $2 \omega$  puisqu'il évolue seulement d'un facteur 1,5 suite au conditionnement laser.

### XII.11.3.6 Tenue au flux après conditionnement.

Pour un même conditionnement, la fluence d'apparition des dommages est plus importante pour les KDP tripleurs que pour les KDP doubleurs [44]. Sur la **Figure 253**, nous donnons une comparaison de la tenue au flux des KDP pyramidaux en configuration doubleur et tripleur après un conditionnement similaire. Pour le KDP tripleur, il faut appliquer jusqu'à  $30 \text{ J.cm}^{-2}$  pour une impulsion de 16 ns pour initier un défaut.



**Figure 253 :** Tests S/1 avec le laser à excimère après conditionnement pour les KDP ayant un secteur pyramidal suivant le type de découpe (doubleur ou tripleur)

#### **XII.10.4 Conclusion**

Nous avons présenté le banc laser **SOCRATE** qui permettait de réaliser sur le même dispositif un ensemble de caractérisations optiques non destructives, des mesures de tenue au flux et des procédures de conditionnement. A travers différents exemples, nous avons montré l'intérêt de cette plateforme laser pour comprendre et améliorer la tenue au flux des composants optiques **LMJ**. Nous avons montré qu'il était possible de :

- détecter les défauts microscopiques présents dans les matériaux par des méthodes non destructives (absorption, luminescence, diffusion) ;
- étudier précisément la corrélation entre ces hétérogénéités et la résistance à l'endommagement laser afin de proposer des scénarii optimisés de conditionnement ;
- suivre en temps réel, l'évolution du composant pendant une procédure de conditionnement pour d'une part comprendre ce qui se passe effectivement afin de confronter les résultats à la théorie, et d'autre part d'optimiser un conditionnement localisé en fonction des propriétés du matériau.

### **XIII. RESUMES DES THESES, STAGES POSTDOCTORAUX ET STAGIAIRES ENCADRES**

#### **XIII.1 Thèses**

##### **XIII.1.1 Xavier Dieudonné (2011)**

Titre de la thèse : Etude d'empilements multicouches colloïdaux préparés par voie sol-gel : propriétés optiques et mécaniques

Soutenu le : 10 novembre 2011 à l'**Université François Rabelais de Tours**

Encadrement du Doctorant : 40 %, **5 publications**

Les procédés de dépôts de couches minces optiques par voie physique ou par voie sol-gel présentent par nature des limitations pour la réalisation de revêtements épais ( $\gg 1000$  nm) comme des empilements multicouches pour des miroirs diélectriques ou des polariseurs. C'est pour ces raisons qu'il est intéressant d'examiner les conditions permettant d'accroître l'épaisseur critique des films sol-gel notamment. Après avoir étudié la capacité d'empilements des couches colloïdales, trois principaux paramètres ont été identifiés permettant d'augmenter l'épaisseur critique d'empilements mono-matériau et multi-matériau. Ces paramètres sont : l'épaisseur déposée, les interactions chimiques entre les



particules et le temps de séchage du film. Ils influencent la microstructure des empilements et par conséquent les propriétés optiques et mécaniques. En contrôlant tous ces paramètres, nous avons montré qu'il est possible de préparer des empilements colloïdaux de fortes épaisseurs ouvrant la voie à la préparation sol-gel de miroirs de hautes performances et/ou de polariseurs. En outre, un développement spécifique de méthodes de caractérisations optiques et mécaniques a été nécessaire pour l'étude de ces films sol-gel, à la fois minces et fragiles.

Durant cette thèse, sont apparus des problèmes liés à l'aspect mécanique des couches minces qui sous une forte épaisseur se fissurent alors qu'elles sont fabriquées par sol-gel qui est un procédé de chimie douce sans température. Pour vérifier l'empilabilité, c'est-à-dire la possibilité de faire une couche épaisse en plusieurs fois sans être perturbé par les diverses interfaces, un dispositif de M-lines avec l'aide du Pr. **François Flory** de l'**Ecole Centrale de Marseille** a été mis en œuvre. Il permettait selon l'épaisseur et l'indice de la couche d'obtenir l'indice optique et l'épaisseur réelle. L'ajout d'une caméra visualisant la décroissance de la diffusion du faisceau laser guidée dans la couche permet d'accéder au coefficient d'extinction qui pour les modes bas dépend plutôt du volume de la couche et pour les modes hauts plutôt des pertes aux interfaces. Naturellement, il faut que la couche soit peu diffusante pour être dans la configuration optimale, ce qui n'était pas le cas pour les couches sol-gel de **ZrO<sub>2</sub>-PVP** que nous avons testées. Les distances de propagation en mode guidé étaient limitées à environ 5 mm, et le mode rencontrait de nombreux défauts locaux perturbant la décroissance exponentielle du signal. C'est durant sa thèse qu'avec **Xavier Dieudonné** nous avons commencé une collaboration avec le Pr. **Pascal Ruello** de l'**Université du Maine** pour déterminer des modules élastiques de nos couches par une technique laser pompe sonde femtoseconde générant des ultrasons et mesurant leur vitesse par l'analyse de la réflectivité temporelle. Les mesures ont été réalisées par **Adil Ayouch** lors de sa thèse [99].

### ***XIII.1.2 Denis Toru (2014)***

Titre de la thèse : Projection plasma de céramiques oxydes, de métaux et de cermets à propriétés optiques contrôlées – Relation avec la microstructure et la composition

Soutenue le : 8 décembre 2014 à l'**Université d'Orléans**

Encadrement du Doctorant : 20 %, **2 publications**

La projection plasma est un procédé dans lequel des particules de quelques dizaines de micromètres sont déposées sur un substrat dans un état fondu ou semi-fondu. Ces revêtements sont relativement peu exploités pour leurs propriétés optiques. Pour autant, leur microstructure particulière et un choix judicieux de matériaux pourraient apporter des solutions alternatives dans des applications

telles que les absorbants solaires ou pour ajuster les transferts radiatifs des protections thermiques dans les turbines terrestres ou aéronautiques.

Cette thèse a pour objectif d'améliorer la compréhension des propriétés optiques de matériaux élaborés par projection plasma, du visible jusqu'au proche infrarouge. Les travaux se sont focalisés sur l'alumine, l'aluminium et l'association de ces deux matériaux sous forme de cermets, au travers d'échantillons expérimentaux et numériques. Le rôle des différents paramètres influents sur les propriétés optiques (microstructure, état de surface, structure cristalline, composition...) a été mis en évidence.

Une attention particulière a été portée sur la caractérisation de la porosité et de la composition des matériaux élaborés afin d'expliquer leur comportement optique, dépendant de phénomènes volumiques et/ou surfaciques. En plus de leurs contributions à la connaissance de la microstructure, les images **2D** (microscopie optique et électronique) et **3D** (micro-tomographie) ont été exploitées pour obtenir des données statistiques afin de générer des échantillons numériques simplifiés. Un code de tracés de rayons, utilisant une approche de type **Monte-Carlo** et basé sur les lois de l'optique géométrique, a permis de simuler le comportement optique de ces matériaux et de conforter les hypothèses formulées en comparant les résultats numériques à des mesures expérimentales.

Durant cette thèse, j'ai orienté celle-ci vers la modélisation d'un milieu hétérogène par tracés de rayons avec les indices des matériaux infrarouges correspondants. En effet, le cermet formé par la projection plasma est constitué de particules métalliques, ici de l'aluminium, plongées dans une matrice d'alumine comprenant une porosité plus ou moins grande. Les particules métalliques projetées apparaissent sous forme de splats au niveau du matériau final. La porosité peut contenir de l'eau. L'analyse des matériaux a été menée avec des microscopes optiques ou électroniques afin de déterminer une microstructure (histogrammes de tailles des pores et des splats d'aluminium) par des traitements d'images comme **imageJ**. Cette microstructure est injectée dans un code pour élaborer un matériau numérique **3D** composé d'ellipsoïdes de pores et d'aluminium avec une répartition en taille qui suivent des lois ajustant les histogrammes. Les simulations sont comparées aux mesures de réflectance expérimentale pour affiner les indices en particulier celui de l'alumine  $\gamma$  produite par la projection plasma.

### ***XIII.1.3 François Compoint (2015)***

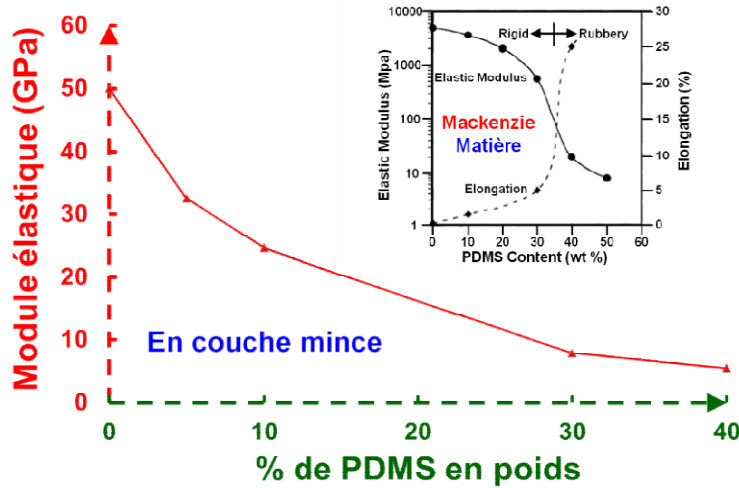
Titre de la thèse : Développement de revêtements optiques hybrides organiques-inorganiques pour limiter l'endommagement laser

Soutenue le : 27 novembre 2015 à l'**Université François Rabelais de Tours**

Encadrement du Doctorant : 50 %, **7 publications**

Les composants optiques (miroirs, lentilles, hublots...) présents sur les chaînes du **LMJ** sont susceptibles de s'endommager sous flux laser en particulier à la longueur d'onde 351 nm. Les dommages se présentent sous la forme de cratères de quelques micromètres de diamètre qui apparaissent et croissent en face arrière des optiques en silice. Dans ce contexte, l'objectif de la thèse est de développer des revêtements pour amortir les chocs lasers et d'avoir des propriétés d'auto-cicatrisation, ou de post-réparation pour limiter la croissance de ces endommagements. Des couches minces, de quelques micromètres d'épaisseur ont été préparées par sol-gel et déposées sur la face arrière des optiques. L'élaboration de ces couches élastiques s'effectue par la synthèse sol-gel d'une solution composée d'un précurseur de silice et du **PolyDiMéthylSiloxane (PDMS)** un élastomère. La réaction entre les deux espèces permet d'obtenir un sol d'hybride organique-inorganique de type **ormosil** en formant un réseau de silice polymérique, ainsi qu'une réticulation par formation de liaisons covalentes ou hydrogènes de l'élastomère sur la silice. Le sol synthétisé est ensuite déposé par enduction centrifuge ou trempage-retrait sur un substrat de silice. Les substrats revêtus d'une couche d'**ormosil** ont une excellente transmission optique à 351 nm. Ils possèdent aussi des capacités d'auto-cicatrisation de rayures de surface par le biais des propriétés mécaniques (viscoélasticité). Des mesures en tenue au flux laser ont montré que les couches supportaient un certain flux, mais qu'une optimisation devait être effectuée afin d'atteindre les tenues au flux laser demandées par le **LMJ**.

Durant cette thèse, nous avons continué notre collaboration avec l'**Université du Maine**, mais sur ces matériaux les résultats n'ont pas été au rendez-vous. Nous avons aussi collaboré avec l'**Université de Valenciennes** et en particulier avec le Pr. **Marc Duquennoy** et le Pr. **Mohammadi Ouafthouh**. Cette équipe a réussi à déterminer les modules de **Young** et les coefficients de **Poisson** des couches d'**ormosil** grâce à la technique **SAW (Surface Acoustic Waves)** [8, 10, 100, 101]. Des premières valeurs ont été mesurées (Cf. **Figure 254**) et elles ont été comparées à nos premiers résultats réalisés au **CEA/Le Ripault** avec l'indenteur que nous avons monté au laboratoire.



**Figure 254 : Module élastique des couches d'ormosil en fonction de la teneur en PDMS [10] avec dans l'encart les résultats obtenus par Mackenzie sur un massif [200]**

Notre indenteur maison nous a permis avec **François Compoint** de non seulement évaluer ses couches préparées au laboratoire au moins de manière relative mais également de pratiquer des rayures et d'observer leurs évolutions dans le temps [8]. Grâce à ce dispositif, nous avons constaté qu'à partir d'une concentration en **PDMS** (40 %), il y a un effet d'auto-cicatrisation dans le temps des couches initialement rayées (Cf. **Figure 255**).



**Figure 255 : Auto-cicatrisation d'une couche de silice avec 40 % de PDMS rayée après 3 minutes et au bout de 14 jours**

Lorsque nous examinons les courbes d'auto-cicatrisation (la profondeur ou la surface de la rayure), on observait un phénomène avec deux constantes de temps qui pouvait être d'abord de nature mécanique, le bord des rayures se rapproche puis les distances sont suffisantes pour que des liaisons chimiques (le **PDMS** étant un silicone) se recréent. Plusieurs campagnes de mesures ont été menées avec **Christophe Méthivier** du Laboratoire de Réactivité des Surfaces (**LRS**) de l'**Université Pierre et Marie Curie de Paris**, par **François Compoint** et **Jérémy Avice** pour obtenir des résultats sans erreur d'interprétation. Ceci a finalement été réalisé par des expériences de **PM-IRRAS**, qui testent l'extrême surface, dans le temps. Une cellule de mesure dédiée sous atmosphère inerte (atmosphère d'azote) pour s'affranchir des problèmes d'hétérogénéités de la couche mesurée et pour éviter l'influence de l'atmosphère extérieure pouvant créer des silanols (-Si-OH) de surface (Cf. **Figure 256**) a été utilisée.

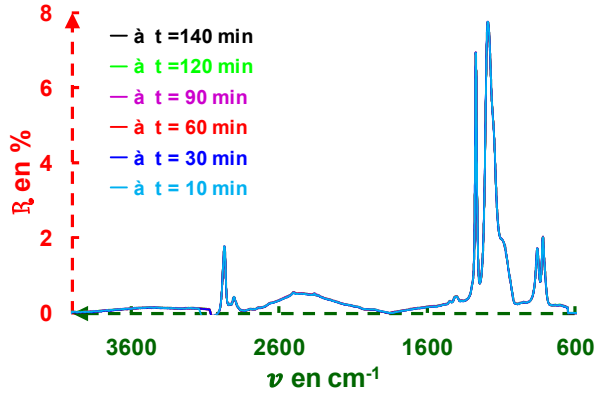


Figure 256 : Spectres PM-IRRAS sur une zone rayée en atmosphère inerte dans le temps

Les résultats n'ont démontré aucune modification chimique aux niveaux des rayures, excepté les changements de nature isotopique quand nous nous mettons en atmosphère deutérée (échange isotopique). L'explication de l'auto-cicatrisation est plutôt d'ordre mécanique, les couches d'ormosils sont avant tout des couches visqueuses. **Carmen Stélian** de l'**Université de Grenoble** a parfaitement ajusté nos courbes expérimentales (Cf. **Figure 257**) avec un modèle de **Burgers** (association des modèles de **Maxwell** et de **Kelvin-Voigt** en série) qui a donné lieu à une publication acceptée en janvier 2021 par **Amira Guediche** [251].

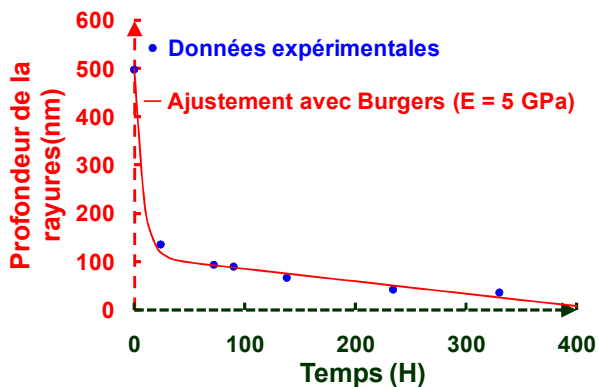


Figure 257 : Evolution de la profondeur de la rayure avec le temps et corrélation avec une couche suivant le modèle de viscoélastique de Burgers

Comme il faut connaître les propriétés mécaniques des couches minces, nous avons conçu un banc de photoélastométrie à partir de l'essai Brésilien. La modélisation photoélastique de cet essai a été menée avec **Gilles Damamme** et nos résultats ont été comparés à ceux du Pr. **Fabrice Brémand** de l'**Université de Poitiers**. Cette modélisation a nécessité de traiter théoriquement le contact de **Hertz** dans le cas d'un contact linéaire (Cf. Annexe).

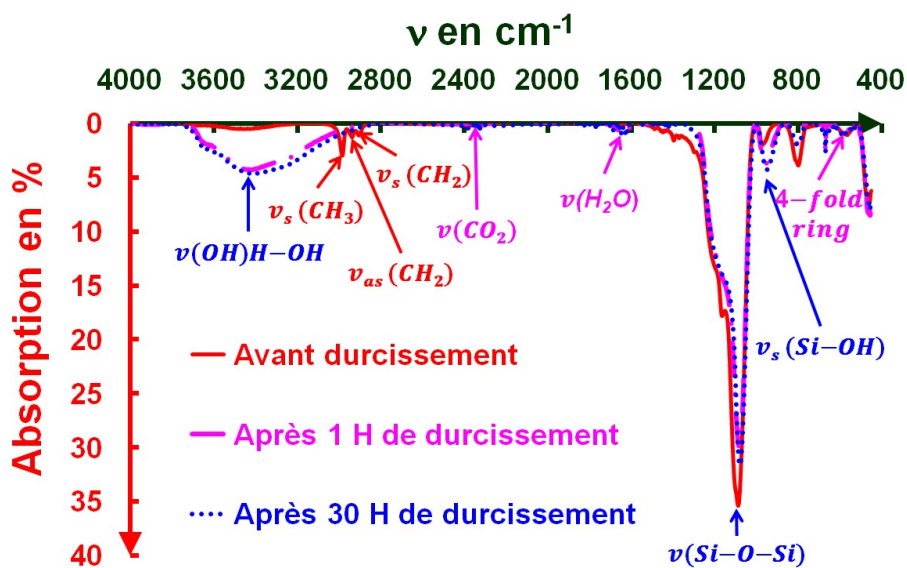
#### ***XIII.1.4 Jérémy Avice (2018)***

Titre de la thèse : Etudes des propriétés physico-chimiques de revêtements sol-gel par spectroscopie, optoacoustique et endommagement laser

Soutenue le : 3 décembre 2018 à l'**Université du Maine**

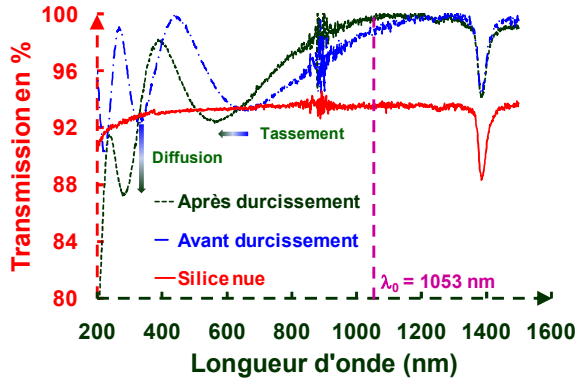
Encadrement du Doctorant : 80 %, **10 publications**

Cette thèse s'est déroulée en collaboration avec l'**Université du Maine** avec le Pr. **Pascal Ruello**, **Gwenaëlle Vaudel** et **Guillaume Brotons** qui disposaient d'un banc ultrasons laser et d'un AFM qui a permis à **Jérémy Avice** d'évaluer les propriétés mécaniques des couches qu'il élaborait et caractérisait au **CEA**. En effet les composants optiques du **LMJ** travaillant en transmission sont revêtus d'une couche antireflet (**AR**) déposée par un procédé sol-gel. Ces films sont composés de nanoparticules de silice de 10 nm de diamètre avec 55 % de porosité. Pour accroître la résistance mécanique de ces couches, les films sont exposés aux vapeurs d'eau et d'ammoniac pendant un post-procédé qui créent des liaisons covalentes entre les nanoparticules de silice et renforcent ainsi le film colloïdal [2]. Nous avons souhaité, dans le cadre de cette thèse, avoir une meilleure compréhension du procédé de durcissement ammoniac et pour cela nous avons entrepris une étude complète des paramètres physiques et chimiques qui gouvernent cet assemblage de nanoparticules durant le durcissement. En particulier, on observe une modification chimique de la couche car le spectre infrarouge est modifié après durcissement (Cf. **Figure 258**). Les modifications de ce spectre ont été analysées avec l'aide entre autres du Pr. **Clément Sanchez** du **Collège de France** et leurs influences comprises [102].



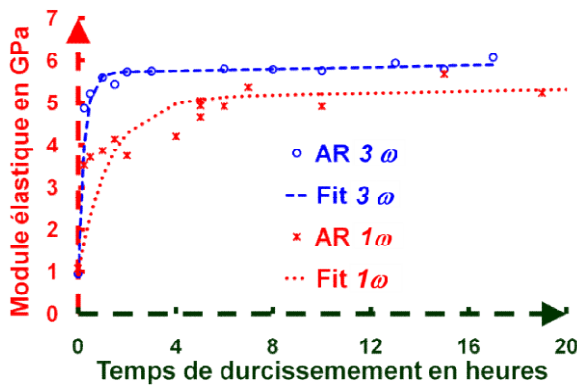
**Figure 258 :**  
Evolution du spectre infrarouge d'une couche de SiO<sub>2</sub> préparée par sol-gel avec le durcissement ammoniac

Cette évolution des couches avec le durcissement est distinguée aussi en spectrométrie visible, où on observe un tassement de la couche (Cf. **Figure 259**) et un accroissement de la diffusion quand l'épaisseur de la couche durcie augmente (Cf. **Figure 117**).



**Figure 259 :**  
Evolution du spectre  
UV/Visible en  
transmission d'une  
couche de SiO<sub>2</sub> avec  
le durcissement

Par contre, on constate une augmentation du module élastique  $\mathfrak{M}$  de la couche épaisse en fonction du temps de durcissement pour des couches fines (70 nm pour  $3 \omega$ ) ou des couches épaisses (210 nm pour  $1 \omega$ ).



**Figure 260 :**  
Evolution du module  
élastique  $\mathfrak{M}$  en  
fonction du temps de  
durcissement

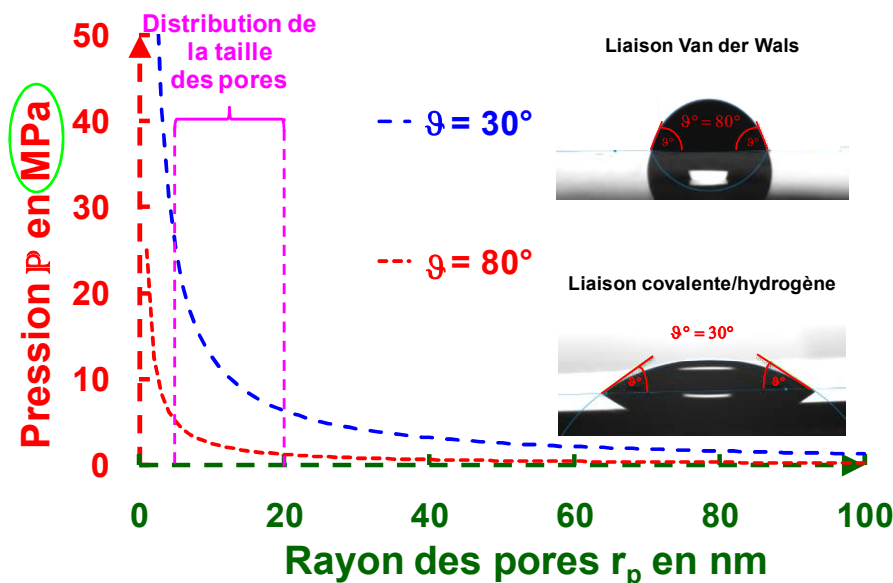
Les courbes pour les deux épaisseurs de couches AR présentent la même tendance : elles ont toutes à l'origine un module élastique d'environ 1 GPa et à l'instar du retrait de la couche AR, les deux courbes atteignent une saturation pour les temps longs du procédé du durcissement. Cependant, il existe deux différences significatives entre les valeurs du module élastique pour les couches à  $1 \omega$  et à  $3 \omega$  en fonction du durcissement. La première distinction se fait sur le temps de montée des modules élastiques. En effet, le procédé de renforcement se fait plus rapidement pour les couches  $3 \omega$  d'épaisseur plus faible. Ceci est vraisemblablement dû à une meilleure diffusion des molécules d'eau et d'ammoniac à l'intérieur des couches les moins épaisses. La seconde différence est observée sur la valeur à saturation du module élastique. Le module élastique  $\mathfrak{M}$  de la couche  $1 \omega$  atteint 5 GPa alors que la couche  $3 \omega$  est de 6 GPa pour les temps de durcissement longs. Ce renforcement mécanique, 20 % plus faible pour les couches  $1 \omega$ , peut être expliqué par l'apparition d'un faïençage de surface lorsque l'épaisseur du film s'accroît.

Dans un second temps, nous avons mis en évidence l'apparition d'un faïençage de surface induisant de la diffusion optique et une diminution du renforcement mécanique durant le post-procédé. Dans le but de minimiser, voire supprimer ces fissurations de surface, nous avons mené une étude

paramétrique pour dégager les éléments responsables de ce façonnage. Celui-ci est lié à la variation de pression capillaire qu'il y a durant l'exposition aux vapeurs d'ammoniac dans un milieu saturé en eau. La pression capillaire  $P_c$  est gérée par la loi de **Jurin** qui répond à l'**Équation 102** et à la **Figure 261**.

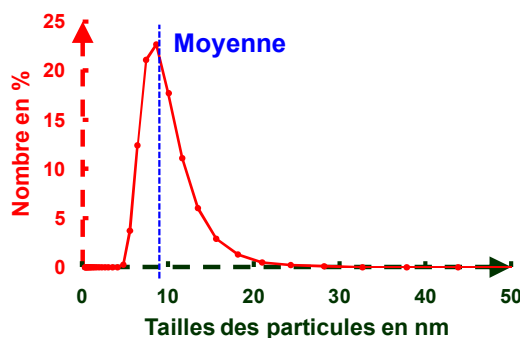
$$P_c = \frac{2 \cdot \gamma_{\text{eau}} \cdot \cos \vartheta}{r_p} \quad (102)$$

Où  $\gamma_{\text{eau}}$  est la tension de surface de l'eau  $\gamma_{\text{eau}} = 0,72 \text{ N.m}^{-1}$ ,  $r_p$  est le rayon des pores en m,  $\vartheta$  est l'angle de contact.



**Figure 261 :** Loi de Jurin indiquant la pression capillaire en fonction des rayons de pores  $r_p$  pour deux angles de contact  $\vartheta$

Les nanoparticules de silice dans une solution sol-gel ont leurs répartitions en taille indiquées par la **Figure 262** (environ 10 nm). Celle-ci nous informe sur le domaine des pressions capillaires de la **Figure 261** qui peut être atteint durant le durcissement ammoniac.



**Figure 262 :** Répartitions en taille des particules sol-gel de  $\text{SiO}_2$  dans une solution

Or lors du traitement ammoniac, la couche initialement dans l'atmosphère contrôlée du laboratoire qui est de 40 % en  $\text{H}_2\text{O}$  est placée dans une enceinte fermée qui est proche des 100 % en  $\text{H}_2\text{O}$  en présence d'ammoniac. La couche va alors absorber de l'eau qui va se condenser dans les pores de celle-ci qui ont une taille correspondant à la dimension des nanoparticules. Lorsque l'on retire le composant à la fin du traitement ammoniac, le composant va retrouver l'environnement du laboratoire



don son  $\mathcal{H}_R$  et l'eau va être désorbée avec une pression capillaire  $P_c$  de plusieurs MPa. Cette désorption brutale va induire une forte variation de pression produisant le faïençage de la couche (Cf. Figure 263).

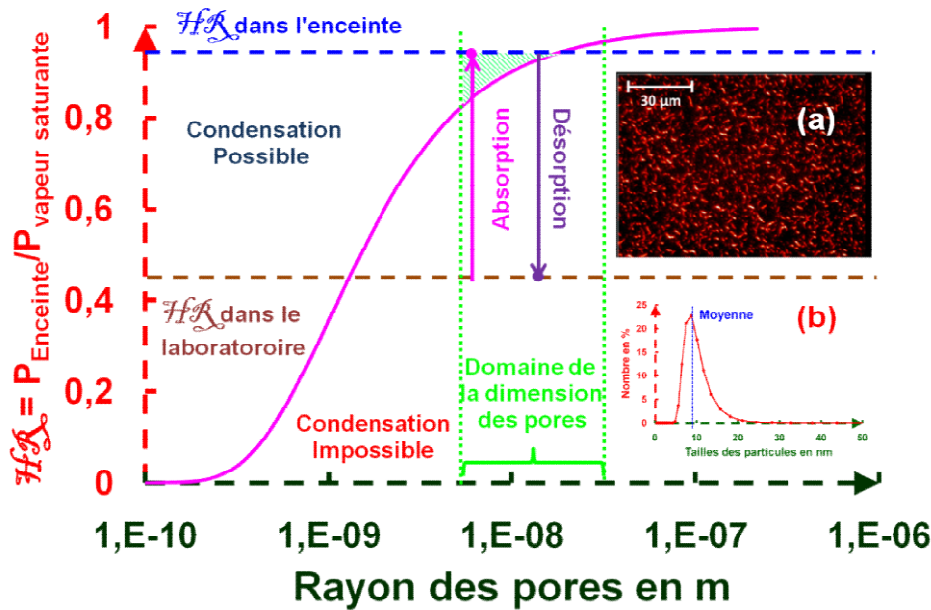


Figure 263 : Mécanisme du faïençage provoqué (encart a) par le durcissement ammoniac sur des couches réalisées avec des nanoparticules de 10 nm (encart b)

Si on utilise des nanoparticules de silice un peu plus grosses 20 nm par exemple, lorsque nous plaçons la couche dans l'enceinte comprenant les vapeurs d'ammoniac, la condensation capillaire ne peut pas se produire dans ce cas-là dans la couche et donc nous pouvons ressortir le composant après son traitement sans qu'il se produise de faïençage (Cf. Figure 264).

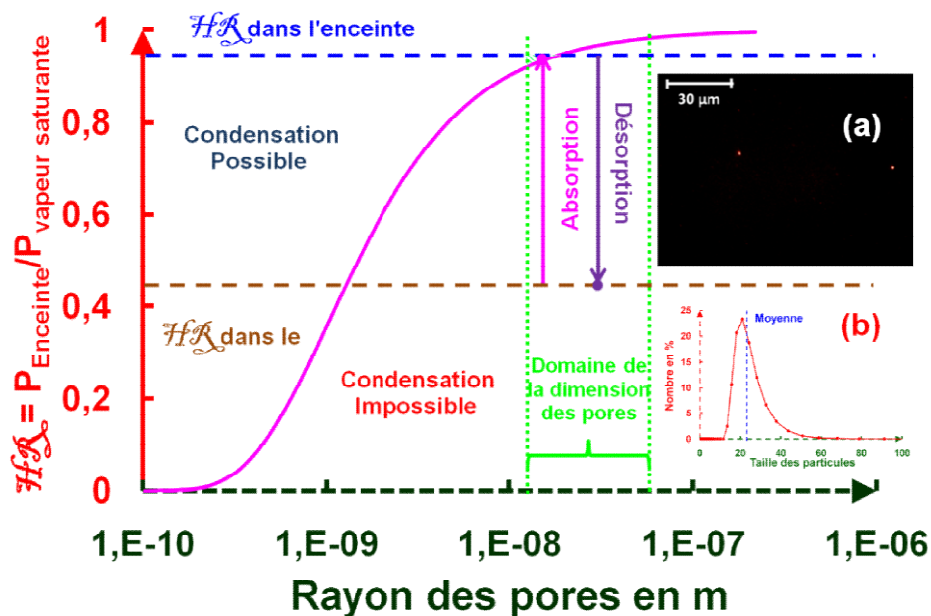


Figure 264 : Mécanisme expliquant l'absence de faïençage (encart a) lors du durcissement ammoniac sur des couches réalisées avec des nanoparticules de 20 nm (encart b)

En prenant des particules de silice de 20 nm obtenues en augmentant le temps de mûrissement au lieu des 10 nm, on supprime le faïençage des couches sol-gel lors du procédé de durcissement. L'augmentation du diamètre pourrait induire une diffusion supplémentaire des couches, mais les

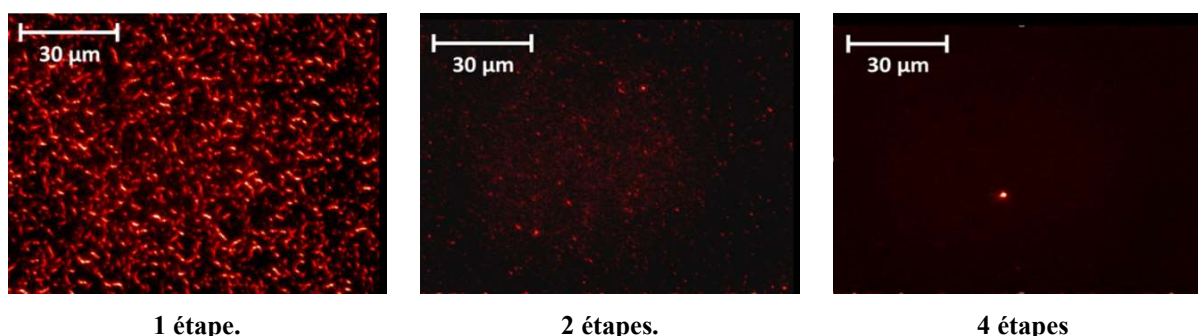
couches épaisses sont utilisées pour faire des antireflets pour des longueurs d'onde plus grandes soit 1053 nm.

Comme nous l'avons vu lors de la thèse de **Xavier Dieudonné** [98], il est préférable de déposer les couches épaisses en plusieurs étapes et l'épaisseur de la couche nominale est le paramètre important dans l'apparition du faïençage provoquant la diffusion optique [5]. Avec **Jérémy Avice**, nous avons élaboré des empilements de couches de silice colloïdale afin de confirmer le rôle du nombre de couches juxtaposées sur les propriétés optiques et mécaniques et sur le faïençage. Pour cela, il a déposé une monocouche d'épaisseur 328 nm avant durcissement pour exacerber le phénomène de faïençage, une bicouche d'épaisseur de 295 nm et enfin une couche de 282 nm fait en 4 passages. Ces 3 couches ont toutes subi un durcissement ammoniac de 17 heures et ont été mesurées en spectrométrie au **CEA/Le Ripault** et en module élastique avec le Pr. **Pascal Ruello** par acoustiques picosecondes [2]. Les résultats sont résumés dans le **Tableau 24**.

**Tableau 24 : Caractérisation des couches sol-gel de silice faites en plusieurs étapes et durcies dans des vapeurs d'ammoniac durant 17 heures**

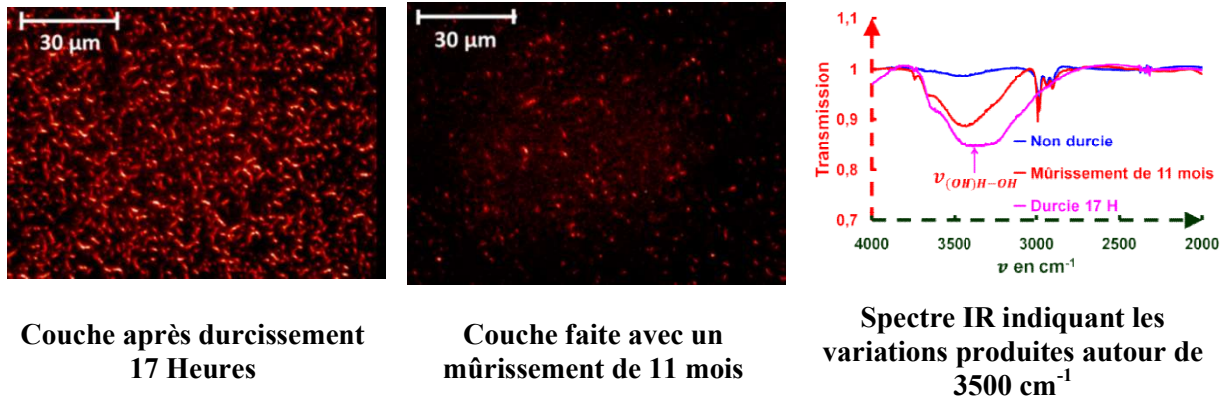
	Epaisseur avant durcissement (nm)	Epaisseur après durcissement (nm)	Vitesse du son ( $\text{m.s}^{-1}$ )	Module élastique $\mathfrak{M}$ (GPa)
<b>1 étape</b>	328	275	2306	5,3
<b>2 étapes</b>	295	243	2331	5,4
<b>4 étapes</b>	282	235	2722	7,3

Le **Tableau 24** montre un tassement général des couches de l'ordre de 17 % et une augmentation du module élastique  $\mathfrak{M}$  des couches avec le nombre d'étapes car la couche est de moins en moins fissurée comme l'indique les **Photos 36** réalisées au microscope en champ noir.



**Photos 36 : Photographies en champ noir d'une couche faite en 1, 2 et 4 étapes**

Une autre solution pour réduire le faïençage est d'augmenter le temps de mûrissement de la solution sol-gel, en le portant à 11 mois, le durcissement ammoniac commençant dans la solution avant dépôt.



**Figure 265 : Réduction du faïençage avec des temps de mûrissement long de la solution sol-gel**

Bien que l'on constate une baisse du faïençage avec cette solution, le temps de mûrissement ne rend pas cette solution industrielle et nous avons par ailleurs des meilleurs résultats avec un procédé plus rapide.

### **XIII.1.5 Amira Guediche**

Titre de la thèse : Elaboration et caractérisation de matériaux pour atténuer la densité de dommages lasers induits par les lasers de puissance

Démarrage de la thèse : Mars 2019

Encadrement du Doctorant : 90 %, **3 publications** à ce jour

Malgré la qualité des traitements optiques sol-gel actuels, il se produit parfois des endommagements au niveau du **LMJ** et nous souhaitons comprendre l'apparition des endommagements afin de réduire leur fréquence d'apparition et la dimension de la zone endommagée. Une voie consisterait à atténuer les ondes de choc qui sont générées par les micro-plasmas par un nouveau matériau amortisseur déposé sous forme de couche mince sur le composant dans la continuité de la thèse de **François Compoint** [100]. L'objectif est donc de concevoir ce nouveau matériau qui devra être homogène et isotrope optiquement, avoir des propriétés élastiques, une bonne compatibilité avec la silice et être résistant à une forte fluence laser. Donc cette thèse a deux composantes : une chimique et une partie physique, que je conseille, qui consiste à caractériser ces couches par différentes méthodes physiques et à comprendre l'interaction laser-matière avec une métrologie sous flux laser utilisant plusieurs spectroscopies. Durant cette thèse la collaboration avec l'**Université de Valenciennes** a été reconduite pour étudier les couches par des techniques d'onde de surface (SAW) avec le Pr. **Marc Duquennoy** et le Pr. **Mohammadi Ouafouh**. Une autre collaboration avec l'**Institut des NanoSciences de Paris** a été signée avec le Pr. **Laurent Belliard** et le Pr. **Bernard Perrin** pour étudier les propriétés mécaniques par ultrasons lasers avec des lasers femtosecondes afin d'évaluer l'atténuation des ondes

sonores. Des contacts sont également engagés avec le Pr. **Michel Arrigoni** de l'**ENSTA Bretagne** pour modéliser des phénomènes d'interaction laser-matière avec le code **ESTHER**, la visualisation des ondes de choc générées par laser par caméra rapide et la détermination de leur vitesse par **VISAR**. Comme le code du **CEA ESTHER** modélise ces phénomènes, nous sommes également en contact avec **Laurent Videau** qui développe ce code. Les couches antichocs étant épaisses, un ellipsomètre mono longueur d'onde a été monté avec **Amira Guediche** pour cartographier et évaluer les défauts de phase engendrés par ces hétérogénéités d'épaisseur optique. De plus le laser que nous avons utilisé avec **Jérémy Avice** était en fin de vie, un nouveau laser a été acheté et une nouvelle installation laser est en cours de montage intégrant les anciens diagnostics et la spectrométrie rapide (**Raman**, luminescence, **LIBS**) de **SOCRATE**. Tout ceci devrait permettre d'étudier l'endommagement in-situ sous flux laser des différents revêtements élaborés durant sa thèse.

## **XIII.2**            **Stages postdoctoraux**

### ***XIII.2.1***    **Matthieu Pommiès 2004-2006**

Encadrement du Postdoctorant : 50 %, **16 publications**

Pour mieux comprendre les phénomènes en présence, j'ai confié une étude générale sur l'influence des défauts dans les **(D)KDP** sur l'endommagement laser à **Matthieu Pommiès** et **David Damiani** [252]. L'objectif était d'utiliser les diagnostics mis en place sur **SOCRATE** (absorption, diffusion, tenue au flux) et d'adjoindre en plus des diagnostics de spectroscopie rapide que nous venions d'acquérir afin d'étudier ces technologies (**Raman**, Luminescence, **LIBS**). Ceci en lien avec **Jean Luc Lacour** du **CEA/Saclay** [253], avec le Pr. **Christophe Dujardin** de l'**Université Claude Bernard** de Lyon avec lequel nous étions en collaboration sur le développement de matériaux luminophores pour des détecteurs rapides nécessaires à la détection des rayons  $\gamma$  émis par le **LMJ** lors de l'interaction avec la cible, et avec le Pr. **Jean Yves Natoli** du groupe endommagement laser de l'**Institut Fresnel** qui était dirigé par le Pr. **Mireille Commandré**. Naturellement avec les contrats de collaboration établis entre le **CEA/Le Ripault** et l'**Institut Fresnel**, **Matthieu Pommiès** a également travaillé avec deux des doctorants **Bertrand Bertussi** [96] et **Jérémie Capoulade** [97] qui ont utilisé le "banc d'endommagement laser petit faisceau" de l'**Institut Fresnel**. Pour renforcer l'équipe endommagement laser, j'ai impliqué **Guillaume Duchateau** dans les études endommagement [4] en soutien également à **Anthony Dyan** postdoctorant chargé plutôt d'études théoriques [11]. Durant cette période, une thèse sur le **KDP** a été également menée dans un autre service du **CEA/Le Ripault** sur la caractérisation des **(D)KDP** par **Audrey Surmin** [254] qui a grandement bénéficié des résultats expérimentaux obtenus par notre équipe. La liste des publications issues des travaux avec **Matthieu Pommiès** donne une idée du parcours réalisé en 2005 et 2007 par l'ensemble de l'équipe, dont de

nombreuses publications ont été présentées lors du congrès sur l'endommagement laser qui a lieu chaque année à Boulder (USA). Le principal résultat à l'actif de **Matthieu Poggi** est l'utilisation de la luminescence comme moyen de diagnostic de l'endommagement laser qui à l'époque était marginal mais qui a depuis été étudiée après par la thèse d'**Alessandra Ciapponi** [255] et maintenant par de nombreux laboratoires s'occupant de l'endommagement laser [256-257]. Il a également mis en évidence la baisse de l'absorption du **KDP** produite par un conditionnement laser et il a prouvé expérimentalement la présence de plusieurs populations de défauts.

### **XIII.2.2 Philippe Voarino 2005-2007**

Encadrement du Postdoctorant : 100 % **8 publications dont 1 brevet**

L'objectif du contrat postdoctoral **Philippe Voarino** était de valider un banc de mesures de réflectivité de pièces en forme à partir d'un banc prototype issu d'un stage de fin d'études de **Sami Baouchour** [149], de déposer un brevet sur ce banc et de commencer les premiers tests sur des pièces planes d'abord puis sur des pièces en formes. Dans cette tâche, il a été aidé par **Sébastien Petitrenaud** un stagiaire de fin d'études de l'**Ecole Supérieure d'Electricité** [150]. Ce banc était le moyen de mesures utilisé pour la mise au point du procédé d'argentures protégées qui a été transféré à la société **CILAS** pour l'industrialisation de ces réflecteurs pour le **LMJ**. Les études sur les réflecteurs ont aussi nécessité un contrôle des procédures de nettoyage des substrats et des dépôts, qui a été également étudié avec **Philippe Voarino** grâce à une application qu'il a développé sous **LabView** à partir d'un microscope équipé de platines motorisées en x et y. J'ai repris en partie les bases de cette application pour développer les programmes pour mesurer la diffusion des couches sol-gel durcies avec **Jérémy Avice** et pour l'indentation avec **François Compoin**. Une partie du développement des logiciels qu'il a conçu a été réintroduit dans les logiciels utilisés pour **SOCRATE**, ce qui lui a permis de participer à un groupe de travail créé par le **CEA/DAM** sur l'endommagement laser. Pour étendre sa pluridisciplinarité, nous avons co-encadré **Aurélien Thomas** durant son stage d'ingénieur [258] sur l'optimisation du réglage d'un ellipsomètre infrarouge. Il a également participé et réalisé l'ensemble des expériences nécessaires pour valider la dernière tête laser que j'avais optimisée pour utiliser des diodes lasers fibrées dans le cadre de la découpe laser du papier, une idée brevetée par **Olivier Acher** [39, 259]. Il a été impliqué également après dans toutes mes publications qui ont utilisé une partie de ses développements, la dernière datant de 2017.

### **XIII.2.3 Anthony Dyan 2007-2009**

Encadrement du Postdoctorant : 20 % **8 publications**

L'objectif du contrat postdoctoral **Anthony Dyan** était de soutenir l'équipe expérimental qui étudiait l'endommagement et le conditionnement laser du **(D)KDP** par de la modélisation spécifique.

Une de mes préoccupations sur ce matériau était la montée en température locale due à l'absorption par des micro-défauts présents dans le **(D)KDP** du faisceau laser. Un papier sur le sujet a été présenté à la conférence de **Boulder** par **Mickaël Feit** du LLNL [260] que l'on devait s'approprier car l'absorption par des nano-centres absorbeurs est un des points clé de l'endommagement laser [261]. **Mickaël Feit** reprenait en particulier un modèle développé par **C. H. Chang** [262] qui n'avait pas tenu compte du modèle de **Hopper et Uhlmann** écrit 5 ans plus tôt [263]. **Anthony Dyan** a développé un modèle appelé **MZA** (Modèle de Zone Absorbante) qui a montré que la température maximale atteinte dépendait en particulier de la dimension des particules absorbantes et de la durée d'impulsion. Il a par ailleurs déterminé expérimentalement le gap du **KDP** [21].

### **XIII.2.4 Hubert Pages 2005**

Encadrement du Postdoctorant : 20 % **1 publication**.

La découpe laser du papier d'**Olivier Acher** [6, 259] est facilitée par l'ajout d'un encrage préalable du papier sur la zone de découpe par une encre noire ou une encre infrarouge. **Hubert Pagès** avait donc la tâche de tester et d'effectuer les premiers tests de découpe laser sans brûler ou noircir le papier. Pour cela, il a utilisé le dispositif expérimental que j'avais mis au point qui se résumait à un cylindre sur lequel était fixé le papier mis sur une platine de rotation motorisée dont la vitesse était programmable, un système afocal permettait de focaliser une diode laser à 810 nm de 1 W de puissance sur le papier. Les vitesses de découpe trouvées augmentent naturellement avec la puissance de la diode laser. En adaptant le profil spatial du faisceau, on augmente la fluence pour atteindre une vitesse de découpe de 1 à 2 cm.s<sup>-1</sup> selon que l'encre est transparente ou non pour une puissance de la diode de 0,5 W.

### **XIII.3 Stagiaires**

Le **Tableau 25** suivant donne les différents stagiaires que j'ai encadrés au cours du temps avec le sujet de stage et leurs origines.

**Tableau 25 : Stagiaires encadrés et sujets de stage**

<b>CEA</b>	<b>Nom</b>	<b>Ecole</b>	<b>Nature du Stage</b>	<b>Sujet du Stage</b>	<b>Année</b>
<b>Saclay</b>	B. Fleury	<b>ESO</b>	Scientifique du Contingent	Interférométrie calorifique pour mesure d'absorption de miroirs	1989
<b>Saclay</b>	P. Etcheto	<b>ESO</b>	Scientifique du Contingent	Interférométrie calorifique pour mesure d'absorption de miroirs	1990
<b>Saclay</b>	Y. Maignon	Télécom/Mines	Scientifique du Contingent	Calcul des effets thermiques induit par laser dans les matériaux	1991
<b>Saclay</b>	L. Nguyen Duy	<b>ESO</b>	Scientifique du Contingent	Banc de mesures de <b>TIS</b>	1992

<b>Saclay</b>	G. De Lavernhe	Licence Paris XI	Stage Fin d'études	Mesures de microrotations	1993
<b>Saclay</b>	A. Bonvalet	<b>ESO</b>	Stage 2 <sup>e</sup> année	Mesures de tenue au flux	1993
<b>Saclay</b>	G. Lucas – Leclin	<b>ESO</b>	Stage 2 <sup>e</sup> année	Mesures de <b>TIS</b> et détermination de la rugosité de surface des composants optiques	1993
<b>Saclay</b>	C. Orgeville	<b>ESO</b>	Stage 1 <sup>re</sup> année	Mesures d'absorption de matériaux	1995
<b>Saclay</b>	N. Bronnec	<b>ESO</b>	Stage 1 <sup>re</sup> année	Mesures d'absorption de matériaux	1995
<b>Saclay</b>	E. Pincemin	<b>ESO</b>	Scientifique du Contingent	Calcul de n, k, e à partir de courbes spectrophotométriques. Calcul de <b>PSF</b> à partir de la surface d'onde donnée par un <b>ZYGO</b>	1997
<b>Saclay</b>	A. Bertaina	<b>ESO</b>	Scientifique du Contingent	Banc de tenue au flux avec mesure d'absorption	1997
<b>Saclay</b>	S. Derouet	<b>IUP Saint Etienne</b>	Scientifique du Contingent	Logiciel de commande du Banc de tenue au flux	1997
<b>Saclay</b>	C. Henry	<b>ESE</b>	Fin d'études	Banc de focaultage par traitement d'images	1997
<b>Le Ripault</b>	S. Aubin	<b>ESO</b>	Scientifique du Contingent	Détection de défauts locaux par traitement d'images	1998
<b>Le Ripault</b>	S. Abraham	<b>BTS Optique</b>	Fin d'études	Banc <b>V/W</b> monospectral	1999
<b>Le Ripault</b>	P. Chaudet	<b>NFI</b>	Fin d'études 3 <sup>e</sup> année	Banc <b>V/W</b> multispectral	2000
<b>Le Ripault</b>	M. P. VanHeems	<b>ENSMM</b>	Fin d'études	Mesure de la conductivité thermique de matériaux	2001
<b>Le Ripault</b>	Geoffroy Hurst	<b>BTS</b>	Fin d'études	Simulation d'un système de millilentilles avec <b>APILUX</b>	2001
<b>Le Ripault</b>	M. S. Bouachour	<b>ISTASE</b>	Fin d'études	Faisabilité d'un réflectomètre	2005
<b>Le Ripault</b>	S. Petitrenaud	<b>ESE/SPC</b>	Fin d'études 3 <sup>e</sup> année	Optimisation de la mise au point automatique du réflectomètre	2006
<b>Le Ripault</b>	A. Thomas	<b>IFIPS Paris Sud</b>	Stage de 4 <sup>e</sup> année	Réglage et optimisation d'un ellipsomètre infrarouge	2007
<b>Le Ripault</b>	L. Caillon	<b>BTS Optique</b>	Fin d'études	Mesure de billes au réflectomètre	2008
<b>Le Ripault</b>	G. Fréon	Licence Pro	Stage Fin d'études	Mise au point d'un banc M-line	2012
<b>Le Ripault</b>	A. L. Barre	<b>ENSSAT</b>	Stage 2 <sup>e</sup> année	Recherche de solutions optiques pour mesurer le déplacement de la pointe d'un indenteur	2017
<b>Le Ripault</b>	M. Lemaistre	<b>EIGIS</b>	Alternance Ingénieur	Mesures dans l'infrarouge de pièces non planes	2020-22
<b>Le Ripault</b>	A. Moïny	<b>Université de Bordeaux</b>	Alternance Master	Optimisation d'un indenteur pour couches minces sol-gel	2020-22

## **XIV. ACTIVITE SCIENTIFIQUE**

### **XIV.1 Sociétés savantes**

Je suis membre de la **SFO** (Société Française d'Optique) où je participe au comité scientifique du club **CMOI** (Contrôles et Mesures Optiques pour l'Industrie) devenu en 2019 le **CDOP** (Club Diagnostic Optique & Photonique) et de **SPIE** (Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers).

### **XIV.1 Contrat Européen**

En 2019, j'ai été sollicité par l'agence gouvernementale du **National Science Center** de Pologne afin d'évaluer le projet de recherche n° 455738 concernant le développement d'un Spectromètre Infrarouge Photothermique à Induction Laser (**LIPIS**) proposé par **Michał Janusz Pawlak** de l'**Université Nicolaus Copernicus** de Toruń. Ce projet était presque similaire à un futur projet, en cours de montage au **CEA/Le Ripault**, qui consistera à caractériser par infrarouge des matériaux et pour lequel nous recherchons un doctorant ou un postdoctorant.

### **XIV.2 Collaborations universitaires**

En me limitant aux années passées au **CEA/Le Ripault**, j'ai travaillé avec plusieurs universités, dont certaines avec des contrats de collaboration :

- **L'Institut Fresnel** entre 2002 et 2007 avec le Pr. **Jean Yves Natoli** sur l'endommagement laser des **(D)KDP**.
- **L'Institut des Molécules et des Matériaux du Mans (IMMM)** entre 2009 et 2018 avec le Pr. **Pascal Ruello** sur les ultrasons lasers et leur utilisation pour mesurer les modules élastiques de nos couches minces.
- **L'Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie (IEMN)** de Valenciennes à partir de 2014 et jusqu'à présent avec les Pr. **Marc Duquennoy** et **Mohammadi Ouafthouh** sur les capteurs interdigitalisés utilisés dans la technique des **SAW** afin de déterminer les modules élastiques et les coefficients de **Poisson** de nos couches minces ayant des propriétés élastiques.
- **L'Institut des Nanosciences de Paris** à partir de 2020 et jusqu'à présent avec les Pr. **Laurent Belliard** et **Bernard Perrin** sur les ultrasons lasers afin de déterminer les modules élastiques (parties réelles et imaginaires) de nos couches minces ayant des propriétés élastiques.

J'initialise actuellement deux autres contrats de collaboration avec :



- Le Docteur **Francesco Delloro** du **Centre des Matériaux d'Evry des Mines Paris-Tech** afin de visualiser l'effet des chocs lasers dans les couches élaborées pour atténuer les ondes élastiques.
- Le Pr. **Michel Arrigoni** de l'**ENSTA Bretagne** pour évaluer les vitesses du son lors de chocs lasers et lors de la création de plasma. Une thèse cofinancée **CEA/DGA** entre nos deux établissements est en cours de validation par nos tutelles [264] et on envisage la création d'un **Laboratoire de Recherche Commun (LRC)**.

### **XIV.3 Reviews**

Je suis reviewer dans 9 revues scientifiques :

- Sensors&Actuators B, Impact factor **7,1**
- Scientific Reports, Impact factor **3,998**
- Optics Express, Impact factor **3,669**
- Optics & Laser Technology, Impact factor **3,233**
- Journal of Luminescence, Impact factor **2,732**
- Applied Optics, Impact factor **1,961**
- Thin Solid Films, Impact factor **1,939**
- Chinese Optics Letters, Impact factor **1,851**
- Materials Research Express Impact factor **1,41**

### **XIV.4 Publications**

Dans cette liste de publications classées par facteur d'impact, les **doctorants** sont indiqués en rouge, les **postdoctorants** en bleu et les **stagiaires** en vert.

	<b>Doctorants</b>	<b>Postdoctorants</b>	<b>Stagiaires</b>
<b>Publications internationales avec review</b>	<b>10</b>	8	<b>1</b>
<b>Actes de conférences non relus</b>	<b>1</b>	13	<b>2</b>
<b>Revue nationales, conférences et colloques sans actes</b>	<b>16</b>	4	<b>3</b>
<b>Publications CEA</b>	<b>3</b>	2	-
<b>Brevets</b>	-	1	-

#### **XIV.4.1 24 Publications Internationales avec review**

- [1] **Elasticity of an Assembly of Disordered Nanoparticles Interacting via Either van der Waals-Bonded or Covalent-Bonded Coating Layers** A. Ayouch, X. Dieudonne, G. Vaudel, H. Piombini, K. Valle, V. E. Gusev, P. Belleville, and P. Ruello, *ACS Nano* **6** (12) pp. 10614-10621 **2012**
- [2] **Controlling the Nanocontact Nature and the Mechanical Properties of a Silica Nanoparticle Assembly** J. Avice, C. Boscher, G. Vaudel, G. Brotons, V. Juvé, M. Edely, C. Méthivier, V. E. Gusev, P. Belleville, H. Piombini, and P. Ruello, *J. Phys. Chem. C* **121** (42) pp. 23769-23776 **2017**
- [3] **Absorption measurements of transparent materials for visible power laser** H. Piombini, A. Guediche and G. Damamme, *Opt. Lett.* **45** (3) pp. 766-766 **2020**
- [4] **Electron-hole dynamics in normal and deuterated KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> illuminated by intense femtosecond laser pulses** *Electron-hole dynamics in normal and deuterated KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> illuminated by intense femtosecond laser pulses* G. Duchateau, G. Geoffroy, A. Dyan, H. Piombini, S. Guizard, *Phys. Rev. B* **83** (7) **2011**
- [5] **Quantitative estimation of crazing in sol-gel layers by automated optical microscopy analysis** J. Avice, C. Boscher, P. Voarino, G. Brotons, H. Piombini, *Opt. Express* **25** (23) pp. 28851-28869 **2017**
- [6] **Demonstration of paper cutting using single emitter laser diode and infrared-absorbing ink** H. Pagès, H. Piombini, F. Enguehard, O. Acher, *Opt. Express* **13** (7) pp. 2351-2357 **2005**
- [7] **Absorption measurement of layers or materials: How to calibrate?** H. Piombini, A. Guediche, D. Picart, G. Damamme, *Results Phys.* **14** pp. 102314 **2019**
- [8] **Sol-gel-processed hybrid silica-PDMS layers for the optics of high-power laser flux systems** F. Compoint, D. Fall, H. Piombini, P. Belleville, Y. Montouillout, M. Duquennoy, M. Ouafrouh, F. Jenot, B. Piwakowski, C. Sanchez, *J. Mater. Sci.* **51** (11) pp. 5031-5045 **2016**
- [9] **Stress measurement of elastic sol-gel layer by photoelasticity - comparison with Stoney** H. Piombini, F. Compoint, C. Ambard, D. Picart, P. Belleville, G. Damamme, and F. Brémand, *Opt. Mater. Express* **6** (2) pp. 469-485 **2016**
- [10] **Surface acoustic wave characterization of optical sol-gel thin layers** D. Fall, F. Compoint, M. Duquennoy, H. Piombini, M. Ouafrouh, F. Jenot, B. Piwakowski, P. Belleville, C. Ambard, *Ultrasonics* **68** pp. 102-107 **2016**

- [11] Scaling laws in laser-induced potassium dihydrogen phosphate crystal damage by nanosecond pulses at  $3\omega$  A. Dyan, F. Enguehard, S. Lallich, H. Piombini, G. Duchateau, J. Opt. Soc. Am. B 25 (6) pp.1087-1095 2008
- [12]  $Al_2O_3/Al$  Cermets by Plasma Spraying: Optical Response of Experimental and Numerically Represented Materials D. Toru, R. Echegut, A. Quet, et al. J. Therm. Spray Technol. 25 (1-2) pp. 384-391 2016
- [13] Impurities detection by optical techniques in  $KH_2PO_4$  crystals M. Pommiès, D. Damiani, X. Le Borgne, C. Dujardin, A. Surmin, J. C. Birolleau, F. Pilon, B. Bertussi, H. Piombini, Opt. Commun. 275 (2) pp. 372-8 2007
- [14] Detection and characterization of absorption heterogeneities in  $KH_2PO_4$  crystals M. Pommiès, D. Damiani, B. Bertussi, J. Capoulade, H. Piombini, J. Y. Natoli, H. Mathis, Opt. Commun. 267 (1) pp. 154-161 2006
- [15] Evaluation of enhanced mirror for LMJ reflector industrial production H. Piombini, F. Sabary, D. Marteau, P. Voarino, G. Chauveau, H. Krol, N. Valette, and C. Grèzes-Besset, Appl. Opt. 53 (4) pp. A305-A313 2014
- [16] Estimation of phase shifts linked only to the coating for a dielectric mirror H. Piombini, Appl. Opt. 50 (9) pp. C441-C448 2011
- [17] Is it possible to check microcomponent coatings? H. Piombini, P. Voarino, F. Lemarchand, Appl. Opt. 50 (9) pp. C424-C432 2011
- [18] High-accuracy measurements of the normal specular reflectance P. Voarino, H. Piombini, F. Sabary, D. Marteau, J. Dubard, J. Hameury, J. R. Filtz, Appl. Opt. 47 (13) pp. C303-C309 2008
- [19] Apparatus designed for very accurate measurement of the optical reflection H. Piombini, P. Voarino, Appl. Opt. 46 (36) pp. 8609-8618 2007
- [20] SOCRATE: an optical bench dedicated to the understanding and improvement of a laser conditioning process B. Bertussi, H. Piombini, D. Damiani, M. Pommiès, X. Le Borgne, D. Plessis, Appl. Opt. 45 (33) pp. 8506-8516 2006
- [21] Transmission measurements in rapid growth KDP and DKDP crystals A. Dyan, G. Duchateau, S. Eslava, J. L. Stehle, D. Damiani, H. Piombini, J. Mod. Opt. 56 (1) pp. 27-31 2009
- [22] Toward the reflectance measurement of micro components H. Piombini, P. Voarino, D. Breider, F. Lemarchand, JEOS 5 2010

- [23] *Reflectance measurement of spherical samples* H. Piombini, L. Caillon, **Opt. Rev.** **16** (6) pp. 571-574 **2009**
- [24] *Guided Wave Measurements for Characterization of Sol-Gel Layers* H. Piombini, X. Dieudonné, T. Wood, and F. Flory **Opt. Rev.** **20** (5) pp. 426-432 **2013**

**XIV.4.2** *30 Actes de conférences non relus*

- [25] *Normal reflectance measurement based on high reflectivity dielectric mirrors reference standard* J. Dubard, J. Hameury, J. R. Filtz, D. Soler, P. Voarino and H. Piombini, **Newrad** October 13-15 **2008**
- [26] *Link between mechanical strength and laser damage threshold for antireflective coating made by sol-gel* J. Avicé, H. Piombini, C. Boscher, P. Belleville, G. Vaudel, G. Brotons, P. Ruello, V. Gusev, **Proc. SPIE** **10447** pp. 1044717 **2017**
- [27] *Carrier dynamics in KDP and DKDP crystals illuminated by intense femtosecond laser pulses* G. Duchateau, G. Geoffroy, C. Maunier, A. Dyan, H. Piombini, S. Guizard, **Proc. SPIE** **8190** pp. 819024 **2011**
- [28] *Spectral measurement in reflection on steeply aspheric surfaces* H. Piombini, S. Bruynooghe, P. Voarino, **Proc. SPIE** **7102** pp. 71021C **2008**
- [29] *New device to measure the reflectivity on steeply curved surface* H. Piombini, D. Soler, P. Voarino, **Proc. SPIE** **7018** pp. B181-B181 **2008**
- [30] *Influence of laser beam size and wavelength in the determination of LIDT and associated laser damage precursor densities in  $KH_2PO_4$*  J. Y. Natoli, J. Capoulade, H. Piombini, B. Bertussi, **Proc. SPIE** **6720** pp. 72016-72016 **2008**
- [31] *Laser induced fluorescence as a tool for the study of laser damage precursors in transparent materials* A. Ciapponi, S. Palmier, F. Wagner, J. Y. Natoli, H. Piombini, D. Damiani, B. Bertussi, **Proc. SPIE** **6998** pp. 69981E-1-8 **2008**
- [32] *Revisited thermal approach to model laser-induced damage and conditioning process in  $KH_2PO_4$  and  $D_{2x}KH_{2(1-x)}PO_4$  crystals* A. Dyan, M. Pommiès, G. Duchateau, F. Enguehard, S. Lallich, B. Bertussi, D. Damiani, H. Piombini, H. Mathis, **Proc. SPIE** **6403** pp. 40307-40307 **2007**
- [33] *Laser conditioning of KDP crystals using excimer and Nd:YAG lasers* B. Bertussi, D. Damiani, M. Pommiès, A. Dyan, H. Piombini, X. Le Borgne, A. Duing, L. Lamaignère, G. Gaborit, M. Loiseau, S. Mardelle, T. Donval, **Proc. SPIE** **6403** pp. N4031-N4031 **2007**

- [34] **Impurities detection by optical techniques in  $KH_2PO_4$  crystals** M. Pommiès, D. Damiani, X. Le Borgne, A. Surmin, J. C. Birolleau, F. Pilon, C. Dujardin, B. Bertussi, H. Piombini, **Proc. SPIE 6403** pp. P4031-P4031 **2007**
- [35] **Characterization tools for KDP/DKDP crystals investigation: toward the identification of laser-damage precursors: Part A. Structural characteristics of rapidly grown crystals** A. Surmin, F. Guillet, S. Lambert, F. Pilon, J. C. Birolleau, M. Pommiès, D. Damiani, B. Bertussi, H. Piombini, X. Le Borgne, **Proc. SPIE 6403** pp. Q4031-Q4031 **2007**
- [36] **Influence of the laser beam size on laser-induced damage in  $KH_2PO_4$**  J. Capoulade, J. Y. Natoli, B. Bertussi, M. Pommiès, A. Dyan, D. Damiani, H. Piombini, **Proc. SPIE 6720** pp. 672016-1-8 **2007**
- [37] **High-precision measurements of the LMJ's reflectors** S. Petitrenaud, P. Voarino, H. Piombini, F. Sabary, D. Marteau, **OFT 2006**
- [38] **High-precision measurements of reflectance** P. Voarino, S. Petitrenaud, H. Piombini, F. Sabary, D. Marteau, **Proc. SPIE 6342** pp. Z3421-Z3421 **2006**
- [39] **Recent advances in laser diode cutting technology associated to desktop and industrial inkjet printing** O. Acher, H. Piombini, P. Voarino, **Proc. SPIE 6127** pp. E1270-E1270 **2006**
- [40] **Need to define a functional LIDT in multiple irradiation cases: examples of silica and KDP at 1064 nm and 355 nm** J. Y. Natoli, J. Capoulade, B. Bertussi, M. Commandré, H. Piombini, **Proc. SPIE 5991** pp. 99109-99109 **2005**
- [41] **Influence of the cut angle on the laser damage threshold of KDP** H. Piombini, M. Pommiès, M., D. Damiani, H. Mathis, L. Lamaignère, T. Donval, M. Loiseau, J. Capoulade, B. Bertussi, J. Y. Natoli, **Proc. SPIE 5991** pp. V9911-V9911 **2005**
- [42] **Detection and characterization of lower LIDT regions in KDP material** M. Pommiès, H. Piombini, B. Bertussi, J. Capoulade, J. Y. Natoli, H. Mathis, **Proc. SPIE 5991** pp. T9911-T9911 **2005**
- [43] **Excimer laser conditioning of KDP: correlation of nondestructive optical diagnostics at 351nm with laser damage threshold** D. Damiani, H. Piombini, D. Plessis, **Proc. SPIE 5647** pp. 540-549 **2005**
- [44] **Excimer laser conditioning of KDP: influence of the laser parameters and crystal orientation on the laser damage threshold** D. Damiani, H. Piombini, D. Plessis, T. Donval, L. Lamaignère, M. Loiseau, **Proc. SPIE 5647** pp. 290-297 **2005**

- [45] *Integrated facility of UV and IR laser process to enhance laser damage resistance of large scale 3w optics* A. During, L. Lemaignère, P. Bouchut, H. Piombini, **Proc. SPIE 5647** pp. 177-186 **2005**
- [46] *Highlighting of local inhomogeneity in excimer conditioning of KDP* H. Piombini, D. Damiani, G. Damamme, J. Y. Natoli, B. Bertussi, M. Commandré, **Proc. SPIE 5647** pp. 279-289 **2005**
- [47] *Desktop cutting of paper using a single-emitter laser diode and inkjet printing* O. Acher, H. Pages, F. Enguehard, H. Piombini, **Proc. SPIE 5647** pp. 279-289 **2005**
- [48] *Nondestructive optical characterization of  $KH_2PO_4$  crystals heterogeneities and adapted excimer laser conditioning process* M. Pommiès, D. Damiani, B. Bertussi, J. Capoulade, J. Y. Natoli, H. Piombini, H. Mathis, **Proc. SPIE 5965** pp. 59651K-1-9 **2005**
- [49] *Enhanced optical damage resistance of fused silica surfaces using UV laser conditioning and  $CO_2$  laser treatment* L. Lemaignère, H. Bercegol, P. Bouchut, A. During, J. Neauport, H. Piombini, G. Raze, **Proc. SPIE 5448** pp. 952-960 **2004**
- [50] *Bulk damage and laser conditioning of KDP and DKDP crystals with Xe-F excimer light and the 3w of a Nd:Yag laser* L. Lemaignère, M. Loiseau, H. Piombini, D. Plessis, H. Bercegol, **Proc. SPIE 4932** pp. 391-392 **200**
- [51] *Excimer laser fabrication and optical properties of polymer prismatic microstructures* P. Topart, D. Plessis, E. Monterrat, P. Coquard, H. Piombini, **Proc. SPIE 3739** pp. 186-194 **1999**
- [52] *Visible laser facility for optical components* H. Piombini, C. Gallou, P. Isnard, **Proc. SPIE 1859** pp. 182-193 **1993**
- [53] *Low-loss optical coatings for high-power laser systems* C. Gallou, P. Isnard, H. Piombini, and B. Schmitt, **Proc. SPIE 1782** pp. 416-425 **1993**
- [54] *High Reflectivity Protected Silver Coatings on Stainless Steel and Aluminum Substrates* F. Sabary, D. Marteau, P. Hamel, H. Piombini, **Proc. SVC 47**, pp. 358-361 **2004**

#### XIV.4.3 26 Revues nationales, Conférences et Colloques, avec ou sans acte

- [55] *Indentification de faïençage de couche mince sol-gel* H. Piombini, C. Boscher, A. L. Barre, J. Avice, **I2M 16 (I-4)** pp. 143-164 **2017**
- [56] *Etude du durcissement ammoniac de couche mince sol-gel* C. Boscher, J. Avice, X. Dieudonné, P. Belleville, K. Vallé, H. Piombini, **I2M 16 (I-4)** pp. 165-174 **2017**

- [57] *Sonder les propriétés élastiques de matériaux nanostructurés par acoustique ultrarapide* J. Avice, C. Boscher, M. Edely, V. Gusev, G. Brotons, P. Ruello, P. Belleville, H. Piombini, **I2M 16 (I-4)** pp. 175-182 2017
- [58] *Caractérisation de couches nanostructurées par méthode non destructive* J. Avice, C. Boscher, G. Vaudel, G. Brotons, P. Belleville, H. Piombini, P. Ruello, **Optique Toulouse 2018**
- [59] *Mesure d'absorption de couche ou de matériau : comment étalonner ?* H. Piombini, J. Avice, D. Picart, G. Damamme, **Optique Toulouse 2018**
- [60] *Sonder les propriétés élastiques de matériaux nanostructurés par acoustique ultrarapide* J. Avice, C. Boscher, M. Edely, V. Gusev, G. Brotons, P. Ruello, P. Belleville, H. Piombini, **CMOI Le Mans 2017**
- [61] *Etude du durcissement ammoniac de couche mince sol-gel* C. Boscher, J. Avice, X. Dieudonné, P. Belleville, K. Vallé, H. Piombini, **CMOI Le Mans 2017**
- [62] *Indentification de faïencage de couche mince sol-gel* H. Piombini, C. Boscher, A. L. Barre, J. Avice, **CMOI Le Mans 2017**
- [63] *Tests de micro-indentation et de rayures de couches minces élastiques sol-gel* H. Piombini, F. Compoint, C. Ambard, K. Vallé, P. Belleville et C. Sanchez, **CMOI Lannion 2015**
- [64] *Mesure de contraintes de couches minces par biréfringence* H. Piombini, F. Compoint, C. Ambard, D. Picart **CMOI Lannion 2015**
- [65] *Evaluation d'échantillons rehaussés pour une production industrielle des réflecteurs du LMJ* H. Piombini, F. Sabary, D. Marteau, P. Voarino, G. Chauveau, H. Krol, N. Valette et C. Grèzes-Besset, **CMOI Orléans 2013**
- [66] *Propriétés optiques de cermets  $Al/Al_2O_3$  obtenus par projection plasma: rôle de la composition et de la microstructure* D. Toru, K. Wittmann-Tenèze, A. Quet, D. Damiani, H. Piombini, D. De Sousa Meneses, L. Del Campo, P. Echegut, **CMOI Orléans 2013**
- [67] *Interaction élastique de nanoparticules mesurée par optique ultra-rapide* A. Ayouch, X. Dieudonné, G. Vaudel, H. Piombini, K. Vallé, V. Gusev, P. Belleville, et P. Ruello, **CMOI Orléans 2013**
- [68] *Ondes guidées pour caractérisation des couches sol-gel* H. Piombini, X. Dieudonné, T. Wood, F. Flory, **CMOI Lille 2011**
- [69] *Contraintes résiduelles dans les empilements multiélectriques réalisés par le procédé sol-gel* H. Piombini, X. Dieudonné, C. Boscher, P. Belleville, D. Picart et O. Gobert, **CMOI Lille 2011**

- [70] Microscope optique à effet Kerr pour la caractérisation de films magnétiques H. Piombini, CMOI Toulouse 2010
- [71] Estimation des variations de phase seulement liées au traitement sur un miroir diélectrique : application au cas du miroir M1 du LMJ H. Piombini, CMOI Reims 2009
- [72] Moyens optiques pour la caractérisation de films magnétiques souples H. Piombini, M. Ledieu, F. Malaplate, O. Acher, CMOI Nantes 2008
- [73] Diverses applications du banc de mesure de réflectivité du CEA/Le Ripault H. Piombini, Ph. Voarino, CMOI Arcahon 2007
- [74] SOCRATE : un banc laser destiné à l'étude des matériaux vis-à-vis de l'endommagement et à l'amélioration de leur réponse à l'agression laser H. Piombini, P. Voarino, B. Bertussi, M. Pommiès, D. Damiani, X. Le Borgne, D. Plessis, CMOI Mulhouse 2006
- [75] Réflexion spectrale de précision dans le visible et le proche infrarouge des réflecteurs de la section amplificatrice du LMJ P. Voarino, S. Petitrenaud, D. Marteau, F. Sabary, H. Piombini, CMOI Mulhouse 2006
- [76] Sonder les propriétés élastiques de matériaux nanostructurés dans le domaine 10-800GHz par acoustique ultra-rapide J. Avice, F. Compoint, G. Vaudel, C. Boscher, M. Edely, P. Belleville, P. Boy, V. Gusev, H. Piombini et P. Ruello, CFA/VISHNO pp. 291-297 2016
- [77] Caractérisation d'empilement épais produit par sol-gel grâce aux techniques d'ondes guidées H. Piombini, X. Dieudonné, T. Wood, F. Flory, 6<sup>ème</sup> C2I Lyon 2013
- [78] Applications du réflectomètre du CEA/Le Ripault H. Piombini, P. Voarino, C2I Le Mans 2010
- [79] Présentation et applications d'un banc de mesure de réflectivité pour pièces planes ou courbes H. Piombini, P. Voarino, Photoniques 33 2008
- [80] Socrate Études d'endommagement laser des matériaux : Un banc dédié H. Piombini, P. Voarino, M. Pommiès, D. Damiani, Supplément au numéro Contrôles-Essais-Mesures 2007

#### XIV.4.4 9 Publications liées au CEA

##### XIV.4.4.1 Les Avancées de la DAM

- [81] Caractérisations physiques, chimiques et mécaniques des nanocontacts entre particules de silice dans des couches minces antireflets J. Avice, C. Boscher, G. Vaudel, G. Brotons, V. Juvé, M. Edely, C. Méthivier, V. E. Gusev, P. Belleville, H. Piombini, P. Ruello et C. Sanchez, 2017



- [82] Mesure de contraintes de couches minces par biréfringence H. Piombini, F. Compoint, C. Ambard, D. Picart, G. Damamme et F. Brémand, 2016
- [83] Interaction élastique de nanoparticules A. Ayouch, X. Dieudonné, G. Vaudel, H. Piombini, K. Vallé, V. Gusev, P. Belleville et P. Ruello, 2012
- [84] Dynamique électronique induite par laser dans les (D)KDP G. Duchateau, G. Geoffroy, A. Dyan, H. Piombini, et S. Guizard, 2011

#### XIV.4.4.2 Autres Revues CEA

- [85] Nettoyage le laser s'attaque aux composants optiques plans H. Piombini, CEA Technologie 60 2002
- [86] Optique : mesurer la réflexion à 0.1 % près c'est possible H. Piombini, CEA Technologie 83 2006
- [87] Optique laser traquer le défaut H. Piombini, Talents 83 2006
- [88] Characterization of thermo-optical properties of infrared materials E. Monterrat, H. Piombini, T. Lanternier, S. Mainguy, CHOCS 27, pp. 71-82 2003
- [89] Defects in frequency conversion crystals H. Piombini, F. Guillet, F. Pilon, H. Mathis, M. Pommès, G. Damamme, CHOCS 34, pp. 84-92 2007

#### XIV.5 Brevets

- [90] DEVICE AND METHOD FOR MEASURING THE CHARACTERIZATION OF REFLECTOMETRY H. Piombini, P. Voarino, PCT/EP2007/055158, filed May 29, 2007, and which claims priority of French Patent Application No. 06 51951, filed May 30, 2006
- [91] METHOD FOR MEASURING AND METHOD FOR VIEWING A WAVE SURFACE USING SPECTROPHOTOMETRY H. Piombini, PCT/EP2010/051009, filed Jan. 28, 2010, and which claims priority of, French Patent Application No. 09 50613, filed Jan. 30, 2009
- [92] METHOD FOR THE MICRO-DEFORMATION OF A FRONT FACE OF A THIN PART BY MEANS OF MODIFYING THE REAR FACE OR THE PERIPHERY OF THE PART H. Piombini, D. Damiani, PCT/EP2010/065164, filed Aug. 22, 2012, and which claims priority of, French Patent Application No. 09 50613, filed Oct. 11, 2010
- [93] DEVICE FOR VIEWING AND FOR PROTECTION AGAINST OPTICAL RADIATION AND SOLID OR LIQUID SPRAY H. Piombini, PCT/EP2013/0632013 janv. 2014 or WO2014/001287 A1 3 January 2014
- [94] Brevet Confidentiel n° 1500176 du 30 juillet 2015

#### **XIV.6 Thèse**

J'ai soutenu ma thèse en VAE le 8 Juillet 2020 à l'Université Paris/Saclay.

- [95] **Moyen de contrôle pour mesurer la réflectivité avec une grande précision sur des pièces en forme pour le LMJ** H. Piombini 2020.

#### **XIV.7 Jury de thèse**

Durant ma carrière, j'ai participé à 7 jurys de thèse :

- [96] **Etude des mécanismes initiateurs de l'endommagement laser dans les composants optiques : vers une amélioration de la tenue au flux** Bertrand Bertussi, Thèse de l'Université Aix-Marseille 3 2005
- [97] **Etude multi-échelle de l'initiation de l'endommagement laser en surface et dans le volume de matériaux optiques** Jérémie Capoulade, Thèse de l'Université Aix-Marseille 3 2008
- [98] **Etude d'empilements multicouches colloïdaux préparés par voie sol-gel : propriétés optiques et mécaniques** Xavier Dieudonné, Thèse de l'Université François Rabelais de Tours 2011
- [99] **Etude de l'élasticité de solides colloïdaux par technique d'opto-acoustique ultra-rapide** Adil Yaouch, Thèse de l'Université du Maine 2012
- [100] **Développement de revêtements optiques hybrides organiques-inorganiques pour limiter l'endommagement laser** François Compoin, Thèse de l'Université François Rabelais de Tours 2015
- [101] **Développement d'une technique à double Chirp spatio-temporel basée sur des capteurs SAW-IDT : application à la caractérisation de couches minces et de revêtements fonctionnels** Dame Fall, Thèse de l'Université de Valenciennes et du Haut Cambrésis 2016
- [102] **Etudes des propriétés physico-chimiques de revêtements sol-gel par spectroscopie, optoacoustique et endommagement laser** Jérémy Avice, Thèse de l'Université Bretagne-Loire 2018

### **XV. CONCLUSION**

J'ai décrit dans ce document une partie de mes activités de recherche portant sur la caractérisation des couches minces et des matériaux pour des installations utilisant des lasers de fortes puissances moyennes (SILVA) et de fortes puissances instantanées (LMJ). L'étude des couches minces optiques nécessite deux moyens qui sont un outil informatique de conception des couches

minces avec la détermination de l'ensemble des réponses spectrales (réflexion, transmission, absorption, phase et champ électrique) d'un empilement en fonction de sa longueur d'onde, de sa polarisation et de son incidence. Il va sans dire que les indices et les coefficients d'extinction utilisés sont variables avec la longueur d'onde et que les empilements réels ne sont pas obligatoirement « matchés » et il est nécessaire parfois de tenir compte des incertitudes d'épaisseurs des différentes couches. Ce logiciel est accompagné par un logiciel d'analyse qui permet de déterminer les indices réels et complexes avec l'épaisseur à partir d'une mesure au spectrophotomètre ou à l'ellipsomètre.

Nous avons vu que pour des couches minces :

- l'incorporation de nodules ayant des dimensions de quelques centaines de nanomètres pouvait avoir une influence importante sur la répartition du champ électrique au niveau de l'empilement ;
- les couches minces n'ont pas nécessairement un indice isotrope (croissance colonnaire) surtout lorsque l'on utilise l'évaporation thermique. Cette anisotropie est d'ailleurs utilisée pour réaliser des couches polarisantes, et est identifiable par des mesures M-lines en jouant sur la polarisation du laser incident ;
- les couches minces sol-gel sont empilables sous fortes épaisseurs sans faire apparaître de diffusion inter-couches, mais la diffusion reste leur principale limitation [5, 98] ;
- les couches sont parfois poreuses et donc peuvent absorber l'humidité ambiante ou les impuretés présentes dans l'atmosphère. C'est le cas des couches sol-gel de silice colloïdale employées dans le **LMJ** qui sont d'excellents détecteurs de gaz grâce à leur grande surface spécifique. La porosité des couches est un problème général car elle produit des instabilités spectrales du composant. Elle entraîne aussi des variations de contraintes importantes dans l'empilement selon l'humidité relative qui peuvent conduire à des déformations, à un délaminage de l'empilement ou à un faïençage comme nous l'avons observé avec les couches sol-gel après un durcissement ammoniac. L'absorption de l'humidité tend à augmenter l'indice optique effectif et à déplacer la réponse spectrale vers les hautes longueurs d'onde. L'utilisation d'un laser peut entraîner une évaporation de l'eau et un déplacement vers les basses longueurs d'onde de la réponse spectrale.

Les différentes évaluations de défauts locaux faites à partir d'une mesure de **TIS** ou avec une mesure avec un microscope montrent que leur densité diminue de façon exponentielle avec la taille de ceux-ci.

Les métrologies développées dépendent du niveau cherché et il est parfois intéressant de décomposer et mesurer les différentes composantes d'un phénomène. Par exemple, l'information des pertes totales est essentielle pour le projet **SILVA**, mais seule la décomposition de celles-ci en

absorption, diffusion et transmission permet de travailler sur la partie pénalisante. En effet, pour un empilement miroir :

- si la transmission est majoritaire, on doit augmenter le nombre de paires de couches tout en le restreignant à un nombre maximum qui dépend de la technologie de dépôts et de la maîtrise du procédé par le laboratoire ou la société ;
- si la diffusion est majoritaire, on doit améliorer en premier lieu la rugosité du substrat ;
- si l'absorption est majoritaire, on doit jouer sur la nature de la cible ou la stœchiométrie du dépôt voire la nature du substrat.

Dans le cas des couches sol-gel pour le **LMJ**, les mesures indiquent nettement que la perte principale provient de la diffusion de la couche et ceci est d'autant plus vrai si la couche est faïencée suite à un durcissement à l'ammoniac. Avec **Jérémy Avice**, nous avons proposé des solutions pour minimiser voire supprimer le faïençage lié au durcissement ammoniac [102].

Pour certains composants non plans, un réflectomètre haute précision a été mis au point et breveté avec **Philippe Voarino**. Il permet de cartographier également des composants comme des lentilles de fortes courbures ou des cornières. L'incertitude estimée à 0,16 % pour un facteur d'élargissement  $k = 2$  fait de cet appareil un des meilleurs réflectomètres mondiaux [265]. Il a été utilisé pour la mise au point de l'argenture des réflecteurs de la section amplificatrice du **LMJ** et leur vieillissement mais également pour valider une proposition de **CILAS** de miroirs rehaussés [15]. Il révèle ainsi des défauts d'homogénéité des réponses spectrales qui peuvent être reliées à des variations de l'épaisseur des couches.

Les contraintes mécaniques dans les couches sont importantes à connaître car elles ont une tendance à courber le substrat, d'autant plus que celui-ci est mince. Elles introduisent une puissance au composant que l'on peut compenser avec un polissage préventif ou par un autre traitement en face arrière. Pour leurs mesures, l'interférométrie sur la face non traitée est préférable pour éviter de prendre en compte les variations d'épaisseur provenant du traitement. Une mesure avec un profilomètre est possible mais les substrats de silicium sont généralement non plans et leurs modules élastiques dépendent du type de silicium utilisé (cette remarque est aussi applicable pour les mesures de marche pour connaître l'épaisseur d'une couche).

Une méthode de photoélasticité a été développée avec **François Compoin** sur les couches minces déposées sur des substrats épais pour mesurer leurs contraintes à partir d'un essai brésilien bi-axial [9]. Ce développement, pour évaluer les contraintes des couches minces sol-gel et d'empilements faiblement contraints, a été mené car nous ne possédions pas d'interféromètre au **CEA/Le Ripault**. De plus des mesures interférométriques d'un empilement ne sont valables que si la longueur d'onde de l'interféromètre est située dans la stop-band de l'empilement pour s'affranchir des fluctuations de

phases aléatoires de l'empilement. Les mesures photoélastiques sont cohérentes avec les mesures profilométriques moyennant les remarques précédentes.

Outre les mesures de diffusion globale (**TIS** ou sphère intégrante), nous avons développé un banc de **BRDF** qui donne une information essentielle sur le caractère lambertien ou non de l'indicatrice de réflectance ou de transmittance du composant. Avec ce banc, nous avons validé le nettoyage laser de polluants organiques pénalisants pour le **CNES**. En effet des miroirs pollués retrouvaient grâce à un nettoyage laser des indicatrices similaires aux indicatrices initiales d'un composant propre.

Ayant des lasers de fortes puissances, il est indispensable de connaître l'absorption des matériaux utilisés pour ces lasers qui se résument à de la silice et de la fluorine. Les verres classiques comme le **BK7** sont relativement abandonnés car leurs absorptions sont nettement supérieures ( $> X 100$ ) à l'absorption à la silice. Des simulations thermiques avec des modèles analytiques et numériques ont été développées [3, 7] qui ont permis une étude assez exhaustive montrant bien entre autres l'augmentation des contraintes thermiques avec la puissance laser. Cette modélisation avec l'**Interférométrie Calorifique (IC)** ou par effet mirage ont permis de déterminer expérimentalement l'absorption de nos matériaux. L'**IC** a été employée pour les matériaux massiques [3]. L'effet mirage a été utilisé en mode transverse pour les couches minces pour **SILVA** et en mode longitudinal pour le programme **LMJ**. Les différentes valeurs déterminées sont cohérentes avec la littérature. En particulier, elles montrent que les couches sol-gel de silice colloïdale sont faiblement absorbantes à 351 nm.

Ces travaux de caractérisation ont constitué un socle de connaissances nécessaires au fil conducteur d'une partie de mes activités, l'amélioration de la tenue au flux laser qui passe par la compréhension des phénomènes mis en jeu et leurs mesures. L'endommagement laser est une thématique à multi-paramètre (optique, mécanique, chimique...) et à multi-échelle spatiale et temporelle qui combine les hétérogénéités locales du composant (absorption, champ électrique, rugosité, défauts locaux, contraintes, caractéristique mécanique, pollution...) avec les hétérogénéités du faisceau laser de mesure (profil spatial, profil temporel...) avec ses fluctuations de puissance, de mode et donc de direction. A ce problème complexe s'ajoute la mesure du **LIDT** qui dépend de la méthode utilisée (**I/I**, **S/I**, **R/I** ou raster scan), des moyens de détection, de la dimension et de l'ouverture du faisceau de mesure voire même de l'expérience de l'opérateur. Sa traduction en densité de défauts dépend des modèles pris en compte. Les intervalles de confiance des mesures d'endommagement sont importants dès que la probabilité d'endommagement est différente de 1 ou 0. Ils expliquent les formes singulières des courbes expérimentales parfois obtenues. Des règles de dimensionnement globales peuvent être utilisées avec la durée d'impulsion et avec la surface du faisceau test. Pour la durée d'impulsion, la règle classique est une règle en  $\sqrt{\tau_L}$ , pour la dimension du

spot la règle est une règle en  $1/R$  [170]. Malgré ces deux règles, il reste néanmoins difficile de comparer deux **LIDT** provenant de deux installations lasers différentes car l'endommagement reste un point faible du composant avec plusieurs phénomènes en compétition (absorption, défauts, contraintes ...) dont l'aspect multi-photonique que nous n'avons pas évoqué dans ce manuscrit. Une installation comme **SOCRATE** était un outil intéressant à la compréhension de l'endommagement laser par ses diagnostics mis en œuvre et ses possibilités de faire des salves lasers à partir des cartographies de défauts. Elle a révélé l'aspect complexe de l'endommagement laser mais les liens entre la nature des défauts et tenue au flux n'ont pas pu encore être menés totalement à bien. Les expériences ont montré que les défauts ayant une faible densité avaient un **LIDT** plus faible que les défauts ayant une forte densité mais avec des tailles plus petites, qui eux résistent mieux au flux laser. On a noté que la densité de dommages était plus faible avec des "gros" faisceaux lasers qu'avec des faisceaux plus petits, donc on peut supposer qu'avec un gros faisceau il se produit une coalescence des petits défauts. En conséquence, la densité de dommages est relative à la dimension du faisceau test et il semble peu probable d'avoir dans ce domaine des mesures absolues. La luminescence et les contraintes restent des phénomènes à étudier plus précisément pour expliquer parfois la non-corrélation de l'absorption avec la tenue au flux. Il semble donc important d'associer aux mesures d'endommagement de la spectroscopie (absorption, luminescence, **Raman**, **LIBS**) car nous avons vu en particulier avec les **(D)KDP** que les échantillons sont loin d'être homogènes en surface et en volume. Même à faible teneur, certains éléments chimiques comme le cérium ont une forte influence sur le **LIDT**. On a observé que les contraintes dans les matériaux avaient également un rôle dans l'endommagement. En bref, l'amélioration de l'endommagement des composants ne passe pas seulement que par la mesure de celui-ci qui reste relative à l'installation laser, mais par diverses études matériaux multi-physiques.

L'endommagement laser provient également de la réaction d'un matériau à une impulsion laser et à son front de montée. Pour étudier ces phénomènes, on s'est rapproché de l'**ENSTA Bretagne** qui est un des laboratoires français qui travaille sur les chocs lasers. Je vais, avec d'autres collègues, monter un **Laboratoire de Recherche Commun (LRC)** avec l'**ENSTA** en 2021. Grâce à leurs matériels et leurs connaissances sur les chocs et notre maîtrise dans la caractérisation optique, nous allons pouvoir visualiser les ondes de choc dans les matériaux et mesurer la vitesse des débris générés par une ablation laser. La mise en vitesse de la face arrière après un tir peut être évaluée. Les premiers résultats obtenus avec ce laboratoire sur des couches élastiques indiquent une vitesse plus faible sur un substrat revêtu d'une couche de silice avec 40 % de **PDMS** qu'avec un substrat nu. Ceci semble valider notre axe de recherche sur les couches amortissantes de chocs lasers. Malgré ce bon indice, il reste néanmoins beaucoup de travail pour déposer des couches homogènes, épaisses et qui résistent à la fluence de travail du **LMJ** avec un matériau visqueux. Un couplage avec le code **ESTHER** devrait nous permettre d'obtenir des informations sur le coefficient de rupture mécanique de nos couches (écaillage).

C'est pour cela que ces dernières années, j'ai travaillé sur l'aspect mécanique des couches minces car l'endommagement laser demeure néanmoins un problème de mécanique ; un dégât laser émet généralement un son lorsqu'il est généré qui peut déclencher la détection du dommage [224]. Là encore, j'ai fait appel à différents laboratoires universitaires qui dominent le sujet avec des techniques d'acoustique picoseconde (avec l'**IMMM** et l'**INSP**) dont le système de détection diffère. Pour **IMMM**, on visualise la réflectivité temporelle [1, 2], pour l'**INSP** on utilise l'interférométrie. Ainsi, on obtient des modules élastiques dans le domaine du GHz. Avec **IEMN**, les couches sont investiguées avec des peignes inter-digitalisés qui créent des ondes de surface (**SAW**) qui sont détectées par interférométrie [101]. Les modules élastiques sont calculés dans le domaine de quelques 10 MHz [8, 10]. Une première corrélation entre les modules d'élasticité et les mesures d'endommagement a été réalisée sans succès car notre installation laser n'avait plus sa fiabilité d'origine [26]. Ces mesures seront reprises dans l'avenir car nous installons avec **Amira Guediche** un banc avec un nouveau laser qui nous servira également pour une thèse future sur l'effet de la pollution en lien avec l'endommagement durant laquelle on étudiera en plus l'effet des chocs lasers avec l'**ENSTA Bretagne** et sur l'étude de miroirs à base d'oxyde de scandium pour les composants de fin de chaîne du laser **PETAL** [264]. Un indenteur maison a mis en évidence un effet de cicatrization des couches élastiques fabriquées par sol-gel pour atténuer les ondes mécaniques générées par les chocs lasers. Avec cet indenteur, on a également mesuré les modules d'élasticité et la dureté des couches de silice **PDMS** faites par **François Compoin** [251]. Il nous sert pour la comparaison relative de nos résultats avec des mesures réalisées par des industriels comme **CSM** et **SAINT GOBAIN** ou de celles de nos partenaires académiques (**IMMM** [1, 2], **INSP** et **IEMN** [8, 10]).

D'autres sujets pour la compréhension de l'endommagement pourront être de nouveau abordés comme tout ce qui porte sur la cinétique des électrons lors de l'interaction laser [4] qui nécessite l'utilisation d'un laser femtoseconde et si celui-ci était accordable, il permettrait de mieux comprendre les cinétiques en jeu. Des modèles d'interprétation existent mais avons-nous toutes les données matériaux valides ? Nous voyons que même après ce travail, il reste beaucoup à découvrir dans le domaine des couches minces, ce qui en fait un sujet passionnant.

## **XVI. REFERENCES**<sup>3</sup>

[103] *Le programme SILVA* NT 96001118 du 16 mars 1996

[104] *Fin des études du procédé d'enrichissement de l'uranium par laser SILVA* Communiqué CEA du 11 janvier 2004

[105] *Le laser MégaJoule* <http://www-lmj.cea.fr/fr/lmj/index.htm>

---

<sup>3</sup> Les références allant de 1 à 102 correspondent à mon activité scientifique (Cf. chapitre XIV)

- [106] *The National Ignition Facility: enabling fusion ignition for the 21st century* G. H. Miller, E. I. Moses and C. R. Wuest, **Nucl. Fusion** **44** pp. S228-S238 **2004**
- [107] *Overview of Progress and Future Prospects in Indirect Drive Implosions on the National Ignition Facility* O. A. Hurricane, and on behalf of ICF Program, **J. Phys. Conf. Ser.** **717** id. 012005 **2016**
- [108] *Development of the indirect-drive approach to inertial confinement fusion and the target physics basis for ignition and gain* J. Lindl, **AIP** **2**, pp. 3933 **1995**
- [109] *Symmetric Inertial Confinement Fusion Implosions at Ultra-High Laser Energies* S. Glenzer, B. MacGowan, P. Michel, N. Meezan, L. Suter, S. Dixit, J. Kline, G. Kyrala, D. Bradley et al, **Science** **327 (5970)** pp. 1228-1231 **2010**
- [110] *Prospects and progress at LIL and Megajoule* C. Cavailler, N. Fleurot, T. Lonjaret and J. M. Di-Nicola, **Plasma Phys. Control. Fusion** **46 (12B)** pp. B135 **2004**
- [111] *The World Scientific Handbook of Energy* G. Crawley, **Materials & Energy Livre** **3** **2013**
- [112] *The french Laser Megajoule project (LMJ)* M. André, **Fusion Eng. Des.** **44** pp. 43-49 **1999**
- [113] *The Laser Mega-Joule: LMJ&Petal status and Program Overview* J. L. Miquel, C. Lion, P. Vivini, **J. Phys. Conf. Ser** **688** id. 012067 **2016**
- [114] *Les 20 ans du Programme Simulation : célébration d'une réussite* <http://www/cea.fr/presse/pages/actualites-communiqués/defense/20-ans-du-programme-simulation.aspx>
- [115] *LMJ PETAL Users guide v1.2.pdf* <http://www-lmj.cea.fr/docs/2016/>
- [116] *La théorie générale des couches minces* F. Abelès, **J. Phys. Radium** **11 (7)**, pp. 307-309 **1950**
- [117] *Absorption mapping for characterization of glass surfaces* M. Commandré, P. Roche, J. P. Borgogno, and G. Albrand, **App. Opt.** **34 (13)**, pp 2372-2379 **1995**
- [118] *L'absorption dans les couches optiques* J. M. Weulersse, H. Piombini, DPE/SOL/PL/90-87 C.CEA
- [119] *Programme de calcul de couches minces optiques* H. Piombini, DPE/SOL/SCLO **91** NT.08
- [120] *Thin-Film Optical Filters* H. A. Macleod, **McGraw-Hill** Second Edition **1989**
- [121] *Etude de miroirs colorants pour SILVA* H. Piombini, DCC/DPE/SOL/SCLO/91 C.CEA
- [122] *Impact of high refractive coating material on the nodular-induced electric field enhancement for near infrared multilayer mirrors* C. J Stolz, E. Feigenbaum, **Appl. Opt.** **59 (5)** pp. A20-A25 **2020**
- [123] *Laser damage study of nodules in electron-beam evaporated  $HfO_2/SiO_2$  high reflectors* X. Cheng et al, **App. Opt.** **50 (9)** pp. C357 **2001**



- [124] Measurement of thin film parameters with a prism coupler R. Ulrich and R. Torge, **Appl. Opt.** **12** (12) pp. 2901-8 1973
- [125] M-lines technique: prism coupling measurement and discussion of accuracy for homogeneous waveguides S. Monneret, P. Huguet-Chantôme and F. Flory, **J. Opt. A: Pure Appl. Opt.** **2** (3) pp. 188-195 2000
- [126] Determination of thickness, refractive indices, optical anisotropy of, and stresses in SiO<sub>2</sub> films on silicon wafers W. Lukosz, and P. Pliska, **Opt. Commun.** **117** pp. 1-7 1995
- [127] Photothermal deflection spectroscopy and detection W. B. Jackson, N. M. Amer, A. C. Boccara, D. Fournier, **Appl. Opt.** **20** (8) pp. 1333-1344 1981
- [128] Détermination des Constantes Optiques n et k de Matériaux Faiblement Absorbants J. Mouchart, G. Lagier, B. Pointu, **Appl. Opt.** **24** pp. 1808-1814 1985
- [129] Méthode de Newton <https://fr.wikipedia.org/wiki/>
- [130] Sensitive measurement of photon lifetime and true reflectances in an optical cavity by a phase-shift method J. M. Herbelin, J. A. McKay, M. A. Kwok, R. H. Ueunten, D. S. Urevig, D. J. Spencer, and D. J. Benard, **Appl. Opt.** **19** (1) pp. 144-147 1980
- [131] Cavity ring-down optical spectrometer for absorption measurements using pulsed laser sources A. O'Keefe and D. A. G. Deacon, **Rev. Sci. Instrum.** **59** pp. 2544-2551 1988
- [132] Mesures des performances atteintes par les premiers miroirs réalisés par l'INPN pour la séparation isotopique H. Piombini, P. Isnard, DPE/SOL/SCLO/91 NT 400
- [133] Résultat du 1<sup>er</sup> contrat couches minces avec le CMO H. Piombini, DPE/SLP/SCLO/94.104 DR
- [134] Résultat de mesures des miroirs TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> sur silicium réalisés en évaporation thermique par Matra H. Piombini, DPE/SLP/SCLO/94.203 DR
- [135] Résultat de mesures effectuées sur des miroirs colorants réalisés avec des couches tendres par Matra H. Piombini, DPE/SLP/SCLO/94.265 DR
- [136] Résultats de mesures effectuées sur les miroirs doubles 560-670 réalisés avec le couple ZrO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> par Matra H. Piombini, DPE/SLP/SCLO/94-312 DR
- [137] Résultats de mesures effectuées sur les miroirs triples 560-670 réalisés avec le couple ZrO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> par Matra H. Piombini, DPE/SLP/SCLO/94-355 DR
- [138] Résultat de mesures effectuées sur les miroirs réalisés avec le couple Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> en technologie DIBS par le CPPN H. Piombini, DPE/SLP/SCLO/94-413 DR
- [139] Résultats sur les miroirs réalisés avec le couple Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> par Sagem H. Piombini, DPE/SLP/SCLO/95 DR

- [140] **Résultats sur les miroirs réalisés avec le couple  $ZrO_2/SiO_2$  en technologie IAD par Sagem** H. Piombini, DPE/SLP/SCLO/95 DR
- [141] **Résultats sur les miroirs Tecoptics** H. Piombini, R. Henry, DPE/SLP/SCLO/95 DR
- [142] **Résultats sur les miroirs Optisa** H. Piombini, R. Henry, DPE/SLP/SCLO/95 DR
- [143] **Résultats sur les antireflets sur fluorine issus de SFIM/ODS** H. Piombini, R. Henry, DPE/SLP/SCLO/95 NC
- [144] **Résultats et bilan sur les miroirs SOP** H. Piombini, R. Henry, DPE/SLP/SCLO/95 C.CEA
- [145] **Etude des premiers miroirs réalisés en TRIBS par le CMO** H. Piombini, R. Henry, DPE/SLP/SCLO/95-183 DR
- [146] **Caractérisation en pertes totales de "miroirs SOP 150X150 mm<sup>2</sup> provenant de Sagem"** H. Piombini, R. Henry, DCC/DPE/SPL/SCLO/96
- [147] **Bilan sur les antireflets colorants développés par REOSC en 1997** H. Piombini, R. Henry, DCC/DPE/SPL/SCLO/97
- [148] **Directional Reflection measurements on highly reflecting coatings** P. A. van Nijnatten, J. M. C. de Wolf, I. J. E. Schoofs, [https://www.perkinelmer.com/lab-solutions/resources/docs/APP\\_DirectionalReflectionmeasurementsonhighlyreflectingcoatings.pdf](https://www.perkinelmer.com/lab-solutions/resources/docs/APP_DirectionalReflectionmeasurementsonhighlyreflectingcoatings.pdf)
- [149] **Nouveau concept de mesure de réflectivité** M. S. Bouhachour, Rapport de Stage CEA pour l'ISTASE 2005
- [150] **Optimisation d'un banc de mesure de réflexion** S. Petitrenaud, Rapport de Stage CEA pour l'ESE option SPC 2006
- [151] <http://www.skf.com/skf/support/html/dictionary/dictionary.jsp?lang=en&site=CH>. 15.
- [152] **Relationship of the total integrated scattering from multilayer-coated optics to angle of incidence, polarization, correlation length and roughness cross-correlation properties** J. M. Elson, J. P. Rahn and J. M. Bennett, **Appl. Opt.** **22** (20) pp 3207-3219 1983
- [153] **Characteristic of resist films produced by spinning** D. Meyerhofer, **J. of Appl. Phys.** **49**, pp. 3993-3997 1978
- [154] **Sol-gel thin film formation** C. J. Brinker, A. J. Hurd, G. C Frye, P. R. Shunkand and C. S. Ashley, **Non-Cryst. Solids** **121** (1-3) pp. 294-302 1991
- [155] **Concepts of optical fiber communication** <https://www.slideshare.net/naveenjakhari2/concepts-of-optical-fiber-communication-65963761>
- [156] **Les Capteurs à Fibres Optiques à réseaux de Bragg, Fabrication et caractéristiques** P. Ferdinand **Techniques de l'ingénieur R6735v2** 2018

- [157] **FOP Series Fibre Optic Bundles** <https://www.bentham.co.uk/products/components/components-search/fop-series-fibre-optic-bundles-10/#measurement>
- [158] **Absorption of low-loss optical materials measured at 1064 nm by a position-modulated collinear photothermal detection technique** V. Loriette, C. Boccara, **Appl. Opt.** **42** (4) pp. 649-656 **2003**
- [159] **transmission calculator.aspx** [https://www.heraeus.com/en/hqs/fused\\_silica\\_quartz\\_knowledge\\_base/t\\_calc/](https://www.heraeus.com/en/hqs/fused_silica_quartz_knowledge_base/t_calc/)
- [160] **Application of the laser-induced deflection (LID) technique for low absorption measurement in bulk materials and coatings** W. Triebel, C. Mühlig, S. Kufert, **Proc. SPIE** **5965** pp. 499-508 **2005**
- [161] **Original optical metrologies of large components** B. Cimma, D. Forest, P. Ganau, B. Lagrange, J. M. Mackowski, C. Michel, J. L. Montorio, N. Morgado, R. Pignard, L. Pinard, A. Remillieux, **Proc. SPIE** **5252**, pp. 332-334 **2004**
- [162] **Measurement of Absorption Losses of Optical Thin Film Components by Photothermal Deflection Spectroscopy** M. Commandré, L. Bertrand, G. Albrand, E. Pelletier, **Proc. SPIE** **805** pp. 128-135 **1987**
- [163] **Measurements of optical absorption at 1.06 μm in low-loss materials** P. Y. Baures and C. N. Man, **Opt. Mater.** **2** (4) pp. 241-247 **1993**
- [164] **Optical constants of BK7** <https://refractiveindex.info>
- [165] **Optical distortion of high power laser windows** C. A. Klein, **Opt. Eng.** **29** (4) pp. 343-350 **1990**
- [166] **Variations des indices de réfraction des verres optiques par contraintes de compression et de traction** NT Ti n° 20 de chez Schott
- [167] **Theory of Elasticity Third Edition** S. Timoshenko and J. N. Goodier, McGraw Hill New York, **1970**
- [168] **Nanosecond-to-femtosecond laser-induced breakdown in dielectrics** B. C. Stuart, M. D. Feit, S. Herman, A. M. Rubenchik, B. W. Shore, and M. D. Perry, **Phys. Rev. B** **53** (4) pp. 1749-1761 **1996**
- [169] **Etudes multi-longueurs d'onde de l'endommagement laser à la surface de composants optiques en silice en régime nanoseconde** M. Chambonneau, **Thèse de Docteur en Sciences de l'université Aix Marseille** **2014**
- [170] **Comportement de miroirs soumis au rayonnement continu de lasers de hautes puissances à gaz carbonique : application à la tenue au flux laser** J. Hue, **Thèse de l'Université Joseph-Fourier de Grenoble** **1993**

- [171] *Absorption losses and thermal diffusivity of optical fibers investigated by thermal methods: theory and experiments* D. Chardon, S. Huard, **Can. J. Phys.** **61** (9) pp. 1334-1346 **1983**
- [172] *Method for measuring small optical absorption coefficients with use of a Shack–Hartmann wave-front detector* S. Yoshida, D. H. Reitze, D. B. Tanner, J. D. Mansell, **Appl. Opt.** **42** (24) pp. 4835-4840 **2003**
- [173] *Photo-thermal measurement of absorptance losses, temperature induced wavefront deformation and compaction in DUV-optics* B. Schäfer, J. Gloger, U. Leinhos, K. Mann, **Opt. Express** **17** (25) pp. 23025-36 **2009**
- [174] *High-sensitive absorption measurement in transparent isotropic dielectrics with time-resolved photothermal common-path interferometry* K. V. Vlasova, A. I. Makarov, N. F. Andreev, A. Y. Konstantinov, **Appl. Opt.** **57** (22) pp. 6318-6328 **2018**
- [175] *Caractérisation de miroirs par la mesure de diffusion* L. Nguyen, H. Piombini, P. Isnard , DPE/SOL/92.310 DR **1992**
- [176] *A fully automated optical microscope for analysis of particle tracks in solids* M. Dolleiser, S. R. Hashemi-Nezhad, **Nucl. Instrum. Meth. B** **198** (1-2) pp. 98-107 **2002**
- [177] *Dip coating technique, Sol-gel Technologies for glasses producers and users* J. Puetz, M. A. Aegerter, **Springer US**, New York, pp 37-48, **2004**
- [178] *IEEE Standard for a High-Performance Serial Bus* IEEE Std. 1394-2008.2008-10-21, doi:10.1109/IEEESTD.2008.4659233
- [179] *depth-of-field-and-depth-of-focus* <https://www.microscopyu.com/microscopy-basics/>
- [180] *Comparison of Autofocus Methods for Automated Microscopy* L. Firestone, K. Cook, K. Culp, N. Talsania, and K. Preston, **Cytometry** **1**, pp. 195-206 **1991**
- [181] *Comparison of Digital Focus Criteria for a TV Microscope System* H. Harms and H. M. Aus, **Cytometry** **5** (3) pp 236-243 **1984**
- [182] *An automated microscope for cytologic research a preliminary evaluation* J. F. Brenner, B. S. Dew, J. B. Horton, T. King, P. W. Neurath, W. D. Sellers, **J. Histochem. Cytochem.** **24** (1) pp. 100-111 **1976**
- [183] *The tension of metallic films deposited by electrolysis* G. G. Stoney, **Proc. R. Soc. Lond. A** **82** pp. 172-175, **1909**
- [184] *Mechanical Properties of Thin Films, chapter 12* D. S. Campbell, **Mc Graw-Hill**, New-York, **1970**

- [185] *Celebrating the 100<sup>th</sup> anniversary of the Stoney equation for film stress: Developments from polycrystalline steel strips to single crystal silicon wafers* G.C.A.M. Janssen, M. M. Abdalla, F. van Keulen, B. R. Pujada, B. van Venrooy, **Thin Solid Films**, **517** (6) pp. 1858–1867 **2009**
- [186] *Caractérisation mécanique des matériaux en faible épaisseur par interférométrie numérique. Application aux essais de gonflement et de traction* C. Poilâne, Thèse de l'Université de Franche-Comté **1998**
- [187] *What is the Young's Modulus of Silicon?* M. A. Hopcroft, W. D. Nix, and T. W. Kenny, **JMEMS** **19** (2) pp. 229-238 **2010**
- [188] *The Advanced Virgo Gravitational wave detector: Study of the optical design and development of the mirrors* R. Bonnard, Thèse Université Claude Bernard Lyon 1 **2012**
- [189] *Coating stress analysis and compensation for iridium based X-ray mirrors* A. C. Probst, T. Begou, T. Döhring, S. Zeising, M. Stollenwerk, et al, **Appl. Opt.** **57** (29), pp. 8775-8779 **2018**
- [190] *Residual stress, composition, and optical properties of SiO<sub>x</sub>N<sub>y</sub> thin films deposited by dual ion beam sputtering* J. Y. Robic, H. Leplan, M. Berger, P. Chaton, E. Quesnel, O. Lartigue, C. Pelle, Y. Pauleau, F. Pierre, **Proc. SPIE** **2776** pp. 381-391 **1996**
- [191] *Optical Shop Testing* D. Malacara, Edited by John Wiley & Sons **1978**
- [192] *Principe de dimensionnement et qualification du miroir déformable du laser Mégajoule* C. Grosset-Grange, J. N. Barnier, C. Chappuis, H. Cortey, **JRIOA** Arcachon 21-22 Novembre **2007**
- [193] *Le polissage et le contrôle des miroirs du "Very Large Telescope" de l'European Southern Observatory* J. Espiard, **J. Opt.** **22** (2) pp 61-71 **1991**
- [194] *Handbook of Measurement of Residual Stresses* J. Lu Fairmount Press **1996**
- [195] *Measurements of residual stresses in thin films deposited on silicon wafers by indentation fracture* T. Y. Zhang, L. Q. Chen and R. Fu, **Acta Mater.** **47** (14) pp. 3869-3878 **1999**
- [196] *RGB photoelasticity applied to the analysis of membrane residual stress in glass* A. Ajovalasit, G. Petrucci, M. Scafidi, **Meas. Sci. Technol.** **23** (2) id. 025601 **2012**
- [197] *A micro strain gauge with mechanical amplifier* L. Lin, A. Pisano and R. T. Howe, **JMEMS** **6** (4) pp. 313-321 **1997**
- [198] *Optical Metrology Devices for high power laser large optics* J. Daurios et al, **Proc. SPIE** **6616** pp. 151 **2007**
- [199] *Élimination de Gauss-Jordan* <https://fr.wikipedia.org/wiki>
- [200] *Structure and properties of Ormosils* J. D. Mackenzie, **JSST** **2** (1-3) pp. 81-86 **1994**

- [201] *Elastic Constants Determination and Deformation Observation Using Brazilian Disk Geometry* C. Liu, M. L. Lovato, *Exp. Mech.* **50** (7) pp. 1025-1039 **2010**
- [202] *On the validity of the 'Brazilian' test for brittle materials* C. Fairhurst, *Int. J. Rock Mech. Min. Sci.* **1** (4) pp. 535-546 **1964**
- [203] *Determining elastic constants of transversely isotropic rocks using Brazilian test and iterative procedure* Y. C. Chou and C. S. Chen, *Int. J. Numer. Anal. Meth. Geomech.* **32** (3) pp. 219-234 **2008**
- [204] *High-energy laser windows: case of fused silica* C. A. Klein, *Opt. Eng.* **49** (9) pp. 091006-091006-10 **2010**
- [205] *Optical distortion of high-power laser windows* C. A. Klein, *Opt. Eng.* **29** (4) pp. 343-350 **1990**
- [206] *Materials for High-Energy Laser Windows: How Thermal Lensing and Thermal Stresses Control the Performance* C. A. Klein, *Proc. SPIE* **6666** pp. 66660Z **2007**
- [207] *HPFS Product Brochure All Grades 2015 07 21.pdf* <https://www.corning.com/media/worldwide/csm/documents>
- [208] *Polytetrafluoroethylene* <http://www.goodfellow.com/F/>
- [209] *Über die Berührung fester elastischer Körper* H. Hertz **1881**; "Über die Berührung fester elastischer Körper und über die Härte," **1882**, English translations in H. Hertz, *Miscellaneous Papers*," pp. 146-183 Macmillan New York **1896**
- [210] *Mécanique des milieux continus* S. Forest, M. Amestoy, G. Damamme, S. Kruch, V. Maurel, M. Mazière, Cours de l'école des Mines de Paris
- [211] *Laser-induced Damage in Transparent Media* M. Hercher, *J. Opt. Soc. Am* **54** (4) pp. 563-569, **1964**
- [212] *The laser damage meeting: early Years* C. M. Stickley, *Proc. SPIE* **10805** pp. 1080503-1 1080503-12 **2018**
- [213] *Determination of laser induced threshold on optical surfaces - part 1 : 1-on-1* Norme ISO 11254-1 **2000**
- [214] *Determination of laser induced threshold on optical surfaces - part 2 : S-on-1* Norme ISO 11254-2 **2000**
- [215] *Round-Robin experiment on LIDT measurements at 1064 nm in vacuum for space qualification of optics* S. Schrameyer et al, *Proc. SPIE* **8885** pp. 8885F1-888F-115 **2013**
- [216] *Probabilités et statistique en recherche scientifique* A. Rosengard, Dunod, **1972**

- [217] **Characterization of 1-on-1 damage in high reflectors using the spatially temporally resolved optical laser induced damage (STEREO-LID) technique** L. Emmert, Y. Xu, T. Day, C. Menoni, W. Rudolph, **Proc. SPIE 10447** pp. 104471F-1-104471F-6 **2017**
- [218] **Diagnostics for the detection and evaluation of laser-induced damage** L. M. Sheehan, M. R. Kozlowski, F. Rainer, **Proc. SPIE 2428** pp. 13-22 **1995**
- [219] **Design of an illumination technique to improve the identification of surface flaws on optics** R. Prasad et al., **Proc. SPIE 5647** pp. 421-426 **2004**
- [220] **Damage growth in fused silica optics at 351 nm: refined modeling of large-beam experiments** L. Lemaître et al., **Appl. Phys. B 114 (4)** pp. 517-526 **2014**
- [221] **Laser-Induced Damage in Dielectrics with Nanosecond to Subpicosecond Pulses** B. C. Stuart, M. D. Feit, A. M. Rubenchik, B. W. Shore, and M. D. Perry, **Phys. Rev. Lett. 74** pp. 2248-2251 **1995**
- [222] <https://www.intechopen.com/books/high-energy-and-short-pulse-lasers/effects-of-different-laser-pulse-regimes-nanosecond-picosecond-and-femtosecond-on-the-ablation-of-materials>
- [223] **Banc de tenue au flux monté sur L40- Montages et résultats** H. Piombini, DPE/SOL/PL/90-82 C.CEA
- [224] **Laser-induced damage of materials in bulk, thin-film, and liquid forms** J. Y. Natoli, L. Gallais, H. Akhouayri, and C. Amra, **Appl. Opt 41 (16)** pp. 3156-3166 **2002**
- [225] **Onset threshold analysis of defect-driven surface and bulk laser damage** R. M. O'Connell, **Appl. Opt. 31 (21)** pp. 4143-4153 **1992**
- [226] **Trends observed in ten years of thin film laser damage competitions** C. J. Stolz, R. A. Negres, and E. Feigenbaum, LLNL-CONF 766149 **2019**
- [227] **One-hundred Joule per square centimeter 1.06-um mirrors** J. Dijon, B. Rafin, C. Pelle, J. Hue, G. Ravel, **Proc. SPIE 3902** pp. 159-168 **2000**
- [228] **Contributions à l'étude des surfaces, interfaces et films minces par la méthode mirage** J. P. Roger, Thèse de l'Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, **1988**
- [229] **Banc de caractérisation des composants optiques sous flux** H. Piombini, DCC/DPE/SOL/91 DR
- [230] **Polarisation des lasers LVC : le rôle des hublots** H. Piombini, DLPC/SOL/PL/89 C.CEA
- [231] **Laser conditioning study of KDP on the Optical Sciences Laser using large area beams** M. Runkel, J. De Yoreo, W. Sell and D. Milan, **Proc. SPIE 3244** pp. 51-63 **1998**

- [232] *Bulk laser damage of large-size KDP crystals obtained at various crystals growth conditions* M. I. Kolybayeva, I. M. Pritula, V. M. Puzikov and V. I. Salo, S. V. Garnov and S. M. Klimentov, **Proc. SPIE 2114** pp. 46-54 1994
- [233] *Laser damage threshold and optical absorption of KDP crystals in dependence of their growth conditions* I. M. Pritula, V. M. Puzikov, V. I. Salo, M. I. Kolybayeva, S. V. Garnov and V. L. Voznyi, **Proc. SPIE 3578** pp. 501-508 1999
- [234] *Laser damage to production and research grade KDP crystals* F. Rainer, L. J. Atherton, and J. De Yoreo, **Proc. SPIE 1848** pp. 47-58 1993
- [235] *Structure, impurity composition and laser damage threshold of subsurface layers in KDP and KD\*P single crystals* V. I. Salo, L. V. Atroskchenko, S. V. Garnov, N. V. Khodeyeva, **Proc. SPIE 2714** pp. 197-201 1996
- [236] *Improving the bulk laser damage resistance of potassium dihydrogen phosphate crystals by pulsed laser irradiation* J. E. Swain, S. E. Stokowski, D. Milan and F. Rainer, **Appl. Phys. Lett. 40 (4)** pp. 350-352 1982
- [237] *Thermal and laser conditioning of production and rapid-growth KDPO and KD\*P crystals* L. J. Atherton, F. Rainer, J. J. De Yoreo, I. M. Thomas, N. Zaisteva, F. De Marco **Proc. SPIE 2114** 1994
- [238] *A historical perspective on fifteen years of laser damage thresholds at LLNL* F. Rainer, F. P. De Marco, M. C. Staggs, M. R. Kozlowski, L. J. Atherton, and L. M. Sheehan, **Proc. SPIE 2114** pp. 9-24 1994
- [239] *A study of laser conditioning methods of hafnia silica multilayer mirrors* C. J. Stoltz, L. M. Sheehan, S. M. Maricle, S. Schwartz, J. Hue **Proc. SPIE 3264** pp 105-112 1998
- [240] *What is laser conditioning? A review focused on dielectric multilayers* H. Bercegol, **Proc. SPIE 3578** pp. 421-426 1999
- [241] *Results of raster-scan laser conditioning studies on DKDP triplers using Nd:YAG and excimer lasers* M. Runkel, K. Neeb, M. Staggs, J. Auerbach, A. Burnham, **Proc. SPIE 4679** pp. 368-383 2002
- [242] *Excimer laser illumination and imaging optics for controlled microstructure generation* H. J. Kahlert, U. Sarbach, B. Burghart, B. Klimt, **Proc. SPIE 1835** pp. 110-118 1993
- [243] *Apilux version 1.3 manuel d'utilisation*
- [244] *Initial results of excimer laser conditioning on DKDP triplers* M. J. Runkel, M. P. Yan and M. C. Staggs, J. Auerbach, A. K. Burnham, **Proc. SPIE 4679** pp. 368-383 2002
- [245] *Calculs photométriques* G. Hurst rapport de stage CEA pour **BTS** du 21 mai au 28 juin 2002



- [246] *Performance comparison of positive branch unstable resonator cavities for excimer laser* T. J. McKee and G. T. Boyd, **Appl. Opt.** **27** (9) pp. 1840-1843 **1988**
- [247] *Influence of Brewster Angle Windows on Confocal Unstable Resonators Beam Propriétés* P. E. Dyer, **Appl. Opt.** **17** (5) pp. 687-688 **1978**
- [248] *Investigation of fluorescence imaging as a tool for noninvasive detection and imaging of damage precursors at 3  $\omega$*  S. Demos, M. Nostrand, M. Staggs, C. Carr, D. Hahn, M. Kozlowski, L. Sheehan, C. Battersby, A. Burnham, **Proc. SPIE** **4679** pp. 347-359 **2002**
- [249] *Design of a production process to enhance optical performance of 3  $\omega$  optics* R. Prasad, J. Bruere, J. Halpin, P. Lucero, S. Mills, M. Bernacil et R. Hackel, **Proc. SPIE** **5273**, pp. 296-302 **2004**
- [250] *An overview of raster-scanning for ICF-class laser optic* M. Runkel et M. C. Nostrand, **Proc. SPIE** **4932**, pp. 136-146 **2003**
- [251] *Indentation hardness and scratch tests for thin layers by sol-gel process* A. Guediche, F. Compoin, C. Boscher, C. Stélian and H. Piombini, **Thin Solid Films** **724**, pp.138618 **2021**
- [252] *Elaboration, mise en forme et caractérisation de matériaux pour l'énergie par interaction rayonnement-matière* D. Damiani, **HdR de l'Université de Limoges** **2011**
- [253] *La LIBS: les applications d'un laser d'analyse, des systèmes nucléaires à l'exploration spatiale* Dossier de presse **CEA** **2014**
- [254] *Détermination des éléments structuraux et microstructuraux responsables des phénomènes d'endommagement laser dans les cristaux de KDP* A. Surmin, **Thèse de l'Université François Rabelais de Tours** **2007**
- [255] *Caractérisation non-destructive des phénomènes d'endommagement laser dans les composants optiques* Alessandra Ciapponi, **Thèse de l'Université Aix-Marseille 3** **2010**
- [256] *Using NBOHC fluorescence to predict multi-pulse laser-induced damage in fused silica* A. Baudier, F. Wagner, J. Y. Natoli, **Opt. Commun.** **402** pp. 535-539 **2017**
- [257] *Influence of surface defects on the laser-induced damage performances of KDP crystal* S. Wang, J. Wang, Q. Xu, X. Lei, Z. Liu, J. Zhang, **Appl. Opt.** **57** (10) pp. 2638-2646 **2018**
- [258] *Réglage et optimisation d'un ellipsomètre infrarouge* A. Thomas, **Rapport de Stage CEA pour IFIPS Paris Sud** **2007**
- [259] *Peripheral which can be used to print and cut sheets of paper using a low-power laser source* Olivier Acher, **Patent** 7306388 **2007**
- [260] *Implications of nanoabsorber initiators for damage probability curves, pulselength scaling and laser conditioning* M. D. Feit and A. M. Rubenchik, **Proc. SPIE** **5273**, pp.74 **2003**

- [261] *Nano absorbing centers: a key point in the laser damage of thin film* J. Dijon, T. Poiroux and C. Desrumaux, **Proc. SPIE 2966** pp. 315-325 **1997**
- [262] *Effective absorption for thermal blooming due to aerosols* C. H. Chan, **Appl. Phys. Letters 26 (11)** id. 628 **1975**
- [263] *Mechanism of Inclusion Damage in Laser Glass* R. W. Hopper and D. R. Uhlmann, **Appl. Phys. 41 (10)** pp. 4023-4037 **1970**
- [264] *Plaque-thèses-CEA-DAM-2021.pdf* <http://www-dam.cea.fr/dam>
- [265] *Optical interference coatings measurement problem 2013* A. Duparré and D. Ristau, **Appl. Opt. 53 (4)** pp. A281-286 **2014**
- [266] *Contact mechanics* K. L. Johnson, Cambridge University Press pp. 90 **1985**
- [267] *On the Compression of a Cylinder in Contact with a Plane Surface* B. Nelson Norden, **NBSIR 20234** pp. 73-243 **1973**
- [268] *Théorie du contact de Hertz - Contacts Ponctuels ou Linéique* G. Bouchoux, M. Sablier, **Techniques de l'Ingénieur 2011**
- [269] *Stresses due to the pressure of one elastic solid upon another* H. R. Thomas and V. A. Hoersch, Engineering Experiment Station, University of Illinois, Urbana, Illinois **212**
- [270] *Applied Elasticity* J. Prescott, Dover **1961**
- [271] *Foundation of potential Theory* O. D. Kellog, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg New York, **1967**
- [272] *Stress Distribution and Strength condition of Rolling Cylinders Pressed Together* E. I. Radzimovsky, University of Illinois Bulletin Serie 408 **50 (44) 1953**
- [273] *Fonctions et integrals elliptiques* A. Lesfari, **Surveys in Mathematics and its Applications 3** pp. 27- 65 **2008**

## XVII. ANNEXE : CONTACT DE HERTZ

La théorie mathématique pour le cas général d'un problème de contact en **3D** a été développée par **Hertz** en 1881 [209] avec les hypothèses suivantes [186] :

- une surface quadratique parfaitement lisse ;
- des matériaux fonctionnant dans leurs domaines élastiques ;
- sans glissements ou frictions, les contraintes sont supposées normales aux surfaces en contact ;
- la zone de contact est petite devant les surfaces (rayons de courbure).

Avec ces hypothèses, **Hertz** montre que la surface de contact est une ellipse dont les paramètres  $a$  et  $b$  sont calculés à partir des paramètres géométriques des corps en contact (**Figure 266**) et que la distribution de pression  $q[x, y]$  sur la zone de contact est de la forme [266-269] :

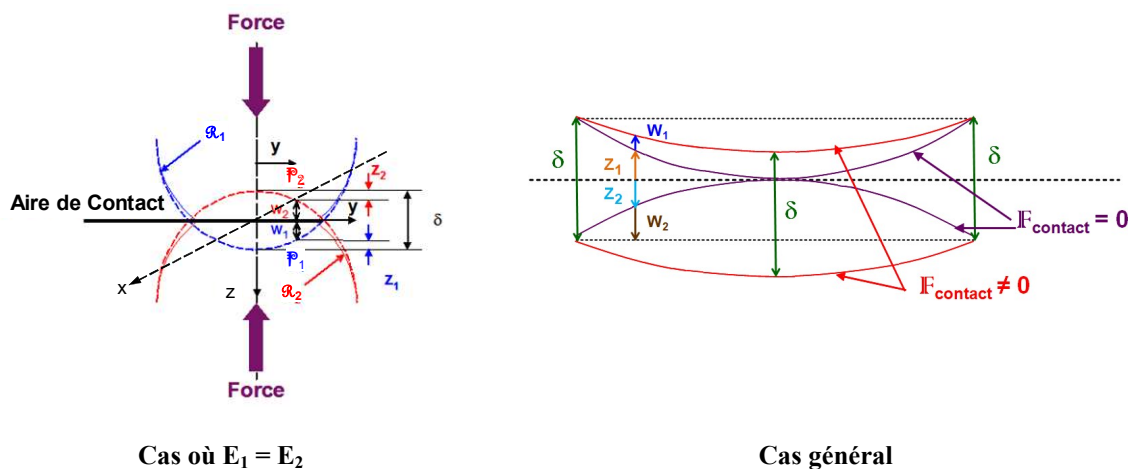
$$q[x,y] = q_0 \cdot \sqrt{1 - \frac{x^2}{a^2} - \frac{y^2}{b^2}} \quad \text{Équation 103}$$

où  $q_0$  est la pression au centre de contact en Pa,  $a$  et  $b$  étant les demi axes de l'ellipse  $q[x, y]$  en m.

La force totale exercée  $F$  est donnée par l'intégration  $q[x, y]$  sur la surface totale de l'ellipse :

$$F = 4 \cdot q_0 \cdot \int_0^b \int_0^{a \cdot \sqrt{1 - \frac{y^2}{b^2}}} \sqrt{1 - \frac{x^2}{a^2} - \frac{y^2}{b^2}} \cdot dx \cdot dy = 4 \cdot q_0 \cdot \frac{\pi}{3} \cdot a \cdot b \cdot \text{Log}[-i] = \frac{2 \cdot a \cdot b \cdot \pi}{3} \cdot q_0 \text{ en N} \quad \text{Équations 104}$$

d'où : 
$$q_0 = \frac{3 \cdot F}{2 \cdot a \cdot b \cdot \pi} \text{ en Pa} \quad \text{Équation 105}$$



**Figure 266 : Schéma du contact de Hertz**

Sous cette pression, en (0, y) il y a une déformation au point  $\mathbb{P}_1$  égale à  $w_1$  et une déformation au point  $\mathbb{P}_2$  égale à  $w_2$ . Si  $z_1$  et  $z_2$  sont les dénivelées initiales (sans contact) entre les points  $\mathbb{P}_1$  et  $\mathbb{P}_2$  et les plans tangents aux sommets des formes quadratiques, la déformation totale  $\delta$  en m est égale :

$$\delta = (z_1 + w_1) + (z_2 + w_2) \quad \text{Équation 106}$$

Comme les formes sont supposées quadratiques,  $z_i = \mathcal{A}_i x^2 + \mathcal{B}_i y^2 + 2 \mathcal{C}_i x.y$  donc :

$$z_1 + z_2 = (\mathcal{A}_1 + \mathcal{A}_2).x^2 + (\mathcal{B}_1 + \mathcal{B}_2).y^2 + 2.(\mathcal{C}_1 + \mathcal{C}_2).x.y \quad \text{Équation 107}$$

Et la déformation  $\delta$  est indépendante de l'orientation de l'axe y on a  $(\mathcal{C}_1 + \mathcal{C}_2) = 0$  d'où :

$$\delta = \mathcal{A}.x^2 + \mathcal{B}.y^2 + w_1 + w_2 \quad \text{où} \quad \mathcal{A} = \mathcal{A}_1 + \mathcal{A}_2 \quad \text{et} \quad \mathcal{B} = \mathcal{B}_1 + \mathcal{B}_2 \quad \text{Équations 108}$$

D'après **Prescott** [270], les déformations  $w_1$  et  $w_2$  sous l'action de force normale sont :

$$w_1 = \zeta_1.\Phi [x, y] \text{ en m} \quad \text{et} \quad w_2 = \zeta_2.\Phi [x, y] \text{ en m}$$

*Équations 109*

$$\text{Avec :} \quad \zeta_i = \frac{1 - \nu_i^2}{\pi.E_i} \text{ en Pa}^{-1} \quad \text{et} \quad \Phi [x,y] = \iint_{\text{Aire}} \frac{P}{d}.dx'.dy' \text{ en Pa.m}$$

Où  $E_i$  est le module de **Young** en Pa et  $\nu_i$  le coefficient de **Poisson**.

$\Phi [x, y]$  en Pa.m représente le potentiel d'un point de la surface soumis à une pression  $P$  (en Pa) et  $d$  est la distance (en m) entre deux points  $M$  et  $M'$  de la surface de coordonnées  $(x, y)$  et  $(x', y')$ .

Ce qui donne :

$$(\zeta_1 + \zeta_2).\Phi [x, y] = \delta - \mathcal{A} x^2 - \mathcal{B} y^2 \quad \text{Équation 110}$$

Pour un ellipsoïde homogène, **Kellog** [271] donne l'expression du potentiel  $\Phi [x, y, z]$  pour un point extérieur de l'ellipsoïde de paramètres  $(a, b, c)$  dû à une densité massique  $\rho$  :

$$\Phi [x,y,z] = 2.\pi.a.b.c.\rho. \int_0^1 \mathbf{u}^2 . \int_{\zeta(\mathbf{u})}^{\infty} \frac{1}{\sqrt{\varphi(\mathbf{u},\mathbf{s})}} .d\mathbf{s}.d\mathbf{u} \quad \text{Équation 111}$$

avec  $\varphi(\mathbf{u}, \mathbf{s}) = (a^2.\mathbf{u}^2 + \mathbf{s}).(b^2.\mathbf{u}^2 + \mathbf{s}).(c^2.\mathbf{u}^2 + \mathbf{s})$  et  $\zeta(\mathbf{u})$  la plus grande racine de l'*Équation 112* :

$$f(\mathbf{u}, \zeta) = \frac{x^2}{(a^2.\mathbf{u}^2 + \zeta)} + \frac{y^2}{(b^2.\mathbf{u}^2 + \zeta)} + \frac{z^2}{(c^2.\mathbf{u}^2 + \zeta)} - 1 = 0 \quad (112)$$

Si  $\mathbf{s} = \mathbf{U}^2.t$  alors  $\varphi(\mathbf{u}, \mathbf{s}) = \mathbf{U}^6 . \varphi(1, t) = \mathbf{U}^6 . \varphi(t)$  et  $d\mathbf{s} = \mathbf{U}^2.d t, \mathbf{v} = \zeta(\mathbf{u})/\mathbf{u}^2$

$$\Phi [x, y, z] = 2.\pi.a.b.c.\rho. \int_0^1 \mathbf{U} . \int_{\mathbf{v}}^{\infty} \frac{1}{\sqrt{\varphi(t)}} . \delta t . d\mathbf{U} \quad \text{Équation 113}$$

Nous calculons cette intégrale par partie :

$$2.\pi.a.b.c.\rho. \int_0^1 \mathbf{U} . \int_{\mathbf{v}}^{\infty} \frac{1}{\sqrt{\varphi(t)}} . \delta t . d\mathbf{U} = 2.\pi.a.b.c.\rho. \left( \left[ \frac{\mathbf{U}^2}{2} . \int_{\mathbf{v}}^{\infty} \frac{1}{\sqrt{\varphi(t)}} . \delta t \right]_0^1 - \frac{1}{2} \int_0^1 \frac{\mathbf{U}^2}{\sqrt{\varphi(\mathbf{v})}} . \frac{d\mathbf{v}}{d\mathbf{U}} . d\mathbf{U} \right)$$

Comme  $\mathbf{U}^2 . [f(\mathbf{U}, \zeta) + 1] = f(1, \mathbf{v}) + 1 = \mathbf{U}^2 = 1$  car  $\zeta$  est racine de  $f(\mathbf{U}, \zeta)$  [271].

avec  $\mathbf{v} = \zeta / \mathbf{U}^2, \mathbf{v}$  est par conséquent la plus grande racine de l'Équation 114 :

$$\frac{x^2}{(a^2 + \mathbf{v})} + \frac{y^2}{(b^2 + \mathbf{v})} + \frac{z^2}{(c^2 + \mathbf{v})} = \mathbf{U}^2 . (f[\mathbf{U}, \zeta] + 1) = \mathbf{U}^2 \text{ avec } \mathbf{v} = \frac{\zeta}{\mathbf{U}^2} \quad (114)$$

La 2<sup>de</sup> partie de l'intégrale porte initialement sur  $\mathbf{U}$  mais nous pouvons changer la variable d'intégration et prendre  $\mathbf{v}$ . Dans ce cas les bornes d'intégration doivent être changées,  $\mathbf{U}_0 = 0$  deviendra  $\mathbf{v}_0 \rightarrow \infty$  et  $\mathbf{U}_1 = 1$  sera  $\mathbf{v}_1 = \zeta$ . Nous avons donc :

$$\Phi [x, y, z] = \pi.a.b.c.\rho. \left( \int_{\zeta}^{\infty} \frac{1}{\sqrt{\varphi(t)}} . dt + \int_{\zeta}^{\infty} \left[ \frac{x^2}{(a^2 + \mathbf{v})} + \frac{y^2}{(b^2 + \mathbf{v})} + \frac{z^2}{(c^2 + \mathbf{v})} \right] . \frac{1}{\sqrt{\varphi(\mathbf{v})}} . d\mathbf{v} \right) \quad \text{Équations 115}$$

$$\Phi [x, y, z] = \pi.a.b.c.\rho. \left( \int_{\zeta}^{\infty} \left[ 1 + \frac{x^2}{(a^2 + \mathbf{v})} + \frac{y^2}{(b^2 + \mathbf{v})} + \frac{z^2}{(c^2 + \mathbf{v})} \right] . \frac{1}{\sqrt{\varphi(\mathbf{v})}} . d\mathbf{v} \right)$$

Si  $c$  tend vers 0, l'ellipsoïde est très aplatie selon  $z$  ( $c \rightarrow 0, c^2 + \mathbf{v} \rightarrow \mathbf{v}$ ) on a [267] :

$$\Phi [x, y, z] = \pi.a.b.c.\rho. \left( \int_{\zeta}^{\infty} \left[ 1 + \frac{x^2}{(a^2 + \mathbf{v})} + \frac{y^2}{(b^2 + \mathbf{v})} + \frac{z^2}{\mathbf{v}} \right] . \frac{1}{\sqrt{(a^2 + \mathbf{v}).(b^2 + \mathbf{v}).\mathbf{v}}} . d\mathbf{v} \right) \quad \text{Équation 116}$$

Si nous nous plaçons sur l'ellipsoïde  $\zeta = 0$  dans le plan  $z = 0$ , nous obtenons :

$$\begin{aligned} (\zeta_1 + \zeta_2) . \Phi [x, y, 0] &= (\zeta_1 + \zeta_2) . \Phi [x, y] = \\ \pi.a.b.c.\rho. (\zeta_1 + \zeta_2) . \left( \int_0^{\infty} \left[ 1 + \frac{x^2}{(a^2 + \mathbf{v})} + \frac{y^2}{(b^2 + \mathbf{v})} \right] . \frac{1}{\sqrt{(a^2 + \mathbf{v}).(b^2 + \mathbf{v}).\mathbf{v}}} . d\mathbf{v} \right) &= \end{aligned} \quad \text{Équations 117}$$

$$\delta - \mathcal{A}.x^2 - \mathcal{B}.y^2$$

Ici  $\Phi [x, y] = \mathcal{q} [x, y]$  d'où en égalisant les termes en puissance, nous avons comme  $F = 4.\pi.\rho.a.b.c / 3$  :

$$\delta = \frac{3.F}{4} \cdot (\zeta_1 + \zeta_2) \cdot \left( \int_0^\infty \frac{1}{\sqrt{(a^2 + \nu) \cdot (b^2 + \nu) \cdot \nu}} \cdot d\nu \right)$$

$$\mathcal{A} = -\frac{3.F}{4} (\zeta_1 + \zeta_2) \cdot \int_0^\infty \frac{1}{\sqrt{(a^2 + \nu)^3 \cdot (b^2 + \nu) \cdot \nu}} \cdot d\nu$$

*Équations 118*

$$\mathcal{B} = -\frac{3.F}{4} \cdot (\zeta_1 + \zeta_2) \cdot \int_0^\infty \frac{1}{\sqrt{(a^2 + \nu) \cdot (b^2 + \nu)^3 \cdot \nu}} \cdot d\nu$$

qui nous donnent les valeurs  $\mathcal{A}$  et  $\mathcal{B}$  de la forme quadratique de la surface de contact et  $\delta$  la profondeur de l'enfoncement.

Pour notre cas nous avons un contact linéique aux 4 zones de contacts entre notre échantillon d'épaisseur  $e$  et notre support. La force linéique  $F_l$  en  $N.m^{-1}$  est [272] :

$$F_l = \int_{-b}^b q[0,y] \cdot dy = \frac{3.F}{2 \cdot \pi \cdot a \cdot b} \cdot \int_{-b}^b \sqrt{1 - \frac{y^2}{b^2}} \cdot dy = \frac{3.F}{2 \cdot \pi \cdot a \cdot b} \cdot \left( \frac{\pi \cdot b}{2} \right) = \frac{3.F}{4 \cdot a} = \frac{F}{e}$$

avec

*Équations 119*

$$q[0,y] = \frac{3.F}{2 \cdot \pi \cdot a \cdot b} \cdot \sqrt{1 - \frac{y^2}{b^2}} = \frac{2.F_l}{\pi \cdot b} \cdot \sqrt{1 - \frac{y^2}{b^2}} = \frac{2.F_l}{\pi \cdot e \cdot b} \cdot \sqrt{1 - \frac{y^2}{b^2}} = q_0 \cdot \sqrt{1 - \frac{y^2}{b^2}}$$

avec la pression maximum de contact  $q_0 = 2.F_l / (\pi e b)$  située au centre en  $y = 0$ .

Dans le cas d'un contact linéique le problème est **2D**, indépendant de  $x$  donc  $\mathcal{A} = 0$ , les équations sont :

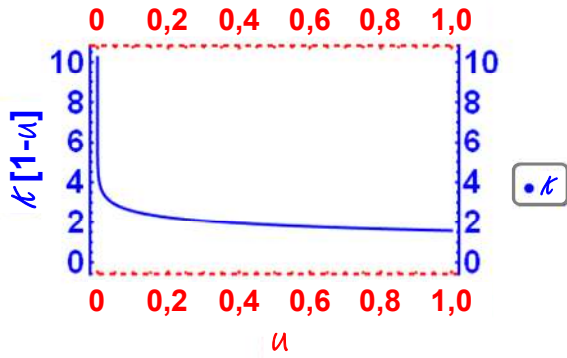
$$\delta = (\zeta_1 + \zeta_2) \cdot \frac{F}{e} \cdot \int_0^\infty \frac{1}{\sqrt{(a^2 + \nu) \cdot (b^2 + \nu) \cdot \nu}} \cdot d\nu$$

$$\mathcal{B} = -(\zeta_1 + \zeta_2) \cdot \frac{F}{e} \cdot \int_0^\infty \frac{1}{\sqrt{(a^2 + \nu) \cdot (b^2 + \nu)^3 \cdot \nu}} \cdot d\nu$$

*Équations 120*

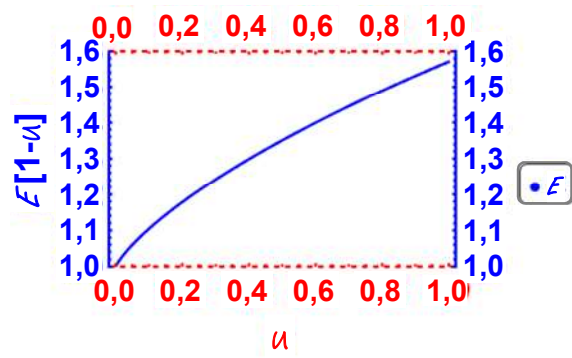
$$\mathcal{B} = (\zeta_1 + \zeta_2) \cdot \frac{F}{e} \cdot \frac{2 \cdot (\mathcal{E}[1 - \alpha] - \mathcal{K}[1 - \alpha])}{b^3 \cdot [1 - \alpha]} \quad \text{avec} \quad \alpha = \frac{a^2}{b^2}$$

Avec  $\mathcal{K}[1 - \alpha]$  et  $\mathcal{E}[1 - \alpha]$  sont des intégrales elliptiques complètes de 1<sup>re</sup> et de 2<sup>e</sup> espèces de **Jacobi** [273].



$$K[1-u] = \int_0^{\frac{\pi}{2}} \frac{d\theta}{\sqrt{1-(1-u)^2 \cdot \sin^2\theta}}$$

Figure 267 : Intégrale elliptique complète de 1<sup>re</sup> espèce  $\mathcal{K}$



$$E[1-u] = \int_0^{\frac{\pi}{2}} \sqrt{1-(1-u)^2 \cdot \sin^2\theta} \cdot d\theta$$

Figure 268 : Intégrale elliptique complète de 2<sup>e</sup> espèce  $\mathcal{E}$

La fonction  $f(1, \mathcal{s})$  représente une surface quadratique sauf quand  $\varphi(\mathcal{s}) = 0$  or si  $a \rightarrow \infty$ ,

$$f(1, \mathcal{s}) + 1 = \frac{x^2}{(a^2 + \mathcal{s})} + \frac{y^2}{(b^2 + \mathcal{s})} + \frac{z^2}{(c^2 + \mathcal{s})} = \frac{y^2 \cdot (a^2 + \mathcal{s}) \cdot (c^2 + \mathcal{s}) + z^2 \cdot (a^2 + \mathcal{s}) \cdot (b^2 + \mathcal{s})}{(a^2 + \mathcal{s}) \cdot (b^2 + \mathcal{s}) \cdot (c^2 + \mathcal{s})}$$

Équations 121

$$\rightarrow \frac{y^2 \cdot (c^2 + \mathcal{s}) + z^2 \cdot (b^2 + \mathcal{s})}{(b^2 + \mathcal{s}) \cdot (c^2 + \mathcal{s})} = \frac{y^2 \cdot (c^2 + \mathcal{s}) + z^2 \cdot (b^2 + \mathcal{s})}{\varphi(\mathcal{s})} = \mathbf{U}^2 \quad \text{quand } a \rightarrow \infty$$

$$f(1, \mathcal{s}) + 1 = \frac{y^2 \cdot (c^2 + \mathcal{s}) + z^2 \cdot (b^2 + \mathcal{s})}{\varphi \mathcal{s}} \rightarrow \frac{y^2 \cdot \mathcal{s} + z^2 \cdot (b^2 + \mathcal{s})}{\varphi(\mathcal{s})}$$

si  $c \rightarrow 0$       Équations 122

$$\varphi(\mathcal{s}) = (b^2 + \mathcal{s}) \cdot (c^2 + \mathcal{s}) \rightarrow (b^2 + \mathcal{s}) \cdot \mathcal{s}$$

$$\text{si } z = 0, f(1, \mathcal{s}) + 1 \rightarrow \frac{y^2 \cdot \mathcal{s}}{\varphi(\mathcal{s})} = \mathbf{U}^2$$

$$(\varsigma_1 + \varsigma_2) \cdot \Phi[x, y] = (\varsigma_1 + \varsigma_2) \cdot \frac{F}{e} \cdot \int_0^\infty \frac{1 + \mathbf{U}^2}{\sqrt{\varphi(\mathcal{s})}} \cdot d\mathcal{s} =$$

Équations 123

$$(\varsigma_1 + \varsigma_2) \cdot \frac{F}{e} \cdot \int_0^\infty \left(1 + \frac{y^2}{b^2 + \mathcal{s}}\right) \cdot \frac{d\mathcal{s}}{\sqrt{(b^2 + \mathcal{s}) \cdot \mathcal{s}}} = \delta - \mathcal{B} - y^2$$

$$\delta = (\varsigma_1 + \varsigma_2) \cdot \frac{F}{e} \cdot \int_0^\infty \frac{d\mathcal{s}}{\sqrt{(b^2 + \mathcal{s}) \cdot \mathcal{s}}}$$

$$\mathcal{B} = -(\varsigma_1 + \varsigma_2) \cdot \frac{F}{e} \cdot \int_0^\infty \frac{\delta \mathcal{s}}{\sqrt{(b^2 + \mathcal{s})^3 \cdot \mathcal{s}}} = -(\varsigma_1 + \varsigma_2) \cdot \frac{F}{e} \cdot \frac{2}{b^2}$$

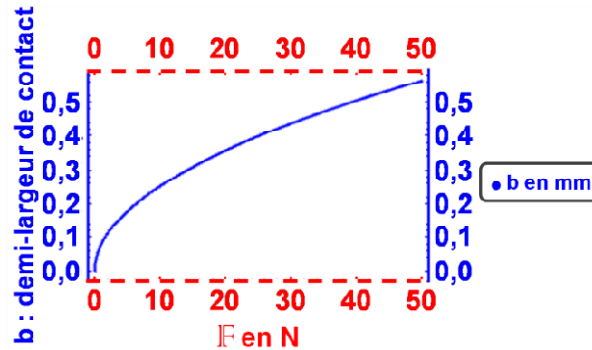
Équation 124

La demi-largeur de contact  $b$  est donnée par :

$$b^2 = -\frac{2 \cdot (\zeta_1 + \zeta_2) \cdot F}{e \cdot \bar{\mathcal{B}}} \quad \text{Équation 125}$$

Or  $\bar{\mathcal{B}} = \bar{\mathcal{B}}_1 + \bar{\mathcal{B}}_2 = \frac{1}{2 \cdot R_1} + \frac{1}{2 \cdot R_2} = \frac{1}{2 \cdot R} \Rightarrow b = \sqrt{\frac{4 \cdot |R| \cdot (\zeta_1 + \zeta_2) \cdot F}{e}}$  Équation 126

Comme  $\zeta_1 = \zeta_{\text{Silice}} = 4,249 \cdot 10^{-12} \text{ Pa}^{-1}$ ,  $\zeta_2 = \zeta_{\text{Téflon}} = 3,137 \cdot 10^{-10} \text{ Pa}^{-1}$ ,  $R = 25 \text{ mm}$  et  $e = 5 \text{ mm}$ , nous pouvons tracer  $b = f(F)$  donné en  $\mu\text{m}$  par la **Figure 269**.



**Figure 269 : demi-largeur de contact  $b$  en  $\mu\text{m}$  en fonction de la charge  $F$  en  $\text{N}$  pour  $e = 5 \text{ mm}$  et  $R = 25 \text{ mm}$**

Comme :

$$\Phi[x,y] = \iint_{\text{Aire}} \frac{P}{r} \cdot dx' \cdot dy' \quad \text{avec} \quad r^2 = (x - x')^2 + (y - y')^2 \quad \text{Équation 127}$$

Si  $x = 0$ , on a  $(\zeta_1 + \zeta_2) \cdot \Phi[0, y] = (\zeta_1 + \zeta_2) \int_{-b}^b \int_{-\frac{e}{2}}^{\frac{e}{2}} \frac{P[y']}{\sqrt{x'^2 + (y - y')^2}} \cdot dx' \cdot dy' = \delta - \bar{\mathcal{B}} \cdot y^2$

avec :

$$\int_{-b}^b \int_{-\frac{e}{2}}^{\frac{e}{2}} \frac{P[y']}{\sqrt{x'^2 + (y - y')^2}} \cdot dx' \cdot dy' = \int_{-b}^b 2 \cdot P[y'] \cdot \int_0^{\frac{e}{2}} \frac{dx' \cdot dy'}{\sqrt{x'^2 + (y - y')^2}} \quad \text{Équations 128}$$

$$\int_{-b}^b 2 \cdot P[y'] \cdot \left[ \text{Log} \left[ x + \sqrt{x^2 + (y - y')^2} \right] \right]_0^{\frac{e}{2}} \cdot dy' = \int_{-b}^b 2 \cdot P[y'] \cdot \left[ \text{Log} \left[ \frac{\frac{e}{2} + \sqrt{\frac{e^2}{4} + (y - y')^2}}{\sqrt{(y - y')^2}} \right] \right] \cdot dy'$$

Comme  $y - y' \ll e$ , on a les **Équations 129** :

$$\begin{aligned} \Phi[0,y] &= \int_{-b}^b 2 \cdot P[y'] \cdot \text{Log} \left[ \frac{e}{\sqrt{(y - y')^2}} \right] dy' \quad \text{soit} \quad \Phi[0,0] = \int_{-b}^b 2 \cdot P[y'] \cdot \text{Log} \left[ \frac{e}{\sqrt{(-y')^2}} \right] dy' \\ &= 2 \cdot \text{Log}[e] \cdot \int_{-b}^b P[y'] \cdot dy' - \int_{-b}^b P[y'] \cdot \text{Log}[y'^2] dy' = \frac{2 \cdot F}{e} \cdot \text{Log}[e] - \frac{2 \cdot F}{\pi \cdot b \cdot e} \cdot \int_{-b}^b \sqrt{1 - \frac{y^2}{b^2}} \cdot \text{Log}[y'^2] \cdot dy' \end{aligned} \quad (129)$$



$$\frac{2.F}{e} \text{Log}[e] - \frac{2.F}{\pi.b.e} . \pi.b. \left[ \text{Log}[b] - \left( \frac{1}{2} + \frac{\text{Log } 4}{2} \right) \right] = \frac{2.F}{e} \left( \text{Log}[e] - \text{Log}[b] + \frac{1 + \text{Log } 4}{2} \right)$$

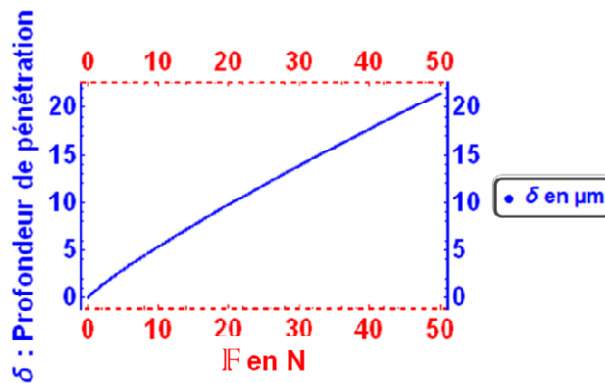
La déformation  $\delta$  en  $\mu\text{m}$  au centre du contact est donnée par :

$$\delta = (\zeta_1 + \zeta_2) \cdot \frac{2.F}{e} \left( \text{Log}[e] - \text{Log}[b] + \frac{1 + \text{Log } 4}{2} \right) = (\zeta_1 + \zeta_2) \cdot \frac{2.F}{e} \left( \text{Log}[e] + \frac{1 + \text{Log } 4 - \text{Log} \left[ \frac{4.R |(\zeta_1 + \zeta_2).F|}{e} \right]}{2} \right)$$

$$\delta = (\zeta_1 + \zeta_2) \cdot \frac{F}{e} \cdot \left( \text{Log} \left[ \frac{e^3}{4.(\zeta_1 + \zeta_2) . |R|. |F|} \right] + 1 + \text{Log } 4 \right)$$

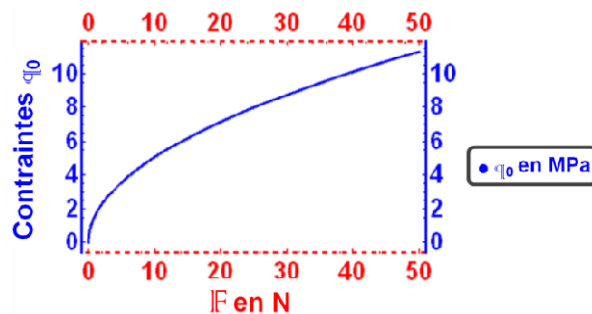
Équations 130

et la **Figure 270**.



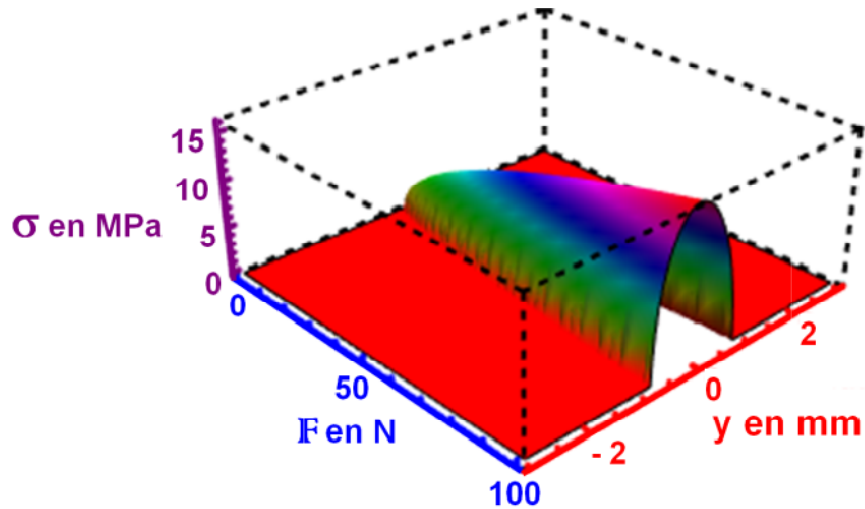
**Figure 270 : Profondeur de pénétration  $\delta$  en  $\mu\text{m}$  en fonction de la charge  $F$  en N pour  $e = 5 \text{ mm}$  et  $R = 25 \text{ mm}$**

Connaissant  $b$ , on peut calculer la pression maximum en MPa de contact  $q_0 = 2.F./(\pi.e.b)$  située au centre en  $y = 0$  et donnée par la **Figure 271**.



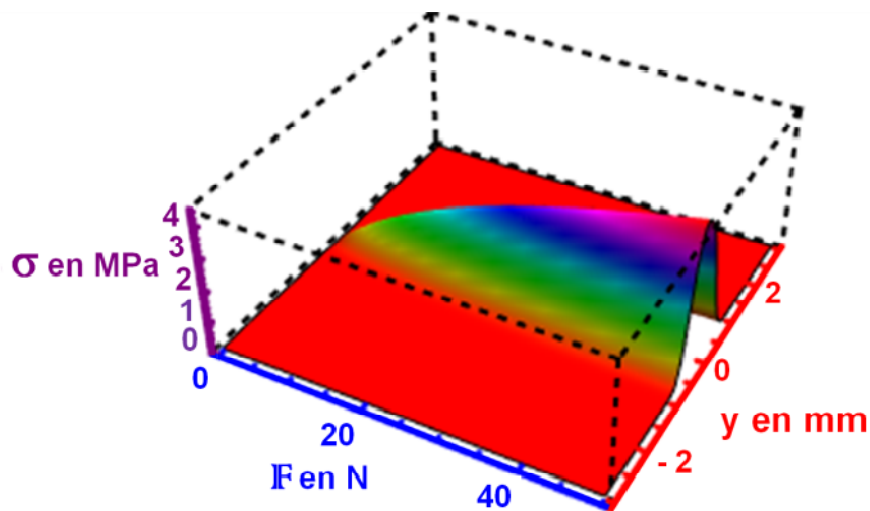
**Figure 271 : Contraintes maximales  $q_0$  (en  $y = 0$  exprimées en MPa) en fonction de la charge  $F$  en N pour  $e = 5 \text{ mm}$  et  $R = 25 \text{ mm}$**

On peut également calculer la contrainte  $\sigma$  notée aussi  $q(y)$  en fonction de  $F$  et de  $y$  (**Figure 272**).



**Figure 272 :**  $\sigma(y)$  en MPa en fonction de la charge  $F$  en N pour  $e = 5$  mm et  $R = 25$  mm

Les contraintes réelles (**Figure 273**) étant mesurées à l'aide d'un faisceau laser HeNe ayant un waist  $\omega_0$  de  $160 \mu\text{m}$ , il nous faut en tenir compte en convoluant  $\sigma$  par le faisceau laser. Nous obtenons donc :



**Figure 273 :** Les contraintes ( $\sigma$ ) mesurées en fonction de la charge  $F$  pour  $e = 5$  mm et  $R = 25$  mm

Les **Figure 274** et **Figure 275** montrent les profils des contraintes en MPa selon  $y$  pour deux valeurs de charge 1 N et 50 N.

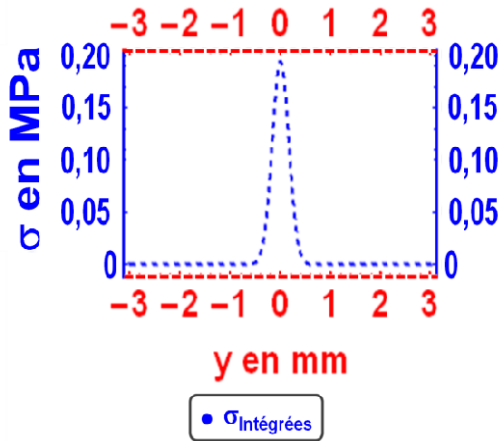


Figure 274 : Contraintes "mesurées" selon  $y$  pour  $F = 1$  N,  $e = 5$  mm et  $R = 25$  mm

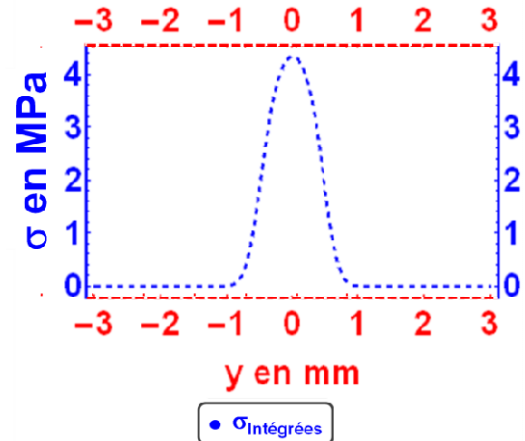


Figure 275 : Contraintes "mesurées" selon  $y$  pour  $F = 50$  N,  $e = 5$  mm et  $R = 25$  mm

Comme nous nous plaçons au centre pour évaluer la contrainte maximale, on voit sur les **Figure 276** et **Figure 277**, les différences entre les contraintes réelles et les contraintes réellement mesurées qui sont fortement différentes (plus faibles) quand  $F$  est faible.

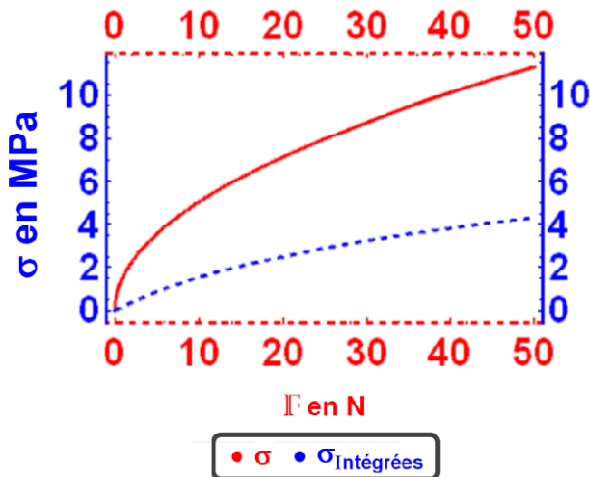


Figure 276 : Contraintes ponctuelles et contraintes intégrées mesurées en fonction de  $F$

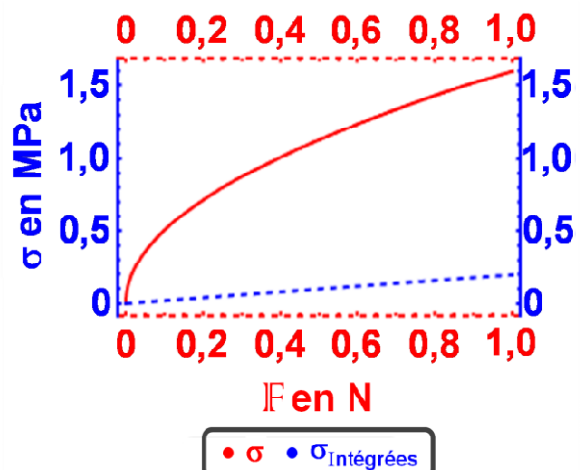


Figure 277 : Zoom entre les contraintes ponctuelles et contraintes intégrées mesurées en fonction de  $F$

## XVIII. GLOSSAIRE

### XVIII.1 Symboles des unités des grandeurs physiques utilisées dans le manuscrit et leur signification

Symbole	Unités des grandeurs physiques
cm	centimètre ( $10^{-2}$ m)
dB	décibel, $1 \text{ dB} = 10 \log_{10}(P/P_0) = 20 \log_{10}(V/V_0)$
dB/km	décibel par kilomètre : unité d'atténuation dans le domaine des fibres optiques
fs	femtoseconde ( $10^{-15}$ s)
g	gramme ( $10^{-3}$ Kg)
kg	kilogramme : unité de masse
kJ	kilojoule ( $10^3$ W)
kW	kilowatt ( $10^3$ W)
m	mètre : unité de longueur
min	Minute (60 s)
mJ	millijoule ( $10^{-6}$ J)
mm	millimètre ( $10^{-3}$ m)
mrad	milliradian ( $10^{-3}$ radian)
mW	milliwatt ( $10^{-3}$ watt)
ng	nanogramme ( $10^{-12}$ kg)
nm	nanomètre ( $10^{-9}$ m)
ns	nanoseconde ( $10^{-9}$ s)
ps	picoseconde ( $10^{-12}$ s)
rad	radian : unité d'angle
S	seconde : unité de temps
sr	stéradian : unité d'angle solide
$\omega$	Fréquence angulaire ou pulsation en rad. $s^{-1}$
GHz	gigahertz ( $10^9$ Hz)
GPa	gigapascal ( $1 \text{ kN.mm}^{-2}$ )
<b>H</b>	heure (3600 s)
Hz	hertz ( $s^{-1}$ ) : unité de fréquence
J	joule : unité d'énergie
<b>K</b>	kelvin : unité de température
MeV	million d'électronvolts ( $1.602 \times 10^{-13}$ J)
MHz	mégahertz ( $10^6$ Hz)
MJ	mégajoule ( $10^6$ J)
MPa	mégapascal ( $10^6$ Pa)
N	newton : unité de force

Symbole	Unités des grandeurs physiques
Pa	pascal : unité de pression $1 \text{ N.m}^{-2}$
V	volt unité de tension électrique
W	watt unité de puissance
$\mu\text{m}$	micromètre ( $10^{-6} \text{ m}$ )
$\mu\text{s}$	Microseconde ( $10^{-6} \text{ s}$ )
Å	angström ( $10^{-10} \text{ m}$ )
°	degré angulaire
°C	degré Celcius

### XVIII.2 Symboles des constantes physiques employées dans le manuscrit avec leur signification et leur valeur

Constante	Signification
$c$	Célérité de la lumière : $299\,792\,458 \text{ m.s}^{-1}$
$e$	Base du Logarithme népérien ou constante de Neper ou nombre d'Euler $e = 2,71828183$
eV	électronvolt : $1 \text{ eV} = 1.602 \times 10^{-19} \text{ J}$
$h$	Constante de <b>Planck</b> : $6,626\,070\,15 \times 10^{-34} \text{ J.s}$
$i$	Nombre imaginaire tel que $i^2 = -1$
$\mu_0$	Perméabilité magnétique du vide : $4\pi \times 10^{-7} \text{ kg.m.A}^{-2}.\text{s}^{-2}$
$\pi$	Constante d' <b>Archimède</b> : $3,141592653589793$
$\sigma_{\text{Step}}$	Constante de <b>Stephan-Boltzmann</b> : $5,670734 \times 10^{-8} \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}$
$\infty$	Infini

### XVIII.3 Fonctions spéciales qui apparaissent dans le manuscrit

Fonction	Nom de la fonction
cos	Fonction cosinus
exp ou $e^x$	Fonction exponentielle
$f$	Gaussienne
$f(u, \zeta)$	Équation d'une conique en coordonnée elliptique
sin	Fonction sinus
tg	Fonction tangente
$y, y', y''$	Fonction en général avec sa dérivé première ( $y'$ ) et seconde ( $y''$ )
Arcsin	Arc sinus : fonction réciproque de la fonction sinus

Fonction	Nom de la fonction
Arctg	Arc tangente : fonction réciproque de la fonction tangente
Cr(t)	Fonction créneau ou fonction Heaviside
$\mathcal{E}[1 - u]$	Intégrale elliptique complète de 2 <sup>e</sup> espèce de <b>Jacobi</b>
$I_{\nu_{\text{Bessel}}}$	Fonctions de <b>Bessel</b> modifiées de 1 <sup>re</sup> avec $\nu_{\text{Bessel}} = 0$ et 1 pour $I_0$ et $I_1$
$K_{\nu_{\text{Bessel}}}$	Fonctions de <b>Bessel</b> modifiées de 2 <sup>e</sup> espèce avec $\nu_{\text{Bessel}} = 0$ pour $K_0$
$\mathcal{K}[1 - u]$	Intégrale elliptique complète de 1 <sup>re</sup> espèce de <b>Jacobi</b>
Log	Fonction logarithme népérien ou en base $e$
Log <sub>10</sub>	Fonction logarithme décimaux ou en base 10
$\partial$	Opérateur dérivé
$\delta$	Fonction <b>Dirac</b>
$\varphi$	Fonction en coordonnée elliptique
$\sqrt{\quad}$	Fonction racine carrée
$\sum_{m=0}^k y(m)$	Somme de $y(m)$ de $m = 0$ à $m = k$
$\prod q_i$	Produit des différent $q_i$
$\bigcup V_i$	Union d'éléments $V_i$

#### XVIII.4 Symboles des composés chimiques cités dans le manuscrit avec leur signification

Symbole chimique	Signification
alumine $\gamma$	Une des deux phases cubiques de l'alumine
<b>coumarine 102</b>	Colorant laser de <b>SIGMA-ALDRICH</b> lasant dans le domaine 460-515 nm
<b>ormosil</b>	<b>Organically Modified Silicates</b>
<b>rhodamine 6G</b>	Colorant laser de <b>SIGMA-ALDRICH</b> lasant dans le domaine 555-685 nm
Al, Al <sup>3+</sup>	Aluminium et son ion
AlF <sub>3</sub>	Fluorure d'aluminium
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Oxyde d'aluminium ou alumine
<b>BK7</b>	Dénomination d'un verre crown borosilicate de <b>SCHOTT</b> ayant un indice de 1,517
Ca	Calcium
CaF <sub>2</sub>	Fluorure de Calcium ou Fluorine
Ce, Ce <sup>3+</sup>	Cérium et son ion
CH <sub>2</sub>	Groupe méthylène

Symbole chimique	Signification
CH <sub>3</sub>	Groupement méthyle
CO	laser au monoxyde de carbone lasant à 5,4 µm dans l'infrarouge
CO <sub>2</sub>	laser au dioxyde de carbone lasant à 10,6 µm dans l'infrarouge
Cr	Chrome
<b>(D)KDP ou KD<sub>2x</sub>H<sub>2-2x</sub>PO<sub>4</sub></b>	KDP deutéré ou partiellement deutéré
<b>F2</b>	Dénomination d'un verre flint de <b>SCHOTT</b> ayant un indice de 1,62
Fe, Fe <sup>3+</sup>	Fer et son ion ferrique
<b>HCl</b>	Acide chlorhydrique
<b>HeNe</b>	Laser hélium néon lasant généralement à 0,633 µm
HfO <sub>2</sub>	Oxyde d'hafnium
<b>HgCdTe</b>	Capteur <b>IR</b> appelé <b>MCT</b> Tellure de <b>Mercur</b> e et de <b>Cadm</b> ium
H <sub>2</sub> O	Eau
K	Phosphore
KrF	Krypton-Fluor un des mélanges de gaz des lasers à excimère
<b>KDP ou KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub></b>	<b>KDP</b> ou dihydrogénophosphate de potassium
<b>K<sub>4</sub>H<sub>6</sub>P<sub>4</sub>O<sub>15</sub></b>	Forme déshydratée du <b>KDP</b>
LaF <sub>3</sub>	Fluorure de Lanthane
MgF <sub>2</sub>	Fluorure de magnésium
Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Pentoxyde de niobium
<b>Nd:YAG</b>	Néodyme <b>YAG</b> ( <b>Grenat d'Yttrium et Aluminium</b> )
NiCr	Nickel-Chrome
OH <sup>-</sup>	Groupement hydroxyle
<b>P</b>	Phosphore
<b>P-O-P</b>	Liaison permettant la création de pyrophosphates
<b>PO<sub>2</sub></b>	Dioxyde de phosphore
<b>PO<sub>4</sub></b>	Groupement phosphate
<b>PVP</b>	<b>PolyVinylPyrrolidone</b>
Sc <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Oxyde de scandium
<b>Si</b>	Silicium
Si-O	Groupement silicone
SiO <sub>x</sub>	Silice sous-stœchiométrique
SiO <sub>2</sub>	Dioxyde de silicium ou silice
<b>Substance 2</b>	Haut indice produit par <b>MERCK</b> d'indice 1,68
<b>SF6</b>	Dénomination d'un verre flint dense de <b>SCHOTT</b> ayant un indice 1,805
Si-OH	Groupement silanol
Si-O-Si	Groupement siloxane
Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Pentoxyde de tantale
ThF <sub>4</sub>	Tétrafluorure de thorium
TiO <sub>2</sub>	Oxyde de titane

Symbole chimique	Signification
<b>TFS</b>	Acide TriFluorométhaneSulfonique ou acide triflique $CF_3SO_3H$
$^{235}U$	Uranium fissile d'unité atomique 238
$^{238}U$	Uranium naturel d'unité atomique 235
XeF	Xénon-Fluor un des mélanges de gaz des lasers à excimère
<b>YAG</b>	Grenat d'Yttrium et Aluminium
$Y_2O_3$	Oxyde d'yttrium
ZnS	Sulfure de zinc
$ZrO_2$	Oxyde de zirconium ou zircon

**XVIII.5 Nom des différentes variables utilisées dans le manuscrit avec leur signification**

Variable	Signification
a, b, c	Paramètres d'une ellipsoïde (selon l'axe x, l'axe y et l'axe z) en m
<b>a</b>	Coefficient
<i>a</i>	Distance moyenne entre 2 défauts en m
<i>b</i>	Demi-largeur de contact en $\mu m$
coeff <sub>D</sub>	Coefficient correspondant à un rapport entre les pentes de la silice et du <b>BK7</b> de la <b>ddm</b> en fonction de la puissance
<i>d</i>	Densité de défauts en $mm^{-2}$ ou $mm^{-3}$
<i>d</i>	Distance entre les points M et M' en m
<b>d</b>	Diamètre d'un nodule en $\mu m$
<i>d, \delta d</i>	Distance entre deux points sources et son incertitude associée en $\mu m$
<i>d</i> <sub>Total</sub>	Profondeur de focalisation pour un objectif de microscope en $\mu m$
<i>e</i>	Épaisseur en m ou mm
<i>e</i> <sub>c</sub> ou <i>e</i> <sub>ci</sub> , <i>e</i> <sub>spin</sub>	Épaisseur d'une couche ou de la couche i ou d'une couche déposée en spin coating en nm
<i>e</i> <sub>s</sub>	Épaisseur du substrat en mm
<i>f</i>	Longueur focale exprimée en mm
<i>f</i> <sub>h</sub> et <i>f</i> <sub>v</sub>	Focale horizontale (h) et verticale(v) en mm
<b>g</b>	Gain de conditionnement
<i>g</i> <sub>S</sub> , <i>g</i> <sub>NS</sub>	Gain caméra pour avoir une image Saturée (S) ou pour une image Non Saturée (NS)
<i>h</i> <sub>i</sub> , <i>h</i> ' <sub>i</sub>	Hauteur du faisceau (utilisée dans un code de calcul matriciel) en mm
<i>h</i> <sub>maxi</sub>	Hauteur maxi du faisceau utilisée pour le calcul matriciel en mm
<i>h</i> <sub>mini</sub>	Hauteur mini du faisceau utilisée pour le calcul matriciel en mm
<i>h</i> <sub>C</sub>	Coefficient de transfert conductif en $W.m^{-2}.K^{-1}$
<i>h</i> <sub>R</sub>	Coefficient de transfert radiatif en $W.m^{-2}.K^{-1}$
<i>h</i> <sub>CR</sub>	Coefficient de transfert conducto-radiatif en $W.m^{-2}.K^{-1}$
<i>h</i> <sub>p</sub>	Coefficient d'échange périphérique en $W.m^{-2}.K^{-1}$



Variable	Signification
$h(x)$	Valeur d'un histogramme pour la variable $x$
$i$	Numéro ou indice de la colonne
$r$	Nombre d'allers-retours dans la cavité
$j$	Numéro ou indice de la ligne
$k$	Nombre de résultats positifs
$k$	Facteur d'élargissement
$k_d, k_T$	Partie diffusion (d) et partie thermique (T) du coefficient d'extinction
$k_s, k_c, k_B, k_H$	Coefficient d'extinction du substrat (s), d'une couche (c), d'une couche $\mathcal{B}$ (B) et $\mathcal{H}$ (H)
$\vec{k}_0$ et $k_z$	Vecteur d'onde et sa projection sur l'axe $z$ en $m^{-1}$
$l_{SiO_2}$ ou $BK7$	Longueur d'interaction laser-matière dans le <b>BK7</b> ou la silice ( $SiO_2$ ) en m
$m$	Variable de la loi binomiale
$m$	Coefficient tel que $m^2 = H/\lambda_c = 2 \cdot h_{CR}/e \cdot \lambda_c$ , $m$ en $m^{-1}$
$m$	Masse du solvant par volume de solution en $kg \cdot m^{-3}$
$M$	Moyenne d'une répartition gaussienne
$m_0$	Masse initiale du solvant par volume de solution en $kg \cdot m^{-3}$
$n$	Indice optique
$n$	Nombre de sites exposés ou nombre d'essais réalisés à la même fluence $\mathcal{F}$
$n$	Coefficient de la loi d'échelle temporelle
$n$	Nombre de décomposition d'une plage de valeur
$n$	Nombre de paires de couches d'un empilement diélectrique
$n_{eff}$	Indice effectif
$n_{i,j}$ ou $n_i$	Valeur d'un pixel correspondant à la ligne $i$ et la colonne $j$ ou niveau 'un pixel $i$
$n_{i_{NS}, j_{NS}}$	Valeur du pixel ( $i, j$ ) d'une image non saturée (NS)
$n_{i_S, j_S}$	Valeur du pixel ( $i, j$ ) d'une image saturée (S)
$n_{maxi}$ et $n_{mini}$	Valeurs maximale et minimale des pixels de l'image
$n_A, n_B, n_H, n_c, n_s, n_P$	Indice optique de l'air (A), d'une couche $\mathcal{B}$ (B) et $\mathcal{H}$ (H), d'une couche (c), du substrat (s), du prisme (P)
$p$ ou $p_i$	Probabilité de succès
$\rho$	Ordre de développement du polynôme de <b>Cauchy</b>
$\phi$	Largeur du pixel caméra
$\mathcal{P}$	Plus petite distance image résolue par un microscope en pixel ou $\mu m$
$p$	Polarisation parallèle au plan d'incidence
$P_{1,2}$	Niveau de probabilités cumulées entre lesquelles on se situe aux bornes de l'intervalle de confiance
$q$	Probabilité d'échec ( $q = 1 - p$ )
$q$	Pression en Pa
$q_0$	Pression au centre de contact en Pa
$q(x, y), q(y)$	Pression en $x$ et $y$ ou en $y$ en Pa
$q_{//}$ et $q_{\perp}$	Coefficients piézo-optiques parallèle et perpendiculaire en $Pa^{-1}$

Variable	Signification
$\lambda$	Vitesse d'évaporation en $\text{m.s}^{-1}$
$r_p$	Rayon des pores en m
$r_0, r_z, r_{z\text{Max}}$	Rayon d'un faisceau gaussien à $1/e^2$ pour une position $z = 0, z$ et $z\text{Max}$ en m
$r_1$	Rayon d'un faisceau laser top hat (profil plat) en m
$\mathfrak{s}$	Variable issue d'un changement de variable $\mathfrak{s} = \mathbf{U}^2 \cdot t$
$\mathfrak{s}$	Polarisation perpendiculaire ( $\mathfrak{s}$ : senkrecht) au plan d'incidence
$u$	Rapport de fluence
$\mathbf{U}$	rapport d'homothétie d'une ellipsoïde de paramètre (a, b, c)
$\varrho$	Angle demi-divergence du faisceau utilisé dans un code de calcul matriciel en mrad
$u$	rapport du grand axe a sur le petit axe b d'une ellipse au carré
$u_i$	Rapport d'indice au carré
$\varrho_{\text{max}}, \varrho_{\text{mini}}$	Angles maxi et mini du faisceau utilisés dans un code de calcul matriciel en mrad
$u_r$ et $u_\theta$	Vecteurs de la base radiale et orthoradiale
$u_0$	Valeur de $u$ où la différence entre les formules donnée par <b>Mathematica</b> et <b>O'Connell</b> est minimum
$v$	Variable issue d'un changement de variable $v = \zeta(\mathbf{U}) / \mathbf{U}^2$
$v$	Vitesse de propagation d'une onde $\text{m.s}^{-1}$
$v_x$ ou $v_y$	Vitesse de déplacement des platines selon l'axe x ou l'axe y en $\text{mm.s}^{-1}$
$w_i$	Déformation en $\mathfrak{P}_i$ en $\mu\text{m}$
$x, y, z$	Coordonnées cartésiennes en mm
$\alpha$	Nombre de tirs lasers par site
$\mathbf{x}$	Fraction molaire du deutérium dans le DKDP partiellement deutéré
$z_i$	Zone i
$z_i$	Dénivelées initiales au point $\mathfrak{P}_i$ en $\mu\text{m}$
$z_m$	1/2 axe de l'ellipsoïde $V(\mathfrak{F}_1)$ contenant l'ensemble des points où la fluence locale est supérieure à la fluence seuil en m
$z_R$	Distance de <b>Rayleigh</b> en m
$\alpha$	Angle du prisme de couplage en $^\circ$
$\mathcal{A}, \mathcal{A}_0, \mathcal{A}_p, \mathcal{A}_s, \mathcal{A}_{355\text{ nm}}$	Absorption ou coefficient d'absorption, en polarisation $\mathfrak{p}$ , en polarisation $\mathfrak{s}$ et à 355 nm
$A$	Amplitude
$A(\lambda), B(\lambda), C(\lambda), D(\lambda)$	Polynômes fonction de $\lambda$
$A_C, A_S, B_A, B_C, B_S$	Coefficients des champs électriques dans la couche (C), dans l'air (A) et dans le substrat (S)
$\mathcal{A}_i(\lambda), \mathcal{B}_i(\lambda)$	Coefficients du polynôme de <b>Cauchy</b> ( $\mathcal{A}$ pour n et $\mathcal{B}$ pour k)
$\mathcal{A}_i, \mathcal{B}_i, \mathcal{C}_i$	Coefficients d'une forme quadratique (selon l'axe x, l'axe y et l'axe z)
$\mathcal{A}_{i,r}$	Élément d'aire ou de surface incidente (i) ou réfléchi (r) en $\text{m}^2$
$\mathcal{A}(\mathfrak{F})$	Aire ou surface d'un faisceau gaussien pour une fluence $\mathfrak{F}$ en $\text{m}^2$
$\mathfrak{t}$	Coefficient dépendant de l'orientation du polariseur et de l'analyseur
$c$	Capacité calorifique à pression constante en $\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$

Variable	Signification
$C_1, C_2$	Coefficient des solutions aux équations de <b>Bessel</b> modifiées
$D$	Diamètre en m
$\mathcal{D}$	Coefficient de diffusion
$\mathcal{D}$	Diffusivité thermique en $m^2 \cdot s^{-1}$
$\mathcal{D}$	Dynamique de l'image : différence entre la valeur maxi et mini de l'image
$D_C$	Diamètre du condenseur en m
$D_E$ ou $D_S$	Diamètre du faisceau d'entrée (E) ou de sortie (S) en m
$D_1$ à $7$	Dichroïque i
$D_{50\%}$ et $D_{moy}$	Valeur médiane (50 %) et valeur moyenne ( $m$ ) de la population
$\mathcal{E}$ et $\mathcal{E}_{cm}$ limite	Énergie par impulsion laser en mJ et énergie emmagasinée limite
$E, E_i, E_s, E_c, E_{Silicium}, E_{BK7}, E_{Téflon}$	Module de Young, Module de <b>Young</b> du matériau i, du Substrat s, de la couche c, du silicium, du <b>BK7</b> et du Téflon en Pa
$\mathcal{E}, \mathcal{E}_p, \mathcal{E}_s$	Champ électrique en incidence normale, en polarisation $p$ , polarisation $s$ en $V \cdot m^{-1}$
$\mathcal{E}_i$	Éclairement incident en $W \cdot m^{-2}$
$F, F_1, F_2$	Force ou charge en N
$\mathcal{F}$ et $\mathcal{F}_0$	Fluence et Fluence initiale en $J \cdot cm^{-2}$
$\mathcal{F}_i$ et $\mathcal{F}_{Max}$	Valeur de la fluence i et de la fluence maximale en $J \cdot cm^{-2}$
$\mathcal{F}_{i,r,d}$	Flux énergétique incident i, réfléchi r ou diffusé d en W
$F_t$	Force linéique ou force par unité de longueur $N \cdot m^{-1}$
$\mathcal{F}$ réfléchi, Diffusé	Flux réfléchi ou Flux diffusé en W
$\mathcal{F}_P$ Utilisation	Seuil de tenue au flux pour la fluence d'utilisation : $F_{utilisation}$ en $J \cdot cm^{-2}$
$\mathcal{F}_T$	Fluence seuil (T : Threshold) en $J \cdot cm^{-2}$
$\mathcal{F}$ Test Endommagement	Seuil de tenue au flux déterminé expérimentalement par les tests à fluence de dommage obtenue suite à un test d'endommagement laser en $J \cdot cm^{-2}$
$F_1$ ou $2$	Face 1 (avant) ou 2 (arrière) d'un composant
$\mathcal{F}(x, y, z, t)$	Fluence locale en $J \cdot cm^{-2}$
$G_{expérimental}$	Gain expérimental de la caméra
$G_y$	Grandissement de l'objectif
$h$	Coefficient de transfert radiatif radial $2 \cdot h_{CR}/e$ en $W \cdot m^{-3} \cdot K^{-1}$
$H_i$	Nombre de pixels ayant un niveau $n_i$
$I, I(t), I_i, I(x,y), I_0, I_{max}$	"Intensité" correspondant plutôt à un éclairement en fonction du temps, de l'espace (x, y), initial (0) ou maximale (max) en $W \cdot m^{-2}$
$\mathcal{I}_r$	Intensité énergétique réfléchie ( $W \cdot sr^{-1}$ )
$\mathcal{I}_1, \mathcal{I}_2$	Points d'intersection des rayons sur la face d'entrée
$\mathcal{J}_1, \mathcal{J}_2$	Points d'intersection des rayons sur la face de sortie
$\mathcal{K}$	Coefficient photo-élastique en $Pa^{-1}$
$\mathcal{K}(\lambda)$	Constante d'étalonnage du réflectomètre selon $\lambda$
$\mathcal{K}_{//}, \text{et } \mathcal{K}_{\perp}$	Coefficients photo-élastique parallèle et perpendiculaire en $Pa^{-1}$
$\mathcal{L}, \mathcal{L}_1, \mathcal{L}_2$	Longueur de la cavité laser et de ses bras en m
$\mathcal{L}_{\lambda}^i$ et $\mathcal{L}_{\lambda}^r$	Luminance spectrique incidente (i) et réfléchie (r) en $W \cdot m^{-2} \cdot sr^{-1}$
$L_1$ à $4, L'_i, L_i$	Lentille n° i

Variable	Signification
$\mathcal{M}$ et $\mathcal{M}_c$	Module élastique (c pour celui de la couche) en Pa
$M, M'$	Coordonnées d'un point sur une surface
$M_i$ ou $M_{1 \text{ à } 2}$	Miroir i ou 1 <sup>er</sup> miroir de cavité, 2 <sup>d</sup> miroir de cavité
$\mathcal{M}^2$	Facteur de qualité d'un faisceau laser
$N$	Nombre d'ouverture du système optique
$\mathbb{N}$	Nombre de sites exposés par fluence laser
$\mathcal{N}$	Nombre de fluence laser par site
$\mathcal{N}, \mathcal{N}(x, y, z)$	Densité de défauts à la position x, y et z en mm <sup>-2</sup> ou mm <sup>-3</sup>
$N_i$ et $N_j$	Nombre de colonnes (i) et de lignes (j) du <b>CDD</b>
$\mathcal{N}_S, \mathcal{N}_V$	Densité de défauts en surface (S) en mm <sup>-2</sup> , en volume (V) en mm <sup>-3</sup>
$\mathcal{N}^s, \mathcal{N}_S^s, \mathcal{N}_V^s$	Nombre de défauts, en surface (S), en volume (V)
$\mathcal{N}(\mathcal{F}), \mathcal{N}(x, y, z, \mathcal{F})$	Densité de défauts pour une fluence $\mathcal{F}$ donnée en mm <sup>-2</sup> ou mm <sup>-3</sup>
$O_{1 \text{ ou } 2}$ et $O'_{1 \text{ ou } 2}$	Centre de courbure objet ou image (') de la face 1 ou 2
$P$	Pression en Pa
$\Phi$ ou $\Phi_0$ et $\Phi(r)$	Puissance d'un faisceau laser $\Phi$ ou puissance $\Phi_0$ et puissance contenue dans un rayon r $\Phi(r)$ en W
$\mathcal{P}_i$	Puissance intrinsèque du composant en m <sup>-1</sup>
$\mathbb{P}_i$	Point de contact en i
$P_{\text{vapeur saturante}}$	Pression de vapeur saturante en Pa
$P_{\text{enceinte}}$	Pression dans l'enceinte en Pa
$\Phi_{\text{Utilisation}}$	Puissance du faisceau laser en utilisation sur la chaîne laser et puissance du laser utilisé pour les tests d'endommagement en W
$\Phi_{\text{Test Endommagement}}$	Puissance volumique absorbée et perdue par rayonnement et convection en W.m <sup>-3</sup>
$\mathcal{P}_0, \mathcal{P}_{\text{déposée}}, \mathcal{P}_{\text{pertes}}$	
$P_{1,2}$	Polariseur i
$\mathcal{P}(u)$	Densité de puissance surfacique en W.m <sup>-2</sup>
$\mathcal{Q}$	Bilan thermique volumique en W.m <sup>-3</sup>
$R$ ou $r$	Rayon en m
$R_s, R_{sp}, R_{ls}, R_{\text{moy}}, R_{\text{Etalon}}$	Coefficient de réflexion en incidence normale, en polarisation $\mathbf{p}$ et en polarisation $\mathbf{s}$ , valeur moyenne et valeur étalon
$\mathcal{R}, \mathcal{R}_i, \mathcal{R}'_i, \mathcal{R}_1, \mathcal{R}_2, \mathcal{R}_{Av}$ ou $\mathcal{R}_{Ap}$	Rayons de courbure des faces i, i', 1 ou 2 et rayons de courbure avant traitement (Av) et après traitement (Ap) en m
$R_a$ et $R_q$	Rugosité arithmétique (a) ou quadratique (q) en nm
$R_{\text{équ}}$	Rayon équivalent d'un faisceau laser en m
$R_P$ Utilisation	Rayon du faisceau en utilisation sur la chaîne laser en cm
$R_s$	Rapport de sensibilité
$R_{\text{Test Endommagement}}$	Rayon du faisceau utilisé pour les tests d'endommagement en cm
$R_1, R_2$	Forces de réaction aux forces $F_1$ et $F_2$
$R_{1/2}, R_{1/e},$ et $R_{1/e^2}$	Rayon à mi-hauteur (1/2), à 1/e et à 1/e <sup>2</sup> d'un faisceau laser en m
$S$	Surface de la périphérie de l'échantillon en m <sup>2</sup>
$\mathcal{S}$	Valeur numérique du shutter (obturateur)

Variable	Signification
$\delta$	Coefficient de sécurité
$S_{ij}$	Élément du tenseur de complaisance (compliance en anglais)
$S_{\text{Défauts Locaux}}$	Surface des défauts locaux en pixels
$S(z)$ et $S_0$	Surface d'un faisceau gaussien à la cote $z$ et à la cote $z = 0$ en $m^2$
$T_c$ et $T_{c \text{ exp}}$	Transmission théorique et expérimentale une couche
$T_{\text{limite}}$	Température limite en <b>K</b>
$T_{\text{Silice 1 face}}$	Transmission expérimentale mesurée au spectrophotomètre d'une face de silice
$T_{\text{Silice 2 faces}}$	Transmission expérimentale mesurée au spectrophotomètre de la silice
$T_0$	Transmission théorique une face initiale
$T_{\text{2 faces spectro}}$	Transmission expérimentale mesurée au spectrophotomètre d'une lame mince
$V$	Volume en général parfois d'une image
$V_i$	Élément d'un volume $V$ ou Volume de la tache dans l'image $i$
$V_{\text{Défauts Locaux}}, V_{\text{Faïençage}}$	Volume des défauts locaux et du faïençage dans une image
$V_{\text{Fond Mesure}}$ et $V_{\text{Fond Référence}}$	Bruits de fond sur la voie mesure et sur la voie référence en <b>V</b>
$V_{\text{G expérimental}}$	Volume de l'image associé au gain $G_{\text{expérimental}}$ de la caméra
$V_M$	Volume calculé avec <b>Mathematica</b>
$V_{\text{Mesure}}$ et $V_{\text{Référence}}$	Tensions mesurées sur la voie de mesure et de référence en <b>V</b>
$V_O$	Volume calculé avec la formule donnée par <b>O'Connell</b>
$V_{\text{Shutter pour } \tau_i}$	Volume de l'image pour un temps d'intégration $\tau_i$
$V_{\text{Tache}}$	Volume de la tache principale laser
$V_{\text{Total}}$	Volume de toutes les taches des images $i$
$X$ ou $Y$	Variables spatiales
$X_i$	Variable aléatoire
$X_j$	Paramètre d'ajustement
$\alpha$	coefficient de dilatation linéaire en <b>K</b> <sup>-1</sup>
$\alpha_a$	Absorptivité en $m^{-1}$
$\alpha_c, \alpha_d$ ou $\alpha_T$	Absorptivités liées aux coefficients d'extinction $k_c, k_d$ (ici diffusivité) ou $k_T$ en $m^{-1}$
$\alpha_{\text{proba}}$	Niveau de probabilité permettant de calculer l'intervalle de confiance
$\alpha_A, \alpha_C, \alpha_S$	Constantes de propagation dans l'air (A), dans la couche (C) et dans le substrat (S) en $m^{-1}$
$\alpha_{355 \text{ nm BK7 ou SiO2}}$	Absorptivité ou coefficient d'absorption à 355 nm de la silice ou du <b>BK7</b> en $m^{-1}$
$\gamma$	Variation relative de la <b>ddm</b> d'une lame d'épaisseur $e$ en fonction de la température
$\gamma$	Rayonnement dont la fréquence est de l'ordre de $10^{17}$ à $10^{19}$ Hz
$\gamma_{\text{eau}}$	Tension de surface de l'eau en $N.m^{-1}$
$\beta$	Rapport de fluence $\mathcal{F}_0$ sur la fluence seuil $\mathcal{F}_T$
$\beta$	Coefficient de variation d'indice avec $T$ en <b>K</b> <sup>-1</sup>
$\delta$	Déformation ou profondeur de pénétration en $\mu m$
$\delta$	Rugosité quadratique (valeur <b>RMS</b> ) de la rugosité en nm

Variable	Signification
$\delta n_r$ et $\delta n_\theta$	Variation d'indice optique dans la base radiale $u_r$ et orthoradiale $u_\theta$
$\delta T_I$	Incrément en transmission
$\delta\phi_r$	Variation de phase radiale sur $u_r$ en rad
$\delta\phi_\theta$	Variation de phase orthoradiale sur $u_\theta$ en rad
$\varepsilon$	Émissivité du matériau
$\varepsilon_\theta, \varepsilon_r$ ou $\varepsilon_z$	Élongation orthoradiale ( $\theta$ ), radiale ( $r$ ) ou longitudinale $z$
$\zeta$	La plus grande racine de l'équation $f(\mathbf{U}, \zeta) = 0$
$\eta$	Viscosité dynamique en Pa.s
$\theta$	Angle de rotation d'un polariseur rad
$\vartheta$	Angle de contact en °
$\theta, \theta_1$ ou $2, \theta_c, \theta_p$	Angle d'incidence dans l'air, dans un milieu 1 ou 2, dans la couche $c$ , dans le prisme ( $p$ ) en rad ou °
$\theta_{i,r}$ ou $\theta_{xi}, \theta_{yr}$	Angle d'incidence $i$ ou de réflexion $r$ au zénith et à l'azimut en rad ou °
$\theta_m$	Angle de rotation d'une platine en rad
$\theta_{sonde}$	Angle d'incidence du laser sonde en rad
$\theta_{DP}$	Angle de déflexion photothermique en rad
$\lambda$ et $\lambda_0$	Longueur d'onde ( $\lambda$ ) dans le vide ( $\lambda_0$ ) en nm
$\lambda_c$	Conductivité thermique en $W.m^{-1}.K^{-1}$
$\lambda_e$	Longueur d'onde d'excitation en nm
$\lambda_{gap}$	Longueur d'onde de coupure correspondant au gap du matériau en nm
$\lambda_u$	Pente dont la valeur inverse est proportionnelle à l'énergie d' <b>Urbach</b>
$\lambda_{wien}$	Longueur d'onde pour laquelle un corps noir chauffé à $T$ °K a son émission maximum en nm
$\rho$	Densité massique en $kg.m^{-3}$
$\rho_{défaut}$	Densité volumique ou surfacique de défauts en $mm^{-2}$ ou $mm^{-3}$
$\sigma$	Écart-type d'une population statistique
$\sigma$ ou $\sigma_x, y, z, r$ ou $\theta$	Contraintes ou contraintes axiales selon $x$ , voire longitudinales ( $z$ ), radiales ( $r$ ) ou orthoradiales ( $\theta$ ) en Pa
$\sigma_c, s$ ou Empilement	Contraintes dans la couche ( $c$ ), dans le substrat ( $s$ ) ou dans l'empilement (Empilement) en Pa
$\tau$ ou $\tau_{xy, yz, r\theta}$	Contraintes de cisaillement en Pa
$\tau_d$ ou $\tau_{d0}$	Valeur de décroissance (initiale si $\tau_{d0}$ ) d'une loi exponentielle en $s$ (constante de temps) ou en ppm
$\tau_e$	Durée équivalente d'une impulsion laser en ns
$\tau_L$ ou $\tau_{L1, L2}$	Différentes durées de l'impulsion laser du laser $L_i$ en ns
$\tau_s$ et $\tau_{s0}$	Temps d'intégration lié à la valeur du shutter ( $\tau_s$ ) et sa valeur initiale ( $\tau_{s0}$ ) en $s$
$\tau_s$ NS ou S	Temps d'intégration pour avoir une image non saturée (NS) ou saturée (S) en $s$
$\nu$ ou $\nu_i$	Coefficient de <b>Poisson</b>
$\nu, \nu_{as}$ et $\nu_s$	Fréquence de vibration antisymétrique et symétrique en $cm^{-1}$
$\nu_{Bessel}$	Paramètre de l'équation de <b>Bessel</b> modifiée
$\nu_v$	Constringence ou nombre d' <b>Abbe</b>

Variable	Signification
$\varphi_{\text{Absorbé}}$	Flux absorbé en W
$\varphi_{\text{Convertif}}$	Partie convective du flux émis en W
$\varphi_{\text{Radiatif}}$	Partie radiative du flux émis en W
$\omega_r$	Vitesse de rotation du spinner en $s^{-1}$
$\omega_0$	Largeur à $1/e^2$ d'un faisceau laser en son waist en m
$\omega_{1/2}$	Largeur à mi-hauteur d'un faisceau laser en m
$\omega(z)$	Largeur à $1/e^2$ d'un faisceau gaussien à la distance z en m
$\Delta$ ou $\Delta(r)$	Différence de marche ( <b>ddm</b> ) à la cote r si (r) en $\mu\text{m}$
$\Delta f$	Flèche en mm
$\Delta n$	Variation d'indice optique
$\Delta t$	Incrément temporel en ns
$\Delta z$	Incertitude de pointé en mm
$\Delta \mathcal{F}$	Largeur totale à $1/e^2$ de la répartition gaussienne des défauts en $\text{J.cm}^{-2}$
$\Delta R_s$	Écart de réflectivité
$\Delta T$	Différence de température en K
$\Delta V$	Variation de tension en V
$\Delta \theta$	Demi-divergence totale d'un faisceau laser en rad
$\Delta \tau$	Écart correspondant à la fluctuation de la largeur d'impulsion en ns
$\Delta \Omega_{i,r}$	Angle solide dans la direction de l'objet i ou dans la direction du récepteur r en sr
$\lambda$	Paramètre de la loi de probabilité discrète de <b>Poisson</b>
$\Phi$	Potentiel d'un point de la surface en Pa.m
$\Omega_i, \Omega_r$	Angle solide incidence (de réception) et réfléchi (de réémission) en sr
$\zeta_1$ et $\zeta_2$	coefficient $\zeta_i = \frac{1-v_i^2}{\pi.E_i}$ en $\text{Pa}^{-1}$
$C_n^m$	Coefficient binomial : Nombre de combinaison de m éléments parmi n

### **XVIII.6 Nom des différents sigles ou acronymes utilisés dans le manuscrit avec leur signification**

Acronyme	Signification
A	Analogique
AFM	Microscope à Force Atomique
AIRIX	Accélérateur à Induction pour Radiographie pour l'Imagerie X : un des deux outils expérimentaux du Programme Simulation du CEA
AR	AntiReflet
bit	Binary digit
B	Couche quart d'onde Bas indice
BRDF	Bidirectional Reflectance Distribution Function
BS	Beam Splitter : séparatrice
BTS	Brevet de Technicien Supérieur

Acronyme	Signification
<b>C</b>	Conditionnée
<b>CCD</b>	Charge-Coupled Device ou Dispositif à transfert de charge
<b>CDOP</b>	Club Diagnostic Optique & Photonique
<b>CEA</b>	Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives
<b>CEMTHI</b>	Unité de recherche du CNRS d'Orléans : Conditions Extrêmes et Matériaux : Haute Température et Irradiation
<b>CILAS</b>	Compagnie Industrielle des Lasers
<b>CMO</b>	Laboratoire de Couche Mince Optique du LETI
<b>CMOI</b>	Contrôles et Mesures Optiques pour l'Industrie
<b>CNES</b>	Centre National d'Etudes Spatiales
<b>CNRS</b>	Centre National de la Recherche Scientifique
<b>CPPN</b>	Centre de Perfectionnement en Physique Nucléaire
<b>CSM</b>	Centre Suisse d'électronique et de Microtechnique, société de caractérisations mécaniques
<b>C.CEA</b>	Confidentiel CEA
<b>DAM</b>	Direction des Applications Militaires
<b>DCC</b>	Direction du Cycle du Combustible
<b>DCN</b>	Direction de la Construction Navale
<b>ddm</b>	différence de marche
<b>D.F.</b>	Diaphragme Final
<b>DGA</b>	Direction Générale de l'Armement
<b>DLPC</b>	Département d'étude des Lasers et de la Physico-Chimie
<b>DMR</b>	Differential Reflective Microscope
<b>DMS</b>	Damage Mapping System
<b>DPE</b>	Département des Procédés d'Enrichissement
<b>DR</b>	Diffusion Restreinte
<b>DRX</b>	Diffraction des Rayons X
<b>DVD</b>	Digital Versatile Disc
<b>D.P.</b>	Déflexion Photothermique
<b>EDF</b>	Electricité De France
<b>EIGIS</b>	École d'Ingénieurs en Génie des Systèmes Industriels de la Rochelle
<b>ENSMM</b>	École Nationale Supérieure de Mécanique et des Microtechniques
<b>ENSPM</b>	École Nationale Supérieure de Physique de Marseille
<b>ENSSAT</b>	École Nationale Supérieure des Sciences Appliquées et de Technologies
<b>ENSTA Bretagne</b>	École Nationale Supérieure des Techniques Avancées
<b>EOBE</b>	Electrical, Optical, Bio : Physics and Engineering
<b>EPIC</b>	Établissement Public à Caractère Industriel et Commercial
<b>ESA</b>	European Space Agency
<b>ESE</b>	École Supérieure d'Électricité
<b>ESO</b>	École Supérieure d'Optique
<b>ESPCI</b>	École Supérieure de Physique et de Chimie Industrielles de la ville de Paris



Acronyme	Signification
<b>FRAMATOME</b>	<b>FR</b> anco- <b>AM</b> éricaine de constructions <b>ATOM</b> iques société de construction de centrales nucléaires
GT	Groupe de Travail
#	couche quart d'onde #aut indice
HdR	Habilitation à diriger des Recherches
HR	Haute Reflectivity
H.R.	Haute Résolution
HR	Humidité Relative
IAD	Ion Assisted Deposition
IBS	Ion Beam Sputtering
IC	Interférométrie Calorifique
ICCD	Intensified Charge Coupled Device ou caméra intensifiée
ICP-AES	Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectroscopy
IEEE	Institute of Electrical and Electronics Engineers, liaison informatique parallèle correspondant au standard IEEE-488
IEEE 1394	Interface série de l'Institute of Electrical and Electronics Engineers permettant la communication avec des caméras numériques nommée aussi FireWire
IEMN	Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie
IFIPS	Institut de Formation d'Ingénieurs de l'Université Paris-Sud maintenant Polytec Paris-Saclay
IMMM	Institut des Molécules et des Matériaux du Mans
IN2P3	Institut National de Physique Nucléaire et de Physique des Particules
INSP	Institut des NanoSciences de Paris
IOGS	Institut d'Optique Graduate School
IOTA	Institut d'Optique Théorique et Appliquée
IR	Infrarouge
ISTASE	Institut Supérieur des Techniques Avancés de Saint-Etienne
IUP	Institut Universitaire Professionnalisé
laser	light amplification by stimulated emission of radiation
LEICA	Société d'optique LEitz Camera
LETI	Laboratoire d'Electronique et de Technologie de l'Information
LIBS	Laser Induced Breakdown Spectroscopy
LIDT	Laser Induced Damage Threshold
LIL	Ligne d'Intégration Laser
LIPIS	Spectromètre Infrarouge Photothermique à Induction Laser
LLNL	Lawrence Livermore National Laboratory
LMA	Laboratoire des Matériaux Avancés
LMJ	Laser MégaJoule
LNE	Laboratoire National d'Essai
LRC	Laboratoire de Recherche Commun
LRS	Laboratoire de Réactivité de Surface

Acronyme	Signification
<b>LUT</b>	Look Up Table
<b>LVC</b>	Laser à Vapeur de Cuivre
<b>MATRA</b>	Mécanique Aviation TRAction Société fondée par <b>J.L. Lagardère</b>
<b>MEB</b>	Microscope Electronique à Balayage
<b>MTO</b>	Métallisation Traitement Optique : Société de dépôts sous vide
<b>MZA</b>	Modèle de Zone Absorbante
N	Numérique
<b>NC</b>	Non Conditionnée
<b>NF</b>	Norme Française
<b>NFI</b>	Nouvelle Formation d'Ingénieurs
<b>NIF</b>	National Ignition Facility : LMJ américain développé au LLNL
NS et S	Non Saturé et Saturé
NT	Note Technique
<b>OIC</b>	Optical Interference Coating
<b>OPO</b>	Oscillateur Paramétrique Optique
<b>O.N.</b>	Ouverture Numérique
ppb	partie par billion ( $10^{-9}$ )
ppm	partie par million ( $10^{-6}$ )
<b>PACA2M</b>	PulvérisAtion Cathodique de 2M
<b>PC</b>	Personal Computer
<b>PDMS</b>	PolyDiMéthyleSiloxane
<b>PEPC</b>	Plasma Electrode Pockels Cell
<b>PME</b>	Petite et Moyenne Entreprise
<b>PETAL</b>	Chaine laser femto PETawatt Aquitaine Laser située au CEA/Cesta
<b>PM-IRRAS</b>	Polarization Modulation InfraRed Reflection-Absorption Spectroscopy
<b>PM et PY</b>	Partie prisMatique (PM) et PYramidale (PY) du KDP pousse rapide
<b>P to V</b>	Peak to Valley (Pic à Vallée)
<b>PSF</b>	Point Spread Function
<b>PVD</b>	Physical Vapor Deposition
<b>RCA</b>	Radio Corporation of America : société américaine spécialisée dans les photomultiplicateurs
<b>RMS</b>	Root Mean Square
<b>ROMA/LR</b>	Réflectivité Optique Multi-Application du Ripault
S	Substrat
<b>SAGEM</b>	Société d'Applications Générales d'Electricité et de Mécanique
<b>SAW</b>	Surface Acoustic Waves
<b>SCLO</b>	Section des Composants Lasers et Optiques
S et NS	Saturée et Non Saturée
<b>SESO</b>	Société Européenne de Systèmes Optiques
<b>SFO</b>	Société Française d'Optique

<b>Acronyme</b>	<b>Signification</b>
<b>SGCD</b>	<b>Saint-Gobain Cristaux et Détecteurs</b>
<b>SHG</b>	<b>Second-Harmonic Generation</b>
<b>SILVA</b>	<b>Séparation Isotopique par Laser de la Vapeur Atomique</b>
$S(HB)^nH$	Formule simplifiée d'un empilement composé de $n$ paires de couches haut indice ( $H$ ) et bas indice ( $B$ ) d'épaisseurs optiques $\lambda/4$ suivi d'une couche haut indice ( $H$ ) quart d'onde ( $\lambda/4$ ) coté air sur un substrat ( $S$ )
<b>SKF</b>	<b>Svenska KullagerFabriken</b> : société de fabrication de roulements à billes
<b>SLP</b>	<b>Service Lasers et Procédés</b>
<b>SOCRATE</b>	Banc de conditionnement laser : <b>Système Optique de Conditionnement et la Révélation pour l'Amélioration de la Tenue à l'Endommagement</b>
<b>SOL</b>	<b>Service Optique et Lasers</b>
<b>SOM-BERTHIOT</b>	Société d'Optique et de Mécanique fondée par <b>Claude Berthiot</b>
<b>SOPELEM</b>	Société d'Optique de Précision Electronique et Mécanique
<b>SOREM</b>	<b>SO</b> ciété pour la <b>R</b> éalisation et l' <b>E</b> tude de <b>MO</b> nocristaux
<b>SPC</b>	Option <b>S</b> ystèmes <b>P</b> hotoniques et de <b>C</b> ommunication de Centrale supélec Metz
<b>SPIE</b>	<b>Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers</b>
<b>TE et TM</b>	Mode <b>T</b> ransverse <b>E</b> lectrique et <b>T</b> ransverse <b>M</b> agnétique
<b>THG</b>	<b>Third-Harmonic Generation</b>
<b>TICEN</b>	<b>Traité d'Interdiction Complète des Essais Nucléaires</b>
<b>TIS</b>	<b>Total Integrated Scattering</b>
<b>u.a.</b>	<b>unité arbitraire</b>
<b>U.C.</b>	<b>UNITED CRYSTALS</b>
<b>USA</b>	<b>United States of America</b>
<b>UV</b>	<b>UltraViolet</b>
<b>VAE</b>	<b>Validation des Acquis par l'Expérience</b>
<b>VISAR</b>	<b>Velocity Interferometer System for Any Reflector</b>
<b>VLT</b>	<b>Very Large Telescope</b>

**XVIII.7 Nom des différentes abréviations faites dans le manuscrit avec leur signification**

<b>Abréviation</b>	<b>Signification</b>
histo	Histogramme
inj	injecté
n°	Numéro
qq	Quelques
Amb	Ambiant
Ap	Après
Ar	Arrière
Av	Avant

<b>Abréviation</b>	<b>Signification</b>
<b>Calo</b>	Calorimètre
Cche	Couche
Cf.	Confère
<b>Ech.</b>	Échantillon
<b>Nbre</b>	Nombre
<b>PD</b>	Photodiode
Pr.	Professeur
Pro	Professionnelle
Téra	10 <sup>12</sup>
<b>1D</b>	Système, fonction ayant une seule dimension
<b>2D</b>	Visualisation en 2D ou cartographie en x et y dont le niveau est donné par une couleur
<b>3D</b>	Visualisation en 3D ou cartographie en x et y dont le niveau est donné par une hauteur z
%	Pourcentage
‰	Pour 1000
∇	Quelque soit

**XVIII.8 Noms d'autres industriels et d'autres laboratoires figurant dans le manuscrit avec leur activité**

<b>Société</b>	<b>Signification</b>
<b>ALLIANCE</b>	Société spécialisée dans la fabrication de bâtis de dépôts sous vide
<b>CONCEPT</b>	
<b>ANDOR</b>	Société irlandaise spécialisée dans les caméras intensifiées
<b>BOSCH</b>	Société de l'automobile du nom de son fondateur
<b>CONTINUUM</b>	Filiale d'Amplitude fournisseur de lasers solides
<b>CORNING</b>	Société spécialisée dans la fabrication du verre fondée à Corning (USA)
<b>EURODIF</b>	Société spécialisée dans l'enrichissement de l'uranium gérant l'usine George-Besse.
<b>HERAEUS</b>	Société de produits chimiques du nom de son fondateur
<b>Institut Fresnel</b>	Unité Mixte de Recherche (n°7249) de recherche de Marseille travaillant entre autres sur la thématique de l'optique
<b>LASERDOT</b>	Ancienne division optronique des Laboratoires de Marcoussis
<b>LIDARIS</b>	Société Lituanienne spécialisée dans la mesure du <b>LIDT</b>
<b>GSI LUMONICS</b>	Société canadienne fabricant des lasers excimère
<b>MERCK</b>	Société de produits chimiques du nom de son fondateur
<b>MICROLAS</b>	Société allemande spécialisée en réseau de millilentilles

Société	Signification
<b>O++</b>	Société spécialisée dans les logiciels radiométriques ( <b>APILUX</b> )
<b>SAINT-GOBAIN</b>	Société de production de matériaux issue de la Manufacture royale des glaces
<b>SCHOTT</b>	Société spécialisée dans la fabrication du verre du nom de son fondateur
<b>STANFORD</b>	
<b>RESEARCH</b>	Société américaine d'instrumentation fournisseur de détecteurs synchrones
<b>TEKTRONIX</b>	Société américaine d'instrumentation fournisseur d'oscilloscopes
<b>THALES ALENIA</b>	
<b>SPACE</b>	Coentreprise franco-italienne spécialisée dans l'industrie spatiale
<b>TOFICO</b>	Société de dépôts sous vide associée à la société <b>FICHOU</b>
<b>UNITED</b>	
<b>CRYSTALS</b>	Société américaine spécialisée dans la pousse de cristaux pour l'optique
<b>WINLIGHT</b>	
<b>SYSTEM</b>	Société spécialisée dans la conception et la fabrication des systèmes optiques
<b>ZEISS</b>	Société spécialisée dans l'optique du nom de son fondateur
<b>ZYGO</b>	Société américaine spécialisée dans le polissage et l'interférométrie

#### **XVIII.9 Autres termes utilisés dans le manuscrit avec leur signification**

Terme	Signification
<b>cyclope</b>	Carte de traitement d'image analogique/numérique
<i>d</i>	sous-couche électronique correspondant au nombre quantique azimutal $\ell = 2$
<i>f</i>	sous-couche électronique correspondant au nombre quantique azimutal $\ell = 3$
<b>ANAPHASE</b>	Progiciel d'analyse interférométrique utilisé par le <b>CEA/Cesta</b>
<b>APILUX</b>	Logiciel de radiométrie par tracé de rayons écrit par la société <b>O++</b>
<b>Cary 5000</b>	Spectromètre UV/Visible/Proche Infrarouge développé par <b>VARIAN</b>
<b>DEKTAK 8</b>	Profilomètre à contact avec une pointe diamant développé par <b>VEECO</b>
<b>Excel</b>	Tableur de <b>MICROSOFT</b>
<b>ESP 300, TL78, MM4005</b>	Micro-contrôleurs <b>MICRO-CONTROLE</b> pour platines motorisées
<b>ESTHER</b>	Code Lagrangien d'interaction laser-matière <b>1D</b> développé par la <b>DAM</b>
<b>HFRA</b>	1 <sup>ère</sup> installation pilote du procédé <b>SILVA</b> à Saclay
<b>HP34401A</b>	Voltmètre <b>HEWLETT-PLACKARD</b> revendu maintenant par <b>KEYSIGHT</b>
<b>HUV 1100</b>	Photodiode développée par <b>PERKINELMER OPTOELECTRONICS</b>

Terme	Signification
<b>ImageJ</b>	logiciel multiplateforme, libre et open source de traitement et d'analyse d'images
<b>ISO 5</b>	salle propre correspondant au standard ISO 14644-1 c'est-à-dire qu'il ya moins de 832 particules ayant un diamètre supérieur à 1 µm par m <sup>3</sup>
<b>ISO-SFAIG</b>	Sphère Intégrante pour le visible de <b>LABSPHERE</b>
<b>LabView</b>	Environnement de développement graphique adapté au domaine de l'acquisition, de la mesure et du contrôle/commande de la société <b>NATIONAL INSTRUMENT</b>
<b>Lambda 900</b>	Spectromètre UV/Visible/Proche Infrarouge développé par <b>PERKIN-ELMER</b>
<b>Langage C</b>	Langage de programmation informatique de bas niveau
<b>Log<sub>10</sub></b>	Logarithme décimal
<b>L40</b>	Chaine laser <b>LVC</b> composée de modules lasers de 40 W
<b>L500</b>	Chaine laser <b>LVC</b> de 500 W
<b>Mathematica</b>	Logiciel de calcul formel édité par <b>WOLFRAM RESEARCH</b>
<b>Metropro</b>	Progiciel d'analyse interférométrique développé par la société <b>ZYGO</b>
<b>Mistral</b>	Banc d'endommagement laser du <b>CEA/Le Ripault</b>
<b>Monte-Carlo</b>	Méthode statistique
<b>MEMPHIS</b>	Pilote de démonstration d'enrichissement par laser installé à Pierrelatte
<b>M1</b>	Miroir adaptatif de fond de cavité du laser MégaJoule
<b>NEWRAD</b>	Conférence internationale sur la mesure radiométrique
<b>OCTAL</b>	Laser du <b>CEA/Limeil</b> prédécesseur de <b>PHEBUS</b>
<b>PHEBUS</b>	Chaine laser de puissance du <b>Centre d'Etudes de Limeil – Valenton du CEA</b> précurseur du <b>Laser Mégajoule</b>
<b>PHOENIX</b>	Banc de conditionnement laser des cristaux de <b>KDP/(D)KDP</b> du <b>LLNL</b>
<b>PM 846 I et PM 848</b>	Lasers à excimère de la société <b>GSI LUMONICS</b>
<b>P102</b>	Chaine laser de puissance des années 1990 du <b>Centre d'Etudes de Limeil – Valenton du CEA</b> donnée à <b>Gérard Mourou</b>
<b>R/1</b>	Test d'endommagement nommé <b>R</b> on one : sur 1 site des séries de x tirs par fluence avec une fluence qui augmente progressivement ( <b>N</b> fluence) jusqu'à la fluence maximale. Après claquage ou obtention de la fluence maximale disponible, on change de site et on recommence.
<b>SONY V500, V60, XCD 710 SR830</b>	Diverses caméras digitales
<b>STABILASE</b>	Détection synchrone développée par <b>STANFORD RESEARCH</b>
	Nom d'un système de rétro-injection introduit pour stabiliser l'énergie délivrée par un laser (en particulier un excimère)

Terme	Signification
<b>S/1</b>	Test d'endommagement nommé <b>S</b> on one : y sites sont exposés à des séries de x tirs par fluence sont réalisés à une fluence donnée. Puis on augmente progressivement cette fluence pour exposer y autres sites aux x tirs et ainsi de suite jusqu'à atteindre la fluence maximum
<b>TDS 100</b>	Oscilloscope <b>TEKTRONIX</b>
<b>V/W</b>	Montage d'un spectrophotomètre pour mesurer la réflectivité absolue d'un miroir (mesure de $R_s^2$ avec la voie <b>W</b> )
<b>VIRGO</b>	Interféromètre de Michelson utilisé pour la détection des ondes gravitationnelles
<b>X5, 10, 20, 22, 50, 85, 100, 150</b>	Grandissement de l'objectif de microscope ou de l'image
<b><math>\gamma</math></b>	Rayonnement électromagnétique de fréquence comprise en $10^{17}$ et $10^{19}$ Hz
<b>1 <math>\omega</math></b>	Fréquence correspondant à une longueur d'onde de 1 064 nm dans les cristaux ou de 1 053 nm dans les verres lasers du <b>LMJ</b> par exemple
<b>2 <math>\omega</math></b>	Fréquence correspondant à un doublement de fréquence soit à une longueur d'onde de 532 nm dans les cristaux) ou de 526 nm pour le <b>LMJ</b>
<b>3 <math>\omega</math></b>	Fréquence correspondant à un triplement de fréquence soit une longueur d'onde de 355 nm dans les cristaux ou de 351 nm pour le <b>LMJ</b>
<b>1/1</b>	Test d'endommagement nommé one on one : 1 Fluence, 1 site, 1 Tir
<b>€</b>	Euro, symbole monétaire