



HAL
open science

Stabilisation de dommages laser et de défauts sur composants optiques de silice par procédés laser CO₂

Thomas Doualle

► **To cite this version:**

Thomas Doualle. Stabilisation de dommages laser et de défauts sur composants optiques de silice par procédés laser CO₂. Optique [physics.optics]. Ecole Centrale Marseille, 2016. Français. NNT : 2016ECDM0010 . tel-01525042

HAL Id: tel-01525042

<https://theses.hal.science/tel-01525042>

Submitted on 19 May 2017

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.

École Doctorale : Physique et Sciences de la Matière (ED 352)
Institut Fresnel - UMR 7249

THÈSE DE DOCTORAT

pour obtenir le grade de
DOCTEUR de l'ÉCOLE CENTRALE de MARSEILLE

Discipline : Optique, Photonique et Traitement d'image

**Stabilisation de dommages laser et de défauts sur
composants optiques de silice par procédés laser CO₂**

par

DOUALLE Thomas

Directeur de thèse : GALLAIS Laurent

Soutenue le

devant le jury composé de :

BERTHE Laurent	Directeur de recherche	Rapporteur
BOUSQUET Bruno	Maître de conférences	Examineur
CORMONT Philippe	Ingénieur - Chercheur CEA	Examineur
DELAPORTE Philippe	Directeur de recherche	Examineur
GALLAIS Laurent	Maître de conférences	Directeur de thèse
LE GARREC Bruno	Directeur de recherche	Rapporteur

Résumé

Une des limitations du fonctionnement des grandes chaînes lasers de puissance telle que le Laser MegaJoule, est la problématique de l'endommagement laser des composants optiques. Différents phénomènes physiques qui dépendent à la fois des propriétés des matériaux, de leurs conditions de fabrication/préparation et des paramètres d'irradiation laser peuvent conduire à un amorçage de dommages sur la surface ou dans le volume, qui vont croître lors d'irradiations successives. Ce phénomène limite la montée en puissance, affecte la durée de vie des composants optiques et le coût de maintenance des chaînes laser. Il peut également être à l'origine de graves problèmes de sécurité. Pour remédier à cette croissance des dommages et augmenter la durée de vie des composants en silice, un procédé laser dit de « stabilisation » est étudié dans le cadre de cette thèse, l'objectif étant de traiter les dommages pour arrêter leur croissance sous tirs répétés afin de recycler les optiques endommagées. Ce processus consiste en une fusion, suivie d'une évaporation locale, par dépôt d'énergie localisé par un faisceau laser CO₂, de la zone fracturée de silice. Nous nous sommes intéressés particulièrement à la stabilisation de dommages laser sur silice par un procédé de micro-usinage par laser CO₂ dans le but de traiter des dommages de dimensions millimétriques. Cette technique est basée sur une micro-ablation rapide de la silice durant laquelle le faisceau laser est balayé à la surface du composant afin de former un cratère de forme ajustable (typiquement conique) englobant le site endommagé. Un banc d'expérimentations a ainsi été mis en place à l'Institut Fresnel pour développer et étudier ce procédé. Différents travaux numériques et expérimentaux ont également été menés pour valider et optimiser la technique. Nos travaux ont montré l'efficacité de ce procédé de micro-usinage par laser CO₂ pour arrêter la croissance de dommages de plusieurs centaines de microns de largeur et de profondeur. Pour parvenir à cet objectif nous nous sommes appuyés sur la modélisation des phénomènes physiques mis en jeu lors des expériences de stabilisation en utilisant le logiciel de simulation multi-physique COMSOL. D'une part, le modèle thermique, développé au cours de cette thèse, permet de calculer la distribution de température dans le matériau pendant le tir laser avec ou sans mouvement du faisceau. Combinées à une approche thermodynamique, ces simulations thermiques permettent de décrire les transformations de la silice lors de l'irradiation afin de prédire la morphologie des cratères formés dans le verre. D'autre part, la partie mécanique du modèle permet de simuler la position et la valeur des contraintes résiduelles, générées dans le matériau autour du cratère CO₂, lors de l'élévation de température suivie du refroidissement rapide. D'autres expériences concernant le traitement de fractures liées au polissage, ou des défauts de fabrication de réseaux de silice sont également traitées dans ce manuscrit.

Abstract

One limitation of the operation of large power lasers chains such as Laser MegaJoule, is the issue of laser damage of optical components. Different physical phenomena which depend on both the properties of materials, their conditions of manufacture / preparation and laser irradiation parameters can lead to damage initiation on the surface or in the volume, which will grow under successive irradiation. This effect limits the output power, affects the lifetime of the optical components and the maintenance cost of the laser. It can also cause serious safety problems. To address this issue and increase the lifetime of fused silica components, a laser process called "stabilization" is studied in this thesis, the aim being to treat the damage sites to stop their growth under repeated pulses for recycling damaged optics. This process consists of melting, followed by local evaporation by localized energy deposition by a CO₂ laser beam of the damage site. We focused particularly on the stabilization of silica components by a micromachining process using a CO₂ laser in order to treat millimeter size damages. This technique is based on fast micro-ablation of the silica during which the laser beam is scanned on the component surface to form an adjustable form of crater (typically conical) including the damaged site. A bench of experiments has been set up at the Fresnel Institute to develop and study this process. Various numerical and experimental works were also conducted to validate and optimize the technique. Our work has shown the efficiency of this micro-machining process by CO₂ laser to stop the growth of damage to several hundred microns wide and deep. To achieve this goal we relied on modeling of physical phenomena involved in stabilization experiments using the COMSOL Multiphysics simulation software. First, the thermal model developed in this thesis is used to calculate the temperature distribution in the material during laser irradiation with or without movement of the beam. Combined with a thermodynamic approach, these thermal simulations can describe the transformation of silica during irradiation and predict the morphology of craters formed in the glass. Secondly, the mechanical part of the model can simulate the position and value of residual stress generated in the material around the crater after the temperature rise followed by rapid cooling. Other experiments on the treatment of fractures related to polishing on silica surfaces, or manufacturing defects on silica gratings are covered in this manuscript.

Remerciements

Étape délicate que d'écrire des remerciements car il est probable que ce seront les seules pages intégralement lues par toutes les personnes ayant ce manuscrit en main. De plus, il n'est pas évident d'exprimer en seulement quelques lignes ma gratitude à toutes les personnes qui ont participé au bon déroulement et à l'aboutissement de mon travail de thèse.

J'aimerais tout d'abord remercier l'ensemble des membres du jury. Merci à Laurent Berthe et Bruno Le Garrec d'avoir accepté la charge d'être rapporteur de cette thèse. Merci également à Bruno Bousquet et Philippe Delaporte de bien vouloir juger ce travail.

Je remercie vivement mes deux directeurs de thèse, Laurent Gallais et Philippe Cormont pour leur confiance, leur implication et pour m'avoir guidé durant ces trois années. Merci Laurent pour ta disponibilité quotidienne, tes précieux conseils, d'avoir rythmer mon travail et de m'avoir permis de devenir plus autonome tout au long de ce travail de recherche. Philippe, merci pour tes nombreux conseils, ton soutien de chaque instant, pour les discussions par téléphone afin de "faire le point" et de m'avoir organisé de belles (et légères?) semaines lors de mes déplacements à Bordeaux.

Certains de mes travaux n'auraient probablement jamais abouti si je n'avais pas bénéficié de l'encadrement de Jean-Luc Rullier. Merci Jean-Luc pour ton perfectionnisme et ta rigueur, qui ont amené de nombreuses heures de discussions, d'expériences et de simulations, et qui m'ont fait constamment avancer et m'ont beaucoup apportés.

Je souhaiterais également remercier les membres du CEA CESTA avec qui j'ai eu l'occasion de travailler et discuter. Chacune de mes missions à Bordeaux fut enrichissante et très productive à l'avancement de ma thèse. Merci donc à Christel Ameil, Frédérique Audo, Stéphane Bouillet, Antoine Bourgeade, Sandy Cavaro, Roger Courchinoux, Thierry Donval, Gael Gaborit, David Hébert, Laurent Lamaignère, Mélanie Mangeant, Tony Maublanc, Emilia Monjou, Romain Parreault et Matthieu Veinhard. Merci également à Martin pour les sorties bordelaises!

Merci à mes collègues de l'Institut Fresnel : Serge Monneret pour les campagnes de mesure et Christophe Hecquet de m'avoir formé et aidé. Ma gratitude va également à l'ensemble des permanents de l'Institut Fresnel notamment administratifs et techniciens. Je tiens aussi à remercier les quatres stagiaires Quentin Bernaz, Guillaume Sepulcre, Mhamad Chrayteh et Alexandre Ollé avec qui j'ai travaillé et qui ont, en partie, contribué à ces travaux.

La dernière partie de ces remerciements est destinée aux personnes que j'ai pu côtoyer quotidiennement et avec qui j'ai passé de très bons moments : Marco le collègue de bureau, Dam - Be pour les débats "sans-fin", notamment avec Beaudier, Mael et Quentin. Bonne chance pour la fin de votre thèse les gars et merci pour les soirées foot / belote. Les "HS midi-café" avec David et Alex. Merci Romain pour les petits cafés du matin (qui m'ont

manqué ces derniers mois!), les sorties course à pied (M. le marathonien), ta précieuse aide et tes conseils qui m'ont beaucoup aidés.

Pour finir, mes pensées vont tout naturellement et tout particulièrement à ma famille et à mes amis (et Iota!). Enfin, merci Marine d'avoir subit les aspects les moins glorieux de ce travail et pour m'avoir supporté quotidiennement. Ton soutien a été essentiel.





Table des matières

Remerciements	4
Introduction générale	12
1 Introduction aux procédés laser CO₂ sur verre	14
1.1 Introduction	15
1.2 Le verre	15
1.2.1 Formation et définition	15
1.2.2 La transition vitreuse du verre	16
1.2.3 La silice	17
1.2.4 Propriétés générales	18
1.3 Les traitements laser CO ₂ sur silice	26
1.3.1 Principes de l'interaction laser CO ₂ /silice	27
1.3.2 Applications	28
1.4 Application à la stabilisation des dommages laser	33
1.4.1 Le Laser MegaJoule (LMJ)	33
1.4.2 Endommagement des composants en silice des lasers de puissance	34
1.4.3 La stabilisation par laser CO ₂ : un procédé pour recycler les optiques	40
1.4.4 Le procédé initial de stabilisation	43
1.4.5 Vers un procédé de micro-usinage	44
1.5 Conclusion	45
2 Développement d'un dispositif de stabilisation des dommages laser	46
2.1 Introduction	47
2.2 Le dispositif expérimental	47
2.2.1 La source laser et ses caractéristiques	48
2.2.2 Contrôle de la puissance déposée	50
2.2.3 Caractérisation du faisceau focalisé	52
2.2.4 Contrôle commande et synchronisation des éléments du dispositif	54
2.3 Outils classiques de caractérisations	58
2.3.1 Caractérisations in-situ	58
2.3.2 Caractérisations ex-situ	60
2.4 Caractérisation par microscopie de phase quantitative	65
2.4.1 Principe de la technique	65
2.4.2 Profilométrie	66
2.4.3 Mesures de biréfringence	71
2.5 Mesures de propagation	72

2.6	Tests de tenue au flux	73
2.7	Conclusion	75
3	Étude des interactions thermiques et thermo-mécaniques mises en jeu lors d'une irradiation par laser CO₂ sur un matériau de silice	77
3.1	Introduction	79
3.2	Description du modèle thermique 2D	79
3.2.1	Hypothèses, géométrie et maillage	79
3.2.2	Équation de la chaleur	80
3.2.3	Paramètres thermiques de la silice	81
3.3	Validation du modèle thermique 2D	82
3.3.1	Protocole expérimental	83
3.3.2	Mesure par thermographie infrarouge de la température	83
3.3.3	Choix des paramètres du modèle	84
3.4	Modélisation thermodynamique de la morphologie des sites créés par laser CO ₂	89
3.4.1	Calcul de la profondeur	89
3.4.2	Calcul de morphologie du cratère	94
3.5	Source de chaleur en mouvement, vers un modèle 3D	95
3.5.1	Modèle thermique 3D	95
3.5.2	Comparaison à l'expérience	97
3.6	Description du modèle thermo-mécanique 2D	98
3.6.1	Présentation du modèle	98
3.6.2	Validation du modèle, comparaison aux résultats expérimentaux	102
3.6.3	Distribution de température fictive	104
3.7	Mesure quantitative de la biréfringence	106
3.7.1	Approche expérimentale	107
3.7.2	Répétabilité des mesures	108
3.7.3	Comparaisons avec les simulations	109
3.8	Effets de recuits dans un four haute température sur la relaxation des contraintes	113
3.8.1	Description de la procédure expérimentale	113
3.8.2	Application aux sites traités par laser CO ₂	116
3.9	Conclusion	123
4	Développement de procédés de stabilisation de dommages	125
4.1	Introduction	126
4.2	La stabilisation de dommages micrométriques	126
4.2.1	La stabilisation de dommages micrométriques : un procédé basé sur deux irradiations successives	126
4.2.2	Influence du recuit isotherme par un four à haute température sur la résistance au flux laser	128
4.2.3	Stabilisation de rayures sur la surface des composants de silice	134
4.3	Le micro-usinage laser pour des dommages de dimensions millimétriques	140
4.3.1	Études préliminaires - Simulations	141
4.3.2	Formation de cône par micro-usinage laser	145
4.3.3	Caractérisation et morphologie des cônes	147

4.4	Validation et optimisation du procédé	150
4.4.1	Étude des déformations du front d'onde	151
4.4.2	Résistance au flux laser des sites stabilisés	159
4.4.3	Réparation de dommages laser nano-seconde	164
4.5	Refonte de défauts d'aspects des réseaux de diffraction du LMJ	172
4.5.1	Les défauts d'aspect	174
4.5.2	Refonte par laser CO ₂	174
4.5.3	Résistance au flux laser	178
4.5.4	Propagation	178
4.6	Conclusion	179
	Conclusion et perspectives	180
	Annexes	182
	Bibliographie	190

Introduction générale

Depuis son invention en 1960, le laser n'a eu de cesse de s'approprier de nouveaux domaines d'applications. Aujourd'hui, il est devenu incontournable pour les applications de notre quotidien (télécommunications, médecine, micro-électronique . . .). La puissance disponible et la facilité d'utilisation des lasers permet d'utiliser cet outil dans de nombreux secteurs industriels et de recherche. A la fin du XXème siècle, il est envisagé d'utiliser la capacité du laser à concentrer spatialement des densités de puissance très importantes afin de réaliser des expériences de fusion nucléaires contrôlées. C'est ainsi que des projets visant à étudier la fusion thermo-nucléaire par confinement inertiel ont vu le jour aux États-Unis avec le National Ignition Facility (NIF) et en France avec le Laser MegaJoule (LMJ). Les composants optiques présents sur le LMJ sont des composants essentiels de l'installation car ils permettent d'amplifier, de mettre en forme spatialement et temporellement et de transporter le faisceau laser jusqu'à la cible, située dans une chambre d'expérience. Or, l'une des principales difficultés rencontrées aujourd'hui dans le cadre du développement du LMJ est leur fragilité vis-à-vis du rayonnement laser intense qui les traverse, notamment dans l'ultraviolet à 355 nm. La résistance des matériaux est donc un point critique afin d'éviter l'endommagement des optiques soumis à de forts flux laser. Lorsqu'elle devient importante, cette dégradation physique des composants peut engendrer une diminution de leurs performances optiques.

Dans le cadre du LMJ, l'endommagement laser des composants optiques en silice en régime nanoseconde est en grande partie dû à la présence de défauts précurseurs, ayant différentes origines, sur lesquels s'initie l'endommagement. Une fois amorcés, ces dommages constituent une zone d'absorption de l'énergie laser et s'étendent lors d'illuminations successives, c'est-à-dire tir après tir. Initialement de dimensions micrométriques, un dommage amorcé peut rapidement atteindre une taille rendant le composant inutilisable. Bien que les fabricants de composants en silice ne cessent d'améliorer les procédés de fabrication, il n'est pas possible à ce jour d'éliminer complètement les défauts initiateurs de l'endommagement. Par ailleurs des défauts initiateurs peuvent être générés lors de l'utilisation du laser : contamination particulaire par exemple.

Différents procédés ont été étudiés pour "stabiliser" les dommages amorcés afin d'éviter leur croissance. L'une des méthodes les plus efficaces consiste à irradier la silice avec un laser CO₂ pour refondre et évaporer localement et former un cratère à la place de la zone endommagée. Depuis 2005, une collaboration entre l'Institut Fresnel et le CEA-CESTA est en place sur cette thématique. De nombreuses études expérimentales et théoriques ont été menées afin d'aboutir à un procédé fonctionnel permettant la stabilisation de dommages ayant une largeur et une profondeur de quelques dizaines de microns. Toutefois, ce procédé n'est pas adapté au traitement de dommages de dimensions supérieures et présente des inconvénients (éjection de débris, génération de contraintes mécaniques, mo-

dification de la planéité de la surface). Au cours de cette thèse, nous avons poursuivi les études sur la stabilisation par laser CO₂ de dommages laser nano-secondes sur silice dans le but de mettre en place un procédé permettant de traiter des dommages de dimensions millimétriques.

Ce manuscrit est structuré en quatre chapitres. Le chapitre 1 est une étude bibliographique du sujet introduisant les procédés laser CO₂ sur verre. Nous définissons le verre de silice ainsi que ses propriétés physiques principales mises en jeu lors de son interaction avec le rayonnement infrarouge lointain du laser CO₂. Quelques exemples d'applications industrielles et de recherches de traitements par laser CO₂ sur silice sont également présentés. Après une brève description du Laser MegaJoule, nous évoquons les différentes origines possibles de l'endommagement laser dans les composants optiques de silice ainsi que la problématique de la croissance des dommages. Enfin, nous introduisons le procédé de stabilisation par laser CO₂ pour dresser un bilan des études effectuées et introduire les enjeux de la thèse.

Le chapitre 2 est d'une part consacré à la description détaillée du dispositif expérimental de micro-usinage laser mis en place. Nous évoquons également les différents outils expérimentaux utilisés pour caractériser les zones affectées (thermiquement et mécaniquement) par le procédé laser. D'autre part, nous montrons le développement d'un moyen de caractérisation par microscopie de phase quantitative permettant un contrôle *in-situ* du procédé laser et des mesures quantitatives de biréfringence induite par les contraintes mécaniques. Enfin, nous décrivons les procédures expérimentales utilisées lors des mesures de tenue au flux et de propagation de faisceau effectuées au CEA.

Le chapitre 3 est dédié à l'étude des interactions thermiques et thermo-mécaniques mises en jeu lors du procédé par laser CO₂ sur silice. Ces travaux théoriques ont mené au développement d'un modèle numérique prenant en compte l'échauffement de la silice, l'éventuelle évaporation ainsi que la formation de contraintes. Les simulations, nous permettant de mieux appréhender les phénomènes physiques, ont été confrontées à des résultats expérimentaux afin de valider et de faire évoluer notre modèle. Dans un second temps, nous présentons les travaux expérimentaux et numériques menés sur les traitements thermiques appliqués aux sites traités par laser CO₂ pour améliorer leur résistance à l'endommagement laser.

Le développement du nouveau procédé de stabilisation, visant à traiter des dommages de dimensions millimétriques, par micro-usinage est présenté dans le chapitre 4. Dans un premier temps, Nous revenons sur les procédés développés et maîtrisés au cours de ces dernières années (par la collaboration entre l'Institut Fresnel et le CEA-CESTA) afin de définir leurs limites et les besoins auxquels répondra la nouvelle méthode. Nous présentons les différentes études qui ont été menées au cours de cette thèse pour optimiser, à travers des critères de validation (résistance à l'endommagement laser, maîtrise des déformations du front d'onde), le procédé de micro-usinage par laser CO₂. Nous appliquons et testons notre méthode sur des sites endommagés, représentatif des dommages réels qu'il est possible d'obtenir sur les composants en silice du LMJ. Enfin, d'autres expériences concernant le traitement de défauts de fabrication de réseaux de silice sont abordés dans ce manuscrit.

Chapitre 1

Introduction aux procédés laser CO₂ sur verre

Sommaire

1.1	Introduction	15
1.2	Le verre	15
1.2.1	Formation et définition	15
1.2.2	La transition vitreuse du verre	16
1.2.3	La silice	17
1.2.4	Propriétés générales	18
1.3	Les traitements laser CO₂ sur silice	26
1.3.1	Principes de l'interaction laser CO ₂ /silice	27
1.3.2	Applications	28
1.4	Application à la stabilisation des dommages laser	33
1.4.1	Le Laser MegaJoule (LMJ)	33
1.4.2	Endommagement des composants en silice des lasers de puissance	34
1.4.3	La stabilisation par laser CO ₂ : un procédé pour recycler les optiques	40
1.4.4	Le procédé initial de stabilisation	43
1.4.5	Vers un procédé de micro-usinage	44
1.5	Conclusion	45

1.1 Introduction

Les procédés laser sur matériau font appel à plusieurs domaines de la physique. Il est donc justifié de s'intéresser aux bases fondamentales de l'interaction laser-matière. Plus particulièrement, nous présenterons en premier lieu, les phénomènes physiques rencontrés lors d'une irradiation par un laser spécifique, de type CO₂, sur un matériau de verre. Pour cela, nous définirons la nature des verres, leur fabrication et un phénomène rencontré lors de leur formation : la transition vitreuse. Par la suite, nous présenterons les propriétés physiques (optiques, thermiques et mécaniques) nécessaires à la compréhension des procédés par laser CO₂. Les principales applications aux traitements par laser CO₂ sur silice sont données. La seconde partie de ce chapitre est consacrée à l'application liée au contexte de nos travaux : la stabilisation de dommages laser. Nous décrirons le Laser MegaJoule (LMJ) afin de définir l'une des principales difficultés rencontrées sur ce type d'installation : l'endommagement laser des composants optiques. Les origines et les mécanismes de l'endommagement laser silice seront ainsi abordés. Enfin, la technique permettant de palier au problème de la croissance des dommages laser, dite de "stabilisation par laser CO₂", sera présentée. Nous reviendrons brièvement sur les études déjà menées par l'Institut Fresnel et le CEA-CESTA afin de définir les objectifs de cette thèse.

1.2 Le verre

1.2.1 Formation et définition

Le terme verre peut prendre des significations variées. Dans le langage courant, il sert à désigner un matériau fragile et transparent. Dans le langage scientifique, sa portée est plus vaste mais aussi plus difficile à définir avec précision et sujette à évolution. Les verres sont essentiellement des solides non cristallins obtenus par figeage de liquides surfondus. De nombreuses substances peuvent se solidifier sous cette forme. Ainsi, ceci a conduit Tammann [1] à introduire l'existence d'un état vitreux de la matière condensée.

Le figeage d'un liquide n'est pas le seul mode d'obtention de solides non cristallins : de nombreux procédés conduisent à des solides impossibles à obtenir à partir des liquides. Il est important de noter que tout solide non cristallin n'est cependant pas un verre (par exemple le cas d'un gel).

Un solide non cristallin peut être obtenu par trois voies différentes : en conservant le désordre structural d'une phase liquide mais également en profitant du caractère désordonné d'une phase gazeuse ou en désorganisant une phase cristalline.

Formation à partir d'une phase gazeuse ou solide

La condensation d'une vapeur sur une paroi portée à une température suffisamment froide pour bloquer les mouvements des atomes peut conduire à la formation d'une structure désordonnée, sous la forme d'une couche mince non cristalline. Par ailleurs, les dépôts chimiques à partir d'une phase vapeur consistent à provoquer une réaction chimique avec dépôt sur une paroi chaude.

Il est également possible de désorganiser un cristal par irradiation massive (avec des particules α par exemple) ou par une onde de choc provoquant des élévations de pression

de quelques 10^{10} Pa.

Formation à partir d'une phase liquide

La grande majorité des liquides cristallisent rapidement au passage par le point de fusion (solidification) et ceci même si la vitesse de refroidissement est élevée. Il existe cependant des substances dont la viscosité augmente progressivement, lorsqu'on abaisse la température, et qui finissent par se figer sans cristalliser. On dit dans ce cas que le liquide a formé un verre, qu'il a vitrifié ou encore qu'il est passé à l'état vitreux. Ce passage de l'état liquide à l'état vitreux est progressif et continu. Il n'y a pas dans le verre d'arrangement régulier d'un même motif, caractéristique du cristal.

L'aptitude à la vitrification ne dépend pas uniquement de la nature chimique des produits mais aussi de la vitesse à laquelle le liquide sera refroidi, c'est-à-dire la vitesse de trempe. Si certains liquides s'accommodent même de vitesses lentes, d'autres nécessitent des vitesses de trempe élevées ($\approx 10^6$ K/s), c'est le cas des alliages métalliques pouvant former des verres.

Définition du verre

La description des moyens de formation des solides non-cristallins nous amène à la définition du verre : "un verre est un solide non-cristallin présentant le phénomène de transition vitreuse" (l'état physique correspondant est appelé état vitreux).

Cette définition n'impose aucune restriction quant à la manière dont est obtenu le matériau vitreux mais elle permet d'écarter les amorphes qui sont des solides non-cristallins pour lesquels le désordre structural est en majeure partie associé à une technique de synthèse ou une action extérieure.

1.2.2 La transition vitreuse du verre

Nous avons vu que la manière classique et la plus utilisée de produire du verre consiste à refroidir un liquide suffisamment rapidement pour que la cristallisation n'ait pas le temps de se produire. Ce processus est illustré par la figure 1.1 : l'évolution d'une variable thermodynamique telle que l'enthalpie H est étudiée en fonction de la température.

Un liquide à une température élevée se contracte lorsque sa température baisse. Lorsqu'est atteint le point de fusion T_f , représenté sur la figure 1.1, deux phénomènes peuvent se produire :

- pour un traitement de durée infinie, le liquide sera transformé en un cristal dont l'enthalpie est bien plus faible que celui du liquide surfondu correspondant.
- si le refroidissement est continu et rapide, le liquide passe dans un domaine de température où il se trouve dans un état de surfusion. A partir de cet état, il va ensuite progressivement se figer et atteindre l'état de verre à température ambiante.

Ce passage continu du liquide surfondu au verre est appelé domaine de transition vitreuse. La température de transition vitreuse est notée T_g .

Notons qu'à pression constante, la position du point de transition T_g n'est pas fixe, comme c'est le cas de T_f , mais varie légèrement avec la vitesse à laquelle le liquide est refroidi. Plus la vitesse de refroidissement est élevée, plus la transformation s'effectue à

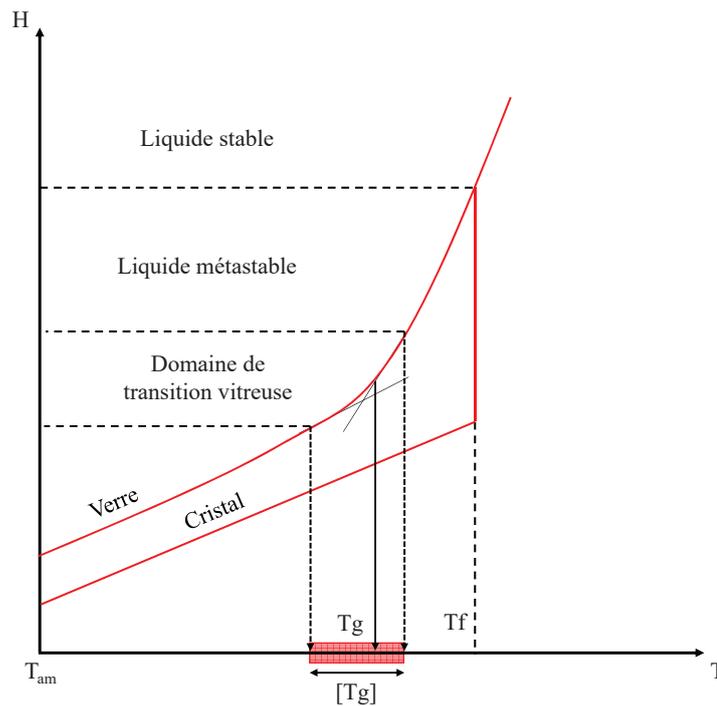


FIGURE 1.1 – Évolution de l'enthalpie en fonction de la température depuis le liquide stable jusqu'au verre.

haute température. L'inverse est vrai pour un refroidissement lent. On définit ainsi l'intervalle de transition, noté $[T_g]$, dont les bornes supérieure et inférieure sont respectivement déterminées par les vitesses de refroidissement les plus élevées et les plus lentes.

1.2.3 La silice

La silice à l'état naturel est très abondante sous forme de cristaux de quartz. Au-delà de 2100 K, on obtient un liquide qui, refroidi rapidement, donnera naissance à un verre de silice vitreuse. La silice vitreuse, appelé quartz fondu, possède une structure à base de tétraèdres (SiO_4) formant un réseau tridimensionnel désordonné (figure 1.2 (b)).

Un verre de silice est caractérisé par sa qualité optique, son taux d'impureté et sa teneur résiduelle en eau. Sa masse volumique est très faible $\rho = 2200 \text{ kg/m}^3$. Il possède également une bonne transparence dans l'ultraviolet. Son coefficient de dilatation thermique très faible ($\alpha = 5.5 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$) lui confère une bonne tenue au choc thermique.

Le point de fusion de la silice étant très élevé ($T_f \approx 1800 \text{ K}$), il est difficile et coûteux de produire ce verre par des techniques de fusion/refroidissement. Si l'on ajoute au quartz des "fondants", type oxydes alcalins ou alcalino-terreux, il est possible d'abaisser notablement la température nécessaire à l'obtention d'un liquide homogène et transparent. Cependant, ils diminuent la durabilité chimique du verre de silice. De nombreuses méthodes synthétiques (hydrolyse, pyrolyse, dépôt chimique en phase vapeur (CVD)) sont utilisées pour fabriquer du verre de silice avec un haut taux de pureté ($SiO_2 > 99\%$) [2].

Les verres de silice sont classés en quatre catégories, selon leur méthode de synthèse

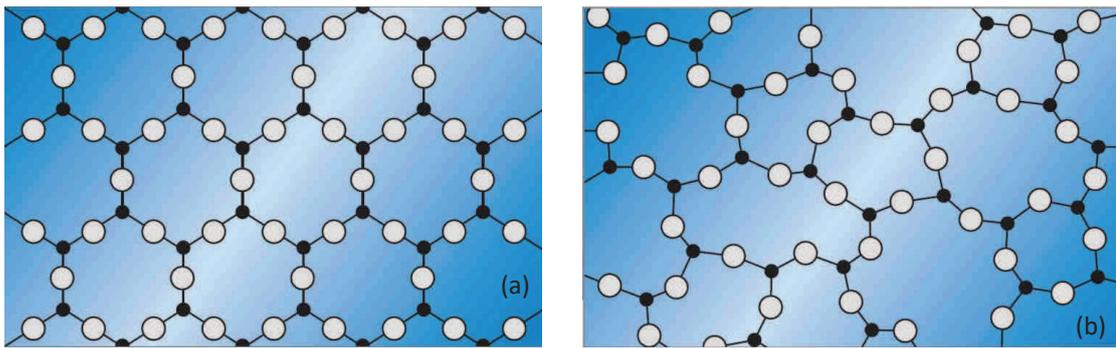


FIGURE 1.2 – Représentation schématique d’un réseau de SiO_2 ordonné (a) et désordonné (b).

[3] :

- Le verre de silice de type I est produit à partir de quartz naturel par fusion électrique sous vide ou sous atmosphère contrôlée. Sa teneur en ions Hydroxyle (OH) est faible (< 5 ppm) mais il contient des impuretés métalliques (Al ou Na)
- La silice de type II est obtenue à partir de quartz naturel par fusion dans une flamme (procédé de Verneuille). Dans ce cas, les impuretés métalliques sont inférieures à celles obtenues avec la silice de type I. En revanche, les conditions de fabrication (présence d’hydrogène et d’oxygène) provoquent une teneur en ion OH allant de 150 à 400 ppm.
- Le type III est une synthèse de verres de silice produits par hydrolyse de SiCl_4 (pulvérisation dans une flamme oxygène-hydrogène). Ce type ne contient quasiment aucune impureté métallique mais a un haut taux de OH (de l’ordre de 1000 ppm) ainsi qu’une teneur en chlore de 100 ppm.
- La silice de type IV est obtenue par un procédé très proche de celui utilisé pour le type III. Celle ci contient très peu d’hydroxyle (< 1 ppm) et 200 ppm de chlore.

La teneur en OH joue un rôle significatif dans la détermination des propriétés thermo-mécaniques de la silice fondue. Par exemple, une silice avec un faible taux en OH aura une viscosité dynamique de $\mu = 10^{13}$ Pa.s à 1700 K alors qu’elle est de seulement 10^{11} Pa.s pour une silice à haute teneur en OH [4].

1.2.4 Propriétés générales

Dans cette partie, nous décrirons les propriétés physiques générales mises en jeu lors d’un traitement par laser CO_2 sur un verre de silice. Nous détaillerons notamment les propriétés thermiques, optiques et mécaniques afin de faciliter la compréhension des phénomènes observés et les résultats décrits dans les chapitres suivants.

Propriétés thermiques

Les deux propriétés thermiques essentielles des verres sont : la chaleur spécifique et la conductivité thermique. Elles dépendent fortement de la température et jouent un rôle important dans les applications pratiques, comme les traitements par laser CO_2 .

La chaleur spécifique mesure la quantité d'énergie thermique nécessaire pour changer la température du matériau. Jointe à la conductivité thermique, elle détermine la vitesse de changement de température du verre.

La chaleur spécifique à pression constante C_p [$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$] et à volume constant C_v sont liées entre elles :

$$C_p = C_v + \frac{\alpha^2 V_m T}{\beta} \quad (1.1)$$

où α [K^{-1}] est le coefficient de dilatation volumique, β [Pa^{-1}] la compressibilité et V_m [$\text{m}^3\cdot\text{mol}^{-1}$] le volume molaire à une température T [K]. Pour la silice à température ambiante, C_p vaut $740 \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. La dépendance en température sera donnée et discutée par la suite (dans le chapitre 3). De plus, nous nous intéresserons uniquement à la chaleur spécifique à pression constante C_p (où capacité calorifique à pression constante).

La chaleur spécifique à pression constante C_p détermine la quantité de chaleur Q [J] à apporter, par échange thermique, pour élever la température d'un certain intervalle ΔT d'un matériau de masse m [kg] tel que :

$$C_p = \frac{Q}{m\Delta T}. \quad (1.2)$$

La conductivité thermique k [$\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$] traduit la capacité d'un matériau à conduire la chaleur. L'équation :

$$\frac{1}{A} \frac{dQ}{dt} = -k \frac{dT}{dx} \quad (1.3)$$

définit un flux $\frac{1}{A} \frac{dQ}{dt}$ [$\text{J}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$], s'écoulant perpendiculairement à travers une surface A , proportionnel au gradient de température $\frac{dT}{dx}$ dans la direction de l'écoulement. La constante de proportionnalité est la conductivité thermique k . Dans le cas d'un verre, la conduction de chaleur est principalement liée aux phonons. Dû à l'arrangement irrégulier des atomes, les phonons transmis à travers la structure sont dispersés, de sorte que la conductivité thermique des verres est plus faible que celle des cristaux de même composition [5]. A température ambiante, la conductivité thermique du verre de silice est de $1,3584 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$.

Propriétés optiques

L'intérêt des verres en optique est lié à certaines caractéristiques qui leur sont propres : homogénéité élevée, isotropie, possibilité d'obtenir des pièces de grandes dimensions (utilisées pour le Laser MegaJoule décrit dans la section 1.4.1 de ce chapitre), contrairement aux cristaux. Dans la grande majorité des cas, seul l'ordre à courte distance conditionne les phénomènes optiques. C'est pourquoi, les verres ont des propriétés optiques similaires à celles des cristaux de même composition chimique et n'ont pas les inconvénients de ceux-ci.

Les propriétés optiques des verres sont basées sur l'interaction du milieu avec les ondes électromagnétiques. On définit l'indice de réfraction complexe n^* :

$$n^* = n_r - i n_i \quad (1.4)$$

où n_r est la partie réelle de l'indice de réfraction, dépendante de la longueur d'onde (figure 1.3), et n_i sa partie imaginaire (également appelée coefficient d'extinction).

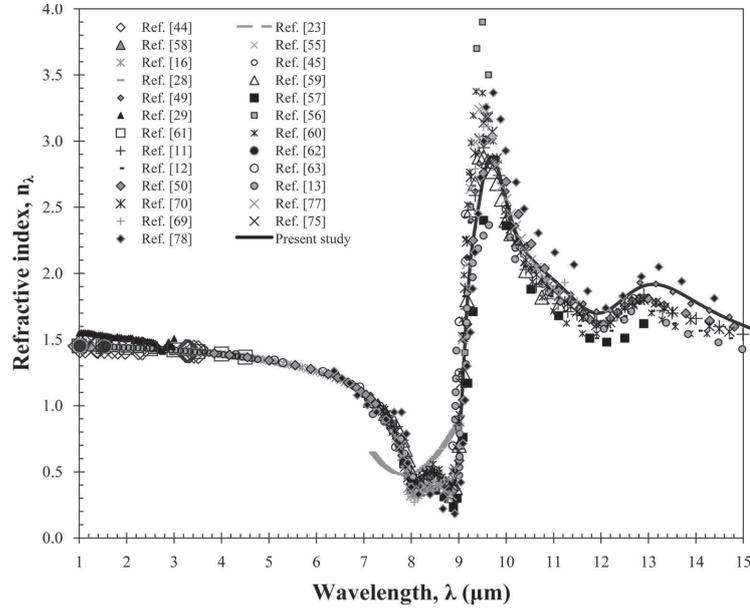


FIGURE 1.3 – Variation de la partie réelle de l'indice de réfraction de la silice selon plusieurs sources et regroupées par Kitamura *et al.* [6]

L'atténuation à la propagation dans un matériau est définie par la loi de Beer Lambert :

$$\frac{I}{I_0} = \exp(-\alpha z) \quad (1.5)$$

avec I_0 l'intensité d'un rayon entrant dans un volume, défini à l'intérieur du verre, d'épaisseur z et I l'intensité du rayon émergeant. On appelle α [m^{-1}] le coefficient d'absorption lié au coefficient d'extinction n_i par :

$$\alpha = \frac{4\pi}{\lambda} n_i(\lambda) \quad (1.6)$$

Le coefficient d'absorption α caractérise le niveau d'absorption du matériau et est dépendant de la longueur d'onde λ [6] (figure 1.4). Il est commun d'utiliser le terme de "profondeur de pénétration du rayonnement" qui est l'inverse de α .

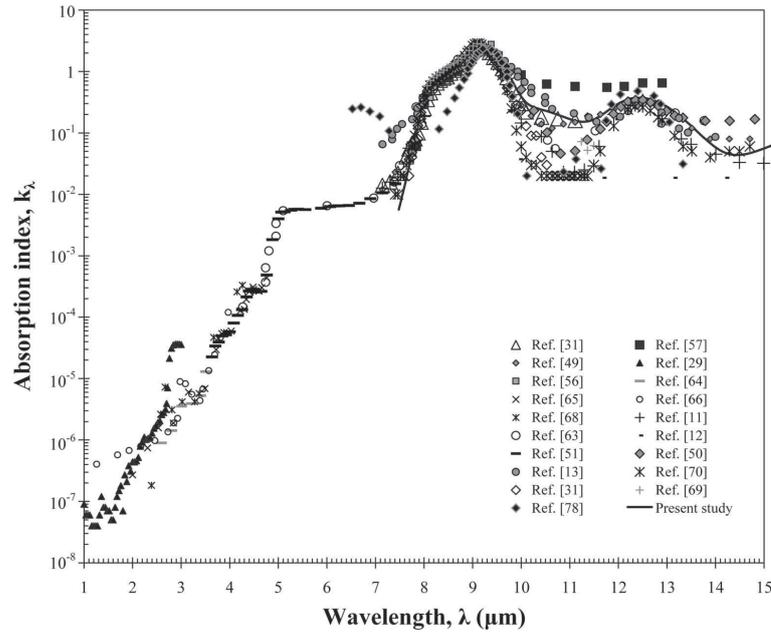


FIGURE 1.4 – Variation du coefficient d'absorption de la silice selon plusieurs sources et regroupées par Kitamura *et al.* [6]

La forte absorption optique dans l'IR ouvre la possibilité pour l'usinage de ces matériaux à l'aide de lasers appropriés, type CO₂. Une discussion plus détaillée du traitement des verres par laser CO₂ est présentée dans la section 1.3.

Dans certaines conditions, les verres peuvent devenir anisotropes. En effet, une biréfringence peut être obtenue dans le matériau à l'application de contraintes mécaniques. La vitesse de propagation, donc l'indice de réfraction n , dépend de l'orientation du plan de polarisation. Cet effet peut être illustré sur la figure 1.5 : un matériau de silice amorphe, sous l'action d'une contrainte axiale σ_z , se comporte comme un milieu uniaxe. Il subit une déformation caractérisée par une matrice (d) dont l'intensité est de d_0 dans une direction telle que :

$$\begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ d_0 \end{pmatrix}$$

En considérant la matrice photo-élastique de la silice amorphe (p) [7] :

$$\begin{pmatrix} p_{11} & p_{12} & p_{12} & 0 & 0 & 0 \\ p_{12} & p_{11} & p_{12} & 0 & 0 & 0 \\ p_{12} & p_{12} & p_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & p_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & p_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & p_{44} \end{pmatrix}$$

avec $p_{44} = \frac{1}{2}(p_{11} - p_{12})$
il vient [7] :

$$\begin{cases} n_x = n - \frac{1}{2}n^3 p_{12} d_0 \\ n_y = n - \frac{1}{2}n^3 p_{12} d_0 \\ n_z = n - \frac{1}{2}n^3 p_{11} d_0 \\ n_{xy} = n_{yz} = n_{xz} = 0 \end{cases}$$

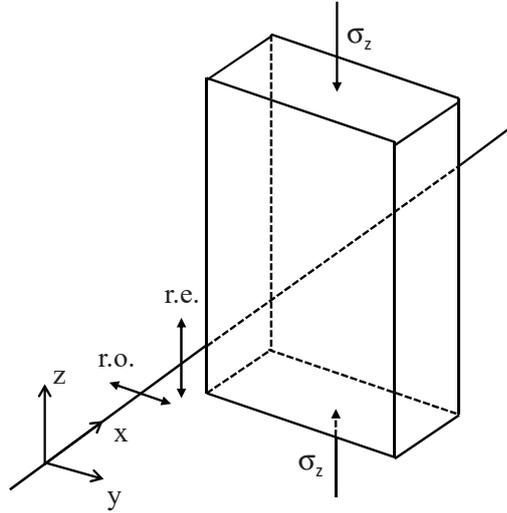


FIGURE 1.5 – Effet élasto-optique. r.e. : rayon extraordinaire et r.o. : rayon ordinaire.

Si l'on considère des rayons perpendiculaires à σ_z , leurs vitesses suivant l'axe de polarisation perpendiculaire à σ_z (rayon ordinaire) et parallèle à σ_z (rayon extraordinaire) varieront. Le verre, devenu anisotrope uniaxe, aura deux indices de réfraction et la birefringence (qui peut être positive ou négative) est définie par :

$$B = \Delta n = \frac{1}{2}n^3(p_{12} - p_{11})d_0 \quad (1.7)$$

avec, dans le cas d'un matériau de silice fondue, $p_{11}=0,121$ et $p_{12}=0,270$ à 633 nm.

Propriétés mécaniques

Une dilatation du matériau de verre, d'origine thermique, peut produire des contraintes qui influencent les propriétés mécaniques du matériau de verre. Une augmentation du volume avec la température est principalement déterminée par l'augmentation d'amplitude des vibrations atomiques autour d'une position moyenne. Ainsi, le coefficient de dilatation thermique, noté α_d [K^{-1}], traduit le changement de taille d'un solide quand le matériau est soumis à un changement de température, à pression constante, et est défini comme :

$$\alpha_d = \frac{1}{V} \left(\frac{\partial V}{\partial T} \right)_P \quad (1.8)$$

où V est le volume du solide et $\frac{\partial V}{\partial T}$ le taux de volume qui a subi le changement, à pression constante P .

D'autre part, pour des températures inférieures au point de transition T_g , le verre se comporte mécaniquement comme un solide élastique. Pour des températures suffisamment élevées, il possède des propriétés de liquide visqueux. Contrairement aux solides cristallins, le passage d'un comportement à l'autre est continu : le phénomène de ramollissement est continu. Dans le domaine intermédiaire, particulièrement important pour les applications, les verres montrent un comportement visco-élastique.

La déformation d'un solide, sous l'action d'une force, est dite élastique si elle est complètement réversible. A l'inverse, si la déformation est permanente, on parle de déformation plastique ou fluage. Dans le cas d'une déformation réversible, on admet la proportionnalité des déformations aux contraintes : ceci constitue la loi de Hooke. Différents modules sont définis, et schématisés par la figure 1.6 selon les contraintes appliquées :

- Les contraintes longitudinales : dans le cas d'un solide de longueur l_0 et soumis à une contrainte axiale σ_a , on définit le module d'Young E [Pa] :

$$E = \frac{\sigma_a}{\epsilon} \quad (1.9)$$

avec $\epsilon = \frac{\Delta l}{l_0}$ la déformation subie.

Dans ce cas, on considère que les faces latérales sont libres. Le solide subit simultanément une variation relative de sa dimension transversale $\frac{\Delta d}{d_0}$. On définit ainsi le nombre de Poisson μ :

$$\mu = \frac{\Delta d}{d_0} / \frac{\Delta l}{l_0} \quad (1.10)$$

- Sous l'action d'une contrainte tangentielle σ_t (ou de glissement), le solide subit une déformation angulaire γ proportionnelle à σ_t tel que :

$$G = \frac{\sigma_t}{\gamma} \quad (1.11)$$

avec G [Pa] le module de cisaillement.

- Dans le cas où l'on applique une pression isotrope p , le solide subit une variation relative de volume. On définit ainsi le module volumique K [Pa] par la relation :

$$\beta = -p / \frac{\Delta V}{V} \quad (1.12)$$

Notons que l'unité de K est le Pascal et la compressibilité β [Pa^{-1}] est l'inverse de K .

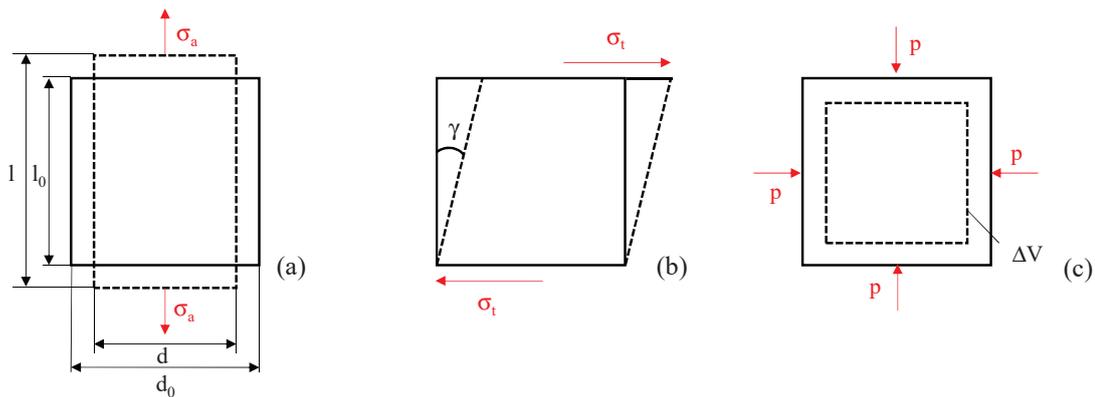


FIGURE 1.6 – Représentation des modules élastiques : (a) contrainte longitudinale, (b) contrainte tangentielle et (c) pression isotrope.

Il est possible de caractériser le comportement d'un solide isotrope (comme le verre) par deux de ces paramètres. En effet, on montre que E , μ , G , et K sont liés par les relations suivantes :

$$E = 2(1 + \mu)G \quad (1.13)$$

$$E = 3(1 - 2\mu)K \quad (1.14)$$

La résistance qu'oppose un fluide sous l'action d'une force qui tend à le mettre en mouvement caractérise sa viscosité. La viscosité dépend de la nature et de la structure du matériau. C'est une propriété capitale dans la préparation des verres et leur mise en forme [8]. Elle détermine les paramètres tels que les conditions de fusion, la température de recuit ou encore la vitesse de cristallisation. Le coefficient de viscosité η a comme unité de mesure le pascal.seconde (Pa.s) ou le poiseuille (PI) avec $1 \text{ Pa.s} = 10 \text{ PI}$. Dans le cas d'un procédé par laser CO_2 , elle joue également un rôle très important, comme par exemple dans la fabrication de fibre optique [9].

La viscosité varie fortement avec la température. Elle peut varier de 10^{14} Pa.s à température ambiante jusqu'à moins de 10^2 Pa.s à des températures où le verre commence à s'évaporer. Dans la pratique, certains intervalles de viscosité ont une importance particulière, il a ainsi été convenu d'adopter une série de niveaux de viscosité standardisés [10] délimités par des points fixes dont les principaux sont présentés le tableau 1.1.

TABLE 1.1 – Définition des points fixes

Désignation	Viscosité η (Pa.s)
Température de fusion	10^1
Température de travail	10^3
Température de ramolissement	$10^{6,6}$
Température de recuit	10^{12}
Température de déformation	$10^{13,5}$

La viscosité de nombreux verres peut être décrite par l'équation d'Arrhenius [11] :

$$\eta(T) = A \exp\left(\frac{B}{RT}\right) \quad (1.15)$$

où A est une constante, B [J.mol⁻¹] l'enthalpie d'activation, R la constante des gaz parfaits et T la température.

Si l'on prend l'exemple de la silice fondue, Doremus [12] donne une définition de la viscosité η [Pa.s] tel que :

$$\eta(T) = 3,8 \cdot 10^{-14} \exp\left(\frac{712000}{RT}\right) \text{ pour } 1273\text{K} < T < 1673\text{K} \quad (1.16)$$

$$\eta(T) = 5,8 \cdot 10^{-8} \exp\left(\frac{5154000}{RT}\right) \text{ pour } 1673\text{K} \leq T < 2755\text{K} \quad (1.17)$$

Cependant, on trouve expérimentalement que le coefficient de viscosité des verres suit ce type d'équation 1.15 dans des intervalles de température limités. Une description plus précise basée sur une équation à trois paramètres (indépendant de la température) A , B et T_0 , dite de Vogel-Fulcher-Tammann, peut également être utilisée :

$$\eta(T) = A + \log\left(\frac{B}{T - T_0}\right) \quad (1.18)$$

Si l'on considère un verre de silicate de bore, les trois paramètres sont : $A = -2,560$, $B = 4852$ et $T_0 = 192,5$ °C [13]. La figure 1.7 représente le tracé de la viscosité pour un verre de silice fondue (à partir de 1.15) et de silicate de bore (à partir de 1.18). On remarque que la silice fondue est difficile à façonner du fait que son point de travail se situe à très haute température.

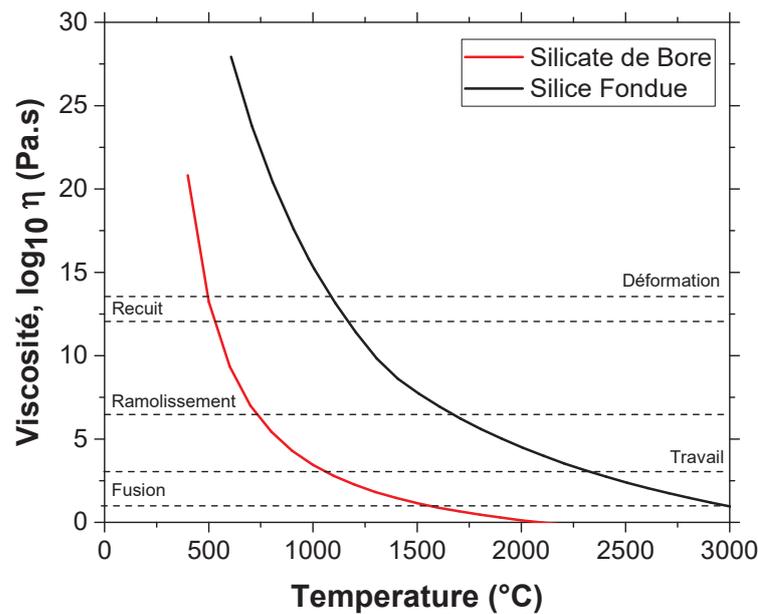


FIGURE 1.7 – Viscosité en fonction de la température dans le cas d’un verre de silice fondue et de silicate de bore. Les températures de fusion, travail, ramollissement, recuit et déformation des verres sont indiquées.

Le concept de température fictive (notée T_f) a été introduit afin de rendre compte de l’état structural du verre par Tool en 1946 [14]. La température fictive T_f , comprise dans le domaine de transition vitreuse [T_g] (figure 1.1), est la température qu’avait le verre lorsqu’il a été figé lors du refroidissement et de l’augmentation rapide de sa viscosité. Selon la vitesse de refroidissement du verre dans le domaine de transition, le matériau peut avoir des valeurs différentes de température fictive : un verre refroidit rapidement possède une température fictive supérieure au même verre refroidit plus lentement.

Théoriquement, la valeur de la température fictive peut varier entre les températures de déformation et de ramollissement (pour des verres particuliers [15]). Cependant, du fait des températures de refroidissement lentes, les verres commerciaux ont des températures fictives allant du point de déformation au point de recuit. Cette valeur peut être augmentée en appliquant un chauffage à une température inférieure à la température de recuit du verre couplé à un refroidissement très rapide : ce phénomène est possible avec un procédé laser.

1.3 Les traitements laser CO₂ sur silice

Développé dans les années en 1960 par Patel [16], le laser CO₂ est à ce jour l’une des sources IR la plus développée industriellement et ses applications sont des plus variées, notamment pour usiner des matériaux.

1.3.1 Principes de l'interaction laser CO₂/silice

Les transitions entre niveaux rotationnels vibrationnels de la molécule CO₂ correspondent à de nombreuses émissions infrarouges à des longueurs d'ondes comprises entre 9 et 11 μm . Le laser CO₂ possède un très bon rendement et permet d'obtenir de fortes puissances crêtes, en régime déclenché, ou développe une importante énergie laser en régime de fonctionnement continu ou quasi continu. Cette diversité s'explique par le fait qu'il existe plusieurs types distincts de laser CO₂ qui partagent le même milieu actif mais qui diffèrent dans leur structure interne.

Le milieu actif d'un laser CO₂ est généralement constitué d'un mélange de dioxyde de carbone, d'azote et d'hélium. L'enceinte, contenant ce mélange de gaz, est soumise à une décharge électrique et émet spontanément un rayonnement. Le milieu gazeux à gain est placé entre deux miroirs faisant office de cavité. Ces miroirs peuvent être en acier inoxydable poli et revêtu d'une couche d'or qui présente un coefficient de réflexion supérieur à 98 % à 10 μm . Deux électrodes permettent d'exciter le mélange gazeux. Les importantes énergies (puissance moyenne) mises en jeu pour l'excitation du milieu gazeux imposent donc l'emploi d'un système de refroidissement efficace. Celui-ci est généralement réalisé par circulation d'eau autour du tube.

Quand un faisceau laser CO₂ est envoyé sur un matériau de silice fondue, celui-ci peut subir des transitions de phases entre solide, liquide et gazeux en fonction de la température et de la pression générées par le faisceau incident. La transformation de l'état de verre peut conduire à des changements de sa structure et de ses propriétés physiques.

En fonction des propriétés optiques du matériau à la longueur d'onde considérée, une partie de la puissance incidente va être réfléchiée ou absorbée sur une certaine profondeur. Compte tenu du coefficient d'absorption, la profondeur de pénétration du rayonnement est de l'ordre de 10 μm . L'absorption de la puissance va conduire à une source de chaleur localisée près de la surface.

La surface d'un matériau de verre affectée par une irradiation par laser subit des déformations permanentes sous la forme d'ondulations, de bosses ou de cratères. En effet, l'absorption de l'énergie délivrée dans le matériau lors de l'irradiation laser entraîne la formation d'un gradient de température. Si l'irradiation laser est assez intense, le matériau atteindra sa température de vaporisation et passera directement de l'état solide à l'état gazeux. Cet effet est appelé ablation laser. Il y aura formation d'un cratère. Pour des températures en dessous du seuil d'ablation, le verre va fondre et créer une phase liquide et d'éventuels effets liés à des tensions de surface conduisant à des déformations. Après refroidissement, des modifications de température fictive, de densités et des contraintes thermomécaniques sont également présentes dans le matériau.

Dans le cas d'une irradiation par laser CO₂ sur verre sans éjection de matière, l'augmentation de la température génère des changements de viscosité tels que nous les avons décrits. Les caractéristiques physiques du matériau seront modifiées [17]. En effet, la zone affectée thermiquement par le tir laser, matérialisée par le changement de température fictive du matériau (notion définie dans la partie 1.2.4), affecte son état micro-structural. Ceci implique une modification des propriétés physiques et chimiques. Dans le cas de la silice fondue, on observe une augmentation de la densité [18], de l'indice de réfraction [19] et du module d'Young [20] avec l'augmentation de la température fictive. En effet, Shelby a montré [18] une différence de 5 ppm de la densité entre une température fictive de 1000 °C et 1600 °C. Une restauration partielle des propriétés peut être obtenue par un

procédé dit de recuit (dont nous présentons nos études dans le chapitre 3).

1.3.2 Applications

De nombreuses applications scientifiques et industrielles utilisent la forte puissance disponible par le laser CO₂, combinée à l'absorption élevée de la silice à cette longueur d'onde. Cette partie décrit quelques applications. Nous présentons l'utilisation de cette technique pour la fabrication de micro-composants optiques et de fibres optiques. Le polissage et l'usinage par laser CO₂ sont également présentés. Nous terminerons par une application visant le domaine de l'holographie optique.

Fabrication de micro-optiques

Pour la fabrication de micro-composants optiques, la fonte de verre par laser CO₂ a été proposée [21]. En effet, les micro-lentilles sont utilisées pour connecter les sources de lumières à des détecteurs ou des modulateurs, de petites dimensions, ou bien à des fibres optiques. C'est à partir de tiges de verre, qu'il est possible d'obtenir des lentilles de formes différentes ayant des dimensions allant de quelques dizaines de micromètres à plusieurs millimètres. Cette technique est basée sur la fonte et le ramollissement du verre de silice. Pour obtenir une lentille sphérique, le faisceau laser est envoyé sur le bout d'une tige de verre. Quand la température de ramollissement est atteinte, une lentille de forme sphérique se forme par tension de surface. Sur la figure 1.8, (a) représente la tige avant le tir par laser CO₂, (b) une lentille de forme sphérique de diamètre environ 35 μm . Notons que dans le cadre de ces applications, les paramètres d'irradiations sont sélectionnés afin d'atteindre les températures de déformation voire de ramollissement de la silice. Typiquement, le temps d'irradiation (Δt) est de l'ordre de la seconde, le faisceau laser (Φ) de dimension millimétrique pour une puissance délivrée (P) de quelques watts.

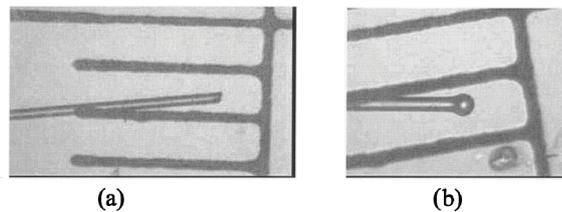


FIGURE 1.8 – (a) Cylindre de verre avant le procédé par laser CO₂. (b) le même cylindre après le tir : la lentille de forme sphérique est formée. La distance entre deux traits est de 100 μm . (Source [21])

L'ablation de matière par laser CO₂ a également été étudié dans le cadre de fabrication de micro-optiques appliquée au développement d'optique intégrée de petites dimensions. En 2002, Markillie *et al.* ont mis en place une technique d'évaporation de silice [22]. Les durées d'irradiations utilisées varient de quelques dizaines jusqu'à la centaine de micro-seconde (les fluences mises en jeu vont de 25 à 100 J/cm²). Dans le but d'optimiser le procédé d'ablation par laser CO₂, les seuils d'ablation et de fusion ont été étudiés en fonction de la durée d'irradiation. Ces études préliminaires ont permis à la communauté

scientifique, travaillant dans ce domaine, de concevoir des micro-composants complexes tel que des guides d'ondes multimodes (figure 1.9) (Multimode Interference, MMI). L'équipe de Vasquez a également utilisé cette technique d'ablation afin de fabriquer des diviseurs ou séparateurs de faisceau [23].

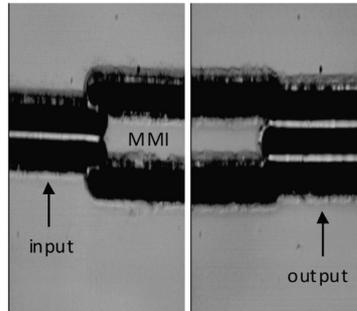


FIGURE 1.9 – Coupe d'une observation d'un composant MMI (séparateur de puissance) (Source [23])

Fibres optiques

Concernant le domaine des fibres optiques, une des méthodes employées pour dénuder une fibre utilise l'irradiation par laser CO₂ [24] [25]. Le dénudage, permettant le couplage entre fibres, s'effectue en envoyant les impulsions laser en périphérie de la fibre, qui est en rotation pendant les tirs.

Un exemple de dénudage d'une gaine en polymère plastique mettant en œuvre 100 tirs laser CO₂, émettant à 9,2 μm , à 1,1 J/cm² est présenté sur la figure 1.10 (a). Des études menées avec une longueur d'onde d'irradiation laser différente, à 10,6 μm , montrent un mauvais dénudage de la gaine en polymère. Le choix des paramètres d'irradiations est très important pour ce genre d'application, notamment la longueur d'onde ayant un fort impact (dans le cas du polymère plastique) sur le niveau d'absorption.

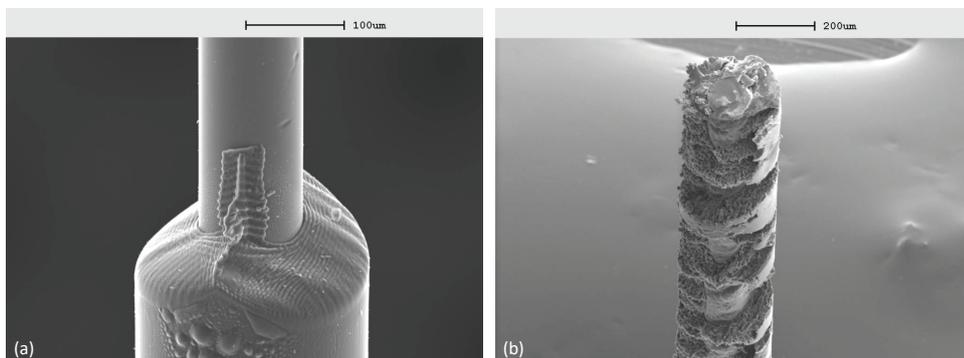


FIGURE 1.10 – Observation par microscopie à balayage électronique de l'ablation par laser CO₂ de la gaine en polymère d'une fibre optique pour une longueur d'onde d'irradiation de 9,2 μm (a) et 10,6 μm (b). (Source [24])

La reproductibilité du clivage d'une fibre optique est un point critique pour les industriels de laser à fibre et des télécommunications. Des travaux [26] sur le traitement de bout de fibre par laser CO₂ montrent la possibilité de produire des profils, en extrémité de fibre, plans, lisses ou symétriques sans arrondi ou rebond (dû à la fusion) aux bords de la fibre. Pour ces expériences, un laser CO₂ émettant à 9,6 μm a été utilisé afin d'avoir une profondeur d'absorption plus courte que le matériau de silice et ainsi limiter la zone affectée thermiquement. Pour ablater la fibre, le faisceau laser irradie la fibre qui pivote autour de son axe de rotation. La figure 1.11 représente un exemple de ce procédé : des impulsions de 47 μs ont été envoyées tous les 1,8° (ce qui donne la forme légèrement convexe en bout de fibre).

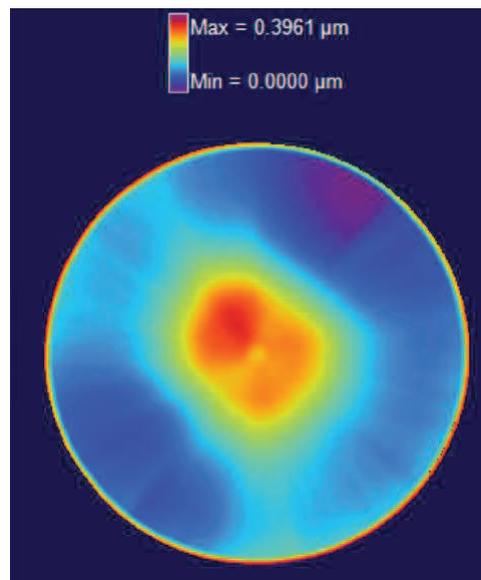


FIGURE 1.11 – Profil de surface en extrémité d'une fibre optique en verre de silice obtenue par plusieurs irradiation par laser CO₂ de 47 μs de durée tous les 1,8° autour de la fibre. (Source [26])

Polissage

Le polissage par laser CO₂ a pour but de modifier les propriétés de surface d'un verre afin de diminuer sa rugosité. Comparativement au polissage mécanique, le polissage par laser est avantageux car il ne nécessite pas d'abrasif mécanique, est plus rapide et permet de traiter des surfaces asphériques et qui ne sont pas de révolution (qui ne peuvent pas être polies en utilisant des techniques classiques).

Pour cette application, le faisceau laser est mis en mouvement, par des miroirs galvanométriques, à haute vitesse (de l'ordre de la dizaine de mm/s) [27]. Ce balayage à haute vitesse permet d'obtenir une "ligne focale" qui se déplace perpendiculairement à la surface de l'échantillon à quelques dizaines de mm/s, comme représenté sur la figure 1.12 (a). La puissance du laser CO₂ utilisée ici est d'environ 1kW. Ainsi, en raison de la forte absorption du rayonnement laser dans une faible épaisseur du matériau de verre, la température augmente jusqu'aux points de déformation, voire de ramollissement, sans atteindre les températures d'évaporation. Par effet de tension de surface, la surface est

lissée sans ablation de la matière. Cette technique permet d'atteindre un écart de profondeur inférieur à 1 μm , en quelques dizaines de secondes, pour des lentilles de silice fondue de 25 mm de rayon. Le résultat d'un polissage d'une lentille asphérique en BK7 est donné sur la figure 1.12 (b).

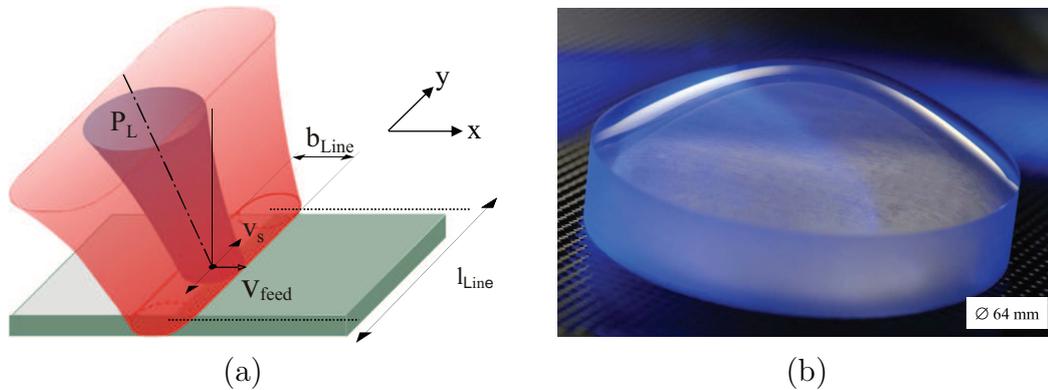


FIGURE 1.12 – (a) Principe du polissage laser par laser CO₂ à grande vitesse et (b) exemple de résultat d'un polissage sur une lentille asphérique en BK7. (Source [27])

Marquage et découpe

Au cours de ces dernières années, le marquage sur verre par laser CO₂ a été l'une des premières applications dans les industries du verre (fabrication et commercialisation) et dans l'automobile (figure 1.13 (a)). Comparé à d'autres techniques de marquage, les principaux avantages du marquage par laser CO₂ sur le verre sont l'absence de dégradation du marquage, sa très haute précision et la possibilité de marquer des endroits difficiles d'accès [28].

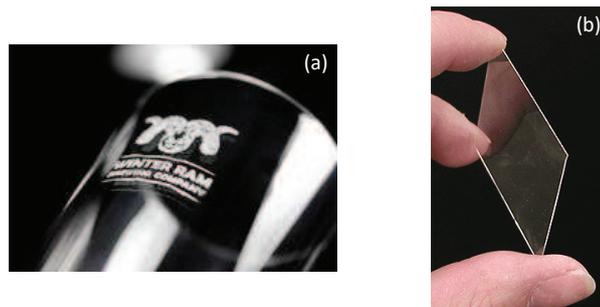


FIGURE 1.13 – (a) Tube de verre marqué par laser CO₂ (b) lame de verre de quelques centaines de microns d'épaisseur.

Dans le cadre d'applications comme la fabrication de lames de microscope ou bien d'écrans de téléphone portable, la découpe par laser CO₂ [29] est appliquée pour des lames de verre ayant une épaisseur de quelques dizaines à quelques centaines de microns.

Composants optiques holographiques

L'irradiation par laser CO₂ sur un matériau de verre peut également être utilisée dans le cadre de l'holographie optique. Un procédé proposé par Wlodarczyk *et al.* [30] consiste à concevoir des "structures holographiques" à la surface d'un verre. Ces structures binaires contiennent des informations d'une image et/ou d'un caractère, comme présenté dans la figure 1.14 (la répartition des structures est obtenue par des méthodes basées sur des algorithmes de transformée de Fourier itératifs). Un hologramme correspond donc à une matrice de pixels disposés selon un motif approprié dans lequel chacun des pixel correspond à un cratère ou une bosse, créant ainsi un déphasage local.

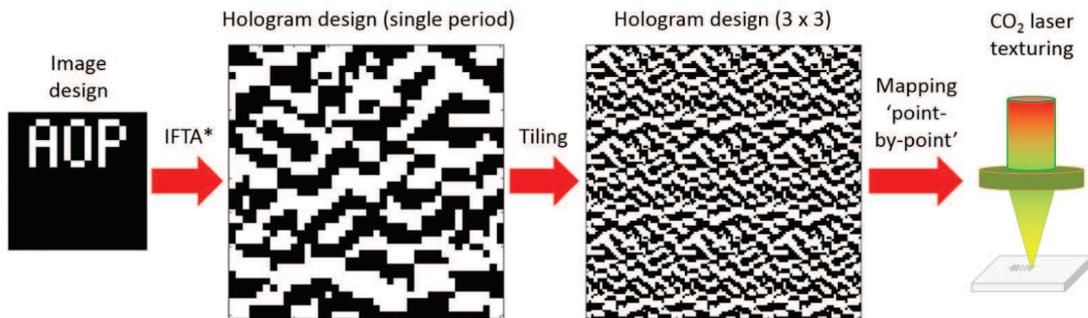


FIGURE 1.14 – Procédure de design et de fabrication de structures holographiques sur verre. (Source [30])

Afin d'obtenir des cratères lisses ayant un diamètre de 20 μm pour une profondeur de moins de 500 nm, le verre est irradié avec un faisceau laser de puissance 20 W durant 10 μs avec un diamètre de 35 μm . Ceci fournit une combinaison de fusion et d'évaporation. Un exemple de matrice de pixel est donné sur la figure 1.15 (a) ainsi que l'image diffractée associée obtenue (b).

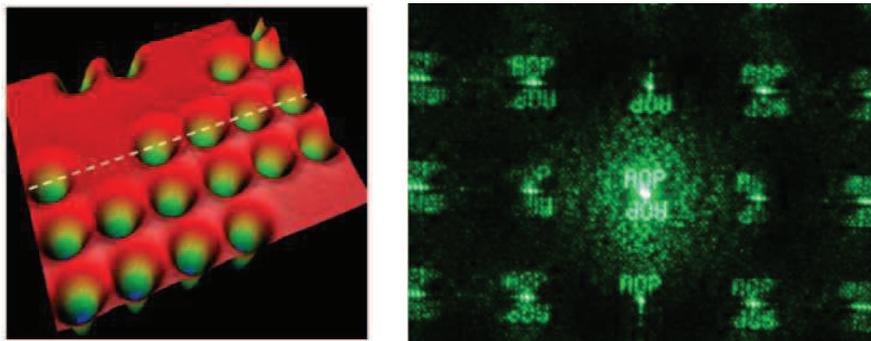


FIGURE 1.15 – (a) Exemple de cartographie 3D de la structure holographique produite dans un verre de silicate de bore. (b) Image de diffraction obtenue par les structures dans le verre (par un faisceau laser visible). (Source [30])

1.4 Application à la stabilisation des dommages laser

1.4.1 Le Laser MegaJoule (LMJ)

Le LMJ a pour but de recréer les conditions thermodynamiques (température et pression) rencontrées au sein des armes thermonucléaires. Il s'agit de déclencher une réaction de fusion de deux isotopes de l'hydrogène : le deutérium et le tritium. Pour amorcer la fusion thermonucléaire, des températures de plusieurs millions de degrés et des pressions de plusieurs dizaines de millions de bars doivent être atteintes.

Le projet LaserMegaJoule (LMJ), mené par le Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives (CEA), doit permettre à terme de disposer d'une installation laser de très grande dimension délivrant une énergie supérieure à 1 MJ en quelques nanosecondes sur une cible de quelques millimètres, contenant le mélange d'atomes deutérium-tritium, afin de créer expérimentalement les conditions nécessaires à la fusion thermonucléaire par confinement inertiel. Un projet équivalent au LMJ, le NIF (National Ignition Facility) à Livermore aux Etats-Unis, est également en opération.

Pour atteindre une telle énergie, 176 faisceaux lasers UV de section carrée de $40 \times 40 \text{ cm}^2$ seront focalisés sur la cible. La figure 1.16 représente l'une des lignes laser.

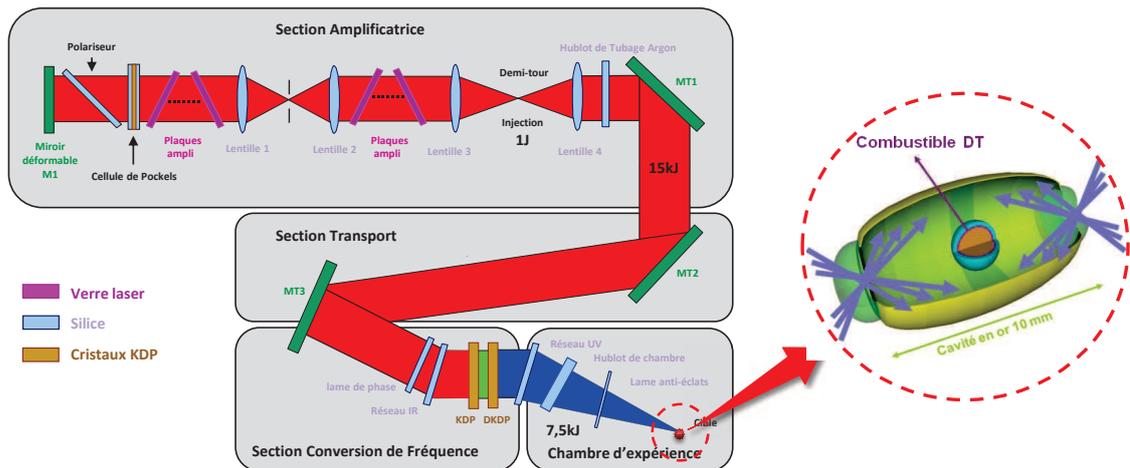


FIGURE 1.16 – Schéma de principe d'une ligne du LMJ.

La source laser, appelée le pilote, permet de mettre en forme spatialement et temporellement le faisceau caractérisé par une longueur d'onde initiale de 1053 nm de quelques nanojoules. Quatre passages dans une série de 18 plaques amplificatrices (en verre néodyme) permettent d'atteindre une énergie de 15 à 20 kJ. Après transport, le faisceau laser infrarouge est doublé puis triplé en traversant la partie conversion de fréquence afin d'obtenir des impulsions laser de 351 nm. Enfin, le faisceau est focalisé sur la cible dans la chambre d'expérience sous vide, de dix mètres de diamètre.

Chacun des sous-ensembles du LMJ, à l'exception du pilote, sont constitués de différents composants optiques de section carrée et de grandes dimensions. Il s'agit des plaques amplificatrices, des lentilles, des hublots, des cristaux, des miroirs, des réseaux, des lames anti-éclats et des lames de phase. Les optiques en silice présentes sur la chaîne laser sont :

- Dans l'infra-rouge : les lentilles, le polariseur, la lame de phase, le réseau IR, les hublots de la cellule de Pockels et les hublots de tubage de la section amplificatrice.
- Dans l'ultra-violet : le réseau UV, le hublot de chambre et la lame anti-éclat.

Ils sont en verre de silice fondue. Le choix du matériau est primordial pour réaliser des composants optiques qui ont une haute tenue au flux. La matière doit être homogène, sans bulles, ni inclusions. Les composants en silice sont revêtus d'un traitement antireflet déposé par voie sol-gel comme 95% des composants optiques du LMJ. Le dépôt antireflet est une monocouche d'épaisseur submicronique et est constitué de colloïdes de SiO_2 .

1.4.2 Endommagement des composants en silice des lasers de puissance

La problématique de l'endommagement laser constitue depuis de nombreuses années une des principales limites au développement et à l'utilisation des lasers de puissance.

Définitions

L'endommagement laser est défini comme étant une modification irréversible du matériau, induite par l'irradiation laser [31]. Il s'agit d'une détérioration physique du composant. Dans le cas d'un matériau de silice, des dommages de différentes dimensions peuvent être générés en face avant (entrée du faisceau laser) (figure 1.17) (a)), en face arrière (sortie du faisceau laser) ou dans le volume (figure 1.17) (c)) du composant. Notons que les comportements d'endommagement sont différents selon les faces.

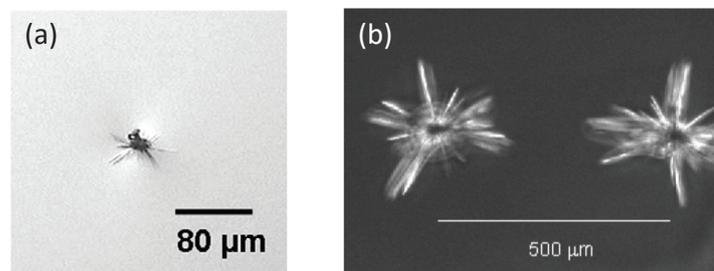


FIGURE 1.17 – Exemples de dommages laser type "nanoseconde" sur silice (a) en face avant ou dans le volume (b) du composant. (Sources [32, 33])

Dans le contexte de l'endommagement laser, la notion de "tenue au flux" est un terme générique qui décrit une mesure statistique permettant de déterminer soit un seuil d'endommagement laser, soit une densité d'endommagement laser. Cette dernière représente le nombre de dommages par unité de surface pour une fluence donnée. La fluence désigne la densité d'énergie par unité de surface (exprimée en J/cm^2). Le seuil d'endommagement laser correspond à la valeur limite de densité d'énergie, ou de puissance, à partir de laquelle l'endommagement du matériau est atteint.

Les mécanismes de l'endommagement laser sont très dépendants de la source laser utilisée, et plus particulièrement de la durée de l'impulsion laser. Dans le cadre de cette thèse,

nous nous intéresserons uniquement à l'endommagement laser en régime nanoseconde (cas du LMJ) dans les matériaux diélectriques.

Les mécanismes d'endommagement laser sur silice en régime nanoseconde

Si l'on considère un matériau diélectrique "parfait", exempt de défaut et d'absorption résiduelle, l'endommagement laser apparaît quand la valeur du champ électrique dépasse une valeur "seuil", propre au matériau [34]. Ce phénomène est appelé claquage diélectrique. En 2002, une étude de Rubenchik *et al.* a montré que l'énergie minimale à apporter, à la silice sans défaut, est de l'ordre de l'énergie d'ionisation des atomes [35]. Pour une irradiation à 355 nm, le seuil d'endommagement "théorique" de la silice se situe autour de 450 J/cm² pour une impulsion de 3 ns. Or, les seuils d'endommagement laser expérimentaux sont bien plus bas que les valeurs calculées pour un matériau dit "parfait" [36]. On explique cette différence par essentiellement 2 contributions : la présence de défauts initiateurs (ou "défauts précurseurs", appelés également "précurseurs") de l'endommagement sur la surface ou dans le matériau, et des effets non-linéaires dans la silice (effet Kerr, effet Brillouin stimulé). Nous présentons la nature de ces précurseurs et leur impact sur l'endommagement laser :

- *Inclusions et impuretés* : les inclusions et impuretés, présentes en volume, jouent un rôle clé dans l'endommagement du fait de l'absorption optique qu'elles induisent. Elles sont produites lors de la fabrication des composants et peuvent avoir des tailles nanométriques à micrométriques. Elles peuvent par exemple apparaître lors des procédés de polissage [37]. Hopper [38] a mis en évidence l'élévation locale et brutale de la température, dans des inclusions métalliques en régime laser nanoseconde, provoquant un échauffement du matériau environnant par conduction thermique. Des contraintes thermo-mécaniques sont ainsi générées [39], pouvant aller jusqu'à la fracturation du matériau. Des expériences menées par Papernov *et al.* [40] et lors de précédentes collaborations IF / CEA [41] sur des nanoparticules d'or ont permis de simuler de tels défauts et d'étudier les processus d'endommagement. Il ressort de ces études que des particules nanométriques peuvent initier un plasma et transformer la silice environnante conduisant à un fort couplage de l'énergie du laser dans le matériau. Ainsi une particule absorbante nanométrique peut amorcer un dommage micrométrique.
- *Défauts structurels induits par irradiation laser* : il peut exister dans le matériau, des zones dont la structure atomique et électronique initient un endommagement laser par absorption du flux lumineux incident. Les travaux de Skuja *et al.* [42], sur la silice, ont montré que des pics de forte absorption peuvent être associés à des défauts de structure dans le volume. Ainsi, cette absorption locale peut induire une forte augmentation de la température du matériau, ce qui provoquera un endommagement si les contraintes thermo-mécaniques sont trop fortes. Ces défauts structurels peuvent être créés par l'irradiation laser elle-même et ces effets sont rencontrés pour des photons énergétiques correspondant à des irradiations dans l'UV.
- *Contamination particulaire et organique des composants pendant leur utilisation* : des contaminants peuvent polluer la surface des composants optiques. Ces conta-

minants sont de tailles micrométriques et peuvent par exemple provenir de la structure métallique de l'installation. Des contaminants organiques provenant de l'atmosphère environnante et de l'utilisateur de l'installation, peuvent également polluer la surface du composant optique [32, 43].

- *Rayures et fractures* : Des rayures ou fractures peuvent apparaître en surface de la silice par accident au cours des différentes étapes de fabrication des optiques et de leur manipulation et être initiateurs de l'endommagement [44]. En 2006, une étude de Josse *et al.* [45] a été menée sur des défauts mécaniques dans un matériau de silice, sous irradiation laser à 355 nm. Cette étude met en évidence l'endommagement des fractures d'indentations. Ces défauts peuvent d'une part être à l'origine d'une surintensification locale importante du champ incident [46] et d'autre part être caractérisés par de l'absorption [47, 48]. La baisse de la tenue au flux est liée à l'augmentation du champ électrique au voisinage des rayures mais également à la présence de défauts à l'échelle atomique à l'intérieur des rayures et à la fragilisation mécanique.
- *Fractures sous-surfaciques* : Le comportement des fractures sous-surfaciques quant à l'endommagement laser est fortement similaire à celui des rayures et fractures. Ces défauts sont des centres privilégiés d'absorption. Les fractures sous-surfaciques sont un des principaux défauts limitants liés au polissage [49]. En effet, leur origine est directement liée aux étapes de polissage du composant optique [50].

Notons que de nombreux travaux et études sont effectués afin de réduire au maximum les défauts des optiques liés aux procédés de polissage, notamment pour les résidus des produits de polissage générant des impuretés mais également les procédés eux-mêmes pour éviter les fractures sous-surfaciques.

D'autre part, sur une chaîne laser type LMJ, l'endommagement sur des défauts peut être accru par l'existence de surintensités locales des faisceaux. En effet, si un composant est endommagé après une première impulsion laser, une seconde impulsion peut générer un endommagement sur un autre composant en aval : la présence du dommage entraîne une modulation (ou surintensité) dans le faisceau [51]. Ces surintensités peuvent conduire à un endommagement volumique sous forme de filament ou à un endommagement systématique sur la face de sortie des composants, par effet d'autofocalisation. Ce phénomène est dû à une augmentation locale de l'indice de réfraction dans le matériau par effet Kerr provoquant ainsi la focalisation du faisceau incident. Cet effet est accru dans les composants optiques épais compte tenu des distances caractéristiques nécessaires pour que le faisceau s'autofocalise totalement. Ce type de dommages est observé sur les hublots de la chambre d'expérience de la Ligne d'Intégration Laser (LIL) de 43 mm d'épaisseur. De plus, un second effet non-linéaire peut engendrer un endommagement volumique du matériau : l'effet Brillouin [52]. La diffusion Brillouin résulte d'une interaction entre le matériau et les vibrations associées au champ électrique, qui provoque la propagation d'une onde acoustique. Les ondes acoustiques se propagent dans une direction en amont du faisceau laser incident et la face avant du matériau est alors illuminée à des fluences suffisamment élevées pour pouvoir s'endommager.

La croissance des dommages

Une fois amorcés, les dommages peuvent s'étendre lors d'illuminations successives, c'est-à-dire tir après tir (figure 1.18). Cet effet est appelé la "croissance des dommages" et c'est le facteur qui limite la durée de vie des optiques. Un site endommagé, sur un composant de silice, de l'ordre de la dizaine de micromètres en taille peut alors croître jusqu'à atteindre des tailles millimétriques. Ainsi, deux phases d'endommagement peuvent être distinguées : l'amorçage, causé par les différents phénomènes décrits précédemment, et la croissance où les irradiations successives des sites provoquent une expansion de ces derniers.

Un composant optique en silice du LMJ présentant ce type de dommages aura une surface utile réduite : l'énergie transmise sera limitée et la qualité du faisceau dégradée. De plus, ces dommages vont créer des surintensités dans le faisceau pouvant potentiellement amorcer de nouveaux dommages sur les composants placés en aval.

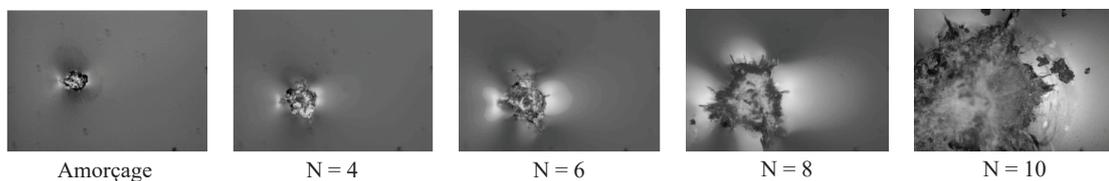


FIGURE 1.18 – Croissance d'un dommage de type nanoseconde dans un matériau de silice. 4, 6, 8 et 10 tirs ont été effectués après l'amorçage.

La croissance des dommages sur la face de sortie des optiques suit une loi expérimentale de type exponentiel [53–55] :

$$A_{n+1} = A_n \exp(k) \quad (1.19)$$

Le coefficient de croissance k est le rapport logarithmique de la surface du dommage A entre deux tirs successifs (1.19).

$$k = \ln \left(\frac{A_{n+1}}{A_n} \right) \quad (1.20)$$

Si le coefficient de croissance k est important, quelques tirs suffisent pour que la surface initiale d'un dommage augmente pour atteindre des dimensions millimétriques.

La figure 1.19 présente les coefficients de croissance obtenus par une étude paramétrique de la croissance pour différentes durées d'impulsion, avec différentes modulations de phase pour une irradiation laser à 351 nm sur un matériau de silice [53, 56, 57].

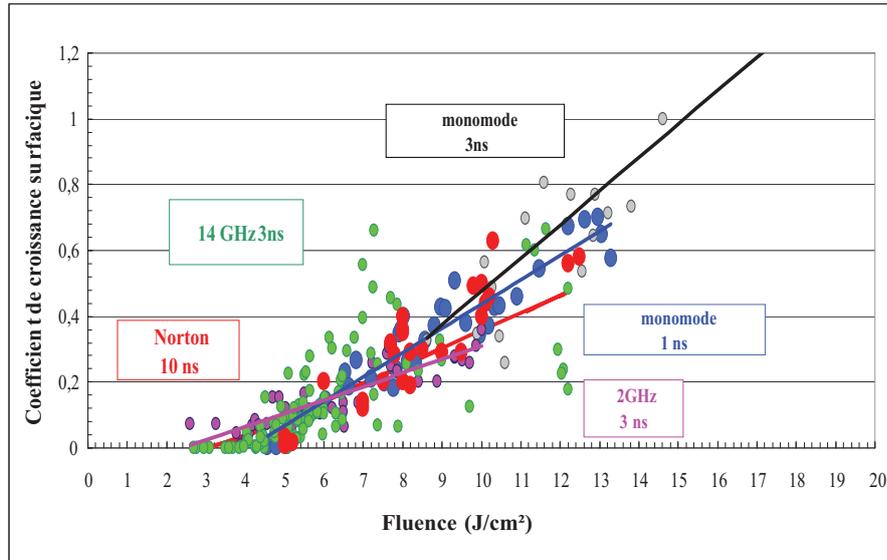


FIGURE 1.19 – Coefficients de croissance des dommages en face de sortie d'un composant de silice.

Le seuil de croissance couramment cité dans la littérature, datant historiquement des travaux de Norton au LLNL [53, 58, 59], est de 5 J/cm². Depuis, de nombreux travaux [56, 57] donnent un seuil légèrement différent et dépendant de la durée d'impulsion. Notons que le coefficient k augmente avec la fluence appliquée aux dommages.

Les dommages surfaciques sur les composants de silice sont composés d'un cratère central et de fractures sous sa surface, dites "sous-surfaciques" [60] (figure 1.20). Ce sont ces fractures qui absorbent le faisceau laser et font croître le dommage de manière exponentielle, l'absorption étant dépendante de la taille et de l'inclinaison des fractures [61].



FIGURE 1.20 – Observations par microscopie de la croissance d'un dommage dans un matériau de silice en face arrière. Pour chaque tir, il y a une observation surfacique et l'observation volumique correspondante (effectuée par la tranche de l'optique) (Source [58]).

Introduction à la stabilisation

La suppression de ces fractures sous-surfaciques permet de diminuer, voire d'arrêter, la croissance des dommages. Ce type de procédé est appelé "stabilisation". Ainsi, plusieurs moyens de stabilisation ont été envisagés. Nous en décrivons ici les principaux :

- *Attaque plasma [62]* : Un plasma, dopé au fluor, peut être utilisé pour creuser la surface de la silice fondue. En effet, les atomes de fluor réagissent avec la silice comme un acide et attaquent le matériau. Cependant, cette technique est très limitée car la vitesse d'attaque est faible ($2 \mu\text{m/h}$) et le plasma produit des résidus dans la zone traitée.
- *Torche à micro-flamme [62]* : Cet autre procédé est une évolution du premier présenté. La torche délivre un gaz de tétrafluorure de carbone (CF_4) et produit une flamme chaude. La torche produit un cratère de forme gaussienne lisse d'environ $1,5 \mu\text{m}$ de diamètre pour une profondeur de 2 à $4 \mu\text{m}$, sans rebond sur les bords. Cependant, les problèmes de contamination sont toujours présents.
- *Traitement chimique [63] [64]* : La piste d'un procédé basé sur un traitement chimique par une solution acidée de fluorure d'hydrogène a également été étudiée. L'idée est d'appliquer cet acidage afin d'éliminer les défauts précurseurs à l'endommagement se trouvant dans les fractures (conséquentes aux étapes de polissage du substrat).
- *Procédé par laser femtoseconde combiné à un traitement chimique [65]* : En combinant un usinage par laser femtoseconde et un acidage par une solution de fluorure d'hydrogène, Fang *et al.* ont montré qu'il est possible de stabiliser des dommages à la surface d'un matériau de silice fondue. Un cratère (de quelques microns de profondeur), de forme contrôlée, est usiné à la place du dommage. L'acidage est ensuite appliqué. Les résultats montrent que le site créé et ses bosses périphériques sont lisses ainsi qu'une amélioration de la tenue au flux.
- *Recuit thermique [66]* : En 2013, une étude de Raman *et al.* a montré qu'un recuit isotherme à 1100°C pendant 12 heures dans un four permettait de réduire de façon significative le phénomène de croissance des dommages. En effet, cette diminution provient de la suppression de la majorité des fractures sous-surfaciques et de la passivation des défauts atomiques. Par ce procédé, il est possible de supprimer les fractures sous-surfaciques d'un dommage de diamètre $40 \mu\text{m}$ (figure 1.21). Cependant, cette technique est limitée car les fractures plus prononcées d'un site plus large ($70 \mu\text{m}$) ne sont pas totalement supprimées. De plus, la durée (de plusieurs heures) ainsi que la difficulté à mettre en place la technique (nécessité d'un four de larges dimensions) ont conduit à développer d'autres procédés permettant de traiter ce type de dommage.

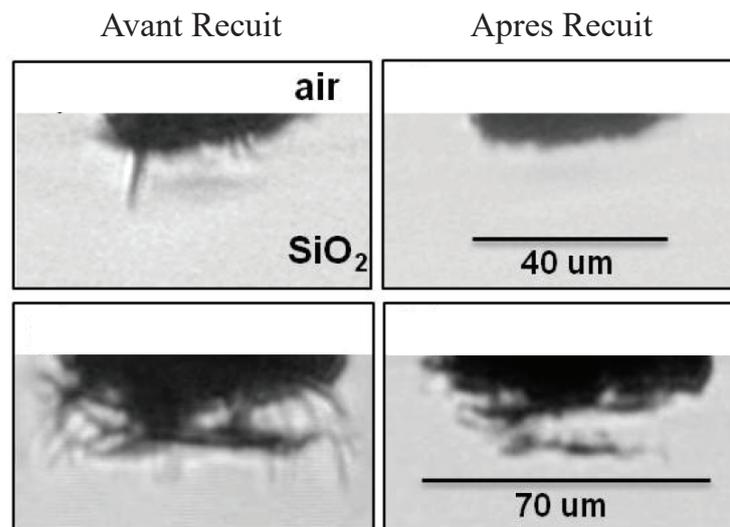


FIGURE 1.21 – Images de deux types de dommages avant (colonne de gauche) et après application du recuit isotherme (colonne de droite) à 1100°C pendant 12 heures. (Source [66])

1.4.3 La stabilisation par laser CO_2 : un procédé pour recycler les optiques

Dans les années 80, l'équipe de Temple *et al.* a publié des travaux mettant en évidence le potentiel des traitements par laser CO_2 pour améliorer la tenue au flux des verres à 1064nm en régime nanoseconde, par refonte des fractures consécutives au polissage [67]. Au début des années 2000, le Lawrence Livermore National Laboratory (LLNL) publie, dans le cadre du développement du NIF, des premiers travaux utilisant l'irradiation par laser CO_2 pour refondre et évaporer localement un matériau de silice ayant subi un endommagement laser nanoseconde [68] [69]. Actuellement, ce procédé est la principale technique utilisée pour stabiliser les dommages laser sur les composants optiques en silice fondue. Sur le NIF, cette méthode est maîtrisée et a permis, à ce jour et depuis son déploiement, de recycler plusieurs milliers d'optiques [70].

Le schéma de principe du procédé est représenté sur la figure 1.22. Considérons un dommage présentant des fractures sous-surfaciques à la surface d'un matériau en silice fondue (1). L'irradiation par laser CO_2 (2) va conduire à une augmentation de la température dans le matériau. La chaleur produite va ensuite se propager dans le matériau (3). Dans la zone où la température d'ablation est atteinte la silice sera éjectée (4). En périphérie de la matière ablatée, on observe un fluage de la matière qui a généré une "bosse" résiduelle (5). Au delà de cette bosse, une zone de silice a été affectée par la cinétique de chauffage/refroidissement et donc transformée. On trouve dans cette zone les contraintes mécaniques résiduelles résultant de la dilatation lors du tir et du refroidissement rapide conséquent.

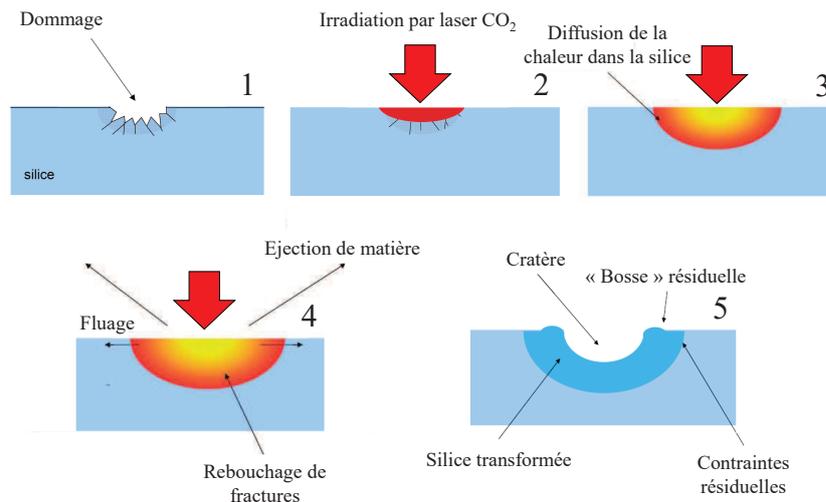


FIGURE 1.22 – (1) Dommage dans un composant de silice. (2) Irradiation par un laser CO₂. (3) Propagation de la chaleur dans le matériau de silice. (4) Évaporation de la matière dans la partie centrale et fluage en périphérie. (5) Le cratère et la "bosse" en périphérie sont formés.

Cependant, l'irradiation par laser CO₂ sur un matériau de silice fondue présente des inconvénients. De nombreuses études ont été menées sur la compréhension de ces effets et les moyens à mettre en œuvre afin de les limiter. Nous dressons une liste de ces inconvénients :

- *L'éjection de débris* : Si la silice est évaporée, lors du procédé de stabilisation, une quantité de silice va être re-déposée ou re-condensée sous forme de débris autour du cratère [71–75]. Cette pollution en surface est néfaste sur la résistance au flux laser. Il est possible de diminuer le re-amorçage de dommages dans cette zone en appliquant un recuit de ces débris [76]. L'efficacité d'une buse d'aspiration, permettant de récolter les vapeurs a également été démontrée [75]. En effet, dans le cas présenté par la figure 1.23 le seuil d'endommagement avec aspiration est meilleur ($> 12 \text{ J/cm}^2$) que sans aspiration ($< 10 \text{ J/cm}^2$). Nous présentons dans le chapitre 4 nos études sur l'effet de ces débris dans le cadre du développement du procédé.

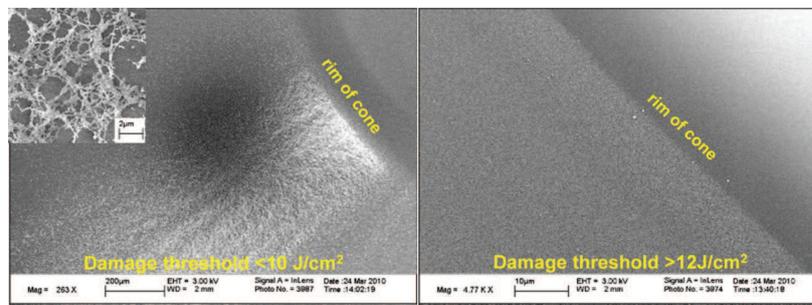


FIGURE 1.23 – Observations au MEB des re-dépôts de silice autour d'un cratère sans (à gauche) et avec aspiration. (à droite) (source [75])

- *La génération de contraintes mécaniques* : le procédé par laser CO₂ produit une forte élévation de température suivie d'un refroidissement rapide qui génère dans le matériau des contraintes mécaniques résiduelles. Des premiers travaux numériques ont été présentés en 2004 par Feit *et al.* [77]. Le modèle thermo-mécanique développé vise à simuler l'interaction du laser CO₂ dans de la silice. Il inclut l'évaporation du matériau et les contraintes thermiques induites par le procédé. Ces études ont été complétées en 2012 par Vignes *et al.* [78]. Les auteurs étudient les effets thermiques et mécaniques du dépôt d'énergie par laser CO₂, notamment sur le déplacement du matériau de silice et du développement des contraintes résiduelles. Des études expérimentales ont montré la présence, autour d'un cratère produit par laser CO₂, d'une zone "faible" [79]. Un tir laser à 355 nm (type LMJ) peut amorcer de nouveaux dommages dans cette zone bien qu'elle ne contienne aucune pollution ou débris visibles dus à l'irradiation CO₂. Cette zone correspond à la position où les contraintes mécaniques sont maximales (la figure 1.24). Des travaux expérimentaux similaires ont également été menés visant à étudier la distribution de cette zone de contraintes [80, 81]. L'un des moyens permettant de réduire l'impact de ces contraintes sur la résistance au flux du matériau est l'application d'un recuit thermique. Il peut être local [76], par une autre irradiation CO₂, ou global [82], dans un four à haute température. Nous détaillerons dans les chapitres 3 et 4 ce procédé ainsi que les études associées effectuées durant cette thèse.

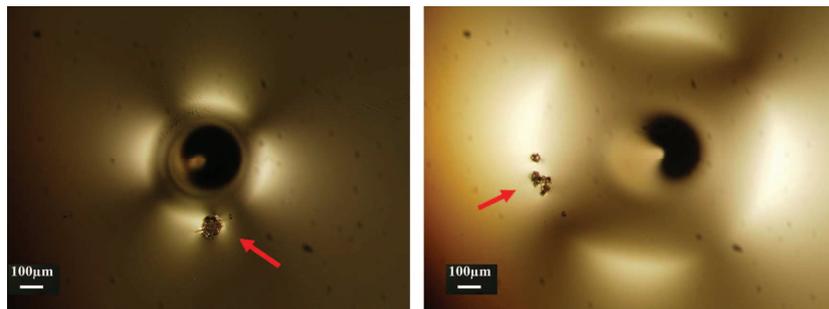


FIGURE 1.24 – Observation polariscope de deux cratères formés par laser CO₂. Les dommages indiqués par les flèches rouges sont apparus lors de tests de tenue au flux des cratères fait par le procédé CO₂. Ces dommages sont principalement localisés sur les zones les plus lumineuses au polariscope ce qui correspond aux zones de plus fortes contraintes mécaniques. (source [79]).

- *La modification de la planéité de la surface de la silice* : le procédé par laser CO₂ sur la silice va modifier le profil de surface. Ces modifications peuvent générer des surintensités de la lumière UV transmise et provoquer des dommages sur les composants optiques placés en aval [83]. Des études expérimentales et numériques ont été effectuées pour quantifier et étudier les causes de ces surintensités [84, 85]. Dans le cadre de cette thèse, les études menées sur les surintensités générées, et plus particulièrement leurs causes, furent essentielles dans le développement du procédé car elles représentent un critère de validation. Nous présentons ces résultats dans le chapitre 4.

1.4.4 Le procédé initial de stabilisation

Depuis 2005, une collaboration entre l'Institut Fresnel et le CEA-CESTA est en place afin de développer un procédé de stabilisation par laser CO_2 dans le cadre du développement du LMJ. Ainsi, un banc de stabilisation a été monté pour répondre aux besoins liés aux différentes études dont les thèmes ont été décrits précédemment : mise au point de modèles prenant en compte les échauffements, évaporation de matière et contraintes générées par laser CO_2 , confrontation de ces modèles à l'expérience, étude des modifications du matériau, mise au point de protocoles de dépôt d'énergie pour optimiser l'efficacité du procédé, études du front d'onde induit par les cratères CO_2 et développement d'outils de caractérisation non-intrusifs pour la caractérisation.

Le dispositif de stabilisation initial avant le début de cette thèse, présenté sur la figure 1.25 et décrit dans la référence [72], permet de localiser les dommages sur une optique, puis d'appliquer le traitement thermique adapté sur ces dommages par un laser CO_2 d'une puissance de 20 W. Dans cette configuration, le faisceau laser est focalisé sur l'échantillon grâce à une lentille de focalisation placée sur une platine de translation, ce qui permet d'ajuster la taille du faisceau à la surface de l'échantillon. La durée du tir est contrôlée par le générateur d'impulsion, piloté par ordinateur. La puissance déposée sur l'échantillon est ajustée en modifiant l'orientation d'un des polariseurs placés en sortie du laser.

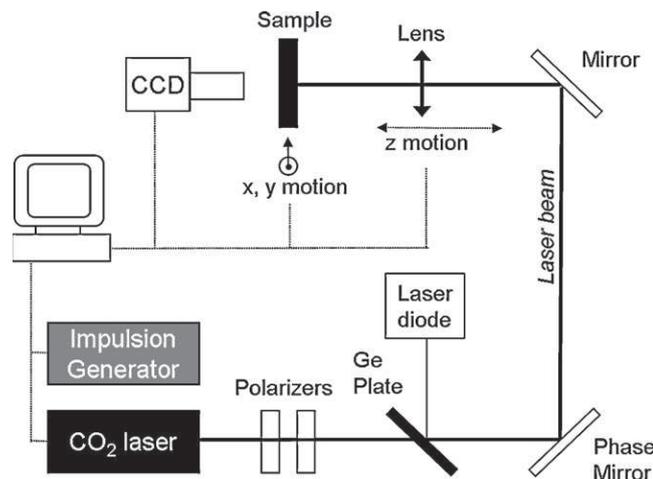


FIGURE 1.25 – Schéma du banc de stabilisation. (Source [72])

Dans un premier temps, des études paramétriques ont été menées afin de connaître l'influence des paramètres d'irradiation (taille du faisceau, durée et puissance) sur la morphologie des cratères ainsi que leur résistance au flux laser [72]. Par la suite, des études expérimentales et numériques ont permis de mettre en évidence la corrélation entre l'apparition des dommages et la présence de contraintes thermo-mécaniques résiduelles [79]. A partir de ces résultats, les conditions de dépôt d'énergie ont été optimisées afin de maximiser la tenue au flux des sites stabilisés [76]. Cette méthode consiste en deux irradiations par laser CO_2 :

- la première irradiation "évaporative" pour creuser la matière afin d'éliminer le dommage initial. Les températures atteintes sont supérieures à 2000 K.

- la seconde irradiation "non évaporative", que l'on qualifiera de "recuit local", avec une densité de puissance réduite a pour but de chauffer la zone précédente sans enlèvement de matière. Ce recuit permet à la fois d'éliminer les re-dépôts de matière mais également de modifier les contraintes résiduelles. En effet, les forts gradients de contraintes liés au premier chauffage vont être remplacés par les gradients plus faibles de la seconde irradiation (figure 1.26).

Sur la base de ce procédé [86], il est possible de stabiliser des dommages sur la surface de silice d'une profondeur de $50 \mu\text{m}$ avec une résistance supérieure à 14 J/cm^2 (conditions d'opération du LMJ).

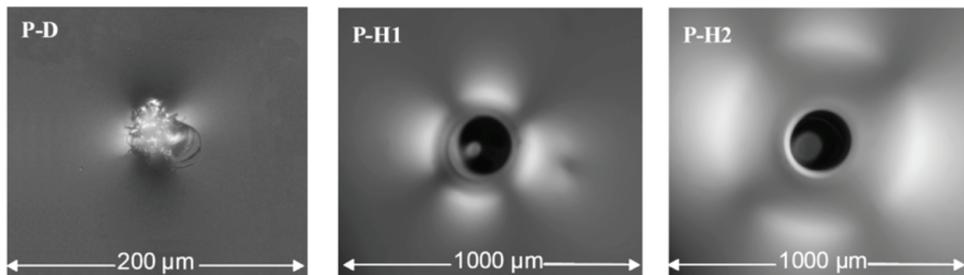


FIGURE 1.26 – Observations polariscope : (P-D) en face arrière du composant d'un dommage type nanoseconde dans un matériau de silice, (P-H1) de la stabilisation appliquée à ce dommage et (P-H2) du second tir, de recuit local. (Source [79])

Des travaux ont également été menés afin d'appliquer ce procédé de stabilisation aux défauts de fabrication et notamment aux rayures liées au polissage [87] [88]. Grâce à cette méthode, il est possible de stabiliser une rayure allant jusqu'à $10 \mu\text{m}$ de profondeur par un déplacement du faisceau CO_2 le long de la rayure. De plus, on note une amélioration de la tenue au flux d'un facteur trois, permettant d'atteindre 15 J/cm^2 . Ces travaux seront présentés et détaillés dans le chapitre 4 de ce manuscrit.

1.4.5 Vers un procédé de micro-usinage

Au début des années 2010, Bass *et al.* ont proposé une nouvelle technique de stabilisation par laser CO_2 basée sur une micro-ablation rapide de la silice [75]. Cette méthode permet de stabiliser des dommages de dimensions millimétriques en réduisant les contraintes résiduelles générées dans le matériau et en ayant un contrôle très précis de la forme du cratère.

Cette technique consiste en un balayage du faisceau laser par des miroirs galvanométriques afin de former un cratère de forme conique à la surface du composant. Du fait de leur suspension flexible, les miroirs galvanométriques permettent d'obtenir un déplacement sans frottements avec une précision très élevée (de l'ordre du micro-radian). Des impulsions rapides (de quelques dizaines de micro-seconde), synchronisées avec le mouvement des miroirs galvanométriques, sont appliqués afin d'ablater la silice. Ce régime évaporatif permet à la fois d'atténuer les effets de fluage de la matière (et donc de réduire les bosses en périphérie du cône), de diminuer la zone affectée thermiquement par le laser,

de contrôler précisément la forme du cratère mais également de limiter le re-dépôt de silice en périphérie du cratère. L'un des objectifs principal de la thèse consiste à explorer ce type de technique et à la développer pour une application aux optiques en silice du LMJ.

1.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons, en premier lieu, introduit les procédés laser CO₂ sur silice de façon globale en définissant la silice, ses propriétés physiques principales, le principe de l'interaction laser CO₂ sur silice illustrée par les principales applications actuelles. Nous avons abordé la problématique de l'endommagement laser des composants optiques en silice sur des chaînes laser de puissance de type LMJ. Deux phases de l'endommagement sont distinguées : l'amorçage (ou l'initiation) du dommage et sa croissance. Cette phase de croissance compromet le fonctionnement nominal de l'installation laser. Le procédé dit de "stabilisation" par laser CO₂, présenté dans ce chapitre, est la solution la plus adaptée pour arrêter la croissance du dommage. Dans ce contexte, un dispositif de stabilisation de dommages laser est à l'étude dans le cadre de cette thèse.

Chapitre 2

Développement d'un dispositif de stabilisation des dommages laser

Sommaire

2.1	Introduction	47
2.2	Le dispositif expérimental	47
2.2.1	La source laser et ses caractéristiques	48
2.2.2	Contrôle de la puissance déposée	50
2.2.3	Caractérisation du faisceau focalisé	52
2.2.4	Contrôle commande et synchronisation des éléments du dispositif	54
2.3	Outils classiques de caractérisations	58
2.3.1	Caractérisations in-situ	58
2.3.2	Caractérisations ex-situ	60
2.4	Caractérisation par microscopie de phase quantitative	65
2.4.1	Principe de la technique	65
2.4.2	Profilométrie	66
2.4.3	Mesures de biréfringence	71
2.5	Mesures de propagation	72
2.6	Tests de tenue au flux	73
2.7	Conclusion	75

2.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous décrivons les outils expérimentaux mis en œuvre au cours de cette thèse. Dans un premier temps, nous détaillerons le dispositif de stabilisation qui a été développé. Nous nous intéresserons ensuite aux moyens (in-situ et ex-situ) utilisés pour la caractérisation des sites générés dans le matériau lors de l'irradiation par laser CO_2 . Enfin, nous définirons les différentes procédures de validation du procédé de stabilisation que sont les mesures de propagation et les tests de tenue au flux laser.

2.2 Le dispositif expérimental

L'un des objectifs principal de ce travail de thèse fut le développement d'un dispositif expérimental permettant d'étudier les moyens et méthodes adaptés au recyclage des optiques en silice du LMJ. Ce paragraphe décrit le système de micro-usinage laser mis en place.

Le dispositif expérimental a été conçu pour pouvoir réaliser les deux types d'usinage laser étudiés lors de cette thèse, grâce à deux voies d'irradiation : la voie dite "galvano-métrique" et la voie dite "directe" (figure 2.1).

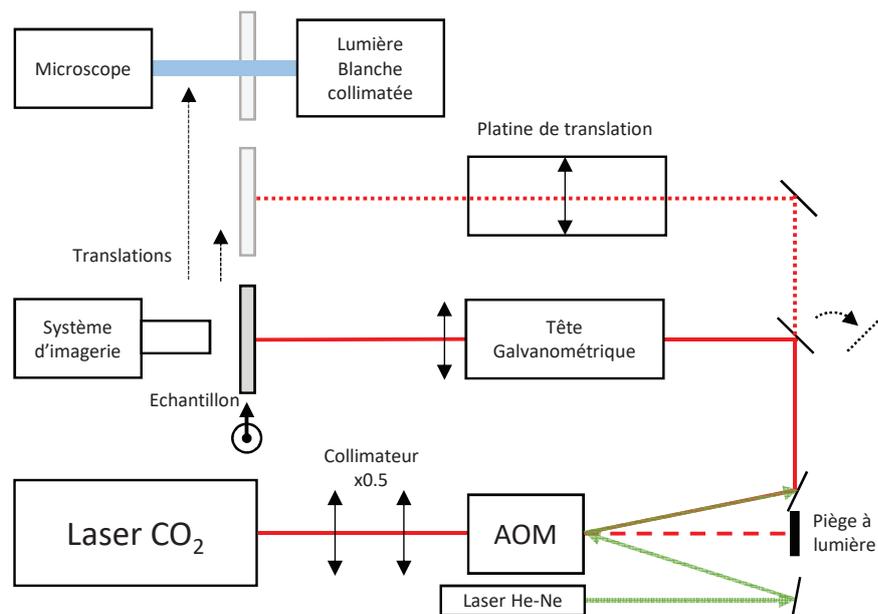


FIGURE 2.1 – Schéma du dispositif expérimental.

Le laser CO_2 est envoyé dans un modulateur acousto-optique (AOM) qui en contrôlant les efficacités de diffraction permet la modulation en temps et en amplitude des impulsions délivrées. Le faisceau d'ordre 0 (en pointillé) est dirigé dans un piège à lumière, refroidi à eau, et le faisceau d'ordre 1 est dévié. Un laser visible, type Helium-Néon, aligné avec l'ordre 1 diffracté par l'AOM est utilisé pour aligner le système.

Un miroir de renvoi peut être basculé (représenté en pointillé sur le schéma 2.1) permettant au dispositif expérimental de posséder deux voies d'irradiations :

- Voie "galvanométrique" : Le faisceau est transporté vers une tête galvanométrique qui contient deux miroirs et une lentille de focalisation. Cette voie a été majoritairement utilisée lors des travaux de thèse dans le cadre du développement de la procédure de stabilisation permettant de traiter des dommages de dimensions millimétriques.
- Voie "directe" : Le faisceau traverse une lentille de focalisation, montée sur une platine de translation. Cette seconde ligne permet d'effectuer des irradiations en ajustant la taille du faisceau, procédé laser de stabilisation initial utilisé avant le début de cette thèse (présenté dans le paragraphe 1.4.4 du chapitre 1).

L'échantillon est fixé sur deux platines motorisées de façon à pouvoir le déplacer dans les deux axes XY, orthogonaux à la direction du faisceau. L'observation en temps réel de la zone irradiée est assurée par une caméra CCD munie d'un objectif macro à longue distance de travail (Edmund, EO-1312), placée derrière l'échantillon. Un microscope à contraste interférentiel permet des observations in-situ (présenté dans la partie 2.3.1 de ce chapitre).

Une photographie du banc est présentée sur la figure 2.2). Nous détaillons ici les éléments du système.

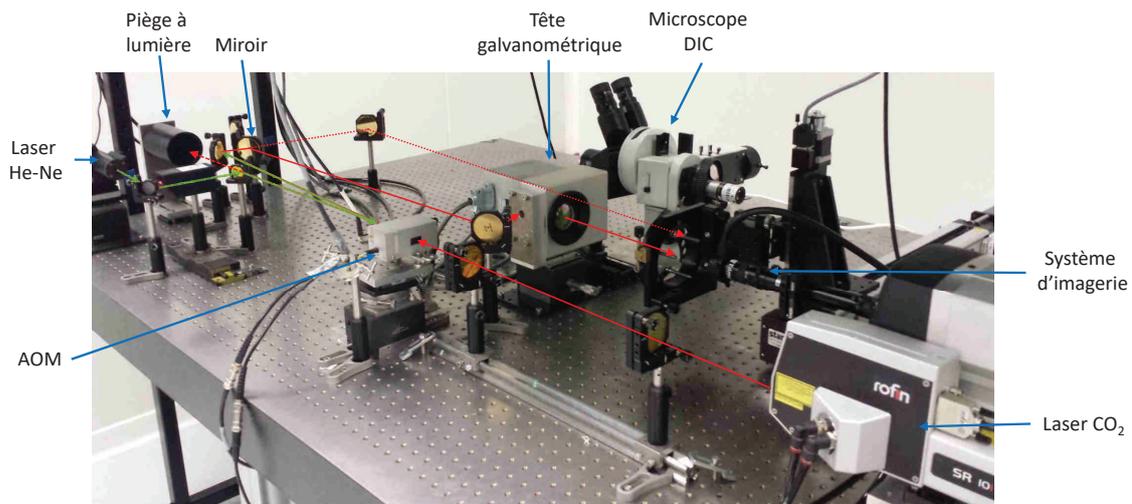


FIGURE 2.2 – Photographie du dispositif expérimental.

2.2.1 La source laser et ses caractéristiques

Le laser CO₂ utilisé est un Rofin SR10ix. Le principe de fonctionnement d'un laser CO₂ repose sur les transitions des modes vibrationnels des molécules de dioxyde de carbone présentes dans la cavité [89]. D'autres gaz, c'est-à-dire de l'hélium et de l'azote, sont présents dans la cavité afin d'augmenter l'efficacité du laser. Il est excité par un signal radio fréquence et émet autour de 10,6 μm (typiquement dans l'intervalle [10,45 μm - 10,6 μm]). Ce signal RF est caractérisé par sa fréquence de modulation, les durées d'impulsion et le rapport cyclique associé (rapport du temps à l'état haut sur la durée de la période).

Le laser, refroidi à eau, possède une boucle d'asservissement optionnelle permettant une stabilité en puissance améliorée. Sans stabilisation, il délivre une puissance maximale

de 200 W, cependant l'activation de la boucle de stabilisation se fait au détriment de la puissance maximale : 120 W sont disponibles dans ce cas. Au cours de cette thèse, nous avons utilisé uniquement le mode stabilisé atteignant une puissance de 120 W. La durée des impulsions et le taux de répétition sont modulables. Le tableau 2.1 énumère les performances nominales du laser.

TABLE 2.1 – Caractéristiques du laser.

Diamètre du faisceau (à $1/e^2$)	8 mm \pm 0,2 mm	
Divergence	< 2 mrad (plein angle)	
Polarisation	Parallèle linéaire (par rapport au socle)	
Fréquence de répétition	0 à 130 kHz	
Durée des impulsions	2 à 400 μ s	
Rapport cyclique max	60 %	
Boucle de stabilité	Active	Non Active
Puissance maximale	120 W	200 W
Stabilité	\pm 2 %	\pm 7 %

La stabilité en puissance de la source laser est critique pour notre application sur la silice. En effet, le matériau de silice étant très absorbant à la longueur d'onde d'émission du laser, de légères fluctuations de puissance entraînent des variations de température qui, à leur tour, entraînent de fortes variations des propriétés de la silice et par conséquent une profondeur différente de cratère. Le critère de stabilité fut essentiel dans le choix de la source laser. Nous l'avons caractérisé à différentes puissances de consigne. La figure 2.3 présente un exemple de résultat dans le cas d'un test à 100 W (puissance de consigne) pendant 20 min. Nous observons des modulations basse fréquence certainement liées aux cycles de refroidissement du laser. Elles pourraient être compensées par un système d'ajustement du modulateur acousto-optique en temps réel.

La *stabilité* est calculée à partir des puissances maximale P_{max} , minimale P_{min} et moyenne $P_{moyenne}$ mesurées :

$$Stabilité = \frac{P_{max} - P_{min}}{2P_{moyenne}} \quad (2.1)$$

Nous résumons ces caractérisations dans le tableau 2.2. La stabilité à 120 W étant correcte, nous avons décidé de travailler à cette puissance. La modulation de la puissance délivrée sur l'échantillon s'effectue par le modulateur acousto-optique.

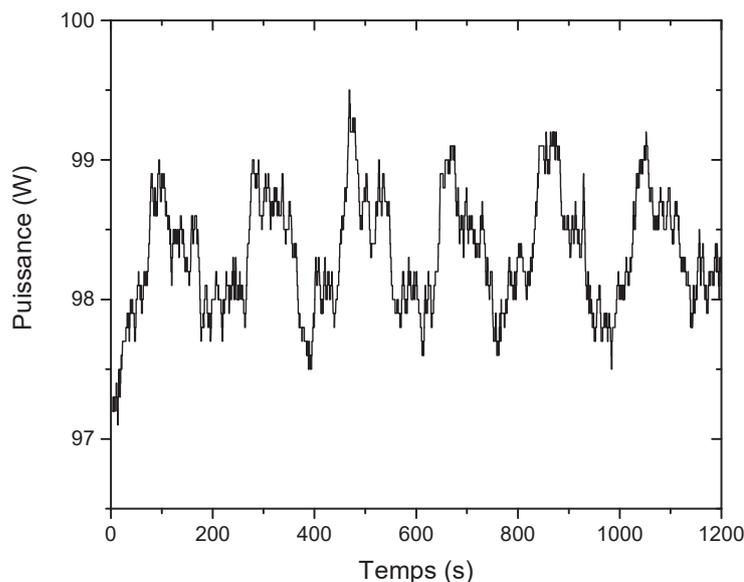


FIGURE 2.3 – Variation de la puissance laser en fonction du temps.

TABLE 2.2 – Stabilités mesurées à différentes puissances.

Puissance laser	20 W	40 W	60 W	80 W	100 W	120 W
Stabilité mesurée	3,66 %	2,7 %	1,5 %	1,41 %	1,13 %	1,2 %
$P_{max} - P_{min}$	1,4W	1,5W	1,7W	2,2W	2,2W	2,3W

A la sortie du laser, le faisceau a un diamètre de $8 \text{ mm} \pm 0,2\text{mm}$ (à $1/e^2$) avec une divergence de 2 mrad. L'entrée utile du modulateur acousto-optique étant de 7 mm, un système afocal a été mis en place afin de diviser par deux la taille du faisceau.

2.2.2 Contrôle de la puissance déposée

Un modulateur acousto-optique, noté par la suite AOM, (Isomet, 1209-9-1010M) permet le contrôle très précis, à la fois de la durée et de la puissance des tirs laser. En effet, le contrôle de la durée des tirs pourraient être effectué en envoyant des trains d'impulsions pour ajuster le signal de modulation. Cependant, ceci n'est pas possible dans le mode stabilisé. De plus, les temps d'ouverture et de fermeture du shutter mécanique du laser ne sont pas adaptés à notre application. On utilise ainsi le modulateur acousto-optique pour exercer cette fonction qui est, au final, une double fonction : échantillonnage temporel des impulsions délivrées sur l'échantillon et modulation de la puissance de ces impulsions.

Un générateur d'onde Radio-Fréquence (Isomet, RFA 641 RF) est relié à la cellule piézo-électrique de l'AOM (figure 2.4) et fait vibrer le cristal de germanium, transparent à la longueur d'onde du laser. L'onde acoustique modifie périodiquement la densité du milieu ce qui se traduit par une modulation spatiale de l'indice de réfraction du cristal.

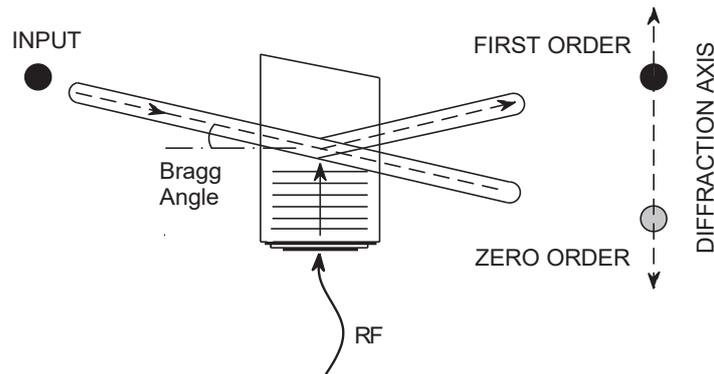


FIGURE 2.4 – Schéma de principe d'un modulateur acousto-optique. (Source [90])

Un réseau de diffraction est créé avec un pas Λ dépendant de la vitesse v et la fréquence f de l'onde RF :

$$\Lambda = \frac{v}{f} \quad (2.2)$$

avec, dans notre cas, $v = 5,5 \text{ mm}/\mu\text{s}$ pour le cristal de germanium à la fréquence du signal RF $f = 40 \text{ MHz}$. On obtient $\Lambda = 137,5 \mu\text{m}$.

Un faisceau laser incident est ainsi diffracté et l'angle de diffraction (angle de Bragg) Θ_B correspond à l'angle qui répond aux conditions d'interférences constructives et est donné par :

$$\Theta_B = \frac{\lambda}{2\Lambda} \quad (2.3)$$

avec λ la longueur d'onde du faisceau laser incident.

Un faisceau laser CO_2 , émettant à $10,6 \mu\text{m}$, est ainsi séparé en deux ordres distincts (0 et 1) avec un angle de Bragg de 38 mrad ($2,21^\circ$). L'angle de séparation entre les deux ordres vaut $\Theta = 2.\Theta_B = 4,42^\circ$.

Le modulateur acousto-optique et le générateur RF sont contrôlés par l'utilisateur via un signal analogique et un signal numérique. Le signal numérique TTL permet d'activer, ou non, le signal RF. Le signal analogique module l'amplitude du signal RF. La figure 2.5 présente un exemple de modulation possible par la combinaison de ces deux signaux ((a) et (b)) et ainsi la puissance délivrée dans l'ordre 1.

La modulation du signal analogique (entre 0 et 10 V) contrôle la répartition de la puissance délivrée dans l'ordre 0 et 1. La figure 2.6 présente une mesure de la puissance dans l'ordre 1, obtenue par un calorimètre, en fonction de la tension d'entrée envoyée au modulateur acousto-optique.

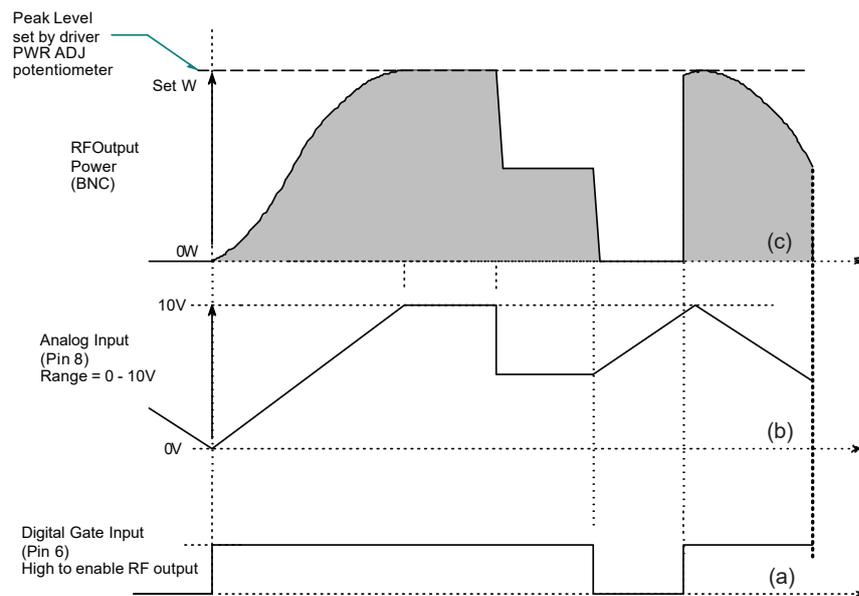


FIGURE 2.5 – Exemple de modulations (a) du signal numérique et (b) du signal analogique envoyés au générateur RF modifiant (c) la puissance laser délivrée par le modulateur acousto-optique dans l'ordre 1 de diffraction.

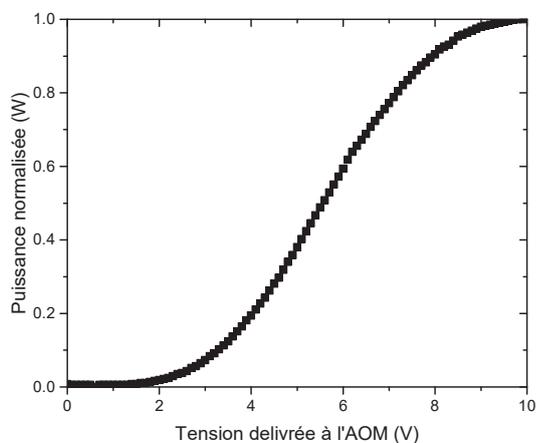


FIGURE 2.6 – Puissance laser mesurée et normalisée de l'ordre 1 en sortie du modulateur acousto-optique en fonction de la tension de modulation appliquée.

2.2.3 Caractérisation du faisceau focalisé

Le profil spatial du faisceau est mesuré par la technique du couteau. Cette méthode consiste à translater un couteau (ou une lame) perpendiculairement à la direction du faisceau et à mesurer la puissance transmise pour chaque position de la lame qui éclipse le faisceau. Ces résultats permettent de déduire le profil spatial du faisceau en faisant l'hypothèse qu'il est gaussien et à symétrie de révolution. La figure 2.7 présente les mesures expérimentales (points rouges et bleus), suivant les deux axes de déplacement du couteau

(X et Y). Le waist obtenu pour chacun des axes est de $400 \mu\text{m}$ ($\pm 20 \mu\text{m}$) à $1/e^2$.

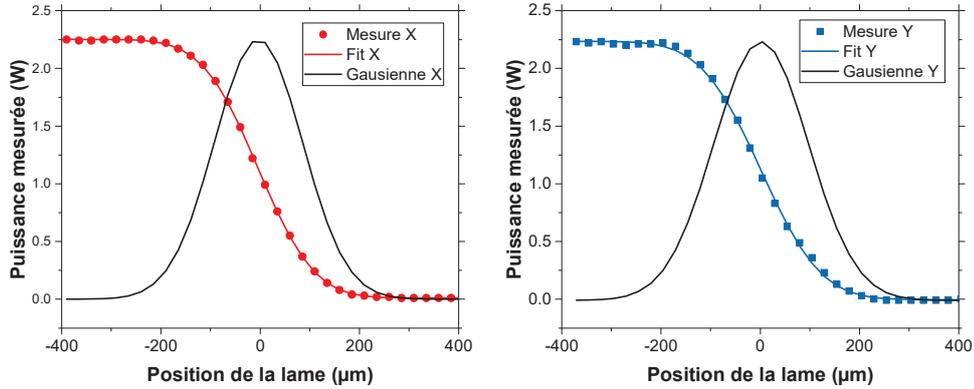


FIGURE 2.7 – Exemple de mesures de la taille du faisceau par la méthode du couteau selon l’axe horizontal X et l’axe vertical Y.

Comme évoqué au début de la partie 2.2, le dispositif expérimental possède deux voies d’irradiations avec chacune une lentille de focalisation. Nous présentons les principales caractéristiques spatiales du faisceau laser obtenu, pour les deux possibilités.

Voie directe

La *voie directe* utilise une lentille de focale 10 pouces (254 mm) montée sur une platine de translation. Ainsi, il est possible de déplacer la lentille de focalisation, par rapport à l’échantillon qui est fixe et ainsi d’ajuster le diamètre du faisceau laser CO_2 au niveau de l’échantillon. La figure 2.8 présente les mesures expérimentales (points rouges et bleus), à différentes positions de la lentille de focalisation, suivant deux axes de déplacement de du couteau (X et Y), obtenues par la méthode du couteau. Chaque point correspond à une mesure.

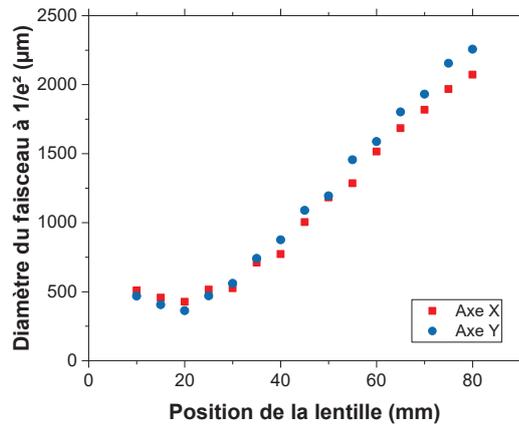


FIGURE 2.8 – Diamètre du faisceau à $1/e^2$ du maximum de l’intensité dans le plan de l’échantillon en fonction de la position de la lentille selon l’axe horizontal (X) et vertical (Y).

Voie galvanométrique

La tête galvanométrique (Cambridge Technology, ProSeries II) utilisée est composée de deux miroirs et d'une lentille de balayage, ou encore f-theta, de focale 200 mm. Les deux miroirs, montés sur des moteurs galvanométriques, dévient le faisceau laser dans deux directions. La vitesse de déplacement maximale du faisceau laser dans le plan focal de la lentille est de 1 m/s avec une résolution angulaire de 12 mrad. Le diamètre d'ouverture utile de la tête galvanométrique est de 14 mm.

L'échantillon est placé dans le plan de focalisation de la lentille. La lentille de balayage permet d'obtenir une taille et une forme du faisceau laser constantes pour n'importe quelle position du faisceau laser dans le plan de focalisation de la lentille. Elle est donc particulièrement adaptée dans l'utilisation de miroirs galvanométriques. Le waist mesuré pour chacun des axes est de 400 μm ($\pm 20 \mu\text{m}$) à $1/e^2$.

2.2.4 Contrôle commande et synchronisation des éléments du dispositif

La synchronisation des différents éléments du banc de stabilisation, ainsi que le contrôle commande associé, diffèrent également selon la voie de tir utilisée. Cependant, dans les deux cas, l'amplitude de la puissance délivrée dans l'ordre 1, qui sera par la suite déposée sur l'échantillon, est contrôlée par carte DAQ (National Instrument) générant le signal analogique [0 - 10 V]. La différence majeure entre les deux configurations réside dans le signal numérique contrôlant la durée des impulsions délivrées sur l'échantillon. Nous présentons ces différences ainsi que les programmes labview qui ont été développés pour chaque cas.

Voie directe

Le schéma de synchronisation des différents éléments est représenté sur la figure 2.9. Nous utilisons un générateur de délais (DG535, Stanford Research Systems) qui transmet à l'AOM le signal numérique dont la durée est déterminée par l'utilisateur. Ce dernier définit également la position de la lentille montée sur la platine de translation.

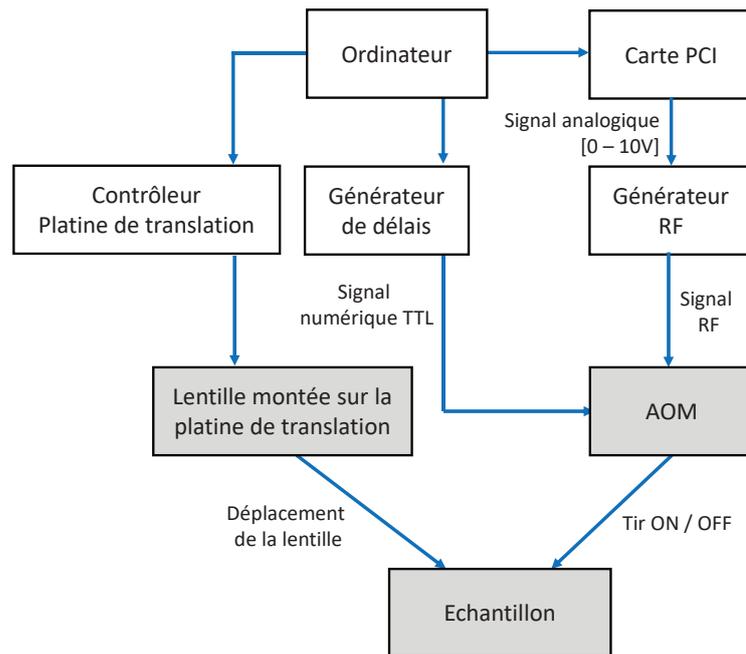


FIGURE 2.9 – Schéma du contrôle commande des différents éléments dans le cas d'un tir par la *voie directe*. Les éléments physiques présents sur le banc sont représentés en gris.

Le contrôle des différents éléments s'effectue par un programme Labview (figure 2.10). Ce programme permet de déplacer l'échantillon, de translater la lentille de focalisation fixée sur la platine motorisée et de choisir la puissance du tir (ainsi que sa durée dans le cas d'une impulsion). Notons qu'une calibration de la puissance est réalisée (du type de celle qui est présentée sur la figure 2.6) avant chaque campagne d'expérimentations afin de connaître la puissance associée à la tension envoyée à l'AOM.

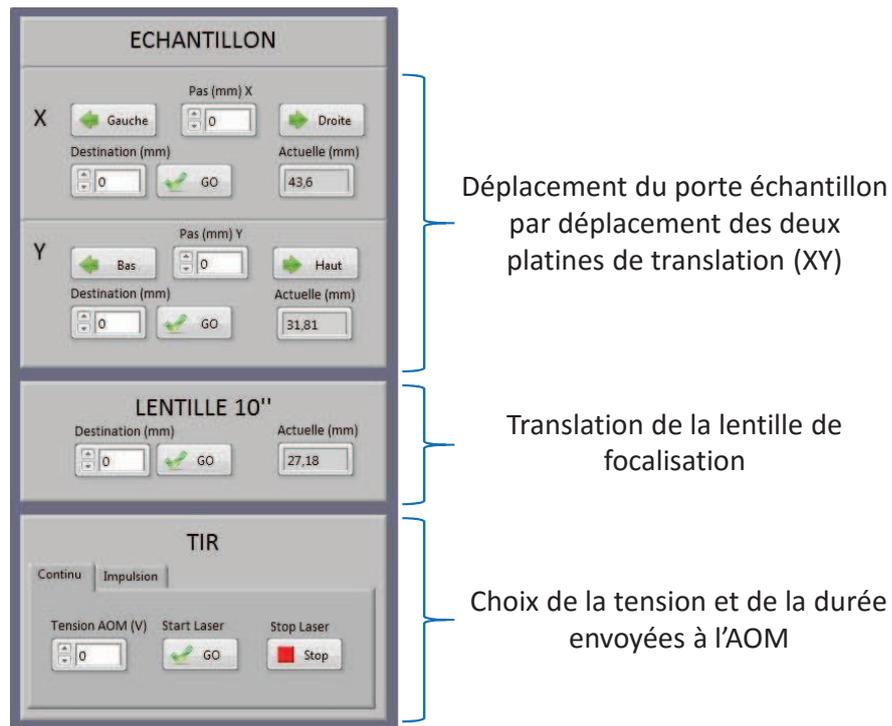


FIGURE 2.10 – Programme labview utilisé pour le contrôle des éléments de la voie *directe*.

Voie galvanométrique

Dans le second cas, présenté sur la figure 2.11, le contrôleur de la tête galvanométrique émet un signal numérique, synchronisé avec le mouvement des miroirs. Ce signal est récupéré et envoyé au modulateur acousto-optique : le tir est ainsi synchronisé avec le mouvement des miroirs.

L'utilisateur indique les options de gravure et la trajectoire qu'il souhaite imposer au faisceau laser afin de graver le motif voulu. Un exemple de motif, suivant une trajectoire de type "ligne", est présenté sur la figure 2.12. Ici, la vitesse de déplacement du faisceau dans le plan de l'échantillon est de 280 mm/s. Pendant le déplacement, des impulsions de 200 μ s sont délivrées toutes les millisecondes (rapport cyclique de 20%). La puissance du laser est de 82 W.

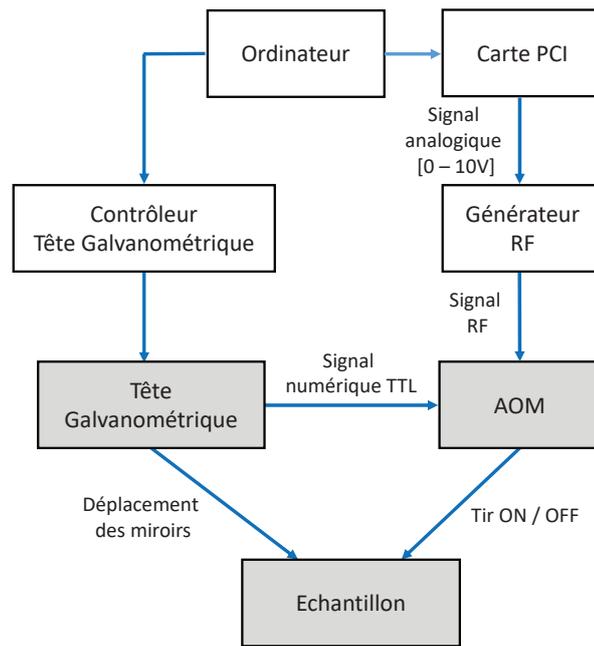


FIGURE 2.11 – Schéma du contrôle commande des différents éléments dans le cas d'un tir par la *voie galvanométrique*. Les éléments physiques présents sur le banc sont représentés en gris.

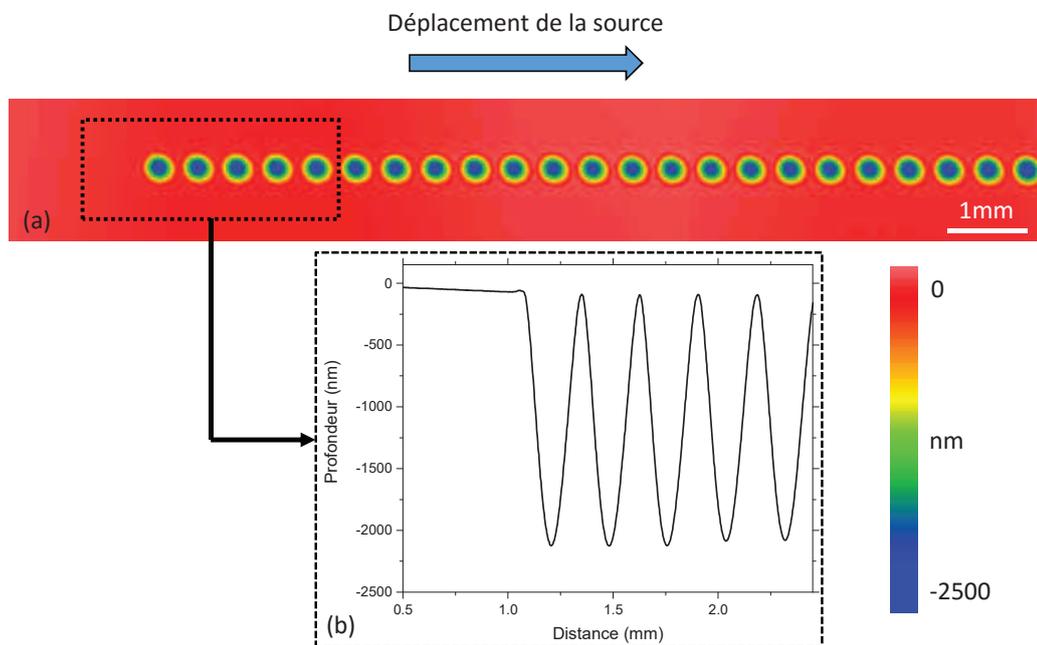


FIGURE 2.12 – (a) Cartographie de la zone obtenue par profilométrie optique de la zone irradiée et (b) profil extrait de cinq des cratères obtenus.

Les options du programme Labview apparaissant sur la figure 2.13 seront présentés

dans le chapitre 4. On remarque deux zones semblables (cadres bleus) à l'interface du tir direct (figure 2.10) : celle contrôlant les platines de translation pour le déplacement de l'échantillon est identique au cas précédent et celle modifiant la tension appliquée à l'AOM est quasi-similaire (les boutons "start" et "stop" n'apparaissent pas mais la commande envoyée à la carte PCI est la même). Ce programme est dédié à la réalisation de structures circulaires dont l'utilisateur définit les paramètres : modulation du train d'impulsion délivré par l'AOM, diamètre extérieur de la structure, vitesse de déplacement du faisceau laser sur l'échantillon et écart entre deux cercles concentriques du motif de gravure.

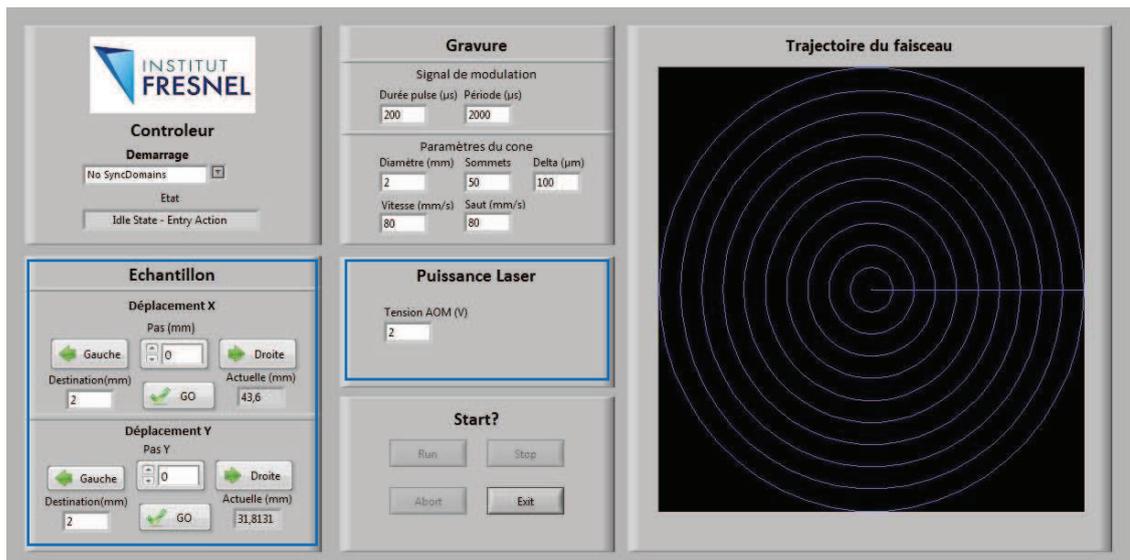


FIGURE 2.13 – Programme labview utilisé pour le contrôle des éléments de la *voie galvanométrique*.

2.3 Outils classiques de caractérisations

Cette partie décrit les différents outils de caractérisations couramment utilisés *in-situ* et *ex-situ* qui ont été utilisés au cours de cette thèse. Ils nous ont permis d'observer les cratères formés dans la silice, de mesurer leur forme, de visualiser les débris créés lors du procédé laser ainsi que les contraintes mécaniques résiduelles générées lors du chauffage laser et du refroidissement conséquent rapide de la silice.

2.3.1 Caractérisations in-situ

Dans notre dispositif expérimental, la platine de translation horizontale possède une course de déplacement longue permettant d'avoir une voie de caractérisation déportée intégrée au banc d'expérimentation, dite *in-situ*. Il y est placé un microscope à contraste interférentiel permettant notamment de travailler en mode de contraste interférentiel mais aussi en fond clair et fond noir. Combiné à un système d'éclairage adapté (décrit dans

la section 2.3.1), le microscope permet d'observer les contraintes mécaniques résiduelles dans le matériau : on parle de polariscope.

Microscopie à contraste interférentiel

Dans le cadre de cette thèse, nous utilisons un microscope à contraste différentiel permettant de visualiser (figure 2.14), les sites créés par le laser CO₂ et de mettre en évidence les faibles variations de chemin optique (cratère nanométrique dans le cas (a) de la figure 2.14).

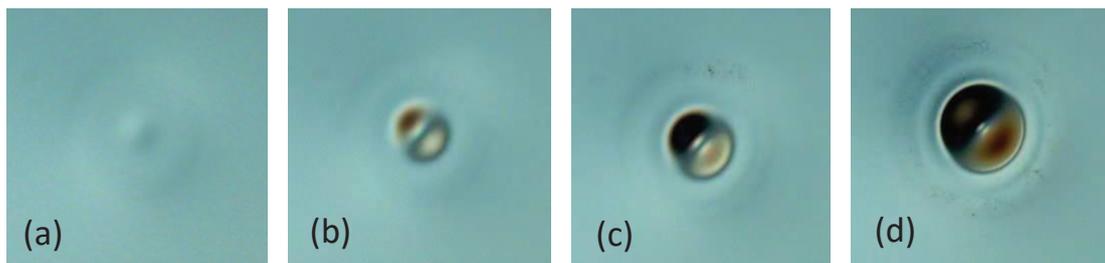


FIGURE 2.14 – Observations au microscope nomarski de cratères CO₂ dans un matériau de silice pour différentes puissances d'irradiation.

Polariscope

Le procédé par laser CO₂ sur le verre entraîne un échauffement suivi d'un refroidissement rapide du matériau qui peut produire des contraintes. L'un des moyens expérimentaux pour observer ces contraintes est le polariscope (figure 2.15). L'échantillon de silice, illuminé par une source blanche collimatée, est placé entre deux polariseur croisés et l'image de l'échantillon est formée par le microscope, présenté dans la partie précédente.

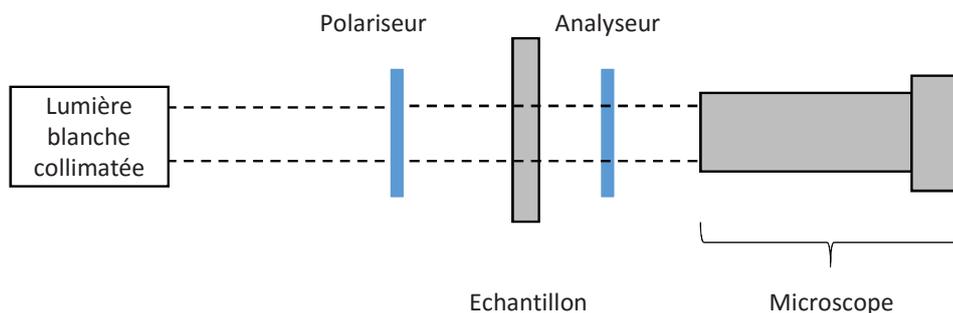


FIGURE 2.15 – Schéma de principe du polariscope.

Dans cette configuration, l'anisotropie induite par les contraintes dans l'échantillon se traduira par un motif lumineux associé à la distribution de ces contraintes. La figure 2.16 est l'observation polariscope des cratères de la figure 2.14. Notons qu'un maximum de

déphasage est mis en évidence en périphérie du cratère. Celui-ci décroît rapidement vers l'intérieur et, à l'inverse, lentement vers l'extérieur.

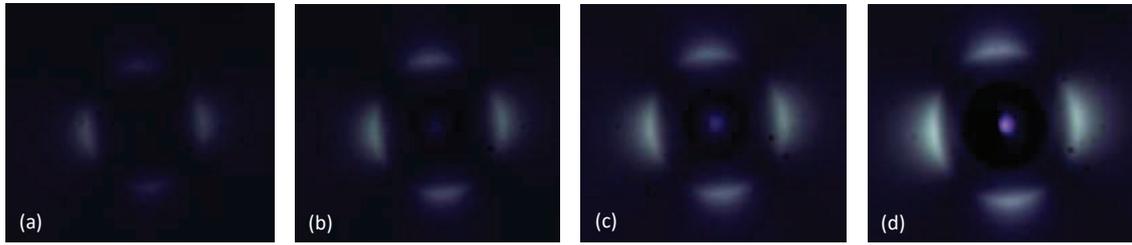


FIGURE 2.16 – Observations au polariscope des cratères CO_2 présentés dans la figure 2.14.

Au vu de la structure géométrique des cratères formés dans la silice, les directions des contraintes principales sont parallèles et orthogonales au rayon, comme représenté sur la figure 2.17 (a). La biréfringence locale est directement liée à la différence entre ces deux contraintes principales. Quand la lumière est polarisée le long d'une de ces directions elle reste polarisée linéairement. Ainsi, aucune lumière ne passe à travers le polariseur croisé. Cet effet s'observe dans quatre directions, comme représenté sur la figure 2.17 (b). Inversement, un déphasage maximum est présent quand la lumière est polarisée à 45° , en cohérence avec les directions des deux principales contraintes. Le détail des équations décrivant le comportement de l'observation au polariscope est donné dans l'annexe 4.6.

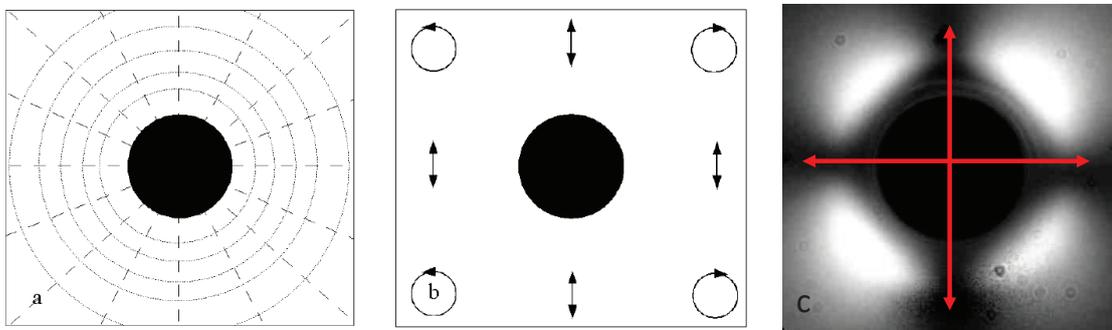


FIGURE 2.17 – (a) Directions (parallèle et orthogonales au rayon) des contraintes périphériques d'un cratère formé par irradiation CO_2 . (b) Représentation schématique de l'état de polarisation à la sortie d'un cratère CO_2 pour une lumière incidente polarisée dans la direction verticale. (c) Observation au polariscope d'un cratère CO_2 . Les axes des polariseurs croisés sont représentés en rouge. (Source [79])

2.3.2 Caractérisations ex-situ

Les moyens de caractérisations *in-situ* décrits précédemment permettent de visualiser la morphologie d'un cratère ainsi que ses contraintes associées. Néanmoins, ces deux dis-

positifs ne nous permettent pas de caractériser précisément la morphologie de ces sites. Ainsi, différents moyens de caractérisation *ex-situ* ont été utilisés au cours de cette thèse.

Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB, ou *Scanning Electron Microscopy*) est une technique d'observation de la matière basée sur les travaux de Knoll [91] et de Von Ardenne [92] et commercialisée en 1965. Cette méthode à haute résolution utilise un faisceau d'électrons afin d'observer un échantillon qui est mis sous vide. Les électrons primaires, issus du canon à électron, frappent la surface de l'échantillon et sont diffusés de manière élastique et inélastique. Notons que la haute résolution de ce type d'appareil est due à l'utilisation d'électrons dont les longueurs d'onde associées sont très inférieures à celle des photons, utilisés en microscopie optique. La résolution latérale du MEB est ainsi meilleure.

Des images MEB (Hitachi, TM-1000) d'un dommage nanoseconde et de re-dépôts de silice, en périphérie d'un cratère CO_2 , sont présentées sur la figure 2.18 (a) et (b). Les images en microscopie classique et en éclairage fond noir sont également présentées (figure 2.18 (c) et (d)).

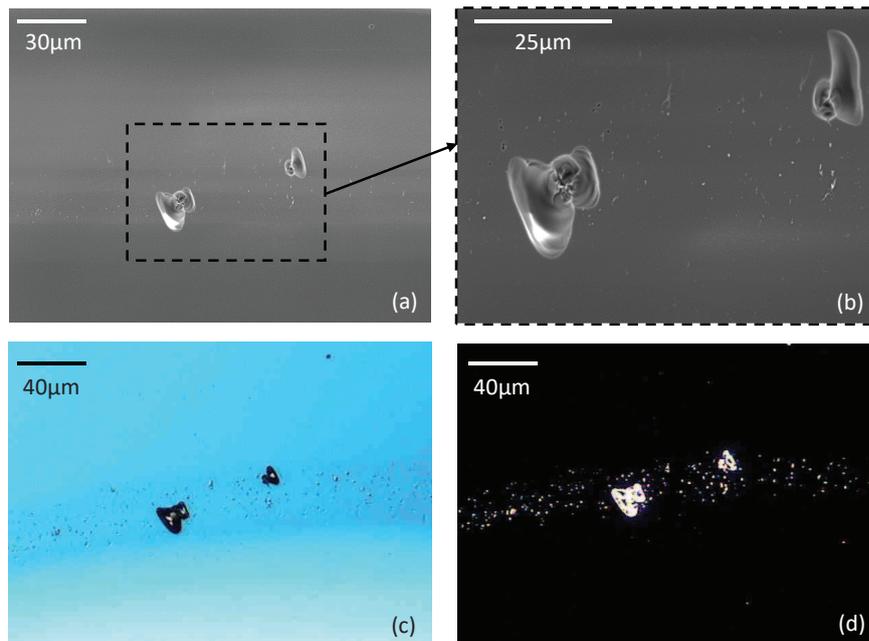


FIGURE 2.18 – (a) et (b) sont deux images MEB avec des grossissements différents d'un dommage amorcé et des re-dépôts de silice en périphérie d'un site créé par laser CO_2 . (c) et (d) sont respectivement des observations au microscope optique et en microscopie optique en fond noir de la même zone

Microscopie confocale

La microscopie confocale est une technique de caractérisation optique décrite en 1955 par Minsky [93] et commercialisée au début des années 1980. Elle utilise une source

ponctuelle (laser) qui va exciter le matériau. Un détecteur permet de collecter la lumière émise par ce point. Le terme "confocal" vient du fait que la source d'excitation et le détecteur sont en deux foyers du système qui sont tous deux images du même point de l'échantillon. En positionnant le plan focal de l'objectif à différents niveaux de profondeur dans l'échantillon, on obtient une série d'images qui, assemblées, permettent de constituer une représentation tridimensionnelle du site observé.

Dans le cadre de cette thèse, les mesures par microscopie confocale (Leica, TCS SPE) nous ont permis de visualiser les fractures sous-surfaciques d'un dommage (figure 2.19) ainsi que la morphologie des sites CO_2 créés. Cependant, l'inconvénient principal de cette technique est la nécessité d'immerger le site observé dans un liquide d'indice afin de caractériser le plus précisément possible les fractures. De plus, le temps d'acquisition de la série d'images pour un site est relativement long (de quelques minutes à quelques dizaines de minutes).

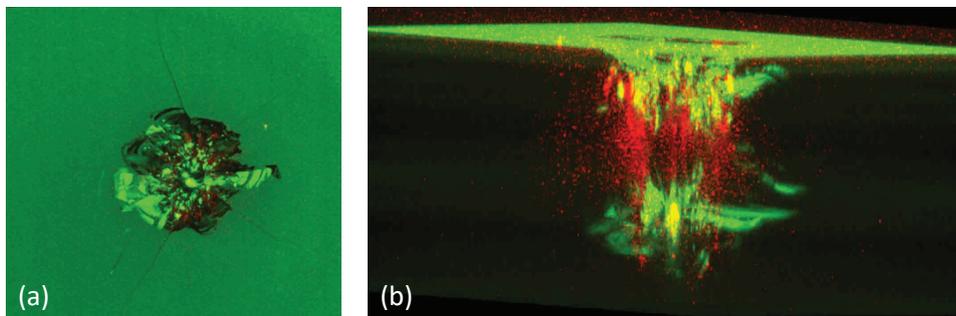


FIGURE 2.19 – Observation au microscope confocal d'un dommage laser. L'image (a) correspond à une vue de dessus et l'image (b) en profondeur. L'excitation se fait à 532 nm en vert : signal récolté à 532 nm (réflexion, diffusion liée aux fractures). En rouge : signal récolté entre [550 et 900 nm] (luminescence liée aux défauts électroniques)

Microscopie à force atomique

La microscopie à force atomique (ou *Atomic Force Microscopy (AFM)*) est une méthode de caractérisation inventée par Binnig en 1986 [94] et fait partie de la famille des microscopes à sonde locale. Le principe général des microscopes à sonde locale repose sur le contrôle des déplacements d'une sonde ou pointe de taille nanométrique dans le champ proche de l'échantillon de manière à collecter des informations relatives à des caractéristiques de l'échantillon à l'échelle de la taille de la pointe. La pointe, montée sur un levier, se déforme élastiquement en présence d'aspérités de surface. La force de déflexion du levier rend compte des variations des forces d'interaction pointe-échantillon et donc de la topographie de l'échantillon.

Nous avons utilisé cette technique au cours de nos études (Brucker, Dimension Edge) sur les réseaux de diffraction (mesure de la profondeur des traits ainsi que la période spatiale illustrée sur la figure 2.20).

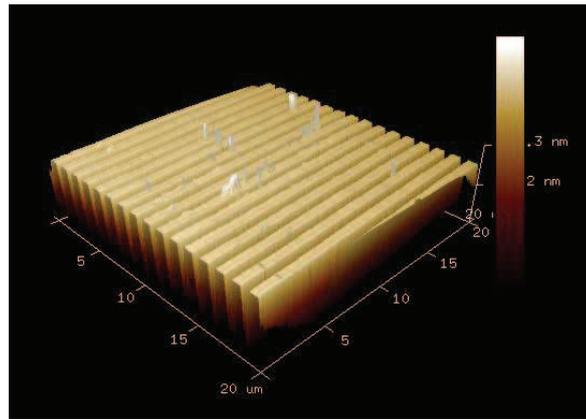


FIGURE 2.20 – Image 3D d'une caractérisation AFM d'une partie d'un réseau de diffraction.

Profilométrie optique

Le profilomètre optique est un instrument de caractérisation non intrusif (sans contact) qui permet de mesurer la rugosité et le relief d'une surface. C'est une technique interférométrique qui est basée sur la réflexion d'un signal lumineux permettant d'établir la topographie de l'échantillon.

Au cours de cette thèse, nous avons utilisé un profilomètre optique (Zygo, Newview 7300) possédant un mode "recouvrement" permettant de cartographier de grandes surfaces (jusqu'à plusieurs dizaines de millimètres). Un mode de fonctionnement de l'appareil permet de déplacer l'échantillon de façon automatique et puis de reconstruire la topographie de la zone d'intérêt en assemblant les images. Trois objectifs sont à notre disposition dont les caractéristiques sont les suivantes (2.3) :

TABLE 2.3 – Caractéristiques des objectifs du profilomètre optique

Grandissement	1	10	100
Pente limite (deg)	1,34	14,53	40,36
Distance de travail (mm)	40	7,4	0,5
Ouverture numérique	0,03	0,3	0,85

La résolution verticale en z spécifiée par le constructeur est de 0,1 nm. Cette excellente résolution en Z est liée à la mesure interférentielle de l'outil optique et permet une caractérisation précise de la morphologie des cratères générés. La figure 2.21 est un exemple de mesure obtenue à partir du cratère (a) présenté dans les figures 2.14 (observations microscope) et 2.16 (observations polariscope).

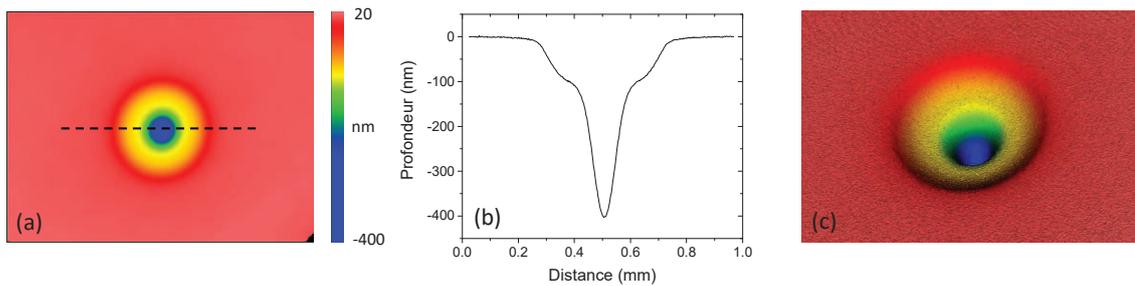


FIGURE 2.21 – (a) Cartographie 2D obtenue par profilométrie optique du cratère CO_2 (a) présenté sur la figure 2.14. (b) profil obtenu à partir de la coupe en pointillé de (a) et (c) reconstruction 3D de la surface.

Cependant, pour des pentes de cratères importantes, il n'est pas possible de reconstruire la forme complète du cratère. La solution est d'utiliser un objectif avec une pente limite supérieure mais dont le champ de mesure est inférieur (objectif X10 ou X100). L'utilisation du mode recouvrement est ainsi nécessaire, ce qui augmente considérablement le temps de mesure et devient rédhibitoire pour les sites millimétriques.

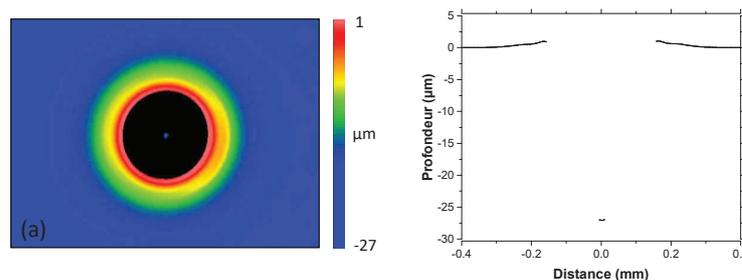


FIGURE 2.22 – (a) Cartographie 2D et (b) profil extrait obtenus par profilométrie optique d'un cratère CO_2 dont la pente est trop importante pour que la reconstruction du profil soit complète.

Profilométrie mécanique

Le principe du profilomètre mécanique se rapproche de celui des AFM à contact. Une pointe avec un rayon de courbure descend jusqu'au contact de l'échantillon à étudier. Cette pointe balaye la surface selon une direction donnée et reconstruit le profil de surface via un capteur inductif. Selon les caractéristiques de la surface à caractériser, différentes forces peuvent être appliquées à la pointe.

Des mesures avec cet instrument de caractérisation ont été effectuées au cours de ces travaux (Brucker, Dektak) dans les cas où la mesure par profilométrie optique n'était pas possible (pente trop importante, surface trop rugueuse, ...). Un exemple est présenté sur la figure 2.23.

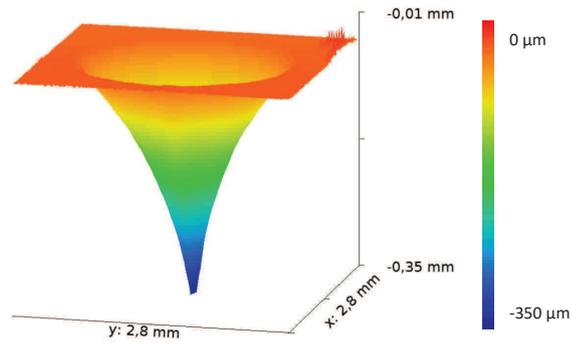


FIGURE 2.23 – Reconstruction 3D d’une mesure obtenue par profilométrie mécanique.

2.4 Caractérisation par microscopie de phase quantitative

Les relatives grandes dimensions des cratères générés dans le matériau de silice au cours de cette thèse nous ont amené à utiliser une méthode de caractérisation morphologique répondant à nos critères. En effet, la caractérisation d’un cratère typique de diamètre 2 mm, profond de 500 μm et possédant des rebonds en périphérie de quelques dizaines de nanomètres nécessite une technique ayant un large champ de mesure, une grande dynamique et pouvant résoudre des pentes relativement élevées (environ 30 degrés).

2.4.1 Principe de la technique

La caméra SID4-HR (Phasics) utilisée est un analyseur de front d’onde. Un front d’onde, déformé au passage d’un échantillon à analyser (figure 2.24 (b)), contient une information de phase et d’intensité que la caméra est capable de mesurer via une technique d’interférométrie multi ondes [95–97].

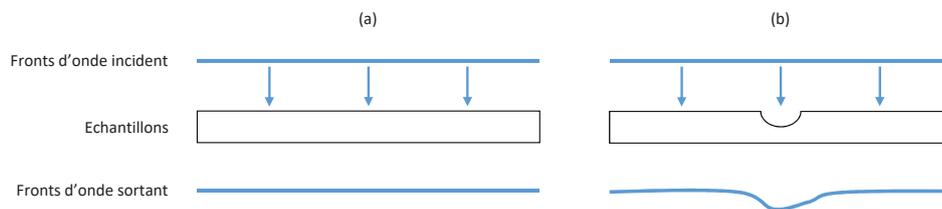


FIGURE 2.24 – Fronts d’onde de référence (a) et après passage dans un échantillon présentant un profil de surface modifié (b).

La caméra SID4-HR contient un capteur CCD et une optique diffractive (figure 2.25 (b)) (un masque de Hartmann modifié). Ce réseau de diffraction génère 4 répliques d’une onde incidente (a), selon 4 angles et formant une figure d’interférence à 4 ondes à la

surface d'un capteur CCD (c). L'interférogramme obtenu représente une carte d'interférence à deux dimensions spatiales contenant les informations de gradient de phase dans les directions X et Y. A partir d'une analyse de Fourier de la figure d'interférence, les cartes de gradient (e) sont calculées. Par intégration bi-dimensionnelle (f), on obtient la cartographie de chemin optique. Au cours de cette thèse, la camera utilisée possédait un échantillonnage spatial de 4 x 4 pixels (29,6 μm x 29,6 μm) avec 300 x 400 points de mesures.

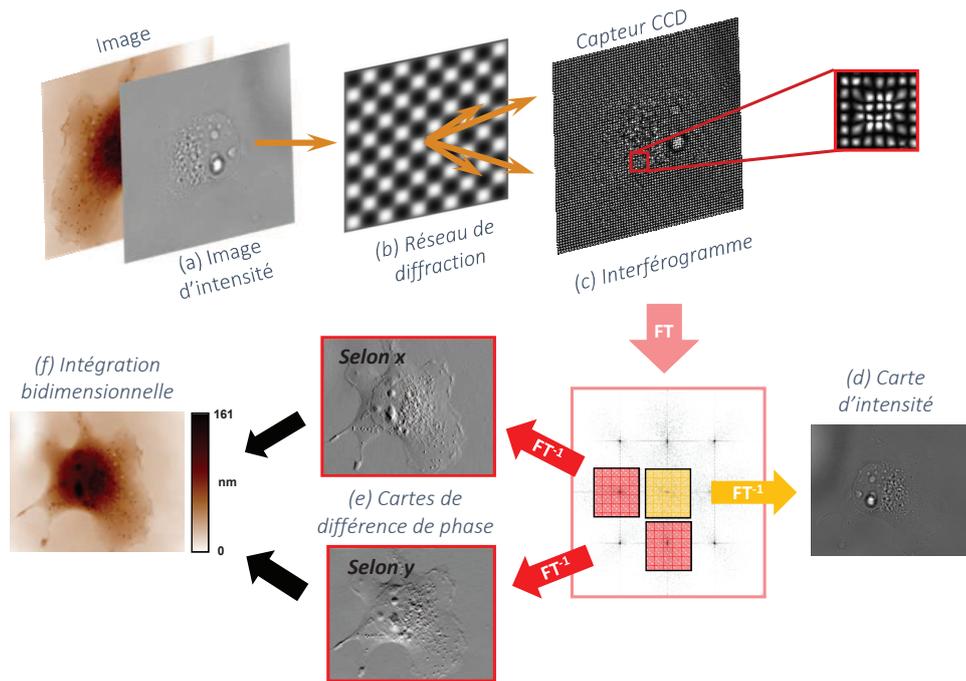


FIGURE 2.25 – Schéma de principe de l'analyseur de front d'onde.

La mesure de variation de chemin optique est par principe autoreférencée, ce qui rend le système très robuste aux vibrations. Il est possible de mesurer la différence de chemin optique avec une sensibilité théorique inférieure à 1 nm sur une dynamique de quelques centaines de microns, ce qui représente un fort avantage dans la mesure de forme des cratères générés dans la silice.

2.4.2 Profilométrie

Mesures ex-situ

Des études préliminaires de mesure profilométrique de cratère CO_2 par imagerie de phase ont été effectuées sur un microscope inversé de biologie (Nikon, Ti-U) contenant la caméra SID4Bio de Phasics (figure 2.26). Ces études nous ont permis de définir les paramètres optimaux d'observation comme le choix de l'objectif de microscope ou de la source d'éclairage par exemple. Notons que, pour des mesures ex-situ, il est possible de placer un filtre passe bande (comme représenté sur le schéma).

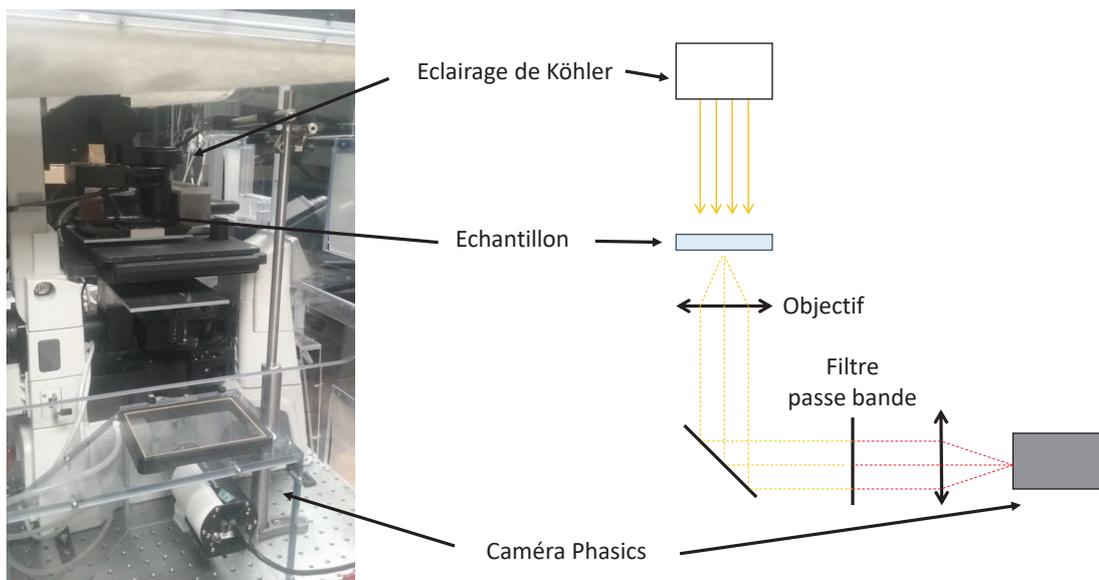


FIGURE 2.26 – Photographie (à gauche) et schéma (à droite) de la configuration expérimentale utilisée pour les études des mesures profilométriques par caméra de phase.

L'avantage de la camera de phase utilisée au cours de cette thèse est qu'elle peut être directement intégrée sur le microscope de notre banc d'expérimentation (figure 2.1).

Mesures in-situ

Suite à ces études préliminaires, nous avons caractérisé, in-situ, les zones irradiées par laser CO_2 , directement après le tir. Dans notre montage, il est possible d'irradier l'échantillon puis de le déplacer vers la voie de caractérisation, où est placé le microscope (figure 2.27). Pour les mesures avec la caméra de phase, la procédure suivante est appliquée : on effectue une acquisition de référence sur une zone vierge de l'échantillon, cette zone est ensuite irradiée (en déplaçant l'échantillon vers la voie de tir), puis on se repositionne dans cette zone afin d'effectuer la mesure de différence de chemin optique. Nous utilisons comme source d'éclairage un faisceau laser rouge collimaté à 685 nm (Thorlabs, MCLS1) en transmission. Différents moyens de caractérisation ont été utilisés afin de comparer les mesures obtenues par la camera de phase afin de les valider : profilométries optique, mécanique et observation au microscope.

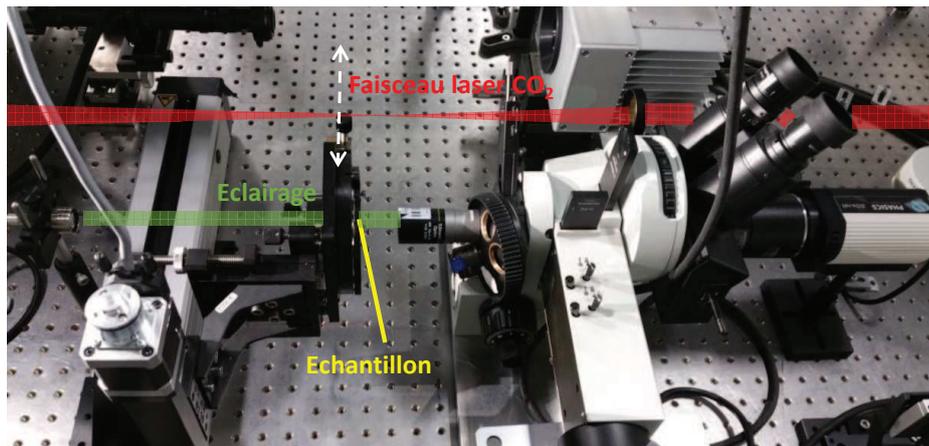


FIGURE 2.27 – Photographie de la configuration expérimentale utilisée pour caractériser les sites créés par l'irradiation CO₂.

Une première étude comparative a été effectuée pour des tirs CO₂ sans mouvement de la source en utilisant la voie d'irradiation "directe". Deux tailles de faisceau ont été utilisées (700 μm et 1400 μm) pour une durée de tir de 1 s avec une puissance de laser variable. La figure 2.28 présente deux exemples de résultats dans les cas de tir de 1 s, à 700 μm à deux puissances de 5.1 et 6.3 W ((a) imagerie de phase, (b) profilomètre optique et (c) observation au microscope)

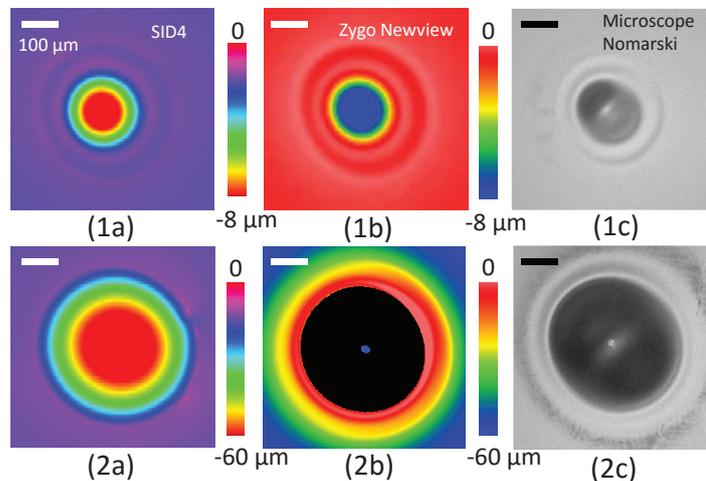


FIGURE 2.28 – (a) Cartographies de différence de chemin optique obtenues, in-situ, par la caméra de phase, (b) cartographies de surface obtenues, ex-situ, par profilométrie mécanique et (c) observations au microscope Nomarski pour deux types de cratères obtenus à des puissances laser de 5,1 W (ligne supérieure) et 6,3 W (ligne inférieure).

Le bilan comparant les profondeurs mesurées à la caméra de phase et au profilomètre optique est présenté dans la figure 2.29 pour les deux diamètres de faisceau. La profondeur est définie comme la mesure la plus profonde par rapport au niveau de la surface qui n'a pas

subi le tir laser. Un bon accord entre les deux méthodes de caractérisation morphologique a été obtenu pour une large gamme de puissance, avec deux tailles de faisceau, générant des profondeurs de cratère allant de quelques microns à une centaine de microns.

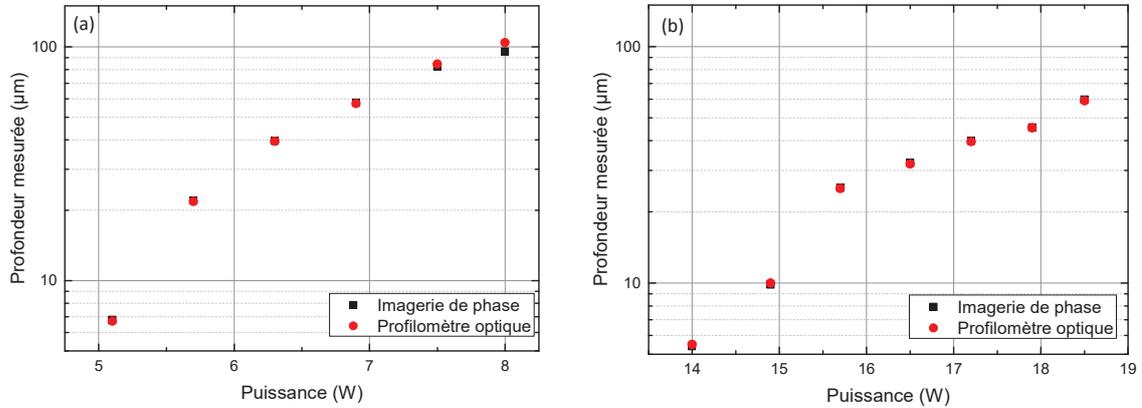


FIGURE 2.29 – Comparaison des mesures de profondeurs obtenues par imagerie de phase (points noirs) et par profilométrie optique (points rouges) en fonction de la puissance du laser CO_2 pour une taille de faisceau de 700 μm (a) et 1400 μm (b).

Nous présentons (figure 2.30) deux exemples de comparaisons des profils obtenus par les deux techniques de mesure (puissance laser de 5.1 W et 6.9 W). Un zoom sur le rebond en périphérie du cratère a été effectué sur (b). Nous remarquons un bon accord dans cette zone perturbée, où le verre a subi un fluage lors de la formation du cratère. De plus, et comme montré précédemment (figure 2.29), la profondeur du site est également mesurée par les deux systèmes de mesure. Cependant, l'imagerie de phase reconstruit le profil complet, contrairement au profilomètre optique (à cause des valeurs de pente trop élevées)

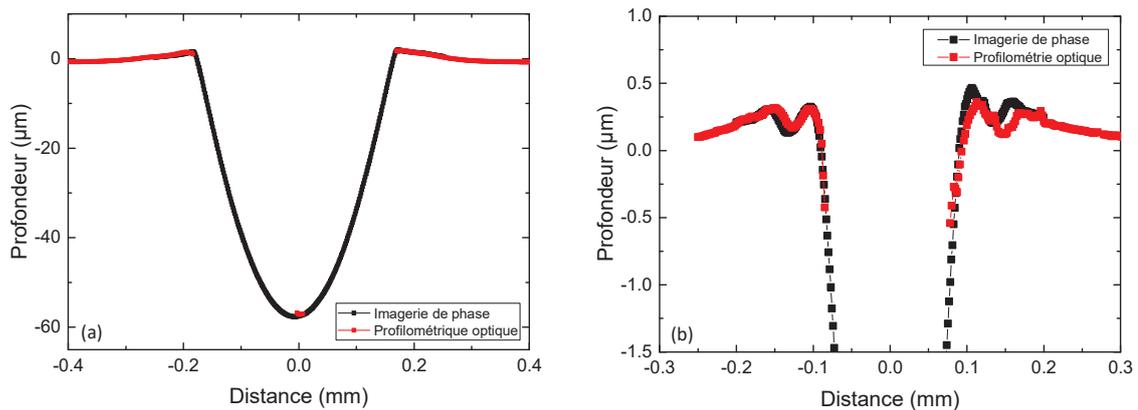


FIGURE 2.30 – Profils de cratères obtenus par imagerie de phase (points noir) et par profilométrie optique (point rouges) pour des sites à deux puissances laser : 5.1 W (a) et 6.9 W (b). Précisons que la position de la coupe n'est pas exactement la même sur les 2 mesures ce qui peut expliquer les légères différences.

Une seconde étude comparative a été effectuée sur des sites obtenus avec la voie "galvanométrique" de notre banc d'expérimentation, donnant des structures de plus grandes dimensions (typiquement 2 mm de diamètre pour 500 μm de profondeur). La formation de ces sites de forme conique sera détaillée dans le chapitre 4. Les sites à caractériser étant plus larges et plus profonds que ceux présentés ci-dessus, une nouvelle configuration a été mise en place (figure 2.31) utilisant un objectif d'appareil photo (Canon, focale de 50 mm, ouverture de F/1.4).

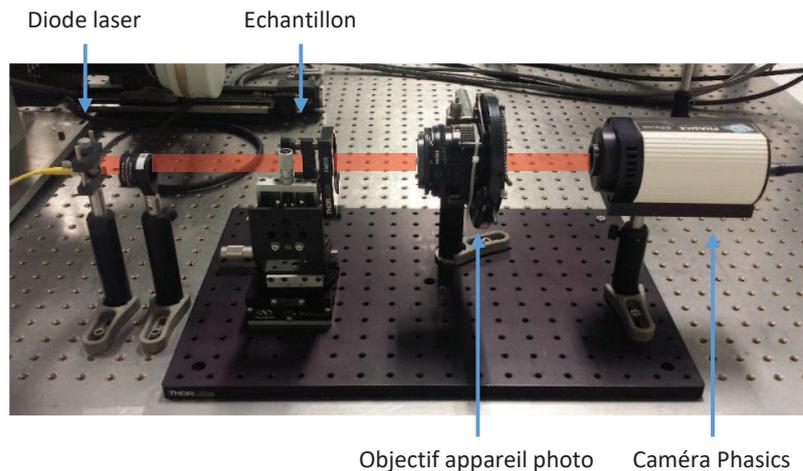


FIGURE 2.31 – Photographie de la configuration expérimentale utilisée pour les mesures de cratères profonds.

La figure 2.32 présente la comparaison entre un profil obtenu par l'imagerie de phase et par les instruments de profilométrie (optique et mécanique) pour un site CO_2 de forme conique. Un bon accord est obtenu pour résoudre à la fois la forme globale du site (représentée en (a)), validée par la profilométrie mécanique, mais également la bosse en périphérie (représentée en (b)), confirmée par le profilomètre optique. Néanmoins, pour des cratères ayant une profondeur supérieure à 300 μm , des limites sont observées. Dans ce cas, les franges de l'interférogramme ne sont pas résolues par le capteur de front d'onde à cause de la trop forte pente de la courbure du front d'onde. Cependant, dans les cas où nous avons besoin de caractériser des structures dont la profondeur est inférieure à 300 μm , une seule mesure, obtenue de façon quasi-instantanée (quelques secondes) par la caméra de phase, donne des résultats équivalents aux deux autres moyens de caractérisation ayant des temps de mesure beaucoup plus longs (de plusieurs dizaines de minutes).

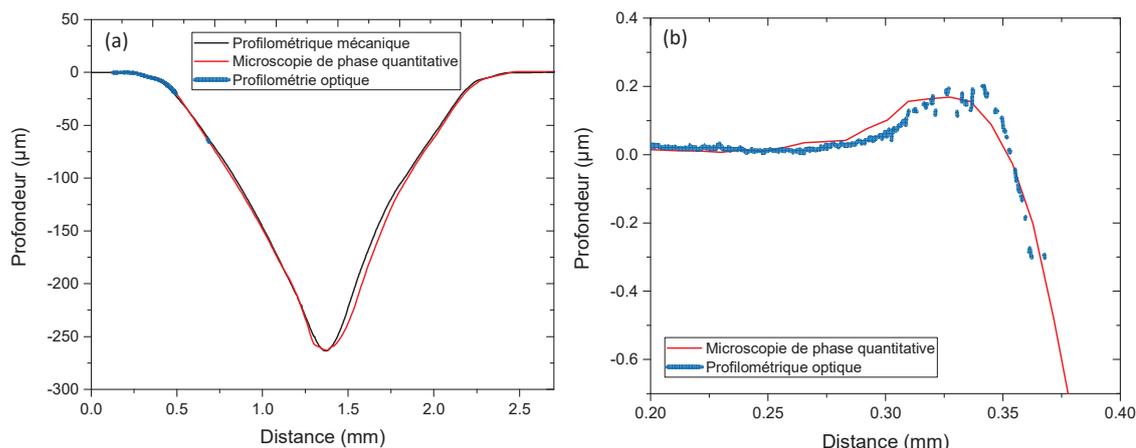


FIGURE 2.32 – Comparaison de profils obtenus par profilométrie optique (ligne bleu), mécanique (noire) et imagerie de phase (rouge) (a) et zoom sur la bosse en périphérie (b).

2.4.3 Mesures de biréfringence

La caméra de phase SID4Bio peut également être utilisée dans le cadre des études sur les contraintes mécaniques résiduelles générées dans le matériau au cours du procédé laser. En effet, l'irradiation par laser CO_2 sur le verre entraîne un échauffement suivi d'un refroidissement rapide de la silice produisant de la biréfringence dans le matériau. La mesure de la distribution de biréfringence est possible en introduisant dans le système optique un polariseur, après la source d'éclairage.

Nous avons vu précédemment que la caractérisation par polariscope (présentée dans la partie 2.3.1 de ce chapitre) permet d'obtenir la position du maximum de la zone de contraintes. La mesure que l'on obtient avec la caméra de phase nous permet de localiser mais également quantifier ces contraintes, et notamment le retard optique. La procédure de mesure est la suivante : on acquiert une mesure de la zone irradiée par laser dans un état de polarisation et on applique ensuite une rotation de 90° au polariseur afin de prendre une seconde image. Une soustraction des deux acquisitions est ensuite utilisée afin de mettre en évidence la zone de la silice ayant des chemins optiques différents entre les deux cartographies de phases prises dans les deux états de polarisation. On obtient ainsi la cartographie de biréfringence, dont un exemple est donné sur la figure 2.33.

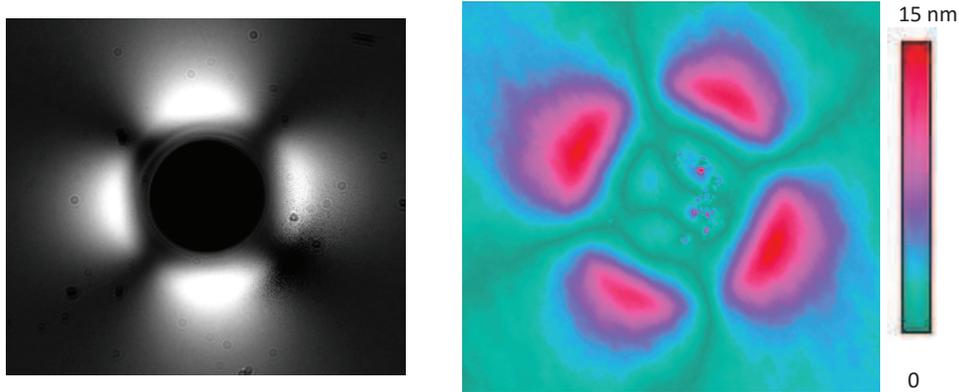


FIGURE 2.33 – (a) Mesure obtenue par le polariscopie d'un cratère CO_2 et (b) Cartographie de biréfringence du même site mesuré par la caméra de phase.

2.5 Mesures de propagation

Au cours de cette thèse, nous avons mené des expériences sur le banc EPSILON (Etude sous Pupille de la Surface d'onde en champ Intermédiaire à LONGue distance) du CEA-CESTA permettant de mesurer des surintensifications de lumière générées au passage de différents défauts dans une optique. Ce banc est également utilisé pour des mesures de modulations de front d'onde [98]. Une représentation schématique est donnée sur la figure 2.34.

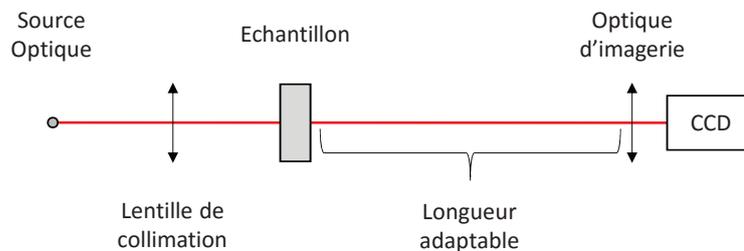


FIGURE 2.34 – Schéma de la configuration expérimentale du banc EPSILON pour la mesure de surintensifications de la lumière.

Un faisceau laser uniforme collimaté, à 351 nm, est envoyé sur un échantillon possédant le (ou les) défaut(s) à caractériser. Une caméra CCD (2048 x 2048 pixels, taille de pixel de 7,4 μm) récolte ainsi les images de l'onde diffractée le long de sa propagation en différents plans, en commençant par la sortie de l'échantillon. Le champ de mesure est de 15 x 15 mm^2 . Un système optique d'imagerie est utilisé pour les courtes distances de propagation afin de transférer la carte d'intensité au capteur CCD. Ce système est une lentille de 25 mm de diamètre et de longueur focale 75 mm. Avec cette configuration, le grandissement du système est de un. Enfin, l'intensité maximale (normalisée par rapport à la puissance moyenne du faisceau) est reportée en fonction de la distance de propagation.

Dans le cas de mesures effectuées sur un échantillon contenant un cratère formé par le procédé laser (figure 2.35 (a)) nous obtenons des images à différentes distances de propagation, comme illustré par les deux images (b) et (c) de la figure 2.35. Ces mesures expérimentales nous permettent de détecter et quantifier les surintensités générées par le défaut créé lors du procédé laser et leurs positions.

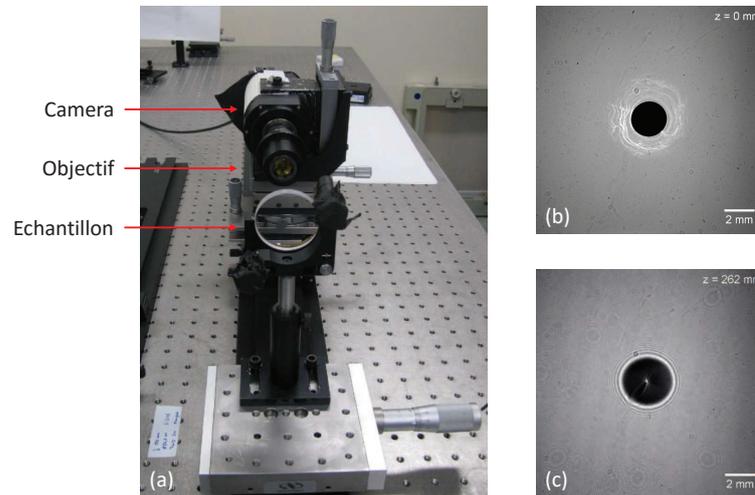


FIGURE 2.35 – (a) Exemples d'un échantillon testé sur EPSILON et (b) et (c) de deux résultats obtenus à deux distances de propagation.

2.6 Tests de tenue au flux

Après application du procédé par laser CO₂, les échantillons sont soumis à des tests de résistance au flux laser. Ces essais ont été effectués sur le banc d'endommagement laser LUTIN (Laser Utilisé pour des Tests d'Impulsions Nanosecondes) au CEA-CESTA (schéma figure 2.36) et ont pour but de tester nos procédés aux conditions d'irradiation représentatives de celles du LMJ (351nm, 3ns).

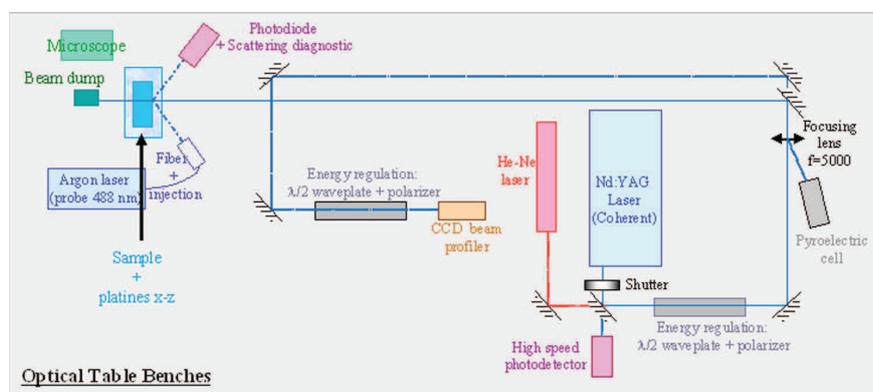


FIGURE 2.36 – Schéma principe du banc d'endommagement laser LUTIN.

La source laser est de type Nd :YAG impulsif triplé émettant à 355 nm, longueur d'onde sensiblement différente à celle du LMJ qui est de 351 nm. Cependant, cette légère variation de longueur d'onde n'a pas d'influence quant au comportement de la silice. La durée équivalente d'impulsion est de 2,5 ns. Cette durée est proche de la durée d'impulsion du LMJ. Nous prenons en compte cette différence en appliquant une loi d'échelle temporelle (adaptée aux impulsions nanoseconde) [99] pour ajuster la durée d'impulsion à celle du LMJ (3 ns). Le faisceau est focalisé par une lentille de focale $f = 5$ m et la distance de Rayleigh obtenue est de 30 cm. Ainsi, l'épaisseur des échantillons testés ne dépassant pas 10 mm, la forme du faisceau est constante dans le volume de l'échantillon. Le profil spatial du faisceau est proche de celui d'une gaussienne avec un diamètre à $1/e$ de 600 μm .

Au cours de cette thèse, différentes procédures de tests de tenue au flux ont été utilisées :

- *Sur la silice* : nous avons appliqué la procédure 1-on-1, définie par la norme ISO 21254 [31]. Ce type de test consiste à illuminer à une fluence donnée un site du composant optique avec une impulsion laser (figure 2.37 (a)). Une observation permet d'identifier chaque site comme endommagé ou non. En répétant cette procédure sur N sites indépendants à une même fluence F , il est possible de connaître la probabilité d'endommagement $P_{dom} = n/N$; où n est le nombre de sites endommagés. En modifiant la fluence et en répétant la procédure sur un même échantillon (figure 2.37 (b)), il est possible de construire une courbe de probabilité d'endommagement (figure 2.37 (c)). On reporte sur cette courbe la probabilité obtenue à chaque fluence. Le seuil d'endommagement est défini à la fluence où la probabilité est nulle, ici F_1 .

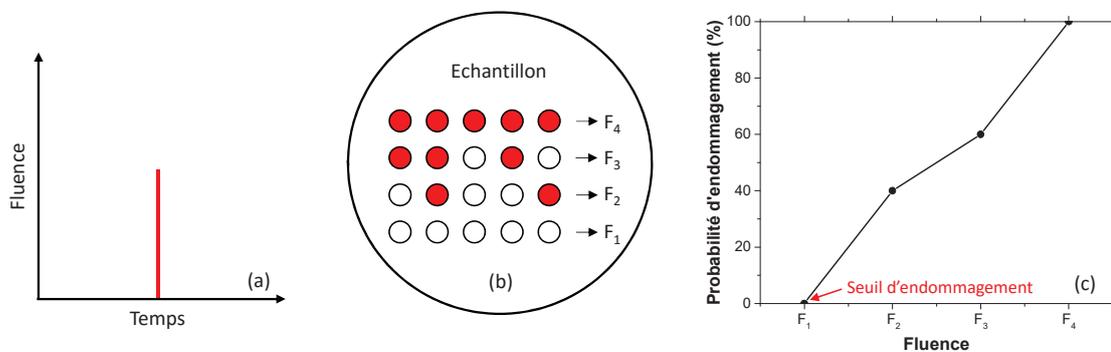


FIGURE 2.37 – (a) Représentation de l'énergie déposée par site pour une procédure 1-on-1, (b) N sites sont testés à chacune des fluences F (les sites endommagés sont représentés en rouge) et (c) courbe de probabilité d'endommagement déduite.

- *Sur les cratères obtenus par le procédé laser* : Une procédure 1-on-1 est également utilisée : chaque cratère est exposé à une fluence donnée F . En répétant cette procédure sur différents sites, on obtient une probabilité d'endommagement P_{dom} pour un type de cratère à une fluence F . Les cratères formés lors du procédé par laser CO_2 et la zone affectée thermiquement étant plus larges que la taille du faisceau de test d'endommagement (le diamètre du faisceau incluant plus de 80 % de la fluence maximum est d'environ 250 μm), certaines zones spécifiques ont été testées. En ef-

fet sur ces sites, la zone la moins résistance à l'endommagement laser est localisée autour du cratère. Les études précédant la thèse [79] ont montré que l'initiation des dommages, lors des tests de résistance laser sur cratère CO₂, a lieu dans une zone en périphérie du cratère, sans défaut visible, mais soumise aux contraintes mécaniques résiduelles (évoquées précédemment dans la partie 2.3.1 de ce chapitre). Ainsi, pour tous les tests d'endommagement présentés dans cette thèse, nous avons ciblé ces zones. La zone de test pouvant être potentiellement limitée sur les échantillons, nous appliquons une procédure de traitements de données introduit par Jensen *et al.* [100] permettant de réduire les erreurs statistiques et les incertitudes de mesure en augmentant de façon fictive le nombre de données. Cette procédure est basée sur deux hypothèses :

- Un site non endommagé aurait également résisté à une irradiation avec une fluence inférieure.
- Un site endommagé aurait également été endommagé à une irradiation à une fluence supérieure.

Enfin, l'écart-type $\sigma_{P_{dom}}$ sur la probabilité d'endommagement P_{dom} est donné par [101] :

$$\sigma_{P_{dom}} = P_{dom} \sqrt{\frac{1 - P_{dom}}{NP_{dom}}} \quad (2.4)$$

On représente sur la figure 2.38 les écarts types obtenus à chaque fluence dans le cas de l'exemple précédent présenté sur la figure 2.37.

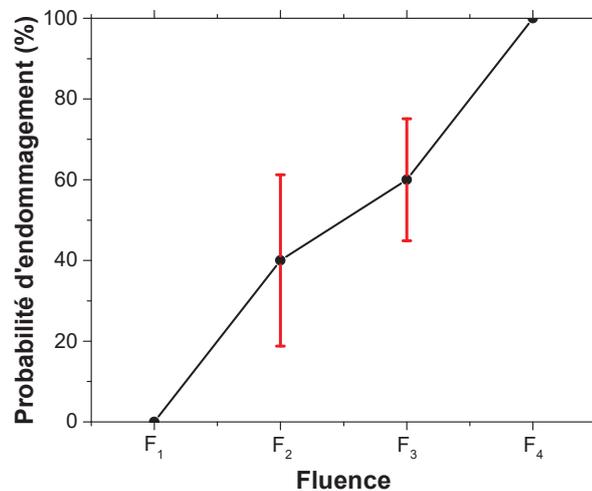


FIGURE 2.38 – Courbe de probabilité d'endommagement présentée sur la figure 2.37 sur laquelle les barres d'erreurs ont été ajoutées.

2.7 Conclusion

Ce chapitre a présenté le dispositif expérimental qui été a mis en place au cours de cette thèse ainsi que les outils de caractérisations utilisés. Les procédures expérimentales

(mesures de propagation et tenue au flux), employées pour la validation du procédé de stabilisation par laser CO₂ de larges dommages, ont également été introduites.

Ce dispositif expérimental présente deux voies d'irradiations permettant d'effectuer des études complètes des effets thermiques et mécaniques. En effet, il est possible d'effectuer des irradiations avec ou sans mouvement du faisceau laser et en modifiant la taille du faisceau. Nous avons également accès à une large plage de puissance disponible ainsi que des durées d'irradiation allant de la microseconde jusqu'à la seconde. De plus, une méthode basée sur l'imagerie de phase quantitative a été mise en place et évaluée. Elle nous permet de mesurer le profil complet, malgré les fortes pentes, des sites formés dans la silice avec une grande dynamique (quelques centaines de microns) et une très bonne précision pour également déterminer les rebonds en périphérie du cratère. De plus, cette technique a été adaptée pour permettre de localiser et quantifier les contraintes résiduelles dans l'échantillon, conséquent au procédé par laser CO₂.

Ces outils expérimentaux sont particulièrement utiles pour les études numériques des interactions thermiques et thermo-mécaniques mises en jeu lors d'un procédé par laser CO₂ à la surface d'un matériau de silice que nous allons maintenant décrire.

Chapitre 3

Étude des interactions thermiques et thermo-mécaniques mises en jeu lors d'une irradiation par laser CO₂ sur un matériau de silice

Sommaire

3.1	Introduction	79
3.2	Description du modèle thermique 2D	79
3.2.1	Hypothèses, géométrie et maillage	79
3.2.2	Équation de la chaleur	80
3.2.3	Paramètres thermiques de la silice	81
3.3	Validation du modèle thermique 2D	82
3.3.1	Protocole expérimental	83
3.3.2	Mesure par thermographie infrarouge de la température	83
3.3.3	Choix des paramètres du modèle	84
3.4	Modélisation thermodynamique de la morphologie des sites créés par laser CO₂	89
3.4.1	Calcul de la profondeur	89
3.4.2	Calcul de morphologie du cratère	94
3.5	Source de chaleur en mouvement, vers un modèle 3D	95
3.5.1	Modèle thermique 3D	95
3.5.2	Comparaison à l'expérience	97
3.6	Description du modèle thermo-mécanique 2D	98
3.6.1	Présentation du modèle	98
3.6.2	Validation du modèle, comparaison aux résultats expérimentaux	102
3.6.3	Distribution de température fictive	104
3.7	Mesure quantitative de la biréfringence	106
3.7.1	Approche expérimentale	107
3.7.2	Répétabilité des mesures	108
3.7.3	Comparaisons avec les simulations	109

3.8	Effets de recuits dans un four haute température sur la relaxation des contraintes	113
3.8.1	Description de la procédure expérimentale	113
3.8.2	Application aux sites traités par laser CO ₂	116
3.9	Conclusion	123

3.1 Introduction

Nous avons présenté dans les chapitres précédents, le principe de la stabilisation par laser CO₂ de sites endommagés. Ce procédé a montré son efficacité pour le recyclage des optiques en silice du NIF [70]. Le choix des paramètres d'irradiation utilisés lors du procédé, tels que la puissance, la taille du faisceau et le temps d'exposition, sont critiques. Ainsi, des travaux expérimentaux ont été menés pour améliorer le processus de stabilisation par laser CO₂ par des études paramétriques, afin de trouver les paramètres optimaux [72], ou bien en développant de nouveaux protocoles [71, 75, 76, 81]. De plus, des travaux théoriques sur le comportement de la silice lors d'une irradiation par laser CO₂ ont été effectués à partir de modèles numériques prenant en compte l'échauffement de la silice, son mouvement, l'éventuelle évaporation ainsi que la formation de contraintes [17, 77, 102, 103]. En effet, certains changements structurels importants se produisent au cours du processus de stabilisation : des contraintes résiduelles apparaissent dues à la relaxation de la silice provoquée par le chauffage laser suivi du refroidissement. Ces contraintes résiduelles sont particulièrement néfastes pour les composants optiques en silice du LMJ car elles peuvent modifier les propriétés optiques du verre et avoir une influence sur la résistance à l'endommagement laser. [79, 102, 104]

Ce chapitre décrit le modèle numérique qui a été développé au cours de cette thèse nous permettant de décrire précisément les interactions thermo-mécaniques mises en jeu lors d'une irradiation par laser CO₂ sur un matériau de silice. Afin d'étudier le procédé de stabilisation de dommages, notre modèle prend en compte l'absorption, la montée en température et la cinétique de refroidissement du matériau. De plus, la génération et la relaxation de contraintes ainsi que formation du cratère sont simulées. Nous décrivons ce modèle ainsi que les comparaisons expérimentales qui ont été effectuées pour le valider.

3.2 Description du modèle thermique 2D

Les simulations ont été menées avec le logiciel COMSOL [105] utilisant la méthode des éléments finis. Ce logiciel de simulation numérique permet de simuler de nombreuses physiques et notamment les phénomènes couplés, appelés multi-physiques. Au cours de cette thèse, nous avons utilisé les modules "Transfert de chaleur" et "Mécanique du solide" de COMSOL.

3.2.1 Hypothèses, géométrie et maillage

Nous considérons pour la construction de notre modèle les hypothèses suivantes [106] :

- Le matériau utilisé de silice est homogène et isotrope.
- L'évaporation de matière n'est pas prise en compte lors du calcul thermique.
- Le transfert de chaleur par conduction est considéré et combiné à un rayonnement thermique décrivant les pertes à la surface de l'échantillon.
- Les échanges de chaleur par convection sont négligés (notons que si cette hypothèse est raisonnable dans la silice, elle est plus discutable dans l'air)
- L'énergie est absorbée soit à la surface, soit en profondeur dans le matériau.

Nous considérons dans un premier temps une géométrie à deux dimensions axi-symétrique (figure 3.1). Le domaine de calcul est un cylindre de 5 mm de rayon pour une hauteur

de 2 mm. Ce domaine est typiquement découpé en une dizaine de milliers de mailles rectangulaires dont les dimensions varient d'environ un micron à la surface du domaine, où l'irradiation laser a lieu, jusqu'à 150 μm à la frontière opposée. Nous définissons la température initiale uniforme de la silice à 300 K.

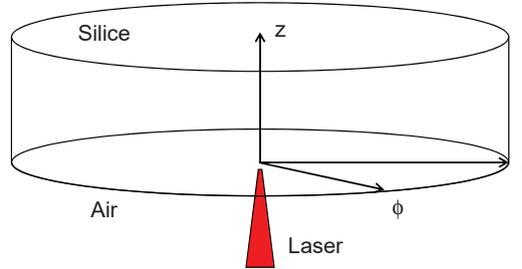


FIGURE 3.1 – Schéma de la géométrie et du système de coordonnées utilisés dans le modèle.

3.2.2 Équation de la chaleur

A partir des hypothèses, l'équation non-linéaire de la chaleur résolue dans notre modèle calcul est la suivante :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} + \nabla(-k \nabla T) = Q \quad (3.1)$$

avec ρ la masse volumique (en $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$), C_p la chaleur spécifique à pression constante (en $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$), T la température (en K) et k la conductivité thermique (en $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$). Dans le modèle, nous considérons que l'énergie du faisceau laser CO_2 est absorbée par la silice. On définit ainsi un terme source Q actif pendant la durée d'irradiation dans le matériau.

Dans le cas d'un faisceau laser gaussien, dépendant du temps et de la position, le terme source Q est défini par :

$$Q(r, z) = \frac{(1 - R)P(t)}{\pi a^2} \exp\left(-\frac{r^2}{a^2}\right) f(z) \quad (3.2)$$

avec R le coefficient de réflexion de Fresnel, P la puissance laser incidente (en W), a le rayon à 1/e du faisceau gaussien (en m) et $f(z)$ la fonction décrivant la distribution de l'intensité absorbée en profondeur dans l'échantillon.

Le coefficient de réflexion R est donné par :

$$R = \frac{(n_r - 1)^2 + n_i^2}{(n_r + 1)^2 + n_i^2} \quad (3.3)$$

avec n_r et n_i respectivement les parties réelles et imaginaires de l'indice de réfraction de la silice.

3.2.3 Paramètres thermiques de la silice

De nombreux travaux ont été effectués concernant la définition de la conductivité thermique de la silice, notamment à haute température, et de nombreuses incertitudes demeurent toujours [107]. Afin de choisir la conductivité adaptée, nous avons comparé deux conductivités thermiques (figure 3.2) que l'on nomera k_1 , définie par Combis *et al.* [108], et k_2 , introduite par Wray et Conolly [109]. Notons que ces deux conductivités sont totalement différentes dans la gamme de température allant de 700 à 1800 K. Dans leurs travaux, Combis *et al.* supposent que k , à haute température ($T > 700$ K), est une fonction linéaire par morceaux dont la pente change de façon discontinue à deux températures : la température de recuit T_A et la température ramollissement T_s . Cette fonction est obtenue par une procédure itérative, en augmentant pas à pas à la puissance laser et en ajustant le modèle numérique aux mesures expérimentales (obtenues par thermographie infrarouge). Cette méthode a permis d'obtenir une bonne correspondance entre simulations et mesures expérimentales (différence inférieure à 10 %)

Nous détaillerons dans la partie 3.3.3 de ce chapitre, le choix effectué entre les deux conductivités proposées. Les autres paramètres thermiques de la silice utilisés sont donnés dans le tableau 3.1 ci-dessous.

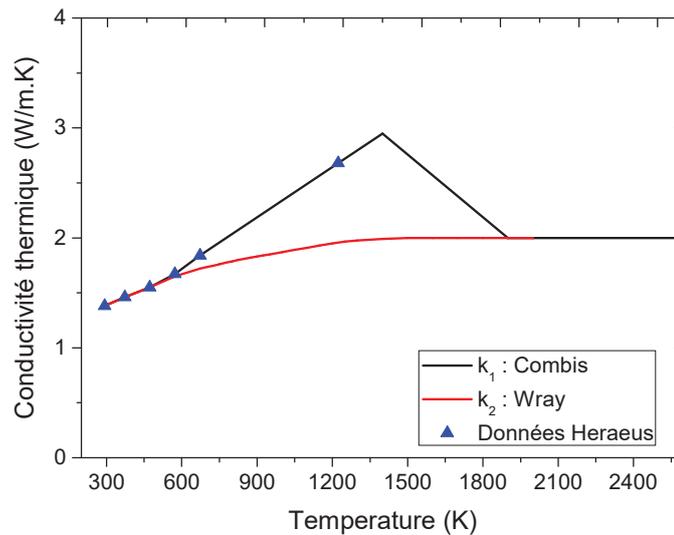


FIGURE 3.2 – Conductivités thermiques k_1 [108] et k_2 [109] utilisées dans nos simulations.

TABLE 3.1 – Paramètres thermiques de la silice utilisés [110–112].

Symbole	Paramètre	Valeur	Unité
ρ	Densité	2201	kg.m ⁻³
C_p	Capacité calorifique	$-120+4.56T-7.38(10^{-3})T^2+6.59(10^{-6})T^3-3.05(10^9)T^4+5.72(10^{-13})T^5$ pour 273 K < T < 1500 K $678 - 0.142T + 3.45(10^{-4})T^2$ pour 1500 K < T < 1696 K 1429 pour T > 1696 K	J.kg ⁻¹ K ⁻¹
n_r	Partie réelle de l'indice de réfraction	2.4	
n_i	Partie imaginaire de l'indice de réfraction	$1.82(10^{-2})+10.1(10^{-5})(T-273)$	

Notons que, pour les hautes températures atteintes lors du tir laser CO₂, le type de silice a peu d'influence sur ces paramètres thermiques. En effet, dans cette plage de température, nous avons montré [113] que le chauffage de la silice par le laser CO₂ est indépendant des impuretés métalliques, de la teneur en Hydroxyle, ou des différentes valeurs des températures de recuit et de ramollissement de la silice (comparaisons effectuées entre silices de type II et III).

La figure 3.3 présente un exemple de la distribution de température dans la silice à la fin d'une irradiation laser de 1 s. Dans ce cas, la taille du faisceau est de 700 μm à 1/e² et la puissance de 4,3 W. Précisons que nous utilisons les paramètres thermiques décrits ci-dessus (tableau 3.1), la conductivité thermique k_1 , une source de chaleur surfacique (décrite par la suite dans la section 3.3.3), sans pertes par rayonnement.

3.3 Validation du modèle thermique 2D

La validation des paramètres et des hypothèses de notre modèle nécessite des comparaisons expérimentales. En effet, en plus du choix de la conductivité thermique, nous avons étudié l'influence de la définition de la source de chaleur ainsi que l'impact des pertes par rayonnement. Nous détaillons dans cette partie les études expérimentales menées ainsi que les choix effectués.

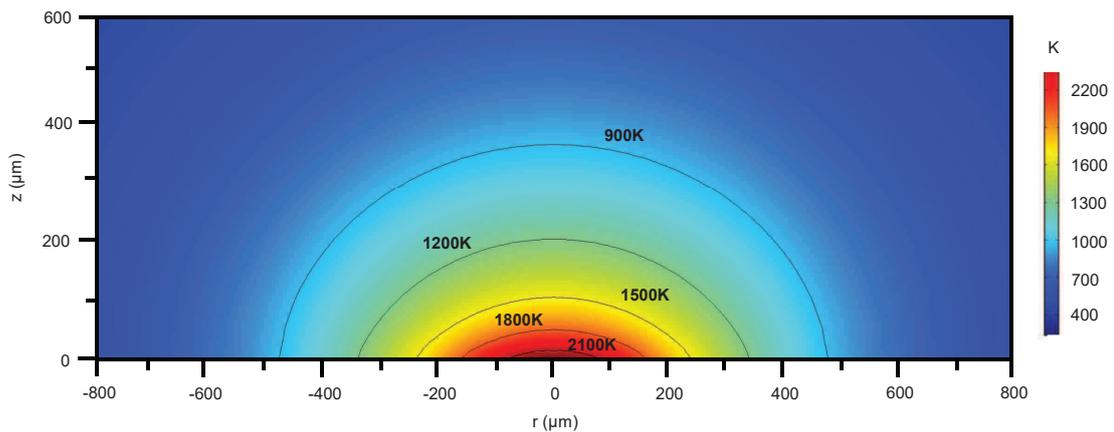


FIGURE 3.3 – Distribution de température dans la silice calculée à la fin du tir laser de 1 s, de puissance 5.3 W et un diamètre de faisceau de 700 μm à $1/e^2$. Différentes isovaleurs sont représentées.

3.3.1 Protocole expérimental

Pour ces expériences, nous avons utilisé le banc de stabilisation décrit dans la partie 1.4.4 du chapitre 1. La source laser CO_2 possède une puissance maximale de 20 W et la taille du faisceau sur l'échantillon est ajustée par le déplacement de la lentille de focalisation. Pour nos études, le faisceau laser a un diamètre dans le plan de l'échantillon de $700 \mu\text{m} \pm 10\%$ à $1/e^2$ et la durée d'irradiation est de 1 s.

Les échantillons de silice utilisés dans tous les travaux décrits par la suite sont du Suprasil 312 (Heraeus), de type II, ou du Corning 7980, de type III. Leur diamètre est de 50 mm avec une épaisseur de 5 mm. Les silices de types II et III sont utilisées pour produire des optiques avec une très bonne résistance laser. Cette dernière étant liée à la qualité du polissage et des procédés de nettoyage. Dans notre cas, les échantillons ont été polis via une technologie de "super-polissage". Ils ne proviennent pas tous du même lot et leur rugosité de surface a été mesurée inférieure à 0,2 nm. Avant chaque expérience, les échantillons de silice ont été nettoyés par une machine de nettoyage automatisée commerciale (SIEM, TCA90) faisant intervenir différents bains lessiviels, avec ou sans ultrason, et un rinçage à l'eau desionisée.

3.3.2 Mesure par thermographie infrarouge de la température

Lors de l'irradiation par laser CO_2 , la température à la surface de l'échantillon a été mesurée par une technique de thermographie infrarouge avec des conditions de mesures similaires à celles utilisées par Robin *et al.* [114]. Cette technique permet d'obtenir, sans contact, l'image d'un objet, dans notre cas la silice, observé dans un domaine spectral infrarouge. Après une étape de calibration, la mesure obtenue à l'aide de la camera thermique infrarouge indique la répartition spatiale et temporelle des températures sur la silice pendant le tir laser. Pour ces expériences une attention particulière a été portée sur la calibration de la camera thermique : trois corps noirs différents ont été utilisés afin de couvrir une large gamme de température. Précisons que ces mesures ont été obtenues lors

d'expériences réalisées au CEA-CESTA sur un banc similaire à celui utilisé à l'Institut Fresnel.

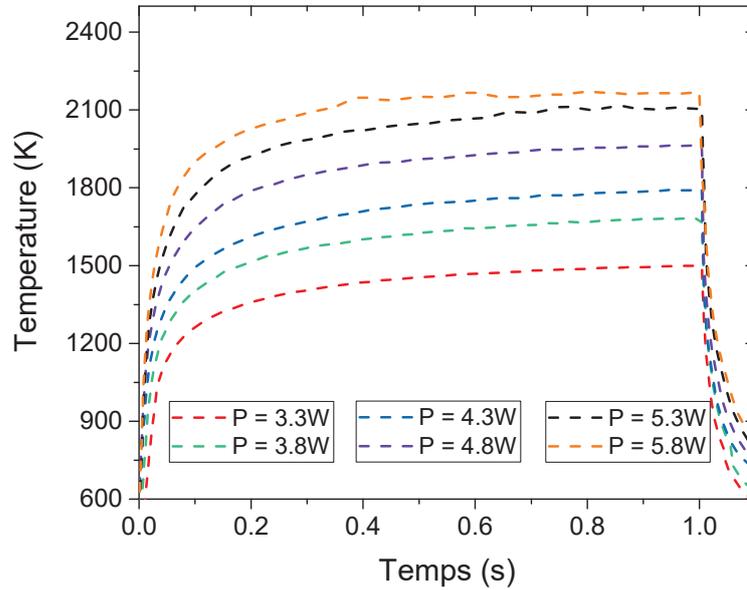


FIGURE 3.4 – Température mesurées au centre de l'échantillon à différentes puissances laser.

A partir des cartes de températures, nous traçons l'évolution de la température au centre de l'échantillon au cours du temps pour des puissances laser allant de 3,3 W à 5,8 W (figure 3.4). Notons que les mesures à 5,3 W et 5,8 W sont perturbées par l'éjection de silice au cours de l'irradiation. De plus, pour ces gammes de puissance, un cratère se forme dans la silice pendant le tir alors que la mesure par la caméra s'effectue toujours à la surface de l'échantillon. Ceci peut expliquer que la température n'évolue plus pour $P = 5,8$ W.

C'est à partir de ces mesures expérimentales que nous avons mené une étude sur la validation des hypothèses et des paramètres de notre modèle, particulièrement la définition de la source de chaleur, le choix de la conductivité thermique ainsi que l'impact des pertes par rayonnement.

3.3.3 Choix des paramètres du modèle

Dans un premier temps nous avons effectué différentes études paramétriques à l'aide du modèle numérique pour d'une part identifier les paramètres pertinents à utiliser (en particulier les dépendances thermiques) et pour d'autre part trouver un compromis entre le coût numérique du calcul et la précision du résultat en fonction de la définition de certains paramètres de la silice et de la physique mise en jeu. Par souci de visibilité des graphiques, nous conservons pour ces études uniquement trois puissances laser : 3,3 W, 4,3 W et 5,3 W.

Définition de la source de chaleur

Dans un premier temps, trois définitions de source de chaleur Q peuvent être utilisées dans notre modèle thermique :

- Compte tenu de la profondeur de pénétration du rayonnement (une dizaine de microns), le plus simple est tout d'abord de considérer une absorption surfacique. La source de chaleur Q_1 (utilisant une fonction de Dirac, notée $\delta(z)$) est alors modélisée comme un flux de chaleur entrant sur la limite de domaine de calcul :

$$Q_1(r, z) = \frac{(1 - R)P(t)}{\pi a^2} \exp\left(-\frac{r^2}{a^2}\right) \delta(z) \quad (3.4)$$

- Si l'on considère que le dépôt d'énergie s'effectue en profondeur dans la silice, la source de chaleur Q_2 est exprimée par la loi de Beer-Lambert :

$$Q_2(r, z) = \alpha(T) \frac{(1 - R)P(t)}{\pi a^2} \exp\left(-\frac{r^2}{a^2}\right) \exp(-\alpha(T)z) \quad (3.5)$$

Ici, le coefficient d'absorption $\alpha(T)$ est pris constant dans l'épaisseur de la silice et dépend uniquement de la température à la surface. Il est défini tel que :

$$\alpha(T) = \frac{4\pi}{\lambda} n_i(T) \quad (3.6)$$

La pénétration du rayonnement, inversement proportionnelle à $\alpha(T)$, vaut 11 μm à 20 °C et 3 μm 2000 °C.

Il serait rigoureux d'utiliser un coefficient d'absorption dépendant également de la position dans la silice car la température décroît avec la profondeur. Cette dépendance doit être prise en compte pendant le calcul.

- On définit ainsi :

$$Q_3(r, z) = \frac{(1 - R)P(t)}{\pi a^2} \exp\left(-\frac{r^2}{a^2}\right) \alpha(z, T) f_z(z) \quad (3.7)$$

avec $f_z(z)$ la distribution de l'intensité le long de l'axe z calculée à chaque pas de temps dans le calcul et définie par :

$$\nabla f_z(z) + \alpha(z, T) f_z(z) = 0 \quad (3.8)$$

L'équation 3.8 est résolue numériquement en prenant en compte la distribution de température dans l'échantillon. La figure 3.5 (a) compare les puissances déposées par les sources de chaleur Q_2 et Q_3 en fonction de la position en r , à $z = 0$ mm, dans le cas d'un tir de 5,3 W avec un faisceau de 700 μm à $t = 1$ s. L'encart de (a) est un zoom montrant la différence entre les deux sources, dont une représentation est donnée par (b), en fonction du temps et à $r = z = 0$ mm. On remarque que la différence ($Q_2 - Q_3$) entre les deux définitions est relativement faible (inférieure à 0,5%) et décroît légèrement en fonction du temps d'irradiation.

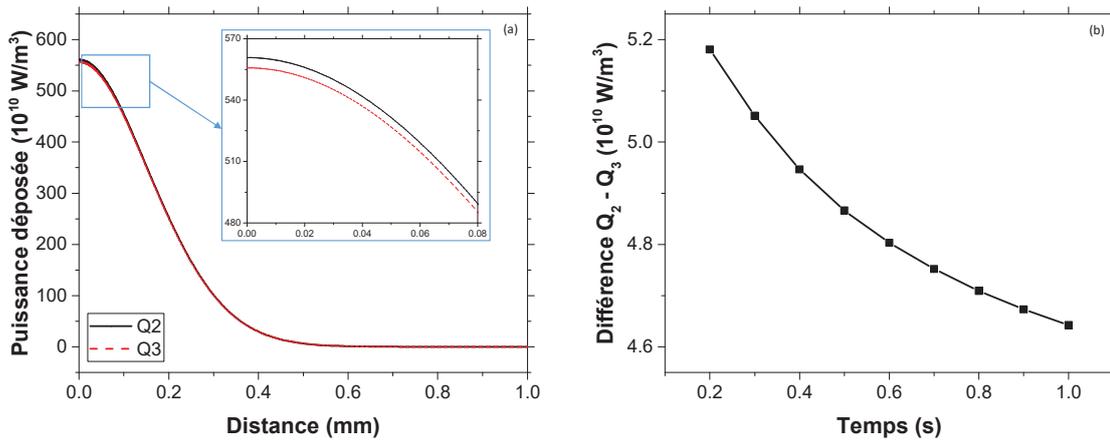


FIGURE 3.5 – (a) Puissance déposée en fonction de la position r et en $z = 0$ mm pour les deux sources de chaleur Q_2 et Q_3 . L'encart est un zoom du tracé. (b) Différence entre $Q_2 - Q_3$ en fonction du temps à $r = z = 0$ mm.

Chaque source a été comparée aux résultats expérimentaux (figure 3.6). Notons que pour ces calculs, nous considérons la conductivité thermique k_1 définie par Combis *et al.*, sans pertes par rayonnement.

On remarque la faible influence de la définition de la source de chaleur sur ces résultats : la différence dans la température finale atteinte entre chaque source est inférieure à 1 %. Cependant, la source de chaleur Q_3 , définie comme étant la plus rigoureuse, est celle dont les résultats sont les plus proches de l'expérience. L'utilisation de la source de chaleur Q_1 peut être utilisée dans certains cas car elle réduit le temps de calcul et l'approximation est très correcte.

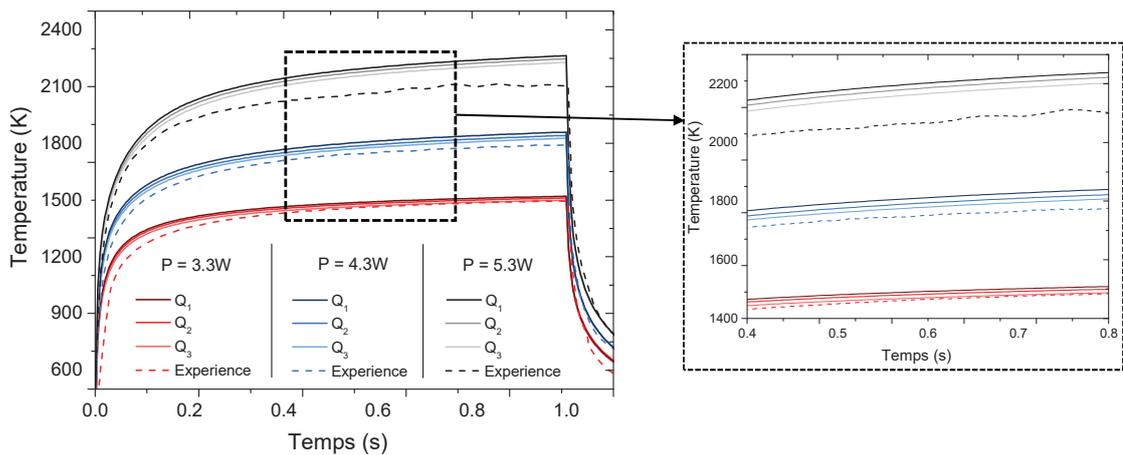


FIGURE 3.6 – Température au centre calculée pour chaque source de chaleur et pour trois puissances : 3,3 W (lignes rouges), 4,3 W (lignes bleues) et 5,3 W (lignes noire). Les traits en pointillés sont les comparaisons expérimentales. Les calculs sont effectués avec la conductivité thermique k_1 , sans pertes par rayonnement.

Conductivité thermique

Dans un second temps, nous avons évalué l'influence de la conductivité thermique. Pour cela, nous avons calculé la distribution de température de la silice pour les deux conductivités thermiques k_1 et k_2 , introduites dans la partie 3.2.3 de ce chapitre, afin de comparer les résultats aux expériences. Les calculs ont été réalisés pour la source de chaleur Q_3 , sans pertes par rayonnement. Les résultats au centre de l'échantillon (figure 3.7) montrent un profond désaccord entre les deux conductivités : à la fin du tir laser, et pour chaque puissance, il y a une différence de 150 K entre le calcul et l'expérience dans le cas où l'on utilise la conductivité k_2 . Ainsi, nous utiliserons la conductivité thermique k_1 , définie par Combis *et al.*, se rapprochant au mieux des résultats expérimentaux.

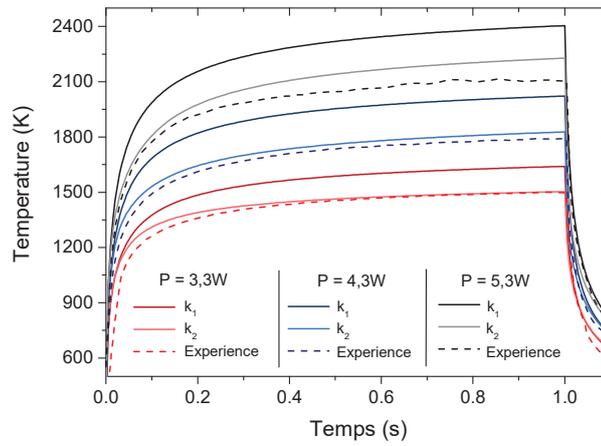


FIGURE 3.7 – Température au centre calculée pour les deux conductivités k_1 et k_2 et pour trois puissances : 3.3 W (lignes rouges), 4.3 W (lignes bleues) et 5.3 W (lignes noire). Les traits en pointillés sont les comparaisons expérimentales. Les calculs sont effectués avec la source de chaleur Q_3 , sans pertes par rayonnement.

Pertes par rayonnement

La dernière validation consiste à étudier l'impact des pertes par rayonnement à la surface de l'échantillon pendant le tir laser. Pour cela, nous avons considéré les mêmes paramètres d'irradiation en prenant en compte, ou non, ces pertes (figure 3.8). Le coefficient d'émissivité de surface ϵ utilisé pour 3,3 et 4,3 W est de 0,8 [115]. Pour $P = 5,3$ W, nous avons fait varier ce coefficient entre 0,76 et 0,84. En effet, dans la gamme de température étudiée, l'émissivité varie de 0,8 à 0,84 avec une incertitude de $\pm 0,05$ [115]. Le zoom de la figure 3.8 montre la faible influence de la variation du facteur d'émissivité : la différence sur la température maximale est inférieure à 0,5 %.

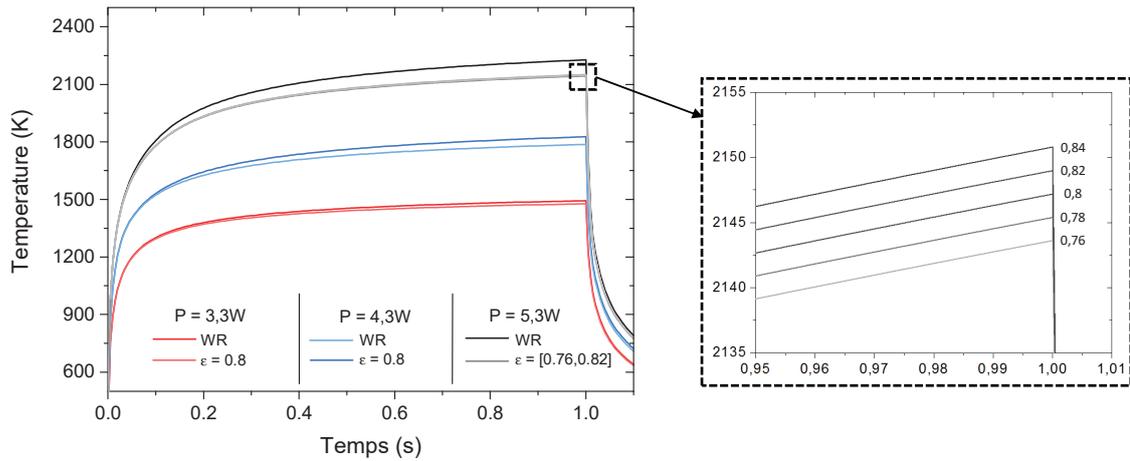


FIGURE 3.8 – Température au centre calculée avec et sans pertes par rayonnement et pour trois puissances : 3,3 W (lignes rouges), 4,3 W (lignes bleues) et 5,3 W (lignes noire). Les calculs sont effectués avec la source de chaleur Q_3 et la conductivité thermique k_1 .

Les résultats indiquent que l'influence des pertes par rayonnement augmente avec la puissance : de 1,2 % de différence avec ou sans rayonnement pour 3,3 W jusqu'à 3,8 % pour 5,3 W. Ces pertes doivent être prises en compte afin d'avoir une description précise de l'évolution de la température.

Finalement, la figure 3.9 montre que les simulations sont en meilleur accord avec l'expérience dans le cas où l'on utilise la source de chaleur Q_3 , la conductivité thermique k_1 ainsi qu'en prenant en compte les pertes par radiation à la surface du matériau de silice avec un facteur d'émissité ϵ de 0,8. L'écart entre les deux résultats dans le cas d'une puissance laser de 5,3 W est dû à l'éjection de silice pendant le tir laser qui perturbe la mesure expérimentale. Pour des puissances inférieures à 5,3 W, sans éjection de matière, l'écart entre l'expérience et la simulation est inférieur à 1%.

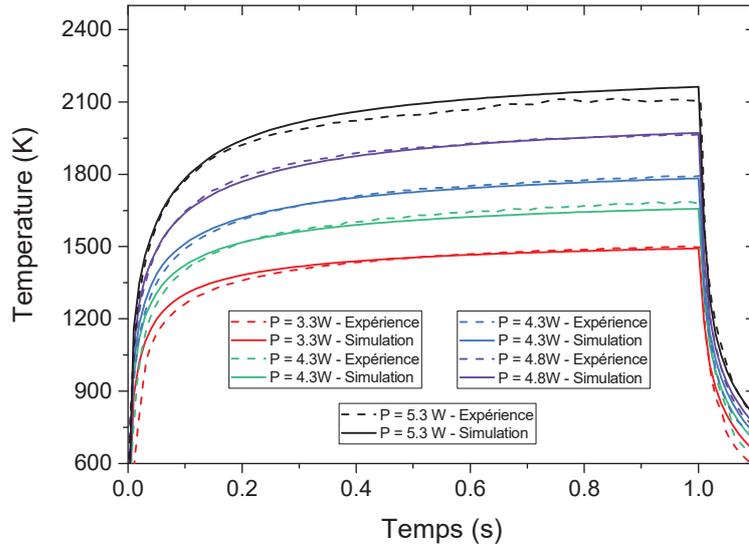


FIGURE 3.9 – Températures au centre calculées (lignes pleines) comparées aux mesures expérimentales (lignes en pointillées) pour des puissances laser allant de 3,3 W jusqu'à 5,3 W en utilisant la source de chaleur Q_3 , la conductivité thermique k_1 et les pertes par rayonnement avec un facteur d'émissivité de $\epsilon = 0,8$.

3.4 Modélisation thermodynamique de la morphologie des sites créés par laser CO₂

3.4.1 Calcul de la profondeur

Sur la base des travaux de Robin *et al.* [114], nous avons exploité nos résultats des modélisations thermiques pour évaluer la quantité de matière évaporée. Ce modèle est basé sur la thermodynamique et la théorie cinétique des gaz.

Ce type d'étude a déjà été effectué par Robin *et al.* [114] qui ont appliqué ce modèle pour calculer la profondeur d'un cratère, formé suite à l'irradiation par un laser CO₂. Comme pour des précédentes études [116], ce modèle considère uniquement l'éjection de matière. Dans le cas de la silice, plusieurs réactions chimiques sont impliquées dans l'éjection de matière [117]. Les mesures de vapeur de pression saturante les plus récentes de la silice [118] dans la gamme de température allant de 1700 K à 2000 K suivent la relation :

$$\ln \left(\frac{P_{sat}}{P_0} \right) = -\frac{\Delta H_v}{RT} + \frac{\Delta S_v}{R} \quad (3.9)$$

avec P_{sat} la pression de vapeur saturante, ΔH_v et ΔS_v respectivement l'enthalpie et l'entropie d'éjection à la pression atmosphérique $P_0 = 1$ bar et R la constante des gaz parfaits. Si l'on pose $U = \Delta H_v$, l'équation 3.9 devient :

$$P_{sat} = P_0 \exp \left[\frac{U}{R} \left(\frac{1}{T_b} - \frac{1}{T} \right) \right] \quad (3.10)$$

où $T_b = \frac{\Delta H_v}{\Delta S_v}$ est la température d'évaporation T_b à la pression P_0 .

De plus, on considère que le flux de masse évaporée m (par unité de temps et de surface) vaut [119] :

$$\frac{dm}{dt dS} = \frac{1}{4} \rho_{sat} c \quad (3.11)$$

avec $\rho_{sat} = \frac{MP_{sat}}{RT}$ la densité de vapeur saturante, M étant la masse volumique. On a également $c = \sqrt{\frac{8RT}{\pi M}}$.

Or, la masse évaporée vaut $dm = dz dS \rho_{liquide}$ avec dz l'épaisseur évaporée et ρ_{liq} la densité de la phase liquide.

Ainsi, la profondeur du cratère formé, c'est-à-dire l'épaisseur de matière éjectée, en un point de coordonnées (x_0, y_0) de la surface du matériau, à partir de la température de surface $T(t) = T(x_0, y_0, z = 0, t)$, est obtenue en utilisant l'équation :

$$\Delta z = \int_{t=0}^{\infty} \frac{P_0}{\rho_{liq}} \sqrt{\frac{M}{2\pi RT}} \exp \left[\frac{U}{R} \left(\frac{1}{T_b} - \frac{1}{T(t)} \right) \right] dt \quad (3.12)$$

Les valeurs utilisées apparaissent dans le tableau 3.2.

TABLE 3.2 – Propriétés de la silice utilisées dans l'équation 3.12 [117, 120, 121]

Symbole	Paramètre	Valeur	Unité
P_0	Pression	10^5	Pa
ρ_{liq}	Densité de la phase liquide	2201	kg/m ³
M	Masse molaire	$40(10^{-3})$	kg/mol
R	Constante des gaz parfaits	8.31	J/K/mol
U	Chaleur latente d'évaporation	425	kJ/mol
T_b	Température d'évaporation	2500	K

Cette approche a été comparée à des résultats expérimentaux, mettant en jeu une large gamme de puissances laser. Le protocole expérimental utilisé est quasiment le même que celui décrit précédemment dans la partie 3.3.1 (taille du faisceau de $700 \mu\text{m} \pm 10\%$ à $1/e^2$ et durée d'irradiation de 1 s). Pour cette expérience, nous avons utilisé le laser CO₂ délivrant une puissance maximale de 120 W. Dans un premier temps, nous utilisons des puissances laser allant de 3,05 W à 7,3 W. Ces conditions d'irradiation permettent d'obtenir des cratères de morphologies différentes (figure 3.10).

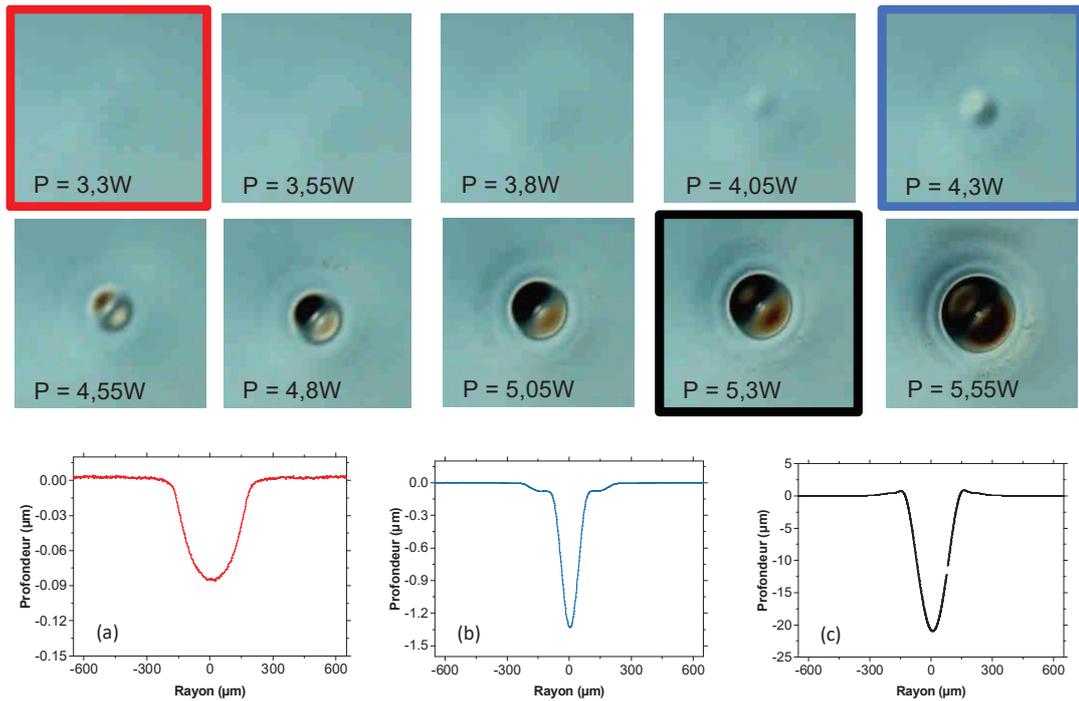


FIGURE 3.10 – Observations au microscope des cratères formés dans la silice. Les tracés (a), (b) et (c) sont les profils des cratères obtenus pour les puissances 3,3 W (rouge), 4,3 W (bleu) et 5,3 W (noir). Les échelles verticales utilisées ne sont pas les mêmes.

Les observations au microscope et les mesures en profilométrie optique permettent de distinguer trois comportements :

- Pour $P = 3,3$ W (figure 3.10, cadre et tracé rouges), les modifications de surface s’expliquent par des mécanismes de tension de surface, d’écoulement visqueux et de densification [122] sans observer d’éjection de matière.
- Pour $P = 4,3$ W (figure 3.10, cadre et tracé bleus), la morphologie du cratère indique qu’un processus d’éjection de matière est également présent.
- Cette éjection est clairement mise en évidence à partir de $P = 5,3$ W (figure 3.10, cadre et tracé noirs)

La profondeur des cratères expérimentaux a été comparée avec les résultats obtenus par le calcul thermodynamique (figure 3.11) en appliquant l’équation 3.12. Un bon accord a été trouvé pour des puissances laser donnant des profondeurs de cratère variant entre 0,1 et 10 μm . En dessous du seuil d’éjection de la matière ($P = 3,5$ W), l’écart entre la simulation et l’expérience s’explique par le fait que le modèle ne prend pas en compte les effets décrits précédemment (densification, tension de surface, écoulement visqueux).

Pour des puissances supérieures ($P > 4,3$ W), des différences sont également observées. En effet, quand la valeur de la température maximale atteinte sur le matériau dépasse le point de ramollissement (≈ 1850 K), de fortes éjections de la silice ont lieu. L’émission de vapeurs de silice modifie le chauffage par laser et l’émission thermique infrarouge (cet effet a également été observé lors des mesures de température au centre de l’échantillon sur la figure 3.4). Ainsi, d’autres mécanismes devraient être incorporés dans notre calcul,

tels que cette émission de gaz, la modification de surface lors de la formation du cratère et les effets d'écrantage, d'interaction laser/plume d'évaporation et l'effet de la pression de vapeur.

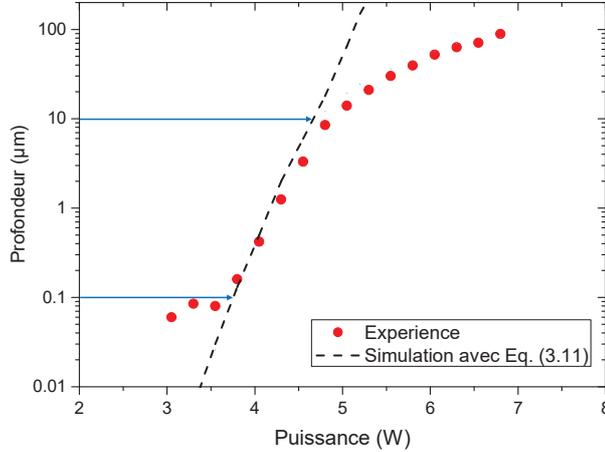


FIGURE 3.11 – Profondeur des cratères en fonction de la puissance du laser. Les points rouges sont les mesures expérimentales et le tracé en pointillé noir correspond aux simulations dans le cas où l'on utilise l'équation 3.12

La limitation de ce modèle thermodynamique est qu'il prend en compte uniquement l'historique de température à la surface de l'échantillon. Pour le faire évoluer, une hypothèse simple est de considérer que si la profondeur obtenue par le calcul de 3.12 à la surface de la silice est supérieure à la taille de la maille (où le calcul est effectué), cette dernière est éjectée. On effectue alors le calcul à partir de la maille située dessous. Par cette approximation, il est possible d'évaluer l'évaporation de matière en utilisant l'historique de la température calculée le matériau. Ainsi, pour chaque pas de temps t , la profondeur du cratère à un point de la surface, de coordonnées (x_0, y_0) , prend en compte l'historique de température et est calculée par :

$$\Delta z(x_0, y_0, t) = \int_0^t \frac{P_0}{\rho_{liq}} \sqrt{\frac{M}{2\pi RT(x_0, y_0, z(\tau), \tau)}} \exp \left[\frac{U}{R} \left(\frac{1}{T_b} - \frac{1}{T(x_0, y_0, z(\tau), \tau)} \right) \right] d\tau \quad (3.13)$$

Dans cette approche, nous utilisons l'historique de température $T(x_0, y_0, z(\tau), \tau)$ obtenu par le calcul, où à chaque pas de temps τ , $z(\tau)$ est la profondeur z_i du nœud i tel que $z_{i+1} > \Delta z(x_0, y_0, t) \geq z_i$, où les indices i et $i + 1$ désignent les nœuds, représentés sur la figure 3.12.

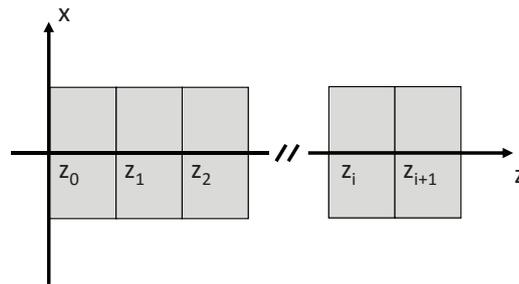


FIGURE 3.12 – Description des indices utilisés dans le calcul.

La comparaison de cette méthode améliorée avec l'expérience est présentée sur la figure 3.13 (trait en pointillé rouge) : nous observons que pour des profondeurs de cratère inférieures à environ 10 μm , les résultats sont identiques. Cependant, une amélioration notable est ensuite obtenue par rapport à la précédente approche (trait en pointillé noir).

Cette figure présente également les résultats obtenus pour des paramètres d'irradiation différents afin d'observer la robustesse du modèle. Nous avons diminué la durée d'irradiation du laser (250, 100 et 50 ms pour 3.13) et augmenté la puissance afin d'obtenir des cratères dont la profondeur reste du même ordre de grandeur. Les résultats obtenus numériquement sont cohérents avec l'expérience et ont le même comportement que ceux obtenus pour une durée de tir de 1 s. Cependant, pour des puissances faibles, la densification du matériau n'étant pas prise en compte, les résultats divergent. Si l'on augmente la puissance, les résultats des simulations sont en bon accord avec les valeurs mesurées.

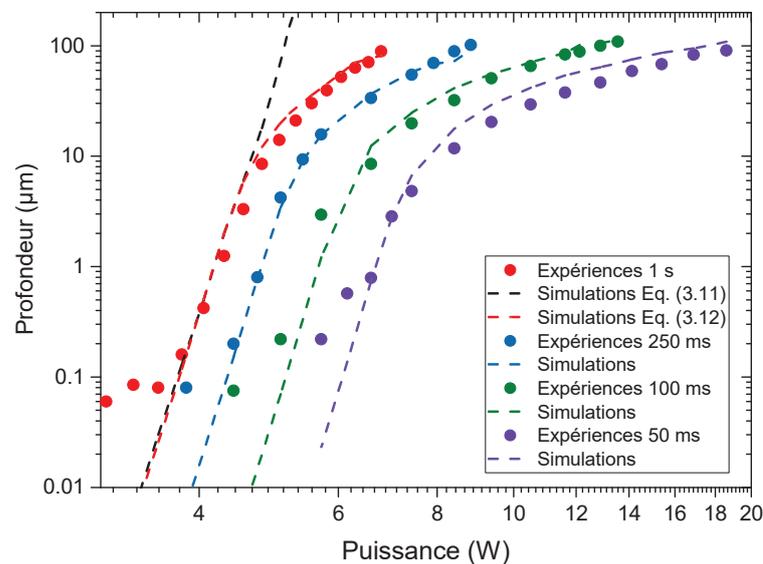


FIGURE 3.13 – Profondeur des cratères en fonction de la puissance du laser pour différentes durées d'irradiation : 1 s, 250 ms, 100 ms et 50 ms. Chaque tracé en pointillé noir correspond aux simulations et les points rouges aux mesures expérimentales. L'échelle horizontale étant en représentation logarithmique par souci de visibilité. Les deux résultats des simulations à 1 s sont représentés.

Expérimentalement, la puissance maximale disponible par le laser CO₂ est de 120 W. Il est donc possible d'appliquer cette démarche pour des tirs laser de quelques microsecondes (10, 5 et 1 ms) en augmentant la puissance. Pour ce type d'irradiation (figure 3.14), à forte puissance et courte durée, on remarque que pour la première partie de chaque courbe (en dessous de quelques microns de profondeur de cratère), les résultats numériques sont semblables à l'expérience. En effet, pour cette gamme de paramètres d'irradiations, la physique rencontrée est représentative des phénomènes simulés par les hypothèses initiales du modèle thermodynamique (eq. 3.12). L'autre partie des résultats (profondeur supérieure à quelques microns) présente des résultats supérieurs aux expériences, en conservant une tendance globale correcte. Ici, l'hypothèse initiale d'écrantage, considérée dans l'équation 3.13, ne semble plus être totalement représentative des phénomènes expérimentaux. A forte puissance et courte durée, on peut supposer expérimentalement que l'éjection de gaz est plus importante dans la zone ablatée et qu'une partie du faisceau laser est absorbée par le plasma formé, réduisant la conduction thermique. Une étude paramétrique permettant d'étudier l'influence de la température d'évaporation T_b et la chaleur latente d'évaporation Δ_H sur ces résultats pourrait potentiellement ajuster notre modèle pour des fortes puissances aux courtes durées.

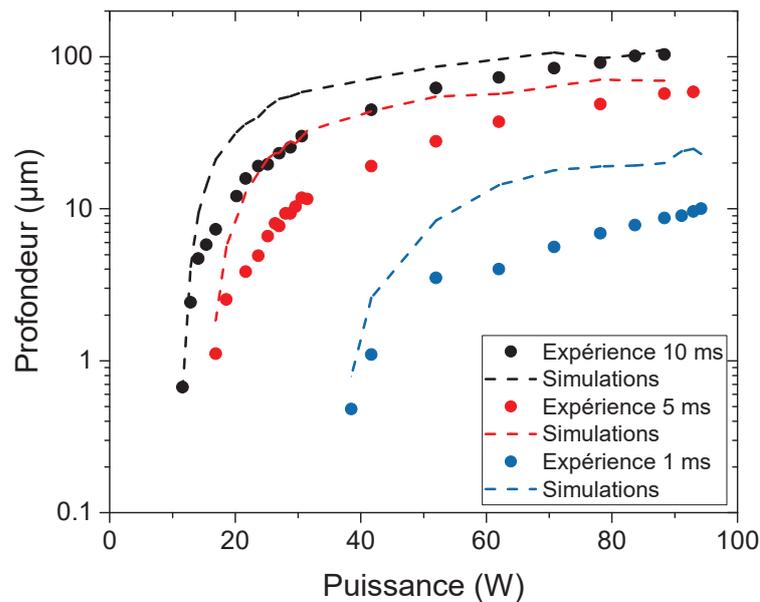


FIGURE 3.14 – Profondeur des cratères en fonction de la puissance du laser pour différentes durées d'irradiation : 10 ms, 5 ms et 1 ms. Chaque tracé en pointillé noir correspond aux simulations et les points rouges aux mesures expérimentales.

3.4.2 Calcul de morphologie du cratère

Une approche similaire a été appliquée dans le but de calculer le profil complet d'un cratère (pas seulement la partie centrale) et à titre d'exemple pour les puissances représentatives de chaque comportement : 3,3 W, 4,3 W et 5,3 W. Nous avons appliqué le calcul à différentes positions radiales.

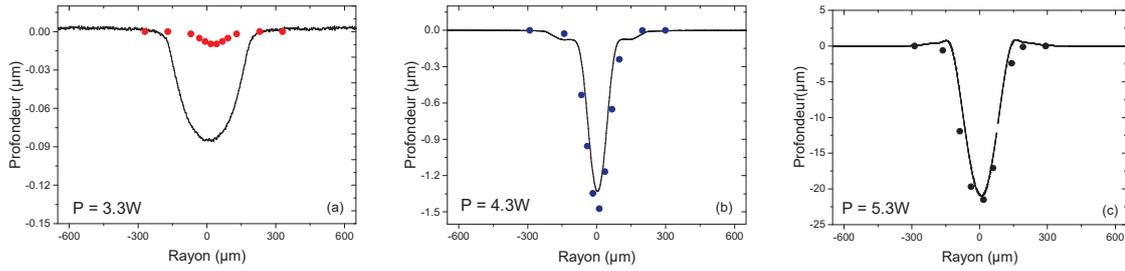


FIGURE 3.15 – Profils expérimentaux (lignes noires) pour trois puissances laser : (a) 3,3 W, (b) 4,3 W et (c) 5,3 W ainsi que les calculs associés.

Pour $P = 3,3$ W (figure 3.15 (a)), le résultat des calculs est différent de la mesure expérimentale. En effet, comme évoqué précédemment, la formation du cratère est essentiellement due à la densification du matériau qui n'est pas prise en compte dans notre modèle. Pour $P = 4,3$ W (figure 3.15 (b)) et $P = 5,3$ W (figure 3.15 (c)), la morphologie expérimentale du cratère et celle calculée sont très similaires : le mécanisme principal est l'éjection de matière. Seuls les bords du cratère sont moins bien reproduits car ils correspondent à des zones de fluage et de densification de la silice.

Ce type d'approche permet d'avoir un modèle prédictif de la morphologie des cratères.

3.5 Source de chaleur en mouvement, vers un modèle 3D

Au cours de nos travaux, nous avons été amenés à travailler avec un faisceau laser en mouvement. Nous avons ainsi intégré au modèle numérique cette possibilité en considérant une source de chaleur comme une fonction du temps et de l'espace. Nous avons vu précédemment, dans la partie 3.3.3 de ce chapitre, que la source de chaleur en surface est une bonne approximation. Nous l'utiliserons dans cette partie. En effet, il est nécessaire de définir un modèle à 3 dimensions et la source surfacique permet de réduire le temps de calcul.

3.5.1 Modèle thermique 3D

Dans notre modèle, la source de chaleur est définie comme :

$$Q_4(x, y) = \frac{(1 - R)P(t)}{\pi a^2} \exp\left(-\frac{x(t)^2 + y(t)^2}{a^2}\right) \delta(z) \quad (3.14)$$

Ici, $x(t) + y(t)$ décrit la trajectoire du faisceau laser, dépendante du temps. La figure 3.16 présente la simulation du cas expérimental décrit ci-dessus. La vitesse de déplacement du faisceau laser sur l'échantillon de silice est de 1 mm/s suivant l'axe x. La taille du faisceau est de 700 μm et la puissance de 4,3 W.

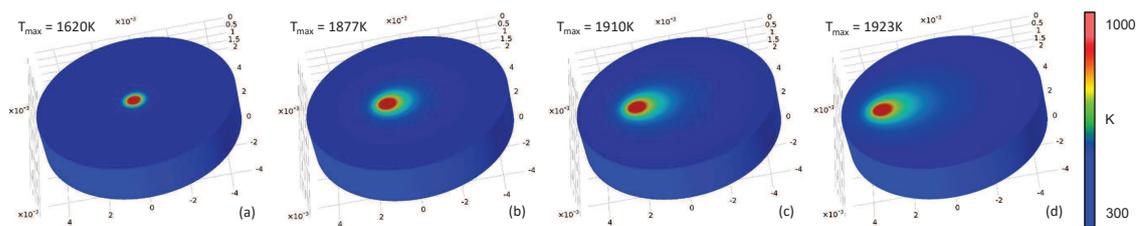


FIGURE 3.16 – Visualisation de la surface de la silice pendant le déplacement de la source laser à différents temps (a) 100 ms, (b) 1 s, (c) 2 s et (d) 3 s. Pour chaque image, l'échelle de température est la même et la température maximale est indiquée.

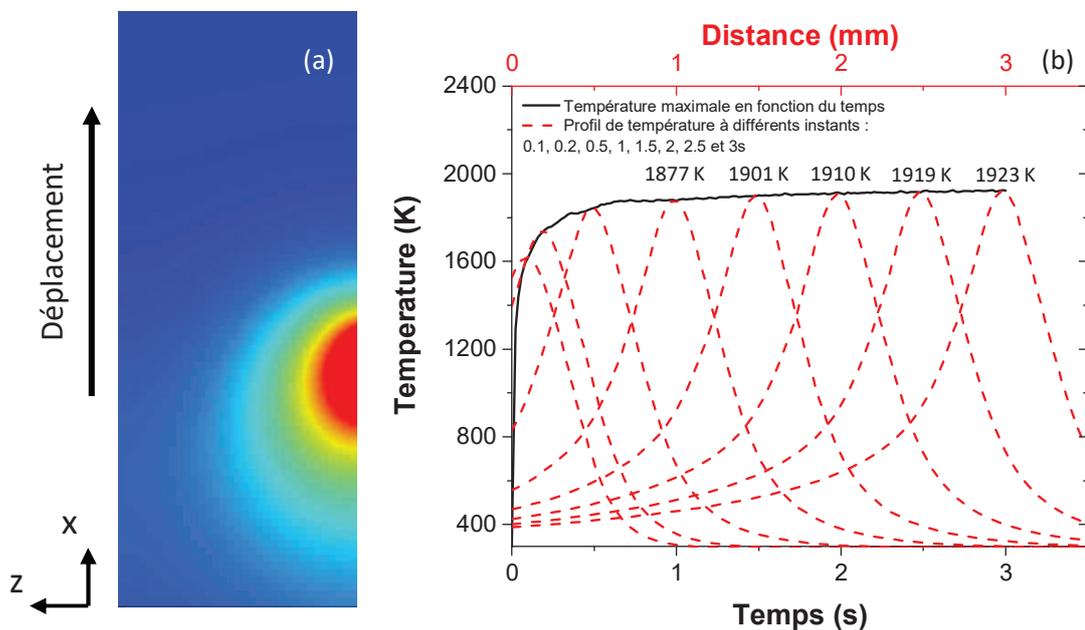


FIGURE 3.17 – (a) Distribution de température selon la coupe dans le plan (xz) passant par $y = 0$. (b) Température maximale atteinte en fonction du temps (échelle horizontale et tracé en noir) et profils spatiaux de température (échelle et tracé rouge) à différents instants : 0.1, 0.2, 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5 et 3 s. Les températures maximales pour 1, 1.5, 2, 2.5 et 3 sont indiquées.

Si l'on trace une coupe dans le plan (xz) passant $y = 0$ on obtient la distribution de température dans le matériau à un temps donné (par exemple à $t = 2$ s sur la figure 3.17 (a)). Ainsi, à chaque pas de temps, il est possible d'obtenir la température maximale sur le long de l'axe x ($y = 0$). Celle-ci est tracée en noire (échelle horizontale en bas du graphe) sur la figure 3.17 (b). On peut y coupler les profils spatiaux de température obtenus à différents instants (en rouge pointillé, l'axe horizontal correspondant est également en rouge). Ces deux représentations mettent en évidence l'effet cumulatif de la chaleur pendant le déplacement : bien que la température maximale soit rapidement atteinte, elle augmente légèrement au cours du temps à cause de ce cumul de la chaleur dans le verre. Cette

légère augmentation peut se traduire par une différence importante sur la morphologie de la structure formée dans la silice, comme nous allons le voir expérimentalement.

3.5.2 Comparaison à l'expérience

Plusieurs approches expérimentales peuvent être considérées. En effet, le déplacement peut être introduit par l'échantillon ou bien la source laser. Dans un premier temps, nous avons considéré un déplacement linéaire de l'échantillon de 1 mm/s. La taille du faisceau laser reste de $700 \mu\text{m} \pm 10\%$ à $1/e^2$, la puissance de 4,3 W et une durée de tir de 3 s. Après irradiation, l'échantillon a été caractérisé au profilomètre optique (représentation 3D donnée en figure 3.18).

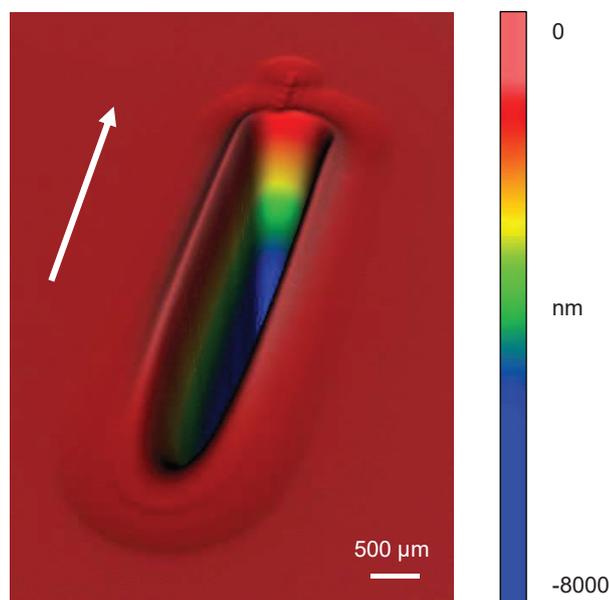


FIGURE 3.18 – Représentation 3D de la caractérisation de la ligne formée dans la silice obtenue au profilomètre optique.

La figure 3.19, présente la comparaison directe entre l'expérience et la simulation. On observe expérimentalement l'effet cumulatif : la modification de la silice est différente le long du déplacement, la ligne générée est de plus en plus profonde. La morphologie de la ligne dépend des paramètres d'irradiations comme la vitesse et la trajectoire de la source et de la puissance d'irradiation (figure 3.19)). Le calcul thermodynamique est réalisé à différentes positions le long de la ligne(figure 3.19 (b)) et présente des résultats en bon accord avec la mesure expérimentale, exceptée un léger écart pour les positions où la profondeur est maximale.

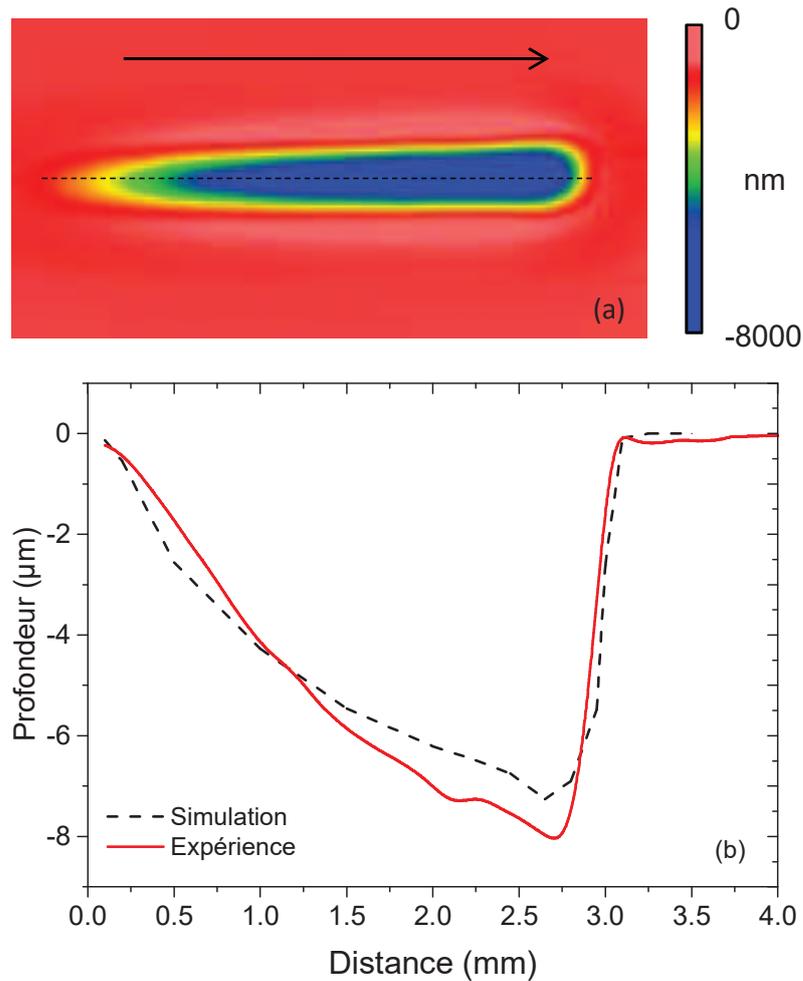


FIGURE 3.19 – (a) Caractérisation par profilométrie optique de la zone irradiée par le laser CO_2 . La flèche noire indique le sens du déplacement de l'échantillon. (b) Coupes expérimentale (rouge) et simulée (noire) de la ligne en pontillés noirs sur (a).

3.6 Description du modèle thermo-mécanique 2D

Dans cette partie, nous utiliserons le modèle géométrique définie par la figure 3.1. Pour notre approche, nous considérons la silice comme un solide visco-élastique. En effet, une description purement élastique est insuffisante pour décrire parfaitement les modifications induites par le chauffage laser et le refroidissement conséquent. Ce modèle a pour objectif de décrire et de quantifier la formation et la relaxation des contraintes thermo-mécaniques dans la silice générées après un chauffage localisé. Les résultats numériques sont directement comparés à des expériences basées sur des mesures de biréfringence.

3.6.1 Présentation du modèle

Une description du comportement visco-élastique de la silice est nécessaire pour étudier les déformations et les contraintes, dépendantes du temps [78]. Dans notre modèle, le

tenseur de contraintes s est calculé comme :

$$s = -pI + s_d \quad (3.15)$$

avec p la pression, c'est-à-dire les contraintes volumiques, et s_d le déviateur de contrainte. Ce tenseur représente les contributions des contraintes autres que surfaciques. Il admet les mêmes directions que le tenseur des contraintes.

D'une part, la pression p est obtenue à partir du module de compressibilité K , du coefficient d'expansion thermique α , de la température de référence T_{ref} à partir de laquelle le coefficient α est défini et des déformations volumiques ϵ_{vol} telle que :

$$p = -K[\epsilon_{vol} - 3\alpha(T - T_{ref})] \quad (3.16)$$

Le module de compressibilité K est défini comme :

$$K = \frac{E(T)}{[3(1 - 2\nu(T))]} \quad (3.17)$$

avec E le module d'Young, dépendant de la température, et ν le coefficient de Poisson. D'autre part, le deviateur de contrainte s_d peut être calculé tel que :

$$s_d = 2 \int_0^t \Gamma(t - t') \frac{\partial \epsilon_d}{\partial t'} dt' \quad (3.18)$$

où $\Gamma(t)$ est la fonction de relaxation du module de cisaillement, dépendante du temps. Elle est obtenue en mesurant l'évolution des contraintes dans le temps pour un matériau soumis à une déformation constante. Cette fonction de relaxation est donnée par :

$$\Gamma(t) = G + \sum_{m=1}^N G_m \exp\left(-\frac{t}{\tau_m}\right) \quad (3.19)$$

L'interprétation physique de cette approche est appelée généralisation du modèle de Maxwell. Dans cette analogie, τ_m représente le temps de relaxation du matériau et G_m la rigidité du ressort de la branche m du modèle. Dans notre cas, nous considérons un modèle généralisé de Maxwell avec un seul élément [78]. Dans cette analogie, les variables q_m représentent l'extension du ressort lié.

Finalement, dans notre cas, nous avons :

$$s_d = 2G\epsilon_d + \sum_{m=1}^N 2G_m q_m = 2(G\epsilon_d + G_1 q_1) = 2G(\epsilon_d + q_1) \quad (3.20)$$

avec $G_1 = G$ et

$$\dot{q}_1 + \frac{1}{\tau_1} q_1 = \dot{\epsilon}_d \quad (3.21)$$

Le temps de relaxation de la silice τ_1 utilisé repose sur l'équation de Tool-Narayanaswamy-Moynihan [123]

$$\tau_1 = \tau_0 \exp\left[\frac{\Delta H}{R} \left(\frac{\eta}{T} + \frac{(1 - \eta)}{T_f}\right)\right] \quad (3.22)$$

où τ_0 est une constante, ΔH est l'enthalpie d'activation, R est la constante des gaz parfait et η ($0 < \eta < 1$) une constante répartissant l'enthalpie d'activation entre la température T et la température fictive T_f . Ces paramètres ont fait l'objet d'une recherche bibliographique et sont résumés dans le tableau 3.3 [79, 123, 124].

La figure 3.20 présente un exemple de résultat de distribution des contraintes dans le matériau, après refroidissement (de quelques dizaines de secondes) suite à un tir laser de 1 s, avec un diamètre de faisceau de $700 \mu\text{m}$ à $1/e^2$ et une puissance laser de 5,3 W. Les contraintes sont figées dans la silice.

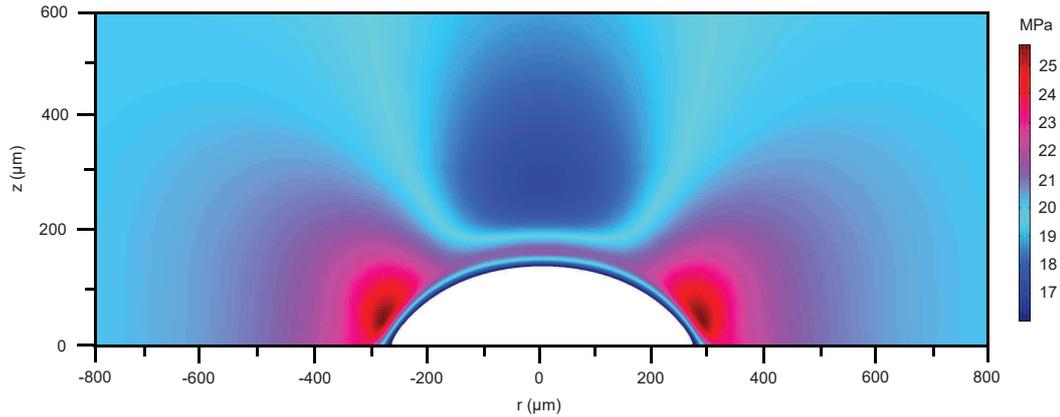


FIGURE 3.20 – Distribution des contraintes principales résiduelles après un tir laser (puissance de 5,3 W, diamètre de faisceau de $700 \mu\text{m}$ à $1/e^2$ et durée de tir de 1 s) suivi du refroidissement. La partie centrale (zone du cratère) de (a) est supprimée afin d'ajuster l'échelle.

TABLE 3.3 – Paramètres thermo-mécaniques de la silice utilisés dans les simulations.

Symbole	Paramètre	Valeur	Unité
T_{ref}	Température de référence	293	K
α	Coefficient d'expansion thermique	$5.5(10^{-7})$	K^{-1}
G	Module de cisaillement	31.3	GPa
E	Module d'Young	$6.9068(10^{10}) + 1.1(10^7)T + 11447 T^2 - 25.91T^3 + 0.01445T^4 - 3.0222(10^{-6})T^5$	Pa
ν	Coefficient de Poisson	$0.144 + 2.2853(10^{-4})T - 9.2535(10^{-7})T^2 + 1.8326(10^{-12})T^4 + 5.3695(10^{-16})T^5$ pour $170 K < T < 950 K$ $0.04194 + 4.2305(10^{-4})T + 4.739(10^{-7})T^2 + 2.3088(10^{-10})T^3 - 4.04(10^{-14})T^4$ pour $T > 950 K$	
τ_0	Constante	$1.064(10^{-17})$	s
ΔH	Enthalpie d'activation	542 000	kJ/mol
η	Constante	0.9	

Il est possible de lier les résultats des contraintes à des modifications de propriétés optiques et notamment la biréfringence. En effet, la distribution de biréfringence dans la silice, à partir des déformations, vaut [79] :

$$B = \Delta n = n_r - n_\phi = \frac{1}{2}n_0^3 [p_{11}(\epsilon_r - \epsilon_\phi) + p_{12}(\epsilon_\phi - \epsilon_r)] \quad (3.23)$$

avec $n_0^3 = 1,46$ l'indice de réfraction de la silice à 633 nm, (p_{11}, p_{12}) les éléments du tenseur photoélastique de la silice et $(\epsilon_r, \epsilon_\phi)$ les éléments du tenseur des déformations.

A partir des contraintes principales, la distribution de biréfringence vaut :

$$B = \Delta n = n_r - n_\phi = R(\sigma_r - \sigma_\phi) \quad (3.24)$$

avec R le coefficient des contraintes optiques et (q_{11}, q_{12}) les éléments du tenseurs des contraintes. Le coefficient des contraintes optiques est défini dans la littérature et vaut

$R = 35$ MPa [125–127]. Le lien entre les équations 3.23 et 4.24 est détaillé dans l'annexe 4.6.

En considérant le cas présenté ci-dessus (figure 3.20), on obtient la distribution de biréfringence dans le matériau.

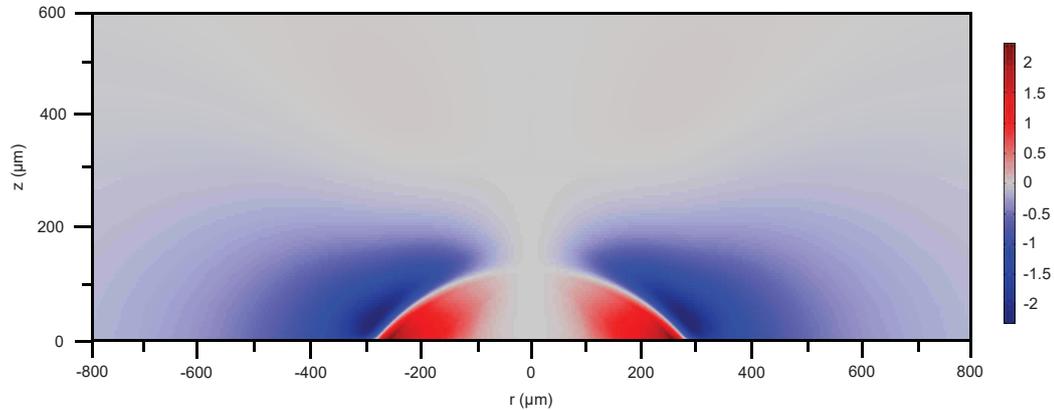


FIGURE 3.21 – Distribution de biréfringence après un tir laser (puissance de 5,3 W, diamètre de faisceau de 700 μm à $1/e^2$ et durée de tir de 1 s) suivi du refroidissement de 10 secondes.

3.6.2 Validation du modèle, comparaison aux résultats expérimentaux

Nous avons vu dans la partie 2.3.1 du chapitre 2 qu'il est possible de mettre en évidence la distribution de biréfringence en effectuant des observations entre polariseurs croisés. Cette approche expérimentale permet d'extraire la position du maximum de déphasage sur un site et par exemple d'en déduire son évolution en fonction des paramètres d'irradiations du laser. Ces mesures qualitatives peuvent être combinées à des mesures quantitatives de biréfringence obtenues avec la caméra de phase SID4Bio, présentées dans la partie 2.4.3 du chapitre 2.

A partir de la distribution de biréfringence B dans un matériau, il est possible de calculer le retard associé Δ en considérant une onde plane monochromatique :

$$\Delta = \int_0^e B(z) dz \quad (3.25)$$

avec e l'épaisseur de l'échantillon.

Dans notre exemple (figure 3.21), le retard calculé est représenté en fonction de la distance au centre du cratère. Numériquement, le retard est nul au centre du cratère puis en s'éloignant du centre il augmente rapidement pour atteindre un maximum en $r = 210$ μm (figure 3.22) dans le cas étudié et décroît ensuite lentement en continuant à s'éloigner du centre. Expérimentalement, l'observation au polariscope nous permet de déduire la position du maximum de déphasage, les gradients et les valeurs relatives entre différents sites (mesure qualitative). Dans notre cas, la position du retard maximal par rapport au centre du cratère est de 280 μm .

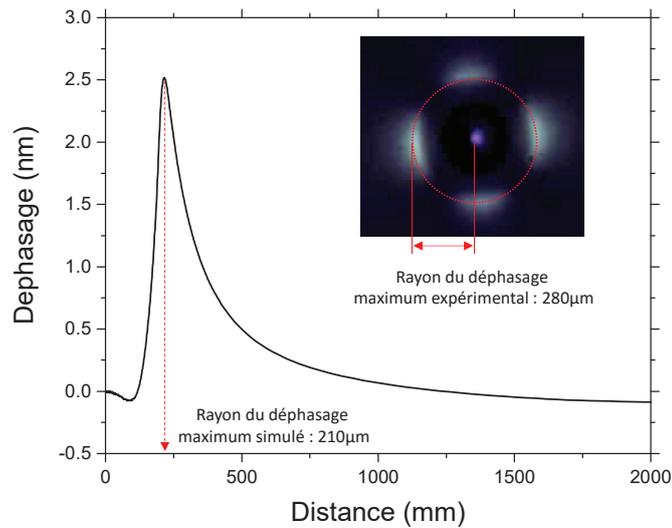


FIGURE 3.22 – Retard en fonction de la distance du centre du cratère calculé à partir de la cartographie de biréfringence présentée dans la figure 3.21 (b). L’encart correspond à l’observation polariscope correspondant au cas expérimental.

En appliquant cette approche pour des puissances du laser allant de 3,5 W à 6,5 W, on remarque que les positions de déphasage maximum (figure 3.23) simulées sont inférieures à celles obtenues par l’expérience (d’un facteur allant de 1,2 à 1,5). A partir de ces observations, nous avons optimisé le paramètre d’enthalpie d’activation de la silice. En utilisant une enthalpie d’activation $\Delta H' = 457\,000\text{ kJ/mol}$, qui est inférieure de 15 % à celui utilisé par Vignes *et al.* [78], nous obtenons un très bon accord entre l’expérience et les simulations (points rouges sur la figure 3.23).

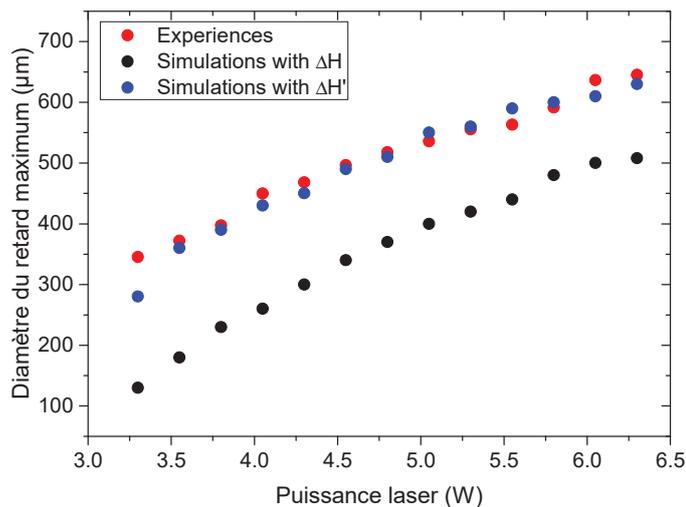


FIGURE 3.23 – Diamètre du déphasage maximum en fonction de la puissance du laser. Les points rouges correspondent aux valeurs expérimentales, les points noirs aux simulations en considérant l’enthalpie d’activation ΔH et les bleus l’enthalpie d’activation proposée $\Delta H'$.

Ces comparaisons ont été étendues en diminuant les durées d'irradiations : de l'ordre de la centaine de milliseconde (250 ms, 100 ms et 50 ms) (figure 3.24 (a)) jusqu'à la milliseconde (figure 3.24 (b)). Dans le second cas, les puissances mises en jeu sont nettement supérieures et le fluage de la matière en périphérie du cratère formé est réduit : l'évaporation est le phénomène majeur. Cependant, pour ces larges gammes de durées de tir et de puissances, les prédictions expérimentales sont cohérentes avec les observations expérimentales.

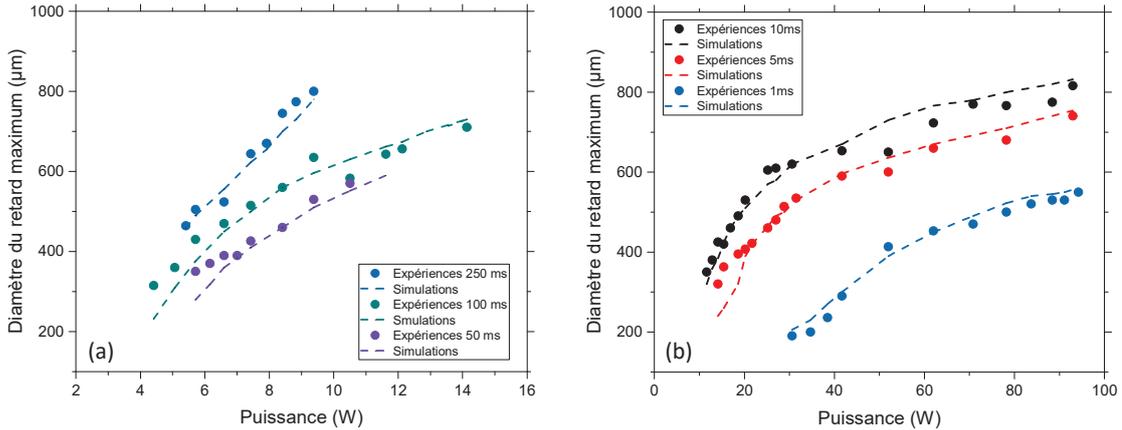


FIGURE 3.24 – Diamètre du déphasage maximum en fonction de la puissance du laser. Nous avons considéré des durées de tirs allant de 250 ms à 50 ms pour (a) et de 10 ms à 1 ms pour (b).

3.6.3 Distribution de température fictive

Nous avons introduit dans le chapitre 1 la notion de température fictive. Après le chauffage puis refroidissement d'un verre, elle représente la température qu'avait ce verre lorsqu'il a été figé lors de son refroidissement. Dans le contexte des procédés laser CO₂ sur silice, les variations de température fictive traduisent des modifications structurales du verre (variation moyenne des angles de liaison Si-O [128]). Notre modèle intègre le calcul de cette grandeur tel que :

$$\frac{dT_f}{dt} = \frac{T - T_f}{\tau_1(T, T_f)} \quad (3.26)$$

avec τ_1 le temps de relaxation défini par l'équation ci-dessus 3.22.

Nous appliquons ce calcul dans le cas d'une irradiation dont nous avons précédemment calculé la distribution de température (figure 3.3), la forme du cratère généré (figure 3.15), les contraintes (figure 3.20), la distribution de biréfringence (figure 3.21) et le déphasage (figure 3.22) (Puissance de 5.3 W, diamètre de faisceau de 700 μm à 1/e² et durée de tir de 1 s). Le résultat est présenté sur la figure ci-dessous (figure 3.25).

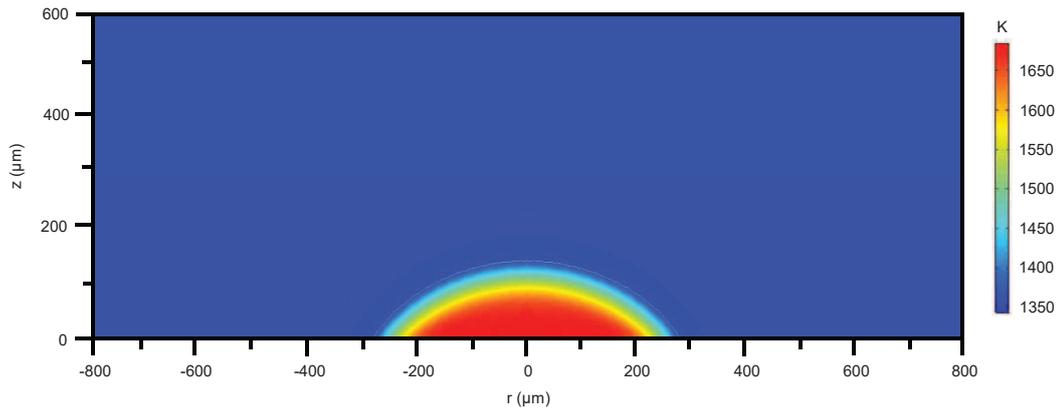


FIGURE 3.25 – Distribution de la température fictive après un tir laser (puissance de 5.3 W, diamètre de faisceau de 700 μm à $1/e^2$ et durée de tir de 1 s) suivi du refroidissement.

Après le traitement laser (chauffage et refroidissement), un volume de silice possède une température fictive différente : cette zone atteint 1700 K après 10 s de refroidissement alors que celle du verre non traité est de 1350 K. La température fictive est modifiée dans une zone, dite "affectée thermiquement", par le tir laser de diamètre 280 μm et on note un fort gradient aux bords de cette zone. Cette différence de température fictive implique un état micro-structural différent de la silice ainsi que des propriétés physique et chimique modifiées [128], notamment la densité. Celle-ci augmente avec la température fictive de la silice [17]. Ainsi, la zone chauffée par le laser possède une densité supérieure à celle de la silice non traitée.

Un moyen expérimental pour mettre en évidence la zone affectée thermiquement par un tir laser sur silice consiste à utiliser un acidage de la surface du substrat par un acide fluorhydrique (HF). En effet la vitesse d'attaque chimique dépend de la densité. Pour notre application, nous avons appliqué ce procédé (expériences réalisées au CEA Le Ripault) afin de retirer une épaisseur de silice allant de quelques centaines de nanomètre à quelques microns en ajustant la concentration de l'acide et le temps de contact.

Pour un tir laser, bien que la zone en périphérie du cratère n'ait pas subi de modification en surface, celle-ci a été affectée thermiquement. Sa température fictive a changé, ainsi que sa densité. Par conséquent, la vitesse d'acidage dans cette zone sera différente à celle qui n'a pas subi de modification par le tir : la zone affectée thermiquement est ainsi mise en évidence car l'épaisseur retirée est différente.

La figure 3.26 (a) présente la cartographie 2D d'un cratère obtenu par un tir de 4,3 W, durant 1 s et une taille de faisceau de 700 $\mu\text{m} \pm 10\%$ à $1/e^2$ ainsi que son profil tracé en noir sur (c). Après acidage de l'échantillon, la zone affectée thermiquement par le tir est mise en évidence (b). La superposition des deux profils expérimentaux, avant et après acidage (c), montre que cette zone, d'environ 480 μm de diamètre, s'étend nettement plus loin que la zone centrale évaporée par le tir qui forme le cratère. De plus, l'observation au polariscope des contraintes dans la silice (d), avant acidage, montre que la position des contraintes maximales est corrélée à la zone affectée thermiquement.

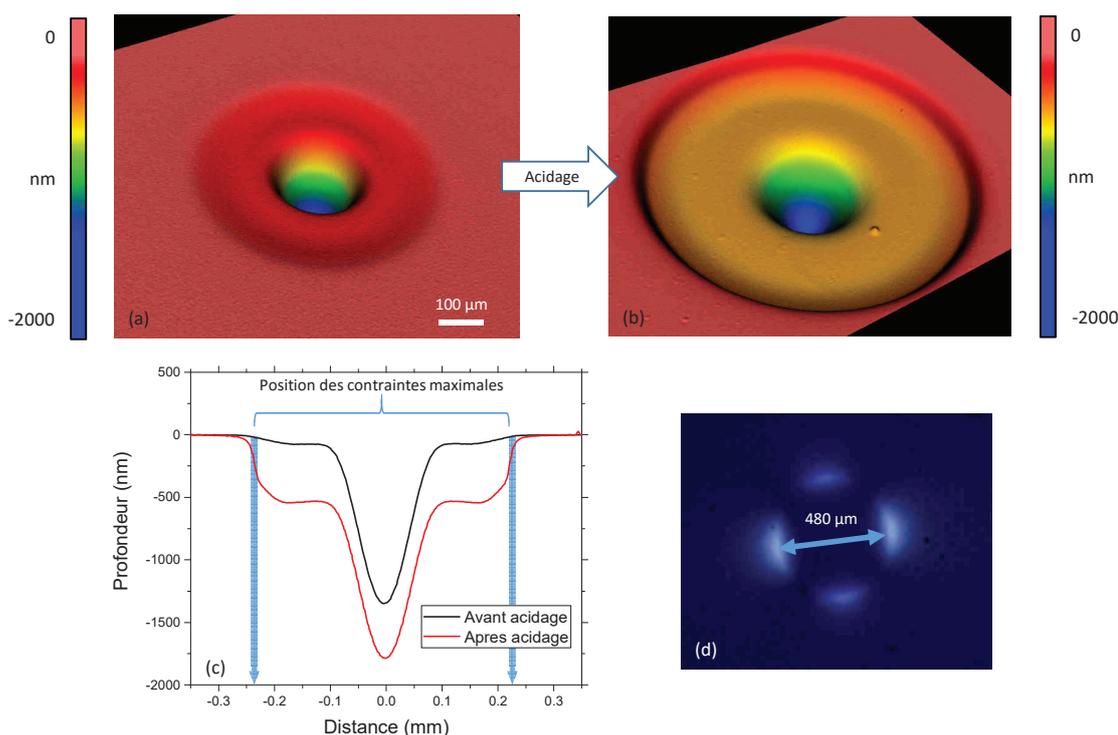


FIGURE 3.26 – Cartographies 2D (obtenues par profilométrie optique) d’une zone affectée par un tir laser CO_2 (puissance de 4,3 W, diamètre de faisceau de $700 \mu\text{m} \pm 10\%$ à $1/e^2$ et durée de tir de 1 s) avant (a) et après acidage (b) ainsi que les profils associés (c). (d) est une observation au polariscope avant acidage.

Notre modèle nous a permis de confirmer cette observation. La zone affectée thermiquement par le tir laser, obtenue par le calcul de la température fictive, s’étend jusqu’à $230 \mu\text{m}$ par rapport au centre du tir (pour une profondeur de $100 \mu\text{m}$), ce qui est en bon accord avec le rayon de la zone affectée d’environ $240 \mu\text{m}$ mise en évidence expérimentalement par l’acidage. De plus, nous avons vu précédemment (figure 3.23) qu’à cette puissance, le rayon de la zone où les contraintes sont maximales est de $225 \mu\text{m}$.

3.7 Mesure quantitative de la biréfringence

Pour compléter les études, présentées dans les sections précédentes de ce chapitre, sur les contraintes résiduelles dans la silice après le procédé laser, nous avons mis en place un système de mesure quantitative de la biréfringence. En effet, le dispositif expérimental de photo-élasticité utilisé permet de visualiser et de quantifier le niveau de ces contraintes autour d’un cratère CO_2 et notamment leurs positions maximales, que nous avons comparées aux résultats de notre modèle. L’objectif du système présenté dans cette partie et décrit brièvement dans la section 3.7 est de pouvoir mesurer de manière quantitative et résolue spatialement la distribution de biréfringence dans le matériau. Dans un second temps, nous comparons ces résultats aux simulations numériques.

3.7.1 Approche expérimentale

Comme décrit dans la partie 2.4.3 du chapitre 2, nous avons utilisé la caméra de phase SID4Bio pour ces études. Ce moyen de caractérisation repose sur une mesure de variation de chemin optique et permet dans notre cas de mesurer le déphasage entre deux états de polarisation à la traversée de l'échantillon. Rappelons que pour effectuer une mesure, le système utilise une mesure de référence, employée ensuite pour calculer la différence de chemin optique entre cette référence et la mesure d'intérêt. Pour notre étude expérimentale, nous avons réalisé des cratères sur un échantillon avec trois puissances laser (2,52 W, 2,75 W et 3 W) et plusieurs durées d'irradiation (de quelques centaines de milliseconde à plusieurs secondes). La taille du faisceau est de $400 \mu\text{m}$ à $1/e^2$. Les profondeurs des cratères obtenus varient de 500 nm à $20 \mu\text{m}$. Afin d'optimiser la dynamique de mesure (la différence de chemin optique attendue est nanométrique) et s'affranchir de la forme du cratère, un liquide d'indice (Carguille, Ref. #50350) ayant le même indice que la silice ($n = 1,4587 \pm 0,0005$) à la longueur d'onde de mesure (633 nm) a été déposé dans chaque cratère. Le protocole de mesure comprend plusieurs étapes et est résumé sur la figure 3.27 :

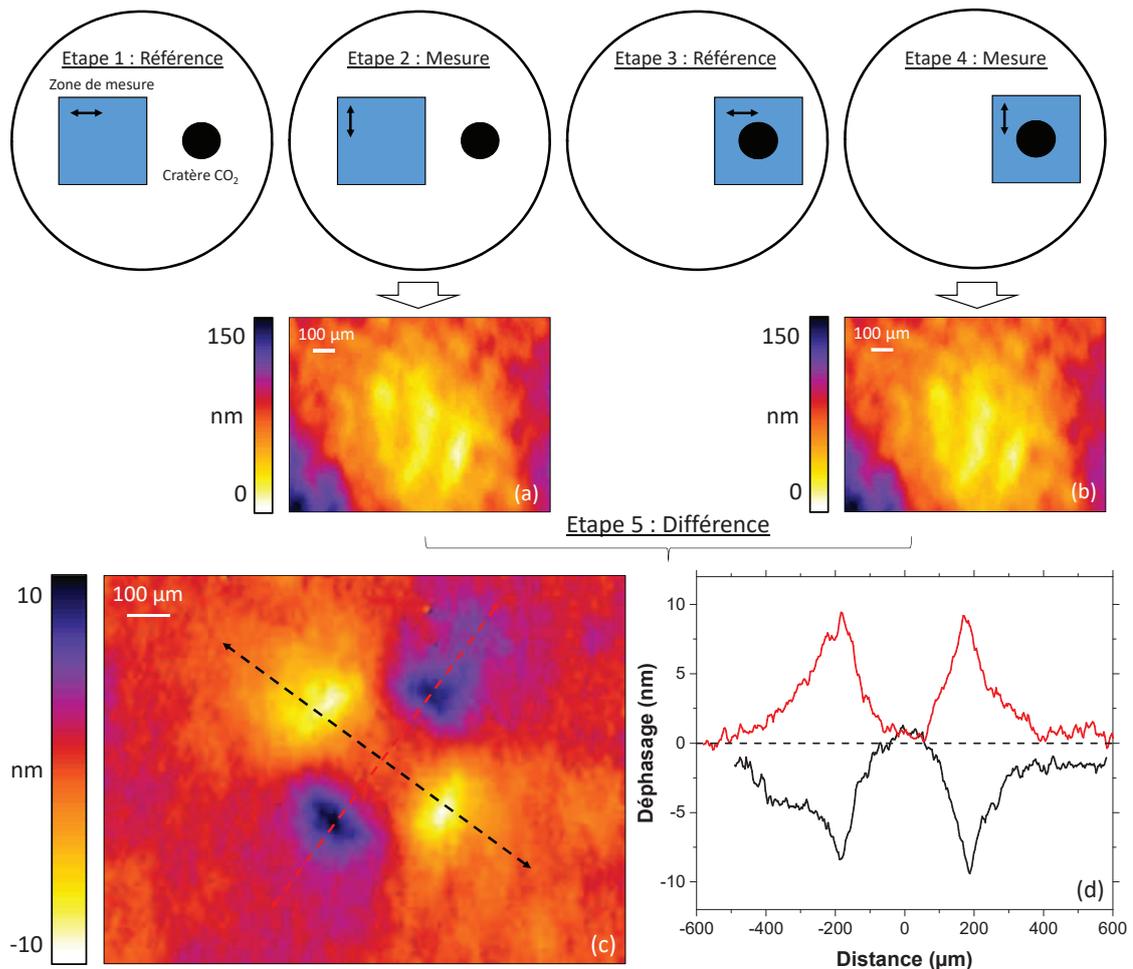


FIGURE 3.27 – Procédure expérimentale mise en place pour mesurer la biréfringence autour d'un cratère CO_2 dans la silice.

- *Étape 1* : dans une zone de silice vierge (sans cratère ni biréfringence), une mesure de référence est effectuée dans un état de polarisation (par exemple avec un angle de polariseur à 0°).
- *Étape 2* : une rotation du polariseur est appliquée afin d'être en polarisation croisée par rapport à l'état initial (angle de 90°). On réalise une mesure, présentée en (a), qui contient l'information du bruit induit par le mouvement du polariseur, entre les deux états de polarisation et à travers la silice vierge, lié notamment à l'inhomogénéité du polariseur.
- *Étape 3* : on se déplace sur la zone d'intérêt pour effectuer une mesure, à l'état de polarisation initial (angle du polariseur à 0°)
- *Étape 4* : on applique une rotation au polariseur pour croiser de nouveau les états de polarisation. On obtient, en (b), une image qui semble similaire à celle obtenue précédemment. Cependant cette mesure correspondant à la différence de chemin optique entre les deux états de polarisation contient l'information de la distribution biréfringence autour du cratère CO_2 qui n'apparaît pas car le "bruit du polariseur" est plus important.
- *Étape 5* : pour révéler le déphasage entre les deux états de polarisation à travers la silice, nous effectuons une différence des deux mesures ((b) - (a)). Dans le cas présenté, le déphasage induit est de plus ou moins 10 nm (c). Les deux coupes suivant les deux axes sont également tracées (sur le graphique (d)). On observe une augmentation rapide du déphasage en s'éloignant du centre du cratère jusqu'à atteindre une valeur maximale puis une décroissance lente en continuant à s'éloigner du centre.

Cette procédure est appliquée sur chaque site, dont nous présentons les résultats par la suite (partie 3.7.3). Théoriquement, il n'est pas nécessaire d'effectuer les deux premières étapes pour chaque mesure car le résultat obtenu correspond uniquement au bruit introduit par la rotation du polariseur. Ainsi, pour chaque site la mesure se résume aux étapes 3 et 4, *i.e.* la référence (angle du polariseur à 0°) et la mesure de référence sur une zone vierge. Cette procédure permet d'obtenir la distribution de biréfringence dans la silice en quelques secondes et de s'affranchir d'éventuelles différences de chemin optique liées à de la biréfringence résiduelle dans le montage (optiques du microscope, polariseurs, ...).

3.7.2 Répétabilité des mesures

Pour aller plus loin dans la démarche expérimentale, nous avons effectué une étude statistique pour s'assurer de la répétabilité des mesures et définir l'erreur de mesure. En effet, nous avons remarqué que les résultats varient légèrement en fonction du choix de la mesure référencée (notamment sa position sur l'échantillon) obtenue à l'issue des étapes 1 et 2 et soustraite par la suite. De plus, il existe une différence entre les valeurs absolues du déphasage obtenues sur les deux axes. Pour cette étude, nous avons utilisé le même cratère que précédemment (durée de tir de 5 s et puissance de 3 W) sur lequel l'acquisition est répétée cinq fois avec trois zones référencées différentes.

La figure 3.28 présente un exemple de résultats obtenus pour une des cinq mesures avec deux références différentes ((a) et (b)) ainsi que les coupes associées dans les deux axes (c). Globalement, les résultats semblent similaires. Néanmoins, on remarque une différence (zone en pointillé noir) sur l'un des maximums de l'axe dont le déphasage est

positif. Finalement et à partir de toutes les mesures effectuées, nous déduisons une erreur expérimentale de plus ou moins 10 % (soit 1 nm dans notre cas) que nous prendrons en compte pour la suite. Notons que la spécification du fabricant (Phasics) est de 0,5 nm pour la précision de la mesure. Les bruits s'additionnant lors de la soustraction une précision d'un nanomètre est attendue, ce qui est cohérent avec les 10% mesurés.

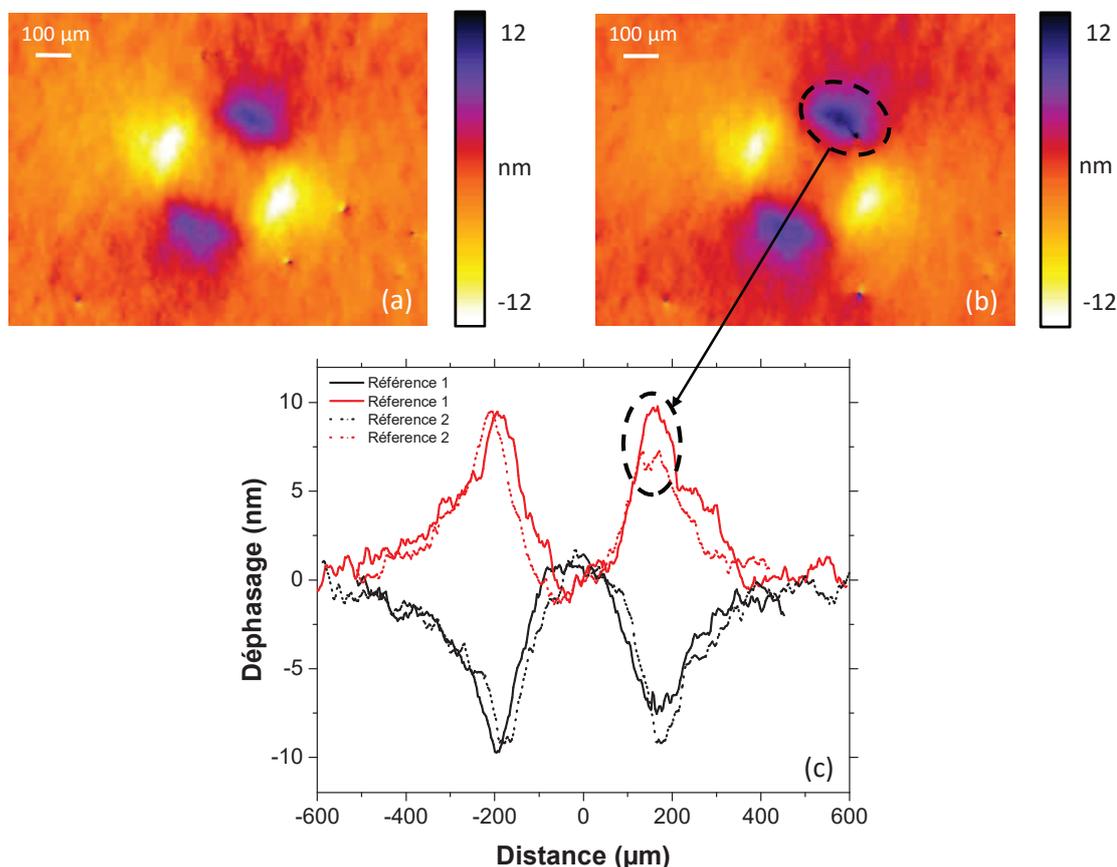


FIGURE 3.28 – Distribution de biréfringence pour deux références différentes (a) et (b) ainsi que les coupes associées (c).

3.7.3 Comparaisons avec les simulations

Nous avons comparé ces résultats expérimentaux aux simulations. La partie 3.6 de ce chapitre présente le modèle calculant la distribution de biréfringence et le déphasage conséquent dans la silice après un procédé CO₂ (par exemple sur les figures 3.21 et 3.22). Expérimentalement, nous appliquons une procédure quasi-similaire à celle présentée ci-dessus. Afin d'obtenir des résultats optimaux, les mesures dans chaque état de polarisation (figure 3.29 (a) et (b)), ont été moyennées (50 mesures par résultat). Le temps d'acquisition est légèrement plus long mais l'image soustraite finale (figure 3.29 (c)) est moins bruitée, ce qui est également le cas des coupes extraites (tracé noir et rouge sur la figure 3.29 (d)).

Le résultat de la simulation (représenté par les cercles verts) est inférieur (d'un facteur 3 environ) à la mesure expérimentale. Cependant, la position de la valeur maximale est bien prédite.

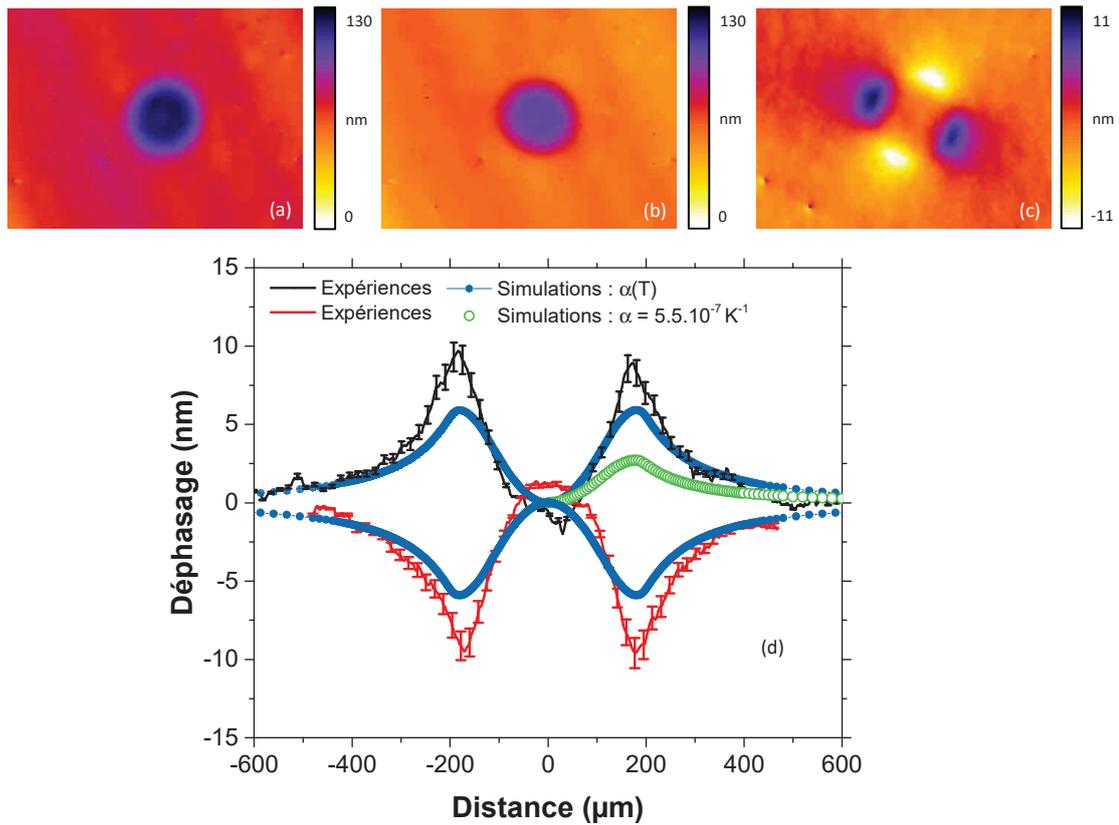


FIGURE 3.29 – (a) - (b) cartographie de différence de chemin optique dans deux états de polarisation (respectivement angle du polariseur à 0° et 90°). (c) soustraction des deux résultats. (d) trace le déphasage expérimental (en rouge et noir) et numérique dans le cas d'un coefficient de dilatation thermique α fixe de $5,5 \cdot 10^{-7}$ (en vert) et dépendant du temps, représenté sur la figure 3.30

Nous avons mené une étude sur les paramètres de la silice entrés dans notre modèle numérique afin d'étudier leur impact sur l'amplitude du déphasage simulé. L'un des paramètres ayant une forte influence sur ces résultats est le coefficient de dilatation thermique. Il est défini dans la littérature comme indépendant (tracé rouge sur la figure 3.30) et également dépendant de la température [129] (tracé noir sur la figure 3.30). Les résultats numériques (tracé en vert) ont été obtenus pour le coefficient de dilatation thermique indépendant de la température (tracé rouge, $\alpha = 5,5 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$). Si on le considère dépendant de la température (tracé noir), on obtient des résultats plus cohérents avec l'expérience (tracé bleu sur la figure 3.29).

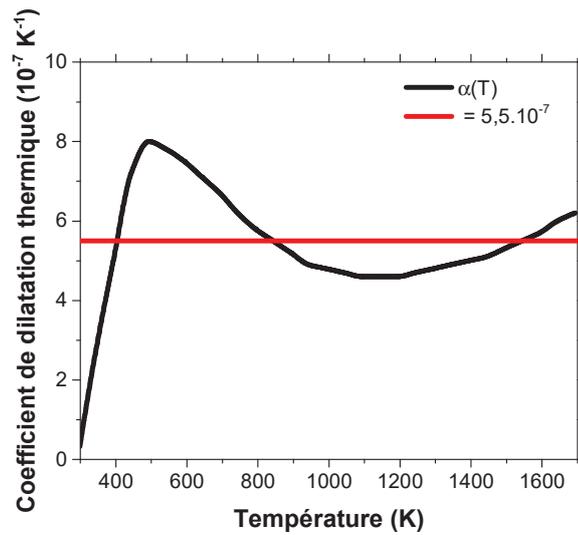


FIGURE 3.30 – Coefficient de dilatation thermique independant (tracé rouge) et dépendant de la température (tracé noir) [129] en fonction de la température.

Dans un second temps, chaque tir laser a été simulé et comparé à l'expérience. Précisons que les mesures ont été effectuées en appliquant la procédure "rapide" (c'est-à-dire sans moyenner par 50 mesures), présentée dans la première partie de cette section. Ainsi, nous incluons aux résultats l'erreur expérimentale. De plus, comme nous l'avons évoqué précédemment, il existe un écart expérimental entre les deux axes qui sera également pris en compte en définissant deux types d'axes : "faible" et "fort". La figure 3.31 présente les déphasages, en fonction de la durée de tir, pour chaque puissance laser (2,53 W (a), 2,75 W (b) et 3 W (c)). Entre chaque axe (points en noir et rouge) l'ajustement linéaire (en pointillé) présente une pente équivalente avec un écart plus ou moins prononcé (plus faible à 2,75 W). Cependant, ces écarts expérimentaux entre les deux axes sont quasiment inclus dans l'erreur de mesure.

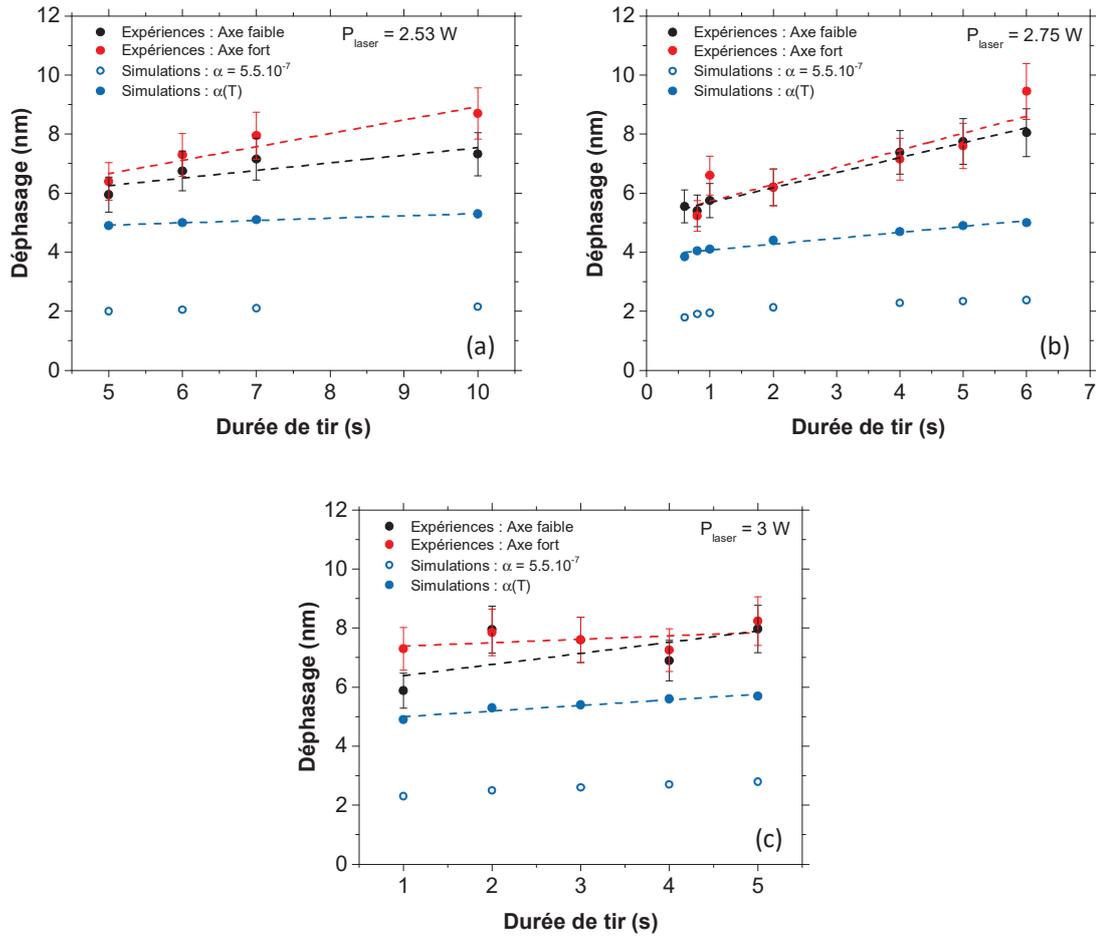


FIGURE 3.31 – Déphasages mesurés (tracés noir et rouge) en fonction de la durée du tir laser pour trois puissances différentes : 2,53 W (a), 2,75 W (b) et 3 W (c). Les résultats des simulations sont représentés par les points bleus.

Bien que l'on obtienne une différence non négligeable (en moyenne de 30 %) entre les résultats expérimentaux et numériques (représentés en bleu, pour $\alpha(T)$) on note, sur l'ensemble des résultats, une nette amélioration par rapport au cas où α est indépendant de la température (cercles bleus). Quelques ajustements sont encore nécessaires. Par exemple, il serait possible d'effectuer une étude paramétrique expérimentale balayant de plus larges paramètres d'irradiation, en augmentant par exemple la taille du faisceau et la puissance laser, afin d'obtenir des niveaux de déphasage plus importants ou plus étendus. À partir des résultats expérimentaux obtenus, une étude numérique peut être mise en place dans le but de faire varier les paramètres d'entrée du modèle (notamment le coefficient thermique), ayant un impact sur le résultat du déphasage, afin de les ajuster.

3.8 Effets de recuits dans un four haute température sur la relaxation des contraintes

Cette section est consacrée à l'étude d'un traitement thermique par un four à haute température, dit de "recuit isotherme", pouvant être appliqué aux sites stabilisés par laser CO₂ afin de relâcher les contraintes résiduelles. Il s'agit également dans le cadre de cette étude de confronter le modèle thermo-mécanique permettant de simuler l'évolution des contraintes en fonction de l'historique thermique local du matériau, à des données expérimentales.

L'application de traitements thermiques à la silice a un fort intérêt dans le domaine qui nous concerne. Shen *et al.* [130] par exemple ont démontré que le recuit isotherme peut être utilisé pour augmenter la résistance laser de surfaces polies. Cette amélioration s'explique pour une part par la refonte des potentielles fractures surfaciques. Par ailleurs le recuit thermique est un procédé connu pour passiver certains défauts : lacunes d'oxygène, liaisons pendantes, radicaux peroxydes ... [15, 131–133]. L'élimination des défauts peut être le résultat du piégeage des espèces moléculaires telles que O₂, H₂O, et H₂ [133] dont la diffusion est améliorée avec la température. Le recuit isotherme provoque également le relâchement des contraintes mécaniques et la diminution des fractures impliquant une meilleure résistance mécanique des verres [134]. De plus, il peut réduire le coefficient de croissance des dommages sous irradiations nanosecondes successives [66, 135] car le recuit permet de refermer les petites fractures superficielles sous-surfaciques. Cependant, le recuit global d'une optique de silice peut avoir des effets néfastes : contamination de la surface [136], faiblesse mécanique [134], diminution de la teneur en OH [136] pouvant amener la création de défauts structuraux en surface, et une augmentation de l'absorption UV [15].

Dans le cadre de nos travaux sur la stabilisation par laser CO₂, nous avons mis en place et étudié l'effet d'un traitement thermique de type recuit global par un four à haute température. Nous présentons ce procédé puis son impact thermique et mécanique sur les sites stabilisés, notamment sur les contraintes résiduelles et sur la morphologies des cratères.

3.8.1 Description de la procédure expérimentale

Les échantillons de silice ont été recuits dans un four (AAF Carbolite) sous air ambiant avec une température maximale de 1300°C. Les cycles de chauffage et de refroidissement sont contrôlés afin de minimiser les contraintes thermiques pouvant apparaître dans le matériau. On applique ainsi une montée de 5 °C/min jusqu'à la température de consigne et ensuite une descente de 5 °C/min vers la température ambiante (figure 3.32).

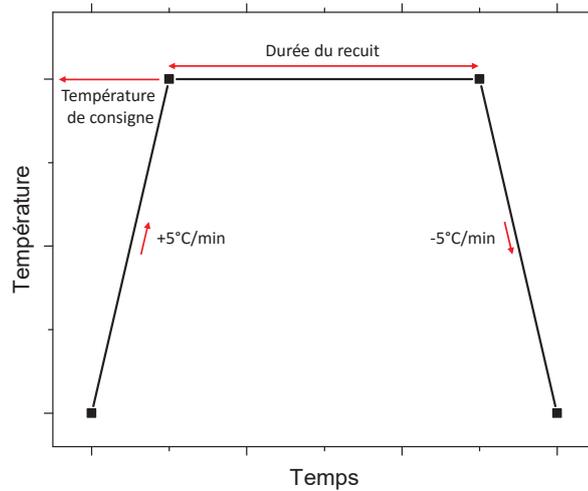


FIGURE 3.32 – Description des séquences de recuit

Le choix de la vitesse de montée/descente en température se fait en prenant en compte les caractéristiques thermiques de la silice. Ce matériau a en effet une diffusivité thermique D de l'ordre $7.10^{-7} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$. Ainsi à partir de la durée caractéristique de propagation thermique t :

$$t = \frac{z^2}{4D}, \quad (3.27)$$

on obtient des temps caractéristiques t de 0.35 s pour une distance dans la silice z de 1 mm, 35 s pour 1 cm et 150 s pour 2 cm. Il faudra donc plusieurs dizaines de secondes pour homogénéiser en température nos substrats. C'est bien entendu la descente en température qui est critique. Un calcul plus précis effectué sous COMSOL montre que si l'on considère un échantillon de 50 mm x 10 mm porté à 950 °C et dont les bords se refroidissent à 5 °C/min, la différence de température entre le centre et les bords sera toujours inférieure à 0,5 °C.

L'environnement du four n'étant pas une salle propre il s'est avéré nécessaire de prendre un certain nombre de précaution pour recuire un échantillon sans le contaminer. La procédure adoptée est donc la suivante :

- Caractérisations éventuelles de l'échantillon.
- Passage à la machine de nettoyage de l'échantillon : la recette classique programmée par le fabricant pour nettoyer des échantillons de silice est utilisée.
- Chauffage à blanc (1300 °C, température maximale) du four pendant 10h, afin de le décontaminer au mieux.
- L'échantillon est ensuite placé entre 2 substrats identiques (de même nature et nettoyés en même temps que l'échantillon), l'ensemble étant posé sur des cales de Zircone (figure 3.33). Cet assemblage permet d'éviter au maximum les contacts avec l'atmosphère du four et ainsi minimiser la contamination ou oxydation. L'assemblage est fait en sortie de la chaîne de nettoyage, sous l'enceinte propre de la chaîne.
- Après le recuit, l'échantillon est trempé dans une solution d'acide fluorhydrique et

d'acide nitrique afin d'éliminer toute contamination résiduelle malgré les précautions qui ont été prises.

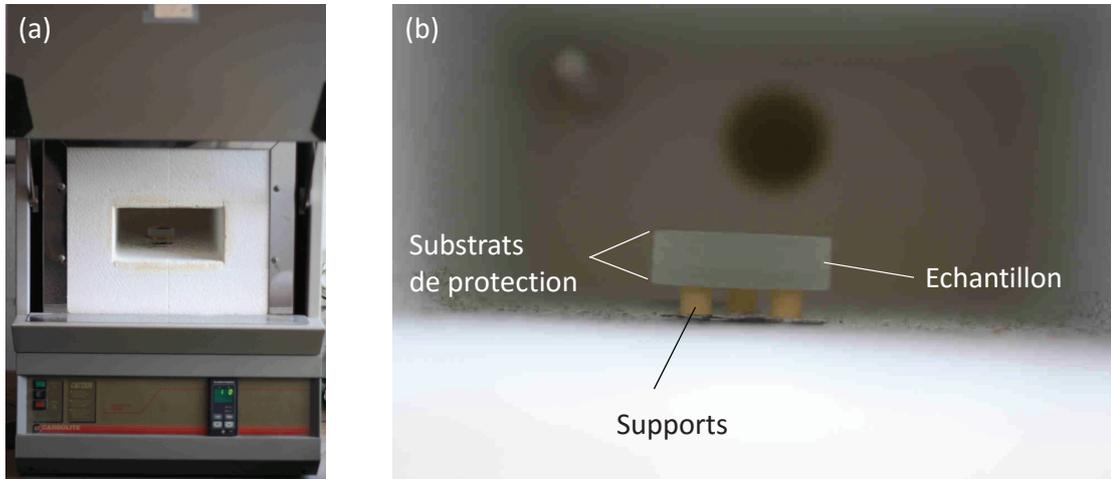


FIGURE 3.33 – (a) Vue d'ensemble du four et (b) de l'échantillon, entre deux substrats de protection, à l'intérieur.

Dans le contexte des lasers de puissance, nous sommes amenés à utiliser des silices de types II et III. Nous avons ainsi appliqué nos études sur l'effet du recuit sur ces deux silices. La différence significative qu'il est nécessaire de prendre en compte est leur contenance en OH : le type II possède un faible taux (< 400 ppm) par rapport au type III (de l'ordre de 1000 ppm). La dépendance en température de la viscosité étant fortement liée à ce taux [137], les points caractéristiques (point de recuit et point de ramollissement) de ces silices vont être différents. Les points de recuit, correspondant à une viscosité de 10^{13} poise, sont à une température de $T_A^{II} = 1395$ K/ 1123 °C et $T_A^{III} = 1315$ K/ 1043 °C pour les silices de type II et III respectivement.

Une température de consigne trop élevée ou une durée de recuit trop longue peuvent entraîner des effets néfastes. C'est pourquoi la première étape de nos travaux a été d'étudier les conséquences des propriétés thermiques du recuit sur les échantillons testés afin d'obtenir le protocole le plus adapté à nos besoins (combinaison temps / température de recuit). En effet, plus la température de recuit va être élevée ou plus sa durée va être longue, plus les défauts et les micro-fractures seront supprimés. Cependant, à haute température, certains effets néfastes peuvent apparaître.

Dans un premier temps, nous avons étudié l'effet du recuit sur des échantillons de silice de type II et III à différentes température de recuit : 700 °C, 900 °C, 1000 °C, 1050 °C, 1100 °C et 1150 °C. Pour ces expériences, la durée du recuit (une fois la température de consigne atteinte) est de 12 heures. Nous avons mesuré, par profilométrie optique, les planités de surface de chaque échantillon (un échantillon par température) avant et après recuit. Un exemple pour un recuit à 1100 °C est représenté sur la figure 3.34 (a) et (b). La figure 3.34 (c) regroupe le résultat des expériences par un tracé de l'évolution de la déformation en fonction de la température de recuit. Les températures de recuit de chacune des silices sont indiquées.

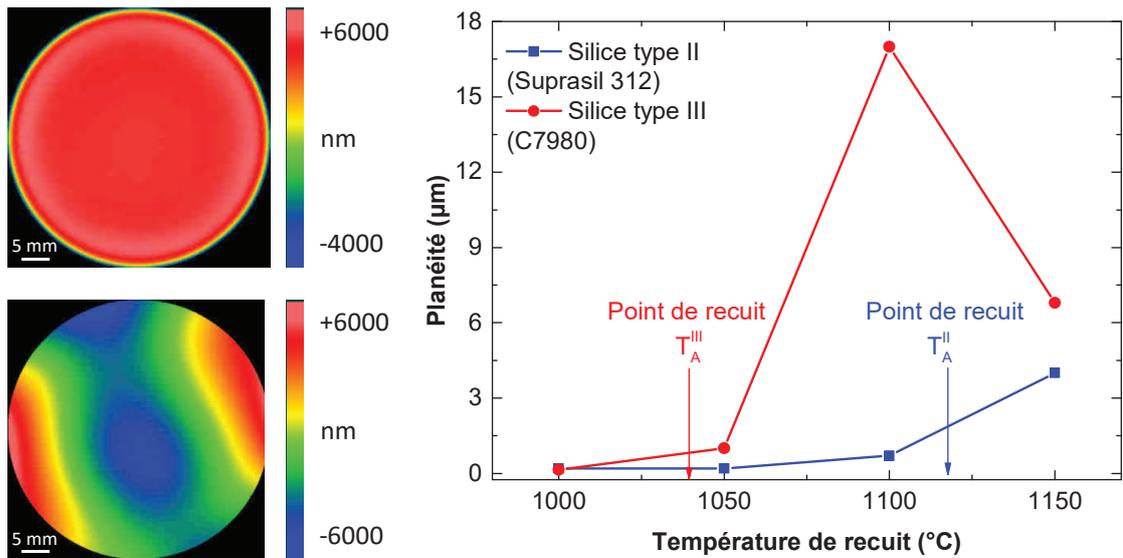


FIGURE 3.34 – Mesures de la planéité d'un échantillon de silice de type II avant (a) et après recuit (b) à une température de consigne de 1100 °C. (c) Modification entre la planéité avant et après recuit : on reporte le rapport pic/vallée pour chaque mesure.

De fortes déformations sont observées pour des valeurs différentes de recuit en fonction du type de silice : dans le cas du Suprasil 312, de type II, les déformations apparaissent autour de 1100 °C. Pour le Corning 7980, de type III, l'échantillon se déforme autour de 1050 °C. Ces valeurs sont cohérentes avec les points théoriques de déformation ($T_A^{II} = 1395 \text{ K}/1123 \text{ °C}$ et $T_A^{III} = 1315 \text{ K}/1043 \text{ °C}$).

A partir de ces résultats, nous avons fixé les températures de recuit, adaptées à chaque type de silice. Une marge de 50 °C sur la température de consigne semble raisonnable. Pour résumer, nous appliquerons une température de recuit de 1050 °C pour les silices de type II (Suprasil S312) et de 1000 °C pour la type III (Corning C7980).

3.8.2 Application aux sites traités par laser CO₂

A partir de ces résultats sur silice vierge, nous avons étudié l'effet du recuit sur des sites obtenus par laser CO₂. Comme nous l'avons vu précédemment, l'irradiation par laser CO₂ modifie la surface (cratère conséquent à l'évaporation, densification ou fluage de matière) et crée une zone affectée thermiquement (entraînant une modification de la température fictive et la génération de contraintes résiduelles). Un recuit global de l'échantillon contenant des sites CO₂ permet de relâcher les contraintes résiduelles et modifier la zone affectée thermiquement [82]. Nous présentons dans cette partie l'effet de la procédure de recuit sur les sites stabilisés et sur les contraintes résiduelles.

Morphologies des sites

Les silices non-traitées et affectées thermiquement par une irradiation par laser CO₂ ont des propriétés structurales différentes. En effet, durant le procédé laser, l'arrêt du tir laser provoque un refroidissement très rapide du matériau (typiquement, une chute de

50% de la température après quelques dizaines de microsecondes) et une augmentation rapide de la viscosité. La structure interne du verre est refroidie et figée à un équilibre thermodynamique à une température plus haute que le verre initial, chauffé et refroidi lentement lors de sa fabrication. Par conséquent, le procédé laser provoque une augmentation de la température fictive de la zone traitée [17]. Ces modifications affectent les propriétés du verre entraînant, par exemple, des changements de densité [18] : la zone chauffée et refroidie par laser est plus dense que la zone environnante. Un recuit isotherme au dessus de la température fictive initiale permet d'homogénéiser la distribution de température fictive dans la matière et de modifier également la densité. Ensuite et contrairement au procédé laser, un refroidissement lent adapté est appliqué avec le four.

Pour nos expériences sur les sites CO_2 , nous avons utilisé deux diamètres de faisceau : $700 \mu\text{m}$ et $1400 \mu\text{m} \pm 10\%$ à $1/e^2$, avec une durée d'irradiation de 1 s et différentes puissances laser (de 4.5 W à 8.5 W pour $700 \mu\text{m}$ et de 14 W à 19.3 W pour $1400 \mu\text{m}$) permettant d'obtenir des cratères profonds de quelques centaines de nanomètres à quelques dizaines de microns. La morphologie des sites a été mesurée avant et après recuit par profilométrie optique. Un exemple de mesure est donné sur la figure 3.35 dans le cas d'une irradiation avec une taille de faisceau de $700 \mu\text{m}$ à 4.5 W sur une silice de type III.

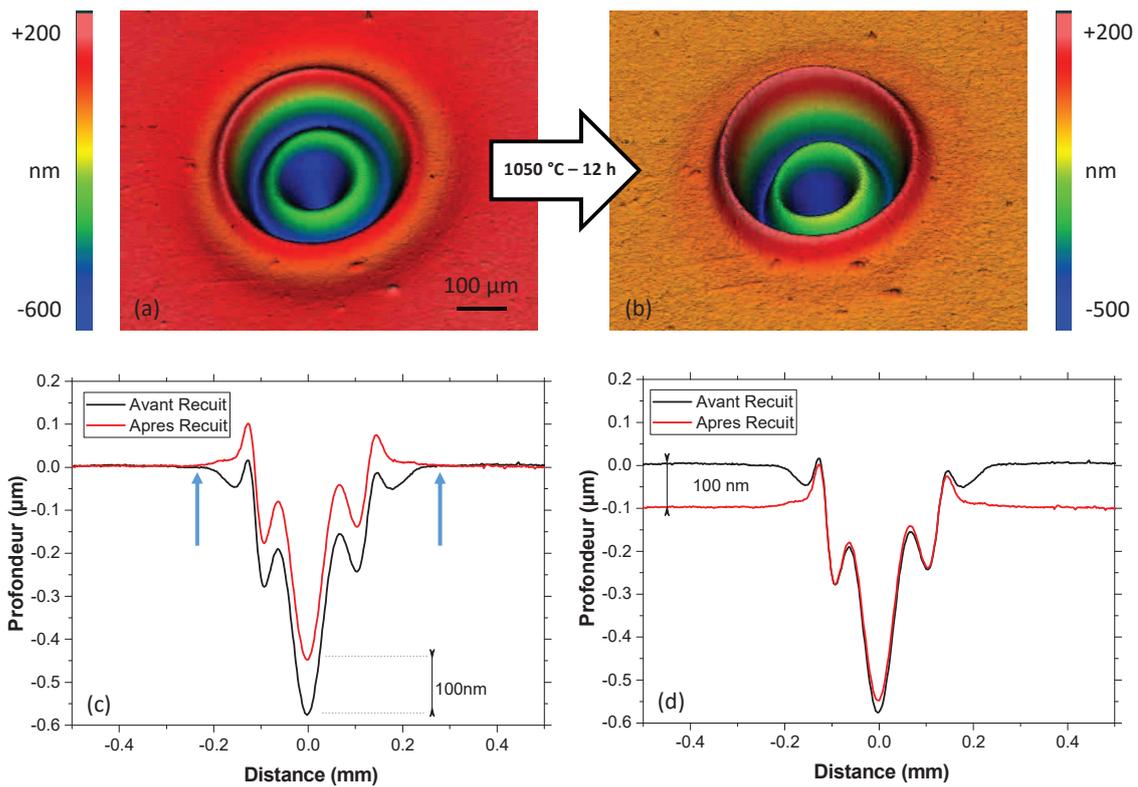


FIGURE 3.35 – Mesures de la surface de silice obtenues par profilométrie optique pour un tir laser de 4.5 W durant 1 s avec un diamètre de $700 \mu\text{m}$: reconstruction 3D de la surface avant (a) et après recuit (b) et profils correspondant avant (tracé noir) et après recuit (tracé rouge) (c). Les tracés sont repris sur (d) avec un décalage de 100 nm pour le profil après recuit.

Après le recuit, nous observons que la morphologie globale du cratère a été conservée (figure 3.35 (b)). Cependant, une modification du profil est observée par rapport à la surface plane autour du cratère (figure 3.35 (c)) : on constate une élévation d'environ 100 nm de la surface dans la zone irradiée par le laser CO₂ avant (tracé noir) et après (tracé rouge) recuit. Un ajustement des profils (figure 3.35 (d)) montre qu'une zone entière (entre les deux flèches bleues sur la figure 3.35) est élevée de façon homogène. Cet effet est observé sur tous les sites testés : nous présentons un second exemple avec une taille de faisceau de 1400 μm (15.7 W pour 1 s) sur la figure 3.36. Dans ce cas, le décalage est d'environ 250 nm.

Bien que les mécanismes de formation des deux exemples de cratère présentés soient totalement différents : fluage de matière et densification pour la figure 3.35 (profondeur de quelques centaines de nanomètre) et évaporation pour la figure 3.36 (profondeur de plusieurs microns), le décalage vers le haut après recuit du cratère est présent. Feit *et al.* [138] et Liu *et al.* [74] ont également observé ce phénomène sur des sites irradiés par laser CO₂ sur silice.

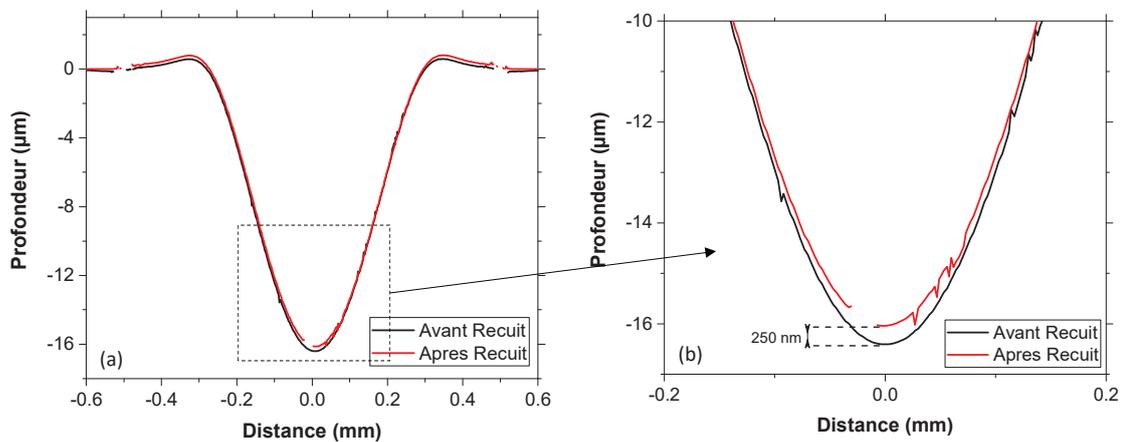


FIGURE 3.36 – Profils extraits des mesures de la surface de silice obtenues par profilométrie optique pour un tir laser de 15.7 W durant 1 s avec un diamètre de 1400 μm avant (tracé noir) et après recuit (tracé rouge) (a). (b) est un zoom du tracé (a) mettant en évidence le décalage.

L'observation de cet effet confirme le fait que le procédé par laser CO₂ modifie un volume de silice possédant des propriétés différentes (figure 3.37 (a)). Après un recuit isotherme de l'échantillon, le volume affecté thermiquement retrouve des propriétés similaires à la zone environnante non affectée (température fictive et densité) amenant un gonflement de la zone (figure 3.37 (b)). On observe donc une élévation de la zone irradiée après le recuit global de la silice.

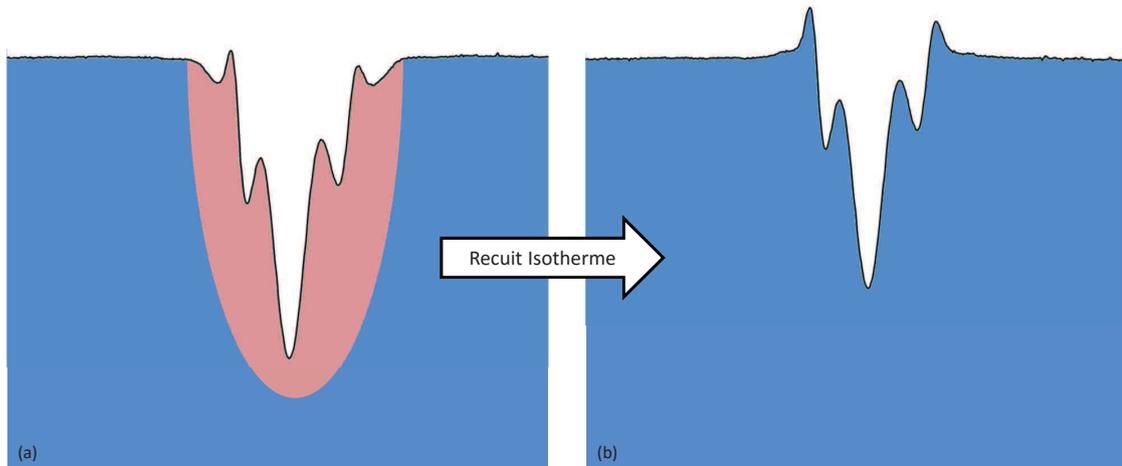


FIGURE 3.37 – Représentation schématique de l’effet de l’élévation de la surface de la silice après le recuit au four (b) de la zone affectée thermiquement par le tir laser (a).

Pour aller plus loin dans nos études, nous avons analysé les effets du recuit par le four avec des simulations numériques. Shelby présente dans ses travaux [18] la dépendance de la densité de la silice en fonction de la température fictive. A partir du calcul de la température fictive (eq. 3.26), il est donc possible d’estimer les différences de densité et donc les changements de profil de surface observés expérimentalement (après le recuit isotherme). Pour cela, nous appliquons la formule suivante :

$$\text{Décalage}(r) = \int_0^{+\infty} [\delta\rho(r, z)] dz \quad (3.28)$$

avec $\delta\rho(r, z)$ la différence de densité en ppm (obtenue en se basant sur la Ref [18]) et :

$$\delta\rho(r, z) = \frac{\rho(r, z) - \rho(0, +\infty)}{\rho(0, +\infty)} \quad (3.29)$$

avec $\rho(r, z)$ la densité à une position donnée (de rayon r et de profondeur z dans le matériau, l’origine étant placée au centre du faisceau laser à la surface) et $\rho(r, +\infty)$ la densité en dehors de la zone affectée thermiquement.

Un exemple de calcul est présenté sur la figure 3.38. Ici, la puissance laser est de 4.8 W pendant 1 s avec une taille de faisceau de 700 μm . Les profils expérimentaux sont représentés avant (tracé en noir) et après (tracé en rouge) le recuit ainsi que la différence entre les deux profils (tracé en pointillé bleu). Notons que les variations sur la partie droite du tracé sont dues aux quelques débris sur le bord de la zone affectée. Le décalage mesuré au centre du cratère entre les deux profils est de 130 nm. Cette valeur s’annule à 250 μm du centre du cratère, ce qui correspond à la limite de la zone affectée thermiquement.

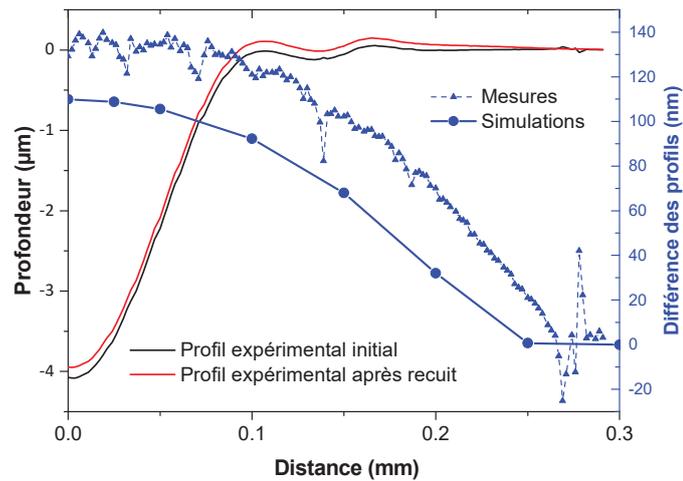


FIGURE 3.38 – Échelle de gauche : profils expérimentaux de la surface de la silice (obtenus par profilométrie optique) d'un cratère avant (tracé noir) et après recuit de 12 heures à 1050 °C (tracé rouge) dans le cas d'un tir de 4.8 W de 1 s avec un diamètre de faisceau de 700 μm. Échelle de droite : différence entre les deux profils expérimentaux (tracé bleu en pointillé) et résultats des calculs à différentes positions (tracé bleu).

A partir du calcul de la température fictive dans le matériau, nous appliquons l'équation 3.28 à différentes positions : le résultat des simulations (tracé en bleu) reproduit correctement la tendance expérimentale obtenue avec un écart de 10 à 20 %. Cette différence peut être liée aux incertitudes expérimentales comme la puissance du laser, la détermination du diamètre du faisceau mais également aux incertitudes sur la dépendance en température des paramètres de simulation ou bien aux autres phénomènes physiques qui ne sont pas pris en compte dans le calcul, comme le fluage de matière.

La figure 3.39 regroupe les résultats des décalages expérimentaux mesurés au centre du cratère en fonction de la puissance laser appliquée, pour les deux tailles de faisceau. On remarque que plus la puissance appliquée est élevée, plus l'élévation au centre du cratère est importante. En effet, plus la puissance laser est importante, plus la zone affectée thermiquement est profonde. Les résultats des simulations obtenus et représentés en bleu sont en bon accord avec les mesures expérimentales.

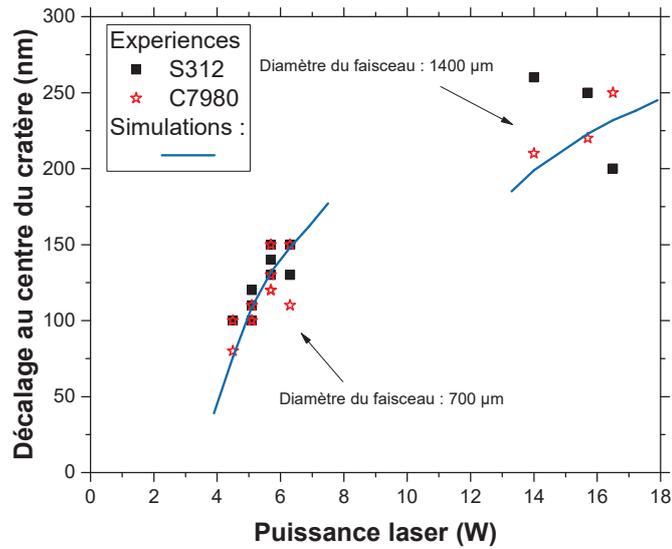


FIGURE 3.39 – Décalages mesurés avant et après recuit au centre du cratère en fonction de la puissance laser pour deux diamètres de faisceau différents (700 et 1400 μm) et une durée de tir de 1 s pour deux types de silice. Les simulations correspondantes sont tracées en bleu.

Contraintes résiduelles

Nous avons vu dans la partie 2.3.1 du chapitre 2 que le procédé laser CO_2 génère dans la silice des contraintes thermo-mécaniques résiduelles : la dilatation thermique de la silice chauffée durant l'irradiation est suivie par une très forte augmentation de la viscosité pendant le refroidissement rapide, qui empêche le déplacement du matériau et le relâchement des contraintes. Ces contraintes résiduelles sont mises en évidence par des observations au polariscope (figure 3.40).

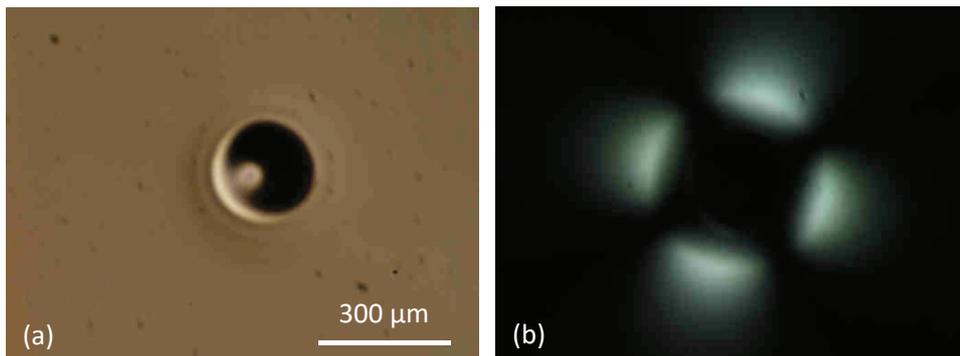


FIGURE 3.40 – Observations au microscope (a) et polariscope (b) d'un cratère obtenu par irradiation CO_2 avec un diamètre de faisceau de 700 μm , une puissance de 7 W pendant 1 s.

Ces contraintes peuvent amener une faiblesse mécanique de la zone traitée, une ani-

sotropie optique et une détérioration locale de la résistance laser [116]. Elles peuvent être relâchées par le traitement de recuit : l'augmentation de la viscosité pendant le recuit permet un léger déplacement du matériau amenant une relaxation des contraintes.

Nous avons étudié l'évolution de ces contraintes sur différents échantillons de silice, irradiés par laser CO₂ (diamètre de faisceau de 700 μm pendant 1 s avec différentes puissances). Les échantillons ont été recuits à 700 °C et 900 °C pendant 20 heures. La figure 3.41 présente les observations au polariscope avant et après les deux types de recuit (effectuées dans les mêmes conditions expérimentales).

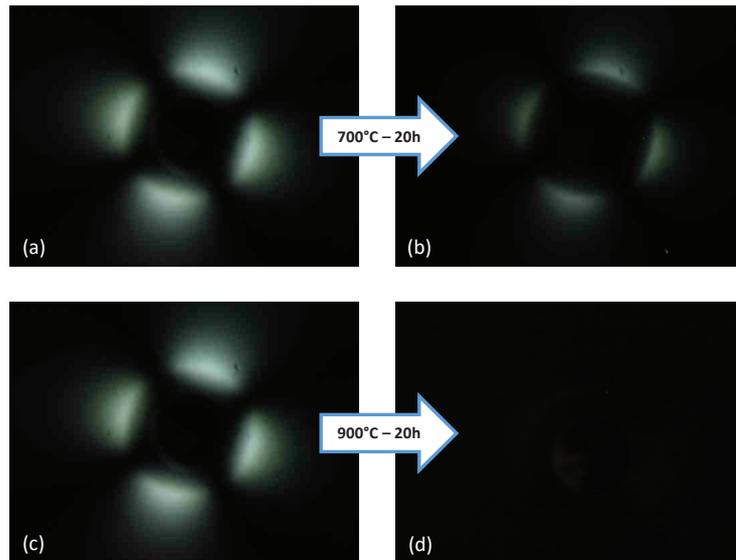


FIGURE 3.41 – Observations au polariscope de zones irradiées par laser CO₂ avant recuit (a) et (c) (identiques à (b) présentées sur la figure 3.40) et après recuit à 700 °C (b) et 900 °C (d)

On observe un relâchement partiel de la zone de contraintes pour un recuit à une température de 700 °C (figure 3.41 (b)). Nous notons également qu'il n'y a plus de biréfringence résiduelle pour 900 °C (figure 3.41 (d)). Jiang *et al.* [82], avec des températures de recuit semblables et une durée de 10 heures, ont obtenu des résultats similaires, c'est-à-dire une élimination complète des contraintes résiduelles des sites stabilisés .

Une étude numérique a été menée afin de valider et confronter ces observations expérimentales. Le procédé laser conduit à une distribution de biréfringence dans le matériau et modifie la distribution de température fictive dans le matériau. Ces phénomènes sont observés sur une simulation d'une irradiation avec une puissance de 5 W avec une taille de faisceau de 700 μm et une durée de 1 s , suivie d'un refroidissement de quelques dizaines de secondes (première ligne de la figure 3.42).

Nous avons ajouté au modèle numérique une étape supplémentaire, après le procédé laser, simulant le recuit de la silice par le four. Pendant de cette étape, on applique à la frontière de l'échantillon une température représentative de celle utilisée expérimentalement : augmentation de la température de 5 °C/min jusqu'à la température de consigne, qui est appliquée pendant plusieurs heures, puis refroidissement de 5 °C/min jusqu'à la température ambiante.

La figure 3.42 présente un exemple de simulations à différentes températures de recuit (chaque ligne correspond à une température), à partir de l'état initial (ligne du haut). Ces simulations confirment les observations expérimentales au polariscope c'est-à-dire une élimination complète des contraintes pour un recuit à une température de 850 °C. L'évolution de la température fictive montre également que la zone affectée thermiquement par le tir laser retourne à son état initial.

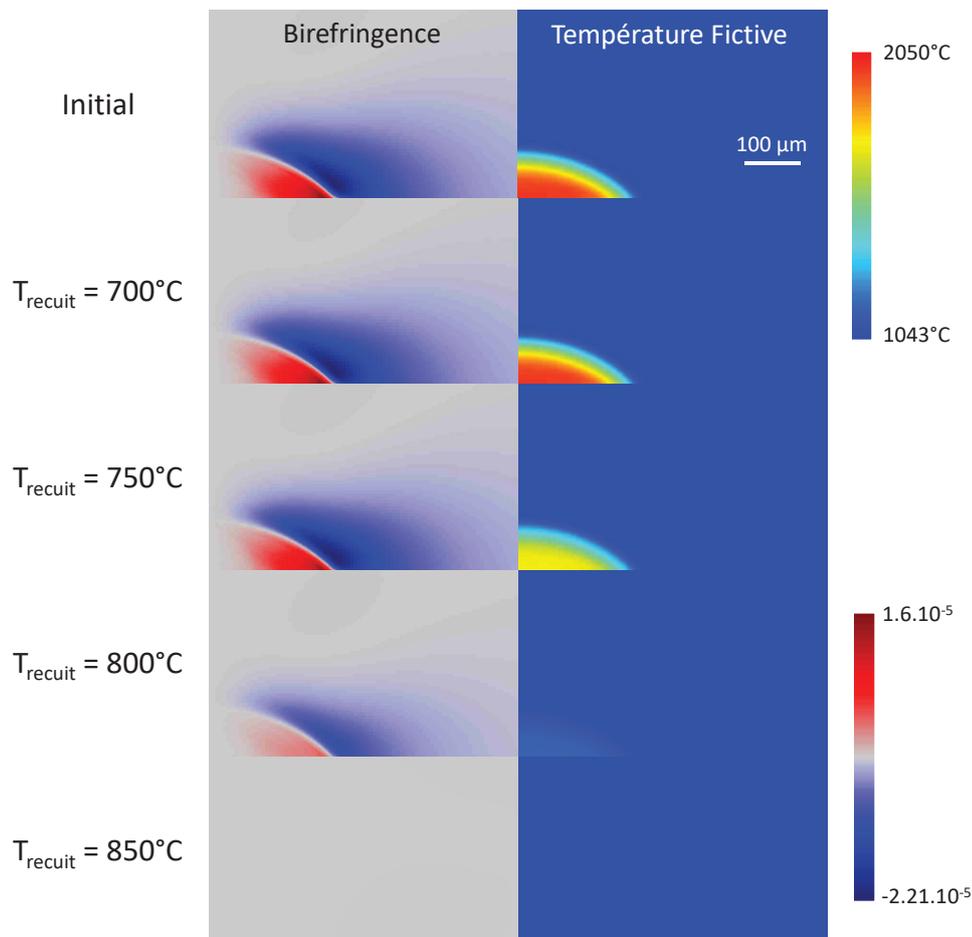


FIGURE 3.42 – Simulations de l'évolution de la biréfringence (à gauche) et de la température fictive (à droite) à différentes températures de recuit. La première ligne correspond à l'état initial, avant recuit après une irradiation par laser CO_2 à 5 W, durant 1 s et un diamètre de faisceau de 700 μm .

3.9 Conclusion

Au cours de ce chapitre, nous avons présenté le modèle numérique, à 2 ou 3 dimensions, qui a été développé au cours de ces travaux de thèse. Cette approche nous a permis une meilleure compréhension des interactions thermo-mécaniques qui sont mises en jeu lors d'un tir par laser CO_2 sur une surface de silice.

Nos calculs ont été confrontés à des résultats expérimentaux qui nous ont permis

d'améliorer et d'optimiser le modèle. En effet, une étude complète a été réalisée sur les paramètres d'entrée critiques pour décrire le plus fidèlement les interactions thermiques laser-matière. Cette étude thermique a été combinée à un modèle thermodynamique afin de décrire les transformations de la silice lors de l'irradiation laser. De bons accords avec l'expérience ont été obtenus.

Enfin, nous nous sommes intéressés aux effets mécaniques. Nous avons étudié les contraintes résiduelles conséquentes au refroidissement rapide de la silice après un tir laser CO₂. Notre modèle, validé par des comparaisons expérimentales, permet de calculer la position de ces contraintes ainsi que la zone affectée thermiquement par l'irradiation laser. De plus, la mise en place expérimentale d'un système de mesure quantitatif de la biréfringence dans la silice nous a permis de comparer les valeurs de déphasage simulé à l'expérience. Il est envisagé de poursuivre ces études expérimentales avec de plus larges paramètres d'irradiations afin d'ajuster au mieux le modèle thermo-mécanique.

Les contraintes résiduelles ainsi que la zone affectée thermiquement par le procédé laser (ayant des propriétés différentes à celles de la silice non traitée) peuvent être néfastes dans le cadre de la stabilisation de dommages (baisse de la tenue au flux par exemple). Cependant, il est possible d'appliquer des traitements thermiques sur ces zones afin de, par exemple, relâcher les contraintes mécaniques. Ces traitements peuvent être locaux ou globaux et sont traités dans le chapitre suivant.

Chapitre 4

Développement de procédés de stabilisation de dommages

Sommaire

4.1	Introduction	126
4.2	La stabilisation de dommages micrométriques	126
4.2.1	La stabilisation de dommages micrométriques : un procédé basé sur deux irradiations successives	126
4.2.2	Influence du recuit isotherme par un four à haute température sur la résistance au flux laser	128
4.2.3	Stabilisation de rayures sur la surface des composants de silice	134
4.3	Le micro-usinage laser pour des dommages de dimensions millimétriques	140
4.3.1	Études préliminaires - Simulations	141
4.3.2	Formation de cône par micro-usinage laser	145
4.3.3	Caractérisation et morphologie des cônes	147
4.4	Validation et optimisation du procédé	150
4.4.1	Étude des déformations du front d'onde	151
4.4.2	Résistance au flux laser des sites stabilisés	159
4.4.3	Réparation de dommages laser nano-seconde	164
4.5	Refonte de défauts d'aspects des réseaux de diffraction du LMJ	172
4.5.1	Les défauts d'aspect	174
4.5.2	Refonte par laser CO ₂	174
4.5.3	Résistance au flux laser	178
4.5.4	Propagation	178
4.6	Conclusion	179

4.1 Introduction

Dans ce chapitre nous présentons les différents procédés de stabilisation utilisés, mis en place et développés au cours de cette thèse. Dans un premier temps, nous reviendrons sur la méthode développée au cours de ces dernières années et permettant d'arrêter la croissance de dommages laser de dimensions micrométriques. A partir de ce procédé, basé sur deux irradiations laser successives, nous présentons les résultats de l'impact sur la résistance à l'endommagement laser du recuit isotherme dans le four à haute température (introduit dans le chapitre précédent). Nous montrons ensuite l'exemple d'une stabilisation d'un défaut de plus grandes dimensions : une rayure de quelques millimètres consécutive au polissage du composant optique lors de sa fabrication. Dans un second temps, nous détaillons le développement du procédé de micro-usinage par laser CO₂ visant à stabiliser les dommages de dimensions millimétriques. Au cours de ces travaux de thèse, nous avons mis en place un nouveau banc de stabilisation et optimisé le procédé par des critères de validation tels que la résistance à l'endommagement laser et la maîtrise des déformations du front d'onde. Enfin, nous présentons les travaux effectués pour éliminer les défauts d'aspect présents sur les réseaux de diffraction en silice du LMJ.

4.2 La stabilisation de dommages micrométriques

Nous avons introduit dans la partie 1.4.4 du chapitre 1 de cette thèse, le procédé initial de stabilisation de dommages type "nanoseconde" sur silice qui a été développé au cours de ces dernières années, par le CEA-CESTA et l'Institut Fresnel, dans le cadre du développement du LMJ. Dans la première partie de ce chapitre nous revenons sur ce procédé et présentons les travaux effectués sur l'influence du recuit isotherme par un four à haute température sur l'endommagement laser. Les résultats sont comparés au recuit local par laser CO₂. Enfin, bien que l'irradiation par laser CO₂ génère des cratères de quelques centaines de microns, nous montrons qu'il est possible de stabiliser des défauts de quelques millimètres (de type rayure) grâce à un déplacement du faisceau laser sur la zone à traiter.

4.2.1 La stabilisation de dommages micrométriques : un procédé basé sur deux irradiations successives

La stabilisation par laser CO₂ d'un dommage micrométrique, telle que présentée dans la Ref. [76], consiste en deux irradiations successives appliquées sur un dommage (figure 4.1 OI-D) un premier tir pour creuser la matière afin de l'éliminer (figure 4.1 OI-H1) puis, après refroidissement de la silice, on effectue une seconde irradiation dite de "recuit" avec un faisceau plus large et non évaporative (figure 4.1 OI-H2) qui chauffe la zone affectée thermiquement par le premier tir et permet d'éliminer les re-dépôts de silice et de modifier la répartition de contraintes résiduelles. La modification des zones de contraintes après chaque étape est illustrée sur la figure 4.2.

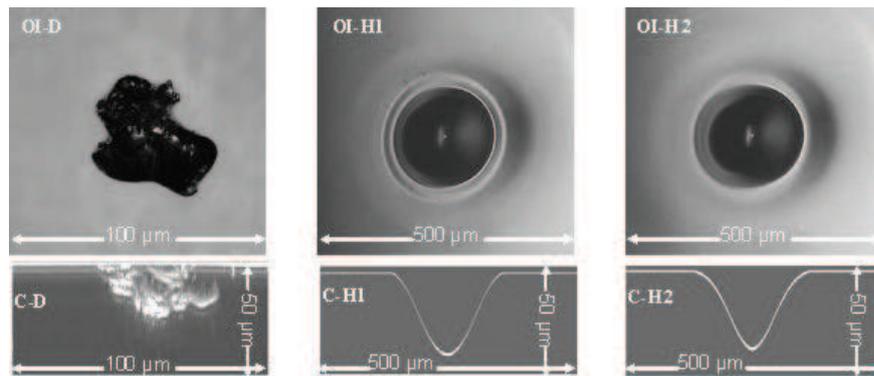


FIGURE 4.1 – Ligne supérieure : observations au microscope (OI) d'un dommage (D) stabilisé (H1) puis un tir de recuit local (H2). La ligne inférieure correspond aux caractérisations obtenues par microscopie confocale (C). (Source [76]).

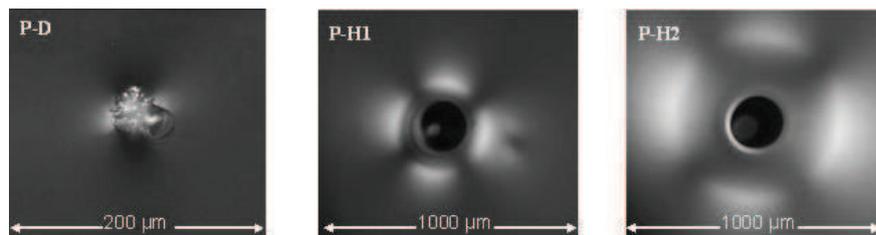


FIGURE 4.2 – Observations au polariscope des zones de contraintes après le tir de stabilisation (P-H1) et après le tir de recuit local (P-H2) (Source [76]).

Lors de précédents travaux, il a été montré que la résistance à l'endommagement laser d'un cratère est inférieure à celle du substrat initial, particulièrement sur les bords de la zone affectée thermiquement [72]. De plus, il existe une corrélation entre puissance laser et tenue au flux du cratère : plus la puissance est élevée, plus le cratère est profond et plus la résistance est faible. Ce résultat est directement lié à l'intensité de la zone de contraintes générées et aux débris déposés en périphérie de la zone ablatée [79].

En 2010, Cormont *et al.* ont montré que le recuit local permettait d'augmenter significativement la résistance laser d'un dommage stabilisé [76]. La figure 4.3 montre l'amélioration du seuil d'endommagement d'un cratère CO₂ (tracé en noir) après l'application du recuit local (tracé en vert).

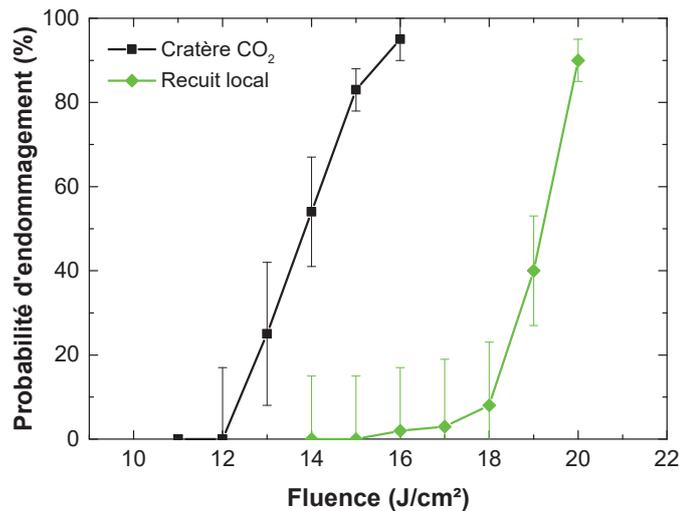


FIGURE 4.3 – Probabilités d’endommagement (procédure 1on1, 355 nm, 2.5 ns) en fonction de la fluence appliquée sur un cratère CO₂ obtenu avec une puissance de 5 W pendant 1 s et une taille de faisceau de 700 μm avant (tracé en noir) et après (tracé en vert) un tir de recuit local par laser CO₂ (18 W, 1 s, diamètre de 2000 μm).

Ce procédé constituait l’état de la technique de stabilisation au début des travaux de thèse. Nous avons ainsi dans un premier temps poursuivi ces développements, notamment par la compréhension et l’optimisation du procédé de recuit qui s’avère critique pour la tenue au flux.

4.2.2 Influence du recuit isotherme par un four à haute température sur la résistance au flux laser

Dans le cadre des études menées sur les traitements thermiques pour l’amélioration de la résistance laser des sites stabilisés par laser CO₂, nous avons conduit des travaux sur le recuit isotherme par le four. L’objectif de ces études est d’analyser l’impact de ce type de recuit sur la tenue au flux laser du site stabilisé et de le comparer au recuit local par laser CO₂.

Sur silice vierge

Dans un premier temps, nous avons étudié l’influence du recuit isotherme dans le four sur la probabilité d’endommagement sur une silice Suprasil S312 (de type II), non traitée par laser CO₂. Notons que le choix du type de silice (II ou III) n’a que très peu d’influence sur l’endommagement laser car il dépend directement du polissage et du nettoyage de l’optique. Pour cette étude, les échantillons ont été recuits à une température de 1050 °C pendant 12 heures, en suivant la procédure expérimentale décrite dans la partie 3.8.1 du chapitre précédent. La figure 4.4 présente les résultats de la résistance laser pour trois protocoles différents : un recuit au four seul (tracé vert), un recuit suivi d’une attaque chimique d’enlèvement 500 nm (tracé rouge) et une attaque chimique seule mais plus longue d’enlèvement 2 μm (tracé bleu). Par la suite, nous appelons acidage l’attaque

chimique par une solution d'acide fluorhydrique et d'acide nitrique. L'état initial sans recuit a également été testé (tracé noir) et nous sert de référence.

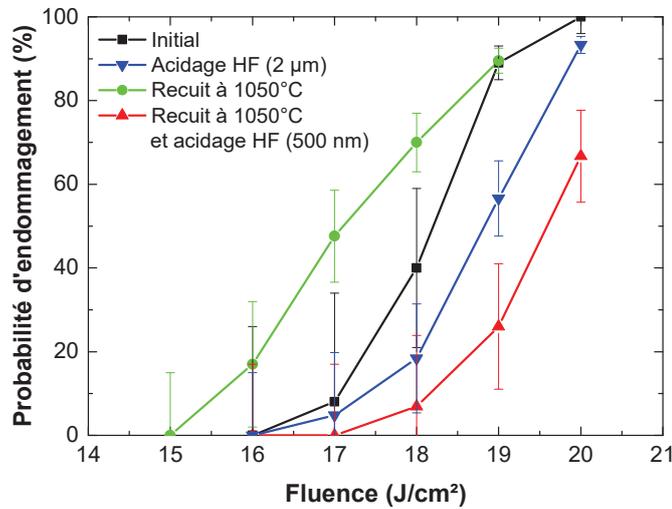


FIGURE 4.4 – Probabilités d'endommagement (procédure 1on1, 355 nm, 2.5 ns) en fonction de la fluence appliquée sur silice S312 avant recuit (tracé noir), après le recuit à 1050 °C (tracé vert), après le recuit suivi d'une attaque chimique d'enlèvement 500 nm (tracé rouge) et après une attaque chimique seule mais plus longue d'enlèvement 2 µm (tracé bleu).

On note que le recuit (tracé vert) avec les conditions expérimentales du four utilisé, c'est-à-dire sous air ambiant et dans un environnement non contrôlé, a un effet néfaste sur la tenue au flux (tracé noir). Cependant, les échantillons ont été nettoyés avant les tests d'endommagement laser et il n'y avait aucune trace visible de contamination, par nos observations au microscope. Une des hypothèses évoquées est que la diminution de la résistance laser est liée aux réactions des contaminants ou des défauts intrinsèques de la silice en surface avec les molécules d'oxygène. Afin de palier à ce problème, nous avons utilisé un traitement léger par acide fluorhydrique (HF) de 500 nm après le recuit dans le four avec pour objectif de retirer toute contamination en surface. En suivant cette procédure, on remarque que la probabilité d'endommagement laser a été diminuée (tracé rouge) par rapport à l'état initial (tracé noir). Ainsi, l'étape d'acidage est systématiquement appliquée après un recuit dans le four. Afin de discriminer l'effet de l'acidage de celui de recuit, nous avons testé le cas d'un substrat qui n'a pas été recuit au four mais qui a été acidé (tracé bleu). Dans ce cas, la probabilité d'endommagement se situe entre le cas initial et le recuit.

Une étude complémentaire sur des échantillons de silice, de type II, provenant de deux lots différents a également été menée. Les résultats sont présentés sur la figure 4.5. On constate que les probabilités d'endommagement des deux types de silice sont significativement différentes comparativement à l'état initial (tracés noirs). Après la procédure de recuit à 1050 °C pendant 12 heures (suivi de l'acidage), nous observons une amélioration similaire de la résistance à l'endommagement laser sans différence significative entre les deux types d'acidage (tracés rouges). Cette différence peut s'expliquer, en partie, par la

différence de polissage entre les deux lots. En effet, le polissage de l'échantillon A a peut être été laissé plus de défauts précurseurs, comme des fractures sous-surfaciques, que pour l'échantillon B et le recuit appliqué ne permet sans doute pas d'éliminer ces fractures. Il est probable que le recuit permette d'éliminer une certaine catégorie de défauts précurseurs mais ne soit pas suffisant pour toutes les catégories. Notons aussi qu'une partie de la différence de tenue peut aussi être imputée à la méthodologie du banc de test. Les tests des échantillons A et B ont été faits lors de deux campagnes d'essai entre lesquels une maintenance du laser a été effectuée.

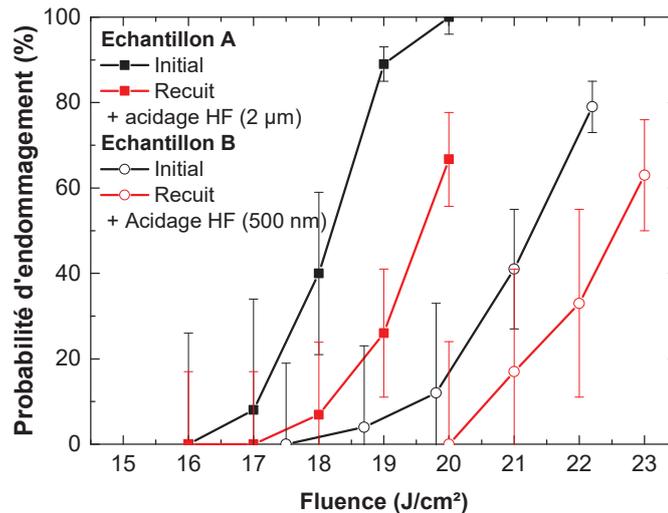


FIGURE 4.5 – Probabilités d'endommagement (procédure 1on1, 355 nm, 2.5 ns) en fonction de la fluence appliquée sur deux échantillons de silice provenant de deux lots différents avant (tracés noirs) et après recuit de 1050 °C pendant 12 heures (tracés rouges).

Ces résultats confirment le potentiel du recuit isotherme sur silice pour l'amélioration de la résistance à l'endommagement laser, comme évoqué par Shen *et al.* [130]. Cependant, le recuit appliqué ne permet pas d'amener tous les échantillons au même niveau de tenue au flux laser et il semble donc qu'il ne traite qu'une catégorie de défauts précurseurs d'endommagement.

Sur sites stabilisés par laser CO₂

Les probabilités d'endommagement ont également été comparées avant et après le recuit isotherme sur des cratères obtenus avec une irradiation par laser CO₂. Comme pour la validation sur la silice vierge, nous avons voulu discriminer les effets de nettoyage et d'acidage appliqués lors des différentes étapes de la procédure expérimentale. Pour cela, nous avons effectué des tests d'endommagement laser sur un type de cratère obtenu avec les paramètres d'irradiations suivants : puissance de 5 W, taille de faisceau de 700 µm et durée de tir de 1 s.

La figure 4.6 présente les résultats des tests : dans le cas du cratère seul (tracé noir) le seuil d'endommagement laser est de 12 J/cm². Les résultats des tests de résistance laser sur sites présentent la même tendance que ceux obtenus sur la silice vierge (figure 4.4) :

le cratère ayant été recuit dans le four (tracé vert) possède une moins bonne résistance au flux (cela est attribué à la contamination de la surface). De plus, le recuit suivi de l'acidage léger de la surface (tracé rouge) permet une nette amélioration de la tenue au flux. Les cratères ayant été acidés sans recuit (tracé bleu) voit leur résistance laser également améliorée.

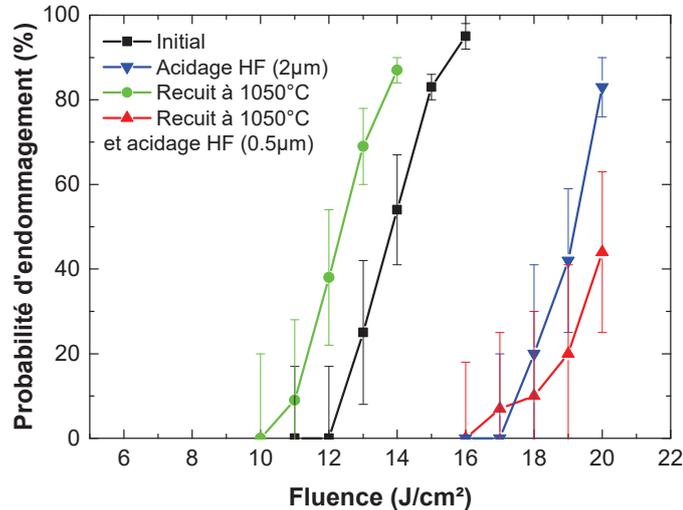


FIGURE 4.6 – Probabilités d'endommagement (procédure 1on1, 355 nm, 2,5 ns) en fonction de la fluence appliquée sur des cratères CO₂ (5 W pendant 1 s avec une taille de faisceau de 700 µm) avant recuit (tracé noir), après un acidage de 2 µm (tracé bleu), après le recuit à 1050 °C (tracé vert) et après le recuit suivi de l'acidage de 500 nm (tracé rouge).

Dans un second temps, nous avons testé la résistance laser de trois types de cratères avant et après recuit isotherme. La figure 4.7 montre que, avant recuit, les probabilités d'endommagement des trois types de cratères testés sont différentes : plus la puissance laser est élevée et plus le seuil d'endommagement est bas. Ces résultats sont cohérents avec ceux présentés par Palmier *et al.* [72]. Après recuit, nous remarquons que les seuils d'endommagement des différents cratères sont quasiment identiques. De plus, les valeurs obtenues sont très proches de celles de la surface vierge, n'ayant pas subi de procédé laser. Ces résultats confirment le potentiel du recuit isotherme pour l'amélioration de la résistance laser d'un site stabilisé.

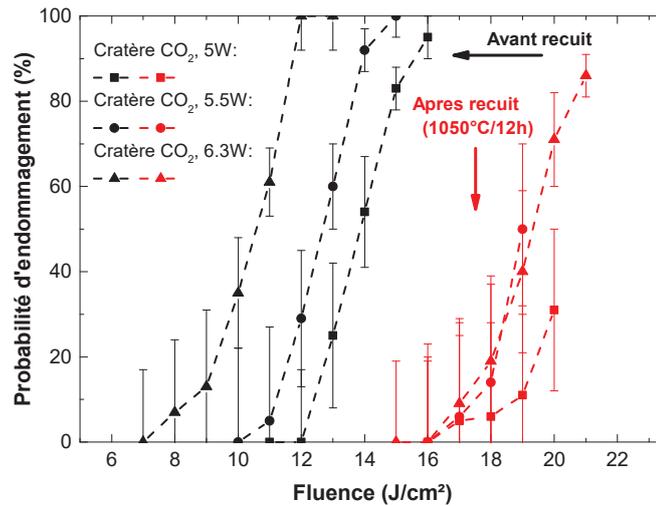


FIGURE 4.7 – Probabilités d’endommagement (procédure 1on1, 355 nm, 2,5 ns) en fonction de la fluence appliquée sur trois cratères CO₂ obtenus avec différentes conditions d’irradiations : 5 W, 5,5 W et 6,3 W pendant 1 s avec une taille de faisceau de 700 μm avant recuit (tracés noirs) et après le recuit suivi de l’acidage de 500 nm (tracés rouges).

Une étude complémentaire a été menée sur la position des dommages amorcés lors des tests d’endommagement des cratères présentés ci-dessus. Lors des expériences sur les sites CO₂ n’ayant pas été recuits nous observons que les dommages sont systématiquement amorcés dans une zone autour du cratère, bien que les observations de la surface de la silice après la stabilisation montrent qu’il n’y a pas pas de défauts ou de silice redéposée [76, 79]. Dans la partie centrale du cratère, où la température dépasse le point d’évaporation de la silice, les défauts pouvant potentiellement initier les dommages sont passivés par les hautes températures atteintes, amenant une amélioration de la tenue au flux [121]. Loin de la zone affectée thermiquement par le tir laser, la résistance laser dépend uniquement de la qualité du substrat (nettoyage et polissage). Entre ces deux domaines il existe une zone intermédiaire avec une résistance laser réduite. Cette zone peut être corrélée à l’emplacement du maximum de la zone de contraintes résiduelles [79]. Cette diminution de la résistance laser peut être expliquée par l’existence du fort gradient de température fictive, et donc des propriétés structurales de la silice, et par la présence des contraintes résiduelles mais également à la possibilité de rencontrer des micro-fractures ou des zones contaminées par des redépôts sur la surface.

Lors de nos tests de résistance au flux laser, nous avons étudié la position des dommages amorcés, avant et après le recuit dans le four. Dans le cas des cratères dont les résultats sont présentés sur la figure 4.6, nous observons avant le recuit du substrat que l’amorçage du dommage (figure 4.8 (a)) a lieu où les contraintes sont maximales, localisé par le cercle en pointillé blanc. Dans ce cas, le dommage est apparu pour une fluence appliquée de 14 J/cm². Si l’on applique le recuit global sur le même type de cratère, les dommages s’amorcent, comme attendu, à une fluence plus élevée (17 J/cm²). Concernant leur position, l’amorçage a lieu soit dans la même zone précédente (figure 4.8 (c)), bien qu’il n’y ait plus de contraintes résiduelles observables au polariscope, soit dans une zone périphérique plus lointaine (figure 4.8 (b)), possédant un diamètre plus large que la zone

initiale. Une hypothèse pour expliquer la présence de cette autre zone est que le recuit n'est pas assez suffisant (température maximale et/ou durée) pour stabiliser tous les dommages précurseurs de la précédente zone de contraintes. Cependant, la tenue au flux reste acceptable et il n'est pas possible d'augmenter la température du recuit sans effets néfastes sur l'échantillon (par exemple des déformations). En ce qui concerne la durée du recuit, il est difficile de l'augmenter en restant dans des durées raisonnables (1 journée pour le cycle complet).

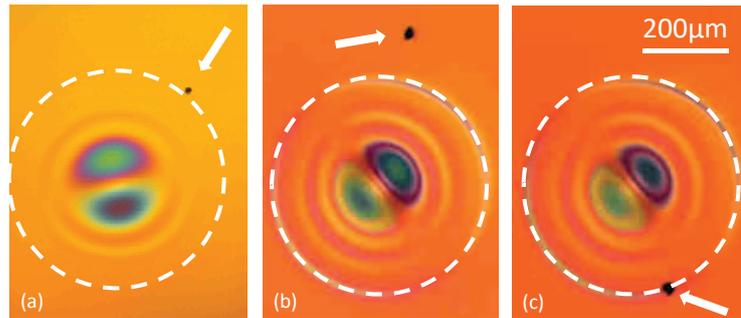


FIGURE 4.8 – Observations au microscope de cratères après les essais d'endommagement (procédure 1on1, 355 nm, 2.5 ns) dans différents cas : (a) avant le recuit, (b) et (c) après un recuit de 1050 °C pendant 20 heures. Les tests ont été effectués à une fluence 14 J/cm² pour (a) et à 17 J/cm² pour (b) et (c). Les cratères CO₂ ont été obtenus avec une puissance de 5 W, durant 1 s et un diamètre de faisceau de 700 μm.

Comparaison au recuit local par laser CO₂

Nous avons comparé les deux types de recuit sur les résultats de résistance à l'endommagement laser. Les paramètres du recuit local par irradiation CO₂ sont les suivants : le diamètre du faisceau a été élargi à 2 mm et la puissance fixée à 18 W pendant 1 s. Nous avons choisi ces paramètres de façon à avoir le faisceau laser le plus large possible en considérant la puissance maximale du laser de 20 W sans avoir d'évaporation de silice. Quant au recuit global, le protocole défini précédemment est appliqué (1050° C pendant 12 heures, suivi d'un acidage léger). Les expériences de résistance à l'endommagement sont les mêmes pour les deux types de recuit (procédure 1on1, 355 nm, 2.5 ns). Les résultats sont présentés sur la figure 4.9.

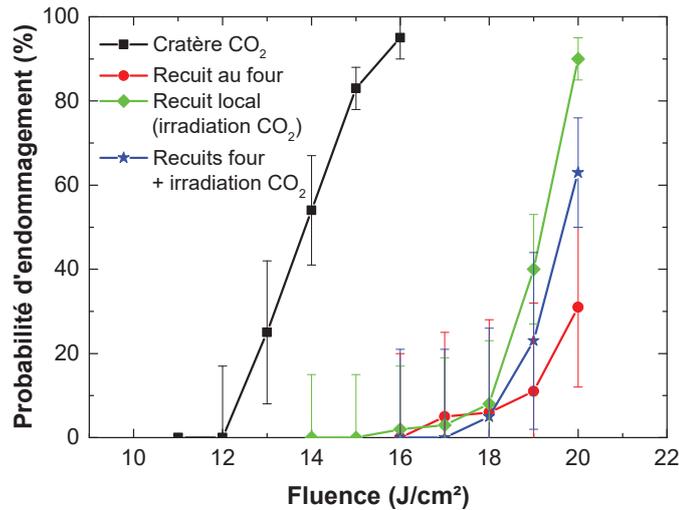


FIGURE 4.9 – Probabilités d’endommagement (procédure 1on1, 355 nm, 2.5 ns) en fonction de la fluence appliquée sur des cratères CO₂ (5 W pendant 1 s avec une taille de faisceau de 700 μm) avant recuit (tracé noir), après le recuit suivi de l’acidage de 500 nm (tracé rouge), après le recuit local (tracé vert) et après les deux types de recuit (tracé bleu).

Cette comparaison directe entre les deux types de recuit montre que les probabilités d’endommagement sont comparables bien que les conditions expérimentales soient complètement différentes : le recuit local par laser CO₂ (tracé vert) amène la silice à des hautes températures (typiquement entre 1300 °C et 1500 °C) pendant une courte durée (1 s) alors que le recuit global par le four (tracé rouge) est plus long (12 heures) et amène la silice à une température inférieure (environ 1000 °C). La probabilité d’endommagement initiale des sites stabilisés de 12 J/cm² (tracé noir) est améliorée après application des deux types de recuit jusqu’à des valeurs comparables à la surface initiale, sans cratère. Notons que la combinaison des deux types de recuit (tracé bleu) n’améliore pas les résultats.

Ce type de recuit par four présente, en terme de résistance à l’endommagement laser, des résultats similaires à ceux obtenus par le recuit local avec un second tir laser. Cependant, les conditions expérimentales sont totalement différentes. D’une part, le recuit local par laser est flexible et peut être appliqué quelques secondes après le tir de stabilisation. D’autre part, le recuit global par le four permet de traiter plusieurs sites à la fois sur un même échantillon mais demande de nombreuses précautions pour éviter la pollution de la surface du composant. En effet, l’application d’un tel procédé sur un composants du LMJ impliquerait d’ajouter une étape de polissage supplémentaire, dont le coût est important, afin de compenser les déformations potentielles causées par le recuit par le four.

4.2.3 Stabilisation de rayures sur la surface des composants de silice

Dans cette partie, nous présentons les travaux effectués sur la stabilisation de rayures de quelques millimètres de long à la surface des composants de silice. En effet, l’utilisation des lasers de puissance, type LMJ, entraîne des coûts d’exploitation très élevés qui sont

notamment liés à la durée de vie de leurs composants optiques. Cette durée de vie dépend de nombreux facteurs [46, 139]. L'un d'eux est la qualité optique et notamment les défauts de surface après le polissage. La fabrication de ces composants optiques comprend un double défi. D'une part la modification du front d'onde doit être minimale car elle a un impact direct sur l'alignement du faisceau, sur la tâche focale et sur les pertes d'énergie [140]. D'autre part, les défauts de surface doivent être minimisés. La façon la plus sûre de limiter ces défauts est de réduire le temps de polissage et la manipulation des optiques. Or, pour obtenir la meilleure planéité de surface le polissage doit être long avec de nombreux contrôles. Après l'étape de polissage, les principaux défauts de surface sont les rayures et les piqûres. Dans nos études, nous nous intéressons essentiellement aux rayures (figure 4.10) car ce sont les défauts les plus visibles et les plus fréquents sur les composants en silice du LMJ.

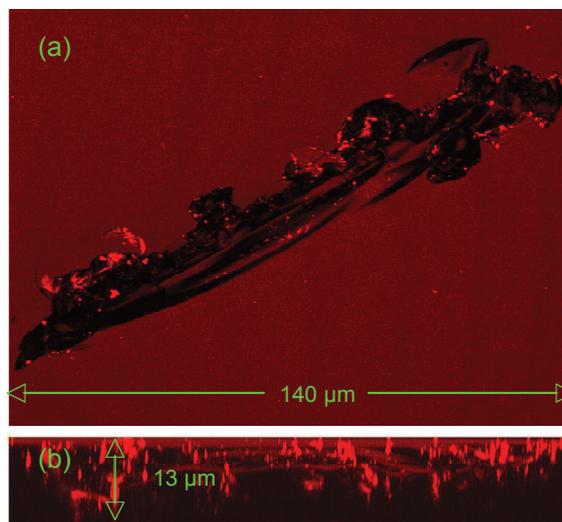


FIGURE 4.10 – Caractérisation par microscopie confocale d'une rayure typique créée lors du polissage d'une optique de silice. (a) est une vue du dessus et (b) de côté le long de la rayure.

Procédure expérimentale

Dans ce contexte, nous avons étudié l'application du procédé CO_2 pour traiter ces rayures de polissage afin de faire disparaître les fractures sous-surfaciques, néfastes pour la résistance à l'endommagement laser [88]. Pour cela, nous disposons d'un échantillon "démonstrateur" de silice de type III, de $200 \times 200 \text{ mm}^2$ d'épaisseur 15 mm (la moitié des dimensions d'un composant du LMJ). On observe en sa surface une rayure longue de 10 cm et large de $50 \text{ }\mu\text{m}$ (figure 4.11 (a)). Pour nos études, la rayure est divisée en trois parties sur lesquelles nous appliquons différentes procédures :

- Zone 1 (en vert) : cette zone ne subit aucune modification et sert de référence
- Zone 2 (en bleu) : il a été montré lors de précédentes études [87] qu'une irradiation par laser CO_2 avec un jeu de paramètres adaptés permet de reboucher les fractures de la rayure avec une puissance laser de 10 W, une taille de faisceau de $1400 \text{ }\mu\text{m}$,

une durée de tir de 1 s et un déplacement le long le rayure par pas de 200 μm . On applique, dans cette zone, le tir de stabilisation.

- Zone 3 (en rouge) : nous appliquons dans cette zone le tir de stabilisation et un second passage, dit de "recuit" (présenté dans la partie 4.2.1 de ce chapitre), avec une taille de faisceau et une puissance plus élevées pour à la fois augmenter la tenue au flux de la rayure mais également reboucher efficacement la rayure.

Après les procédures laser, une image effectuée dans les mêmes conditions d'observation (figure 4.11 (b)) montre que la rayure a disparu partiellement dans la zone 2 et complètement dans la zone 2 et 3.

La dernière étape de la procédure expérimentale (figure 4.11 (c)) consiste en un polissage à l'abrasif fin, dit superpolissage, pour diminuer la rugosité de la face. L'enlèvement de matière lors de ce superpolissage est uniforme sur la surface et est d'environ 3 μm .

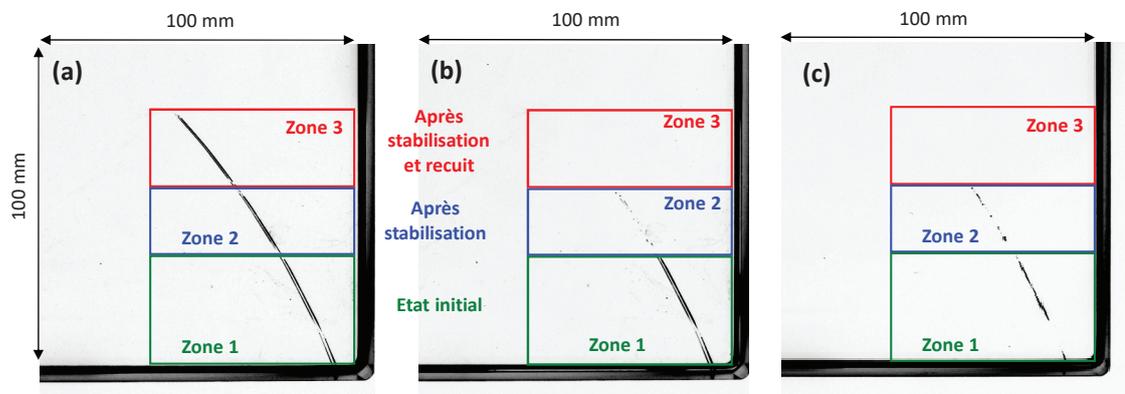


FIGURE 4.11 – Observations du composant de silice après chaque étape : à l'état initial (a), après les irradiations par laser CO_2 (b) et superpolissage (c). Chaque zone correspond aux différents procédés laser appliqués.

Chaque zone a été caractérisée par profilométrie optique (figure 4.12). Après le premier tir de stabilisation (zone 2) et avant le superpolissage ("finishing" sur la figure), on retrouve les zones typiques : au centre une partie creusée par évaporation de la matière et une zone périphérique ayant subi le fluage de la matière. Le cratère fait environ 10 μm de profondeur. Après le second passage (zone 3), la forme globale est conservée mais la profondeur est beaucoup plus faible (environ 1,5 μm), ce qui confirme l'observation précédente (figure 4.11). Ainsi, la combinaison des deux irradiations successives permet de réduire la profondeur de la rayure d'un facteur 5. Cependant, bien que la profondeur de la ligne soit d'environ 1,5 μm , le superpolissage de 3 μm ne permet pas d'obtenir une surface complètement plane : il reste une "tranchée résiduelle" dont la présence est directement liée au procédé laser.

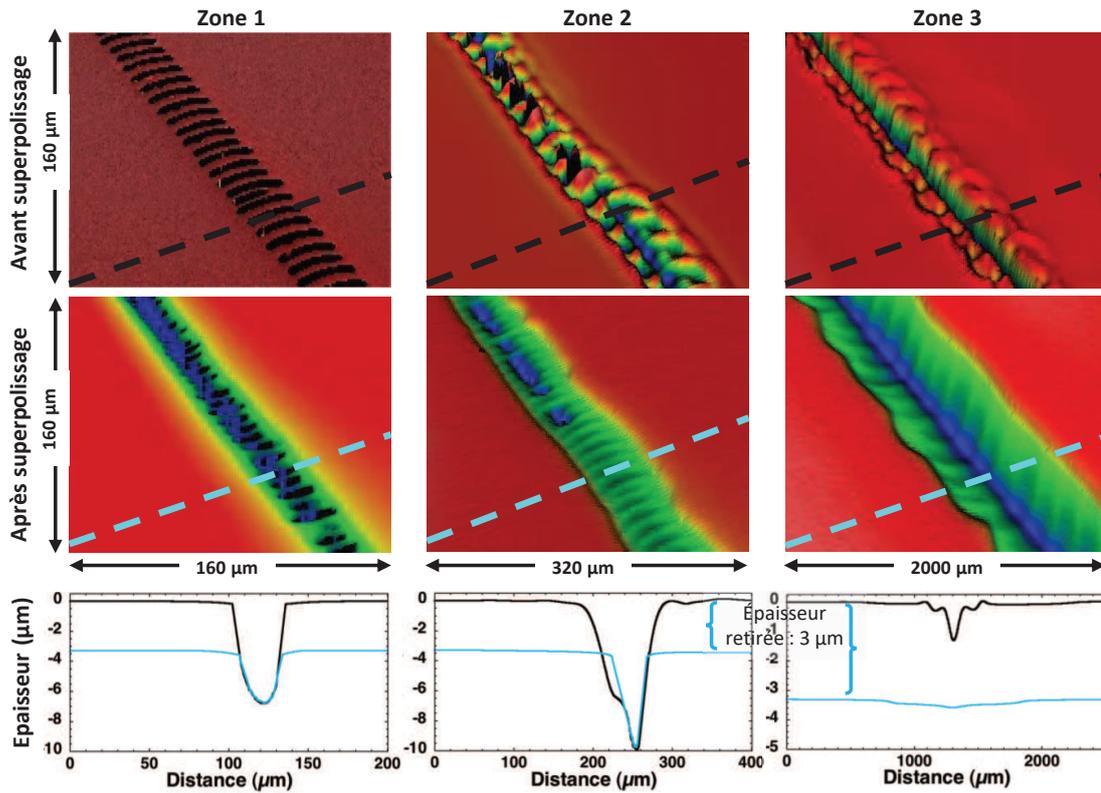


FIGURE 4.12 – Caractérisations obtenues au profilomètre optique après les différentes étapes appliquées à la rayure : les deux premières lignes correspondent aux surfaces avant et après le superpolissage. Chaque colonne est une partie de chaque zone dont nous avons extrait les profils avant (en noir) et après (en bleu) le superpolissage de 3 μm . Les profils sont tracés sur la troisième ligne.

L'existence de cette tranchée résiduelle peut s'expliquer par une zone affectée thermiquement par le laser, présentant des propriétés différentes. Nous avons confirmé cette hypothèse en calculant la température fictive pour le tir de stabilisation (paramètres d'irradiation : 10 W, faisceau de 1400 μm pendant 1 s). En effet, la distribution de température fictive dans le matériau (figure 4.13) montre que la zone thermiquement affectée par le procédé laser a un rayon de 230 μm et une profondeur de 160 μm , ce qui est bien supérieur à l'épaisseur de silice retirée par superpolissage. Ainsi, la vitesse d'enlèvement par polissage étant dépendante de la densité, l'épaisseur de silice retirée dans la zone affectée est supérieure à celle n'ayant pas été irradiée.

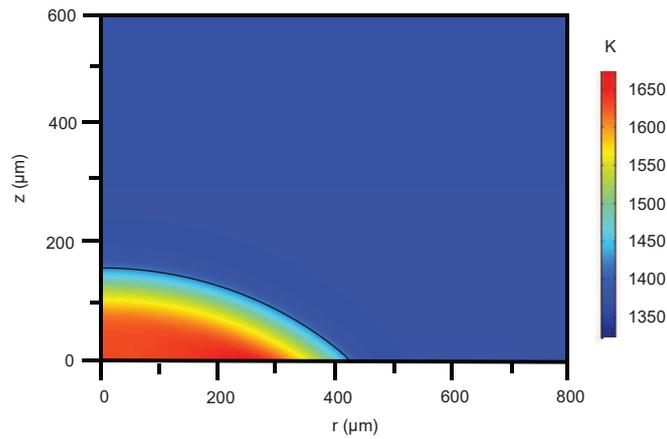


FIGURE 4.13 – Distribution de température fictive dans la silice après un tir laser avec une puissance de 10 W, une taille de faisceau de 1400 μm , une durée de 1 s et un refroidissement de 10 s. Le tracé en noir représente la frontière de la zone affectée thermiquement par le procédé laser.

Résistance à l'endommagement laser

Dans un second temps, nous avons étudié la résistance laser de ces rayures stabilisées. Les résultats avant et après réparation de la rayure sont présentés sur la figure 4.14.

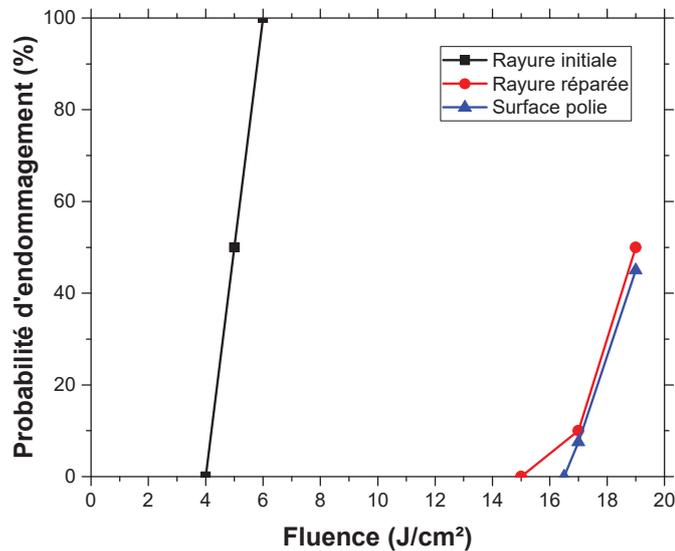


FIGURE 4.14 – Probabilités d'endommagement (procédure 1on1, 355 nm, 2.5 ns) en fonction de la fluence appliquée sur la silice polie (tracé bleu) et sur la rayure avant (tracé noir) et après la stabilisation (tracé rouge).

Sur la zone 1, 50 % des sites irradiés ont été endommagés à 5 J/cm^2 et 100 % de probabilité d'endommagement a été obtenu à une fluence de 6 J/cm^2 . La zone 3 ainsi qu'une zone polie, sans rayure ont également été testées afin d'évaluer le procédé de

stabilisation : les probabilités d'endommagement des deux zones sont quasiment équivalentes ce qui valide le procédé de stabilisation de rayure. Ces dernières possèdent un seuil d'endommagement laser supérieur à 14 J/cm^2 (fluence maximale spécifiée pour le LMJ).

Étude des déformations du front d'onde

Chaque défaut sur un composant optique a un impact sur le faisceau laser le traversant. En effet, le défaut va modifier le front d'onde du faisceau LMJ générant des surintensités [140]. Ces dernières sont néfastes, essentiellement pour les optiques finales du LMJ telles que le réseau de focalisation 3ω et le hublot en silice de la chambre d'expérience. Ainsi, une étude numérique visant à évaluer les déformations d'un front d'onde traversant une optique avec une rayure qui a été stabilisée a été menée. Ces simulations numériques ont été menées par A. Bourgeade du CEA, et nous reprenons ici les éléments et conclusions essentielles.

A partir de la précédente rayure expérimentale, le profil transversal de la rayure (obtenu par profilométrie optique), qui est suffisamment longue pour être supposée infinie, a été introduit dans un code résolvant l'équation de propagation plan transverse 1D [85] :

$$\frac{\partial A}{\partial z} + \frac{1}{2ik_0} \frac{\partial^2 A}{\partial x^2} = 0 \quad (4.1)$$

avec A l'enveloppe du faisceau laser, k_0 le nombre d'onde à la fréquence d'onde utilisée, z l'abscisse de l'axe de propagation et x la coordonnée dans la direction transverse. Ce calcul permet d'obtenir l'évolution du maximum du ratio entre l'intensité du faisceau laser à une distance z et l'intensité initiale à $z = 0$ (noté C_{max}) et que l'on peut qualifier de "sursintensité". Cette simulation a été réalisée pour deux profils différents de la zone 3 (figure 4.12) après le procédé laser (stabilisation + recuit) avant et après l'étape de superpolissage. De plus, nous considérons que ces défauts se trouvent sur la face arrière d'un réseau focalisant 3ω du LMJ. La figure 4.15 donne l'évolution de C_{max} en fonction de la distance de propagation de l'onde. Le composant optique situé après le centre du réseau focalisant 3ω du LMJ est le hublot de la chambre d'expérience (à 65 cm).

Avant superpolissage de la surface, le profil obtenu est ondulé et produit rapidement des surintensités du faisceau laser initial avec $C_{max} = 5,7$ à une distance z inférieure à 1 mm. Pendant la propagation du faisceau, ces oscillations diminuent mais restent à une valeur de C_{max} autour de 2,5 sur le hublot. Dans le cas de la surface acidée, le profil plus lisse génère une surintensité de 1,6 à 0,65 mm du réseau, ce qui correspond à une amélioration d'un facteur 2,5 par rapport à avant le superpolissage. Ce facteur de surintensité est acceptable dans les conditions d'utilisation du LMJ. Cette dernière étude valide notre procédé par laser CO_2 , combiné au superpolissage, sur un défaut de type rayure sur les optiques en silice.

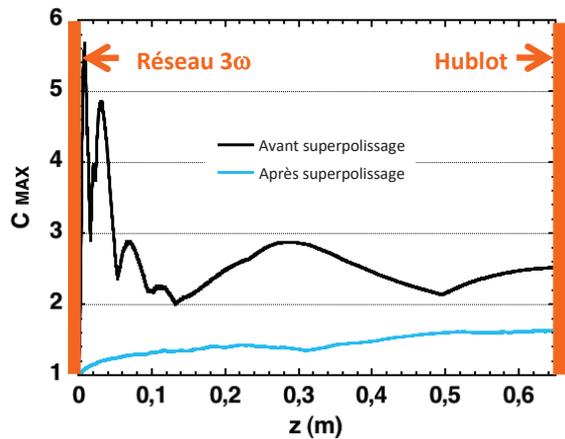


FIGURE 4.15 – Évolution de C_{max} en fonction de la distance de propagation de l'onde en considérant que $z = 0$ est la position du centre réseau de focalisation 3ω et que l'on trouve à $z = 0.65$ m le hublot de la chambre d'expérience. Le tracé noir correspond à la simulation dans le cas du profil noir de la figure 4.12, c'est-à-dire après procédé laser, et le tracé bleu après l'étape de superpolissage.

4.3 Le micro-usinage laser pour des dommages de dimensions millimétriques

La partie précédente de ce chapitre montre la capacité du procédé localisé par laser CO_2 à arrêter la croissance des dommages induit par irradiations nano-seconde UV à la surface d'un composant optique de silice. Cependant, de nombreux phénomènes indésirables, que nous avons observés et étudiés précédemment, réduisent son efficacité : les débris créés peuvent être redéposés à la surface du composant et ainsi diminuer la résistance à l'endommagement laser, les contraintes résiduelles thermo-mécaniques peuvent réduire la résistance mécanique. De plus, les modifications du profil de la surface (dues au fluage de la matière, à la densification et à l'évaporation) peuvent induire des modifications du front d'onde d'un faisceau traversant l'optique stabilisée et générer des surintensifications sur les optiques en aval de la chaîne laser. Pour réduire ces effets, différentes approches ont été proposées, dont certaines ont été présentées ou étudiées durant ces travaux de thèse : les recuits (local et global), l'irradiation avec assistance au gaz permettant de diminuer le rebond en périphérie de la zone de silice évaporée [122] ou encore l'utilisation d'un procédé combinant tir laser CO_2 et traitement de surface par acide fluorhydrique [88, 141]. En 2010, Yang *et al.* [142] ont montré que l'irradiation à $4,6 \mu\text{m}$ par laser CO_2 permet également la stabilisation d'un dommage laser, longueur d'onde à laquelle la pénétration du rayonnement laser dans la silice est plus profonde. Mais au début de ma thèse, le laser CO_2 à $4,6 \mu\text{m}$ n'était pas encore industriel, contrairement à celui à $10,6 \mu\text{m}$ largement répandu dans l'industrie.

Nous avons évoqué dans la partie 1.4.5 du chapitre 1, le procédé de stabilisation développé par une équipe du Lawrence Livermore National Laboratory (LLNL) et utilisé pour recycler les optiques en silice du NIF [75]. Cette technique permet à la fois de palier en partie aux problèmes évoqués ci-dessus et de stabiliser de larges dommages

(de dimensions quasi-millimétriques). Elle est basée sur une micro-ablation rapide de la silice mettant en œuvre des tirs laser CO_2 impulsionsnels avec de fortes puissances. L'objectif de ce procédé est de former un cratère en déplaçant rapidement le faisceau laser grâce à des miroirs galvanométriques. Typiquement, le laser a une puissance moyenne de 100 W et les impulsions ont une durée de l'ordre de la centaine de microsecondes. Un délai suffisant entre les impulsions est imposé afin qu'il soit possible à la fois d'atteindre des températures très élevées pour évaporer la silice mais également que le matériau refroidisse entre deux tirs. Ces conditions permettent de limiter le fluage de la matière et ainsi minimiser le rebond en périphérie de cratère, la zone affectée thermiquement et les contraintes résiduelles. De plus, le fort taux d'évaporation éjecte le matériau à très grande vitesse ce qui réduit le re-dépôt et la contamination de la silice environnante.

A partir de ces travaux, nous avons développé une technique similaire et adaptée aux optiques du LMJ. Comme évoqué précédemment dans ce chapitre, le procédé de stabilisation étudié et maîtrisé par l'Institut Fresnel et le CEA-CESTA permet d'arrêter la croissance des dommages d'une profondeur maximale de 50 μm . Le traitement de micro-ablation rapide, étudié et développé au cours de ces travaux de thèse, a pour but de stabiliser des sites endommagés de diamètre compris entre 100 et 700 μm et profonds de 250 μm (fractures sous-surfaciques incluses). Pour cela, on réalise un cratère de forme conique d'un diamètre de 2 ou 3 mm pour une profondeur de 250 à 400 μm . Ce paragraphe décrit la démarche expérimentale, combinée à des simulations numériques, qui nous a conduit à un procédé de stabilisation répondant aux besoins du recyclage des optiques en silice du LMJ.

4.3.1 Études préliminaires - Simulations

Les premiers travaux menés dans le cadre du développement du procédé de micro-usinage de la silice ont été des études préliminaires au micro-usinage d'un cône. Précisons que toutes les expériences présentées par la suite ont été effectuées par la voie "galvanométrique" du banc d'expérimentation.

Tirs uniques

La première étape du développement du procédé de micro-usinage a été de déterminer les conditions d'irradiations (durée de tir et puissance laser) propices à l'ablation de la silice. Pour cela, nous avons mené une étude paramétrique faisant varier la puissance laser déposée, de 56.5 à 82.5 W, et le temps d'irradiation, de 100 à 1000 μs . Rappelons que la taille du faisceau est de 400 μm ($\pm 20 \mu\text{m}$) à $1/e^2$. Chaque cratère a été caractérisé au microscope optique. La figure 4.16 présente la profondeur des sites en fonction de la durée du tir, pour différentes puissances laser. On note que, dans nos conditions expérimentales, 100 μs semble être la durée de tir la plus courte à laquelle on ablate la silice avec la puissance maximale disponible et une taille de faisceau de 400 μm .

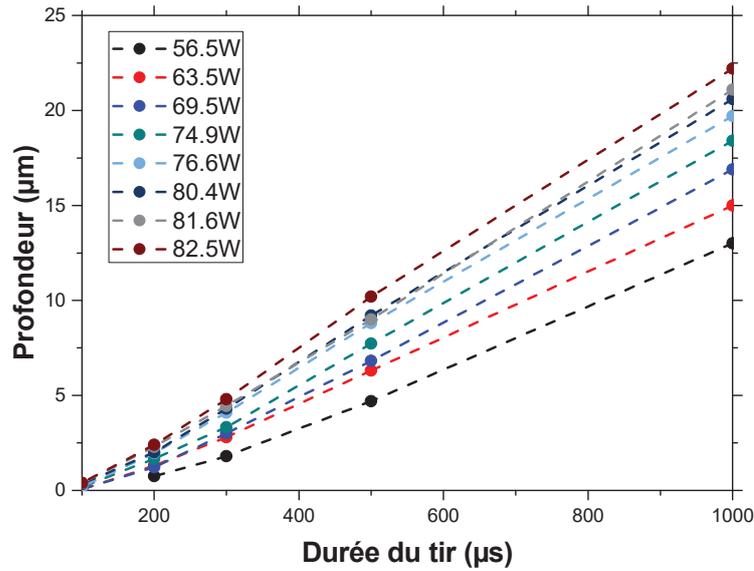


FIGURE 4.16 – Profondeur des cratères en fonction de la durée du tir pour différentes puissances appliquées.

La figure 4.17 (a) présente les profils des sites obtenus à 82.5 W pour différentes durées de tirs. Le zoom d'une partie de cette figure (4.17 (b)) montre les rebonds en périphérie du cratère. Ces résultats montrent l'intérêt de travailler à forte puissance laser et à des durées de tir les plus courtes possibles afin de réduire les rebonds en périphérie des sites.

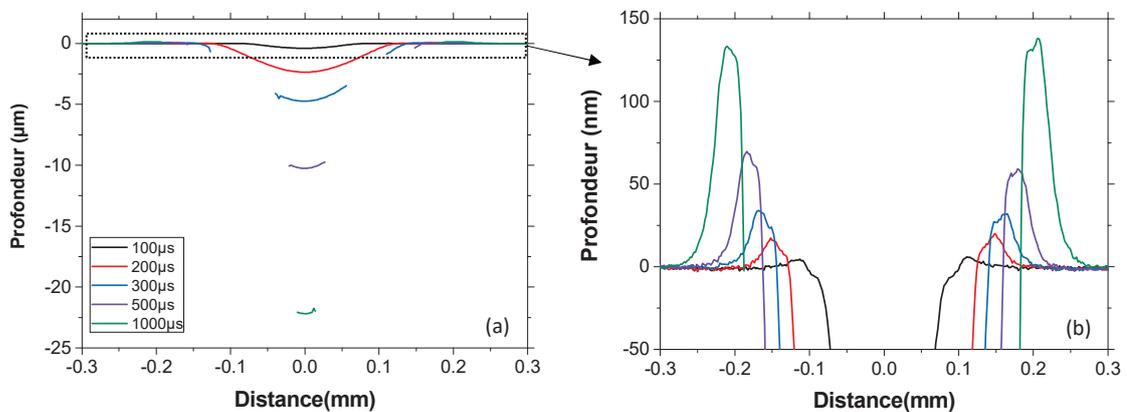


FIGURE 4.17 – Profils de cratères obtenus avec une puissance de 82.5 W pour différentes durées d'irradiation : 100 μs (tracé noir), 200 μs (tracé rouge), 300 μs (tracé bleu), 500 μs (tracé violet) et 1000 μs (tracé vert). Les discontinuités pour certaines mesures sont dues aux pentes trop importantes.

Simulations

Pour aller plus loin dans ces études, nous avons effectué des simulations numériques. D'une part, le calcul de la température fictive dans le cas d'une irradiation laser de 100 μs ,

à 80 W avec une taille de faisceau de $400 \mu\text{m}$ ($\pm 20 \mu\text{m}$) (conditions expérimentales similaires à celles utilisées ci-dessus) montre (figure 4.18 (a)) une zone affectée thermiquement par le tir laser réduite.

D'autre part, la température centrale maximale atteinte au centre est de 4500 K. Dans ce cas, la largeur théorique de la zone affectée thermiquement est de $125 \mu\text{m}$ pour une profondeur de $15 \mu\text{m}$ (a). En conservant la taille du faisceau ($400 \mu\text{m}$) et en considérant des paramètres d'entrée avec un temps de tir plus long (puissance laser de 6 W et durée de tir de 1 s) permettant d'atteindre une température centrale maximale de 4500 K, on remarque que l'on obtient cette fois une zone affectée large de $275 \mu\text{m}$ profonde de $225 \mu\text{m}$ (b). Le calcul de la distribution de biréfringence dans le matériau après chaque type de procédé suit la même tendance : la biréfringence induite dans le matériau après un procédé tir court - puissance forte est deux fois moins importante (c et d).

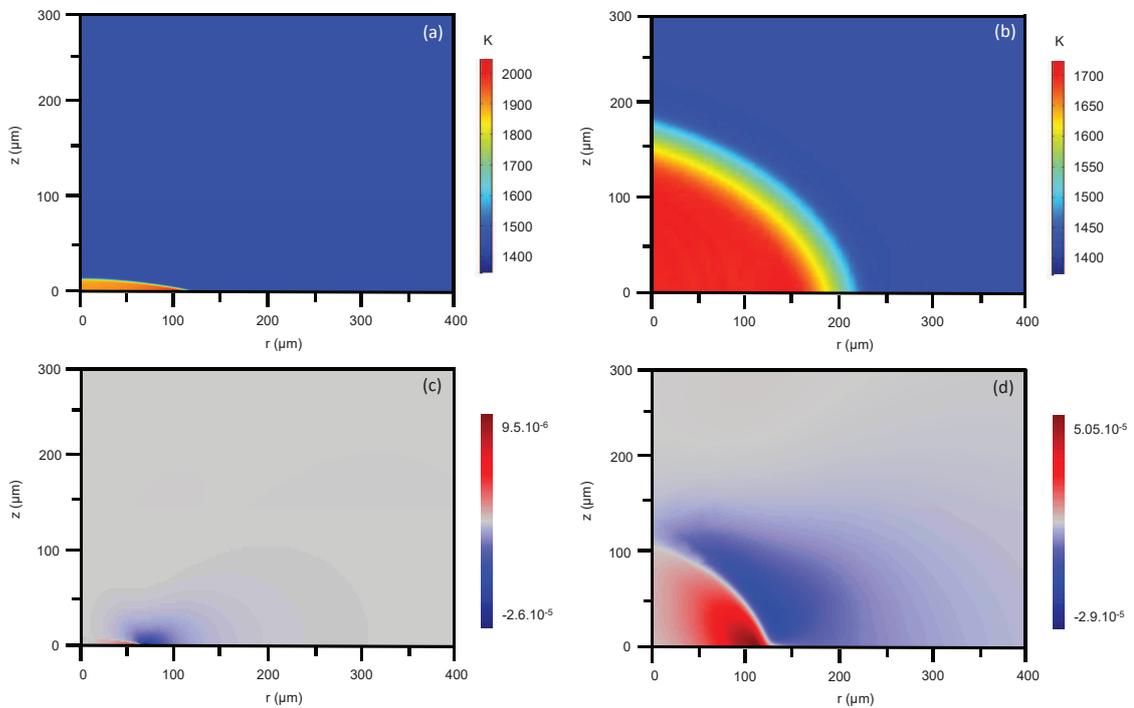


FIGURE 4.18 – (a) et (b) Distributions de la température fictive et (c) et (d) de biréfringence. Deux paramètres d'irradiations sont utilisés pour atteindre la même température maximale au centre : (a) et (c) : Puissance = 80 W, durée de tir = $100 \mu\text{s}$ et taille de faisceau = $400 \mu\text{m}$, (b) et (d) : Puissance = 6 W, durée de tir = 1 s et taille de faisceau = $400 \mu\text{m}$.

Ces simulations confirment l'intérêt d'utiliser des irradiations laser de courtes durées à forte puissance pour minimiser la zone affectée thermiquement par le tir et la biréfringence résiduelle dans la silice après refroidissement.

Tirs avec déplacement du faisceau laser

Dans un second temps, nous avons effectué des essais avec un faisceau laser en mouvement avec pour objectif la formation d'une structure simple (une ligne) dans la silice en mettant en œuvre des impulsions laser de la centaine de microsecondes (utilisées précédemment dans la partie 4.3.1). Au cours de la formation de la structure, il est important d'éviter l'effet cumulatif de chaleur dans la silice comme nous l'avons observé dans la partie 3.5 du chapitre 3 : la profondeur de la ligne obtenue augmentait le long du déplacement du faisceau laser. Pour cela, il est nécessaire d'intégrer un temps de refroidissement entre deux impulsions, pendant le déplacement. Ainsi, au cours du procédé, le modulateur acousto-optique délivre un train d'impulsions (figure 4.19) dont il est possible d'ajuster la durée d'irradiation (notée "PW" pour "pulse width") et la période (notée "PP" pour "pulse period").

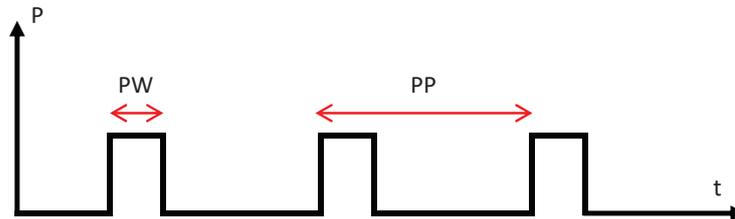


FIGURE 4.19 – Train d'impulsions délivré par l'AOM pendant le déplacement de la source laser

Pour cette étude, nous fixons la puissance laser à $P_{laser} = 82.5 \text{ W}$, la durée d'impulsion $PW = 200 \mu\text{s}$ ainsi que la période $PW = 1000 \mu\text{s}$. Les miroirs galvanométriques permettent d'obtenir à la surface de l'échantillon une trajectoire de type ligne. Nous varions la vitesse de déplacement du spot laser dans le plan de l'échantillon $v = 35, 70, 140$ et 280 mm/s . Chaque structure a été caractérisée par profilométrie optique dont nous avons extrait le profil le long du déplacement.

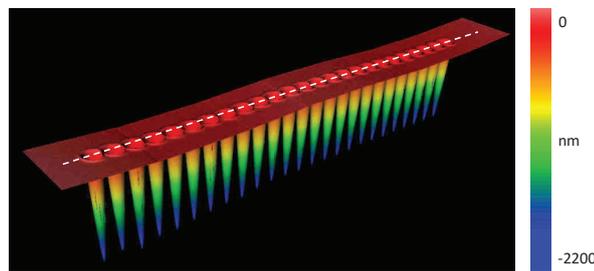


FIGURE 4.20 – Reconstruction 3D de la surface de la silice pour un tir avec les paramètres suivants : $P_{laser} = 82.5 \text{ W}$, $PW = 200 \mu\text{s}$, $PW = 1000 \mu\text{s}$ et $v = 35 \text{ mm/s}$.

La figure 4.21 (a) regroupe les résultats. Logiquement, on remarque que la profondeur augmente en diminuant la vitesse. De plus, la hauteur du rebond en bord de ligne (4.21 (b)) est également dépendante de la vitesse de déplacement (en plus de la durée d'irradiation).

Dans le cas où l'on se déplace assez rapidement pour n'obtenir que des cratères uniques (tracé vert), la hauteur de la bosse ainsi que la profondeur du cratère sont semblables à celles obtenues précédemment et présentées sur la figure 4.17 (tracé rouge).

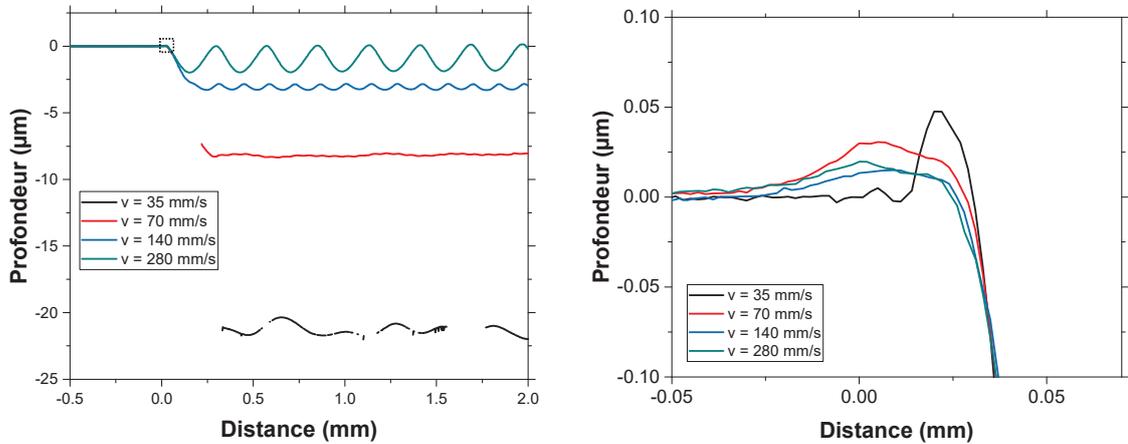


FIGURE 4.21 – Profils des lignes le long du déplacement de la source obtenus avec les paramètres suivants : $P_{laser} = 82.5$ W, $PW = 200$ μs et $PW = 1000$ μs pour différentes vitesses de déplacement dans le plan de l'échantillon : 35 mm/s (tracé noir), 70 mm/s (tracé rouge), 140 mm/s (tracé bleu) et 280 mm/s (tracé vert). Les discontinuités pour certaines mesures sont dues aux pentes trop importantes.

Bien que le profil pour le cas du déplacement à 35 mm/s (tracé noir) fluctue légèrement (probablement à cause d'une faible variation de la puissance laser), il ne semble pas y avoir pas d'effet cumulatif de chaleur le long du déplacement de la source laser : le temps de refroidissement (PP) entre les deux impulsions semble être adapté dans ce cas. Ces expériences avec un faisceau laser en mouvement, appliquées pour une structure simple, montrent qu'il est nécessaire de trouver le jeu de paramètres adaptés (durée d'impulsion PW, période PP, vitesse de déplacement) répondant au compromis entre la quantité de silice suffisante à ablater pour obtenir la forme souhaitée tout en limitant le rebond résiduel périphérique (dépendant de la durée de l'impulsion, de la période entre deux impulsions et de la vitesse de déplacement).

4.3.2 Formation de cône par micro-usinage laser

Dans le cas où l'on souhaite obtenir un motif de forme conique, il est nécessaire que le faisceau laser ait une trajectoire spécifique. Celle-ci repose sur une succession de cercles concentriques dont les premières étapes d'un motif type sont présentées sur la figure 4.22. Plusieurs passages, alternant déplacement dans le sens horaire et anti-horaire, sont appliqués :

- *Passage 1 - Sens horaire* : Le diamètre du premier cercle formé correspond au diamètre du cône (noté D) puis les cercles concentriques sont décalés d'un écart 2δ jusqu'à atteindre le centre.
- *Passage 2 - Sens anti-horaire* : Un décalage sur les rayon de δ est appliqué et le diamètre de chaque cercle concentrique augmente de 2δ jusqu'à atteindre un

diamètre de $D - 2\delta$.

- *Passage n - Sens horaire* : Un décalage de δ est de nouveau utilisé et le diamètre des cercles concentriques diminués, comme pour le premier passage. Les séquences s'enchainent jusqu'à ce que le diamètre initial atteigne 0.

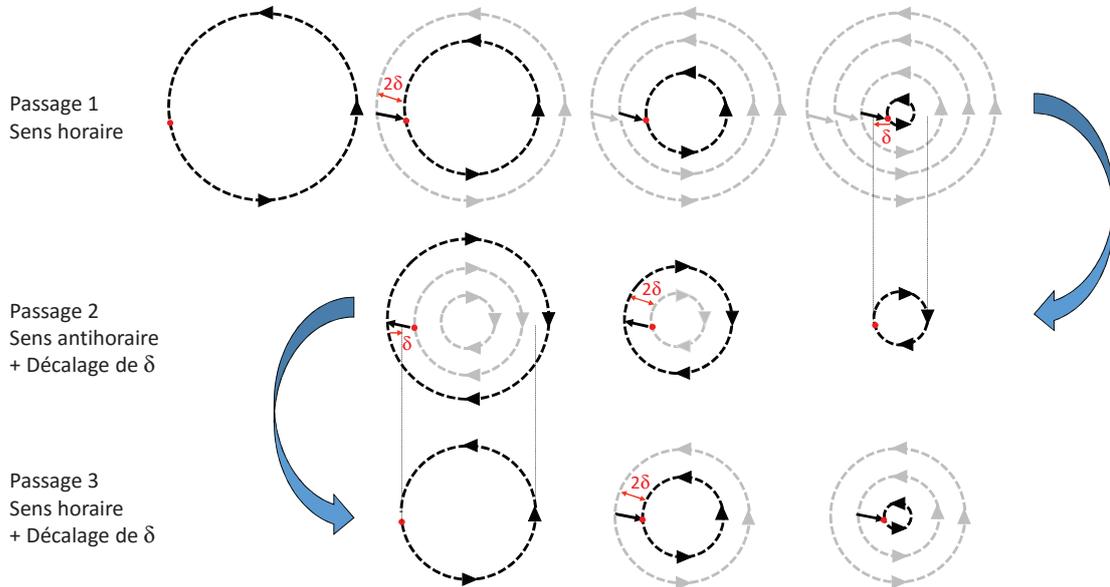


FIGURE 4.22 – Trajectoires appliquées au faisceau laser pour obtenir le cratère de forme conique. Cet exemple présente les premières étapes de la gravure.

Les caractéristiques du cône (diamètre et profondeur) dépendent des paramètres d'irradiations utilisés. Ils sont similaires à ceux des études préliminaires et présentées précédemment, *i.e.* la puissance laser P_{laser} , la durée des impulsions PW , la période entre deux impulsions PP et la vitesse du faisceau dans le plan de l'échantillon v . Un critère important s'ajoute : l'écart entre deux cercles concentriques $\Delta = 2\delta$ (sur la figure 4.22).

Dans la pratique, ces paramètres sont ajustables par l'utilisateur via une interface Labview introduite dans la partie 2.2.4 du chapitre 2 présentant le dispositif expérimental. Le programme Labview, développé au cours de cette thèse, permet de piloter l'ensemble des instruments du banc d'expérimentation : les platines de translation pour se déplacer sur l'échantillon, la tension délivrée au modulateur acousto-optique pour contrôler la puissance déposée sur l'échantillon mais également les paramètres de gravure cités. À partir de ces paramètres, un graphique de la trajectoire du faisceau est donnée. La représentation 3D de la mesure profilométrique d'un cône typique de 2 mm de diamètre et 250 μm de profondeur est donnée sur la figure 4.23.

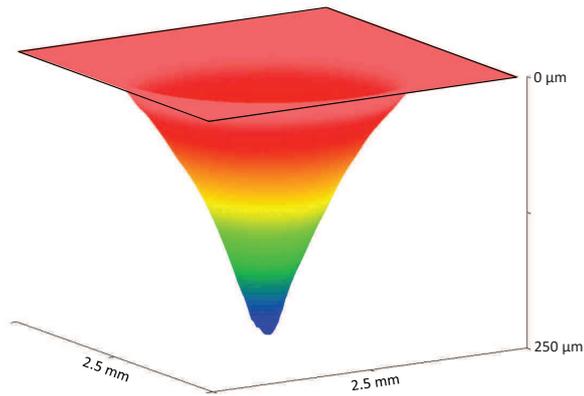


FIGURE 4.23 – Mesure, obtenue par imagerie de phase, d'un cratère typique de 2 mm de rayon et 250 μm de profondeur.

4.3.3 Caractérisation et morphologie des cônes

Dans un premier temps, il est nécessaire de caractériser la morphologie des cratères formés. En effet, les deux critères morphologiques importants du cône sont la profondeur et la hauteur du rebond généré en périphérie (dû au fluage de la matière). Nous avons présenté dans le chapitre 2 les différents moyens de caractérisation disponibles. Pour mesurer le rebond périphérique, la mesure par profilométrie optique est adaptée et précise. Cependant, la pente des cratères (environ 30 degrés) étant trop importante, il n'est pas possible de reconstruire la forme complète du cratère sans utiliser un objectif avec un champ de mesure réduit, ce qui rend le temps de mesure très long. Le profilomètre mécanique (présenté dans la partie 2.3.2 du chapitre 2), avec une dynamique de mesure de 1 mm, permet de reconstruire la forme globale du cône. Sa résolution n'est cependant pas suffisante pour caractériser les rebonds périphériques. L'imagerie de phase quantitative permet d'atteindre les performances recherchées mais est limitée dans la configuration utilisée aux cônes dont la profondeur est inférieure à 300 μm. L'exemple de cratère présenté dans la partie précédente a été caractérisé par cette méthode, dont le profil global est représenté sur la figure 4.24 (a). Ici, la profondeur du cône est de 250 μm avec un rebond en périphérie d'environ 150 nm (figure 4.24 (b))

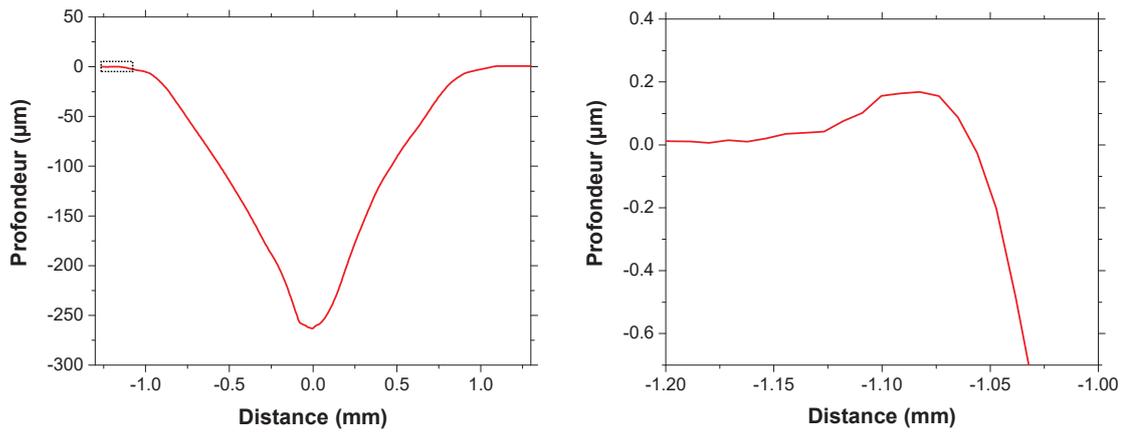


FIGURE 4.24 – (a) Profil extrait de la mesure présentée sur la figure 4.23. (b) zoom de la partie encadrée en pointillés noirs.

Ces moyens de caractérisation permettent d'étudier l'influence des paramètres d'irradiations sur la morphologie des structures coniques. Au cours de ces travaux de thèse, quelques études paramétriques ont été menées pour déterminer les paramètres d'irradiations optimaux à l'obtention de cratères adaptés à nos besoins. L'objectif est de former des cônes de diamètre 2 et 3 mm dont la profondeur est comprise entre 250 et 400 µm en limitant la hauteur des rebonds périphériques. On estime qu'une hauteur inférieure à 150 nm est correcte à partir des résultats sur l'impact de la hauteur du rebond qui seront présentés dans la partie 4.4.1 de ce chapitre.

	v (mm/s)	PW (µs)	Δ (µm)	P_{laser} (W)	Profondeur (µm)	Rebond (nm)
	10 ↓	200	60	53	280	600
2 ↶	20 ↓	200	60	53 ↓	130	300
	20	200 ↓	60	75 ↓	420	180
4 ↶	20 ↓	100 ↓	60 ↓	75	120	80
	5 ↓	100	60 ↓	75	320	280
6 ↶	20	100	30 ↓	75 ↓	260	140
	20	100	30	82 ↓	350	150

■ Correct
 ■ Acceptable
 ■ Incorrect
 ↓ Modification

FIGURE 4.25 – Tableau présentant les étapes d'une étude paramétrique pour trouver les paramètres optimaux d'irradiation. Le cratère initial de la première ligne est appelé "Procédé 0".

Une de ces études permettant l'optimisation des paramètres est résumée et schématisée dans le tableau 4.25. Ici, nous faisons varier la vitesse de déplacement du laser v , la durée d'impulsion PW , l'écart entre deux cercles concentriques Δ , la puissance du laser P_{laser} en ayant fixé le diamètre du cône $D = 2$ mm et la période entre deux impulsions $PP = 2$ ms. On mesure ensuite la profondeur du cône (en µm) et la hauteur du rebond périphérique

(en nm). Notons que ces valeurs expérimentales sont données à plus ou moins 10% (barre d'erreur de mesure, fluctuations pendant le procédé). A partir d'un premier cône (que l'on appelle "Procédé 0") dont la profondeur est correcte mais avec un rebond qui ne l'est pas, nous avons suivi les étapes suivantes :

- *Étape 1* : l'augmentation d'un facteur deux de la vitesse divise par deux le rebond et la profondeur du cône.
- *Étape 2* : l'application d'une puissance supérieure permet d'obtenir une profondeur correcte en diminuant le rebond : à ces puissances on ablate la silice en limitant le fluage de matière.
- *Étape 3* : la durée d'impulsion a été réduite pour diminuer le fluage de matière et le rebond. Cependant dans ce cas, la profondeur est trop faible.
- *Étape 4* : la diminution de la vitesse permet d'augmenter la profondeur du cône. Cependant, les tirs se cumulent sur une même portion de silice, ce qui implique un fluage de la matière important. Une vitesse minimale semble indispensable.
- *Étape 5* : si l'on diminue l'écart entre deux cercles concentriques, on obtient logiquement un cratère dont la profondeur est plus grande en augmentant légèrement la hauteur du rebond.
- *Étape 6* : il est possible d'atteindre une profondeur de cône de 400 μm avec un rebond de 150 nm si l'on utilise la puissance maximale disponible de notre laser.

Le tableau 4.1 présente les procédés optimaux obtenus, ainsi que leurs paramètres, que nous détaillerons dans la partie 4.4.1 de ce chapitre. Notons que la période entre deux impulsions PP vaut 2 ms pour tous ces procédés. En effet, nous avons effectué des simulations montrant que cette période est appropriée pour éviter le cumul de chaleur entre deux impulsions au cours du déplacement. La figure 4.26 présente un exemple de résultat de calcul pour lequel nous avons simulé le déplacement d'un faisceau avec les paramètres d'irradiations suivants : $P_{laser} = 82,5 \text{ W}$, $PW = 100 \mu\text{s}$ et $v = 20 \text{ mm/s}$. Les 40 premières impulsions ont été simulées (figure 4.26 (a)). A la fin de chaque impulsion, la température atteinte est quasiment identique (aux alentours de 5500 K). Les légères différences sont dues aux fluctuations numériques essentiellement dues à la distribution des mailles. De plus, la partie (b) de la figure montre que la température entre deux impulsions est également identique (il en faut environ une dizaine de millisecondes pour que la silice atteigne une température stable)

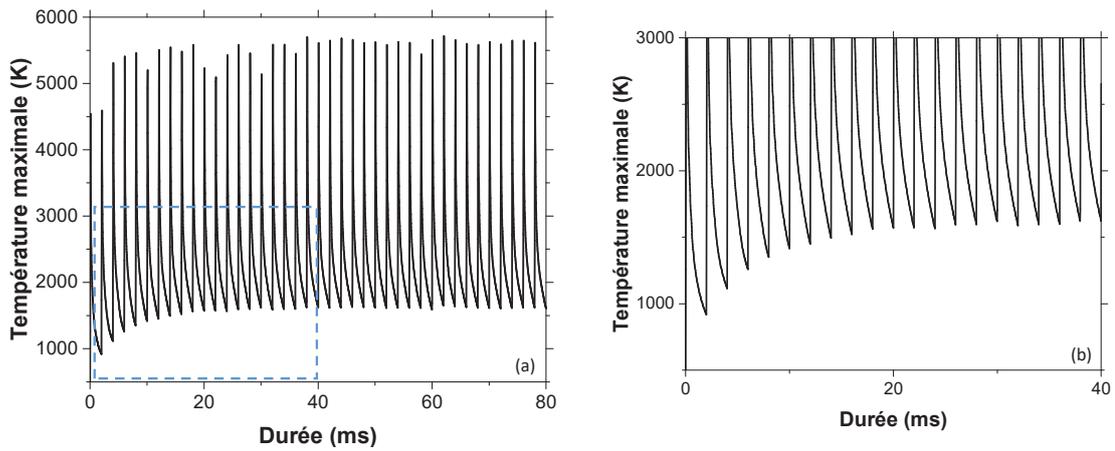


FIGURE 4.26 – (a) Température maximale atteinte sur l'échantillon de silice en fonction du temps au cours du déplacement du faisceau. (b) est un zoom du tracé sur la partie basse des résultats au cours des 20 premières impulsions

TABLE 4.1 – Paramètres d'irradiation pour les différents procédés : le procédé 1 est une combinaison de deux irradiations successives avec un diamètre pour le deuxième cône plus faible ($D = 1,7$ mm) que le premier ($D = 2$ mm).

Procédé	D (mm)	v (mm/s)	PW (μ s)	Δ (μ m)	P_{laser} (W)
0	2	10	200	60	53
1	2	20	100	60	75
	1.7	20	100	40	75
2	2	20	100	30	82
3	3	20	100	40	82
4	3	35	100	29	82

4.4 Validation et optimisation du procédé

Dans un second temps, nous avons travaillé sur les critères de validation du procédé afin de l'optimiser. Ainsi, nous avons mené des études expérimentales et numériques sur les déformations du front d'onde d'un faisceau traversant le cône usiné. De plus, des travaux sur la résistance au flux laser des sites stabilisés en suivant différents protocoles ont été réalisés. A partir de ces résultats, nous présentons les étapes de l'optimisation du procédé jusqu'à son application sur des sites endommagés.

4.4.1 Étude des déformations du front d'onde

Comme évoqué dans la partie sur la stabilisation de rayures (section 4.2.3), il est important de maîtriser les déformations que le front d'onde va subir au passage du cratère conique afin d'éviter les surintensifications pouvant endommager les composants en aval.

Expériences

Les études de propagation ont été menées sur le banc EPSILON du CEA-CESTA décrit dans la partie 2.5 du chapitre 2. Ce montage expérimental permet d'observer et de quantifier les modifications de lumière générées au passage de différents défauts dans une optique, et plus particulièrement les surintensifications. Pour nos études, le cône peut être placé en face d'entrée (figure 4.27 (a)) ou en face de sortie (figure 4.27 (b)). La caméra CCD est placée à différentes positions par rapport à l'échantillon et acquiert une image pour chaque plan (un exemple d'image est donné pour chaque configuration sur figure 4.27 (c) et (d)).

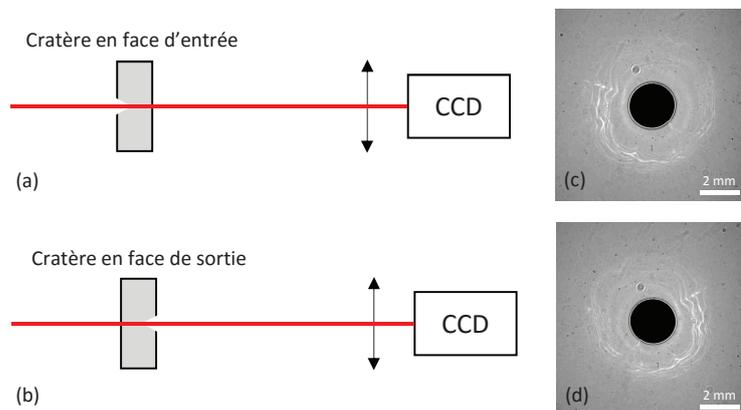


FIGURE 4.27 – Les deux configurations sur le banc EPSILON : le cratère peut être orienté vers la face d'entrée (a) ou la face de sortie (b). Un exemple pour chaque cas est présenté, à une distance "échantillon - CCD" identique.

Sur chaque image l'intensité maximale est extraite et normalisée par rapport à la puissance moyenne du faisceau d'entrée. Une courbe de surintensité du faisceau en fonction de la distance est ainsi construite. Dans le cas du procédé "0", présenté précédemment, la courbe est tracée sur la figure 4.27 en considérant le cratère placé en face d'entrée (tracé noir) et en face de sortie (tracé rouge).

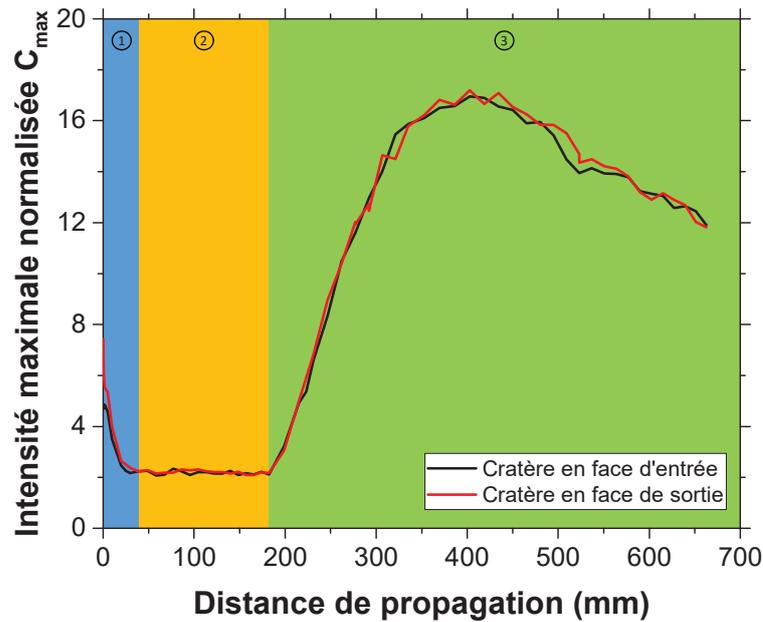


FIGURE 4.28 – Intensité maximale normalisée expérimentale en fonction de la distance de propagation dans le cas du cratère "Procédé 0" placé en face d'entrée du composant (tracé en noir) et en face de sortie du composant (tracé en rouge). Trois zones sont colorées que l'on nommera "zone 1", "zone 2" et "zone 3".

- Sur ce tracé, on identifie trois zones distinctes correspondantes à trois comportements :
- *Zone 1 (de 0 mm à 40 mm) - Bleue* : dans cette partie, les surintensités décroissent rapidement.
 - *Zone 2 (de 40 mm à 180 mm) - Jaune* : les surintensités valent 2 et sont les plus faibles dans cette zone intermédiaire.
 - *Zone 3 (à partir de 180 mm) - Vert* : vers les longues distances, les surintensités augmentent jusqu'à atteindre une valeur maximale de 17 et décroissent ensuite légèrement.

De plus, les deux résultats dans les deux configurations de mesure sont quasi identiques et les légères variations sont seulement dues aux erreurs expérimentales. À partir de maintenant, nous considérerons uniquement le cas du cratère placé en face de sortie. Quelques images, utilisées pour reconstruire la courbe, sont présentées sur la figure 4.29 pour les trois zones.

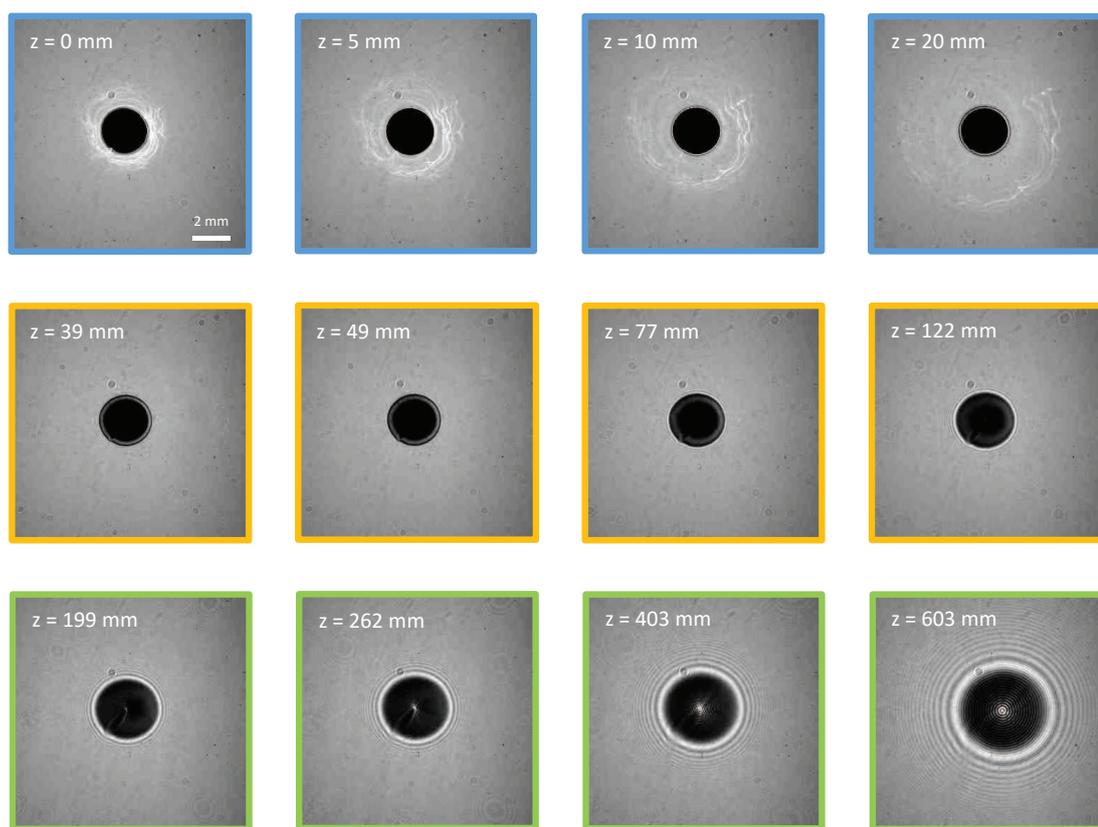


FIGURE 4.29 – Images obtenues à différentes positions et utilisées pour tracer les courbes de la figure 4.28.

Les surintensifications générées sur les premiers millimètres de propagation (zone 1, en bleu) se diffusent très rapidement. On peut émettre l'hypothèse qu'elles sont dues à la pente du cône par effet de réfraction (effet illustré sur la figure 4.30). L'anneau diffus et irrégulier s'étend et s'atténue rapidement avec la distance. La dissymétrie de l'anneau vient probablement du fait que les pentes du cône ne sont pas parfaitement régulières.

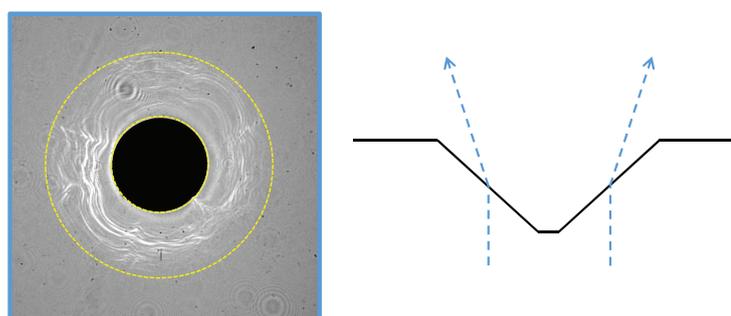


FIGURE 4.30 – Origine des surintensités aux courtes distances (zone 1 en bleu des figures 4.28 et 4.29).

Après 180 mm de propagation (zone 3, en vert), une nouvelle surintensification ap-

paraît sous la forme d'une tache centrale. Cette tâche peut rappeler le cas classique de la tâche d'Arago qui apparaît dans l'ombre d'un masque circulaire parfait. Son intensité augmente jusqu'à une distance de 400 mm puis décroît légèrement.

Simulations

Afin d'avoir une meilleure compréhension des effets de modifications du front d'onde du faisceau, une approche numérique a également été utilisée. Le code utilisé, simulant la propagation d'une onde plane ou sphérique à travers un défaut, est le même que celui présenté dans la partie 4.2.3 de ce chapitre. Nous avons mesuré le profil expérimental du cône obtenu par le procédé "0" afin de l'injecter dans le code de calcul. Pour déterminer les causes des différents types de surintensités observées précédemment, ce profil expérimental du cône a été modifié : nous avons testé les cas avec et sans rebond périphérique mais également avec une pointe de cône parfaite. Ces résultats sont regroupés sur la figure 4.31 ci-dessous.

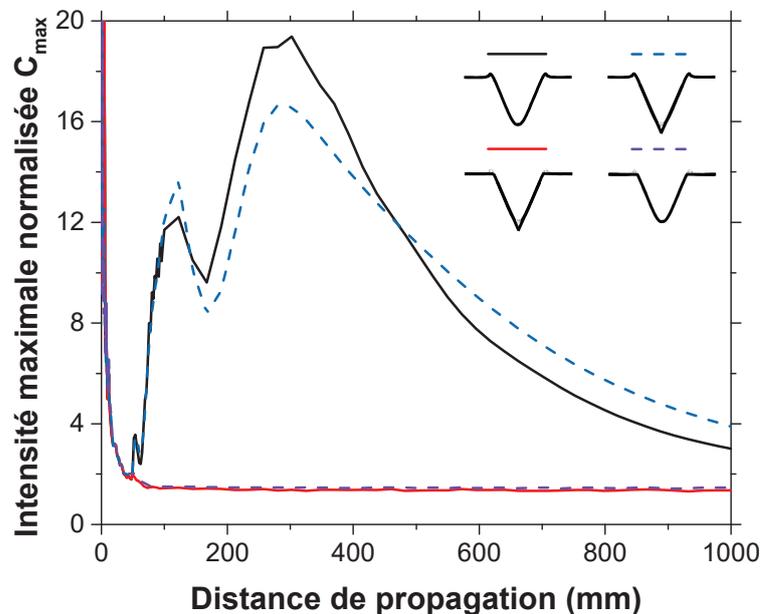


FIGURE 4.31 – Intensité maximale normalisée simulée en fonction de la distance de propagation pour différents cas : le cratère expérimental "procédé 0" dont on a extrait le profil (tracé noir), le même cratère dont le profil a été modifié pour éliminer les rebonds périphériques (tracé violet en pointillé), pour avoir une pointe "parfaite" avec rebond périphérique (tracé bleu en pointillé) et une pointe "parfaite" sans rebond périphérique (tracé rouge)

Il ressort de ces simulations que la forme de la pointe n'a que très peu d'influence sur les surintensités : la position et les valeurs de surintensités sont quasiment identiques si l'on considère une pointe arrondie ou une pointe parfaite (entre le tracé bleu et noir, et le tracé rouge et violet). La caractéristique du cône ayant un impact majeur sur les modifications de répartition de l'intensité du faisceau est le rebond en périphérie de la

structure : dans les cas où le cône n'en possède pas (tracés rouge et violet) il n'y a pas de génération de surintensités aux longues distances (zone 3).

Optimisation

L'objectif du procédé est de traiter des sites endommagés dont le diamètre est compris entre 100 et 700 μm et profonds de 200 μm , présents sur la face d'entrée ou sur la face de sortie du composant. Ainsi et en se basant sur les résultats obtenus des études expérimentales et numériques des déformations du front d'onde, différents protocoles ont été développés pour former des cônes de diamètre 2 et 3 mm dont la profondeur varie entre 250 et 400 μm . Les paramètres de chaque procédé sont résumés dans le tableau 4.2 ci-dessous. Rappelons que la vitesse de déplacement du laser sur l'échantillon est notée v , la durée d'impulsion PW , l'écart entre deux cercles concentriques Δ , la puissance du laser P_{laser} et le diamètre du cône D . Précisons également que la période entre deux impulsions PP vaut 2 ms pour tous les procédés. Le procédé "1" est un cône obtenu avec une combinaison de deux procédés : un premier avec un diamètre de 2 mm, puis un second avec un diamètre de 1.7 mm. Les deux dernières colonnes du tableau indiquent la profondeur P du cône et la hauteur H du rebond périphérique.

TABLE 4.2 – Paramètres d'irradiation pour les différents procédés développés : le procédé 1 est une combinaison de deux irradiations successives avec un diamètre pour le deuxième cône plus faible (1,7 mm) que le premier (2 mm).

Procédé	D (mm)	v (mm/s)	PW (μs)	Δ (μm)	P_{laser} (W)	P (μm)	H (H)
0	2	10	200	60	53	280	600
1	2	20	100	60	75		
+	1.7	20	100	40	75	250	80
2	2	20	100	30	82	350	150
3	3	20	100	40	82	370	80
4	3	35	100	29	82	400	50

L'impact sur la propagation du faisceau traversant les cônes formés par les procédés 1, 2 et 3 a été étudié en suivant l'approche expérimentale de la partie 4.4.1. Les résultats sont donnés sur la figure 4.32 : on constate une diminution notable des surintensités aux longues distances (zone 3) par rapport à celles générées par le procédé 0 (tracé en noir en pointillé). En effet, pour les procédés 1 et 3 (respectivement tracés rouge et vert) la valeur de l'intensité maximale normalisée après 700 mm de propagation (zone 3) est de 2.3 contre 17 précédemment. Cette amélioration s'explique par la diminution de la hauteur du rebond en périphérie du cône qui vaut pour ces deux procédés environ 150 nm (tracés

rouge et vert de la figure 4.33 (b)) comparée à 600 nm pour le procédé 0. Pour le procédé 2, le rebond possède une hauteur d'environ 200 nm (tracé bleu figure 4.33 (b)) et les surintensités conséquentes (tracé bleu figure 4.32) sont ainsi légèrement supérieures.

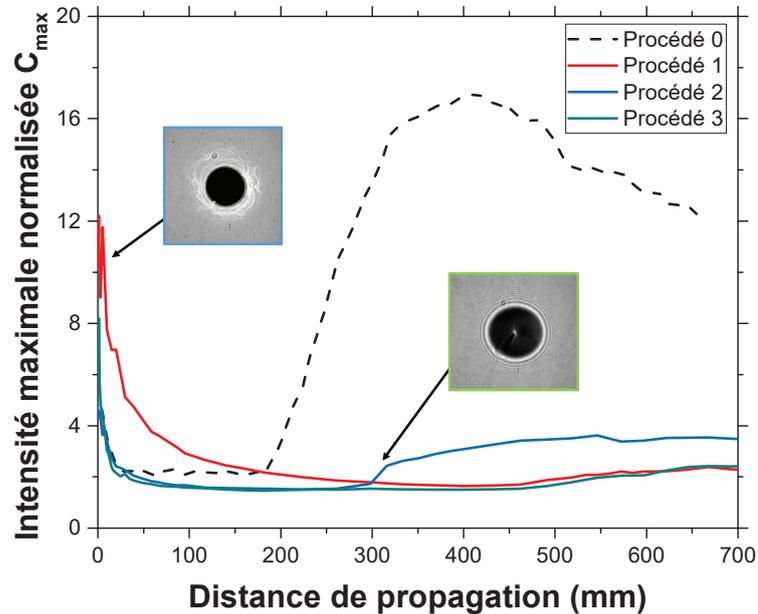


FIGURE 4.32 – Intensité maximale normalisée expérimentale en fonction de la distance de propagation pour les procédés 0 (tracé noir en pointillé), 1 (tracé rouge), 2 (tracé bleu) et 3 (tracé vert). L'image encadrée en bleu (zone 1) est une image extraite des mesures du procédé 1 et celle encadrée en vert (zone 3) du procédé 2.

Aux courtes distances (zone 1), les procédés 0, 2 et 3 voient leurs surintensités chuter très rapidement contrairement au procédé 1 (tracé rouge figure 4.32). Pour ce dernier, deux procédés successifs sont appliqués avec deux diamètres de cônes différents. La pente du cône obtenue n'est pas régulière et est localement plus faible que pour les trois autres cônes (tracé rouge figure 4.33 (a)). La réfraction de la lumière par la pente du cône diffère en fonction de la position d'incidence et l'anneau diffus s'étend et s'atténue plus lentement avec la distance.

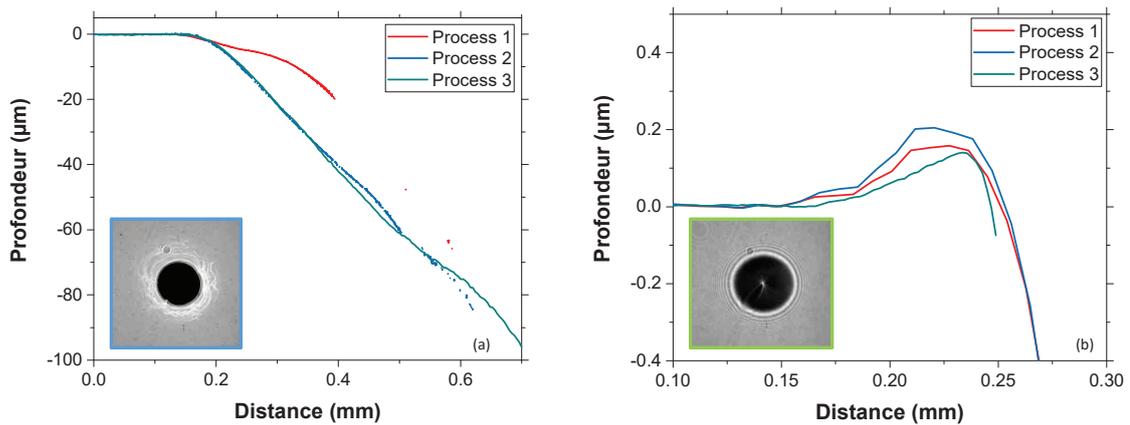


FIGURE 4.33 – Profils expérimentaux des cônes obtenus avec les procédés 1 (tracé rouge), 2 (tracé bleu) et 3 (tracé vert) extraits de mesure de profilométrie optique et mécanique et d’imagerie de phase pour des échelles différentes mettant en évidence (a) le début de la pente du cône et (b) le rebond périphérique.

La figure 4.34 présente le résultat des expériences de propagation dans le cas du procédé 4 (tracé violet). Le cône obtenu avec ces paramètres d’irradiation possède un rebond de 100 nm de hauteur. On remarque que la surintensité générée par la tâche centrale est plus faible que pour les cas précédents. Les images acquises par la caméra CCD (figure 4.35) montrent que le spot apparaissant à partir de 500 mm de l’échantillon et présent jusqu’à 1 m a une intensité très réduite. L’intensité maximale de ces images est située sur les anneaux concentriques en périphérie de la zone sombre avec un facteur d’intensité normalisé de 1,75. Cette valeur est acceptable du point de vue des spécifications du LMJ. En effet, après passage dans l’optique stabilisée, l’objectif est d’atteindre un facteur de surintensités dans le faisceau inférieur à 2 (zone jaune de la figure 4.35). Cette limite est imposée en considérant une fluence moyenne dans le faisceau LMJ de 7 J/cm^2 et une résistance à l’endommagement laser de chaque optique d’au moins 14 J/cm^2 . En considérant que la face de sortie du hublot de la chambre d’expérimentation soit placée en 0 mm du tracé de la figure 4.35), nous représentons la position de *Lame Anti-Eclats (LAE)*, protégeant le hublot, et de la succession de *EPA (Ecrans de Protections Amovibles)*, protégeant les LAE.

Ainsi, le procédé 1 qui présente de fortes surintensifications aux courtes distances est écarté pour les expérimentations présentées dans la suite de chapitre. Dans ces zones, on note que les procédés 2, 3 et 4 présentent des facteurs de surintensités inférieurs à 2. En considérant ce facteur de surintensification, lié uniquement au pixel dont la valeur est maximale par image, ces procédés sont viables quant à la propagation du faisceau les traversant. Cependant, il semble pertinent de prendre en compte la surface la zone présentant des fortes valeurs d’intensités. Un seul pixel, et donc une taille très réduite, avec un fort pic d’intensité a-t-il plus de chance d’amorcer un dommage que plusieurs pixels, sur une zone plus étendue, mais avec un facteur d’intensité inférieur. Des travaux sont en cours pour prendre en compte les densités de dommages par fluence dans l’évaluation de la dangerosité des surintensifications.

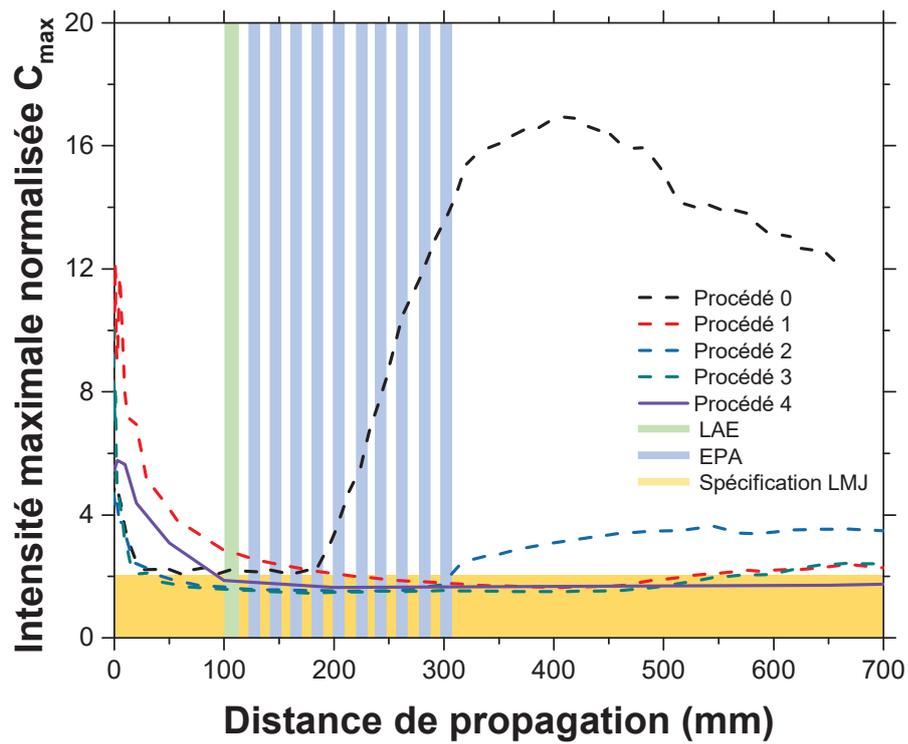


FIGURE 4.34 – Intensité maximale normalisée expérimentale en fonction de la distance de propagation pour les procédés 0 (tracé noir en pointillé), 1 (tracé en pointillé rouge), 2 (tracé en pointillé bleu), 3 (tracé en pointillé vert) et 4 (tracé en violet). Les zones verte, bleue et jaune représentent respectivement les positions des Lames Anti-Eclats (LAE), des Ecrans de Protections Amovibles (EPA) et de la spécification du LMJ.

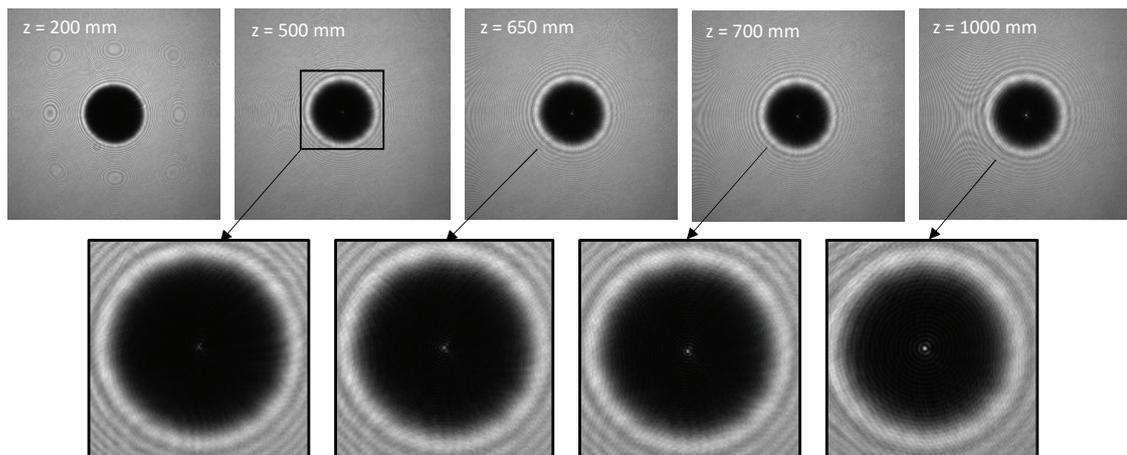


FIGURE 4.35 – Images obtenues aux différentes positions indiquées et utilisées pour tracer la courbe du procédé 4 de la figure 4.34. Un zoom sur la partie centrale pour chaque image à partir de 200 mm est également donné

4.4.2 Résistance au flux laser des sites stabilisés

La partie précédente sur l'étude des déformations du front d'onde a permis définir des paramètres d'irradiation permettant d'obtenir des sites stabilisés minimisant la génération de surintensités sur les optiques placées en aval. De plus, il est nécessaire de contrôler la résistance à l'endommagement laser des sites stabilisés afin de les comparer aux spécifications du LMJ (14 J/cm^2 , 355 nm , 3 ns). Les tests de résistance laser ont été réalisés sur le banc d'expérimentation décrit dans la partie 2.6 du chapitre 2.

Lors des premières études expérimentales de résistance à l'endommagement laser nous avons observé que, dans la plupart des cas, l'amorçage d'un dommage a lieu dans la zone contenant les débris et re-dépôts de silice (figure 4.36). C'est à partir de ces observations que nous avons étudié différents moyens de supprimer ces débris.

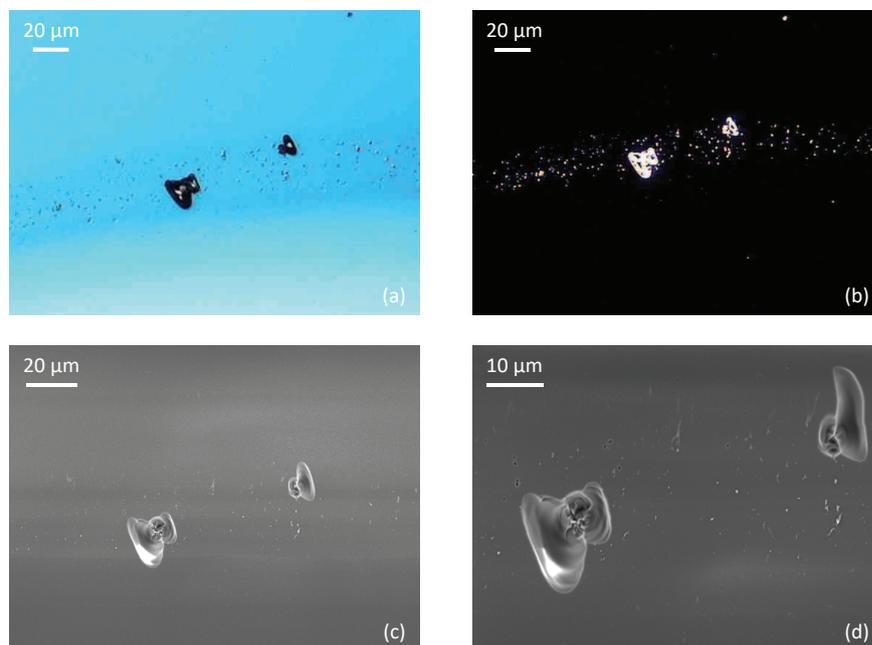


FIGURE 4.36 – Observations au microscope optique en fonc clair (a) et fond noir (b) d'un dommage amorcé sur des débris re-dépôts (a). La même zone a également été observée au MEB (c) et (d).

Influence de l'acidage

Dans un premier temps, nous avons étudié l'influence de l'acidage de la surface sur la résistance à l'endommagement du procédé de micro-usinage. Pour cette étude et pour les suivantes, les cônes ont été irradiés par des tirs uniques à différents endroits de la zone affectée par le procédé laser CO_2 . Le diamètre du faisceau pour les tests d'endommagement étant plus petit que la zone affectée par le procédé de micro-usinage CO_2 , nous avons appliqué la procédure de test dans des zones spécifiques. Ces zones sont les plus faibles quant à la résistance laser, c'est-à-dire la zone périphérique au cône contenant potentiellement des contraintes résiduelles mais également des débris liés à l'éjection de matière. Nous effectuons sur chaque cône, plusieurs essais de résistance laser en le translatant. Dans

le cas du procédé 0 (tracé noir de la figure 4.37), le seuil d'endommagement du cratère est de $10,6 \text{ J/cm}^2$ et on note 100 % de dommages à partir de la fluence de $14,5 \text{ J/cm}^2$. L'application d'un acidage (tracé rouge de la figure 4.37) améliore considérablement la résistance à l'endommagement laser du site CO_2 .

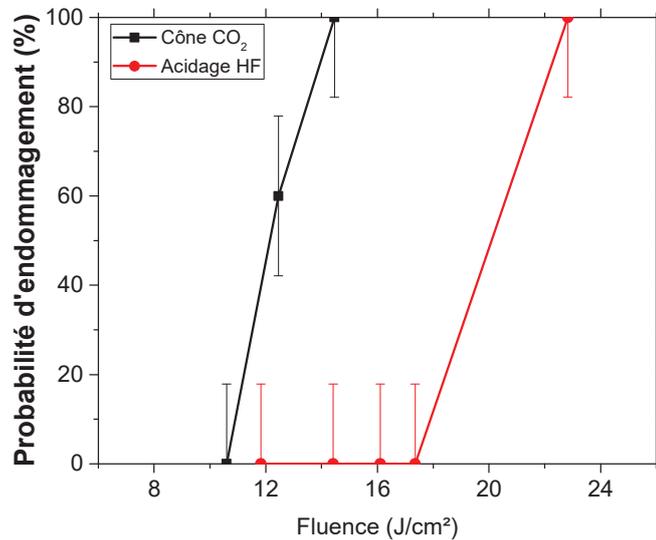


FIGURE 4.37 – Probabilités d'endommagement (procédure 1on1, 355 nm, 2.5 ns) en fonction de la fluence appliquée sur un cône CO_2 obtenues avec les paramètres du procédé 0 avant (tracé noir) et après acidage (tracé rouge).

Dans un second temps, des travaux ont été effectués afin de déterminer si la variation de l'épaisseur de silice retirée par l'acidage a un impact sur l'amélioration de la tenue au flux. Pour cela, nous avons appliqué aux procédés 2 et 3 (respectivement tracés noir en pointillé et noir en plein de la figure 4.38) deux acidages différents retirant 400 nm (tracés rouges) et 1 μm (tracé bleu) de silice en surface de l'échantillon.

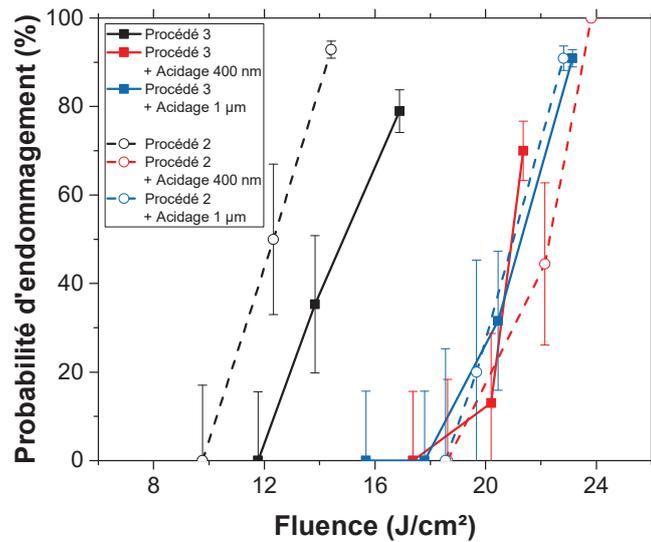


FIGURE 4.38 – Probabilités d’endommagement (procédure 1on1, 355 nm, 2,5 ns) en fonction de la fluence appliquée aux procédés 2 et 3 avant acidage (tracés noir), après acidage de 400 nm (tracés rouge) et acidage de 1 µm (tracés bleu) pour les procédés 2 (trait en pointillé) et 3 (train plein)

Cette étude montre que l’épaisseur de silice enlevée n’a que très peu d’influence sur la résistance à l’endommagement laser du site stabilisé par le procédé de micro-usinage laser : l’amélioration est similaire. Il semblerait que le traitement chimique par acidage permet de retirer les redépôts en surface (figure 4.39) qui partent difficilement avec un nettoyage classique. Bien que le seuil d’endommagement initial des trois procédés soit différent (10,5 J/cm² pour le procédé 0, 9,7 J/cm² pour le 2 et 11,8 J/cm² pour le 3), celui-ci est quasiment identique après les différents acidages (aux alentours de 18 J/cm²).

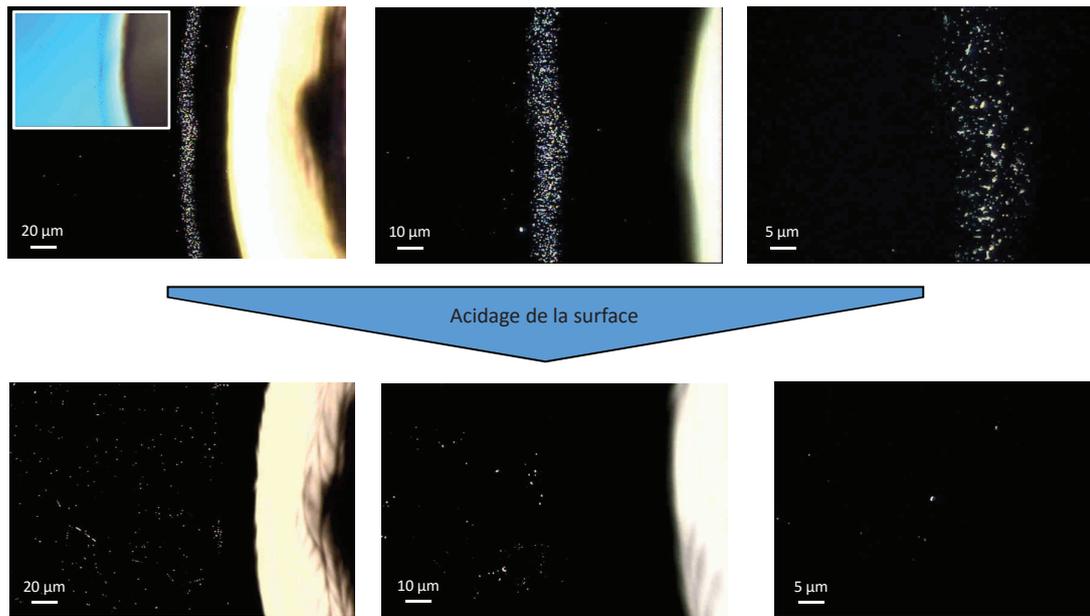


FIGURE 4.39 – Observations au microscope optique en fond noir avant (ligne supérieure) et après acidage (ligne inférieure) de la périphérie d’un cône. Différents grossissements sont utilisés. L’insert de l’image dans le coin gauche supérieur est une observation de la même zone en éclairage normal.

Aspiration des débris

L’étude précédente a mis en évidence le fait que les débris, générés et éjectés lors du procédé de stabilisation, ont un effet néfaste sur la résistance à l’endommagement laser du cône et en périphérie de la zone traitée. Pour palier à ce problème, nous avons montré que l’acidage était très efficace. Cependant, il implique une étape supplémentaire dans le procédé de stabilisation des optiques. Une méthode pour limiter le re-dépôt de débris et la contamination de la silice lors de l’éjection de matière est de mettre en place une buse d’aspiration. Celle-ci est placée entre la lentille de focalisation de la tête galvanométrique et l’échantillon (figure 4.40 (a)). Elle est composée (figure 4.40 (b)) d’une fenêtre qui transmet le rayonnement à $10.6\ \mu\text{m}$ (en séléniure de zinc) afin de laisser passer le faisceau CO_2 et d’une sortie où il est possible de placer des têtes de buse avec différents diamètres. Les cônes ayant des diamètres de 2 ou 3 mm, des buses de diamètre 3 et 4 mm sont utilisées. Enfin, les différentes sorties sont reliées à une pompe d’aspiration qui permet de récolter les débris de silice.

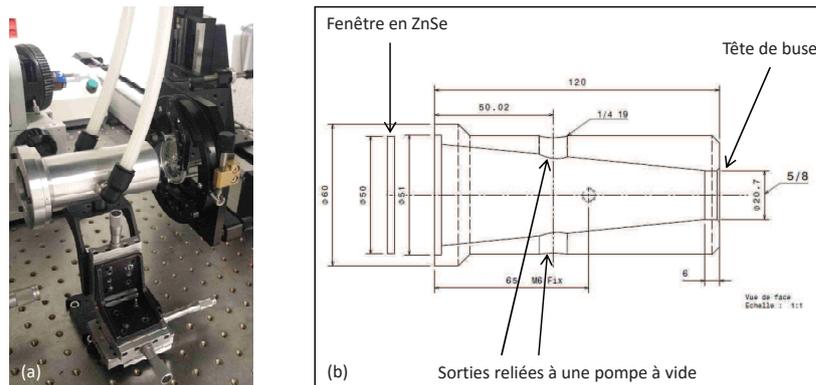


FIGURE 4.40 – (a) Photographie de la buse d'aspiration et (b) son schéma.

Dans un premier temps, nous avons mené une étude pour étudier l'impact de la buse sur les re-dépôts de silice en périphérie du cône (à quelques centaines de microns du bord) et en bord du cône pour deux positions différentes de la buse par rapport à l'échantillon (5 et 10 mm). Des observations en microscopie fond noir montrent la présence de débris en périphérie du cône et sur les bords extérieurs (images (a) de la figure 4.41). La buse permet de diminuer ces re-dépôts et la pollution de la surface (images (b) et (c) de la figure 4.41) mais on ne constate pas visuellement de différence majeure en fonction de la position de la buse par rapport à l'échantillon (10 mm pour (b) et 5 mm (c)).

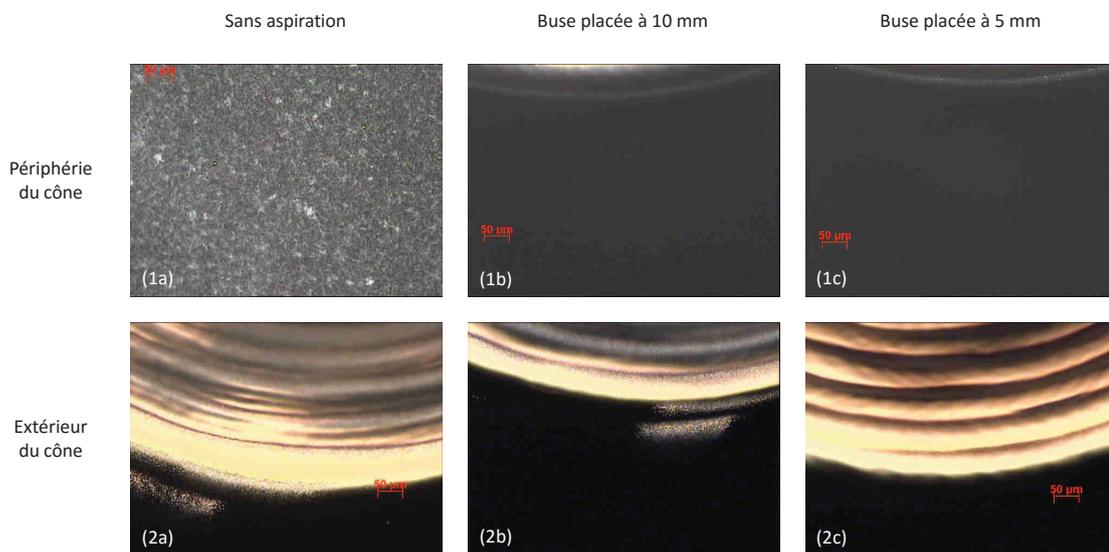


FIGURE 4.41 – Images obtenues au microscope en périphérie du cône formé (images 1) et sur les bords extérieurs du cône (images 2) sans aspiration (a) et dans différentes conditions d'aspiration : pour une buse placée à 10 mm de l'échantillon (b) et à 5 mm (c).

Dans un second temps et dans le but de valider les observations précédentes, nous avons effectué une étude sur la résistance à l'endommagement laser des sites stabilisés

obtenus par le procédé 2 avec la buse d'aspiration. Nous considérons comme référence les cratères, sans buse d'aspiration, avec et sans acidage (respectivement les tracés rouge et noir de la figure 4.42). Afin de trouver les meilleures conditions d'aspiration, nous avons répété ces expériences à différentes distances "échantillon - sortie de buse". Ces distances sont représentées par différentes couleurs de tracé sur la figure 4.42. Notons que le diamètre en sortie de buse est de 3 mm, le diamètre du cône pour ce procédé étant de 2 mm.

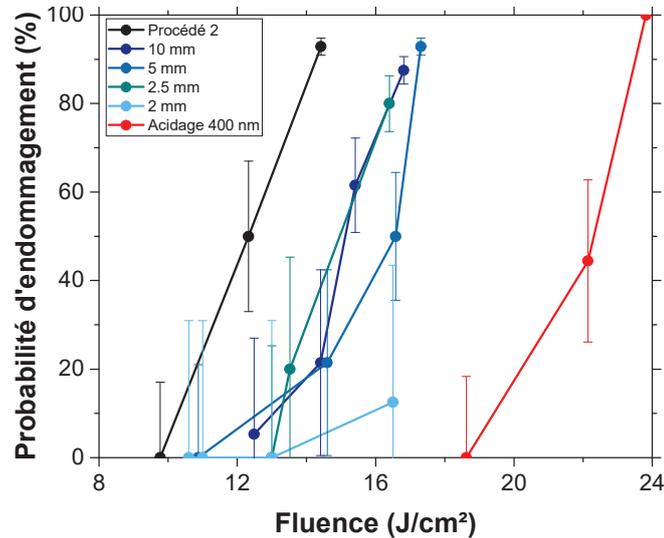


FIGURE 4.42 – Probabilités d'endommagement (procédure 1on1, 355 nm, 2.5 ns) en fonction de la fluence appliquée au cône obtenu avec le procédé 2 sans traitement ni aspiration (tracé noir), avec un acidage de 400 nm (tracé rouge) et pour différentes distances entre l'échantillon et la buse d'aspiration : à 10 mm (tracé bleu foncé), 5 mm (tracé bleu), 2.5 mm (tracé vert) et 2 mm (tracé bleu clair).

Cette étude expérimentale montre que l'aspiration des débris permet d'améliorer le seuil d'endommagement des sites stabilisés mais pas suffisamment. En effet, bien que les observations au microscope montrent une diminution des re-dépôts, l'impact de l'aspiration sur la tenue au flux est limitée. Pour les cas étudiés, le gain est presque le même quelque soit la distance entre la buse et l'échantillon. On remarque que le seuil d'endommagement est légèrement meilleur (13 J/cm²) dans le cas d'un diamètre de sortie de buse de 3 mm, placée à 2 et 2,5 mm. Une étude similaire a été menée dans le cas d'un diamètre de sortie de buse de 4 mm utilisée pour les procédés formant des cônes de 3 mm et montre que l'amélioration de la tenue au flux est sensiblement optimisée si la buse est placée à 5 mm de l'échantillon. Dans la suite de ces études, des travaux sont prévus sur l'aspiration des débris par la buse d'aspiration afin de l'optimiser et d'atteindre le niveau de référence d'un cratère acidé.

4.4.3 Réparation de dommages laser nano-seconde

Après les travaux sur silice vierge, nous avons étudié la stabilisation de sites endommagés. Afin de sélectionner le procédé le plus adapté, il est nécessaire de caractériser

correctement les dommages laser à stabiliser. En effet, il est essentiel qu'il n'y ait plus aucune fracture sous-surfacique après la stabilisation. Une ou plusieurs fractures résiduelles sur l'optique entraineraient, sous tir laser type LMJ, un nouvel amorçage de dommage.

Les catégories de dommages

La première étape de ces études a donc été la caractérisation de sites laser endommagés. Pour cela, nous avons réalisé un échantillon afin d'amorcer puis de faire croître des dommages laser. Le banc LUTIN, utilisé pour les tests d'endommagement, a permis la réalisation de ces sites endommagés : une fluence suffisante a été appliquée sur l'échantillon ($> 20 \text{ J/cm}^2$) pour amorcer les dommages sur la face de sortie du composant. D'autres tirs ont été appliqués à une fluence plus basse (typiquement 8 J/cm^2) afin de faire croître le dommage et d'augmenter ses dimensions. La figure 4.43 présente la caractérisation de trois dommages au microscope optique, donnant la largeur du site, et au microscope confocal, donnant sa profondeur. Précisons que le nombre de tirs de croissance de (c) est supérieur à (b), lui-même supérieur à (a). On remarque que le dommage (a) présente très peu de fractures sous-surfaciques ($< 50 \mu\text{m}$) et que plus le dommage est large, plus il est profond [58].

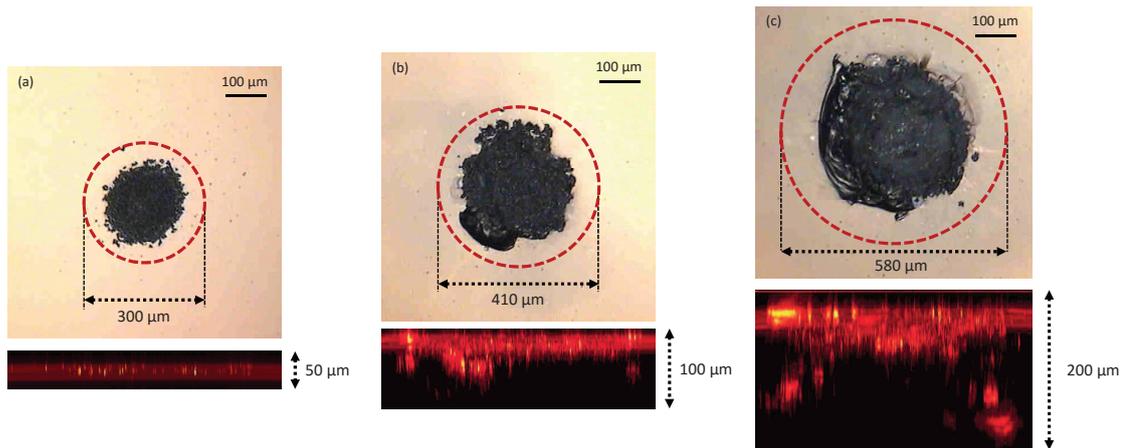


FIGURE 4.43 – Observations au microscope optique de trois sites endommagés présentant des dimensions différentes. En dessous de chaque image, la caractérisation en profondeur de l'observation au microscope confocal est donnée.

Comme évoqué précédemment, il est nécessaire de bien déterminer les dimensions d'un dommage afin d'être certain de la réussite de la stabilisation. Cependant, la caractérisation au microscope confocal d'un site nécessite un temps d'acquisition relativement long (entre 5 et 10 min par site) et ne semble donc pas le moyen le plus adapté si l'on souhaite optimiser le temps de stabilisation des sites endommagés pour une application future. Le large panel de dommages créés sur notre échantillon d'étude, et qui ont tous été mesurés au microscope confocal, permet de tracer la profondeur p des sites endommagés en fonction de leur largeur L (symbole carré rouge de la figure 4.44).

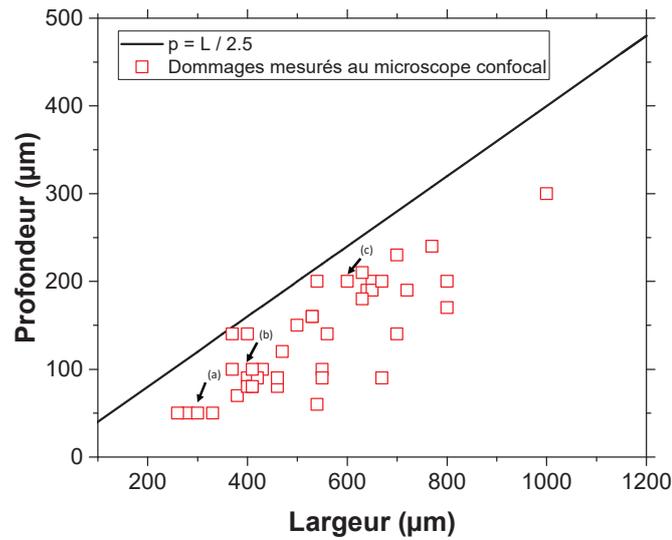


FIGURE 4.44 – Évolution de la profondeur p des dommages en fonction de leur largeur L (symbole carré rouge). (a), (b) et (c) correspondent aux dommages présentés sur la figure 4.43. Le tracé noir correspond à la droite pour laquelle $p = L / 2.5$.

On remarque que la dimension des dommages suit une distribution qui peut être majorée si l'on considère une profondeur p suivant la relation $p = L / 2.5$. Des ratios équivalents sont mentionnés dans la littérature. Une étude détaillée de Norton *et al.* [58] sur l'évolution des dimensions d'un dommage en fonction du nombre de tir, après amorçage, confirme nos observations; à savoir l'existence du dommage principal et de fractures sous-surfaciques qui s'étendent en profondeur. De cette étude, les auteurs ont conclu que le ratio L/p était de 3 pour les fractures sous-surfaciques. En 2014, Ma *et al.* [143] présentent des résultats similaires (figure 4.45). Cette relation largeur du dommage / profondeur est très importante car elle permettra de déterminer *in fine* la profondeur d'un dommage par une simple observation microscope de la surface du composant optique et ainsi de choisir le processus de stabilisation adapté. De plus, on constate que les fractures sous-surfaciques sont aussi bien au centre qu'en périphérie du dommage et donc l'enveloppe du dommage n'est pas un cône (figures 4.43 (b) et (c)). Une schématisation rectangulaire paraît la plus adaptée si l'on souhaite créer des catégories de dommages.

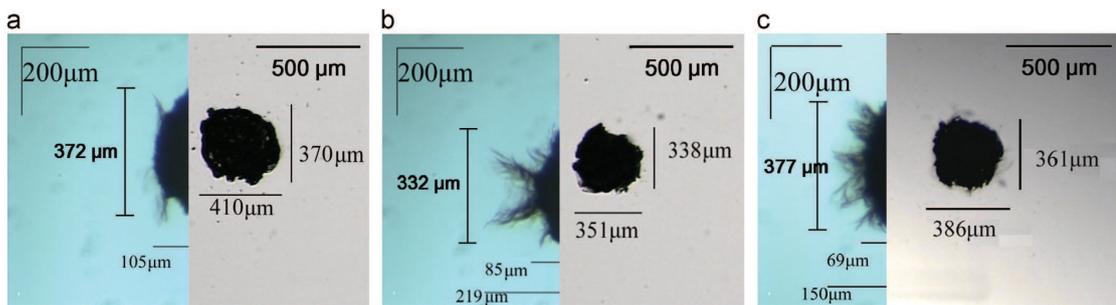


FIGURE 4.45 – Trois types de morphologies de dommages obtenus dans différentes conditions d’irradiation (longueur d’onde 355 nm, durée de tir 8 ns et diamètre de faisceau 480 μm) : (a) tir d’amorçage à 19 J/cm^2 et 20 tirs de croissance à une fluence fixe de 9.5 J/cm^2 , (b) tir d’amorçage à 19 J/cm^2 et rampe de fluence jusqu’à 23.5 J/cm^2 pour la croissance et (c) tir d’amorçage à 28.5 J/cm^2 puis rampe de fluence jusqu’à 23.5 J/cm^2 (Source [143]).

En considérant les procédés que nous avons présentés dans les parties précédentes ainsi que leurs résultats à la résistance laser et aux déformations du front d’onde qu’ils provoquent, nous proposons trois catégories de dommages. La figure 4.46 présente ces trois catégories classées selon leur largeur ainsi que les procédés de stabilisation qu’il est possible d’appliquer. Pour résumer, et en considérant que $p = L / 2.5$, nous avons :

- *Vert* : $L < 400 \mu\text{m}$: la profondeur p est donc inférieure de 160 μm et il est possible de lui appliquer les procédés 2, 3 et 4.
- *Bleu* : $400 \mu\text{m} \leq L < 650 \mu\text{m}$: ce type de dommage, dont la profondeur maximale est de 260 μm , peut être stabilisé par les procédés 3 ou 4.
- *Orange* : $L \geq 650 \mu\text{m}$: à partir d’un dommage de largeur supérieure à 650 μm , il est nécessaire d’appliquer le procédé 4. Il est possible de traiter des dommages d’une largeur maximale de 750 μm pour une profondeur de 300 μm .

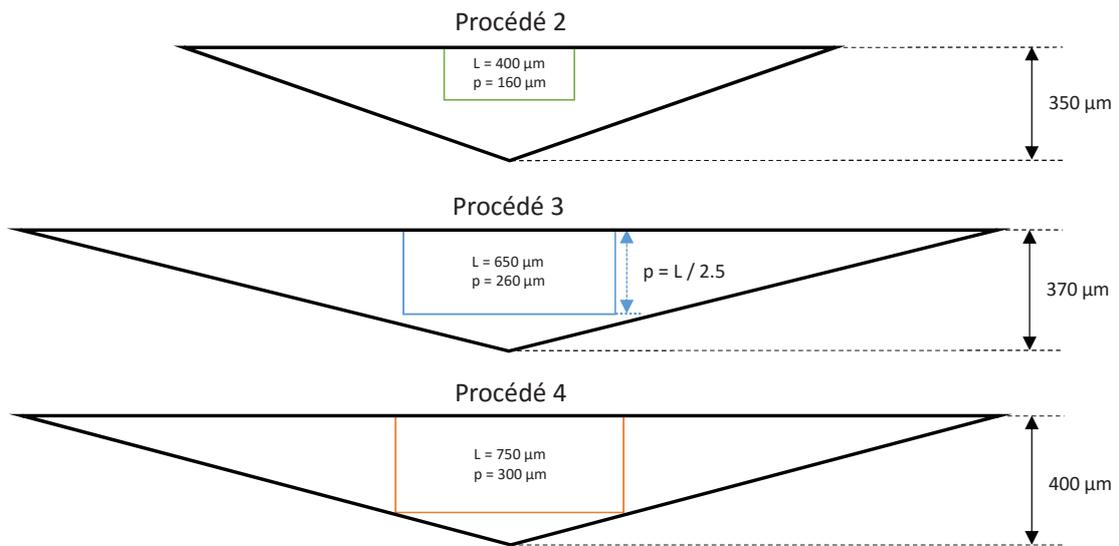


FIGURE 4.46 – Représentation schématique des catégories de dommages et des cônes produits par les procédés de stabilisation 2, 3 et 4.

Les catégories de dommages définies et les procédés de stabilisations associées, nous avons mené une étude expérimentale de résistance à l'endommagement laser sur des dommages stabilisés. Dans un premier temps, la largeur de chaque dommage a été mesurée afin de les classer (la figure 4.47 présente un exemple de dommage de chaque catégorie). En suivant la relation définie précédemment, *i.e.* $p = L / 2.5$, la profondeur des dommages a été extrapolée (tracé noir de la figure 4.48) en appliquant le procédé adapté.

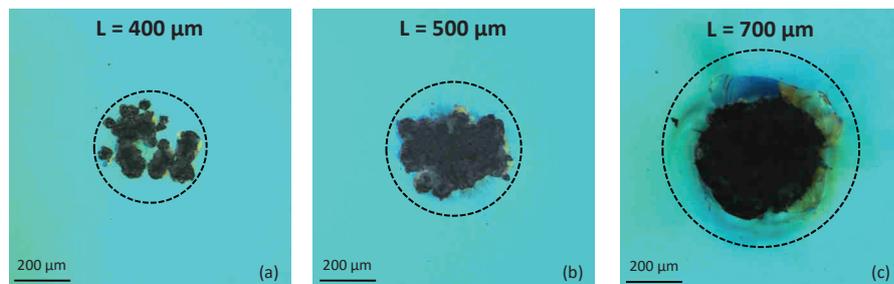


FIGURE 4.47 – Observations au microscope optique de trois sites endommagés présentant des dimensions différentes.

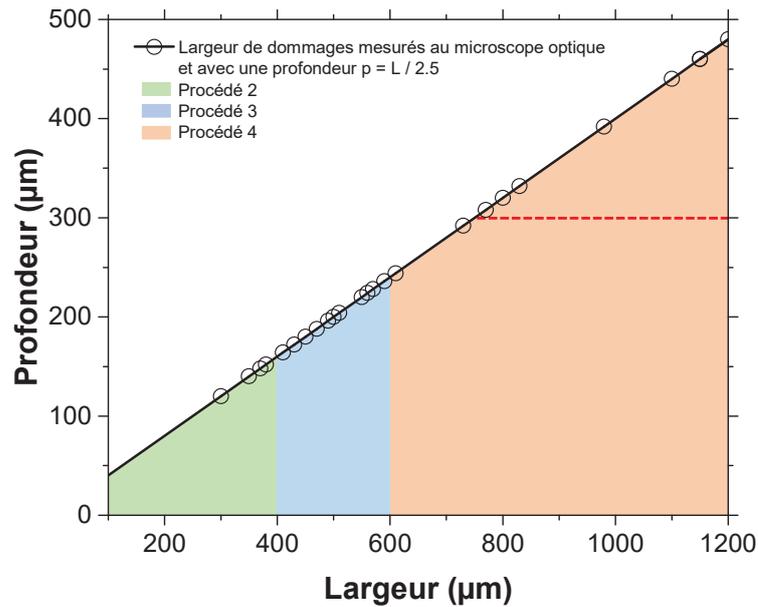


FIGURE 4.48 – Évolution de la profondeur p des dommages en fonction de leur largeur L mesurée au microscope optique et confocal (symboles noirs). Le tracé noir est la droite pour laquelle $p = L / 2.5$ dans le cas de dommages dont la largeur a été mesurée. Les zones vertes, bleues et oranges correspondent aux catégories de dommages sur lesquels il a été appliqué respectivement les procédés de stabilisation 2, 3 et 4. La ligne horizontale rouge en pointillée représente la limite maximale pour le procédé 4 (profondeur maximale de $300 \mu\text{m}$).

Stabilisation

Nous avons mené des essais de résistance à l'endommagement laser après la stabilisation des sites endommagés. La figure 4.49 présente trois tracés correspondants aux résultats obtenus pour les trois procédés. Nous reportons, pour le procédé 2 et 3 (respectivement (a) et (b)), les résultats obtenus sur la silice vierge sans dommage (de la figure 4.42) sans aspiration (tracés noir) et acidée à 400 nm (tracés rouge). Ces résultats montrent que la présence (tracés en trait plein) ou non (tracés en pointillé) des dommages a une très faible influence sur le seuil d'endommagement du site stabilisé : en présence du système d'aspiration les valeurs sont comparables et encadrent le procédé sans aspiration des débris (tracés noirs) et celui où l'on a acidé la surface après la stabilisation (tracés rouges). Ainsi, ces résultats indiquent que l'hypothèse sur la profondeur obtenue à partir de la largeur du dommage est correcte : les cônes formés par les procédés 2, 3 et 4 englobent les dommages dont la largeur est inférieure à $750 \mu\text{m}$. Les fractures sous surfaciques, première cause de l'amorçage d'un dommage, semblent avoir été éliminées. Cependant, le seuil d'endommagement est, pour deux cas sur trois, inférieur à 14 J/cm^2 (critère défini pour le LMJ). Le traitement chimique par acidage paraît être le moyen le plus efficace pour éliminer les re-dépôts de silice et obtenir le meilleur seuil d'endommagement.

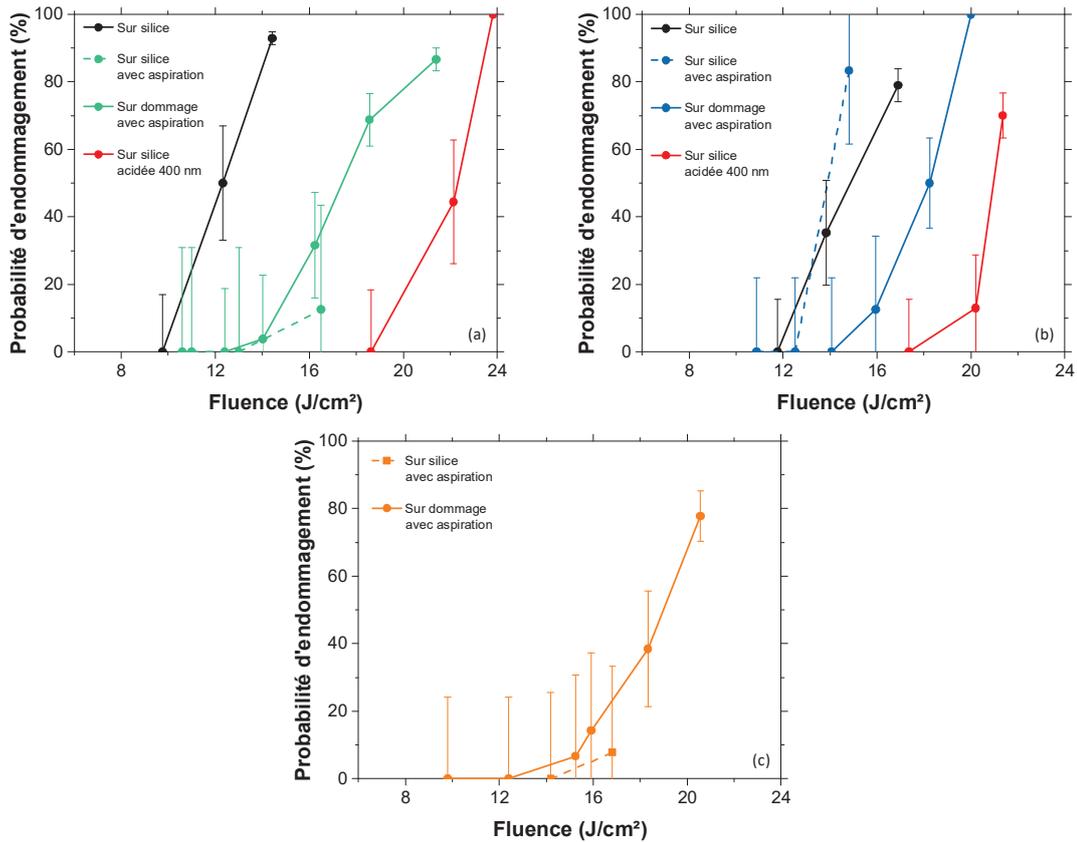


FIGURE 4.49 – Probabilités d’endommagement (procédure 1on1, 355 nm, 2.5 ns) en fonction de la fluence appliquée sur dommages stabilisés par le procédé 2 (a), 3 (b) et 4 (c) (respectivement tracés plein vert, bleu et orange). On reporte sur (a) et (b) les données précédemment présentées pour des tests d’endommagement sur silice vierge, sans aspiration (tracés noirs), avec un acidage de 400 nm (tracés rouges). On indique également les résultats obtenus sur silice, sans dommage et avec aspiration (tracés en pointillés).

Cas limites

Au cours de cette dernière étude, nous avons rencontré des dommages avec une distribution morphologique différente ou possédant de grandes dimensions, dont les largeurs sont supérieures à 750 μm , inaccessibles avec nos procédés (limite représentée sur la figure 4.48 par la droite rouge en pointillée). Nous avons étudié la stabilisation de quelques uns de ces dommages.

Après l’amorçage, suivie de la croissance d’un dommage laser sur silice, nous avons observé des répartitions de dommages irrégulières (figure 4.50 1 (a) et 2 (a)). Ces images de microscopie, utilisées pour extrapoler la profondeur, peuvent être interprétées de deux façons différentes : soit en prenant uniquement en compte la zone regroupant la majorité des dommages (cercles en pointillé rouge sur la figure 4.50 (1a) et (1b)) en faisant l’hypothèse que le diamètre de 2 ou 3 mm du cône de stabilisation englobera les dommages périphériques ainsi que leurs fractures sous-surfaciques, soit en définissant l’aire la plus large encadrant tous les dommages visibles (cercles en pointillé noir). La seconde hypo-

thèse semble la plus viable afin d'être certain de faire disparaître toutes les fractures et d'assurer la réussite de la stabilisation du site endommagé. Dans le cas des deux exemples présentés, les largeurs de 1000 et 1200 μm donnent des profondeurs respectives de 400 et 480 μm , dimensions supérieures aux limites définies précédemment.

Cependant, les procédés 3 et 4 ont été appliqués sur ces sites en considérant un centrage du diamètre du cône par la zone endommagée la plus large (cercle noir définis sur la figure 4.50 (a)). Les différentes observations après stabilisation : par imagerie DMS (système optique composé d'un appareil photo et d'un éclairage de type LED de l'échantillon par les tranches) avec différents temps de pose entre 1(b) et 1(b') pour éviter de saturer la partie centrale, par microscopie confocale et par microscopie optique montrent qu'il n'y a plus aucun dommage résiduel ni de fracture sous surfacique. Ces deux exemples montrent que la classification des dommages peut ne pas se résumer uniquement à la largeur (et la profondeur) mais nécessite également de prendre en compte leur morphologie. Une méthode basée sur un calcul barycentrique pourrait être envisagée en considérant la distribution du niveau de gris des pixels de la zone endommagée afin de définir un centrage adapté lors de l'application du procédé.

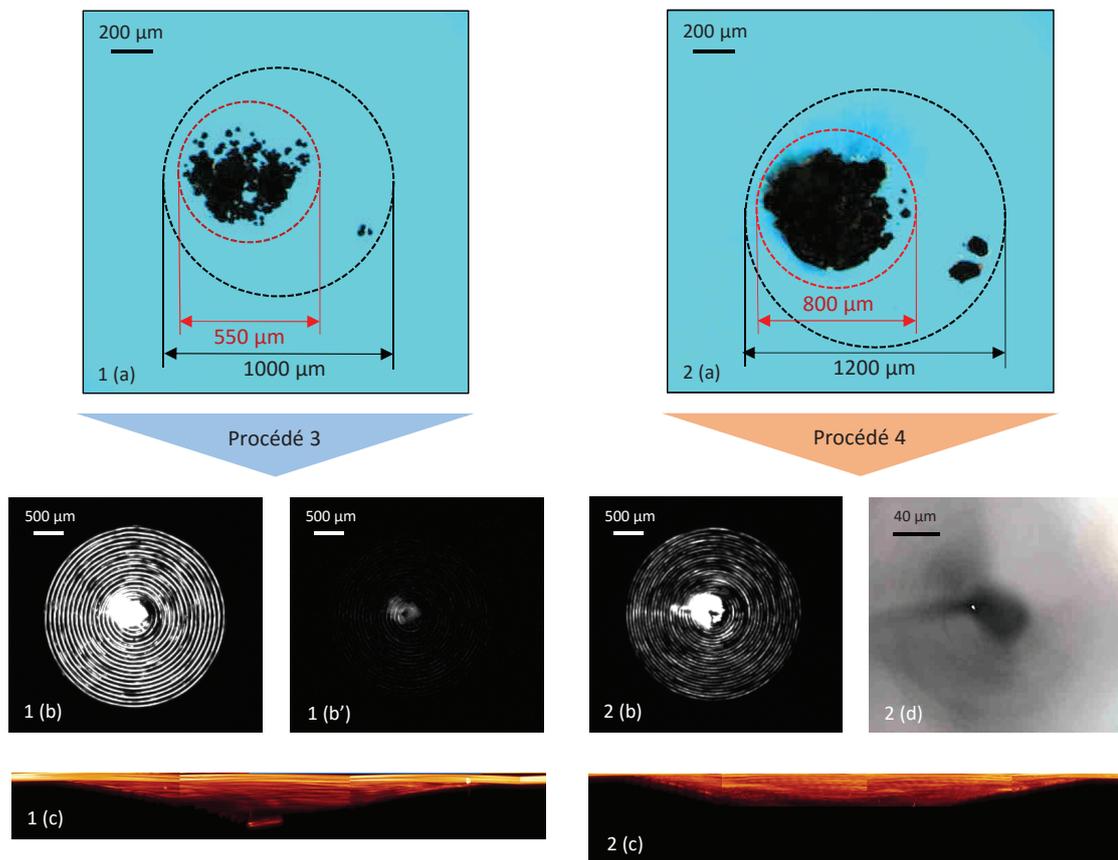


FIGURE 4.50 – Observations au microscope optique de deux sites endommagés 1(a) et 2(a). Après stabilisations : observations par imagerie DMS avec différents temps de pose (b) et (b'), projections en profondeur de la caractérisation au microscope confocal (c) et observation de la partie centrale du cône par microscopie optique (d).

Afin de connaître les conditions permettant de définir la réussite ou non de la stabilisation, nous avons appliqué notre traitement laser sur des dommages très larges (figure 4.51). Après application du procédé, nous observons des fractures et des dommages résiduels. Pour le cas 1, on remarque avec l'imagerie DMS et la microscopie optique une couronne de dommages à l'intérieur du cône. Dans le second cas, la superposition des mesures de microscopie confocale (2 (d)) montre des fractures résiduelles (flèches blanches). L'observation au microscope confirme la présence de fractures.

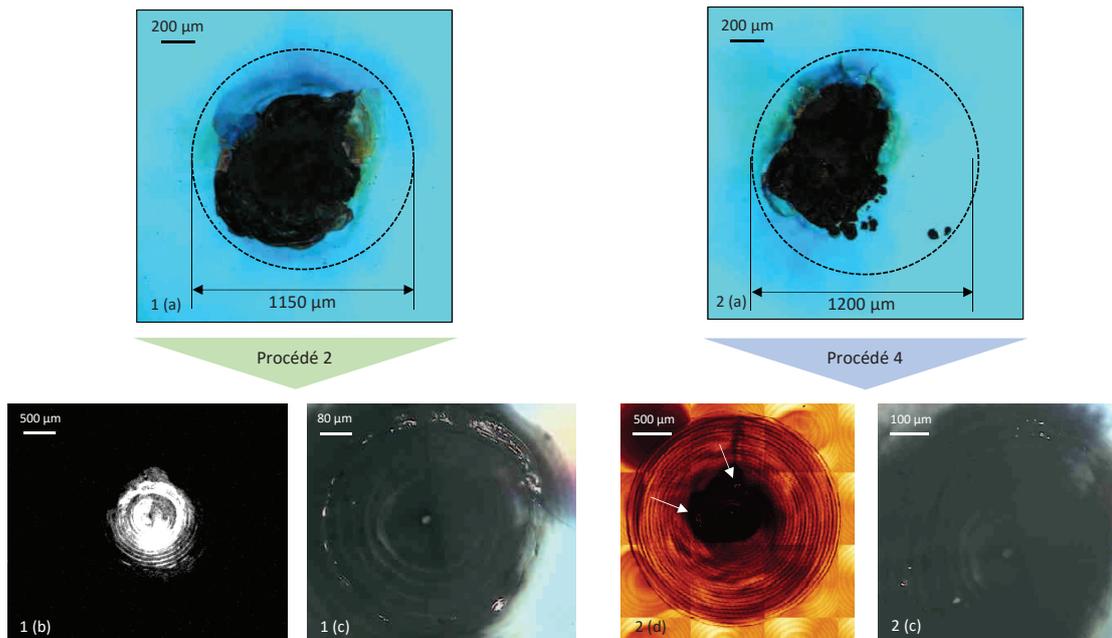


FIGURE 4.51 – Observations au microscope de deux sites endommagés 1 (a) et 2 (a). Après stabilisations : observations par imagerie DMS (b), microscope optique (c) et microscopie confocale (d).

4.5 Refonte de défauts d'aspects des réseaux de diffraction du LMJ

Les dernières sections d'une ligne du LMJ ont pour but de transporter, convertir et focaliser les faisceaux qui ont été préalablement amplifiés à 1053 nm. La conversion et la focalisation sont effectuées par le bloc nommé Système de Conversion de Fréquence (SCF) schématisé sur la figure 4.52. La conversion en fréquence s'effectue avec des cristaux, dits doubleur et tripleur, de KDP (KH_2PO_4). Un réseau dit "réseau 3ω " est utilisé à incidence 25° pour dévier de 50° et focaliser la lumière à la longueur d'onde de 351 nm au centre de la chambre d'expérience. Les restes de faisceau à 1053 nm et 526 nm, non convertis, sont déviés suffisamment différemment du faisceau principal à 355 nm pour ne pas entrer dans la chambre d'expérience et aller dans des absorbants. La différence de chemin optique introduite par l'utilisation du réseau 3ω est compensée par l'utilisation d'un réseau supplémentaire placé avant la conversion en fréquence, nommé "réseau 1ω " et

fonctionnant à la longueur d'onde de 1053 nm.

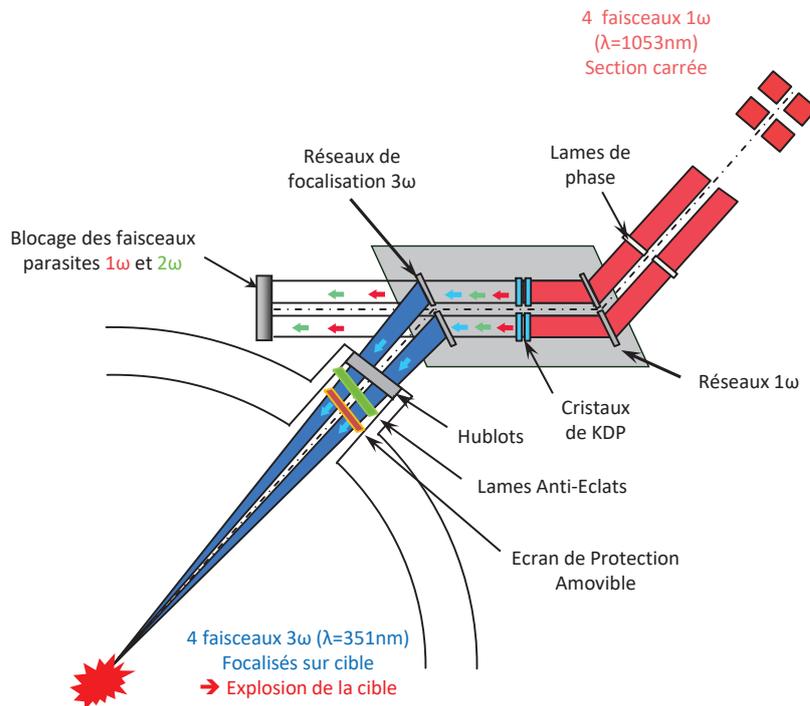


FIGURE 4.52 – Système de conversion de fréquence et de focalisation du LMJ.

La fabrication des réseaux pour le LMJ nécessite des étapes utilisant des moyens de haute technologie. Les quatre principales étapes sont : la fabrication du bloc matière, l'ébauchage et le polissage, la gravure et le dépôt d'un traitement anti-reflet sur la face non gravée. La gravure est assurée par une méthode de photolithographie, schématisée sur la figure 4.53. Un dépôt de photorésine, qui se dégrade en présence de lumière, est appliqué à la surface du substrat de silice polie. Des franges d'interférences, dont le profil dépend du type de réseau souhaité, sont projetées pour "enregistrer" le motif de gravure. Par la suite, la résine se dégrade (étape de révélation). Enfin, la silice est gravée et une série de nettoyages successifs est réalisée pour éliminer les résidus de résine.

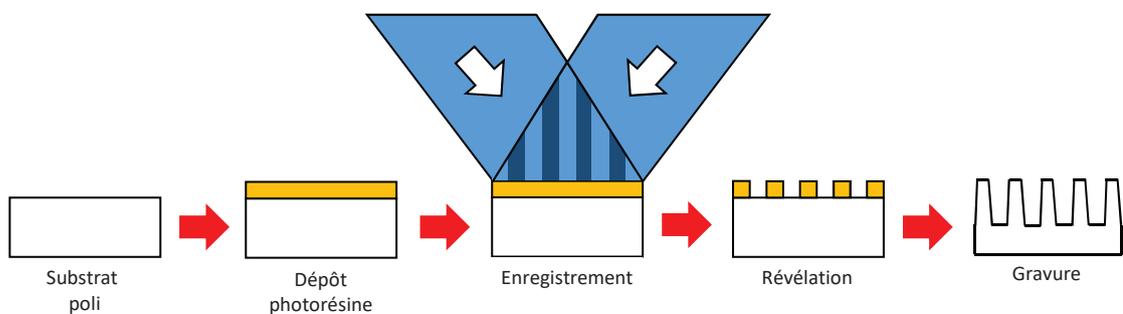


FIGURE 4.53 – Représentation schématique des différentes étapes de fabrication d'un réseau 1ω du LMJ.

4.5.1 Les défauts d'aspect

Lors des différentes étapes de fabrication présentées dans la figure 4.53, plusieurs incidents peuvent créer des défauts de gravure. On peut citer par exemple des surépaisseurs provoquées par des particules déposées lors de la gravure, des traits arrachés ou encore des absences de gravure causées par une particule lors de l'enregistrement. Ces défauts peuvent être de dimensions et de morphologies variables. Les défauts de gravure sont spécifiques à la face gravée des réseaux de diffraction. Des études sont en cours au CEA CESTA afin de les classer et de déterminer leur criticité. Dans un premier temps, la résistance à l'endommagement laser a été testée et a montré que ces défauts ne sont pas des précurseurs d'endommagement. Par la suite, les surintensités liées à la propagation à travers des défauts et des cratères ont été mesurées. Cette mesure se fait sur un banc expérimental du CEA qui est utilisé pour caractériser les réseaux 3ω . Pour notre étude, nous avons simplement pris l'image, à 700 mm du réseau, du faisceau diffracté par le réseau.

Par exemple, il a été observé qu'un défaut sur un réseau 3ω , dont l'observation au microscope est donné sur la figure 4.54 (a), génère des modulations d'intensité sous forme d'anneaux concentriques (figure 4.54 (b)) dont la zone principale atteint un facteur de surintensités supérieur à 1,3 à une distance de propagation de 700 mm.

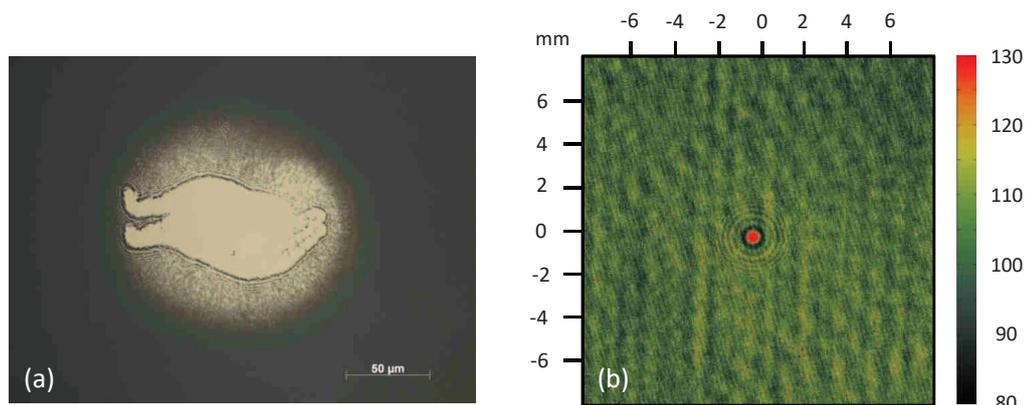


FIGURE 4.54 – (a) Observation d'un défaut sur un réseau 3ω et (b) ses surintensités à une distance de propagation de 700 mm.

Actuellement lorsqu'un défaut de gravure n'est pas acceptable, la seule solution est de repolir le substrat du réseau. La présence de ces défauts a donc un impact important sur le coût et le délai de fabrication.

Au cours de cette thèse, nous avons étudié la possibilité d'utiliser le procédé par laser CO_2 afin d'éliminer ces défauts pour potentiellement diminuer les surintensités du front d'onde qu'ils génèrent sans affecter la résistance à l'endommagement des réseaux.

4.5.2 Refonte par laser CO_2

Les changements de viscosité de la silice avec la température peuvent être mis à profit pour effectuer le lissage d'une surface de silice présentant des structurations, type traits de

réseau. Ces effets ont notamment été étudiés par Shen *et al.* [4] pour extraire des valeurs de viscosité à haute température de la silice.

L'objectif de nos premiers travaux était de faire fondre localement (lisser) les traits du réseau de diffraction en silice afin de pouvoir éventuellement faire disparaître les défauts d'aspects. Dans un premier temps, des études préliminaires ont été menées pour trouver les paramètres d'irradiation permettant de fondre les traits du réseau sans affecter le substrat de silice. La hauteur des traits étant de 2 à 3 μm pour les réseaux 1ω et d'environ 700 nm pour les réseaux 3ω , nous nous sommes orientés vers des puissances laser de quelques watts. Différentes durées d'irradiations ont été testées : 100 μs , 300 μs , 1 ms, 10 ms, 100 ms, 1 s et 10 s. Pour chacune de ces durées, nous avons fait varier la puissance du laser pour trouver les paramètres permettant de fondre les motifs de gravure. La taille du faisceau est de 400 μm à $1/e^2$. Nous présentons sur la figure 4.55 ci-dessus les résultats obtenus pour une durée d'irradiation de 10 ms sur un réseau 3ω . Chaque cratère a été observé au microscope optique et mesuré au profilomètre optique. Notons que le même travail a été effectué sur les réseaux 1ω (étude paramétrique en fonction de la durée et la puissance).

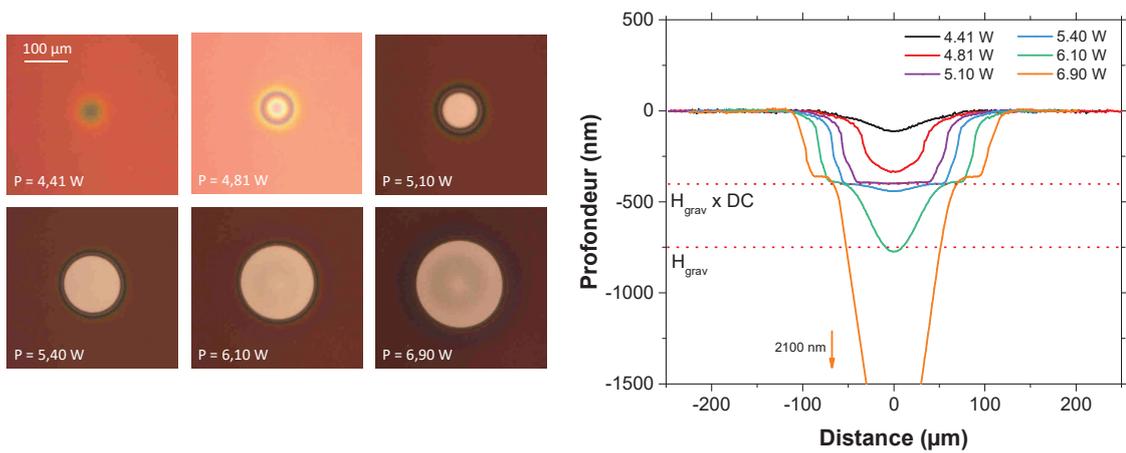


FIGURE 4.55 – A gauche : Observations au microscope de chaque cratère formé sur un réseau 3ω pour une durée d'irradiation de 10 ms. La puissance du tir est indiquée et l'échelle est la même pour toutes les images. A droite : profondeur des cratères obtenus pour différentes puissances. Les deux limites correspondant à la hauteur de la gravure initiale (H_{grav}) et à la hauteur initiale multipliée par le rapport cyclique ($H_{grav} \times DC$) sont également représentées (traits rouge pointillé)

A partir de ces données, nous distinguons quatre catégories de cratères :

- *une cuvette* : sa morphologie est arrondie et sa profondeur inférieure au produit hauteur de gravure (H_{grav}) par le rapport cyclique des traits du réseau (DC). Ce rapport cyclique correspond en première approximation à l'épaisseur du trait sur la période spatiale (images nomarski correspondantes : $P = 4,41 \text{ W}$ et $4,81 \text{ W}$).
- *un plateau* : le fond du cratère est à un niveau constant, formant un plateau, dont la hauteur vaut $H_{grav} \times DC$ ($P = 5,10 \text{ W}$).
- *un petit cratère* : on observe un creusement du plateau en son centre avec une profondeur inférieure à la hauteur de la gravure ($P = 5,40 \text{ W}$ et $6,10 \text{ W}$).

— *un gros cratère* : dans ce cas la profondeur du cratère est supérieure à la hauteur de gravure ($P = 6,9 \text{ W}$).

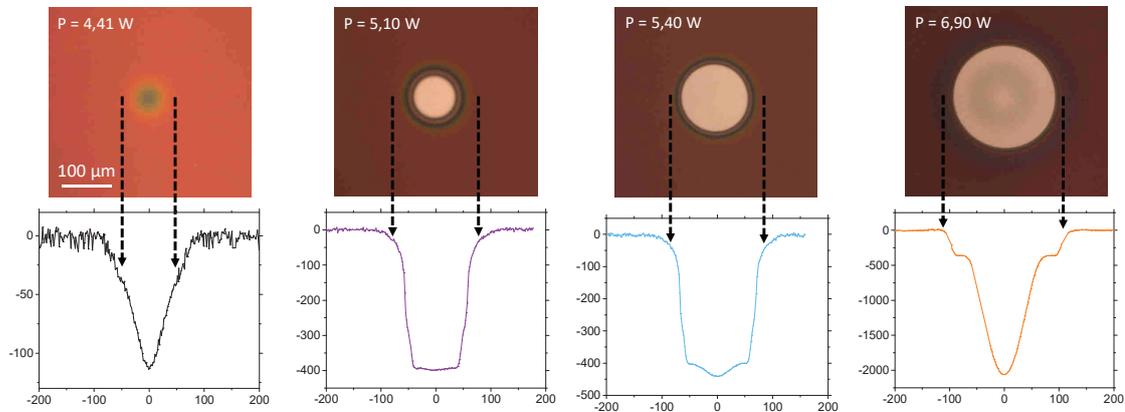


FIGURE 4.56 – Observations au microscope des cratères formés dans le réseau 3ω à 4 puissances laser ainsi que les profils associés : 4,41 W (tracé noir), 5,1 W (tracé violet), 5,4 W (tracé bleu) et 6,9 W (tracé orange)

A partir de ces caractérisations, nous avons corrélié les mesures obtenues au profilomètre optique aux observations par microscopie. Le but est d'étudier la possibilité d'identifier, dans la suite de nos études, quel type de cratère a été formé uniquement avec une observation au microscope. Ainsi, on remarque que le cratère de type "cuvette" (figure 4.56 $P = 4,41 \text{ W}$) ne présente que des irisations. On retrouve ces dernières en périphérie des "plateaux" et des "cratères", le centre apparaissant en blanc (figure 4.56 $P = 5,10 \text{ W}$, $5,40 \text{ W}$ et $6,90 \text{ W}$). De plus, il est possible de distinguer le cratère "plateau" d'un cratère creusé car ce dernier présente une zone centrale plus sombre correspondant au cratère plus profond ($P = 6,90 \text{ W}$).

Notons que pour un plateau, l'épaisseur des irisations est plus grande. Cette zone est la transition entre le plateau et les gravures non affectées par le tir laser. Des mesures ont été effectuées par Microscopie à Force Atomique (AFM) pour caractériser cette zone et observer comment les traits s'organisent après la fonte du réseau. Pour cela, nous avons réalisé un cratère sur un réseau 1ω (plus facile à caractériser à l'AFM) dont la mesure du profil est présentée sur la figure 4.57 (a)). La mesure AFM a été réalisée dans la zone de transition (figure 4.57) et montre que le tir par laser CO_2 vient lisser et refondre les traits du réseau. La hauteur du plateau, par rapport au substrat de silice (situé en $y = 0$ sur le tracé) se situe à mi hauteur entre le haut et le bas des traits du réseau, en accord avec le rapport cyclique d'un réseau 1ω qui est de 50 %.

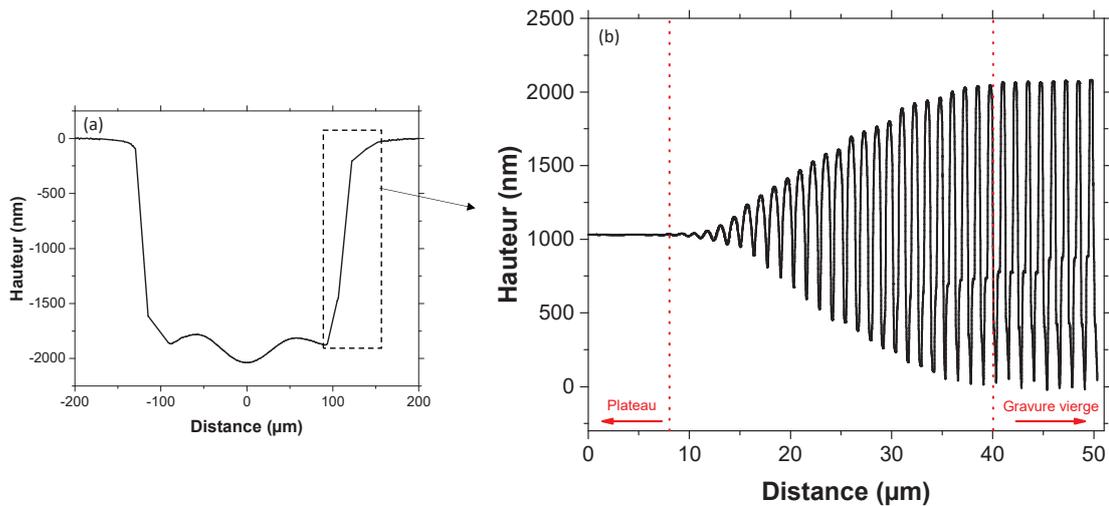


FIGURE 4.57 – (a) Profil complet obtenu par profilométrie optique d'un cratère type "petit cratère" obtenu après un tir par laser CO₂ de 10 s à 2,3 W et (b) résultat de la mesure obtenue par AFM dans la zone de transition.

En chauffant localement par laser CO₂ un réseau de silice, il est possible d'aplanir les traits du réseau grâce à un changement de la viscosité avec la température et des effets de fluage et capillarité. La technique semble donc tout à fait appropriée et simple à mettre en œuvre pour refondre localement les traits d'un réseau de silice et diminuer les surintensités dans la direction du faisceau. Des premiers essais, dont on présente les résultats dans la figure 4.58, confirment cette hypothèse. Lors de ces expériences, nous avons effectué des tirs uniques (a et b) mais également en déplaçant le faisceau (c).

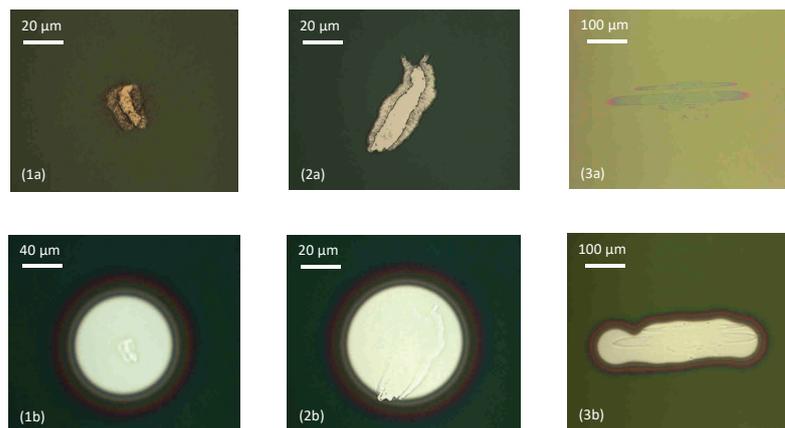


FIGURE 4.58 – Observations au microscope de trois défauts d'aspect avant (a) et après irradiation par laser CO₂ (b).

Nous présentons dans la suite de ce chapitre les premières études menées sur la résistance au flux laser des cratères CO₂ sur réseau et sur les déformations du front d'onde

qu'ils génèrent. Notons que, au moment d'écrire ce manuscrit, nous disposons uniquement des résultats sur les réseaux 3ω .

4.5.3 Résistance au flux laser

Une campagne d'expérimentations a été menée pour déterminer la tenue au flux laser des cratères présentés précédemment sur un réseau 3ω . Pour ces essais, nous avons tout d'abord exploité les fluences qui ont été vues par le "plateau" des cratères CO_2 (traits pleins sur la figure 4.59). Comparé à la résistance à l'endommagement d'un réseau n'ayant pas subi un tir CO_2 (tracé noir plein), ces résultats montrent que la probabilité d'endommagement est améliorée. Ceci est probablement dû à un effet de "recuit" comme montré dans la section 4.2.2 de ce chapitre.

Dans un second temps, les données ont été traitées afin de caractériser l'endommagement laser dans la zone de transition entre les traits du réseau et le plateau du cratère CO_2 . Bien que la métrologie utilisée (détection de la position du tir de test d'endommagement et son dépointé) ne soit pas optimisée, on remarque que les valeurs obtenues (traits en pointillés) sont au moins équivalentes à celles du réseau vierge (trait noir en trait plein).

Ces premiers résultats, sur réseau 3ω sont prometteurs car ils montrent que l'irradiation CO_2 n'influence pas la résistance à l'endommagement du réseau, bien au contraire.

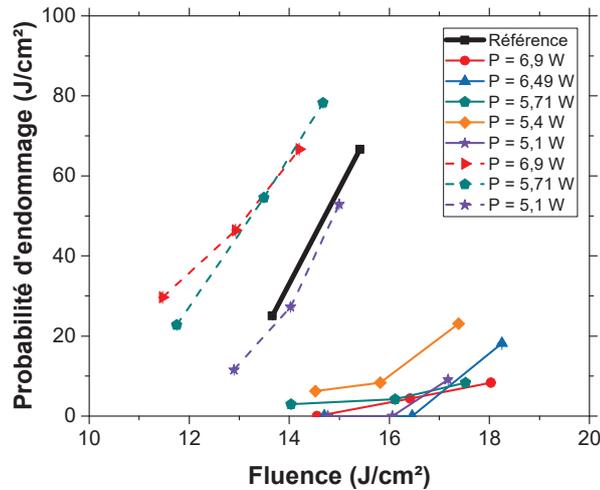


FIGURE 4.59 – Probabilités d'endommagement (procédure 1on1, 355 nm, 2,5 ns) en fonction de la fluence appliquée sur des cratères CO_2 formés dans un réseau 3ω à différentes puissances (représentées par différentes couleurs). Deux cas sont représentés : les résultats au centre du cratère, sur le "plateau" (tracés pleins) et quelques résultats dans la zone de transition entre le plateau et les traits du réseaux (tracés en pointillé). On représente également le résultat pour un réseau vierge (tracé en noir).

4.5.4 Propagation

Des études ont également été menées pour étudier l'impact de l'irradiation par laser CO_2 sur la propagation. Nous remarquons que seuls les gros cratères (figure 4.60 (c))

gènèrent des surintensités visibles. Les surintensités créées par les cuvettes et les petits cratères (figure 4.60 (a) et (b)) sont faibles et tout à fait acceptables pour le LMJ.

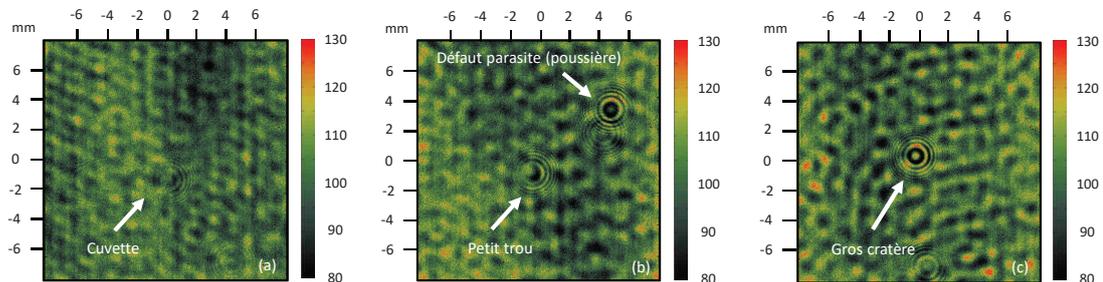


FIGURE 4.60 – Surintensités générées après propagation sur plusieurs dizaines de millimètres pour trois catégories de cratères : une cuvette (a), un plateau (b) et un gros cratère (c).

Finalement, ces études préliminaires sur le traitement par laser CO_2 de défauts de fabrication des réseaux 1ω et 3ω montrent qu'il est possible de lisser les traits de gravure, afin de limiter les effets néfastes de ces défauts. Une étude paramétrique, sur les deux types de réseaux, a été menée afin de trouver les paramètres d'irradiation adaptés à notre objectif. Nous avons également montré que ce traitement local n'avait pas d'impact sur la résistance à l'endommagement laser d'un réseau 3ω . Des travaux similaires sont en cours sur les réseaux 1ω qui devraient probablement aller dans le même sens. De plus, des études sur les déformations du front d'onde générées au passage des défauts sont menées actuellement : l'objectif de ces travaux est d'étudier l'impact de la refonte par laser CO_2 sur un défaut générant de fortes surintensités.

4.6 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les procédés de stabilisation de dommages utilisés et développés au cours de cette thèse. Dans un premier temps, nous avons décrit les différentes techniques déjà en place permettant d'arrêter la croissance de dommages lasers de dimensions micrométriques. Par un déplacement de l'échantillon pendant le tir de stabilisation, il est également possible de traiter un défaut de type rayure de quelques millimètres de longueur. Par la suite, nous avons présenté le principe, le développement et les études menées sur le nouveau procédé de stabilisation appliqué aux dommages de dimensions millimétriques. La dernière partie de ce chapitre était consacrée aux études préliminaires sur le traitement par laser CO_2 de défauts sur les réseaux de diffraction du LMJ. Les résultats obtenus sur les réseaux type 3ω sont prometteurs et des études sont prévues sur les réseaux type 1ω et sur des défauts réels.

Conclusion et perspectives

Ce travail de thèse avait pour objectifs l'étude de la stabilisation de dommages laser sur silice et particulièrement le développement d'un procédé applicable à des sites endommagés de dimensions millimétriques.

Pour atteindre ces objectifs, nous avons tout d'abord développé un modèle numérique et réalisé des études théoriques afin de mieux appréhender les interactions thermiques et thermo-mécaniques mises en jeu lors de l'interaction laser-matière. Nous avons validé les paramètres d'entrées du modèle thermique, notamment la conductivité thermique de la silice, la définition de la source de chaleur et les pertes par rayonnement par des confrontations expérimentales. Nous obtenons finalement un très bon accord entre les résultats expérimentaux et numériques. Par la suite, il serait intéressant d'effectuer des mesures complémentaires (par thermographie infrarouge par exemple) de températures pour des irradiations plus courtes (< 50 ms) et des puissances laser plus élevées (> 20 W) pour aller plus loin dans cette voie. Au cours de nos études, nous avons également utilisé un modèle thermodynamique permettant de décrire les transformations de la silice lors de l'irradiation laser afin de prédire la morphologie du cratère formé. Cependant, si un très bon accord est obtenu pour des durées longues, les morphologies calculées semblent moins correctes lorsque l'on utilise des durées d'irradiations courtes (< 50 ms) et des fortes puissances (> 20 W). Des travaux sont nécessaires pour améliorer notre compréhension dans cette gamme de durées. Le modèle thermique 3D nous a permis de simuler le déplacement d'un faisceau laser. Combinée au modèle thermodynamique, la simulation du déplacement du faisceau laser sur l'échantillon présente des résultats cohérents avec l'expérience. Nous avons notamment montré le cas d'un déplacement linéaire dans la silice et dont les profils expérimental et numérique sont similaires. De plus, cet outil peut être utilisé pour choisir les paramètres optimaux d'irradiation afin d'éviter le cumul de chaleur pendant le déplacement du faisceau.

Les études numériques sur les contraintes résiduelles, apparaissant lors du refroidissement rapide de la silice après le tir laser, présentent de très bons résultats : dans une large gamme de puissance laser et de durée d'irradiation, le modèle prédit la position des contraintes maximales présentes autour du cratère. De plus, une étude expérimentale récemment menée, visant à évaluer le déphasage dans la silice, présente des résultats prometteurs : la technique de mesure permet de caractériser quantitativement la direction, l'extension, la position et le niveau des contraintes créées lors du procédé laser. Les comparaisons avec les résultats numériques montrent que quelques ajustements et des études expérimentales complémentaires sont à envisager. Par ailleurs, les calculs de température fictive dans la silice, permettant de déterminer la zone affectée thermiquement par le procédé laser, ont été validés par une étude expérimentale mettant en œuvre un traitement chimique par acidage de la surface. Des travaux expérimentaux et numériques sur l'effet

d'un traitement thermique de type recuit global par un four à haute température ont montré la possibilité de cette technique pour réduire les contraintes résiduelles et réduire les probabilités d'endommagement des sites CO₂.

Parallèlement, nous avons mis en place à l'Institut Fresnel un nouveau banc d'expérimentations pour faire du micro-usinage par laser CO₂ des dommages laser. Dans un premier temps, des études paramétriques sur les conditions d'irradiations ont été réalisées pour obtenir une structure de forme conique englobant les sites endommagés. Dans un second temps, nous avons travaillé sur les critères de validation du procédé afin de l'optimiser. D'une part, des études expérimentales et numériques sur les déformations du front d'onde ont montré qu'il est important de réduire le rebond en périphérie du cratère formé. En effet, ce rebond forme des surintensités pouvant produire des focalisations indésirables sur les optiques placées en aval. D'autre part, des travaux sur la résistance au flux laser des sites stabilisés montrent la forte influence des débris re-déposés autour du cratère. Nous avons montré que la diminution de ces débris par différents moyens, tel qu'une aspiration pendant le procédé ou un traitement chimique par acidage post-procédé, améliore le seuil d'endommagement des sites CO₂. Pour poursuivre ces études, on peut imaginer une optimisation du système d'aspiration. Par exemple, en utilisant un système d'aspiration à fort débit ou en menant des études numériques de mécanique des fluides sur les flux d'air et de vapeurs de silice dans le but de concevoir une buse parfaitement adaptée aux vitesses d'éjection. Une étude complémentaire sur le traitement chimique par acidage permettrait également de définir quelle épaisseur minimale de silice il faut retirer pour d'obtenir le seuil d'endommagement souhaité.

Une des dernières études menées consistait à tester le procédé de stabilisation sur des dommages. Ces travaux ont montré que ce procédé permet la stabilisation de dommages de grandes dimensions (largeur < 750 µm et profondeur < 300 µm). Ils ont également mis en évidence la nécessité de classer les dommages selon leurs dimensions et leur morphologie afin d'appliquer la procédure la plus adaptée. Nous avons également étudié des cas limites de dommage afin de définir quelques critères de réussite de la stabilisation à partir de différents moyens d'observations. L'objectif à long terme est d'avoir une procédure automatisée qui, à partir de son observation, classe le dommage selon sa dimension latérale, sa morphologie et sa position sur le composant (face d'entrée ou face de sortie), lui applique le procédé de stabilisation le plus adapté et le valide par différents moyens de caractérisation et d'observation, que nous avons commencé à étudier aux cours de ces travaux.

Enfin, nous avons étudié la faisabilité d'une technique par laser CO₂ afin de traiter les défauts d'aspect des réseaux de diffraction en silice. Nous avons présenté dans ce manuscrit les premières études menées qui nous ont permis de définir les paramètres d'irradiation pour la refonte des traits des deux types de réseau 1ω et 3ω. De plus, des premiers travaux sur la résistance à l'endommagement laser des cratères formés et sur les déformations du front d'onde générées, sur les réseaux 3ω présentent des résultats très prometteurs. Par la suite, des études similaires vont être menées sur les réseaux 1ω et sur des défauts réels.

Les travaux de cette thèse ont permis de définir le banc de réparation mis en place au CEA-CESTA pour travailler sur les composants optiques du LMJ. J'ai participé à la mise en fonctionnement de cette installation qui est opérationnelle et qui va être testée pour réparer et recycler des hublots endommagés du LMJ.

Annexes

Calculs

Polariscope

A partir de la représentation schématique (figure 4.61), l'objectif du calcul présenté ci-dessous est de calculer l'intensité du champ électrique en sortie de l'analyseur (zone 3). C'est à cette grandeur que la caméra CCD est sensible.

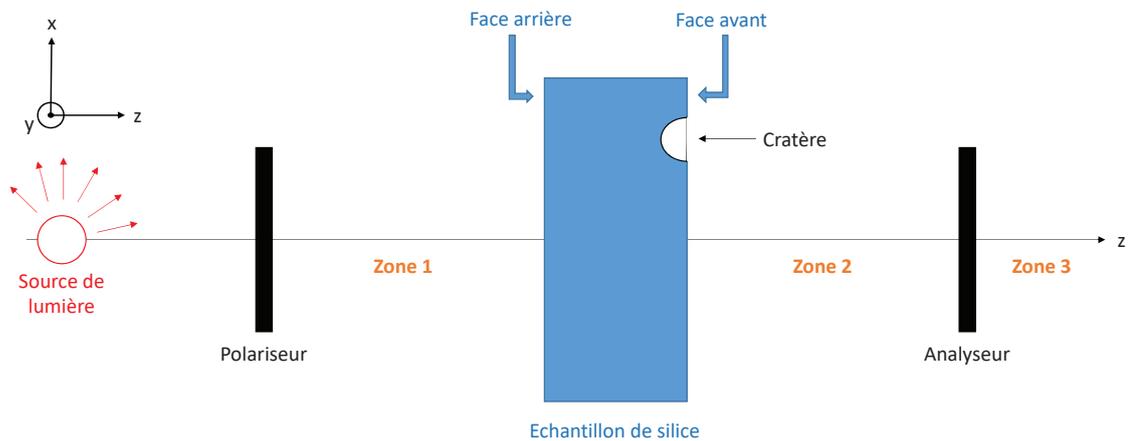


FIGURE 4.61 – Schéma théorique du polariscope.

Avant de démarrer le calcul, un rappel des hypothèses sur la biréfringence : elle est de symétrie circulaire et se découpe en une partie radiale et une partie tangentielle (figure 4.62).

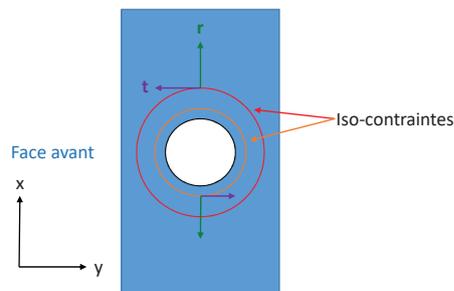


FIGURE 4.62 – Illustration des hypothèses sur la biréfringence.

On étudie l'évolution de champ électrique E au passage des différents éléments du montage :

- **Zone 1** : Après passage dans le polariseur, la lumière est polarisée rectilignement dans le plan XY . Le champ électrique a pour expression $Ee^{i\omega t}$, en notation complexe, dans une direction repérée par l'angle α (E est l'amplitude, $e^{i\omega t}$ est le terme traduisant l'oscillation périodique temporelle). Il conserve cette direction jusqu'à la face arrière de l'échantillon (l'air isotrope ne modifie pas la polarisation). Pour visualiser l'influence de la biréfringence, on exprime le champ électrique dans la base (r,t) ; M étant un point quelconque de la face avant repéré par l'angle ϕ :

$$\left(E \cos(\phi - \alpha)e^{i\omega t}, -E \sin(\phi - \alpha)e^{i\omega t} \right) \quad (4.2)$$

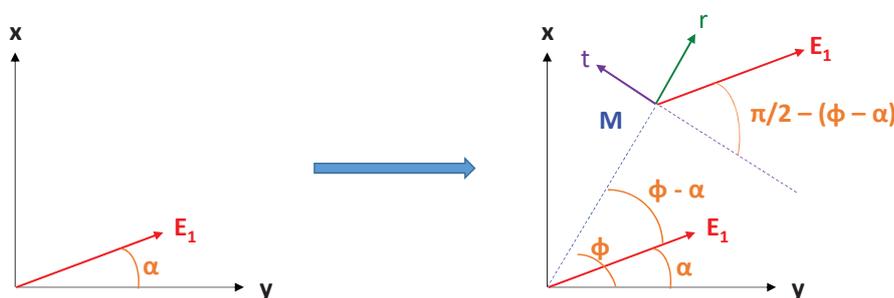


FIGURE 4.63 – Décomposition du champ électrique dans la base (r,t) .

- **Zone 2** : Lors de leur propagation dans l'échantillon, les composantes radiale et tangentielle du champ électrique vont peu à peu rencontrer des indices de réfraction différents et donc se propager à des vitesses différentes ; elles se déphasent progressivement l'une par rapport à l'autre si bien qu'en sortie d'échantillon, la polarisation devient localement elliptique (les composantes n'étant plus en phase, leur résultante ne se retrouve plus tout le temps dans la même direction). Le déphasage total introduit par l'échantillon est noté Δ , nous l'appliquons arbitrairement à la composante tangentielle :

$$\left(E \cos(\phi - \alpha)e^{i\omega t}, -E \sin(\phi - \alpha)e^{i\omega t}e^{i\Delta} \right) \quad (4.3)$$

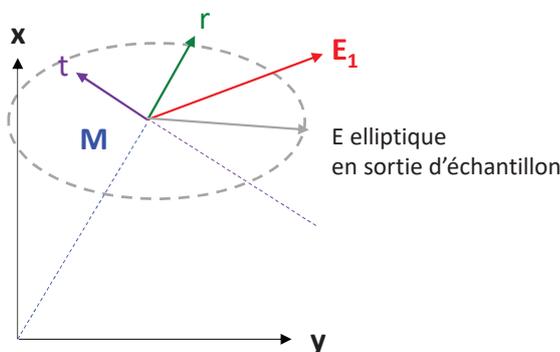


FIGURE 4.64 – Polarisation elliptique du champ électrique en sortie d'échantillon.

- **Zone 3** : En sortie d'échantillon, chaque rayon lumineux possède donc sa propre polarisation. Ceux n'ayant pas rencontré de zone biréfringente sont toujours polarisés rectilignement ; ils ne passeront pas à travers l'analyseur dont la direction de polarisation est perpendiculaire. En revanche, pour les rayons qui sont devenus polarisés elliptiquement à cause de la biréfringence, la composante orientée suivant l'axe de l'analyseur passera à travers celui-ci (l'ellipse décrite par le champ électrique est d'autant plus excentrée que la biréfringence rencontrée a été forte). Pour chaque rayon, on obtient le champ électrique résultant en sortie de l'analyseur, en projetant les composantes radiale et tangentielle selon sa direction de polarisation.

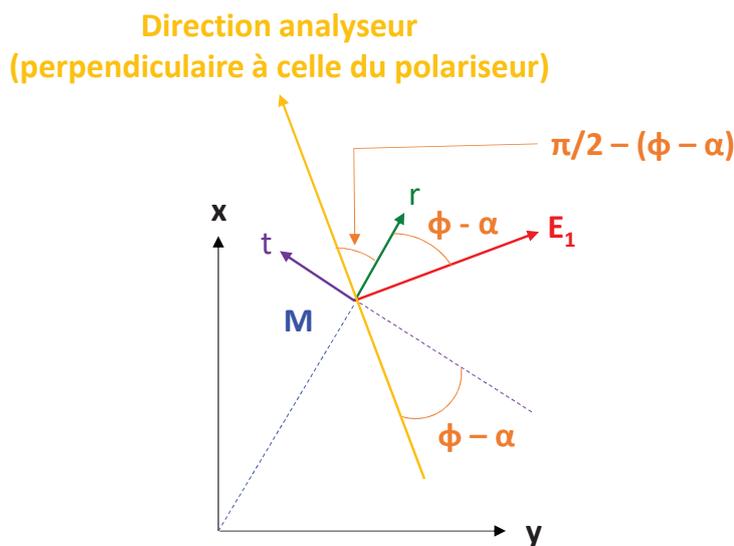


FIGURE 4.65 – Projections des composantes radiale et tangentielle selon la direction de l'analyseur.

Projection de la composante radiale :

$$E \cos(\phi - \alpha) e^{i\omega t} \sin(\phi - \alpha) \quad (4.4)$$

Projection de la composante tangentielle :

$$- E \sin(\phi - \alpha) e^{i\omega t} e^{i\Delta} \sin(\phi - \alpha) \quad (4.5)$$

On somme ensuite ces deux contributions pour obtenir le champ électrique E_f résultant (il aurait fallu les soustraire si on avait fait le choix au départ de rendre positives les deux composantes du champ) :

$$E_f = E \cos(\phi - \alpha) e^{i\omega t} \sin(\phi - \alpha) - E \sin(\phi - \alpha) e^{i\omega t} e^{i\Delta} \sin(\phi - \alpha) \quad (4.6)$$

$$E_f = E e^{i\omega t} \cos(\phi - \alpha) \sin(\phi - \alpha) (1 - e^{i\Delta}) \quad (4.7)$$

$$E_f = E e^{i\omega t} \cos(\phi - \alpha) \sin(\phi - \alpha) e^{i\frac{\Delta}{2}} (e^{i\frac{\Delta}{2}} - e^{-i\frac{\Delta}{2}}) \quad (4.8)$$

$$E_f = E e^{i\omega t} \cos(\phi - \alpha) \sin(\phi - \alpha) e^{i\frac{\Delta}{2}} 2i \sin\left(\frac{\Delta}{2}\right) \quad (4.9)$$

L'intensité correspondante I_f est donnée par : $I_f = |E_f|^2$.

On obtient finalement :

$$I_f = I_0 \cos^2(\phi - \alpha) \sin^2(\phi - \alpha) \sin^2\left(\frac{\Delta}{2}\right) \quad (4.10)$$

On remarque alors que I_f s'annule en tout point où :

- $\Delta = 0$: retard nul donc absence de biréfringence.
- $\phi = \alpha$: le point se trouve sur la droite définie par la direction de polarisation du polariseur.
- $\phi = \alpha + \frac{\pi}{2}$: le point se trouve sur la droite définie par la direction de polarisation de l'analyseur.

Expérimentalement, on observe qu'on retrouve bien les zones où l'intensité est nulle, les régions éloignées du cratère où il n'y a pas de biréfringence et la "croix" formée par les deux directions de polarisations perpendiculaires du polariseur et de l'analyseur.

Déformations - Contraintes

D'une part, à partir des éléments du tenseur des déformations, on a :

$$n_r = n_0 - \frac{1}{2} [p_{11}\epsilon_r + p_{12}(\epsilon_\phi + \epsilon_z)] \quad (4.11)$$

$$n_\phi = n_0 - \frac{1}{2} [p_{11}\epsilon_\phi + p_{12}(\epsilon_r + \epsilon_z)] \quad (4.12)$$

$$n_z = n_0 - \frac{1}{2} [p_{11}\epsilon_z + p_{12}(\epsilon_r + \epsilon_\phi)] \quad (4.13)$$

Les expressions analogues, en fonction des éléments du tenseur des contraintes, sont [144] :

$$n_r = n_0 - \frac{1}{2} [q_{11}\sigma_r + q_{12}(\sigma_\phi + \sigma_z)] \quad (4.14)$$

$$n_\phi = n_0 - \frac{1}{2} [q_{11}\sigma_\phi + q_{12}(\sigma_r + \sigma_z)] \quad (4.15)$$

$$n_z = n_0 - \frac{1}{2} [q_{11}\sigma_z + q_{12}(\sigma_r + \sigma_\phi)] \quad (4.16)$$

Or, les déformations et contraintes sont liées par les relations suivantes :

$$\epsilon_r = \left(\frac{1}{E}\right) (\sigma_r + \nu(\sigma_\phi - \sigma_z)) \quad (4.17)$$

$$\epsilon_\phi = \left(\frac{1}{E}\right) (\sigma_\phi + \nu(\sigma_z - \sigma_r)) \quad (4.18)$$

$$\epsilon_z = \left(\frac{1}{E}\right) (\sigma_z + \nu(\sigma_r - \sigma_\phi)) \quad (4.19)$$

avec E le module de Young et ν le coefficient de Poisson.

A partir de ces trois systèmes d'équation, il vient :

$$q_{11} = \left(\frac{1}{E}\right) (p_{11} - 2\nu p_{12}) \quad (4.20)$$

$$q_{12} = \left(\frac{1}{E}\right) (p_{12} - \nu(p_{11} + p_{12})) \quad (4.21)$$

De plus, à partir de 4.14 et 4.15, on a la biréfringence B :

$$B = \Delta n = n_r - n_\phi = \frac{1}{2} n_0^3 (q_{11} - q_{12}) (\sigma_r - \sigma_\phi) \quad (4.22)$$

En posant [127] le coefficient des contraintes optiques R :

$$R = \frac{1}{2} n_0^3 (q_{11} - q_{12}) \quad (4.23)$$

On a finalement :

$$B = \Delta n = n_r - n_\phi = R(\sigma_r - \sigma_\phi) \quad (4.24)$$

Publications et conférences liées à la thèse

Articles de revue

T. Doualle, L. Gallais, S. Monneret, S. Bouillet, A. Bourgeade, C. Ameil, L. Lamaignère and P. Cormont, "CO₂ laser microprocessing for laser damage growth mitigation of fused silica optics", accepted in *Optical Engineering* (2016).

T. Doualle, L. Gallais, P. Cormont, T. Donval, L. Lamaignère, and J. L. Rullier, "Effect of annealing on the laser induced damage of polished and CO₂ laser-processed fused silica surfaces", *Journal of Applied Physics* **119**, 213106 (2016).

T. Doualle, L. Gallais, P. Cormont, D. Hébert, P. Combis, and J.-L. Rullier, "Thermo-mechanical simulations of CO₂ laser–fused silica interactions", *Journal of Applied Physics* **119**, 113106 (2016).

T. Doualle, D. Hébert, P. Combis, C. Hecquet, L. Gallais and J.-L. Rullier, "Comparison between fused silica of type II and III after surface heating with a CO₂ laser", *Applied Physics A* **122**, 90 (2016).

D.-B. L. Douiti, M. Chrayteh, S. Aknoun, T. Doualle, C. Hecquet, S. Monneret, and L. Gallais, "Quantitative phase imaging applied to laser damage detection and analysis", *Applied Optics* **54**, 8375 (2015).

P. Cormont, A. Bourgeade, S. Cavaro, T. Donval, T. Doualle, G. Gaborit, L. Gallais, L. Lamaignère and J.-L. Rullier, "Relevance of Carbon Dioxide Laser to Remove Scratches on Large Fused Silica Polished Optics", *Advanced Engineering Materials* **17**, 253–259 (2015).

Conférences

T. Doualle, L. Gallais, S. Monneret, P. Cormont, S. Bouillet, A. Bourgeade, C. Ameil et L. Lamaignère, "Développement d'un procédé de micro-usinage laser pour le recyclage des optiques en silice du Laser MegaJoule", poster *Horizons de l'Optique* (2016)

T. Doualle, L. Gallais, S. Monneret, S. Bouillet, A. Bourgeade, C. Ameil, L. Lamaignère and P. Cormont, "Development of a laser damage growth mitigation process, based on CO₂ laser micro processing, for the Laser MegaJoule fused silica optics.", *Proceedings of SPIE* **10014**, 10014-6 (2016).

T. Doualle, L. Gallais, P. Cormont and J.-L. Rullier, "Heat treatment of fused silica optics repaired by CO₂ laser", *Proceedings of SPIE* **9632**, 963216 (2015).

T. Doualle, L. Gallais, P. Cormont, D. Hébert, P. Combis and J.-L. Rullier, "Simulations of CO₂ laser interaction with silica and comparison to experiments", *Proceedings of SPIE* **9237**, 92371 (2014).

Bibliographie

- [1] G. TAMMAN. « Der Glaszustand ». *Angewandte Chemie* **46** (1933), p. 541–541.
- [2] D. G. HOLLOWAY. « The physical properties of glass ». *Wykeham Publications* (1973), p. 189.
- [3] R. BRÜCKNER. « Properties and structure of vitreous silica I ». *Journal of Non-Crystalline Solids* **5** (1970), p. 123–175.
- [4] N. SHEN, M. J. MATTHEWS, J. E. FAIR, J. A. BRITTEN, H. T. NGUYEN, D. COOKE, S. ELHADJ et S. T. YANG. « Laser smoothing of sub-micron grooves in hydroxyl-rich fused silica ». *Applied Surface Science* **256** (2010), p. 4031–4037.
- [5] C. KITTEL. « Interpretation of the thermal conductivity of glasses ». *Physical Review* **75** (1949), p. 972–974.
- [6] R. KITAMURA, L. PILON et M. JONASZ. « Optical constants of silica glass from extreme ultraviolet to far infrared at near room temperature ». *Applied Optics* **46** (2007), p. 8118.
- [7] S. HUARD. *Polarization of light*. Masson. 1982.
- [8] A. FLUEGEL. « Glass viscosity calculation based on a global statistical modelling approach ». *Glass Technology-European Journal of Glass Science and Technology Part A* **48** (2007), p. 13–30.
- [9] M. H. LAI, K. S. LIM, D. S. GUNAWARDENA, H. Z. YANG, W. Y. CHONG et H. AHMAD. « Thermal stress modification in regenerated fiber Bragg grating via manipulation of glass transition temperature based on CO₂ laser annealing ». *Optics Letters* **40** (2015), p. 748.
- [10] *ISO 7884 - Verre - Viscosité et points viscosimétriques fixes*.
- [11] S.A. ARRHENIUS. « Über die Dissociationswärme und den Einfluß der Temperatur auf den Dissociationsgrad der Elektrolyte ». *Z. Phys. Chem.* **4** (1889), p. 96–116.
- [12] R. H. DOREMUS. « Viscosity of Silica ». *Journal of Applied Physics* **92** (2002), p. 7619.
- [13] *National Institute of Standards and Technology Standard Reference Materials Catalog*. Office of Standard Reference Materials, National Institute of Standards et Technology, 2004. 146 p.
- [14] A. Q. TOOL. « Relation between inelastic deformability and thermal expansion of glass in its annealing range ». *Journal of the American Ceramic society* **29** (1946), p. 240–253.

-
- [15] V. UHL, K. O. GREULICH et S. THOMAS. « Comparison of the influence of the fictive and the annealing temperature on the UV-transmission properties of synthetic fused silica ». *Applied Physics A* **65** (1997), p. 457–462.
- [16] C.K.N. PATTEL. « Continuous-Wave Laser Action on Vibrational-Rotational Transitions of CO₂ ». *Physical Review* **136** (1964), p. 1187–1193.
- [17] J. ZHAO, J. SULLIVAN, J. ZAYAC et T. D. BENNETT. « Structural modification of silica glass by laser scanning ». *Journal of Applied Physics* **95** (2004), p. 5475–5482.
- [18] J. E. SHELBY. « Density of vitreous silica ». *Journal of Non-Crystalline Solids* **349** (2004), p. 331–336.
- [19] U. HAKEN, O. HUMBACH, S. ORTNER et H. FABIAN. « Refractive index of silica glass : influence of fictive temperature ». *Journal of Non-Crystalline Solids* **265** (2000), p. 9–18.
- [20] D. B. FRASER. « Factors Influencing the Acoustic Properties of Vitreous Silica ». *Journal of Applied Physics* **39** (1968), p. 5868–5878.
- [21] S. CALIXTO, M. ROSETE-AGUILAR, F. J. SANCHEZ-MARIN et L. CASTAÑEDA-ESCOBAR. « Rod and spherical silica microlenses fabricated by CO₂ laser melting ». *Applied Optics* **44** (2005), p. 4547–4556.
- [22] G. A. J. MARKILLIE, H. J. BAKER, F. J. VILLARREAL et Denis R. HALL. « Effect of vaporization and melt ejection on laser machining of silica glass micro-optical components ». *Applied Optics* **41** (2002), p. 5660.
- [23] G. V. VÁZQUEZ, A. HARHIRA, R. KASHYAP et R. G. BOSISIO. « Micromachining by CO₂ laser ablation : Building blocks for a multiport integrated device ». *Optics Communications* **283** (2010), p. 2824–2828.
- [24] F. BARNIER, P. E. DYER, P. MONK, H. V. SNELLING et H. ROURKE. « Fibre optic jacket removal by pulsed laser ablation ». *Journal of Physics D : Applied Physics* **33** (2000), p. 757.
- [25] K. BOYD, N. SIMAKOV, A. HEMMING, J. DANIEL, R. SWAIN, E. MIES, S. REES, W. ANDREW CLARKSON et J. HAUB. « CO₂ laser-fabricated cladding light strippers for high-power fiber lasers and amplifiers ». *Applied Optics* **55** (2016), p. 2915.
- [26] K. BOYD, S. REES, N. SIMAKOV, J. M. O. DANIEL, R. SWAIN, E. MIES, A. HEMMING, W. A. CLARKSON et J. HAUB. « High precision 9,6 μm CO₂ laser end-face processing of optical fibres ». *Optics Express* **23** (2015), p. 15065.
- [27] S. HEIDRICH, E. WILLENBORG et A. RICHMANN. « Development of a Laser Based Process Chain for Manufacturing Freeform Optics ». *Physics Procedia* **12** (2011), p. 519–528.
- [28] P. DEPRez, C. F. MELIAN, F. BREABAN et J. F. COUTOULY. « Glass Marking with CO₂ Laser : Experimental Study of the Interaction Laser - Material ». *Journal of Surface Engineered Materials and Advanced Technology* **02** (2012), p. 32–39.
- [29] C. HERMANN. « Laser cutting of glass ». *SPIE Proceeding* **4102** (2000), p. 219–226.

-
- [30] K. L. WLODARCZYK, N. J. WESTON, M. ARDRON et D. P. HAND. « Direct CO₂ laser-based generation of holographic structures on the surface of glass ». *Optics Express* **24** (2016), p. 1447.
- [31] *ISO 11254-1- Determination of laser-induced damage threshold of optical surfaces - Part 1 : 1-on-1 test.*
- [32] Stéphanie PALMIER. « Etude de la pollution particulaire d'une chaîne laser de puissance ». Thèse de doct. 2007.
- [33] A. V. SMITH et B. T. DO. « Bulk and surface laser damage of silica by picosecond and nanosecond pulses at 1064 nm ». *Applied optics* **47** (2008), p. 4812–4832.
- [34] M. SPARKS, D. L. MILLS, R. WARREN, T. HOLSTEIN, A. A. MARADUDIN, L. J. SHAM, E. LOH et D. F. KING. « Theory of electron-avalanche breakdown in solids ». *Physical Review B* **24** (1981), p. 3519–3536.
- [35] A. M. RUBENCHIK et M. D. FEIT. « Initiation, growth, and mitigation of UV-laser-induced damage in fused silica ». *SPIE Proceeding* **4679** (2002), p. 79–95.
- [36] R. M. WOOD. *Laser Damage in Optical Materials*. A. Hilger, 1986. 162 p.
- [37] J. NEAUPORT, L. LAMAIGNERE, H. BERCEGOL, F. PILON et J.-C. BIROLLEAU. « Polishing-induced contamination of fused silica optics and laser induced damage density at 351 nm ». *Optics Express* **13** (2005), p. 10163.
- [38] R. W. HOPPER et D. R. UHLMANN. « Mechanism of Inclusion Damage in Laser Glass ». *Journal of Applied Physics* **41** (1970), p. 4023–4037.
- [39] L. GALLAIS, J. CAPOULADE, F. WAGNER, J. Y. NATOLI et M. COMMANDRÉ. « Analysis of material modifications induced during laser damage in SiO₂ thin films ». *Optics Communications* **272** (2007), p. 221–226.
- [40] S. PAPERNOV et A. W. SCHMID. « Correlations between embedded single gold nanoparticles in SiO₂ thin film and nanoscale crater formation induced by pulsed-laser radiation ». *Journal of Applied Physics* **92** (2002), p. 5720–5728.
- [41] F. BONNEAU, P. COMBIS, J.L. RULLIER, J. VIERNE, M. PELLIN, M. SAVINA, M. BROYER, E. COTTANCIN, J. TUAILLON, M. PELLARIN, L. GALLAIS, J.Y. NATOLI, M. PERRA, H. BERCEGOL, L. LAMAIGNÈRE, M. LOISEAU et J.T. DONOHUE. « Study of UV laser interaction with gold nanoparticles embedded in silica ». *Applied Physics B : Lasers and Optics* **75** (2002), p. 803–815.
- [42] L. SKUJA, H. HOSONO et M. HIRANO. « Laser-induced color centers in silica ». *SPIE Proceeding* **4347** (2001), p. 155–168.
- [43] Karell BIEN-AIMÉ. « Impact de l'environnement sur l'endommagement laser des optiques de silice du Laser MégaJoule ». Thèse de doct. 2009.
- [44] A. SALLEO, F. Y. GENIN, J. M. YOSHIYAMA, C. J. STOLZ et M. R. KOZLOWSKI. « Laser-induced damage of fused silica at 355 nm initiated at scratches ». *SPIE Proceeding* **3244** (1998), p. 341–347.
- [45] M. A. JOSSE, H. BERCEGOL, R. COURCHINOX, T. DONVAL, L. LAMAIGNÈRE, B. PUSSACQ et J. L. RULLIER. « Study of the evolution of mechanical defects on silica samples under laser irradiation at 355 nm ». *SPIE Proceeding* **6403** (2006), 64030E–64030E–7.

-
- [46] N. BLOEMBERGEN. « Role of Cracks, Pores, and Absorbing Inclusions on Laser Induced Damage Threshold at Surfaces of Transparent Dielectrics ». *Applied Optics* **12** (1973), p. 661.
- [47] H. BERCEGOL et P. GRUA. « Fracture related initiation and growth of surface laser damage in fused silica ». *SPIE Proceeding* **7132** (2008), 71321B–71321B–10.
- [48] P. E. MILLER, J. D. BUDE, T. I. SURATWALA, N. SHEN, T. A. LAURENCE, W. A. STEELE, J. MENAPACE, M. D. FEIT et L. L. WONG. « Fracture-induced subband-gap absorption as a precursor to optical damage on fused silica surfaces ». *Optics letters* **35** (2010), p. 2702–2704.
- [49] M. L. SPAETH, P. J. WEGNER, T. I. SURATWALA et M. C. NOSTRAND. « Optics Recycle Loop Strategy for NIF Operations Above UV Laser-Induced Damage Threshold ». *Fusion Science and Technology* **69** (2016).
- [50] T. SURATWALA, L. WONG, P. MILLER, M.D. FEIT, J. MENAPACE, R. STEELE, P. DAVIS et D. WALMER. « Sub-surface mechanical damage distributions during grinding of fused silica ». *Journal of Non-Crystalline Solids* **352** (2006), p. 5601–5617.
- [51] Y. ZHENG, P. MA, H. LI, Z. LIU et S. CHEN. « Studies on transmitted beam modulation effect from laser induced damage on fused silica optics ». *Optics Express* **21** (2013), p. 16605.
- [52] S. MAUGER, L. BERGÉ et S. SKUPIN. « Self-focusing versus stimulated Brillouin scattering of laser pulses in fused silica ». *New Journal of Physics* **12** (2010), p. 103049.
- [53] M. A. NORTON, L.W. HRUBESH, Z. WU, E. E. DONOHUE, M. D. FEIT, M. R. KOZLOWSKI, D. MILAM, K. P. NEEB, W. A. MOLANDER, A. M. RUBENCHIK, W. D. SELL et P. J. WEGNER. « Growth of laser-initiated damage in fused silica at 351 nm ». *SPIE Proceeding* **4347** (2001), p. 468–468.
- [54] M. A. NORTON, E. E. DONOHUE, W. G. HOLLINGSWORTH, J. N. MCELROY et R. P. HACKEL. « Growth of laser-initiated damage in fused silica at 527 nm ». *SPIE Proceeding* **5273** (2004), p. 236–243.
- [55] M. A. NORTON, E. E. DONOHUE, W. G. HOLLINGSWORTH, M. D. FEIT, A. M. RUBENCHIK et R. P. HACKEL. « Growth of laser initiated damage in fused silica at 1053 nm ». *SPIE Proceeding* **5647** (2005), p. 197–205.
- [56] G. RAZE, J. M. MORCHAIN, M. LOISEAU, L. LAMAIGNERE, M. A. JOSSE et H. BERCEGOL. « Parametric study of the growth of damage sites on the rear surface of fused silica windows ». *SPIE Proceeding* **4932** (2003), p. 127–135.
- [57] R. A. NEGRES, M. D. FEIT et S. G. DEMOS. « Dynamics of material modifications following laser-breakdown in bulk fused silica ». *Optics Express* **18** (2010), p. 10642–10649.
- [58] M. A. NORTON, J. J. ADAMS, C. W. CARR, E. E. DONOHUE, M. D. FEIT, R. P. HACKEL, W. G. HOLLINGSWORTH, J. A. JARBOE, M. J. MATTHEWS, A. M. RUBENCHIK et M. L. SPAETH. « Growth of laser damage in fused silica : diameter to depth ratio ». *SPIE Proceeding* **6720** (2007), 67200H–67200H–10.

- [59] M. A. NORTON, E. E. DONOHUE, M. D FEIT, R. P HACKEL, W. G. HOLLINGSWORTH, A. M. RUBENCHIK et M. L. SPAETH. « Growth of laser damage in SiO₂ under multiple wavelength irradiation ». *SPIE Proceeding* **5991** (2005), p. 599108–599108–12.
- [60] C. W. CARR, D. A. CROSS, M. A. NORTON et R. A. NEGRES. « The effect of laser pulse shape and duration on the size at which damage sites initiate and the implications to subsequent repair ». *Optics express* **19** (2011), A859–A864.
- [61] B. BERTUSSI, P. CORMONT, S. PALMIER, P. LEGROS et J. L. RULLIER. « Initiation of laser-induced damage sites in fused silica optical components ». *Optics Express* **17** (2009), p. 11469.
- [62] L. W. HRUBESH, M. A. NORTON, W. A. MOLANDER, E. E. DONOHUE, S. M. MARICLE, B. PENETRANTE, R. M. BRUSASCO, W. GRUNDLER, J. A. BUTLER, J. CARR, R. HILL, L. J. SUMMERS, M. D. FEIT, A. M. RUBENCHIK, M. H. KEY, P. J. WEGNER, A. K. BURNHAM, L. A. HACKEL et M. R. KOZLOWSKI. « Methods for mitigating surface damage growth in NIF final optics ». *SPIE Proceeding* **4679** (2002), p. 23–33.
- [63] C. L. BATTERSBY, L. M. SHEEHAN et M. R. KOZLOWSKI. « Effects of wet etch processing on laser-induced damage of fused silica surfaces ». *SPIE Proceeding* **3578** (1999), p. 446–455.
- [64] L. W. HRUBESH, M. A. NORTON, W. A. MOLANDER, P. J. WEGNER, M. C. STAGGS, S. G. DEMOS, J. A. BRITTEN, L. J. SUMMERS, E. F. LINDSEY et M. R. KOZLOWSKI. « Chemical etch effects on laser-induced surface damage growth in fused silica ». *SPIE Proceeding* **4347** (2001), p. 553–559.
- [65] Z. FANG, Y. ZHAO, S. CHEN, W. SUN et J. SHAO. « Method of mitigation laser-damage growth on fused silica surface ». *Applied Optics* **52** (2013), p. 7186.
- [66] R. N. RAMAN, R. A. NEGRES, M. J. MATTHEWS et C. W. CARR. « Effect of thermal anneal on growth behavior of laser-induced damage sites on the exit surface of fused silica ». *Optical Materials Express* **3** (2013), p. 765.
- [67] P. A. TEMPLE, W. H. LOWDERMILK et D. MILAM. « Carbon dioxide laser polishing of fused silica surfaces for increased laser-damage resistance at 1064 nm ». *Applied Optics* **21** (1982), p. 3249.
- [68] R. M. BRUSASCO, B. PENETRANTE, J. A. BUTLER et L. W. HRUBESH. « Localized CO₂-laser treatment for mitigation of 351-nm damage growth in fused silica ». *SPIE Proceeding* **4679** (2002), p. 40–47.
- [69] P. BOUCHUT, L. DELRIVE, D. DECRUPPE et P. GARREC. « Local refusion of silica by a continuous CO₂ laser for the mitigation of laser damage growth ». *SPIE Proceeding* **5252** (2004), p. 122–130.
- [70] J. FOLTA, M. NOSTRAND, J. HONIG, N. WONG, F. RAVIZZA, P. GERAGHTY, M. TARANOWSKI, G. JOHNSON, G. LARKIN, D. RAVIZZA, J. PETERSON, B. WELDAY et P. WEGNER. « Mitigation of laser damage on National Ignition Facility optics in volume production ». *SPIE Proceeding* **8885** (2013), 88850Z–88850Z–9.

- [71] I. L. BASS, G. M. GUSS et R. P. HACKEL. « Mitigation of laser damage growth in fused silica with a galvanometer scanned CO₂ laser ». *SPIE Proceeding* (2005). Sous la dir. de G. J. EXARHOS, A. H. GUENTHER, K. L. LEWIS, D. RISTAU, M. J. SOILEAU et C. J. STOLZ, p. 59910C–59910C–9.
- [72] S. PALMIER, L. GALLAIS, M. COMMANDRÉ, P. CORMONT, R. COURCHINOX, L. LAMAIGNÈRE, J. L. RULLIER et P. LEGROS. « Optimization of a laser mitigation process in damaged fused silica ». *Applied Surface Science* **255** (2009), p. 5532–5536.
- [73] T. A. LAURENCE, J. D. BUDE, N. SHEN, T. FELDMAN, P. E. MILLER, W. A. STEELE et T. SURATWALA. « Metallic-like photoluminescence and absorption in fused silica surface flaws ». *Applied Physics Letters* **94** (2009), p. 151114.
- [74] C. M. LIU, Y. JIANG, C. S. LUO, X. Y. SHI, W. REN, X. XIANG, H. J. WANG, S. B. HE, X. D. YUAN, H. B. LV, W. G. ZHENG et X. T. ZU. « The Structure Evolution of Fused Silica Induced by CO₂ laser Irradiation ». *Chinese Physics Letters* **29** (2012), p. 044211.
- [75] I. L. BASS, G. M. GUSS, M. J. NOSTRAND et P. J. WEGNER. « An improved method of mitigating laser-induced surface damage growth in fused silica using a rastered pulsed CO₂ laser ». *SPIE Proceeding* (2010), p. 784220.
- [76] P. CORMONT, L. GALLAIS, L. LAMAIGNÈRE, J. L. RULLIER, P. COMBIS et D. HEBERT. « Impact of two CO₂ laser heatings for damage repairing on fused silica surface ». *Optics Express* **18** (2010), p. 26068–26076.
- [77] M. D. FEIT, A. M. RUBENCHIK, C. D. BOLEY, M. D. ROTTER, G. J. EXARHOS, A. H. GUENTHER, N. KAISER, K. L. LEWIS, M. J. SOILEAU et Christopher J. STOLZ. « Development of a process model for CO₂ laser mitigation of damage growth in fused silica ». *SPIE Proceeding* (2004), p. 145–154.
- [78] R. M. VIGNES, T. F. SOULES, J. S. STOLKEN, R. R. SETTGAST, S. ELHADJ et M. J. MATTHEWS. « Thermomechanical Modeling of Laser-Induced Structural Relaxation and Deformation of Glass : Volume Changes in Fused Silica at High Temperatures ». *Journal of the American Ceramic Society* **96** (2013), p. 137–145.
- [79] L. GALLAIS, P. CORMONT et J. L. RULLIER. « Investigation of stress induced by CO₂ laser processing of fused silica optics for laser damage growth mitigation ». *Optics express* **17** (2009), p. 23488–23501.
- [80] L. YANG, W. LIAO, X. MIAO, X. YUAN, W. ZHENG, H. LV, G. ZHOU, X. ZU et X. XIANG. « Quantitative measurement of CO₂ laser-induced residual stress in fused silica optics ». *Optical Engineering* **54** (2015), p. 057105–057105.
- [81] Y. JIANG, X. XIANG, C. M. LIU, C. S. LUO, H. J. WANG, X. D. YUAN, S. B. HE, W. REN, H. B. LÜ, W. G. ZHENG et X. T. ZU. « Two localized CO₂ laser treatment methods for mitigation of UV damage growth in fused silica ». *Chinese Physics B* **21** (2012), p. 064219.
- [82] Y. JIANG, X. XIANG, C. M. LIU, H. J. WANG, W. LIAO, H. B. LV, X. D. YUAN, R. QIU, Y. J. YANG, W. G. ZHENG et X. T. ZU. « Effect of residual stress on laser-induced damage characterization of mitigated damage sites in fused silica ». *Journal of Non-Crystalline Solids* **410** (2015), p. 88–95.

-
- [83] L. LI, X. XIANG, X. T. ZU, X. D. YUAN, S. B. HE, X. D. JIANG et W. G. ZHENG. « Incident laser modulation of a repaired damage site with a rim in fused silica rear subsurface ». *Chinese Physics B* **21** (2012), p. 044212.
- [84] M. J. MATTHEWS, I. L. BASS, G. M. GUSS, C. C. WIDMAYER et F. L. RAVIZZA. « Downstream intensification effects associated with CO₂ laser mitigation of fused silica ». *SPIE Proceeding* **6720** (2007), 67200A–67200A–9.
- [85] A. BOURGEADE, T. DONVAL, L. GALLAIS, L. LAMAIGNÈRE et J.-L. RULLIER. « Modeling surface defects in fused silica optics for laser wave propagation ». *Journal of the Optical Society of America B* **32** (2015), p. 655.
- [86] « Procédé de traitement correctif d'un défaut sur la surface d'un composant optique pour laser de puissance ». EP2477804-A1. P. CORMONT, L. GALLAIS et J.L. RULLIER.
- [87] P. CORMONT, P. COMBIS, L. GALLAIS, C. HECQUET, L. LAMAIGNÈRE et J. L. RULLIER. « Removal of scratches on fused silica optics by using a CO₂ laser ». *Optics Express* **21** (2013), p. 28272.
- [88] P. CORMONT, A. BOURGEADE, S. CAVARO, T. DONVAL, T. DOUALLE, G. GABORIT, L. GALLAIS, L. LAMAIGNÈRE et J. L. RULLIER. « Relevance of Carbon Dioxide Laser to Remove Scratches on Large Fused Silica Polished Optics : Relevance of Carbon Dioxide Laser to Remove Scratches ... » *Advanced Engineering Materials* **17** (2015), p. 253–259.
- [89] E. J. LERNER. « Carbon dioxide lasers deliver flexibility and power ». *Laser Focus World* **34** (1998), p. 131–138.
- [90] *Isomet - Application Note*. URL : <http://www.isomet.com/manual.html>.
- [91] M KNOLL. « Aufladepotential und sekundäremission elektronenbestrahlter körper ». *Z. Tech. Phys.* **16** (1935), p. 467–475.
- [92] M VON ARDENNE. « Das Elektronen-Rastermikroskop ». *Z. Phys.* **109** (1938), p. 553–572.
- [93] M. MINSKY. « Memoir on inventing the confocal scanning microscope ». *Scanning* **10** (1988), p. 128–138.
- [94] G. BINNIG, C. F. QUATE et Ch. GERBER. « Atomic Force Microscope ». *Physical Review Letters* **56** (1986), p. 930–933.
- [95] P. BON, G. MAUCORT, B. WATTELLIER et S. MONNERET. « Quadriwave lateral shearing interferometry for quantitative phase microscopy of living cells ». *Optics Express* **17** (2009), p. 13080.
- [96] S. VELGHE, J. PRIMOT, N. GUÉRINEAU, R. HAÏDAR, S. DEMOUSTIER, M. COHEN et B. WATTELLIER. « Advanced wave-front sensing by quadri-wave lateral shearing interferometry ». *SPIE Proceeding* (2006), 62920E.
- [97] J. PRIMOT et N. GUÉRINEAU. « Extended Hartmann test based on the pseudo-guiding property of a Hartmann mask completed by a phase chessboard ». *Applied Optics* **39** (2000), p. 5715.

-
- [98] S. BOUILLET, F. AUDDO, S. FREVILLE, L. EUPHERTE, C. ROUYER et J. DAURIOS. « Optical diffraction interpretation : an alternative to interferometers ». *SPIE Proceeding* **9575** (2015), 95751A–95751A–9.
- [99] B. C. STUART, M. D. FEIT, A. M. RUBENCHIK, B. W. SHORE et M. D. PERRY. « Laser-Induced Damage in Dielectrics with Nanosecond to Subpicosecond Pulses ». *Physical Review Letters* **74** (1995), p. 2248–2251.
- [100] L. JENSEN, M. MROHS, M. GYAMFI, H. MÄDEBACH et D. RISTAU. « Higher certainty of the laser-induced damage threshold test with a redistributing data treatment ». *Review of Scientific Instruments* **86** (2015), p. 103106.
- [101] R. A. NEGRES, G. M. ABDULLA, D. A. CROSS, Z. M. LIAO et C. W. CARR. « Probability of growth of small damage sites on the exit surface of fused silica optics ». *Optics Express* **20** (2012), p. 13030.
- [102] M. J. MATTHEWS, J. S. STOLKEN, R. M. VIGNES, M. A. NORTON, S. YANG, J. D. COOKE, G. M. GUSS et J. J. ADAMS. « Residual stress and damage-induced critical fracture on CO₂ laser treated fused silica ». *SPIE Proceeding* (2009). Sous la dir. de G. J. EXARHOS, V. E. GRUZDEV, D. RISTAU, M. J. SOILEAU et C. J. STOLZ, p. 750410.
- [103] S. T. YANG, M. J. MATTHEWS, S. ELHADJ, V. G. DRAGGOO et S. E. BISSON. « Thermal transport in CO₂ laser irradiated fused silica : In situ measurements and analysis ». *Journal of Applied Physics* **106** (2009), p. 103106.
- [104] C. ZHANG, W. LIAO, L. ZHANG, Y. YE, J. CHEN, H. WANG, X. LUAN et X. YUAN. « Investigation of Control of Residual Stress Induced by CO₂ Laser-Based Damage Mitigation of Fused Silica Optics ». *Advances in Condensed Matter Physics* **2014** (2014), p. 1–5.
- [105] *COMSOL Multiphysics*. URL : <https://www.comsol.com/>.
- [106] J. COLVIN, A. SHESTAKOV, J. STÖLKEN et R. VIGNES. « The role of radiation transport in the thermal response of semitransparent materials to localized laser heating ». *Journal of Applied Physics* **109** (2011), p. 053506.
- [107] P. BOUCHUT, D. DECRUPPE et L. DELRIVE. « Fused silica thermal conductivity dispersion at high temperature ». *Journal of Applied Physics* **96** (2004), p. 3221–3227.
- [108] P. COMBIS, P. CORMONT, L. GALLAIS, D. HEBERT, L. ROBIN et J. L. RULLIER. « Evaluation of the fused silica thermal conductivity by comparing infrared thermometry measurements with two-dimensional simulations ». *Applied Physics Letters* **101** (2012), p. 211908.
- [109] K. L. WRAY et T. J. CONNOLLY. « Thermal Conductivity of Clear Fused Silica at High Temperatures ». *Journal of Applied Physics* **30** (1959), p. 1702–1705.
- [110] *NIST-JANAF Thermochemical Tables*. (Visité le 21/06/2016).
- [111] « Thermomechanical Tables, 4th ed. » *ACS/AIP for NIST* (1998).
- [112] A. D. MCLACHLAN et F. P. MEYER. « Temperature dependence of the extinction coefficient of fused silica for CO₂ laser wavelengths ». *Applied Optics* **26** (1987), p. 1728.

-
- [113] T. DOUALLE, D. HÉBERT, P. COMBIS, C. HECQUET, L. GALLAIS et J. L. RULLIER. « Comparison between fused silica of type II and III after surface heating with a CO₂ laser ». *Applied Physics A* **122** (2016).
- [114] L. ROBIN, P. COMBIS, P. CORMONT, L. GALLAIS, D. HEBERT, C. MAINFRAY et J. L. RULLIER. « Infrared thermometry and interferential microscopy for analysis of crater formation at the surface of fused silica under CO₂ laser irradiation ». *Journal of Applied Physics* **111** (2012), p. 063106.
- [115] O. ROZENBAUM, D. MENESES, Y. AUGER, S. CHERMANNE et P. ECHEGUT. « A spectroscopic method to measure the spectral emissivity of semi-transparent materials up to high temperature ». *Review of scientific instruments* **70** (1999), p. 4020–4025.
- [116] M. D. FEIT et A. M. RUBENCHIK. « Mechanisms of CO₂ laser mitigation of laser damage growth in fused silica ». *SPIE Proceeding* (2003), p. 91–102.
- [117] H. L. SCHICK. « A Thermodynamic Analysis of the High-temperature Vaporization Properties of Silica. » *Chemical Reviews* **60** (1960), p. 331–362.
- [118] B. O. MYSEN et I. KUSHIRO. « Condensation, evaporation, melting, and crystallization in the primitive solar nebula ; experimental data in the system MgO-SiO₂-H₂ to 1.0X10 bar and 1870 degrees C with variable oxygen fugacity ». *American Mineralogist* **73** (1988), p. 1–19.
- [119] Irving LANGMUIR. « The Vapor Pressure of Metallic Tungsten ». *Physical Review* **2.5** (1^{er} nov. 1913), p. 329–342.
- [120] H. J. MELOSH. « A hydrocode equation of state for SiO₂ ». *Meteoritics & Planetary Science* **42** (2007), p. 2079–2098.
- [121] R. N. RAMAN, M. Y. MATTHEWS, J. J. ADAMS et S. G. DEMOS. « Monitoring annealing via CO₂ laser heating of defect populations on fused silica surfaces using photoluminescence microscopy ». *Optics Express* **18** (2010), p. 15207.
- [122] S. ELHADJ, M. J. MATTHEWS, G. M. GUSS et I. L. BASS. « Laser-based dynamic evaporation and surface shaping of fused silica with assist gases : a path to rimless laser machining ». *Applied Physics B* **113** (2013), p. 307–315.
- [123] M. TOMOZAWA, A. KOIKE et S. -R. RYU. « Exponential structural relaxation of a high purity silica glass ». *Journal of Non-Crystalline Solids* **354** (2008), p. 4685–4690.
- [124] G. ALLCOCK, P. E. DYER, G. ELLINER et H. V. SNELLING. « Experimental observations and analysis of CO₂ laser induced microcracking of glass ». *Journal of Applied Physics* **78** (1995), p. 7295–7303.
- [125] *Corning Data*. URL : <https://www.corning.com/>.
- [126] *Heraeus Data*. URL : https://www.heraeus.com/en/hqs/fused_silica.
- [127] Richard PRIESTLEY. « Birefringence dispersion in fused silica for DUV lithography ». *SPIE Proceeding* (2001), p. 1300–1305.
- [128] J. SULLIVAN, J. ZHAO et T. D. BENNETT. « Measurement of thermally induced changes in the refractive index of glass caused by laser processing ». *Applied Optics* **44** (2005), p. 7173–7180.

- [129] *Momentive - Thermal Properties of Fused Quartz*. URL : www.momentive.com/.
- [130] N. SHEN, P. E. MILLER, J. D. BUDE, T. A. LAURENCE, T. I. SURATWALA, W. A. STEELE, M. D. FEIT et L. L. WONG. « Thermal annealing of laser damage precursors on fused silica surfaces ». *Optical Engineering* **51** (2012), p. 121817–121817.
- [131] D. L. GRISCOM, H. HOSONO, Noriaki ITOH, T. SHIMIZU-IWAYAMA et T. FUJITA. « Proceedings of the First PAC RIM Meeting on Glass and Optical Materials Excitons in crystalline and amorphous SiO₂ : formation, relaxation and conversion to Frenkel pairs ». *Journal of Non-Crystalline Solids* **179** (1994), p. 194–201.
- [132] S. JUODKAZIS, M. WATANABE, H. -B. SUN, S. MATSUO, J. NISHII et H. MISAWA. « Optically induced defects in vitreous silica ». *Applied Surface Science* **154–155** (2000), p. 696–700.
- [133] R. A. B. DEVINE. « On the physical models of annealing of radiation induced defects in amorphous SiO₂ ». *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms* **46** (1990), p. 261–264.
- [134] P. HRMA, W. T. HAN et A. R. COOPER. « Proceedings of the Ninth University Conference on Glass Science Thermal healing of cracks in glass ». *Journal of Non-Crystalline Solids* **102** (1988), p. 88–94.
- [135] S. XU, X. ZU et Xiaodong YUAN. « Localized CO₂ laser treatment and post-heating process to reduce the growth coefficient of fused silica surface damage ». *Chinese Optics Letters* **9** (10 juin 2011), p. 061405.
- [136] N. KUZUU, J. W. FOLEY et N. KAMISUGI. « Structural Change in the Near-Surface of a Silica Glass Block by Heat Treatment ». *Journal of the Ceramic Society of Japan* **106** (1998), p. 525–527.
- [137] V. ZANDIAN, J. S. FLORRY et D. TAYLOR. « Viscosity of fused silica with different hydroxyl contents ». *British ceramic. Transactions and journal* **90** (1991), p. 59–60.
- [138] M. D. FEIT, Gregory J. EXARHOS, Vitaly E. GRUZDEV, M. J. MATTHEWS, T F. SOULES, Joseph A. MENAPACE, Detlev RISTAU, J. S. STOLKEN, R. M. VIGNES, M. J. SOILEAU, S. T. YANG et J. D. COOKE. « Densification and residual stress induced by CO₂ laser-based mitigation of SiO₂ surfaces ». *SPIE Proceeding* (2010), 78420O.
- [139] H. BERCEGOL, P. R. BOUCHUT, L. LAMAIGNERE, B. LE GARREC et G. RAZE. « The impact of laser damage on the lifetime of optical components in fusion lasers ». *SPIE Proceeding* **5273** (2004), p. 312–324.
- [140] S. MAINGUY, J. P. AIRIAU, T. BART, V. BEAU, E. BORDENAVE, S. BOUILLET, C. CHAPPUIS, S. CHICO, P. CORMONT, N. DARBOIS, J. DAURIOS, V. DENIS, L. EUPHERTE, N. FERRIOU-DARBOIS, S. FONTAINE, G. GABORIT, C. GROSSET-GRANGE, E. JOURNOT, L. LAMAIGNÈRE, T. LANTERNIER, E. LAVASTRE, C. LEYMARIÉ, L. A. LOMPRÉ, M. MANGEANT, C. MAUNIER, J. NÉAUPORT, E. PERROT-MINNOT, G. RAZÉ, S. REYNÉ, C. ROUYER, J. M. SAJER, S. SEZNEC, D. TAROUX, S. VERMERSCH et L. LE DÉROFF. « Update of Laser Mégajoule large optics wavefront performance requirements ». *SPIE Proceeding* **8602** (2013), 86020G–86020G–7.

- [141] Y. JIANG, C. M. LIU, C. S. LUO, X. D. YUAN, X. XIANG, H. J. WANG, S. B. HE, H. B. LÜ, W. REN, W. G. ZHENG et X. T. ZU. « Mitigation of laser damage growth in fused silica by using a non-evaporative technique ». *Chinese Physics B* **21** (2012), p. 054216.
- [142] S. T. YANG, M. J. MATTHEWS, S. ELHADJ, D. COOKE, G. M. GUSS, V. G. DRAGGOO et P. J. WEGNER. « Comparing the use of mid-infrared versus far-infrared lasers for mitigating damage growth on fused silica ». *Applied Optics* **49** (2010), p. 2606.
- [143] B. MA, H. MA, H. JIAO, X. CHENG et Z. WANG. « Damage growth characteristics of different initial damage sites of fused silica under 355 nm small laser beam irradiation ». *Optics & Laser Technology. Optical Image Processing* **57** (2014), p. 136–144.
- [144] J. L. LADISON, J. F. ELLISON, D. C. ALLAN, D. R. FLADD, A. W. FANNING et R. PRIESTLEY. « Achieving low-wavefront specifications for DUV lithography : impact of residual stress in HPFS fused silica ». *26th Annual International Symposium on Microlithography* (2001), p. 1416–1423.