

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université Ferhat Abbas- Sétif 1
Institut : Optique et Mécanique de Précision
Département : Optique et mécanique de précision
Domaine : Sciences et Technologies
Filière : Optique et Mécanique de Précision
Spécialité : Métrologie

Mémoire de Master

Métrologie de la tenue au flux laser : application aux couches minces de TiO_2

Présenté par : M^{lle}. **KEBABI Imène**

Encadré Par : Dr. **LAOUAMRI. H**

Devant le jury :

Présidente : Dr. **MADOUI. K**

Examineur : Dr. **BOUZID. O**

Soutenu le : 04 /07 /2023

Table de matières

Table de matières	III
Table des figures :	VII
Table des équations :	VII
Table des tableaux :	VIII
Liste des abréviations:.....	IX
Introduction Générale	1
Chapitre I : Endommagement laser	3
I.1. Introduction :	3
I.2. Historique :	3
I.3. Définition de l'endommagement laser :	3
I.4. Types d'endommagement laser :	4
I.5. Définition essentielles concernant l'endommagement :	4
I.6. Précurseurs de l'endommagement laser :	5
I.6.1. Inclusions métalliques :	5
I.6.2. Défauts structuraux :	5
I.6.1. Inhomogénéités, rayures, fractures :	5
I.7. Phases d'endommagement :	6
I.7.1. Amorçage :	6
I.7.2. Chauffage :	6
I.7.3. Destruction :	6
I.8. Mécanismes d'endommagement laser :	7
I.8.1. Effets électromagnétiques :	7
I.8.1.1. Claquage diélectrique :	7
I.8.1.2. Exaltation (sur-intensification) du champ électrique :	8
I.8.1.3. Auto-focalisation :	8
I.8.2. Effets thermiques :	8
I.8.2.1. Absorption volumique :	8
I.8.2.2. Absorption superficielle :	9
I.8.2.3. Absorption localisée :	9
I.8.2.4. Effets thermomécaniques :	9
I.8.2.5. Effets thermochimiques :	9
I.9. Mécanismes spécifiques aux couches minces :	10
I.9.1. Vaporisation :	10
I.9.2. Brûlures plasma :	10

I.9.3.	Délamination :	11
I.9.4.	Ecaillage :	11
I.9.5.	Cratères, micro-cratères ou “pits” :	11
I.9.6.	Ejection de nodules :	11
I.9.7.	Effets cumulatifs :	12
I.9.8.	Effets de croissance des dommages :	12
I.10.	Métrologie de la tenue au flux laser :	12
I.10.1.	Définition de la tenue au flux laser :	12
I.10.2.	Principe de la TFL :	13
I.10.3.	Paramètres influençant la TFL :	13
I.10.3.1.	Longueur d’onde :	14
I.10.3.2.	Durée d’impulsion :	14
I.10.3.3.	Taille de faisceau laser :	15
I.10.3.4.	Taux de répétition :	15
I.10.3.5.	Polarisation :	15
I.10.3.6.	Environnement :	16
I.10.3.7.	Techniques de dépôt des CMO :	16
I.10.3.8.	Répartition du champ électrique :	16
I.10.3.9.	Procédure de test :	16
I.10.3.10.	Zone de focalisation :	16
I.11.	Conclusion :	16
Chapitre II : Norme et procédure.....		18
II.1.	Introduction :	18
II.2.	Description de la norme ISO 11254 :	18
II.3.	Différentes parties de la norme ISO 11254 :	19
II.3.1.	Partie 01 : ISO 11254-1	19
II.3.1.1.	Définitions essentielles liées à l’endommagement d’après la norme ISO 11254-1 :	19
II.3.2.	Partie 02 : ISO 11254-2	20
II.3.2.1.	Définitions essentielles liées à l’endommagement d’après la norme ISO 11254-2 :	21
II.3.3.	Partie 02 : ISO 11254-2	21
II.4.	ISO 21254 : nouvelle version de la norme ISO 11254 :	21
II.4.1.	Différentes parties de la nouvelle norme :	21
II.5.	Techniques de caractérisation de la tenue au flux laser :	22

II.5.1.	Approche statistique :	22
II.5.1.1.	Procédure 1-on-1 :	23
II.5.1.2.	Procédure S-on-1 :	24
II.5.1.3.	Procédure R-on-1 :	24
II.5.2.	Approche globale et procédure Rasterscan :	25
II.6.	Méthodes de détection d'endommagement :	26
II.6.1.	Mesure des variations de diffusion d'un laser sonde :	26
II.6.2.	Détection du signal acoustique :	26
II.6.3.	Mesure des variations de transmission :	26
II.6.4.	Microscopie optique :	26
II.7.	Conclusion :	27
Chapitre III :	Procédure expérimentale	28
III.1.	Objectif du travail :	28
III.2.	Choix du matériau de base des CMO en TiO_2 :	28
III.3.	Méthodologie pour la synthèse et la caractérisation des CMO :	29
III.3.1.	Matériaux utilisés durant la manipulation :	29
III.3.2.	Appareillage nécessaires au déroulement de la manipulation :	29
III.3.3.	Synthèse des couches minces :	30
III.3.4.	Techniques de caractérisation des CMO :	31
III.3.4.1.	Microscopie à force atomique AFM :	31
III.3.4.2.	Profilométrie :	31
III.3.4.3.	Spectrophotométrie :	31
III.3.5.	Détermination de la tenue au flux laser :	32
III.3.5.1.	Méthode 1-on-1 :	32
III.3.5.2.	Méthode S-on-1 :	32
III.3.6.	Détection de l'endommagement par microscopie optique :	33
Chapitre IV :	Résultats et discussions	34
IV.1.	Introduction :	34
IV.2.	Microscopie à force atomique AFM :	34
IV.3.	Transmittance optique :	35
IV.3.1.	Détermination des propriétés opto-géométriques des couches :	36
IV.3.1.1.	Calcul de l'épaisseur :	36
IV.3.1.2.	Energie de gap (E_g):	37
IV.4.	Tenue au flux laser :	37
IV.4.1.	Influence de l'épaisseur des couches :	38

IV.4.1.1. Morphologie d'endommagement :	38
IV.4.1.2. Probabilité d'endommagement :	40
IV.4.1.3. Calcul du seuil d'endommagement :	41
IV.4.2. Influence de la durée d'irradiation :	42
IV.4.3. Influence de la distance de travail :	44
IV.4.4. Test S-on-1 :	45
Conclusion Générale	47
Bibliographie.....	49

Table des figures :

Figure I.1: Exemple de site endommagé d'un échantillon enduit et irradié par un laser Nd : YAG à 1064nm. [3].....	4
Figure I.2 : Désignation des faces d'un échantillon.[4]	5
Figure I.3 : Schéma des différents précurseurs dans un matériau.[1].....	6
Figure I.4 : Illustration des phases d'endommagement laser.[7]	6
Figure I.5 : Illustration des différents processus d'ionisation non linéaire.[4].....	7
Figure I.6 : Présence d'un nodule dans un empilement de couches minces.[1].....	11
Figure I.7 : Tableaux récapitulatifs des paramètres influençant le LIDT.[13].....	14
Figure II.1 : représentation graphique de l'approche statistique.[17]	23
Figure II.2 : Représentation récapitulative de la fluence pour les différents modes de test : "1-on-1", "S-on-1", "R-on-1".[8]	25
Figure II.3 : Représentation graphique illustrant la procédure "Raster scan".	25
Figure III.1 : Processus de synthèse des CMO.	30
Figure IV.1 : Observations AFM des couches de TiO ₂	35
Figure IV.2 : Spectres de transmittance de CMO en TiO ₂ déposées à des vitesses de retrait différentes.	36
Figure IV.3 : Représentation d'un échantillon testé.....	38
Figure IV.4 : Morphologies d'endommagement des différentes couches testées.	39
Figure IV.5 : Probabilité d'endommagement en fonction de la fluence.	41
Figure IV.6 : Morphologies d'endommagement des différents sites testés.	43
Figure IV.7 : Morphologies d'endommagement des différents sites testés.	44
Figure IV.8 : Morphologies d'endommagement des différentes couches testées.	45
Figure IV.9 : Morphologies d'endommagement des sites testés en mode S-on-1.....	46

Table des équations :

(I-1).....	4
(II-1).....	19
(II-2).....	19
(II-3).....	20
(IV-1)	42
(IV-2)	42

Table des tableaux :

Tableau IV.1 : Tableau récapitulatif des épaisseurs calculées de CMO en TiO_2 à des vitesses de retrait différentes.	36
Tableau IV.2 : Tableau récapitulatif de l'énergie de gap de quatre échantillons en TiO_2 à des vitesses de retrait différentes.....	37
Tableau IV.3 : Tableau récapitulatif des calculs de probabilité.	41
Tableau IV.4 : Tableau récapitulatif des résultats du seuil d'endommagement calculés.....	42

Liste des abréviations:

LASER: Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation.

CMO : Couche Mince Optique.

TFL : Tenue au Flux Laser.

LIDT: Laser Induced Damage Threshold.

TE : Polarisation Electrique Transversale.

TM : Polarisation Magnétique Transversale.

Sol-Gel : Solution-Gélification.

AFM : Microscopie à Force Atomique.

UV : Ultraviolet.

VIS : Visible

PIR : Proche infrarouge

Résumé : Dans ce présent travail, les couches minces de TiO_2 ont été déposées sur des substrats en verre à des vitesses de retrait différentes par procédé Sol -Gel, dans le but d'étudier l'évaluation de la tenue au flux laser et l'influence de ses paramètres. Les couches obtenues ont été caractérisées par microscopie AFM, par spectrophotométrie UV-Visible et profilométrie. Enfin, nous avons procédé à des mesures statistiques standardisés par la norme ISO 11254 selon deux méthodes d'essai 1-on-1 et S-on-1 pour déterminer le seuil d'endommagement.

La microscopie AFM a révélé que les couches élaborées sont homogènes et ne présentent pas de fissures sur la surface des échantillons. L'analyse UV-VIS a prouvé que les couches sont opaques dans l'UV et relativement transparentes dans le VIS. En effet, la valeur de la transmittance T est supérieure à 82%. La profilométrie a démontré que l'épaisseur de la couche varie proportionnellement avec la vitesse de retrait. L'évaluation de la tenue au flux laser a démontré que l'endommagement varie proportionnellement avec la fluence. Le seuil d'endommagement (LIDT) est inversement proportionnel à l'épaisseur et la durée d'irradiation, mais directement affectée par la distance de travail du laser.

Mots clés : Couches minces TiO_2 , Sol-Gel, tenue au flux laser (TFL), seuil d'endommagement (LIDT), norme ISO11254, test 1-on-1....

Abstract: In the present work, TiO_2 thin films were deposited on glass substrates at different shrinkage rates using the Sol-Gel process, with the aim of studying the evaluation of laser flux resistance and the influence of its parameters. The resulting layers were characterized by AFM microscopy, UV-Visible spectrophotometer and profilometry. Finally, we carried out statistical measurements standardized to ISO 11254 using two test methods, 1-on-1 and S-on-1, to determine the damage threshold.

AFM microscopy revealed that the layers were homogeneous, with no cracks on the sample surface. UV-VIS analysis showed that the layers are opaque in the UV and relatively transparent in the visible. In fact, the transmittance value T is greater than 82%. Profilometry showed that layer thickness varies proportionally with shrinkage rate. Evaluation of laser flux resistance showed that damage varies proportionally with fluence. The damage threshold (LIDT) is inversely proportional to thickness and irradiation time, and directly affected by laser working distance.

Key words: TiO_2 thin films, Sol-Gel, laser flux withstand (TFL), damage threshold (LIDT), ISO11254 standard, 1-on-1 test....

الخلاصة: في هذا العمل رسبت الطبقات الدقيقة من ثاني أكسيد التيتان فوق ركائز زجاجية بسرعات نفاذية مختلفة بواسطة سول جيل. من أجل دراسة لتقييم مقاومة الطبقات الرفيعة لتدفق الليزر ودراسة معاملات تأثيره عن طريق تحديد عتبة الضرر بواسطة اختبارات مثل 1-1.

كشفت نتائج الفحص المجهرى بان الطبقات الرفيعة متجانسة ولا تظهر أي تشققات على سطح العينات. في حين اثبت التحليل بواسطة جهاز قياس الطيف الضوئي بالأشعة المرئية وفوق البنفسجية ان الطبقات معتمدة بالأشعة الفوق بنفسجية وشفافة نسبيا في المجال المرئي بنسبة تفوق 82 %

كما اظهر قياس البروفيل ان سمك الطبقات متناسب مع سرعة النفاذية كما اظهر تقييم مقاومة تدفق الليزر ان الضرر يتغير نسبيا مع كثافة الطاقة

عتبة الضرر تتناسب عكسيا مع سمك ومدة الاشعاع ولكنه يتاثر بشكل مباشر مع مسافة عمل الليزر

الكلمات الرئيسية: الطبقات الرفيعة. عتبة الضرر، مقاومة تدفق الليزر، اختبار واحد فوق واحد...

Introduction Générale

Avec l'apparition des lasers hautement puissants, les composants optiques sont soumis à des puissances très élevées. Cependant, ce type de laser est confronté au problème d'endommagement des matériaux en couches minces soumis au flux laser. Ce phénomène complexe se traduit, soit par l'apparition de contraintes et déformations, soit par la dégradation inéluctable des optiques en limitant leur résistance à supporter l'intensité au flux laser ou en entraînant la détérioration complète de sa fonction optique.

Ainsi, l'affectation de la durée de vie des optiques, les problèmes de sécurité que peut causer le laser, et le coût exorbitant de la maintenance font de l'endommagement un obstacle à franchir. Pour pallier à ces inconvénients, les études de la tenue au flux laser (TFL) sont devenues un sujet d'actualité, et se sont avérées indispensable pour spécifier les composants optiques et garantir l'utilisation des lasers puissants dans des conditions optimales de fiabilité, sécurité et rentabilité.

Les processus d'endommagement sont également liés à une multitude de paramètres qui dépendent soit du matériau lui-même (composition chimique, technique de dépôt des couches minces, etc.) soit du faisceau laser (durée d'impulsion, nombre de tirs, fréquence de répétition, etc.). Par conséquent, l'étude de l'influence de ces paramètres a pour objectif la compréhension des mécanismes d'endommagement et donc la meilleure amélioration de la tenue au flux du composant optique. Cependant l'évaluation du dommage dépend de la méthode de détection utilisée.

L'objectif de ce présent mémoire, se focalise sur la métrologie de la tenue au flux laser des couches minces en dioxyde de titane (TiO_2).

Les couches minces occupent aujourd'hui une place primordiale dans le développement des optiques de haute tenue au flux. Dans ce contexte, on a choisi le TiO_2 comme matériau de base, puisque c'est un matériau diélectrique hautement transparent dans le domaine VIS-PIR avec un indice de réfraction élevé et une bande interdite optique. Ces couches ont été élaborées par le procédé dip-coating et caractérisées par différentes techniques. L'évaluation de la TFL s'est basée sur une étude statistique approfondie permettant de déterminer le seuil d'endommagement (LIDT) des couches minces en tenant compte de leurs morphologies, rugosités et épaisseurs. Le principe consiste à irradier le

matériau à différents niveaux d'énergie (ou de puissance), à analyser les zones testées dites sites, puis à détecter la présence (ou non) d'endommagement dans chaque zone de tir. Enfin, à tracer la courbe de probabilité d'endommagement en fonction de la fluence.

Ce mémoire est composé de quatre chapitres :

Le premier chapitre comprend une étude bibliographique sur l'endommagement laser et ses mécanismes, spécifiquement aux couches minces ainsi que la métrologie de la tenue au flux laser et ses paramètres influençant.

Le deuxième chapitre aborde une description de la norme utilisée, les techniques de caractérisation de la TFL avec les différents protocoles et procédures d'essai et enfin les méthodes de détection d'endommagement.

Le troisième chapitre est consacré à présentation de la procédure expérimentale notamment le procédé Sol-Gel d'élaboration des couches. Ensuite, la caractérisation des échantillons effectuée par la spectrophotométrie UV-VIS-PIR et la microscopie à force atomique (AFM), suivie de la détermination du seuil d'endommagement laser par les procédures d'essai respectives 1-on-1 et S-on-1.

Le dernier chapitre contient les discussions et interprétations des différents résultats obtenus.

Enfin, une conclusion générale résumant les résultats expérimentaux avec les solutions possibles et perspectives.