

N° d'ordre : 5474

École Doctorale Mathématiques, Sciences de  
l'Information et de l'Ingénieur

---

ULP – INSA – ENGEES

## THÈSE

présentée pour obtenir le grade de

**Docteur de l'Université Louis Pasteur – Strasbourg I**  
**Discipline : Sciences pour l'Ingénieur**  
**spécialité : Optique et Laser**

par

**Estelle Clauss ép. Neiss**

**Mise en forme de faisceaux de lasers de puissance dans le  
proche infrarouge par éléments diffractifs**

Soutenue publiquement le 19 octobre 2007

### **Membres du jury**

*Directeur de thèse* : M. Joël Fontaine, Professeur, INSA de Strasbourg

*Rapporteur interne* : M. Charles Hirlimann, Directeur de Recherche, Univ. Strasbourg I

*Rapporteur externe* : M. Laurent Bigué, Professeur, Univ. Haute Alsace

*Rapporteur externe* : M. Christophe Gorecki, Directeur de Recherche, Univ. Franche-Comté

*Examineur* : M. Manuel Flury, Maître de Conférences, Univ. Saint-Etienne

*Examineur* : M. Loïc Mager, Chargé de Recherche, Univ. Strasbourg I



# Remerciements

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été réalisés au sein du Laboratoire des Systèmes Photoniques sous la direction de M. Joël Fontaine. Je souhaite le remercier d'avoir accepté de diriger cette thèse et rendu possible l'aboutissement de ces travaux de recherche. Je le remercie pour la confiance qu'il m'a témoignée tout au long de ce projet.

Mes remerciements vont également aux membres du jury, M. Charles Hirlimann, M. Laurent Bigué et M. Christophe Gorecki, qui ont accepté d'évaluer cette thèse.

M. Manuel Flury et M. Loïc Mager ont suivi plus particulièrement ce travail au quotidien. Leur aide considérable dans leurs domaines de compétences respectifs m'a permis de mener à bien ce projet. Je souhaite les remercier pour leur investissement, leur disponibilité et leur soutien.

Nombreuses sont les personnes qui ont aussi répondu positivement à mes sollicitations et ont ainsi participé à l'avancement du projet. Mes remerciements s'adressent à M. Philippe Gérard du LSP pour ses conseils et son aide sur les technologies de fabrication des composants diffractifs, M. Paul Montgomery de l'InESS pour la caractérisation des surfaces des composants diffractifs réalisés, M. Jean-Luc Rehspringer de l'IPCMS pour ses conseils avisés en chimie des procédés sol-gel, mes différents interlocuteurs à l'IREPA LASER au sujet des problématiques liées aux lasers de puissance pour le traitement des matériaux, M. Eric Fogarassy de l'InESS pour ses conseils concernant les lasers à fibre et pour avoir suivi avec intérêt les travaux menés durant cette thèse.

Enfin, je tiens à exprimer ici un remerciement plus personnel à mes proches, famille et amis, qui ont manifesté leur enthousiasme au sujet de mes activités de recherche, bien souvent incompréhensibles mais suscitant tout de même de la curiosité, et leur soutien indéfectible durant ces trois années de thèse.

## Résumé

Ce mémoire présente une étude sur la mise en forme spatiale d'un faisceau laser de forte puissance dans le proche infrarouge par un élément optique diffractif. Une application en marquage laser de codes d'identification bidimensionnels est proposée dans le cadre de cette problématique. La faisabilité d'une telle application est examinée sous différents angles. D'une part les sources laser à fibre peuvent actuellement proposer des faisceaux dont la qualité à forte puissance est compatible avec l'utilisation d'un élément optique diffractif (facteur  $M^2$  proche de l'unité dans le proche infrarouge). L'étude des conditions de marquage laser d'un matériau a conduit à la définition des paramètres du faisceau incident (puissance, durée d'exposition) requis pour l'application proposée. D'autre part, le comportement thermomécanique de l'élément optique diffractif exposé à de fortes puissances a été examiné. Les déformations par expansion thermique ont été estimées et comparées aux tolérances de fabrication du composant. Dans le cas de l'application visée, ces déformations s'avèrent négligeables. Enfin, une méthode originale de micro-usinage laser dans l'ultraviolet d'un matériau hybride organique-inorganique obtenu par procédé sol-gel est proposée et étudiée pour la fabrication de l'élément optique diffractif à relief de surface. La méthode se révèle particulièrement adaptée à la structuration de ce substrat. La fabrication d'un relief multi-niveau a été démontrée. Le bilan de l'étude aboutit à des conclusions positives quant à la faisabilité de l'application, notamment à l'utilisation sans détérioration d'un composant diffractif soumis à de fortes puissances laser.

## Titre en anglais

High power near infrared laser beam shaping with diffractive optics

## Abstract

This doctoral thesis presents a study on the spatial beam shaping of a high power near infrared laser by means of a diffractive optical element. An application in laser marking of two-dimensional identification codes is proposed within the frame of this subject. The feasibility of such an application is examined under various angles. On the one hand, fibre laser sources can at present propose laser beams with quality at high power compatible with the use of a diffractive optical element ( $M^2$  factor close to unity in the near infrared). The study of the laser marking conditions of a material has led to the definition of the incident beam parameters (power, duration of exposure) required for the proposed application. On the other hand, the thermo-mechanical behaviour of the diffractive optical element exposed to high powers has been examined. The deformations due to thermal expansion have been estimated and compared with the manufacturing tolerances of the component. In the case of the proposed application, it turns out that these deformations remain negligible. Finally, an original manufacturing method by UV laser micro-machining of an organic-inorganic hybrid material obtained by sol-gel process is proposed and studied for the fabrication of the surface relief diffractive optical element. The method seems particularly adapted to the structuring of this substrate. The manufacturing of a multi-level surface relief has been demonstrated. The study ends in positive conclusions concerning the feasibility of the application, notably for the use without deterioration of a diffractive optical component subjected to high laser powers.

## Mots-clés

laser de puissance dans le proche infrarouge, élément optique diffractif, marquage laser, comportement thermomécanique, micro-usinage laser dans l'ultraviolet, matériau sol-gel hybride

## Keywords

high power near infrared laser, diffractive optical element, laser marking, thermo-mechanical behaviour, UV laser micro-machining, hybrid sol-gel material

## Intitulé et adresse de l'unité de recherche

Laboratoire des Systèmes Photoniques (EA 3426)  
ULP/ENSPS – INSA de Strasbourg  
Boulevard Sébastien Brant - BP 10413  
67412 Illkirch Cedex France

# Liste des publications et communications

## Publications :

M. Flury, E. Clauss, P. Gérard, J. Fontaine, E. Fogarassy, *Encoded complex reconstruction into diffractive optical elements for high power Nd:YAG laser marking system*, Optics Communications vol. 273, 2007, 575-580.

E. Neiss, M. Flury, P. Gérard, L. Mager, J.-L. Rehspringer, A. Fort, P. Montgomery, J. Fontaine, T. Engel, A. Benatmane, *Multi-level relief structures in sol-gel and photoresist fabricated by laser ablation and analyzed by coherence probe microscopy*, Applied Surface Science, 2007 (article accepté).

E. Neiss, M. Flury, J. Fontaine, *Investigation of tolerances of diffractive optical elements for the high power near infrared lasers*, Applied Surface Science, 2007 (article accepté).

## Communications :

E. Clauss, J. Fontaine, E. Fogarassy, B. Lefèvre, S. Grot, M. Flury, *Fiber and Nd:YAG laser marking with Diffractive Optical Elements*, Proc. of the Third International WLT-Conference on Lasers in Manufacturing, 13-16 June 2005, Munich, Allemagne, 719-721.

M. Flury, E. Clauss, P. Gérard, Y. Takakura, P. Twardowski, *Influence des contraintes physiques sur la reconstruction des Eléments Optiques Diffractifs (EOD)*, J. Fontaine, Proc. 9<sup>ème</sup> Colloque sur les Lasers et l'Optique Quantique, 7-9 septembre 2005, Dijon, 108-109.

E. Clauss, J.-L. Rehspringer, L. Mager, A. Fort, J. Fontaine, *Laser micromachining of hybrid sol-gels: application to fabrication of microoptical elements*, Proc. SPIE Photonics Europe, vol. 6190, 3-7 April 2006, Strasbourg, France.

E. Clauss, M. Flury, J. Fontaine, E. Fogarassy, *One step marking process with fiber laser and diffractive optical elements*, Proc. SPIE Photonics Europe, vol. 6198, 3-7 April 2006, Strasbourg, France.

E. Clauss, L. Mager, J.-L. Rehspringer, A. Fort, J. Fontaine, *Laser micromachining of ORMOCERs for high resolution fabrication of optical devices*, Conference on Lasers and Electro-Optics, 21-26 May 2006, Long Beach California, USA.

E. Neiss, *Laser à fibre et Eléments Optiques Diffractifs pour le marquage*, Journée Laser Fibre organisée par IREPA LASER, 20 septembre 2006, Illkirch, France.

E. Neiss, L. Mager, P. Montgomery, M. Flury, J. Fontaine, A. Fort, S. Robert, *Micro-structuration par ablation laser de films sol-gel pour l'usinage d'éléments optiques*, 7<sup>ème</sup> colloque Méthodes et Techniques Optiques pour l'Industrie, 20-24 novembre 2006, Mulhouse.

E. Neiss, L. Mager, P. Montgomery, M. Flury, J. Fontaine, J.-L. Rehspringer, A. Fort, *Laser micromachining of hybrid sol-gel films for microoptical element fabrication*, Conference on Trends in Materials and Nanosciences, 21-24 November 2006, Strasbourg, France.

E. Neiss, M. Flury, J. Fontaine, *Investigation of tolerances of diffractive optical elements for high power near infrared lasers*, European Materials Research Society E-MRS Spring Meeting, 28 May-1 June 2007, Strasbourg, France.

E. Neiss, *Eléments optiques diffractifs pour une application en marquage laser*, 3<sup>e</sup> Journées d'études Marquage, micro et nano gravure, ECRIN, 25-27 septembre 2007, Paris.

E. Neiss, J.-L. Rehspringer, L. Mager, A. Fort, J. Fontaine, P. Montgomery, M. Flury, S. Robert, *Investigation of laser ablation on hybrid sol-gel material applied to the field of microoptics*, 14<sup>th</sup> International Sol-Gel Conference, 2-7 September 2007, Montpellier, France.

## Glossaire des acronymes

CGH	Computer Generated Hologram
CPM	Coherence Probe Microscopy
CVD	Chemical Vapor Deposition
CVM	plasma Chemical Vaporization Machining
DGTPM	Diffractive Gray Tone Phase Mask
DSC	Differential Scanning Calorimetry
EOD	Elément Optique Diffractif
FIB	Focused Ion Beam
FMM	Fourier Modal Method
HEBS	High Energy Beam Sensitive glass
IFTA	Iterative Fourier Transform Algorithm
InESS	Institut d'Electronique du Solide et des Systèmes
IPCMS	Institut de Physique et Chimie des Matériaux de Strasbourg
IREPA LASER	Industrialisation des REcherches sur les Procédés et Applications du LASER
LIBWE	Laser Induced Backside Wet Etching
LIPAA	Laser Induced Plasma Assisted Ablation
LSP	Laboratoire des Systèmes Photoniques
MAPTMS	MéthAcryloxyPropylTriMéthoxySilane
MEB	Microscopie Electronique à Balayage
Nd:YAG	cristal de grenat d'yttrium-aluminium dopé au néodyme
Nd:YVO <sub>4</sub>	cristal d'orthovanadate d'yttrium dopé au néodyme
PSM	Phase Stepping Microscopy
SLM	Spatial Light Modulator
TEOS	TétraEthOxySilane
TiIpro	Isopropoxide de Titane
UV	UltraViolet

# Tables des matières

<b>Introduction .....</b>	<b>13</b>
<b>Chapitre 1 - Contexte et motivations.....</b>	<b>17</b>
1.1 Les motivations de la thématique de recherche .....	18
1.2 Puissance laser et qualité du faisceau .....	21
1.2.1 Impact du facteur de qualité du faisceau sur la reconstruction .....	21
1.2.1.1 Conception du composant diffractif.....	21
1.2.1.2 Facteur de qualité du faisceau laser.....	23
1.2.1.3 Résultats .....	23
1.2.2. Le laser à fibre et la qualité de faisceau .....	25
1.2.3 Comparaison de reconstructions avec différents faisceaux.....	26
1.3 Réalisation à bas coût des composants diffractifs .....	28
1.4 Applications d'une mise en forme d'un faisceau laser à 1 $\mu\text{m}$ .....	31
1.5 Conclusion.....	33
<b>Chapitre 2 - Etat de l'art sur la mise en forme d'un faisceau laser.....</b>	<b>35</b>
2.1 Techniques de mise en forme d'un faisceau laser.....	36
2.1.1 Mise en forme spatiale et temporelle d'un faisceau laser .....	36
2.1.2 Mise en forme avec des composants optiques classiques .....	38
2.1.2.1 Mise en forme par un système réfractif.....	38
2.1.2.2 Mise en forme par un système de filtrage spatial.....	38
2.1.2.3 Mise en forme par un système réfléchitif.....	39
2.1.3 Mise en forme avec des composants optiques diffractifs.....	41
2.1.3.1 Théorie scalaire de la diffraction.....	42
2.1.3.1.1 Approche scalaire de la diffraction .....	42
2.1.3.1.2 Diffraction de Fresnel et diffraction de Fraunhofer .....	43
2.1.3.1.3 Approximation par un élément mince .....	44
2.1.3.2 Fonction de phase.....	45
2.1.3.2.1 Calcul analytique de la fonction de phase.....	45
2.1.3.2.2 Optimisation du profil de phase .....	46
2.1.3.3 Génération du relief de surface .....	48
2.1.3.3.1 Conversion du profil de phase en relief de surface .....	48
2.1.3.3.2 Discrétisation du relief de surface.....	48
2.2 Méthodes de fabrication de composants optiques diffractifs .....	49
2.2.1 Méthodes de fabrication par lithographie.....	49
2.2.1.1 Principe.....	49
2.2.1.2 Ecriture directe pour la lithographie.....	51
2.2.1.3 Masques à niveaux de gris .....	52
2.2.2 Méthodes de fabrication par gravure directe.....	52
2.2.2.1 Usinage par pointe en diamant .....	53
2.2.2.2 Gravure directe par un faisceau d'ions.....	53

2.2.2.3 Ablation laser .....	54
2.2.2.3.1 Principe.....	54
2.2.2.3.2 Mécanismes d'ablation laser .....	55
2.2.2.3.3 Ablation laser de matériaux polymères.....	56
2.2.2.3.4 Ablation laser de matériaux inorganiques transparents.....	56
2.2.2.4 Gravure assistée par laser .....	57
2.2.2.4.1 Gravure humide induite par laser .....	57
2.2.2.4.2 Ablation assistée par plasma induit par laser .....	58
2.2.3 Méthodes de structuration du matériau sol-gel hybride .....	59
2.2.3.1 Exposition à travers un masque.....	59
2.2.3.2 Ecriture par balayage d'un faisceau .....	60
2.2.3.3 Conclusion.....	61
2.2.4 Réplication .....	61
2.3 Conclusion.....	62
<b>Chapitre 3 - Marquage laser avec mise en forme du faisceau .....</b>	<b>63</b>
3.1 Introduction .....	64
3.2 Etude de faisabilité du marquage laser par mise en forme du faisceau avec un élément diffractif.....	65
3.2.1 Introduction .....	65
3.2.2 Définition des références en densité d'énergie pour le marquage laser .....	67
3.2.2.1 Densité d'énergie fournie au matériau .....	67
3.2.2.2 Valeurs de référence pour le marquage de deux types de matériaux .....	68
3.2.2.2.1 Marquage de plastique : exemple du polyamide PA6.....	68
3.2.2.2.2 Marquage de métal : exemple de l'acier inox .....	69
3.2.3 Définition de l'application en marquage par mise en forme du faisceau avec un élément diffractif.....	71
3.2.3.1 Propositions de mise en forme du faisceau .....	71
3.2.3.2 Elément optique diffractif et montage de reconstruction .....	73
3.2.4 Paramètres laser pour l'application en marquage par mise en forme du faisceau avec un élément diffractif.....	77
3.2.4.1 Energie à fournir.....	77
3.2.4.2 Définition d'un paramètre $\gamma$ de faisabilité du marquage laser .....	78
3.2.4.3 Application numérique : marquage d'une matrice de codage sur polyamide ..	79
3.3 Conclusion.....	83
<b>Chapitre 4 - Comportement d'un composant optique diffractif exposé à un faisceau laser de puissance .....</b>	<b>85</b>
4.1 Introduction .....	86
4.2 Etude des déformations d'un composant optique diffractif par expansion thermique... 87	
4.2.1 Modèles et simulations numériques .....	87
4.2.1.1 Méthode de résolution par éléments finis .....	87
4.2.1.2 Modèles de simulations.....	87
4.2.1.2.1 Modèle thermique .....	87
4.2.1.2.2 Modèle mécanique .....	91
4.2.1.2.3 Paramètres pour les simulations.....	94

4.2.2 Résultats des simulations .....	95
4.2.2.1 Résultats avec le réseau de base .....	96
4.2.2.2 Comparaison avec les tolérances de fabrication du réseau .....	98
4.2.2.3 Influences des paramètres du réseau .....	101
4.2.3 Conclusion.....	102
4.3 Conclusion sur la faisabilité du marquage laser par mise en forme du faisceau avec un élément optique diffractif .....	104
<b>Chapitre 5 - Réalisation de composants diffractifs par micro-usinage laser de matériaux sol-gel hybrides .....</b>	<b>105</b>
5.1 Introduction .....	107
5.2 Synthèse de matériaux sol-gel hybrides .....	108
5.2.1 Principe du procédé sol-gel .....	108
5.2.2 Matériaux hybrides organiques/inorganiques .....	109
5.3 Préparation et caractérisation du matériau sol-gel hybride .....	110
5.3.1 Préparation du matériau .....	110
5.3.2 Caractérisation du matériau.....	111
5.3.2.1 Etat de surface .....	111
5.3.2.2 Spectres .....	112
5.3.2.3 Indice de réfraction.....	114
5.3.2.4 Paramètres thermiques .....	116
5.3.2.5 Résistance à l'exposition laser de puissance .....	117
5.3.3 Conclusion sur la préparation et la caractérisation du matériau sol-gel hybride ..	118
5.4 Etude de structuration du matériau sol-gel hybride par micro-usinage laser .....	119
5.4.1 Source laser et montage optique pour le micro-usinage .....	119
5.4.2 Réponse du matériau à l'ablation laser .....	122
5.4.2.1 Caractéristiques de la zone usinée.....	122
5.4.2.2 Calibration du matériau.....	125
5.4.2.2.1 Profondeurs usinées et taux d'ablation.....	125
5.4.2.2.2 Influence des paramètres du procédé .....	128
5.4.3 Conclusion sur la structuration du matériau sol-gel hybride par micro-usinage laser .....	131
5.5 Fabrication de composants diffractifs .....	133
5.5.1 Conception du composant diffractif.....	133
5.5.2 Paramètres de fabrication .....	135
5.5.2.1 Profondeurs à usiner.....	135
5.5.2.2 Paramètres laser.....	137
5.5.3 Résultats .....	138
5.5.3.1 Relief de surface.....	138
5.5.3.2 Reconstructions .....	139
5.5.4 Conclusion sur la fabrication de composants diffractifs .....	141
5.6 Conclusion.....	142

<b>Chapitre 6 - Synthèse et discussion.....</b>	<b>143</b>
6.1 L'application en marquage laser .....	144
6.2 L'exposition du composant diffractif à de fortes puissances .....	146
6.3 Le matériau sol-gel hybride peut-il répondre à la problématique ? .....	148
6.3.1 Récapitulatif des caractéristiques du matériau sol-gel hybride .....	148
6.3.2 Avantages et inconvénients de la méthode de micro-usinage laser de matériaux sol-gel hybrides .....	149
6.4 Perspectives .....	151
6.4.1 Empreinte pour le procédé de réplique .....	151
6.4.2 Élément optique diffractif reconfigurable .....	151
6.4.3 Fabrication de circuits d'optique intégrée .....	152
<b>Conclusion.....</b>	<b>153</b>
<b>Bibliographie.....</b>	<b>155</b>

# Introduction

L'usinage laser consiste à utiliser un faisceau laser en tant qu'outil pour façonner une pièce. Des applications telles que la découpe, le soudage ou le marquage par laser de tous types de matériaux sont actuellement très courantes.

L'effet laser est un principe d'amplification cohérente de la lumière par émission stimulée, laser étant l'acronyme anglais de « Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation ». Si les principes de l'émission stimulée ont été décrits pour la première fois par Albert Einstein en 1917, il faut attendre 1960 pour l'obtention de la première émission laser par Théodore Maiman au moyen d'un cristal de rubis. Les principales caractéristiques de l'émission laser sont l'exceptionnelle cohérence temporelle et spatiale de l'émission, ainsi que la possibilité de développer une grande puissance dans un volume restreint. Ces caractéristiques ont ouvert la voie à de nombreuses applications dans les domaines de la métrologie, des télécommunications, de la médecine, de la télédétection et du traitement industriel des matériaux, pour n'en citer que quelques uns.

Une des toutes premières applications industrielles du laser a été l'usinage du diamant, suivie par la découpe de tôles d'acier inoxydable. L'association de la source laser à des machines adaptées (robots, tables de déplacements) a permis l'implantation de plates-formes industrielles dès le début des années 1980. Les technologies ont beaucoup évolué depuis l'invention du laser, conduisant actuellement à des sources laser puissantes et compactes.

Si le faisceau laser présente des caractéristiques spatiales bien adaptées à la plupart des applications, il peut également être intéressant de modifier sa répartition spatiale d'intensité pour des applications spécifiques et pour l'optimisation des processus d'interaction entre le faisceau et la matière.

A cet effet, les composants optiques diffractifs sont largement employés, car adaptés à cette opération. Un composant optique diffractif est un dispositif qui peut modifier la distribution d'intensité d'un faisceau laser. Son fonctionnement optique résulte de la diffraction de l'onde incidente et on peut définir le composant optique diffractif comme un processeur de front d'onde. Les composants réfractifs ou réfléchissants conventionnels ne permettent pas toujours de fournir une solution dans les cas de modification complexe de la distribution d'intensité du faisceau laser.

Les premiers composants optiques diffractifs ont été les réseaux de diffraction. Les premières constructions, de David Rittenhouse à la fin du 18<sup>ème</sup> siècle, puis de Joseph von Fraunhofer au début du 19<sup>ème</sup> siècle, étaient composées d'un jeu de fils parallèles tendus. Très rapidement des techniques de fabrication des réseaux ont été élaborées. Fraunhofer a ainsi réalisé des réseaux dont la période était de quelques micromètres à l'aide d'un peigne métallique utilisé pour strier une plaque de verre recouverte de suie. Ce type de réseau serait maintenant appelé un réseau d'amplitude binaire puisqu'il influence seulement l'amplitude de l'onde lumineuse et non sa phase. De la même manière, un réseau de phase agit seulement sur la phase d'une onde lumineuse.

Avec l'avènement du laser, l'holographie analogique est apparue comme un outil majeur pour l'encodage d'un front d'onde. Un montage optique d'interférence de deux ondes permet de produire un interférogramme dans une émulsion photographique. L'holographie a ainsi également été utilisée comme technique de fabrication de microcomposants optiques (diviseurs de faisceau, microlentilles) dans des matériaux tels que la gélatine bichromatée et les photopolymères.

Les hologrammes générés par ordinateur ont été développés pour répondre au besoin de créer des fronts d'ondes arbitraires sans enregistrement optique (Lohmann, Brown et Paris, 1967). Ces hologrammes numériques sont calculés par simulation de la figure d'interférence d'une onde objet avec une onde de référence. Presque simultanément une méthode permettant à la fois de se dispenser de l'onde de référence et de la modulation d'amplitude dans le calcul de l'hologramme est proposée (Lesem *et al*, 1969). La méthode consiste à appliquer directement la formulation mathématique de la diffraction afin d'optimiser des composants diffractifs de phase pure, offrant une efficacité de diffraction théorique maximale de 100 %. Dès lors, l'intérêt pour les composants optiques diffractifs de phase n'a cessé de s'accroître.

Malgré certaines limitations technologiques de l'époque, les composants optiques diffractifs générés par ordinateur peuvent être considérés comme un nouveau modèle de fabrication pour l'optique. La réalisation de ces composants est passée par l'adaptation de la lithographie à la fabrication des éléments optiques diffractifs (Damman, D'Auria). Les technologies pour la fabrication d'éléments de phase binaires et multi-niveaux ont été développées et ont donné lieu à des éléments d'efficacité de diffraction élevée. Durant les années 1990, les techniques de lithographie analogique utilisant l'écriture directe par faisceau laser ou faisceau d'électrons ont permis de réaliser avec une très grande précision des profils continus et discrétisés. Plus récemment des techniques alternatives telles que la gravure directe du relief dans le substrat, par usinage mécanique ou par ablation laser, ont été explorées pour la fabrication à moindre coût de ces composants. L'essor des composants optiques diffractifs est donc fortement lié à celui des technologies de micro-usinage.

L'objet de cette thèse est la mise en forme spatiale d'un faisceau laser de forte puissance dans le proche infrarouge, pour une application de marquage laser.

Si l'emploi de composants optiques diffractifs est aujourd'hui largement répandu pour des faisceaux de faible puissance, leur utilisation avec des faisceaux laser de forte puissance en milieu industriel n'est pas encore courante.

Plusieurs freins au développement d'applications avec mise en forme de ces faisceaux par des composants optiques diffractifs ont été identifiés. Tout d'abord, la qualité du faisceau se détériore pour des puissances élevées. Dans ce cas, le composant optique diffractif n'est plus utilisé dans des conditions optimales, ce qui a pour effet de réduire la qualité de la mise en forme. Ensuite, des niveaux de puissance incidente très élevés sont nécessaires pour atteindre les conditions de traitement du matériau après la mise en forme du faisceau (gravure, fusion, vaporisation du matériau suivant les applications). Ceci entraîne des interrogations sur la détérioration du composant diffractif. Enfin, le coût élevé de réalisation d'un tel composant diffractif par les techniques lithographiques, pratiquement comparable au prix d'achat d'une source laser, est un frein majeur.

L'apparition récente de sources laser (lasers à fibre, lasers à disques) alliant une très bonne qualité du faisceau, à savoir un profil d'intensité de forme gaussienne, et des puissances allant

actuellement jusqu'à quelques kilowatts dans le proche infrarouge a cependant modifié la situation. Cette qualité de faisceau permet d'envisager l'utilisation de composants diffractifs pour la mise en forme du front d'onde et le contrôle de la distribution de l'énergie du faisceau. De ce fait, des applications pour lesquelles la répartition spatiale de ce type de faisceau laser est modifiée suscitent un grand intérêt. L'ensemble des aspects liés à cette application (conditions d'utilisation, détérioration du composant, fabrication du composant à moindre coût) sont examinés dans ce mémoire.

L'étude de faisabilité d'une mise en forme spatiale d'un faisceau laser de puissance dans le proche infrarouge (longueur d'onde 1  $\mu\text{m}$ ) par un élément diffractif est rapportée dans ce mémoire. Le document est divisé en six chapitres organisés de la façon suivante :

1. Un premier chapitre expose le contexte et les motivations de l'étude.
2. Le second chapitre présente un état de l'art sur la mise en forme d'un faisceau laser. Les techniques de mise en forme du faisceau sont exposées, ainsi que les méthodes de fabrication des composants optiques diffractifs.
3. Le troisième chapitre est consacré à l'étude de faisabilité du marquage laser par la mise en forme du faisceau. Une application en marquage laser de codes d'identification bidimensionnels est proposée et étudiée. Les paramètres laser requis pour l'application sont estimés.
4. Le quatrième chapitre a pour objectif d'estimer la gamme de puissance laser dans laquelle un composant diffractif est utilisable sans que sa fonction optique ne soit détériorée par l'expansion thermique du substrat. Les résultats sont comparés à l'étude de faisabilité en marquage laser et discutés.
5. Dans le but de valider l'ensemble de la démarche, une méthode de fabrication à petite échelle et à moindre coût de composants optiques diffractifs a été étudiée et fait l'objet du cinquième chapitre. Les propriétés et la structuration par micro-usinage laser d'un matériau hybride organique/inorganique obtenu par procédé sol-gel y sont détaillées. La fabrication de composants optiques diffractifs multi-niveaux par cette méthode est rapportée.
6. Le sixième et dernier chapitre présente une synthèse de l'ensemble des travaux et discute des résultats afin de conclure sur la faisabilité de la mise en forme d'un faisceau laser de puissance par un élément optique diffractif. Les perspectives identifiées pour la continuation de ce projet sont également présentées.



# Chapitre 1

## Contexte et motivations

Le contexte particulier à l'origine de ce travail de thèse est lié à la fois aux progrès des sources laser à la longueur d'onde de  $1\ \mu\text{m}$  et aux travaux antérieurs réalisés au Laboratoire des Systèmes Photoniques sur la conception et la réalisation de composants optiques diffractifs, aux longueurs d'ondes visibles à faible puissance [Kress.97] et aux longueurs d'ondes infrarouges à forte puissance [Flury.02.1].

Les sources laser de forte puissance émettant dans le proche infrarouge ont fait d'impressionnants progrès ces cinq dernières années. Notamment les faisceaux des lasers à fibre présentent un profil d'intensité de forme gaussienne pour des puissances allant jusqu'à plusieurs kilowatts, ce qui n'était pas le cas auparavant pour les lasers Nd:YAG.

Cette bonne qualité du faisceau à forte puissance a déclenché un intérêt pour la mise en forme spatiale du faisceau par un élément optique diffractif. Le composant optique diffractif est en effet généralement conçu pour un faisceau de profil en intensité gaussien, qui est le mode (mode  $\text{TEM}_{00}$ ) le plus fréquemment émis par une cavité laser stable. Il est cependant possible de concevoir un composant diffractif spécifique pour un faisceau, mais son utilisation reste limitée à ce seul faisceau.

Pour répondre à la problématique du coût élevé de fabrication des composants optiques diffractifs, nous avons développé pour le proche infrarouge (longueur d'onde  $1\ \mu\text{m}$ ) les technologies de fabrication à moindre coût mises en place pour l'infrarouge (longueur d'onde  $10\ \mu\text{m}$  du laser à  $\text{CO}_2$ ). Le passage à une longueur d'onde d'un ordre de grandeur plus petite nécessite en effet d'adapter en conséquence la résolution de la méthode de fabrication.

D'autre part, nous avons défini l'application en traitement des matériaux la mieux adaptée à la mise en forme spatiale du faisceau. La mise en forme doit en effet permettre d'atteindre les conditions du traitement (échauffement suffisant et adapté du matériau), sans pour autant que le composant diffractif soit détérioré par une exposition à une puissance trop élevée.

Dans ce chapitre sont présentées les motivations de la thématique de recherche. Elles portent sur trois aspects du sujet : la source laser, le composant optique diffractif et l'application. Les caractéristiques requises pour chacun de ces éléments sont ensuite décrites :

- la qualité du faisceau laser de forte puissance,
- la fabrication à moindre coût des composants optiques diffractifs,
- l'application d'une mise en forme du faisceau de puissance dans le proche infrarouge.

L'objectif de la thèse est de montrer que ces différents aspects peuvent être associés et conduire à la mise en forme spatiale d'un faisceau laser pour une application industrielle en traitement des matériaux.

## 1.1 Les motivations de la thématique de recherche

Dans cette thèse, nous étudions la faisabilité de la mise en forme spatiale d'un faisceau laser de puissance dans le proche infrarouge par un élément optique diffractif pour une application en traitement des matériaux. Plusieurs aspects, schématisés sur la figure 1.1, sont à l'origine de cette thématique de recherche et placent l'objectif dans une perspective très favorable.

Pour l'utilisation optimale d'un composant optique diffractif, certaines contraintes sont à imposer au faisceau laser dont on souhaite modifier la distribution spatiale d'énergie. Les progrès récents des lasers à fibre et des lasers à disques, dans la gestion améliorée des effets thermiques dans le milieu amplificateur, donnent l'accès à des sources alliant une très bonne qualité du faisceau (faisceau gaussien) et des puissances allant actuellement jusqu'à quelques kilowatts dans le proche infrarouge (longueur d'onde  $1 \mu\text{m}$ ). Cette qualité de faisceau permet d'utiliser un élément optique diffractif dans des conditions optimales pour la mise en forme du front d'onde et donc le contrôle de la distribution de l'énergie du faisceau.

Des techniques alternatives à la technique standard de photolithographie pour la fabrication à bas coût d'éléments optiques diffractifs ont été étudiées et existent au Laboratoire des Systèmes Photoniques [Flury.02.1]. Les travaux ont porté principalement sur la fabrication d'éléments optiques diffractifs binaires pour des sources laser à  $\text{CO}_2$  (émission à  $10,6 \mu\text{m}$ ) par usinage laser direct et par lithographie par ablation laser. Il semble maintenant intéressant de transposer ces techniques vers des longueurs d'ondes plus courtes, dans le proche infrarouge, pour réaliser des composants optiques diffractifs utilisables avec les faisceaux de bonne qualité dans cette gamme de longueurs d'ondes.

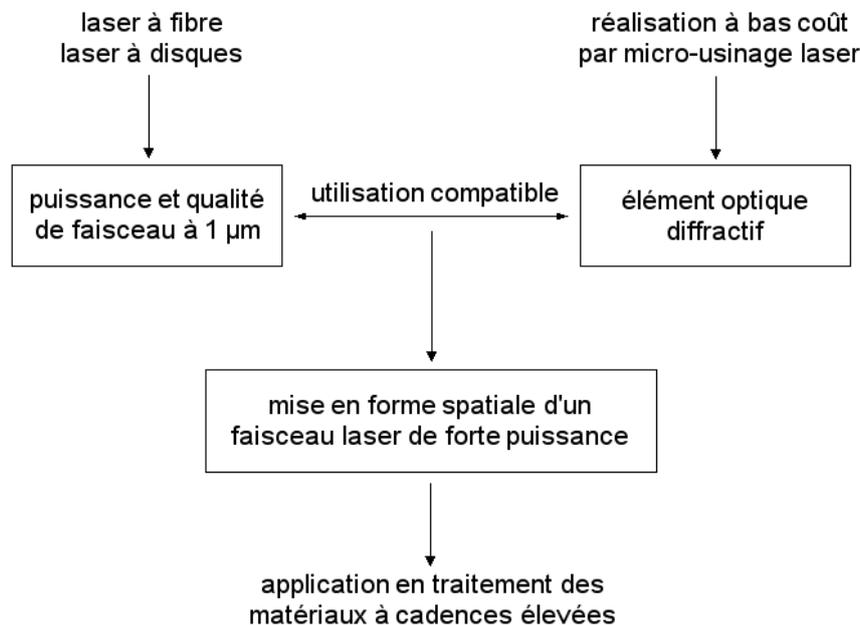


Figure 1.1 : Aspects à l'origine de la thématique de recherche sur la mise en forme de faisceaux de lasers de puissance dans le proche infrarouge par éléments optiques diffractifs.

Concernant les applications visées par la mise en forme du faisceau d'un laser de puissance, elles sont dans le domaine du traitement des matériaux (soudage, brasage, marquage laser). Les apports d'une telle mise en forme se situent à plusieurs niveaux :

1. enjeu technique : il a été montré que la qualité du traitement pouvait être améliorée par une mise en forme du faisceau, par exemple en soudage laser (cf. partie 1.4).
2. enjeu économique : la possibilité d'effectuer un traitement laser simultanément sur une surface, par opposition à un traitement séquentiel par balayage du faisceau, permet d'augmenter les cadences du traitement. Dans ce cas se pose la question de l'augmentation de la puissance du faisceau incident afin d'assurer une même densité d'énergie sur la pièce à traiter. Ce point est étudié en détail dans le chapitre 3 de ce mémoire.

La mise en forme spatiale d'un faisceau laser de forte puissance présente donc un potentiel en vue d'une application industrielle.

Un certain nombre de questions inhérentes à l'utilisation d'un faisceau de forte puissance se posent toutefois. En effet, la mise en œuvre d'un tel faisceau entraîne des contraintes supplémentaires liées à la détérioration du composant optique exposé à ces fortes puissances. L'application elle-même nécessite des puissances élevées pour être menée à son terme dans les meilleures conditions.

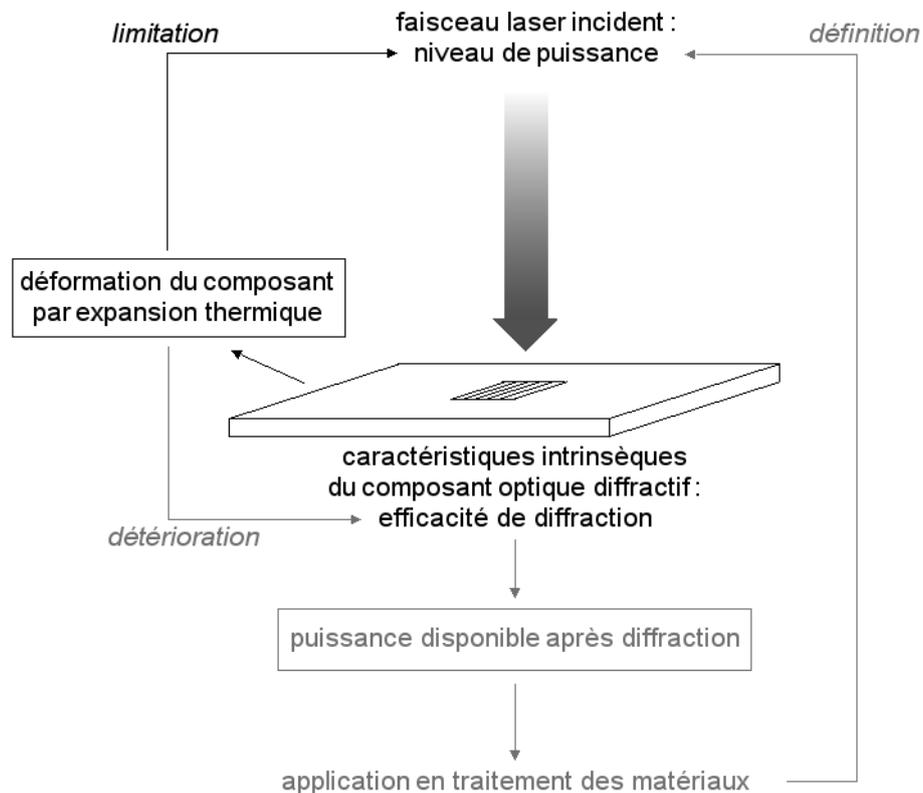


Figure 1.2 : Contraintes liées à l'utilisation d'un élément optique diffractif avec le faisceau d'un laser de forte puissance.

Les contraintes que nous avons identifiées sont schématisées sur la figure 1.2. La puissance laser incidente doit être suffisamment élevée pour assurer une puissance après diffraction adaptée à l'application visée. Or une forte puissance incidente sur le composant diffractif peut potentiellement détériorer sa fonction optique, notamment par expansion thermique du

## 1.1 Les motivations de la thématique de recherche

matériau. Il se peut alors qu'apparaisse une contradiction entre les limites posées par le fonctionnement du composant diffractif et les niveaux de puissance requis pour l'application.

Le schéma 1.2 récapitule la façon dont nous avons procédé pour déterminer si l'objectif pouvait être atteint. Nous avons étudié et défini séparément :

- le niveau de puissance incidente à fixer pour atteindre une puissance suffisante après diffraction pour l'application visée (cf. chapitre 3),
- le niveau de puissance à ne pas dépasser pour ne pas détériorer le composant optique diffractif (cf. chapitre 4).

Les deux contraintes ont ensuite été confrontées afin de conclure sur la faisabilité de l'application avec mise en forme spatiale du faisceau.

Ce mémoire propose de répondre à la problématique qui vient d'être énoncée. L'étude des déformations du composant diffractif par expansion thermique en fonction de puissance laser incidente va permettre de définir ses limites de fonctionnement. De même, le choix de l'application va être guidé par les niveaux de puissance requis et les surfaces à traiter.

## 1.2 Puissance laser et qualité du faisceau

Cette partie porte sur le faisceau laser utilisé pour la reconstruction de la forme codée dans un élément optique diffractif. Les résultats d'études menées sur l'impact du faisceau laser de reconstruction, notamment son facteur de qualité, sur la qualité de la reconstruction d'un élément optique diffractif sont exposés dans un premier paragraphe. Les différences entre l'onde électromagnétique utilisée pour la reconstruction et celle utilisée lors de la conception ont un effet considérable sur les performances du composant. Il apparaît comme primordial que le faisceau de reconstruction présente un profil d'intensité de forme gaussienne (mode TEM<sub>00</sub>) pour atteindre en pratique les performances optimales dans la reconstruction. Dans le domaine des sources laser de puissance, les lasers à fibre affichent de bonnes qualités de faisceau pour de fortes puissances émises. Ces sources laser, qui semblent bien adaptées à une utilisation avec un composant optique diffractif, sont ensuite décrites. Enfin, des comparaisons de mises en forme avec différents faisceaux laser de puissance, en relation avec leur facteur de qualité, sont présentées dans le dernier paragraphe.

### 1.2.1 Impact du facteur de qualité du faisceau sur la reconstruction

Après une introduction de la méthode de conception d'un élément optique diffractif et la définition du facteur de qualité d'un faisceau laser, l'impact de la valeur de ce facteur sur la qualité de la reconstruction d'une forme codée dans un élément optique diffractif est présenté.

#### 1.2.1.1 Conception du composant diffractif

La fonction d'un élément optique diffractif est de moduler un front d'onde afin de produire une distribution spatiale d'intensité spécifique dans un plan appelé plan de reconstruction ou plan image. Le paragraphe 2.1.3 de ce mémoire présente en détail les éléments optiques diffractifs. Pour les considérations qui vont suivre, il est toutefois nécessaire de préciser ici que :

- dans le cas des éléments optiques diffractifs que nous considérons, la théorie scalaire de la diffraction s'applique,
- l'élément optique diffractif est supposé suffisamment mince pour que le champ transmis soit calculé comme le produit du champ incident avec la fonction de transfert du composant [Lo.00].

L'élément optique diffractif est plus spécifiquement un élément de phase sur un substrat transparent. L'information est codée uniquement sur la phase. La conception du composant consiste alors à calculer la fonction de transfert de phase de l'élément optique diffractif, à partir de la connaissance des caractéristiques de l'onde incidente et de la distribution d'intensité désirée dans le plan image.

Dans la plupart des cas de calcul d'éléments diffractifs, il n'existe pas de solution analytique. On est alors amené à utiliser des méthodes numériques qui peuvent être directes ou itératives. Plusieurs algorithmes ont été proposés pour calculer la phase de l'élément diffractif. Ils sont en général basés sur la transformée de Fourier. Dans le cas présent, la conception des éléments optiques diffractifs est faite par une méthode itérative basée sur la transformée de Fourier (Iterative Fourier Transform Algorithm IFTA) [Herzig.97] [Kopp.00] [Sinzinger.99].



### 1.2.1.2 Facteur de qualité du faisceau laser

Le facteur  $M^2$  d'un faisceau laser est une manière de définir sa qualité. En pratique, il peut s'avérer que la divergence et le diamètre au col d'un faisceau gaussien soient supérieurs d'un facteur  $M^2$  aux paramètres correspondants du mode  $TEM_{00}$ . En effet, le faisceau peut être le résultat de la contribution de plusieurs modes transverses. Il peut être affecté par la diffraction par les composants à l'intérieur de la cavité laser. Et dans le cas d'une source laser solide de forte puissance, la propagation peut être perturbée par des effets thermiques dans le milieu amplificateur qui s'échauffe (effet de lentille thermique) [Koechner.06].

C'est l'apparition au début des années 1990 de la caractérisation de faisceaux laser au moyen de la variance de leur distribution spatiale transverse [Bélanger.91] [Siegman.91] qui a donné lieu au concept de facteur de qualité du faisceau (ou facteur  $M^2$ ) qui apparaît comme un moyen de comparer le faisceau réel au faisceau gaussien  $TEM_{00}$ . La loi de propagation du faisceau reste identique à celle du faisceau  $TEM_{00}$  avec toutefois la prise en compte du facteur multiplicatif  $M^2$  qui modifie les expressions précédentes. La distance de Rayleigh et le rayon du mode deviennent :

$$z_0 = \frac{\pi w_0^2}{M^2 \lambda} \quad (1.5)$$

$$w(z) = w_0 \sqrt{1 + \left( \frac{z \lambda M^2}{\pi w_0^2} \right)^2} \quad (1.6)$$

Pour le mode fondamental  $TEM_{00}$  le facteur  $M^2$  est pris égal à 1,0. Par définition, le facteur  $M^2$  d'un faisceau réel est supérieur ou égal à 1,0. On peut remarquer que ce facteur perturbe à la fois le terme d'amplitude et les termes de phase du champ électromagnétique (équation 1.1).

### 1.2.1.3 Résultats

Une étude portant sur les performances d'éléments optiques diffractifs utilisés avec des ondes différentes de l'onde employée pour leur conception a été menée pour permettre une meilleure compréhension des paramètres de l'onde incidente à prendre en compte lors de la conception [Flury.02.1] [Flury.05]. Il a été montré que la reconstruction de la forme codée dans l'élément diffractif était fortement dépendante du faisceau incident. Les performances du composant ont été analysées par son efficacité de diffraction et l'erreur quadratique moyenne sur l'intensité dans l'ordre 1 de reconstruction (ordre d'intérêt). L'étude a été faite par une approche statistique sur des composants conçus pour une onde plane.

Quand la reconstruction peut être faite avec un faisceau gaussien  $TEM_{00}$ , le composant diffractif doit être placé au col du faisceau (waist) afin de l'éclairer avec une onde de phase constante. Concernant le diamètre du faisceau incident, il s'agit de l'adapter à la dimension du composant diffractif. Un résultat optimal peut ainsi être obtenu si le rayon du faisceau incident est égal à la dimension du composant. Si le diamètre du faisceau est inférieur à la dimension du composant, l'ensemble de la fonction optique n'est pas éclairé. Au contraire, si le diamètre du faisceau est très supérieur à la dimension du composant, une partie importante du faisceau ne sert pas à éclairer la fonction optique. Dans les deux cas, la reconstruction s'éloigne du cas idéal.

Quand le faisceau employé pour la reconstruction présente un facteur de qualité  $M^2$  supérieur à 1,0 les effets sur la reconstruction ne sont pas négligeables. Bien qu'il ressorte de l'étude que l'efficacité de diffraction du composant évolue peu lorsque le facteur  $M^2$  varie entre 1,0 et 5,0 ce critère seul n'est pas suffisant pour connaître l'évolution de la reconstruction. L'erreur quadratique moyenne sur l'intensité évolue parallèlement très vite dans cette même gamme de valeurs du facteur  $M^2$ , ce qui conduit à une détérioration rapide de la reconstruction notamment par l'apparition de bruit.

Pour un facteur  $M^2$  variant entre 1,0 et 2,0 les performances restent toutefois acceptables en terme de bruit et d'uniformité dans la reconstruction, et permettent d'envisager l'utilisation d'un tel faisceau lors de la reconstruction. L'exemple est pris pour un composant binaire dit « de Fresnel ». Un composant diffractif de Fresnel comporte une fonction de focalisation intégrée à la fonction optique de l'élément diffractif. Il existe un autre type de composant diffractif, dit « de Fourier », pour lequel il n'y a pas de fonction de focalisation. La reconstruction se fait alors à l'infini et il est nécessaire d'ajouter une lentille dans le montage optique de reconstruction pour l'observation à distance finie. Pour un composant binaire de Fresnel fonctionnant à  $10,6 \mu\text{m}$  (distance focale de  $33000 \lambda$  soit environ  $350 \text{ mm}$ ), la variation du facteur de qualité  $M^2$  entre 1,0 et 2,0 ne provoque une baisse de l'efficacité de diffraction que de 38,2 à 38,0 %. Simultanément l'erreur quadratique moyenne sur l'intensité augmente d'environ 17 %. Lorsque le facteur  $M^2$  du faisceau de reconstruction est supérieur à 2,0, il est conseillé de le prendre en compte lors de la conception du composant.

L'étude a également montré que la longueur de cohérence spatiale du faisceau de reconstruction avait un effet sur les performances de la reconstruction. En effet, le facteur de qualité  $M^2$  est relié à la divergence réelle  $\theta$  du faisceau gaussien (cf. expression 1.7). La divergence réelle étant supérieure à celle du mode  $\text{TEM}_{00}$ , la fréquence spatiale transverse de l'onde se trouve augmentée. Et par conséquent sa cohérence spatiale est diminuée. Or une diminution de la cohérence spatiale a pour conséquence une augmentation du bruit dans l'image reconstruite et une diminution de l'uniformité de la forme reconstruite.

$$\theta = \frac{2\lambda M^2}{\pi w_0} \quad (1.7)$$

L'impact des modes longitudinaux du faisceau de reconstruction sur les performances de la reconstruction n'a pas été considéré. On ne peut cependant pas ignorer que les modes longitudinaux sont nombreux pour la cavité d'un laser solide dont le milieu amplificateur présente une large bande spectrale.

Concernant le nombre de niveaux de phase du composant, il a été remarqué que leur augmentation permettait d'augmenter les performances théoriques du composant (efficacité de diffraction, uniformité de la reconstruction) mais ne modifiait pas les conclusions précédentes sur le facteur de qualité  $M^2$ , obtenues pour un composant binaire.

Enfin, on s'est intéressé à la reconstruction par un faisceau dont le mode est d'ordre supérieur ( $\text{TEM}_{01}$ ,  $\text{TEM}_{10}$ ,  $\text{TEM}_{11}$ , ...). La distribution du champ électromagnétique dans ces cas est trop éloignée de l'onde plane ou du mode  $\text{TEM}_{00}$  utilisé lors de la conception et les performances de l'optique diffractive sont fortement dégradées.

Finalement, un élément optique diffractif est utilisable avec tous les types de faisceaux, pour peu que le faisceau de reconstruction soit pris en compte lors de la conception de l'élément. Ceci implique toutefois une caractérisation précise et complète de ce faisceau préalablement à

la conception. Il s'agit de caractériser à la fois l'amplitude et la phase de l'onde, ce qui peut s'avérer délicat voir impossible notamment pour la phase des faisceaux laser de puissance. Certaines imperfections du faisceau d'un laser de forte puissance ne peuvent pas être modélisées par une onde électromagnétique simple. La phase notamment d'un tel faisceau peut être fortement bruitée. D'autre part, le mode du faisceau ou son facteur de qualité peuvent varier dans le temps, ce qui rend obsolète la conception faite pour le faisceau caractérisé à un instant précis. Et quand bien même le faisceau émis ne subit aucune variation temporelle, la conception et l'élément diffractif réalisé restent limités à ce seul faisceau.

En fin de compte, on se ramène généralement lors de la conception au cas le plus simple, c'est-à-dire à l'utilisation d'une onde plane ou éventuellement d'une onde d'amplitude gaussienne et de phase plane. Dans ce cas il est tout de même possible d'obtenir des résultats acceptables si le facteur de qualité  $M^2$  du faisceau de reconstruction reste inférieur à 2,0.

### 1.2.2. Le laser à fibre et la qualité de faisceau

Les avancées technologiques récentes dans le domaine des lasers solides émettant dans le proche infrarouge sont à l'origine de l'apparition de sources laser de forte puissance ayant une bonne qualité de faisceau. De nouvelles configurations de la cavité de lasers solides ont permis l'émergence des lasers à fibre et des lasers à disques, qui présentent des géométries du milieu amplificateur particulièrement adaptées à une meilleure évacuation de la chaleur. Ces lasers permettent ainsi d'éviter les effets thermiques à l'origine de distorsions du faisceau émis (effet de lentille thermique dans le milieu amplificateur). Le facteur de qualité  $M^2$  de ces faisceaux est maintenu proche de l'unité pour des puissances allant jusqu'à plusieurs kilowatts. Il est notamment possible d'obtenir des faisceaux gaussiens de forte puissance dans le proche infrarouge compatibles avec l'utilisation de composants diffractifs (cf. § 1.2.1).

Dans le cadre de la thèse, l'intérêt s'est dirigé vers les lasers à fibre qui combinent plusieurs caractéristiques intéressantes pour une intégration en milieu industriel : maintenance réduite, compacité, refroidissement par air. Les constructeurs garantissent un fonctionnement sans maintenance sur plusieurs dizaines de milliers d'heures (lié à la durée de vie des diodes laser de pompage). Ces sources sont compactes et se limitent à un refroidissement par convection d'air forcée lorsque la puissance émise reste inférieure à 200 W. La structure d'un laser à fibre est schématisée sur la figure 1.4. Le cœur de la fibre « active », dopé avec des ions de terres rares (typiquement des ions ytterbium pour une émission entre 1,06 et 1,08  $\mu\text{m}$ ), constitue le milieu amplificateur. Le pompage optique est réalisé par des diodes laser de puissance. Plusieurs configurations ont été développées pour l'injection du signal de pompage et le couplage dans le milieu amplificateur (notamment une fibre active à double gaine pour la propagation du signal multimode des diodes jusqu'à son absorption par le cœur). Les réseaux de Bragg inscrits dans la fibre constituent les miroirs avant et arrière de la cavité. De plus amples détails sur la technologie du laser à fibre peuvent être trouvés dans [Digonnet.93].

Les lasers à fibre dont le cœur de la fibre active est dopé avec des ions ytterbium présentent actuellement des facteurs de qualité  $M^2$  inférieurs à 1,1 pour des puissances moyennes allant jusqu'à 1,5 kW en émission continue monomode. Au-delà de cette valeur, l'émission est multimode. Le facteur de qualité se trouve fortement dégradé. En émission pulsée déclenchée, le facteur  $M^2$  est inférieur à 1,8 pour une énergie et une puissance moyenne allant respectivement jusqu'à 2 mJ et 100 W [IPG]. Il a été vu précédemment que, pour un facteur de qualité  $M^2$  inférieur à 2,0, la reconstruction de la forme codée dans un élément optique diffractif conçu avec une onde plane restait acceptable (cf. § 1.2.1). Au final, sans prendre en

## 1.2 Puissance laser et qualité du faisceau

compte des effets liés à la détérioration du composant optique diffractif exposé à de fortes puissances, il est théoriquement possible d'utiliser un tel composant avec le faisceau d'un laser à fibre émettant en continu jusqu'à 1,5 kW et en pulsé jusqu'à 2 mJ - 100 W.

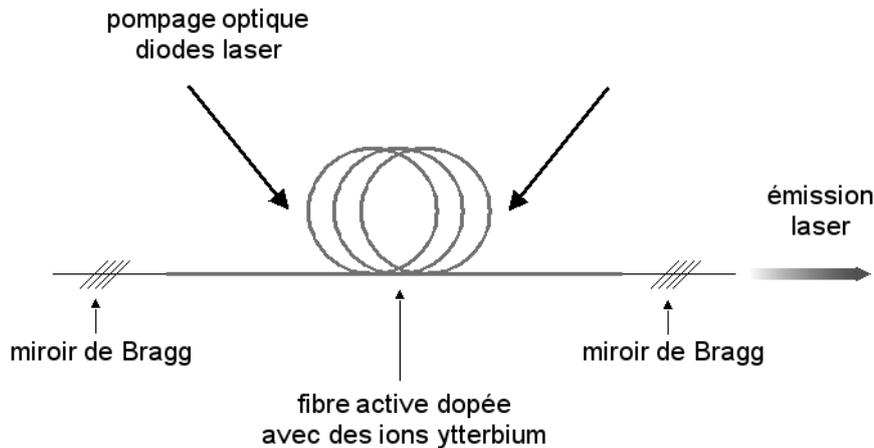


Figure 1.4 : Structure d'un laser à fibre. Le cœur de la fibre optique, dopé avec des ions ytterbium, constitue le milieu amplificateur [Digonnet.93].

### 1.2.3 Comparaison de reconstructions avec différents faisceaux

Pour avoir un aperçu qualitatif de l'impact du facteur de qualité du faisceau sur la reconstruction, nous avons effectué une même mise en forme par un élément optique diffractif avec des faisceaux aux caractéristiques différentes. La reconstruction avec des faisceaux de lasers à fibre présentant un bon facteur de qualité est comparée à celle avec le faisceau d'un laser Nd:YAG dont le facteur de qualité est plus élevé.

L'élément optique diffractif binaire de Fourier utilisé pour cette mise en forme a été fabriqué par photolithographie dans un substrat de quartz. Lors de la conception, un multiplexage spatial du motif contenant la fonction de phase a été appliqué. Une conséquence pratique de cette réplique du motif est la réduction du speckle dans la reconstruction et l'utilisation possible du composant avec des faisceaux incidents de grand diamètre.

Initialement conçu pour la longueur d'onde 1,064  $\mu\text{m}$  du laser Nd:YAG, le composant optique diffractif a été utilisé avec trois lasers à fibre. Les longueurs d'ondes d'émission des lasers à fibre employés sont de 1,064  $\mu\text{m}$  (sources du constructeur Keopsys) et 1,080  $\mu\text{m}$  (source du constructeur IPG Photonics). La forme reconstruite est une matrice de 8x8 points. Elle a été observée par marquage sur un papier photographique sensible (Tetenal 310, TT Vario Confort). S'agissant d'un élément de Fourier pour lequel la reconstruction se fait à l'infini, une lentille d'une distance focale de 100 mm est placée après l'élément afin de focaliser la reconstruction.

La figure 1.5 présente la reconstruction obtenue avec trois faisceaux de lasers à fibre et un faisceau d'un laser Nd:YAG. Les faisceaux de ces sources laser sont collimatés, directement par les constructeurs pour les sources laser à fibre, en sortie de cavité pour le laser Nd:YAG. Bien que les conditions expérimentales (paramètres laser et durées d'exposition) ne soient pas identiques pour les quatre reconstructions, nous proposons de mettre qualitativement en relation leurs qualités avec le facteur  $M^2$  de chaque faisceau. Les facteurs de qualité  $M^2$  des

lasers à fibre spécifiés par les constructeurs valent 1,2 et 1,05 pour les faisceaux utilisés dans les cas a) et b). Le facteur  $M^2$  est spécifié inférieur à 2,0 pour le faisceau utilisé dans le cas c). Pour le laser Nd:YAG pompé par lampes, le facteur  $M^2$  du faisceau est estimé à 5,5 et la reconstruction est présentée dans le cas d).

On observe que la reconstruction faite avec le faisceau dont le facteur  $M^2$  est le plus élevé est fortement détériorée par l'ordre zéro visible au centre de la reconstruction. On peut remarquer que les reconstructions sont globalement meilleures avec les faisceaux des lasers à fibre, sans pour autant comparer entre elles les reconstructions avec les trois lasers à fibre, qu'avec le faisceau du laser Nd:YAG. La valeur du facteur  $M^2$  du faisceau de reconstruction est bien un élément capital pour l'obtention d'une reconstruction fidèle au modèle de conception.

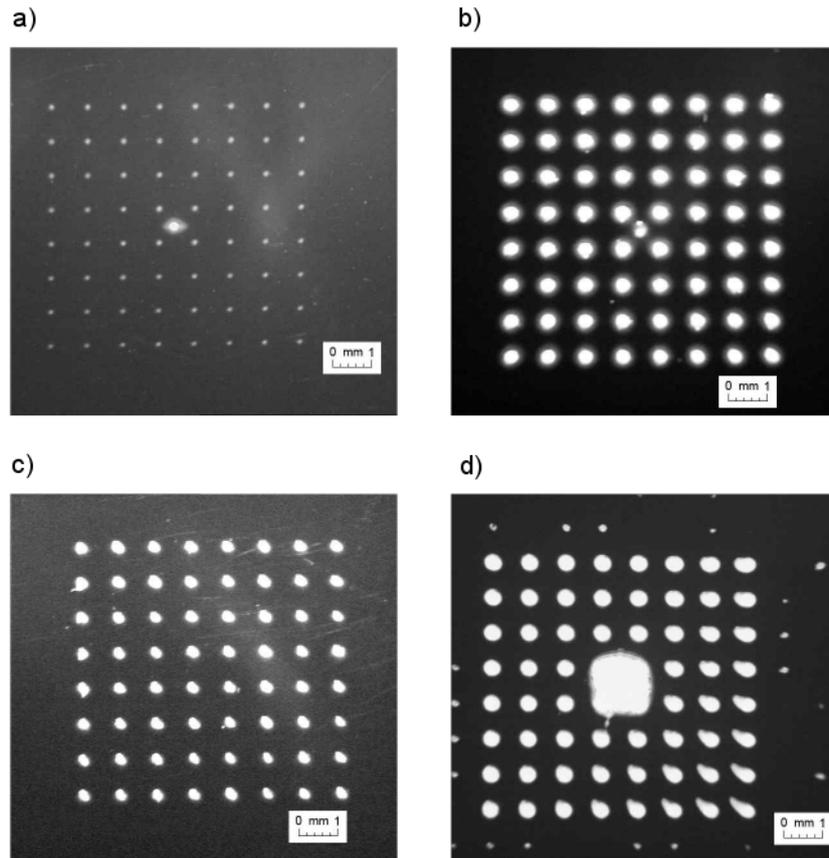


Figure 1.5 : Mise en forme à l'aide un composant diffractif binaire en quartz de quatre faisceaux laser : a) laser à fibre continu du constructeur Keopsys -  $M^2=1,2$  - puissance 10 W exposition 0,5 s, b) laser à fibre continu du constructeur IPG -  $M^2=1,05$  - puissance 30 W exposition 0,5 s, c) laser à fibre pulsé du constructeur Keopsys -  $M^2<2,0$  - 0,5 mJ par impulsion puissance 10 W fréquence 20 kHz exposition 100 ms et d) laser Nd:YAG déclenché du constructeur Cheval -  $M^2\sim 5,5$  - 4,6 J par impulsion, puissance 46 W, exposition en 1 impulsion de 3,0 ms.

## 1.3 Réalisation à bas coût des composants diffractifs

Il existe deux grandes familles de méthodes de fabrication des composants diffractifs à relief de surface : les techniques de gravure directe du profil et les techniques lithographiques de transfert du profil dans un matériau intermédiaire [Borrelli.05] [Herzig.97] [Kress.97] [Martellucci.97] [Meyrueis.00] [Rai-Choudhury.97] [Sinzinger.99] [Turunen.97]. L'ensemble des méthodes de fabrication des composants diffractifs est présenté dans l'état de l'art au chapitre 2 de ce mémoire. Avec le procédé photolithographique standard issu de la microélectronique, le transfert du profil du composant diffractif dans le matériau est obtenu par l'intermédiaire d'une résine polymère photosensible. Les étapes du procédé sont les suivantes :

- nettoyage et préparation du substrat,
- dépôt d'une couche de résine (polymère photosensible) sur le substrat à graver, suivi d'un recuit éventuel de la résine,
- insolation de la résine à travers un masque binaire contenant le motif à réaliser,
- développement du polymère photosensible,
- transfert du motif par gravure,
- retrait du résidu de résine.

Le composant diffractif est alors constitué de 2 niveaux. L'ensemble des étapes doit être répété  $N$  fois pour aboutir un composant à  $2^N$  niveaux, et  $N$  masques binaires sont nécessaires. La réalisation d'un composant diffractif multi-niveaux est donc relativement longue puisqu'elle nécessite de répéter le processus. Il est cependant possible de s'en affranchir par l'utilisation d'un masque non plus binaire mais à niveaux de gris. On obtient ainsi en une seule itération du processus un composant multi-niveaux, voir à relief quasi analogique. De plus, la réalisation onéreuse des masques s'avère un obstacle lors de la production de petites séries en phase de prototypage.

Des méthodes alternatives à moindre coût ont été étudiées pour la fabrication à l'unité des composants optiques diffractifs [Flury.02.1] [Flury.02.2] [Flury.03]. Il s'agit notamment de l'usinage direct par ablation laser et de la lithographie par ablation laser. Les travaux ont porté sur la fabrication de composants binaires destinés à des sources laser à  $\text{CO}_2$  (émission à  $10,6 \mu\text{m}$ ) et Nd:YAG (émission à  $1,064 \mu\text{m}$ ). Le motif complet du composant optique diffractif est constitué de cellules élémentaires, souvent dénommées « pixels » par abus de langage. La fabrication du composant par ces méthodes se fait par ablation pixel par pixel du motif complet de l'élément optique diffractif. Le faisceau d'un laser excimère (émission à  $248 \text{ nm}$ ) employé à cet effet est de section carrée. Ses dimensions correspondent à celles de la cellule élémentaire. La figure 1.6 schématise le principe des deux méthodes. Dans le cas de la lithographie par ablation laser, la couche de résine photosensible déposée sur le substrat est recuite, puis directement ablatée par le faisceau laser. L'étape de gravure est ensuite identique à celle de la photolithographie. Suivant la nature du substrat, silicium ou quartz par exemple, le fonctionnement du composant diffractif est réfléchif ou transmissif. Les techniques optiques de structuration de la résine sont aussi souples que les techniques électroniques. Elles n'ont de plus pas besoin d'être réalisées sous vide.

L'usinage direct par ablation laser a été mis en oeuvre sur des substrats polymères, notamment le polycarbonate, adaptés à ce type de traitement (ablation à faible densité

d'énergie, zone affectée thermiquement peu étendue). En vue de l'utilisation avec des sources de puissance, les substrats sont recouverts, après usinage, d'une couche mince d'or pour obtenir un élément fonctionnant en réflexion. Cependant, la réalisation a été limitée aux composants destinés aux lasers à CO<sub>2</sub>. En effet, pour un fonctionnement en réflexion avec un laser émettant à 10 μm, l'épaisseur à usiner dans le substrat (0,25 μm) était trop faible pour être contrôlable. Pour un fonctionnement en transmission, les épaisseurs à usiner sont plus importantes et donc plus facilement contrôlables. Mais cette solution n'est pas envisageable pour des questions de transparence du substrat polymère à cette longueur d'onde. Le polymère étant fortement absorbant, sa tenue en puissance est limitée.

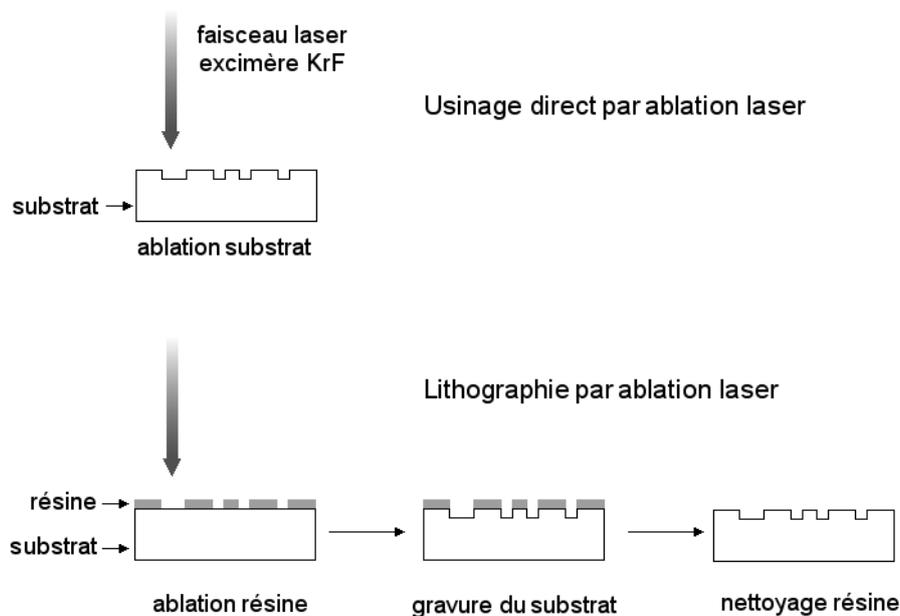


Figure 1.6 : Schémas de principe de l'usinage direct par ablation laser (haut) et de la lithographie par ablation laser (bas) pour la fabrication de composants diffractifs [Flury.02.1].

Par rapport à la lithographie, l'avantage majeur de l'usinage direct du substrat par ablation laser est sa compatibilité avec la réalisation d'éléments à plusieurs niveaux de phase par un simple contrôle de la profondeur usinée pour chaque pixel du composant. Nous avons exploré cette voie plus en détail dans cette thèse pour la réalisation de composants optiques diffractifs pour une utilisation à la longueur d'onde de 10 μm. Le substrat mis en œuvre est un matériau hybride organique/inorganique obtenu par procédé sol-gel. Il est constitué à la fois d'un réseau inorganique qui lui confère des propriétés proches de celles d'un verre, et d'un réseau organique, dont les propriétés sont similaires à celles de polymères. Le procédé sol-gel est un procédé de chimie douce caractérisé par des réactions chimiques simples (hydrolyse, condensation) réalisées à basse température (inférieure à 200°C) sur des molécules qui sont dans le cas présent des précurseurs d'oxyde de silicium et d'oxyde de titane. La transparence et la tenue en puissance à la longueur d'onde de 10 μm de ce substrat en font un candidat pour la réalisation de composants optiques diffractifs transmissifs utilisables avec des faisceaux laser de puissance. Le chapitre 5 de ce mémoire présente l'étude de la micro-structuration de ce matériau sol-gel par ablation laser dans l'UV à faible densité d'énergie. La capacité à contrôler précisément la profondeur usinée, par la densité d'énergie et le nombre de tirs laser, en fait un matériau adapté à l'usinage de composants optiques diffractifs multi-niveaux. Après

### 1.3 Réalisation à bas coût des composants diffractifs

une calibration de la profondeur usinée dans le substrat en fonction des paramètres laser d'ablation, la réalisation des composants est relativement flexible. Une simple modification du programme d'usinage (déplacements et paramètres du faisceau laser) permet de paramétrer le système pour l'usinage d'un composant. Les composants gravés dans le matériau sol-gel sont directement utilisables après la fin de l'usinage. Aucune étape supplémentaire ne s'avère nécessaire.

## 1.4 Applications d'une mise en forme d'un faisceau laser à 1 $\mu\text{m}$

Des travaux sur la mise en forme d'un faisceau laser de puissance ont été réalisés précédemment avec un laser à  $\text{CO}_2$  (longueur d'onde 10,6  $\mu\text{m}$ ). Cette source laser était alors la seule à présenter des faisceaux de bonne qualité à forte puissance. L'apport d'une mise en forme du faisceau d'un laser à  $\text{CO}_2$  pour le durcissement par laser d'un acier a été démontré [Haupt.97]. L'adéquation entre la mise en forme spatiale du faisceau et la vitesse de défilement de la pièce permet d'obtenir une distribution de température uniforme du bain de fusion, primordiale pour cette opération. D'autres mises en forme telle que la séparation du faisceau incident en plusieurs spots disposés sur un cercle ont été étudiées [Karlsson.03] [Flury.02.1]. Le perçage dans du PMMA de trous dont la disposition correspond à cette mise en forme a été testé avec un laser à  $\text{CO}_2$ . La mise en forme est démonstrative de la capacité des éléments optiques diffractifs à modifier la distribution d'intensité du faisceau.

Le marché des sources laser tend toutefois vers des longueurs d'ondes plus courtes, pour des raisons technologiques. L'intérêt se porte en effet vers des lasers dont le milieu amplificateur est un solide plutôt qu'un gaz. La longueur d'onde du laser Nd:YAG (1,064  $\mu\text{m}$ ) offre également de nombreuses possibilités d'applications en traitement des matériaux : soudage métallique, marquage de tous types de matériaux, brasage. La qualité des faisceaux de puissance à cette longueur d'onde ayant rejoint les performances des lasers à  $\text{CO}_2$  (facteur  $M^2$  proche de l'unité pour les lasers à fibre), il est envisageable de travailler avec des composants diffractifs à cette longueur d'onde.

Pour effectuer des opérations de soudage en industrie, les sources laser Nd:YAG émettant à 1,064  $\mu\text{m}$ , et maintenant les lasers à fibre dans la même gamme de longueurs d'ondes, ont remplacé les sources laser à  $\text{CO}_2$ . Un des principaux avantages du laser Nd:YAG ou du laser à fibre par rapport au laser à  $\text{CO}_2$  est la capacité à transporter le faisceau par fibre optique. En effet, la longueur d'onde d'émission, proche de 1  $\mu\text{m}$ , est dans la fenêtre de faible atténuation des fibres optiques en silice. Le transport du faisceau par fibre optique de la cavité laser jusqu'au plan de travail, au niveau du bras d'un robot, est ainsi facilité. De plus, la longueur d'onde plus courte que celle d'une source laser à  $\text{CO}_2$  améliore l'absorption du faisceau par les métaux à haute réflectivité. Par conséquent, l'efficacité du procédé est augmentée avec une source laser émettant dans le proche infrarouge comparée au laser à  $\text{CO}_2$ .

Concernant la mise en forme du faisceau pour une application en soudage laser, il a été montré que l'optimisation de la distribution d'intensité dans le plan focal du faisceau permettait d'améliorer le procédé [Goebels.04]. En effet, lors du soudage par transparence de tôles d'acier recouvertes de zinc et de tôles fines d'alliage d'aluminium, certains problèmes liés à la perturbation du bain de soudure (éjection du bain de soudure, génération de porosités) limitent la qualité du joint de soudure. Or une meilleure gestion de la dynamique du bain fondu et du capillaire de soudure, par la mise en forme du faisceau (longueur et section de la tache focale, distribution d'intensité) peut l'améliorer. Ainsi le soudage avec une tache focale allongée permet de maintenir le capillaire ouvert et stable. Les vapeurs métalliques internes peuvent alors s'échapper plus facilement. La qualité finale du joint de soudure est améliorée.

Dans le cas d'une application en brasage laser, un composant diffractif permet d'adapter la zone d'apport d'énergie à la géométrie du joint à réaliser. La faisabilité de ce procédé a été démontrée avec un laser Nd:YAG continu [Amako.01]. L'élément diffractif divise le faisceau

#### 1.4 Applications d'une mise en forme d'un faisceau laser à 1 $\mu\text{m}$

incident en un réseau de points disposés suivant la forme du joint de brasage. L'ensemble de la zone à brasage est exposé simultanément. La méthode a été testée expérimentalement pour le brasage d'emballages en céramique.

Une étude numérique des transferts de chaleur dans un assemblage de deux polymères métallisés par brasage laser a été menée [Chaminade.06]. La mise en forme avec un élément optique diffractif, dont la forme reconstruite éclaire l'ensemble de la surface du matériau d'apport, a été comparée au balayage d'un faisceau sur cette même surface. Le faisceau est celui d'un laser à diodes à la longueur d'onde 845 nm. Par rapport à un apport d'énergie avec un faisceau balayé sur la surface, l'utilisation d'un composant diffractif permet d'homogénéiser le flux de chaleur sur l'ensemble du matériau d'apport et de réduire considérablement la durée d'interaction. Il faut cependant noter que l'étude a été faite dans un cas théorique de mise en forme parfaite. Aucune considération n'a été faite sur les problèmes de conception du composant optique diffractif pour une utilisation avec le faisceau d'un laser à diodes de puissance.

Enfin, le marquage laser par une exposition simultanée de l'ensemble du motif à marquer est une autre application visée par la mise en forme du faisceau. La longueur d'onde dans le proche infrarouge est relativement bien adaptée au marquage de tous les types de matériaux. Différents effets de marquage, oxydation d'une surface métallique, gravure, moussage d'un matériau plastique (gonflement et apparition de bulles d'air lors de l'exposition laser) peuvent être obtenus par l'ajustement des paramètres du faisceau (taux de répétition, puissance moyenne).

La méthode de mise en forme est assez similaire à l'utilisation d'un masque. Cependant, l'avantage du composant optique diffractif par rapport au masque est son efficacité de diffraction qui permet d'obtenir une énergie plus élevée sur la zone d'interaction. Dans le cas de l'utilisation d'un masque, le faisceau perd une part considérable de son énergie du fait de ce type de mise en forme. Dans le cas du composant optique diffractif, il est théoriquement possible d'atteindre une efficacité de diffraction de 100 %, c'est-à-dire que l'intégralité de l'énergie du faisceau incident se retrouve dans le faisceau mis en forme.

Tout comme pour le brasage laser, les cadences de marquage avec cette mise en forme peuvent être augmentées. Nous avons mené une étude approfondie sur la faisabilité de cette application en marquage laser par mise en forme du faisceau avec un élément diffractif. Elle est présentée aux chapitres 3 et 4 de ce mémoire.

## 1.5 Conclusion

Le contexte de ce travail de thèse se révèle riche et varié. Plusieurs aspects ont motivé la proposition d'une thématique de recherche sur la mise en forme de faisceaux laser de puissance dans le proche infrarouge par des éléments diffractifs. D'une part, les progrès des lasers à fibre et des lasers à disques donnent l'accès à des sources alliant une très bonne qualité du faisceau et des puissances allant actuellement jusqu'à quelques kilowatts dans le proche infrarouge. Cette qualité de faisceau permet d'envisager l'utilisation d'éléments diffractifs pour la mise en forme du front d'onde et donc le contrôle de la distribution de l'énergie du faisceau. D'autre part, la fabrication en petite série et à moindre coût de composants optiques diffractifs à relief de surface est possible par des techniques de gravure directe du substrat par ablation laser. Enfin, les applications d'une mise en forme du faisceau, à 1  $\mu\text{m}$  et pour de fortes puissances, sont identifiées (soudage, brasage, marquage).

La thèse a pour objectif d'associer ces différents éléments pour démontrer la faisabilité de la mise en forme d'un faisceau laser de puissance à 1  $\mu\text{m}$  par un élément optique diffractif. Pour cela, nous avons développés trois axes de recherche complémentaires :

- la proposition d'une application en marquage laser par la mise en forme spatiale du faisceau et l'étude des paramètres qu'elle requiert,
- la détermination de la gamme de puissance laser dans laquelle un composant optique diffractif est utilisable sans que sa fonction optique ne soit détériorée par l'expansion thermique du substrat,
- la réalisation de composants optiques diffractifs multi-niveaux par micro-usinage laser d'un matériau hybride organique/inorganique obtenu par procédé sol-gel.

Ces trois axes sont détaillés respectivement dans les chapitres 3 à 5 de ce mémoire. Auparavant, un état de l'art dans le chapitre 2 présente les techniques de mise en forme d'un faisceau laser et les méthodes de fabrication d'un élément optique diffractif.



## Chapitre 2

### Etat de l'art sur la mise en forme d'un faisceau laser

L'état de l'art sur la mise en forme d'un faisceau laser comporte deux parties, l'une concernant directement les techniques de mise en forme d'un faisceau laser et l'autre portant sur les méthodes de fabrication des composants optiques diffractifs.

La dénomination de mise en forme d'un faisceau laser regroupe plusieurs configurations. La mise en forme spatiale transverse est celle qui fait l'objet de ce travail de thèse. Mais d'autres mises en forme sont possibles : une mise en forme spatiale longitudinale et une mise en forme temporelle de l'impulsion laser. La première partie de ce chapitre présente brièvement le principe de ces deux mises en forme d'un faisceau laser pour se concentrer sur la mise en forme spatiale transverse. Les techniques de mise en forme d'un faisceau laser reposent sur les systèmes optiques qualifiés de classiques, c'est-à-dire à base de composants réfractifs et réfléchissants, et principalement sur les systèmes optiques diffractifs dont les possibilités dans ce domaine semblent illimitées. Le principe de fonctionnement d'un élément optique diffractif ainsi que la manière de mettre en œuvre des fonctions optiques complexes sont développés.

Les méthodes de fabrication de ces composants optiques diffractifs à relief de surface sont exposées dans la seconde partie de ce chapitre. Elles peuvent être divisées en deux grandes catégories, à savoir la lithographie et la gravure directe. Parmi les méthodes de fabrication par gravure directe, l'accent est mis sur l'ablation laser qui est la méthode utilisée dans ce travail de thèse. Le substrat dans lequel les composants sont inscrits est un matériau hybride organique/inorganique obtenu par procédé sol-gel. De nombreux auteurs se sont intéressés à ce matériau en vue de la réalisation de composants optiques. Les techniques de structuration du matériau sol-gel hybride font l'objet d'un paragraphe à part. Enfin les méthodes de réplique en masse des composants diffractifs sont présentées succinctement afin de compléter cet exposé.

## 2.1 Techniques de mise en forme d'un faisceau laser

Différentes mises en forme, spatiales et temporelles, sont possibles pour un faisceau laser. Elles sont brièvement présentées en introduction de cette première partie. La thèse se concentre uniquement sur la mise en forme spatiale transverse de la distribution d'intensité du faisceau laser. A cet effet, plusieurs techniques basées sur des éléments optiques classiques utilisant la réfraction et la réflexion de la lumière sont décrites. La mise en forme par des éléments optiques diffractifs, qui est au cœur du sujet de thèse, est développée plus amplement. La théorie scalaire de la diffraction est d'abord présentée, puis le calcul de la fonction de phase du composant diffractif suivi du transfert dans un substrat par la création d'un relief de surface.

### 2.1.1 Mise en forme spatiale et temporelle d'un faisceau laser

Le profil d'intensité d'un faisceau laser peut être modifié dans l'espace et dans le temps. La mise en forme spatiale du profil peut de surcroît être encore divisée en une mise en forme transverse, relative à une modification de la distribution d'intensité du faisceau dans les directions transverses, et en une mise en forme longitudinale, relative à une modification le long de l'axe de propagation du faisceau. La conversion d'un faisceau de profil gaussien en un profil uniforme est un exemple de mise en forme transverse du faisceau. La focalisation du faisceau, la génération de faisceaux non diffractifs (faisceaux de Bessel) avec des éléments tels que des axicons (également connus sous la dénomination de lentilles coniques ou de prismes à symétrie de rotation) sont des exemples de mise en forme longitudinale du faisceau. La mise en forme appelée temporelle est quant à elle relative à la modification de la forme temporelle des impulsions émises par une source laser [Sinzinger.99].

La figure 2.1 schématise les types de mises en forme possibles pour un faisceau laser. La mise en forme transverse du faisceau (figure 2.1a) est celle considérée dans ce travail de thèse. Elle sera amplement détaillée par la suite.

Le montage optique de mise en forme longitudinale pour la génération d'un faisceau de Bessel est visible sur la figure 2.1b. Ce type de faisceau présente un intérêt pour le perçage de trous avec un rapport de forme élevé (rapport entre la longueur et le diamètre du trou). Un faisceau non diffractif, ou faisceau de Bessel, est un faisceau qui ne s'étend pas lors de sa propagation. Il est dénommé ainsi car il est décrit mathématiquement par une fonction de Bessel. De tels faisceaux ne peuvent cependant pas être créés en réalité car ils devraient avoir une énergie infinie. Il est tout de même possible d'approximer ce type de faisceau sur une certaine distance  $L$  sur laquelle il ne diffracte pas.

La mise en forme temporelle d'un faisceau consiste à modifier la forme temporelle d'une impulsion. Pour des impulsions laser femtosecondes, la mise en forme est effectuée en tirant parti des propriétés de dispersion d'un réseau de diffraction et de la dualité entre l'espace et le temps. Le spectre  $S(\lambda)$  d'une impulsion est déterminé par la transformée de Fourier de sa forme temporelle  $s(t)$  (équation 2.1).

$$S(\lambda) = \int s(t) \exp(2i\pi\nu t) dt \quad (2.1)$$

Les spectromètres optiques (prismes, réseaux de diffraction) permettent de convertir le spectre  $S(\lambda)$  en une distribution spatiale  $S(x)$ . Il est alors possible d'effectuer un filtrage de cette

distribution spatiale, ce qui revient à effectuer une mise en forme spatiale. Le schéma 2.1c présente le montage optique typique pour la mise en forme d'une impulsion. Deux spectromètres optiques réalisent la conversion spatio-temporelle. Le spectre  $S(\lambda)$  de l'impulsion  $s(t)$  incidente est imagé par une distribution spatiale dans le plan de Fourier du réseau de diffraction. Le filtre spatial  $F(x)$  permet de modifier cette distribution afin de modifier la forme temporelle de l'impulsion [Weiner.00]. Il existe d'autres techniques de mise en forme temporelle pour des lasers d'impulsions plus longues. Il est ainsi possible de modifier la forme et la durée d'une impulsion par le pilotage adéquat de l'alimentation électrique du système de pompage optique [Lee.04].

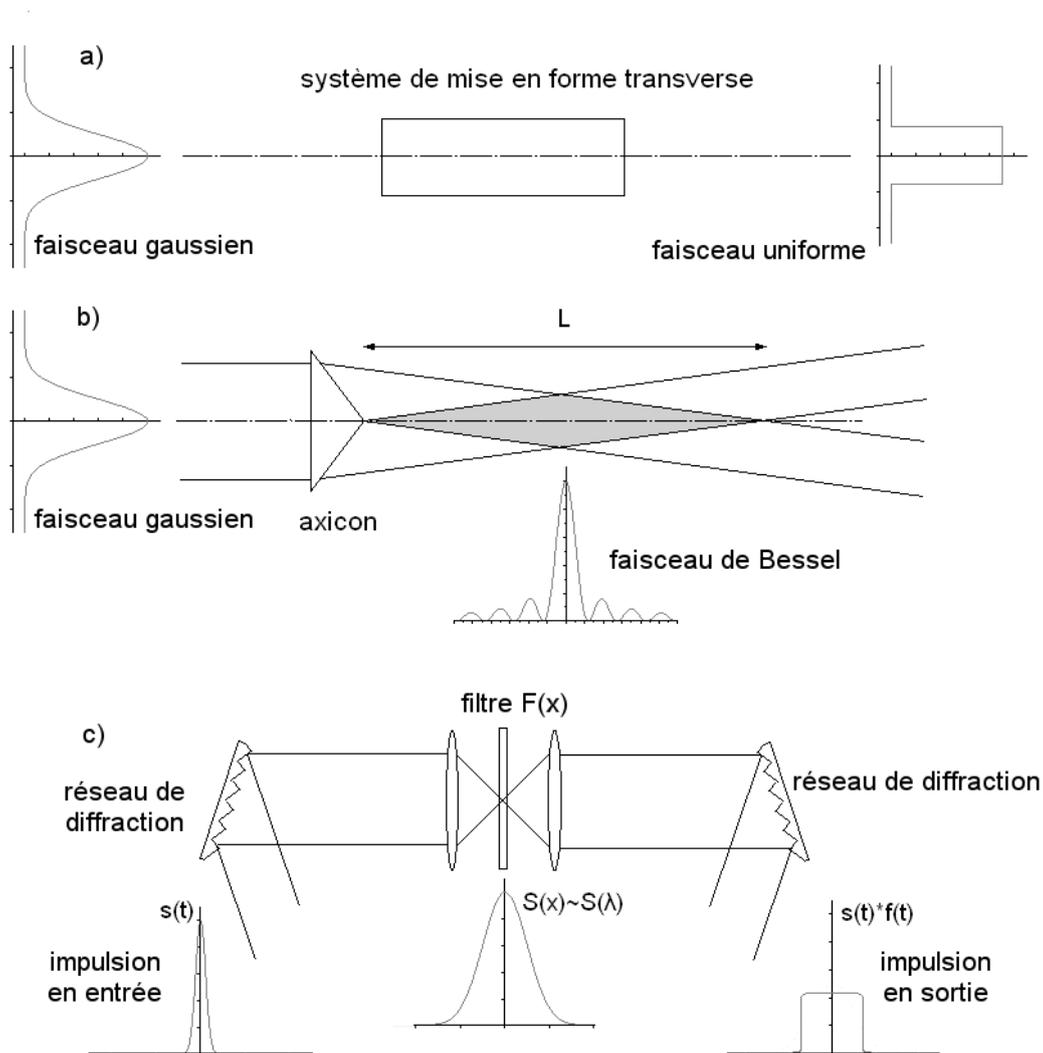


Figure 2.1: Mise en forme spatiale transverse (a) et longitudinale (b) d'un faisceau laser, mise en forme temporelle (c) d'une impulsion laser [Sinzinger.99].

Les composants optiques étudiés dans la littérature pour la mise en forme spatiale transverse du faisceau laser sont de toutes natures : réfractif, réfléchif, filtre, diffractif. Quel que soit le type de composant employé, il s'agit toujours de modifier la répartition d'intensité du faisceau. On peut distinguer deux sous-catégories de mise en forme spatiale du faisceau en fonction de la localisation du système de mise en forme, à l'intérieur ou à l'extérieur de la cavité laser. Les éléments introduits à l'intérieur de la cavité laser sont généralement des éléments optiques diffractifs, miroirs à fonction de phase spécifique, filtres spatiaux. Dans ce travail de thèse, la mise en forme porte uniquement sur le faisceau à l'extérieur de la cavité.

## 2.1.2 Mise en forme avec des composants optiques classiques

Les transformations réalisables par des composants optiques classiques (lentilles, miroirs, filtres) sont limitées à des transformations simples, au contraire des composants optiques diffractifs qui permettent une liberté de conception totale. Des fronts d'ondes arbitraires peuvent être produits très précisément. Toutefois, une transformation simple de la répartition d'intensité du faisceau laser, de gaussienne à uniforme, semble appréciable pour de nombreuses applications telles que le traitement des matériaux, le stockage optique ou le traitement optique de données. Plusieurs exemples d'une telle mise en forme avec des composants optiques classiques sont présentés.

### 2.1.2.1 Mise en forme par un système réfractif

Une méthode de transformation d'un faisceau collimaté gaussien en un faisceau collimaté uniforme à l'aide d'un système réfractif de deux lentilles plano-aspéritiques a été développée [Rhodes.80] (figure 2.2). Le principe repose sur le calcul du profil aspéritique des deux lentilles permettant d'effectuer cette transformation.

La méthode est basée sur le tracé de rayons et un bilan énergétique entre la pupille d'entrée et la pupille de sortie. Un paquet de rayons entrant dans le système à une distance  $r$  de l'axe optique avec une certaine énergie par unité de surface doit sortir du système à la distance  $R$  de l'axe optique avec une énergie par unité de surface identique pour tous les paquets de rayons. De plus la longueur du chemin optique doit être identique pour tous les rayons afin de maintenir la forme du front d'onde, onde plane dans le cas présent, lors du passage du faisceau dans le système optique. Au moment de la conception le choix peut être fait d'élargir ou non le diamètre du faisceau.

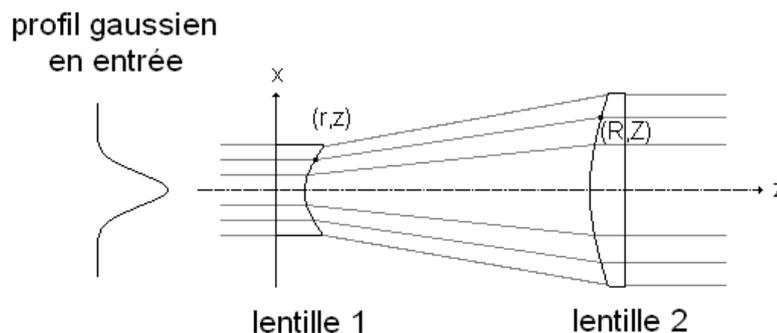


Figure 2.2 : Transformation d'un faisceau de profil en intensité gaussien en un profil uniforme par un système réfractif de lentilles plano-aspéritiques [Rhodes.80]. Les deux surfaces aspéritiques sont calculées à partir du tracé de rayons, en tenant compte du bilan énergétique et du trajet optique identique pour chaque rayon.

### 2.1.2.2 Mise en forme par un système de filtrage spatial

Un filtre en transmission a été proposé pour modifier le profil d'intensité d'un faisceau laser gaussien en un profil uniforme [Chang.98]. Une couche mince en aluminium constitue le filtre plan-convexe dont le profil axisymétrique de transmission est l'inverse d'une fonction

gaussienne (figure 2.3). Le taux d'absorption du faisceau par le filtre dépend de l'épaisseur d'aluminium traversée. L'ajustement des paramètres géométriques du filtre par rapport au faisceau incident permet donc d'obtenir un profil d'intensité uniforme pour le faisceau transmis. Le taux de transmission d'un tel filtre est toutefois inférieur à 10 %, ce qui présente un inconvénient majeur pour les applications où la puissance est requise. D'autres dispositifs utilisant la variation radiale des caractéristiques de transmission ont été proposés, par exemple à partir des effets de polarisation (effet Faraday, effet Pockels) [Simmons.74].

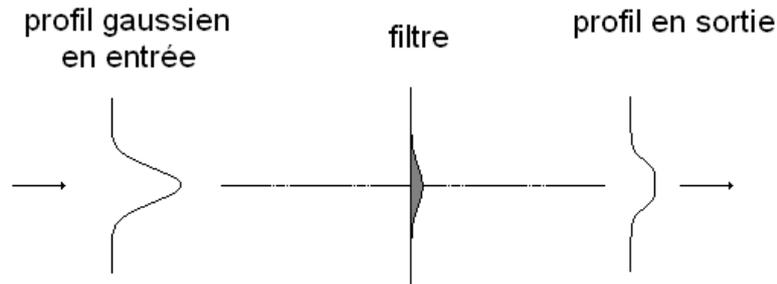


Figure 2.3 : Transformation d'un faisceau de profil en intensité gaussien en un profil uniforme par un système de filtrage spatial [Chang.98]. L'absorption du faisceau incident est fonction de l'épaisseur du filtre en aluminium. Le profil du filtre est déterminé de manière à uniformiser le profil du faisceau.

### 2.1.2.3 Mise en forme par un système réfléchif

Les systèmes optiques réfléchifs ont été largement étudiés dans la mesure où ils présentent un certain nombre d'avantages par rapport aux systèmes réfractifs ou diffractifs. Notamment leurs propriétés ne sont pas affectées par la longueur d'onde laser. Le système réfléchif est utilisable quelle que soit la longueur d'onde. D'autre part, il peut généralement supporter des puissances plus élevées que les systèmes réfractifs ou diffractifs, ce qui se révèle indispensable pour des applications avec des faisceaux de lasers de puissance.

Différents systèmes réfléchifs ont été proposés pour uniformiser la distribution d'intensité du faisceau collimaté. Un système basé sur deux miroirs asphériques dans la configuration d'un télescope a été proposé [Scott.81] (figure 2.4a). Les profils des deux surfaces réfléchissantes sont calculés à partir du tracé de rayons et de la distribution d'intensité souhaitée. Cette méthode est applicable aux miroirs de la cavité laser ou à une mise en forme à l'extérieur de la cavité. La forme annulaire du faisceau inhérente à cette configuration peut présenter un inconvénient, mais il est toutefois possible d'ajuster le taux d'obscurcissement lié au second miroir. Pour éviter le problème de l'obscurcissement des systèmes où les miroirs sont placés dans le même axe, il a été suggéré de décentrer le deuxième miroir [Malyak.92] (figure 2.4b). Les surfaces des miroirs ne sont pas nécessairement à symétrie de révolution. Ainsi l'utilisation d'un seul miroir non axisymétrique dont le profil de surface est calculé de façon similaire à un hologramme généré par ordinateur (Computer Generated Hologram CGH) a été montrée [Nemoto.97.1]. Le miroir est réalisé par CVM (plasma Chemical Vaporization Machining). Le faisceau mis en forme n'est plus nécessairement circulaire. Les auteurs de cette méthode ont pris comme exemple la transformation d'un faisceau gaussien circulaire en un faisceau uniforme de section rectangulaire. Une variante de cette méthode est l'utilisation d'un miroir déformable (figure 2.5) [Nemoto.96] [Nemoto.97.2]. Les miroirs déformables sont généralement utilisés pour compenser les aberrations du front d'onde d'un faisceau laser ou les distorsions de l'image dues à des turbulences atmosphériques dans les systèmes de télescopes. Le profil de surface est ajusté grâce à des actuators, certains points étant

## 2.1 Techniques de mise en forme d'un faisceau laser

maintenus fixes. L'adaptabilité d'un tel système est également bénéfique pour le contrôle et l'ajustement du profil d'intensité du faisceau suite à d'éventuelles fluctuations temporelles.

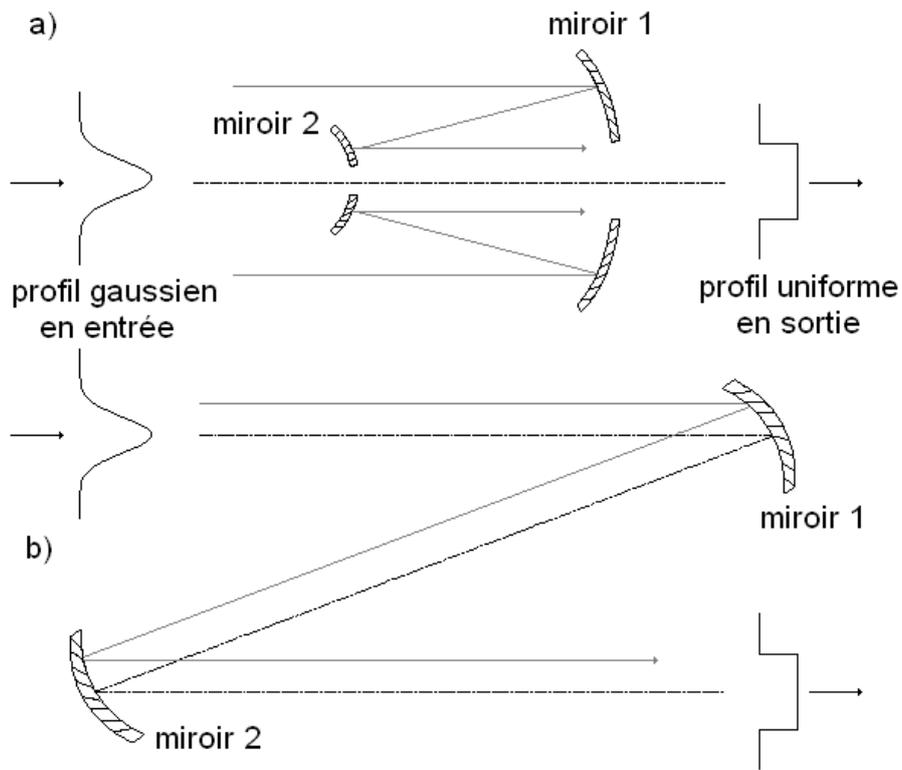


Figure 2.4 : Transformation d'un faisceau de profil en intensité gaussien en un profil uniforme par un système réfléchissant de deux miroirs asphériques centrés (a) [Scott.81] ou décentrés (b) [Malyak.92].

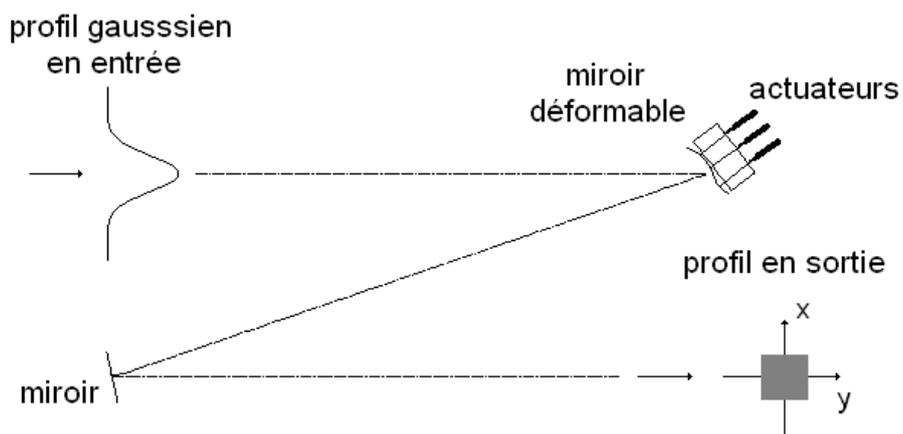


Figure 2.5 : Transformation d'un faisceau de profil en intensité circulaire gaussien en un profil uniforme de section carrée par un système réfléchissant de miroir déformable [Nemoto.96] [Nemoto.97.2]. Le profil du miroir est ajusté au moyen d'actionneurs.

### 2.1.3 Mise en forme avec des composants optiques diffractifs

La plupart des éléments optiques classiques sont basés sur le phénomène de réfraction de la lumière à une interface optique, par exemple entre l'air et le verre, décrit par la loi de Snell-Descartes. Pour les éléments optiques réfractifs, la diffraction se produit seulement aux ouvertures de dimensions finies. Elle n'est pas habituellement utilisée pour la fonctionnalité du composant mais en limite plutôt les performances. Au contraire, pour les éléments optiques diffractifs, la fonctionnalité est réalisée par le phénomène de diffraction. On peut donner à cet effet l'exemple du réseau de diffraction. Son action sur la lumière est décrite par l'équation des réseaux (équation 2.2) qui peut être considérée comme l'analogue de la loi de Snell-Descartes pour la réfraction [Sinzinger.99]. Dans l'équation 2.2 d'un réseau en transmission constitué d'un ensemble de fentes étroites régulièrement espacées d'une distance  $d$  (pas du réseau),  $\theta$  est l'angle d'incidence du faisceau sur le réseau,  $\theta_m$  est l'angle de déviation de l'ordre  $m$  de diffraction et  $\lambda$  la longueur d'onde du faisceau incident.

$$\sin \theta_m - \sin \theta = m \frac{\lambda}{d} \quad (2.2)$$

Les composants diffractifs peuvent se classer en deux catégories : les éléments d'amplitude et les éléments de phase.

- Pour les éléments d'amplitude, l'information est codée par une modulation spatiale du coefficient d'absorption du composant diffractif. Comme une part significative de l'onde lumineuse incidente est absorbée, l'efficacité de diffraction de ce type de composant ne dépasse pas 10 %.
- Pour les éléments de phase, l'information est codée soit par une modulation spatiale de l'indice de réfraction du matériau constituant le composant diffractif, l'épaisseur restant constante, soit par une modulation spatiale de l'épaisseur du composant, l'indice de réfraction restant constant. L'efficacité de diffraction d'un tel composant peut théoriquement atteindre 100 %. Les éléments diffractifs employés dans le cadre de la thèse sont des éléments de phase.

L'étude des composants optiques diffractifs peut se séparer en deux groupes, suivant que le composant présente ou non une structure périodique. La fonction optique associée à un réseau de diffraction, composant périodique, est simple. Des méthodes numériques permettent de déterminer rigoureusement les efficacités de diffraction dans le modèle électromagnétique vectoriel. Pour les composants diffractifs ne présentant pas de périodicité, l'étude est limitée à l'approche scalaire, l'approche électromagnétique rigoureuse étant très gourmande en temps de calcul. Des études sur des structures 1D non périodiques ont toutefois été menées par une approche électromagnétique rigoureuse [Lo.00]. Les composants diffractifs utilisés dans cette thèse pour générer des distributions d'intensités complexes sont étudiés par l'approche scalaire.

Dans ce paragraphe est présentée la théorie scalaire de la diffraction mise en œuvre pour les composants diffractifs utilisés dans cette thèse. Les deux régimes de diffraction, en champ proche et en champ lointain, sont exposés, ainsi que l'approximation des composants diffractifs par des éléments minces de transmittance en amplitude complexe. Pour la détermination de la fonction de phase, le calcul analytique et l'optimisation de la fonction de phase sont traités. Enfin, la génération du relief de surface et sa discrétisation sont abordées.

### 2.1.3.1 Théorie scalaire de la diffraction

Le transfert des ondes à travers l'élément optique diffractif est modélisé par l'approximation d'un élément mince et leur propagation dans l'air libre par la théorie scalaire de la diffraction. Ces points sont développés ci-dessous.

#### 2.1.3.1.1 Approche scalaire de la diffraction

Les approches rigoureuses de la théorie de la diffraction sont basées sur la résolution des équations de Maxwell. Les composantes du champ électromagnétique doivent satisfaire à la fois les équations de Maxwell et les conditions aux limites du problème considéré. Pour une grande variété d'éléments diffractifs il est cependant possible de considérer un champ scalaire. Dans ce cas on néglige le couplage entre les composantes vectorielles du champ électrique et du champ magnétique. La lumière est traitée comme une grandeur scalaire : une vibration. On ne considère que la composante transverse du champ électrique ou magnétique. La polarisation de l'onde et la diffraction dans le milieu ne sont pas prises en compte. Cette approximation est notamment justifiée pour des réseaux fins, où les ordres de diffractions significatifs se concentrent autour de l'axe optique [Sinzinger.99].

L'approche scalaire est basée sur l'équation d'Helmholtz (2.3). Le champ scalaire  $U(x,y,z)$  indépendant du temps représente une onde qui doit satisfaire en tout point de l'espace l'équation d'onde. Le champ est décomposé en ondes planes au moyen de la transformée de Fourier (2.4) afin de décrire la propagation de l'onde.

$$\nabla^2 U(x, y, z) + k^2 U(x, y, z) = 0 \quad (2.3)$$

$$U(x, y, z) = \iint \tilde{U}(v_x, v_y, v_z) \exp[2i\pi(v_x x + v_y y + v_z z)] dv_x dv_y dv_z \quad (2.4)$$

$k$  est le vecteur d'onde ( $k=2\pi/\lambda$ ),  $v_x$ ,  $v_y$  et  $v_z$  sont les fréquences spatiales. Elles indiquent la direction de propagation des composantes du champ. En injectant l'équation 2.4 dans 2.3 on obtient l'équation différentielle :

$$\frac{\partial^2 \tilde{U}(v_x, v_y, v_z)}{\partial z^2} + k^2 [1 - \lambda^2(v_x^2 + v_y^2)] \tilde{U}(v_x, v_y, v_z) = 0 \quad (2.5)$$

En résolvant cette équation, on obtient l'équation générale de propagation de la lumière dans un milieu homogène :

$$U(x, y, z) = \quad (2.6)$$

$$\iiint \iiint U(x_0, y_0, z_0) \exp \left[ 2i\pi \left( v_x(x - x_0) + v_y(y - y_0) + \frac{z - z_0}{\lambda} \sqrt{1 - \lambda^2(v_x^2 + v_y^2)} \right) \right] dv_x dv_y dx_0 dy_0$$

Selon le schéma de la figure 2.6 cette équation décrit le développement de la distribution d'amplitude complexe suivant la propagation d'un plan  $z_0$  à un plan  $z$ .

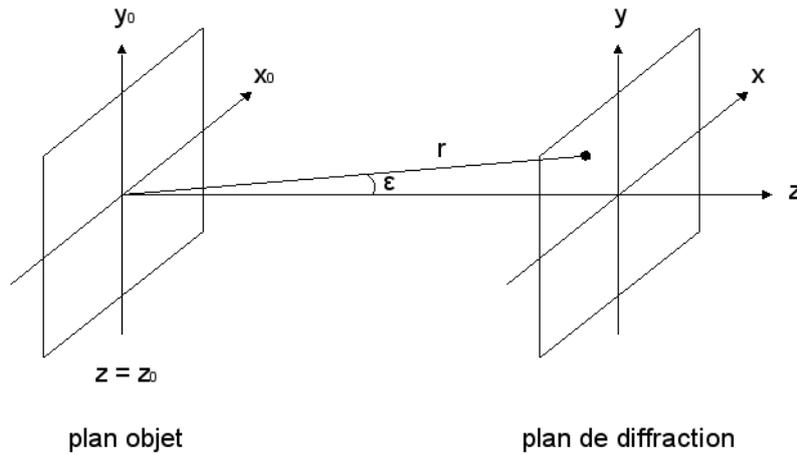


Figure 2.6 : Géométrie pour la description de la propagation du champ, du plan objet  $(x_0, y_0, z_0)$  au plan de diffraction  $(x, y, z)$ .

Dans l'approximation paraxiale, c'est à dire pour des angles de propagation  $\varepsilon$  avec l'axe optique petits, inférieurs à  $20^\circ$ , cette équation peut s'écrire :

$$U(x, y, z) \propto \frac{i}{\lambda} \iint U(x_0, y_0, z_0) \frac{e^{ikr}}{r} \cos \varepsilon dx_0 dy_0 \quad (2.7)$$

L'équation 2.7 est généralement connue comme l'intégrale de diffraction de Kirchhoff. Elle décrit mathématiquement le principe d'Huygens-Fresnel qui déclare que le champ à une position  $z$  derrière une ouverture diffractante est équivalent à la superposition des ondes sphériques émises par les éléments de l'ouverture.

### 2.1.3.1.2 Diffraction de Fresnel et diffraction de Fraunhofer

L'intégrale de diffraction de Kirchhoff est approximée pour décrire les deux régimes de diffraction les plus importants dans la théorie scalaire de la diffraction. Pour décrire la diffraction en champ proche, ou diffraction dite de Fresnel, la distance  $r$  entre l'objet et le plan d'observation est approximée (équation 2.8) et l'intégrale de diffraction est approximée par une transformation de Fresnel (équation 2.9) :

$$r \approx (z - z_0) \left[ 1 + \frac{1}{2} \left( \frac{x - x_0}{z - z_0} \right)^2 + \frac{1}{2} \left( \frac{y - y_0}{z - z_0} \right)^2 \right] \quad (2.8)$$

$$U(x, y, z) \approx \frac{i}{\lambda} \frac{e^{ik(z-z_0)}}{z - z_0} \iint U(x_0, y_0, z_0) \exp \left[ \frac{i\pi}{\lambda(z - z_0)} ((x - x_0)^2 + (y - y_0)^2) \right] dx_0 dy_0 \quad (2.9)$$

L'équation 2.9 est appelée approximation quadratique de l'intégrale de Kirchhoff. En effet, en appliquant l'équation 2.8 les ondes élémentaires du principe d'Huygens-Fresnel sont approximées par des ondes paraboliques. Cette approximation est acceptable si :

## 2.1 Techniques de mise en forme d'un faisceau laser

$$N_F^3 \ll 4 \frac{a^2}{\lambda^2} \quad (2.10)$$

où  $N_F$  est le nombre de Fresnel défini par 2.11 et  $a$  est la plus grande dimension de l'ouverture.

$$N_F = \frac{a^2}{\lambda(z - z_0)} \quad (2.11)$$

En approximant l'intégrale de Kirchhoff pour des distances plus grandes on atteint le régime en champ lointain, ou diffraction dite de Fraunhofer. Ceci est valide si :

$$z - z_0 \gg \frac{1}{2} k(x^2 + y^2) \quad (2.12)$$

Dans ce cas l'intégrale de diffraction peut s'écrire :

$$U(x, y, z) \propto \frac{i e^{ik(z-z_0)}}{\lambda(z-z_0)} \exp\left[\frac{i\pi}{\lambda(z-z_0)}(x_0^2 + y_0^2)\right] \iint U(x_0, y_0, z_0) \exp\left[-2i\pi \frac{xx_0 + yy_0}{\lambda(z-z_0)}\right] dx_0 dy_0 \quad (2.13)$$

Cette équation décrit la transformée de Fourier de la distribution d'amplitude dans le plan objet  $U(x_0, y_0, z_0)$ . A grande distance de l'objet diffractant, l'amplitude de la distribution peut être décrite par la transformée de Fourier de la distribution objet.

### 2.1.3.1.3 Approximation par un élément mince

Dans la théorie scalaire de la diffraction, un élément optique diffractif avec un profil de phase  $\Psi_{EOD}(x, y)$  est approximé par un élément mince de transmittance en amplitude complexe :

$$t(x, y) = \exp[i\Psi_{EOD}(x, y)] \quad (2.14)$$

Cette approche permet de définir de façon simple la notion de fonction de transfert de phase. Si  $U_i(x, y)$  et  $U_t(x, y)$  sont respectivement les champs incident et transmis à travers la structure diffractive, on a :

$$U_t(x, y) = t(x, y) U_i(x, y) \quad (2.15)$$

L'élément optique diffractif retarde le front d'onde incident. La propagation du nouveau front d'onde est décrite par la formulation scalaire appropriée (diffraction de Fresnel, diffraction de Fraunhofer).

On peut noter une différence entre le profil de phase  $\Psi_{EOD}(x, y)$  d'un élément optique diffractif et la phase  $\Phi_{EOD}(x, y)$  qui est générée dans l'ordre 1 de diffraction (si on pose que l'ordre 1 est l'ordre d'intérêt). Par exemple, des lentilles diffractives de profil continu, multi-niveaux et binaires ont des profils de phase  $\Psi_{EOD}(x, y)$  différents (figure 2.7), mais produisent la même fonction de phase  $\Phi_{EOD}(x, y)$  dans l'ordre 1. Ces éléments exécutent la même conversion du front d'onde, avec cependant différentes efficacités de diffraction. L'efficacité de diffraction

est définie par le rapport entre l'intensité dans un ordre particulier de diffraction et l'intensité incidente sur le composant diffractif [Herzig.97].

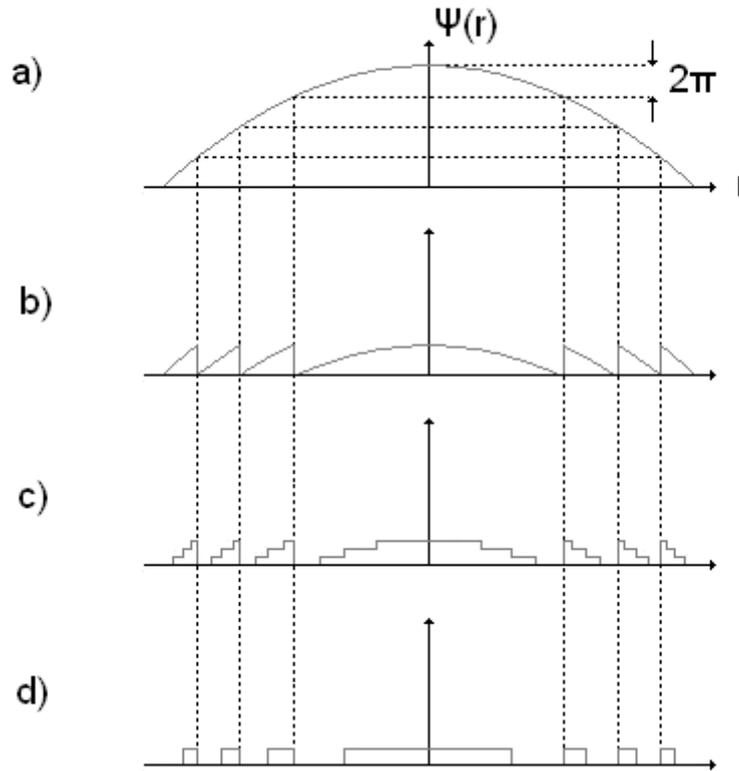


Figure 2.7 : Profil de phase d'une lentille réfractive (a), d'une lentille diffractive de profil continu (b), de profil à quatre niveaux (c) et de profil binaire (d) [Herzig.97].

### 2.1.3.2 Fonction de phase

Le calcul de la fonction de phase  $\Phi_{EOD}(x,y)$  pour un élément optique diffractif de reconstruction dans l'ordre 1 est exposé dans ce paragraphe.

#### 2.1.3.2.1 Calcul analytique de la fonction de phase

Un élément de phase mince illuminé par une onde incidente  $\Phi_{in}(x,y)$  produit une onde  $\Phi_{out}(x,y)$ . La conversion de front d'onde est décrite par :

$$\Phi_{out}(x,y) = \Phi_{in}(x,y) + \Phi_{EOD}(x,y) \quad (2.16)$$

De l'équation 2.16 on obtient aisément la fonction de phase  $\Phi_{EOD}(x,y)$  connaissant les ondes incidente et diffractée dans l'ordre 1. Ceci est possible pour des fonctions simples telles que la focalisation ou la déflexion [Herzig.97].

En général, la fonction optique est plus complexe et la fonction de phase  $\Phi_{EOD}(x,y)$  de l'élément optique diffractif ne peut pas être calculée analytiquement. Différentes méthodes

numériques ont été proposées pour le calcul de la fonction de phase. Le paragraphe suivant traite de l'optimisation du profil de phase.

### 2.1.3.2.2 Optimisation du profil de phase

L'algorithme itératif basé sur la transformée de Fourier (Iterative Fourier Transform Algorithm IFTA) est une méthode pour le calcul et l'optimisation de la fonction de phase d'un élément optique diffractif. L'algorithme que nous employons est l'algorithme Gerchberg-Saxton [Herzig.97] [Kopp.00] [Sinzing.99]. Elle est utilisée dans la thèse pour la conception des éléments optiques diffractifs. La fonction de transfert de phase de l'élément optique diffractif est calculée à partir de la connaissance des caractéristiques de l'onde incidente et de la distribution d'intensité désirée dans le plan de reconstruction.

Le principe de l'optimisation est schématisé sur la figure 2.8. Le profil de phase  $\Phi_{EOD}$  de l'élément optique diffractif est défini par une matrice de cellules élémentaires, dont chaque valeur représente le déphasage introduit sur une surface élémentaire. L'amplitude  $A_i$  et la phase  $\Phi_i$  de l'onde incidente sont connues. L'amplitude  $A_s$  dans le plan de reconstruction (plan image) est imposée par la mise en forme souhaitée. La phase  $\Phi_t$  dans le plan image est laissée libre. L'algorithme consiste à calculer la phase  $\Phi_{EOD}$  de l'élément optique diffractif (plan objet). Les étapes de l'algorithme sont les suivantes :

- Initialisation : On choisit pour la phase  $\Phi_{EOD}$  recherchée, une matrice de valeurs initiales. Lorsque l'on connaît une solution approchée analytique de la phase recherchée, on discrétise cette fonction et on initialise la matrice avec ces valeurs. Lorsque l'on ne connaît pas de solution approchée, on peut utiliser une initialisation aléatoire.
- Itération :
  1. Propagation. La transformée de Fourier est utilisée pour simuler la propagation de l'onde, du plan objet au plan image. Si l'élément optique diffractif est éclairé par une onde incidente notée :

$$U_i(x, y) = A_i \exp[-i\Phi_i(x, y)] \quad (2.17)$$

l'onde en sortie de l'élément optique diffractif sera :

$$U_{EOD}(x, y) = A_i \exp[-i(\Phi_i(x, y) + \Phi_{EOD}(x, y))] \quad (2.18)$$

L'onde dans le plan de reconstruction s'écrit :

$$U_t(x, y) = A_t \exp[-i\Phi_t(x, y)] = P\{U_{EOD}\} \quad (2.19)$$

où l'opérateur P représente la transformée de Fourier.

2. Contraintes dans le plan de reconstruction. On remplace  $A_t$  par  $A_s$ , l'amplitude de l'onde souhaitée dans le plan de reconstruction. On contraint ainsi l'onde dans le plan de reconstruction à prendre la valeur :

$$U_t(x, y) = A_s \exp[-i\Phi_t(x, y)] \quad (2.20)$$

3. Propagation inverse. On utilise le propagateur inverse pour calculer l'onde correspondante dans le plan de l'élément optique diffractif. Elle est notée :

$$U_{EOD}(x, y) = A_{EOD} \exp[-i\Phi_D(x, y)] = P^{-1}\{U_t\} \quad (2.21)$$

4. Contraintes dans le plan de l'élément optique diffractif. On fixe :

$$U_{EOD}(x, y) = A_i \exp[-i(\Phi_D(x, y) + \Phi_i(x, y))] \quad (2.22)$$

- Cette boucle est réitérée jusqu'à ce que la distribution d'intensité dans le plan de reconstruction soit très proche de la distribution voulue.

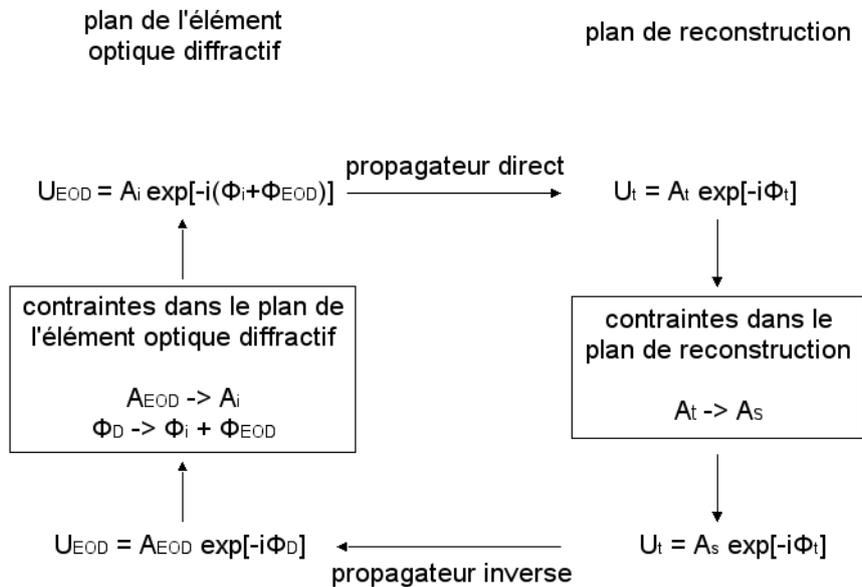


Figure 2.8 : Principe de l'algorithme itératif IFTA pour le calcul et l'optimisation de la fonction de phase d'un élément optique diffractif [Kopp.00].

Il existe deux types de configurations pour les éléments optiques diffractifs suivant le propagateur utilisé : la configuration de Fresnel ou la configuration de Fourier. Avec la configuration de Fresnel la focalisation est intégrée à la fonction optique de l'élément optique diffractif. Ce n'est pas le cas avec la configuration de Fourier pour laquelle il est nécessaire d'ajouter une lentille dans le montage optique de reconstruction pour l'observation à distance finie.

L'algorithme IFTA est très efficace et peut manipuler de grandes quantités de données. Cependant il est sensible aux paramètres initiaux et il est difficile d'éviter que le processus converge vers un minimum local. D'autres méthodes utilisant l'optimisation globale, tel que l'algorithme du recuit simulé, ne dépendent pas du point de départ, sont très efficaces et évitent les minima locaux. L'inconvénient principal de ces méthodes est la durée de calcul qui peut devenir très grande. Des travaux ont également portés sur la combinaison de l'optimisation globale avec l'algorithme itératif [Legard.97].

### 2.1.3.3 Génération du relief de surface

Une fois la fonction de phase  $\Phi_{EOD}(x,y)$  de l'élément optique diffractif connue, elle peut être réalisée physiquement par une modulation spatiale de l'épaisseur d'un substrat.

#### 2.1.3.3.1 Conversion du profil de phase en relief de surface

Puisque la composante complexe dans l'équation 2.14 est une fonction périodique de période  $2\pi$ , la phase peut être réduite à l'intervalle  $(0,2\pi)$  :

$$\Psi_{EOD}(x, y) = \text{mod}_{2\pi} \Phi_{EOD}(x, y) \quad (2.23)$$

Le profil du relief de surface  $h(x,y)$  pour un élément optique diffractif mince en transmission est lié au profil de phase  $\Psi_{EOD}(x,y)$  par :

$$h(x, y) = \frac{\lambda}{n-1} \frac{\Psi_{EOD}(x, y)}{2\pi} \quad (2.24)$$

où  $n$  est l'indice de réfraction du substrat et  $\lambda$  la longueur d'onde de conception [Soifer.02].

#### 2.1.3.3.2 Discretisation du relief de surface

La théorie scalaire prédit une efficacité de diffraction idéale de 100 % pour des éléments optiques diffractifs avec un relief de surface continu. Des technologies de fabrication des éléments diffractifs permettent d'obtenir un relief de surface quasiment continu (cf. § 2.2) mais les résultats expérimentaux sont en général de 5 à 15 % inférieurs à la prévision théorique.

Pour des raisons de technologie de fabrication, le relief de surface est discrétisé (figure 2.7) afin de faciliter la réalisation des éléments diffractifs. L'efficacité de ces éléments dépend du nombre de niveaux de phase  $N$  suivant lesquels le profil a été discrétisé. Pour les réseaux de diffraction, l'efficacité de diffraction  $\eta$  dans l'ordre 1 est donnée par l'expression 2.25 [Herzig.97] [Borrelli.05]. Les valeurs de l'efficacité de diffraction sont données dans le tableau 2.1 en fonction du nombre de niveaux de phase. Un élément diffractif à quatre niveaux semble un bon compromis entre l'efficacité de diffraction qui atteint 81 % et la difficulté de réalisation d'un tel composant.

$$\eta = \left( \frac{\sin(\pi/N)}{\pi/N} \right)^2 \quad (2.25)$$

Nombre de niveaux de phase	Efficacité de diffraction
2	0,41
4	0,81
8	0,95
16	0,99

Tableau 2.1 : Efficacité de diffraction dans l'ordre 1 en fonction du nombre de niveaux de phase d'un élément optique diffractif discrétisé.

## 2.2 Méthodes de fabrication de composants optiques diffractifs

Il existe deux grandes familles de méthodes de fabrication des composants optiques diffractifs à relief de surface : les techniques de gravure directe du profil dans un substrat et les techniques lithographiques de transfert du profil dans un matériau intermédiaire [Borrelli.05] [Herzig.97] [Kress.97] [Martellucci.97] [Meyrueis.00] [Rai-Choudhury.97] [Sinzinger.99] [Turunen.97]. Les deux méthodes ont été abordées brièvement dans le chapitre 1 de ce mémoire (cf. § 1.3). Le principe de la lithographie a été présenté. L'ablation laser, méthode de gravure directe du relief de surface, a été mise en avant suite aux travaux réalisés au LSP sur la fabrication de petites séries de composants diffractifs à un coût réduit.

Les méthodes de fabrication par lithographie et les méthodes de gravure directe du relief de surface sont présentées dans cette seconde partie. La thèse se concentre sur les composants diffractifs transmissifs. Une voie qui consiste à utiliser un substrat hybride organique/inorganique transparent obtenu par procédé sol-gel (dénommé par la suite matériau sol-gel hybride) a été explorée à cet effet. Ce matériau s'avère particulièrement adapté à l'optique et à la structuration de son relief de surface. Le paragraphe 2.2.3 détaille les méthodes de structuration du matériau sol-gel. Enfin, les techniques de répllication en masse à bas coût sont présentées succinctement dans un dernier paragraphe.

### 2.2.1 Méthodes de fabrication par lithographie

Dans ce paragraphe est exposé le principe de la fabrication de composants optiques diffractifs par lithographie. Il est détaillé dans le cas de la lithographie par masque d'amplitude binaire. Par la suite, l'écriture directe pour la lithographie et la lithographie par masque à niveaux de gris sont également présentées.

#### 2.2.1.1 Principe

Le principe de la lithographie consiste à transférer le profil de l'élément optique diffractif dans le matériau substrat par l'intermédiaire d'une couche mince de polymère photosensible ou électrosensible (résine).

Le relief de surface à fabriquer étant connu, un ou plusieurs masques contenant l'image du motif à créer dans le substrat sont réalisés. Le principe consiste à produire dans la couche de résine une copie du masque, sorte de pochoir, à l'aide d'un faisceau de photons, d'électrons ou d'ions. Le principe et les techniques de fabrication qui sont employées pour fabriquer les structures sont schématisés sur la figure 2.9 [Herzig.97].

Une couche mince de résine sensible est déposée sur le substrat à graver (a). Le motif est transféré dans la couche de résine par l'exposition UV à travers le masque d'amplitude comprenant des régions opaques et transparentes (b). Suite à l'exposition, la composition de la couche de résine est modifiée par réaction photochimique ou par réticulation des chaînes polymériques.

Lors de l'étape de développement (c), l'excès de résine est dissout dans une solution révélatrice, laissant place au motif. Une résine positive reproduit le motif du masque, tandis qu'une résine négative inverse le motif du masque.

## 2.2 Méthodes de fabrication de composants optiques diffractifs

Le motif formé par la résine sert alors de pochoir pour l'étape suivante de transfert du motif dans le substrat, c'est-à-dire l'enlèvement ou la construction d'une couche de matériau pour créer le relief de surface. La gravure chimique humide ou la gravure sèche (en phase gazeuse) enlèvent une couche de matériau non protégé par la résine (d). Les méthodes additives comprennent :

- le dépôt d'une couche d'un second matériau sur la surface structurée (lift-off) (e) par évaporation, pulvérisation ou dépôt en phase vapeur (Chemical Vapor Deposition CVD). Cette étape est suivie de l'enlèvement de l'excès de matériau par dissolution de la résine sous-jacente.
- la galvanoplastie ou la croissance épitaxiale d'un matériau (f) dans les zones non recouvertes de résine.
- la diffusion d'ions dans les régions non protégées par la résine (g) qui provoque une modification de l'indice de réfraction ou du volume.

Enfin, la dernière étape consiste à dissoudre les résidus de résine.

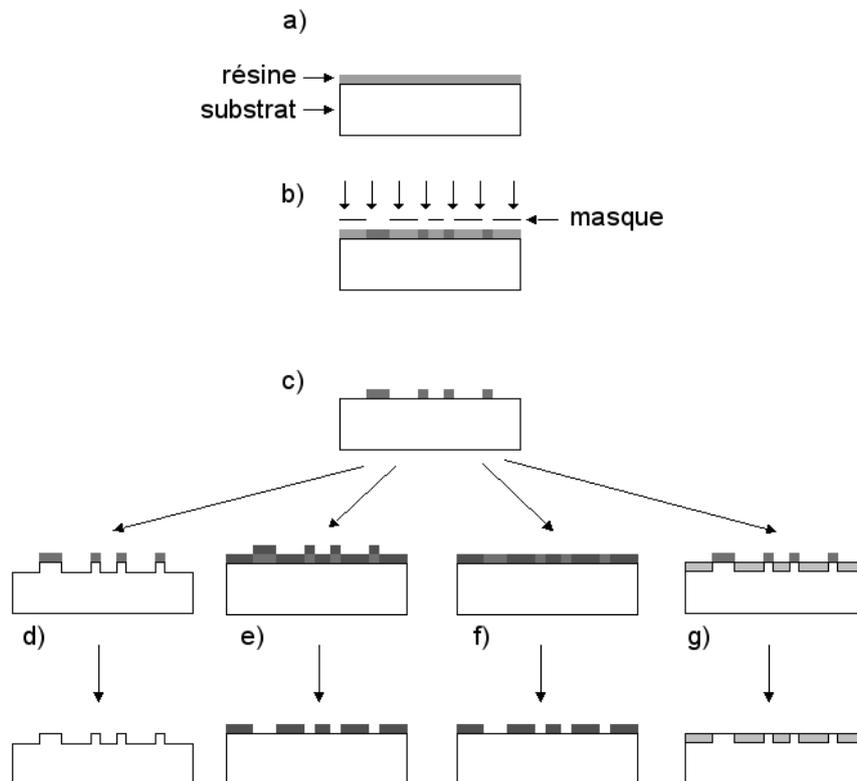


Figure 2.9 : Etapes et techniques de lithographie pour la création d'un relief de surface [Herzig.97]. Dépôt de résine (a), exposition à travers un masque d'amplitude (b), développement (c) et transfert du motif dans le substrat par gravure chimique (d), lift-off (e), galvanoplastie ou croissance épitaxiale (f) ou modification d'indice par diffusion d'ions (g).

Le composant diffractif obtenu est composé de deux niveaux. La réalisation d'un composant multi-niveaux nécessite de répéter l'ensemble du processus. Pour un composant à  $2^N$  niveaux, N masques binaires et N répétitions du processus sont requises. La profondeur de gravure et la taille des motifs à transférer diminuent à chaque itération du processus. La figure 2.10 présente le principe de la génération d'un composant à quatre niveaux. La résolution des

motifs dessinés sur le masque (« critical dimension ») peut atteindre aujourd'hui 100 nm. Des performances d'alignement de l'ordre du micron sont courantes dans l'industrie.

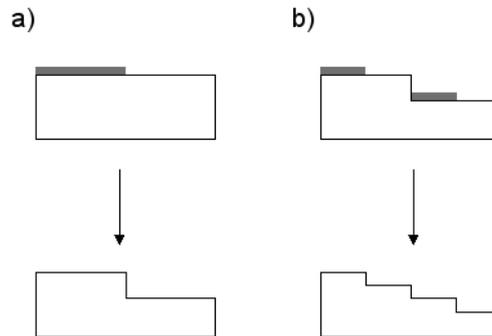


Figure 2.10 : Génération d'un composant diffractif à quatre niveaux : première étape de gravure (a) pour la génération de deux niveaux et seconde étape de gravure (b) pour la génération de quatre niveaux.

### 2.2.1.2 Ecriture directe pour la lithographie

Le transfert du motif par exposition à travers un masque peut être remplacé par une technique dite d'écriture directe ou lithographie par balayage du faisceau. Un faisceau laser ou un faisceau d'électrons vient directement écrire le motif dans la couche de résine. La méthode de transfert dans la résine peut tirer parti de réactions chimiques déclenchées par l'exposition comme pour la lithographie par masque, mais d'autres techniques de transfert existent, comme par exemple l'ablation laser de la couche de résine décrite à cet effet au chapitre 1 (§ 1.3).

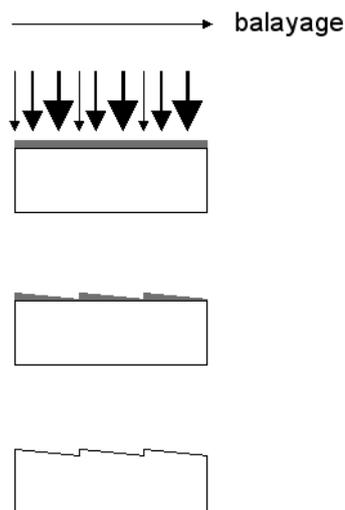


Figure 2.11 : Processus de lithographie avec écriture modulée dans la résine pour la création d'un relief de surface analogique [Sinzinger.99].

Au lieu d'une écriture binaire dans la résine, une modulation en intensité du faisceau d'écriture permet de transcrire dans la résine les variations de profondeur (figure 2.11). On

## 2.2 Méthodes de fabrication de composants optiques diffractifs

obtient ainsi en une seule itération un élément optique diffractif à relief de surface quasi-analogique, la résolution latérale étant liée au diamètre du faisceau d'écriture [Sinzinger.99]. Ceci permet de s'affranchir des problèmes de réalignement du système et l'efficacité des composants diffractifs est améliorée.

### 2.2.1.3 Masques à niveaux de gris

La fabrication de composants à relief de surface peut également être réalisée en lithographie par masque avec des masques à niveaux de gris. Au lieu de balayer la surface de la résine avec un faisceau laser ou un faisceau d'électrons d'intensité variable, l'exposition en une seule étape d'un masque à niveaux de gris peut être appliquée. Après développement, la couche de résine est modulée en épaisseur, tout comme avec la lithographie par balayage du faisceau. Cette technique a un fort potentiel pour réduire le coût de fabrication des composants [Sinzinger.99].

L'encodage de la structure peut être réalisée par un masque comportant localement des motifs de transmission variable, par exemple une couche de chrome d'épaisseur variable [Millon.06]. La modulation de la lumière est basée sur une absorption locale par les motifs de chrome. Une autre technique également basée sur le masque de chrome consiste à utiliser des points de dimension variable, mais toutefois suffisamment petits pour ne pas être résolus par le système de projection. L'intensité de la lumière transmise est alors proportionnelle à la dimension des points [Borrelli.05]. L'inconvénient principal de ces masques en chrome est le seuil de dommage assez bas qui peut être à l'origine de défauts dans le masque. D'autres techniques pour la fabrication du masque à niveaux de gris reposent sur l'utilisation de verres spéciaux dont l'absorption est modulée par l'exposition à un faisceau d'électrons (procédé HEBS High Energy Beam Sensitive glass) [Borrelli.05], ou sur des masques de phase à niveaux de gris (Diffractive Gray Tone Phase Mask DGTPM) [Millon.06].

## 2.2.2 Méthodes de fabrication par gravure directe

La fabrication par gravure directe consiste à créer directement le relief de surface dans le substrat. La réalisation de profils analogiques et multi-niveaux est possible par gravure directe. Le principe est similaire à l'étape d'écriture directe pour la lithographie décrite précédemment (§ 2.2.1.2). Un faisceau d'écriture, éventuellement modulé en intensité, balaye la surface du substrat afin de créer le relief de surface. A la différence de la lithographie où le motif est transféré dans une résine sensible, les méthodes de fabrication par gravure directe agissent directement sur le matériau substrat dans lequel sera inscrit le composant optique. Ces méthodes sont généralement mieux adaptées au prototypage que le procédé de lithographie. L'inscription du motif en une seule étape et sans masque en sont les principaux avantages.

Des techniques alternatives à la lithographie ont été développées pour la gravure directe du relief de surface de composants optiques diffractifs. Elles sont présentées dans ce paragraphe. Il s'agit de l'usinage mécanique du relief par une pointe en diamant, de la gravure par un faisceau d'ions focalisé, de l'ablation laser et de la gravure assistée par laser. La gravure par ablation laser du substrat, technique appliquée dans ce travail de thèse pour la fabrication du relief de surface de composants optiques diffractifs, est plus amplement détaillée.

### 2.2.2.1 Usinage par pointe en diamant

La fabrication des microstructures du relief de surface par le fraisage mécanique avec une pointe en diamant est une méthode de gravure directe. L'usinage diamant de systèmes optiques de précision est typiquement une technique d'usinage avec un tour programmable équipé d'un outil de coupe optimisé pour la fabrication des surfaces optiques, de rugosité minimale et avec le minimum de dommages (figure 2.12). L'usinage par pointe en diamant est limité à la fabrication de surfaces à symétrie de rotation, incluant les microlentilles sphériques et de Fresnel.

Les meilleures surfaces optiques sont produites en usinant des métaux tels que le cuivre ou l'aluminium pour lesquels une rugosité de surface inférieure à 1 nm rms peut être réalisée. Le verre est trop fragile pour être usiné directement, mais de bons résultats ont été obtenus par usinage de plastiques tels que des acryliques (PMMA) [Herzig.97].

L'approche par usinage au diamant donne d'excellents résultats dans certains cas et convient particulièrement aux éléments optiques ayant une faible ouverture numérique et présentant une symétrie de rotation. Cette dernière caractéristique limite toutefois son utilisation à un groupe restreint de composants optiques.

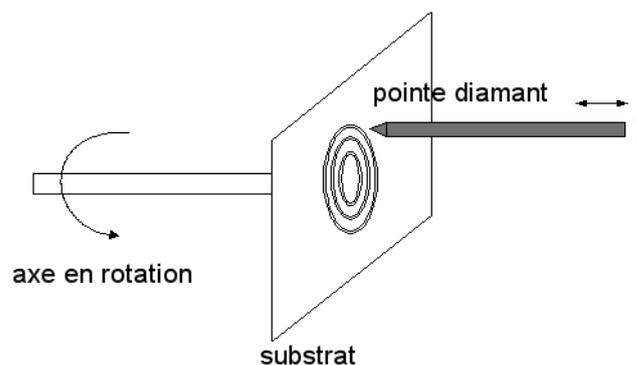


Figure 2.12 : Principe de l'usinage du relief de surface d'un composant optique par fraisage mécanique à l'aide d'une pointe en diamant.

### 2.2.2.2 Gravure directe par un faisceau d'ions

La gravure à l'aide d'un faisceau d'ions focalisé (Focused Ion Beam FIB) peut être employée pour usiner directement des microstructures dans une variété de matériaux. Le système de gravure FIB est équipé d'une source d'ions, typiquement le gallium, d'un système optique de focalisation et de déflexion approprié. Le faisceau d'ions focalisé a suffisamment d'énergie pour usiner des substrats tels que le verre, le quartz, le silicium ou l'arséniure de gallium (GaAs).

La profondeur à laquelle le substrat est usiné est liée à la dose d'ions. Elle est commandée par la durée d'exposition ou par le nombre de passages sur une surface. Des microstructures à relief continu peuvent être fabriquées par la commande appropriée de la dose d'ions. L'usinage FIB est une technique de gravure directe qui ne nécessite pas de traitement supplémentaire de la surface après la gravure. Elle est toutefois relativement lente. Le taux d'ablation est d'environ  $0,06 \mu\text{m}^3/\text{s}$  dans un substrat de phosphore d'indium (InP), ce qui correspond à une durée de 20 minutes pour la réalisation d'une microlentille de  $10 \mu\text{m}$  de

diamètre et de 1  $\mu\text{m}$  de profondeur maximale avec un faisceau d'ions gallium (énergie 20 keV, courant 160 pA) focalisé sur une tache de diamètre 200 nm [Herzig.97].

### 2.2.2.3 Ablation laser

La recherche en ablation de polymères par laser à excimères est poursuivie activement depuis le début des années 1980, conduite par l'intérêt de nombreuses applications qui ont émergé de cette technique d'enlèvement de matière à haute résolution. La structuration par ablation laser dans l'ultraviolet (lasers à excimères pulsés) est appliquée aux matériaux organiques (polymères) et inorganiques (verres). Ce paragraphe présente le principe de la méthode de structuration directe du relief de surface par ablation laser ainsi que les mécanismes de l'ablation laser. L'application de la méthode à la structuration de polymères et de matériaux inorganiques transparents est détaillée en vue de la fabrication de composants optiques diffractifs.

#### 2.2.2.3.1 Principe

Le schéma d'un système de gravure directe par ablation laser est visible sur la figure 2.13. Il est typiquement composé de la source laser à excimères pulsée, d'une mise en forme du faisceau par un masque et d'un système optique de projection dont le taux de réduction permet de réduire la dimension du motif projeté. Pour créer le relief de surface, différentes stratégies de balayage, combinées à la forme et à la distribution d'intensité du faisceau ont été développées [Behrmann.97]. La projection de masque contenant l'ensemble du motif peut être employée (cf. masques utilisés pour la lithographie). L'utilisation d'un masque contenant un motif élémentaire (ou pixel élémentaire) permet de s'affranchir de la création d'un masque complet pour chaque structure diffractive et offre une plus grande flexibilité. En effet, dans ce cas le motif complet est usiné par le déplacement adéquat du substrat et l'ablation du motif élémentaire aux positions requises.

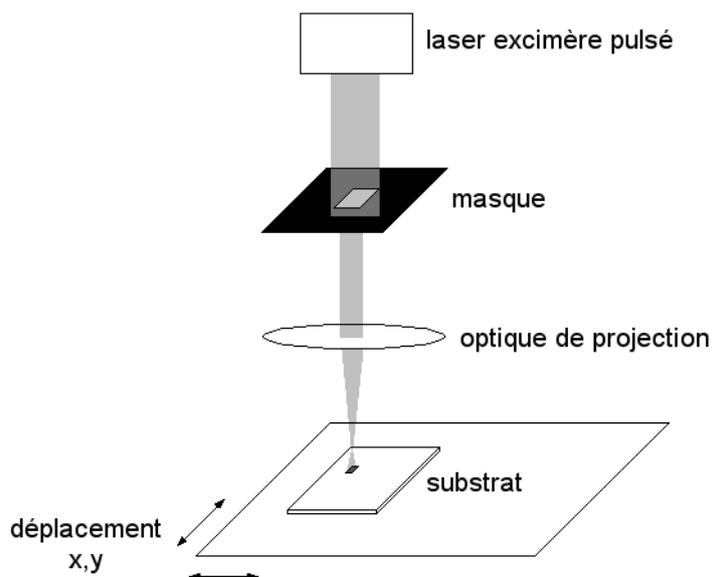


Figure 2.13 : Système de gravure directe du relief de surface d'un substrat par ablation laser dans l'ultraviolet. Le masque contient un motif élémentaire. Le motif complet du composant diffractif est usiné pixel par pixel.

### 2.2.2.3.2 Mécanismes d'ablation laser

L'ablation laser se traduit par la vaporisation, l'éjection à grande vitesse et l'ionisation partielle d'une fine couche de matière lors de l'impact d'une impulsion laser courte sur un matériau. Ces phénomènes se traduisent par la formation d'une onde de pression se propageant dans le matériau et d'une onde de choc se propageant dans le milieu ambiant. Les effets thermiques générés au niveau de la pièce sont assez limités car la chaleur libérée, diffusant peu en-dehors de la zone d'interaction, est en grande partie évacuée avec la matière vaporisée [Stauter.96].

Il a été suggéré que le mécanisme d'ablation est d'origine thermique, photothermique, photochimique ou une combinaison des différents modèles [Lippert.04] [Dyer.03]. La séparation stricte entre les modèles (modèle photochimique et modèle thermique/photothermique) a toutefois tendance à s'estomper. Il est généralement convenu que pour des impulsions nanosecondes, l'énergie des photons est transformée lors d'une première étape en énergie d'excitation électronique. Les étapes suivantes dans le procédé d'ablation peuvent ensuite être très différentes. Les différents modèles et leurs caractéristiques principales sont résumés ci-dessous :

- pour les modèles photochimiques l'excitation électronique résulte en la rupture directe des liaisons moléculaires
- pour les modèles photothermiques l'excitation électronique résulte en la rupture thermique des liaisons moléculaires (thermalisation sur une durée de l'ordre de la picoseconde)
- pour les modèles appelés photophysiques les caractéristiques thermiques et non thermiques sont prises en compte. Les modèles considèrent les deux voies pour la rupture des liaisons moléculaires. Ces modèles sont nécessaires lorsque la durée des impulsions laser est courte (impulsion picoseconde et femtoseconde).

D'un point de vue pratique, des principes de base peuvent être obtenus de la description simple du procédé par une loi de Beer comportant un seuil d'ablation. En effet il a été trouvé que le taux de gravure (ou taux d'ablation) suivait une forme typique de loi de Beer, au moins pour une plage de densités d'énergie proche du seuil d'ablation [Dyer.03].

$$d = \frac{1}{\alpha_{eff}} \ln\left(\frac{F}{F_T}\right) \quad (2.26)$$

Le taux d'ablation  $d$  est une fonction logarithmique de la densité d'énergie  $F$ . Les paramètres de la loi sont le seuil d'ablation  $F_T$  et un coefficient d'absorption effectif  $\alpha_{eff}$  déterminés à partir d'un ajustement des données expérimentales du taux d'ablation en fonction de la densité d'énergie. Le seuil d'ablation est la valeur de densité d'énergie à partir de laquelle l'ablation a lieu. Il dépend de la nature du matériau et de la longueur d'onde du laser d'ablation. Le matériau exposé sous ce seuil n'est pas ablaté. Le coefficient d'absorption effectif est généralement différent du coefficient d'absorption du matériau. Il faut remarquer que cette équation du taux d'ablation (équation 2.26) n'est pas sensible aux mécanismes d'ablation sous-jacents (processus photochimiques et/ou photothermiques).

Pour  $F < F_T$  il n'y a pas d'enlèvement de matière. En l'absence de perte radiative significative du matériau et à condition que les modifications photochimiques, si elles existent, soient thermiquement neutres, toute l'énergie absorbée devrait apparaître sous forme de chaleur.

## 2.2 Méthodes de fabrication de composants optiques diffractifs

Quand  $F > F_T$  la profondeur du matériau soumis à la densité d'énergie excédant  $F_T$  est ablatée, emportant l'excès de densité d'énergie ( $F - F_T$ ). Par conséquent la charge thermique sur le matériau reste confinée la valeur  $F_T \times A$  où  $A$  est la surface recouverte par le faisceau incident. Les résultats expérimentaux confirment, au moins approximativement, la validité de cette vue simplifiée.

### 2.2.2.3.3 Ablation laser de matériaux polymères

La plupart des polymères peuvent être structurés par ablation laser dans l'UV. Les niveaux d'énergie requis sont relativement bas. Les densités d'énergie sont typiquement comprises entre 0,1 et 1 J/cm<sup>2</sup>. Les polymères dont le comportement à l'ablation est de type photochimique sont particulièrement appréciés. En effet, les dommages liés à des effets thermiques dans le substrat autour de la zone usinée sont réduits. De plus la conversion du polymère en des produits gazeux a l'avantage de réduire la quantité de produits d'ablation redéposés sur la surface du substrat. On peut remarquer qu'un phénomène d'incubation peut être observé. Dans un régime de faible densité d'énergie, l'ablation ne débute pas nécessairement avec la première impulsion laser. Le polymère est modifié par la ou les premières impulsions avant qu'il y ait apparition de l'ablation [Millon.06].

Les polymères standard transparents tels que le polycarbonate (PC), le polyéthylèneterephthalate (PET), le polyimide (PI), le polyméthylméthacrylate (PMMA) et le polystyrène (PS) ont été largement étudiés en ablation laser dans l'UV pour la fabrication de composants optiques diffractifs [Behrmann.97] [Naessens.03]. Le seuil d'ablation se situe généralement autour d'une dizaine de mJ/cm<sup>2</sup>.

Des études ont également été menées sur des polymères conçus spécifiquement pour l'ablation laser. Ces photopolymères doivent présenter un coefficient d'absorption élevé à la longueur d'onde d'irradiation, une décomposition exothermique à une position bien définie de la chaîne polymérique et une décomposition en des produits gazeux qui ne contaminent pas la surface du matériau. Il s'agit par exemple de matériaux contenant des liaisons triazènes (-N=N-N<) qui présentent simultanément un taux d'ablation élevé, un seuil d'ablation faible, aucune contamination de surface et une faible zone affectée thermiquement [Dumont.05] [Lippert.03] [Lippert.04] [Millon.06].

### 2.2.2.3.4 Ablation laser de matériaux inorganiques transparents

Les matériaux transparents aux UV, silice fondue, quartz, fluorure de barium, saphir, etc. sont extrêmement importants en optique, principalement pour leur transparence sur une large gamme de longueurs d'ondes allant de l'ultraviolet à l'infrarouge, de leur seuil de dommage laser élevé (supérieur à 20 J/cm<sup>2</sup> à 308 nm [Millon.06]), et de leur stabilité chimique et mécanique élevée. Cependant, la fabrication de composants optiques dans ces matériaux est également limitée à cause de leurs propriétés.

Des études d'ablation ont été menées avec des lasers à excimères KrF ( $\lambda=248$  nm), ArF ( $\lambda=193$  nm) et F<sub>2</sub> ( $\lambda=157$  nm) pulsés (impulsions nanosecondes). L'ablation laser de silice fondue et de quartz nécessite des densités d'énergie allant de 1 à 20 J/cm<sup>2</sup>. Le seuil de densité d'énergie se situe entre 1 et 3 J/cm<sup>2</sup> pour ces deux matériaux suivant la longueur d'onde laser [Tseng.07]. L'usinage par ablation laser dans l'UV de réseaux en silice fondue, de microlentilles cylindriques en quartz, de guides d'ondes de surface en verre borosilicate BK7 a été montré [Chen.05] [Tseng.07].

Des lasers à impulsions femtosecondes peuvent être employés pour l'induction de défauts dans des matériaux inorganiques transparents. Ces défauts sont produits suite à une forte absorption multiphotonique. Les applications de ce type de procédé sont la microstructuration en trois dimensions à l'intérieur du matériau, pour la fabrication de cristaux photoniques, guides d'ondes et réseaux de Bragg [Millon.06].

#### 2.2.2.4 Gravure assistée par laser

Les microstructures du relief de surface peuvent être fabriquées par une combinaison de l'ablation laser avec les techniques de gravure. Deux méthodes sont présentées, la gravure humide induite par laser (Laser Induced Backside Wet Etching LIBWE) et l'ablation assistée par plasma induit par laser (Laser Induced Plasma Assisted Ablation LIPAA).

##### 2.2.2.4.1 Gravure humide induite par laser

La gravure humide induite par laser (LIBWE) est un processus qui permet de graver des matériaux transparents, tels que la silice fondue, le quartz, le fluorure de calcium ( $\text{CaF}_2$ ), le fluorure de barium ( $\text{BaF}_2$ ), le saphir. La technique se compose de trois éléments principaux : une source laser (généralement un laser à excimères ArF, KrF, XeCl ou XeF), un substrat transparent et une solution organique absorbante à la longueur d'onde laser (pyrène et acétone, naphthalène aqueux et pyranine, toluène pur, naphthalène et méthylméthacrylate).

Le substrat transparent à la longueur d'onde de la source laser est placé en contact avec la solution organique. La figure 2.14 présente le schéma du montage expérimental de cette technique. Le faisceau laser est transmis à travers le substrat, mais est absorbé par la solution organique, à proximité de l'interface entre le substrat et la solution. La gravure du substrat intervient sur cette interface.

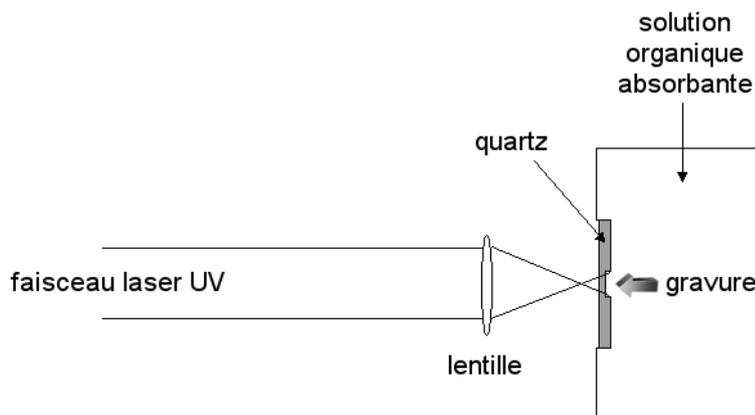


Figure 2.14 : Principe de gravure directe du relief de surface sur un substrat transparent aux UV par gravure humide induite par laser (LIBWE) [Millon.06]. La gravure a lieu sur la face arrière du substrat en contact avec la solution absorbante.

Un mécanisme possible pour expliquer le procédé LIBWE est basé sur la forte absorption de du faisceau laser par la solution organique en contact avec le matériau transparent aux UV. Les processus de relaxation rapide des molécules excitées génèrent une forte augmentation de la température à l'interface pouvant résulter en un ramollissement, la fusion ou même la vaporisation du matériau substrat. Des processus secondaires, tels que la création d'une onde

## 2.2 Méthodes de fabrication de composants optiques diffractifs

de choc et l'ébullition du solvant, sont à l'origine d'un saut de pression à l'interface du matériau échauffé et du liquide, saut de pression qui peut enlever le matériau ramolli de la surface.

Une des caractéristiques de la technique LIBWE est l'existence d'une densité d'énergie de seuil en dessous de laquelle il n'y a pas de gravure (plusieurs centaines de  $\text{mJ}/\text{cm}^2$ ). Ce seuil dépend de la nature du matériau ainsi que de la nature et de la concentration de la solution organique. Le taux de gravure peut atteindre 100 nm/impulsion suivant les conditions expérimentales. Il a été remarqué que le taux de gravure était une fonction linéaire de la densité d'énergie du faisceau laser.

La technique LIBWE peut être combinée avec la projection d'un masque pour la gravure simultanée de l'ensemble d'un motif. Des microlentilles de Fresnel dans du quartz, des réseaux à une et deux dimensions dans de la silice fondue, des réseaux de période submicronique dans du saphir ont été fabriqués par cette méthode [Millon.06] [Pissadakis.07] [Tseng.07].

### 2.2.2.4.2 Ablation assistée par plasma induit par laser

Dans l'ablation assistée par plasma induit par laser (LIPAA), un laser pulsé permet de mener une ablation efficace de matériaux transparents à l'aide du plasma généré lors de l'interaction entre une cible métallique et le faisceau. Cette technique a été appliquée pour l'ablation d'une variété de matériaux transparents (quartz, silice fondue).

La figure 2.15 présente un schéma de la technique LIPAA. Le faisceau laser est transmis à travers le substrat transparent, et éventuellement à travers un masque. Il est absorbé par la surface de la cible métallique située derrière le substrat. Par un contrôle adéquat de l'intensité laser il est possible de générer un plasma à la surface de la cible. De fortes interactions entre le laser, le plasma et le substrat ont lieu, avec pour résultat l'ablation significative de la face arrière du substrat.

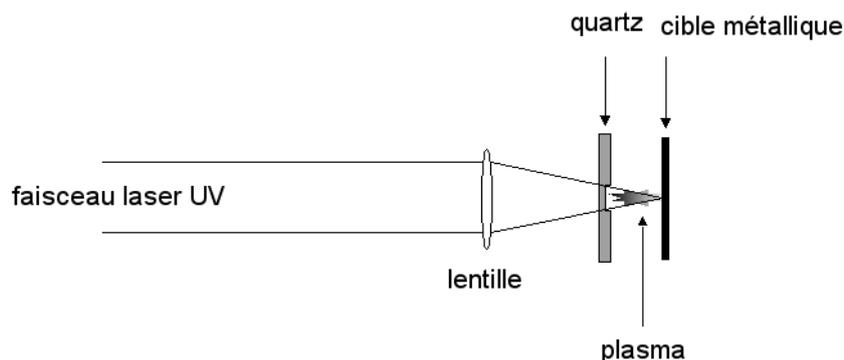


Figure 2.15 : Principe de gravure directe du relief de surface sur un substrat transparent aux UV par l'ablation assistée par plasma induit par laser (LIPAA) [Hanada.04]. Le plasma généré par la cible métallique permet la gravure du substrat.

Des réseaux ont été fabriqués dans de la silice fondue par cette technique, avec un laser à excimères KrF pulsé, un masque de phase, une cible en argent placée à 200  $\mu\text{m}$  derrière le substrat. Le profil sinusoïdal du réseau est bien défini (période de 1  $\mu\text{m}$ , amplitude 200 nm) et de bonne qualité [Hanada.04] [Tseng.07].

Les caractéristiques de la technique LIPAA dépendent fortement du plasma induit par laser et de la distance entre la cible métallique et le substrat. D'autre part, une couche mince métallique est déposée sur la face arrière du substrat lors du procédé. Elle peut être enlevée par un traitement chimique approprié. Cette caractéristique peut également être mise à profit pour la métallisation sélective du substrat.

### **2.2.3 Méthodes de structuration du matériau sol-gel hybride**

Pour la fabrication des composants optiques diffractifs dans le cadre de la thèse, notre choix s'est porté sur un substrat transparent obtenu par procédé sol-gel. Les matériaux sol-gel hybrides organiques/inorganiques présentent en effet des propriétés optiques et des possibilités de structuration du relief de surface intéressantes. Les méthodes de structuration de ce matériau sont présentées dans ce paragraphe pour la fabrication de composants optiques.

Le procédé sol-gel est une méthode d'élaboration de verres à basse température (inférieure à 200°C) par des réactions chimiques simples d'hydrolyse et de condensation sur des molécules qui sont généralement des précurseurs d'oxyde de silicium. L'addition de molécules polymérisables à la formulation initiale conduit à un matériau hybride constitué à la fois d'un réseau inorganique, qui lui confère des propriétés proches de celles d'un verre, et d'un réseau organique, dont les propriétés sont similaires à celles de polymères. La description et la synthèse du matériau sol-gel hybride sont détaillées au chapitre 5 de ce mémoire.

#### **2.2.3.1 Exposition à travers un masque**

Différents procédés de fabrication de composants optiques dans un matériau sol-gel ont été étudiés et rapportés dans la littérature. Inspirée du procédé traditionnel de photolithographie dont le principe est décrit au paragraphe 2.2.1, l'exposition à travers un masque d'amplitude est la méthode la plus connue. Le matériau sol-gel hybride est exposé directement à une source UV à travers un masque contenant le motif à transférer dans le substrat. L'emploi d'une résine photosensible n'est pas nécessaire. L'exposition à la lumière UV déclenche la photopolymérisation du matériau sol-gel hybride, c'est-à-dire typiquement l'ouverture d'une double liaison entre deux atomes de carbone (C=C) afin de créer de liaisons entre les fonctions organiques présentes dans le matériau. Les zones exposées deviennent ainsi résistantes aux solvants organiques, ce qui permet d'enlever les zones non exposées par dissolution. De plus la polymérisation favorise une condensation supplémentaire et une densification de la matrice sol-gel, élevant l'indice de réfraction du matériau dans les régions exposées au rayonnement.

Le faisceau d'un laser à excimères émettant à 248 nm a ainsi été employé pour la réalisation de guides d'ondes en surface du substrat, pour des applications aux longueurs d'ondes des télécommunications, 1550 nm et 1300 nm [Moreira.05]. La section de tels guides est d'environ  $5 \times 5 \mu\text{m}$ . Des guides d'ondes en surface et enterrés dans le matériau sol-gel ont été obtenus avec une source de rayonnement UV [Najafi.98]. Les guides de surface présentent des pertes par propagation d'environ 0,1 dB/cm à 1550 nm. Par la suite, l'inscription de réseaux dans ces guides d'ondes de surface a été faite par exposition à travers un masque de phase à la longueur d'onde de 193 nm (laser à excimères ArF). Le résultat est une modulation de l'indice de réfraction du matériau mais également une modulation du relief de surface.

## 2.2 Méthodes de fabrication de composants optiques diffractifs

Les structurations peuvent être menées en ajoutant ou non un photoinitiateur lors de la préparation du matériau sol-gel. Le photoinitiateur a pour but de créer des radicaux libres afin d'amorcer la polymérisation des doubles liaisons C=C. Le photoinitiateur, par exemple l'Irgacure 184, 1800 ou 819, est activé par l'exposition à la lumière UV.

La fabrication de réseaux de diffraction en une seule étape par exposition à travers un masque de phase à 193 nm a été montrée [Blanc.01]. Il a en effet été constaté que l'irradiation UV par un laser excimère ArF de films sol-gel minces composés d'oxydes de silicium et de titane permettait de polymériser les fonctions organiques et induisait simultanément une réduction en volume du réseau inorganique. Ceci conduit à la densification du film localisée aux zones irradiées. Le relief de surface est créé directement lors de l'exposition, ne nécessitant ainsi aucune autre étape de gravure. La méthode a été mise en œuvre pour la fabrication de réseaux d'une période de 0,56  $\mu\text{m}$ , de profil sinusoïdal avec une amplitude de 115 nm. Ceci pour une émission pulsée à une fréquence de 12 Hz, une densité d'énergie de 8  $\text{mJ}/\text{cm}^2$  et une durée d'exposition de 120 s. Si la densité d'énergie est supérieure à 16  $\text{mJ}/\text{cm}^2$  le film sol-gel est brûlé en quelques secondes par l'exposition laser, alors qu'en dessous de 6  $\text{mJ}/\text{cm}^2$  aucun motif ne peut être imprimé dans le matériau.

A côté des composants optiques intégrés passifs, des travaux ont été menés sur la fabrication de dispositifs actifs à partir de la structuration UV du matériau sol-gel hybride. Un commutateur optique basé sur la commutation thermique a ainsi été réalisé [Buestrich.01]. Ce dispositif se compose de trois couches (couche tampon pour l'adaptation d'indice de réfraction, guide d'ondes et revêtement) sur un substrat de silicium. Le guide d'ondes est en forme de Y. Au-dessus des deux branches de sortie du commutateur sont fixées des sources de chaleur qui permettent de modifier l'indice de réfraction du matériau. Pratiquement l'intégralité de la puissance optique en entrée peut être dirigée vers l'une ou l'autre des sorties par un simple échauffement de la branche de sortie concernée. Le temps de commutation est de 3,5 ms pour ce dispositif expérimental.

### 2.2.3.2 Ecriture par balayage d'un faisceau

D'autres techniques de densification du matériau ont été étudiées, notamment par l'écriture directe du relief de surface par balayage d'un faisceau.

A cet effet, l'écriture directe par faisceau laser a été appliquée à la fabrication de réseaux blazés à relief de surface continu dans un matériau sol-gel hybride composé d'oxydes de silicium et de titane [Yu.02]. Le faisceau focalisé d'un laser He-Cd (émission à 325 nm) est balayé sur la surface du film sol-gel. Les zones exposées au faisceau sont polymérisées, et il s'avère que l'épaisseur finale du film sol-gel est une fonction linéaire de la densité d'énergie incidente. Cette propriété est très importante pour la fabrication des structures multi-niveaux ou des structures à relief de surface continu, où le contrôle précis de l'épaisseur des structures des éléments optiques est un point critique. Lors de l'exposition sous UV, le film sol-gel a un comportement similaire à celui d'une résine photolithographique négative. Pendant le développement, les zones non exposées sont dissoutes tandis que les zones exposées ont été figées. Un contrôle précis de la densité d'énergie du faisceau permet donc de créer le profil de surface du composant. Un réseau blazé de période 45  $\mu\text{m}$  et de profondeur 1,17  $\mu\text{m}$  a été fabriqué par cette méthode.

Il a été montré que le même matériau sol-gel pouvait être structuré directement par un faisceau d'électrons [Cheong.02]. L'épaisseur du film après développement est également une

fonction linéaire de la dose, pour une valeur de dose d'exposition comprise entre  $0,05 \mu\text{C}/\text{cm}^2$  et  $1,0 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ .

Enfin, on peut citer une méthode particulière de densification sélective par laser employée pour la fabrication de guides d'ondes [Yoshida.96]. L'indice de réfraction d'un matériau sol-gel composé d'oxyde de silicium et d'un polymère (polyvinylpyrrolidone PVP) augmentant lorsqu'il a été chauffé, il est proposé de balayer le film avec le faisceau d'un laser à argon (émission à 488 nm, 1,0 W en continu) afin de créer un guide d'ondes. Le matériau étant transparent à cette longueur d'onde, il est fait usage de lignes de cuivre préalablement déposées sur le film sol-gel. Le cuivre absorbe le faisceau laser, l'échauffement qui s'en suit permet de densifier le matériau sous-jacent. Après densification, la couche de cuivre est éliminée. Un guide d'ondes présentant des pertes par propagation de 0,9 dB/cm à 633 nm a été obtenu, pour une vitesse de balayage du faisceau de 0,79 mm/s.

### 2.2.3.3 Conclusion

Différentes méthodes ont été appliquées pour la structuration du relief de surface de matériaux sol-gel hydrides : exposition sous UV à travers un masque, écriture par balayage d'un faisceau focalisé. La polymérisation de ce matériau sol-gel hybride est exploitée pour la création du relief de surface. De nombreux composants optiques, passifs mais également actifs, ont été réalisés dans ce type de matériau aux propriétés optiques adéquates.

Aucun résultat n'a jusqu'à présent été rapporté dans la littérature sur l'utilisation de l'ablation laser pour la gravure directe du relief de surface du matériau sol-gel. Cette méthode a été mise en œuvre dans le cadre de cette thèse pour la réalisation de composants optiques diffractifs. Elle est présentée en détail dans le chapitre 5 de ce mémoire.

### 2.2.4 Réplication

Les techniques de réplification telles que le moulage, l'estampage ou l'embossage, sont des technologies clés pour la production en masse à bas coût de composants optiques diffractifs et d'autres microcomposants optiques. Le principe de ces techniques est de reproduire les structures micrométriques et nanométriques du relief de surface d'un substrat métallique dans des polymères déformables à chaud tels que le polycarbonate (PC), le PMMA, le PVC.

Le procédé basique de réplification repose la reproduction de microstructures du relief de surface d'un substrat métallique (l'empreinte) dans un matériau tendre tel que les polymères thermoplastiques. Le relief de surface original peut être réalisé dans toutes sortes de matériaux par les différentes techniques décrites précédemment. Ce relief de surface original est ensuite électroformé par dépôt électrolytique de nickel pour produire une copie métallique utilisée comme empreinte lors de la réplification. L'emploi du nickel est largement répandu pour sa bonne tenue mécanique, sa résistance à la corrosion et à l'usure.

L'embossage à chaud est principalement utilisé pour reproduire des structures submicrométriques dans le PC et le PVC. Des microstructures plus profondes, allant jusqu'à 1 mm, peuvent être produites par moulage par injection de PC ou de PMMA. Les technologies de réplification sont capables d'atteindre des résolutions nanométriques sur des larges surfaces et le coût des microstructures répliquées est indépendant de la complexité de la structure [Herzig.97] [Millon.06].

## 2.3 Conclusion

Dans ce chapitre ont été rassemblées les principales informations concernant les techniques de mise en forme spatiale transverse d'un faisceau laser par des éléments optiques diffractifs et les méthodes de fabrication de ces éléments. Le principe et la mise en œuvre d'un élément optique diffractif, ainsi que les caractéristiques des deux grandes familles de méthodes de fabrication, la lithographie et la gravure directe du relief de surface, ont été exposés.

Les éléments optiques diffractifs ont la particularité de permettre toute sorte de mise en forme complexe par modification du front d'onde du faisceau incident. L'état de l'art effectué permet de définir plus précisément le cadre dans lequel se place le travail de thèse, par le choix approprié du type de composants diffractifs et de leur méthode de fabrication.

Les éléments de phase à relief de surface sont sélectionnés pour leur efficacité de diffraction élevée et la facilité de réalisation de la fonction optique. Dans la perspective de réaliser des prototypes et de petites séries, nous nous sommes intéressés dans cette thèse à une approche basée sur la gravure directe du relief de surface multi-niveaux par ablation laser dans l'UV. Le substrat que nous avons employé à cet effet est un matériau hybride organique/inorganique obtenu par procédé sol-gel. Ce matériau transparent dans le proche infrarouge présente des propriétés optiques particulièrement adaptées à une utilisation en tant que matériau pour l'optique. Divers travaux de structurations ont été menés en tirant parti de la réticulation de ce matériau sous certaines conditions d'irradiation. Nous avons développé une méthode originale de structuration du relief de surface de ce matériau par ablation laser. L'ensemble des études sur le comportement du matériau sol-gel hybride face à l'ablation laser est présenté dans le chapitre 5 de ce mémoire.

## Chapitre 3

### Marquage laser avec mise en forme du faisceau

Dans ce chapitre, nous définissons et étudions la faisabilité d'une application en marquage laser dans le proche infrarouge avec mise en forme du faisceau par un composant optique diffractif.

Une première partie introductive expose le choix de l'application en marquage parmi les possibilités offertes en traitement des matériaux par laser.

La seconde partie est consacrée à l'étude de l'application. Cette étude est divisée en trois points :

- la définition des références en densité d'énergie pour le marquage laser de deux types de matériaux, un polyamide et un acier inox,
- la définition de l'application pour le marquage de codes d'identification bidimensionnels
- et finalement le calcul des paramètres laser requis pour l'application en marquage laser avec mise en forme du faisceau.

## 3.1 Introduction

Les lasers de forte puissance émettant dans le proche infrarouge sont au cœur de cette thèse. Lors de la mise en œuvre habituelle de ces lasers pour des traitements tels que découpe, soudage, brasage ou marquage, un déplacement relatif entre le point d'impact du faisceau (point focal) et la pièce à traiter est établi. Le faisceau est soit dévié au moyen de systèmes optiques (têtes galvanométriques, scanners) le long de la pièce maintenue immobile, soit fixe sur une pièce mise en mouvement par des tables de déplacements. La problématique de la thèse repose sur un moyen alternatif d'accomplir ce traitement, par la mise en forme spatiale du faisceau laser. Le traitement peut alors être achevé simultanément sur l'ensemble de la pièce. Aucun déplacement entre le faisceau et la pièce n'est requis.

Le moyen de mettre en forme spatialement un faisceau laser porte ici sur l'utilisation d'un élément optique diffractif. La fonction optique est codée dans le composant par une modulation de son relief de surface (cf. § 2.1.3).

Cependant, des problèmes liés à l'utilisation d'un élément diffractif avec un faisceau laser de puissance peuvent survenir. En effet, il n'est pas souhaitable que le faisceau laser, dont la puissance est utilisée pour réaliser un traitement sur un matériau cible, endommage le composant ou détériore sa fonction optique. Or, dans une situation réelle, le faisceau chauffe également le composant optique qui le met en forme, que ce soit un composant diffractif, réfractif ou réfléchissant. Dans le cas du composant diffractif cependant, la fonction optique créée par un relief de surface dont les variations de profondeurs sont de l'ordre du micromètre, peut s'avérer particulièrement sensible aux déformations induites par l'expansion thermique du matériau. La fonction optique déformée n'aura alors plus les performances escomptées. Ceci peut se traduire en terme de perte d'efficacité de diffraction du composant, d'homogénéité ou de géométrie dans la mise en forme.

Le choix de l'application étudiée dans ce chapitre se porte donc sur celle qui requiert a priori les plus faibles niveaux de puissance moyenne, à savoir le marquage laser, pour lequel il n'est pas nécessaire d'atteindre la fusion ou la vaporisation du matériau cible. Il est en effet possible d'obtenir des modifications de l'aspect ou de la couleur de la surface traitée. Le marquage d'identification, actuellement au centre des préoccupations industrielles en terme de traçabilité et d'échange d'informations, est sélectionné comme application.

L'objectif de ce chapitre est d'étudier la faisabilité d'une application en marquage laser par la mise en forme du faisceau par un élément optique diffractif. Il s'agit d'une part de déterminer les paramètres laser requis pour le marquage laser d'un type de matériau et d'autre part de transposer ces paramètres au cas du marquage par mise en forme du faisceau. Un critère global de faisabilité du marquage par mise en forme du faisceau par un élément diffractif est de plus défini, en fonction des paramètres de l'application et des paramètres laser.

## 3.2 Etude de faisabilité du marquage laser par mise en forme du faisceau avec un élément diffractif

Cette partie est consacrée à l'étude de l'application en marquage laser par une mise en forme spatiale du faisceau. Les effets du marquage par laser et les techniques traditionnellement utilisées pour le marquage sont présentés en introduction. Afin de proposer une application, une première étape consiste à définir les niveaux d'énergie requis pour obtenir l'effet de marquage sur un matériau. Nous examinons ensuite l'ensemble des paramètres d'une application en marquage de codes d'identification, par mise en forme du faisceau avec un élément optique diffractif. Enfin, les paramètres laser nécessaires pour l'application proposée sont calculés afin d'en déterminer la faisabilité.

### 3.2.1 Introduction

Le principe du marquage laser est basé sur l'interaction d'un faisceau laser avec la surface d'un matériau à marquer. Différents types d'interactions sont regroupés sous cette dénomination et sont présentés sur la figure 3.1 :

- l'ablation directe (ou gravure) du matériau de base,
- l'ablation d'une couche prédéposée de nature à créer un contraste élevé avec le matériau de base apparaissant sous les zones ablatées,
- la modification de l'aspect de surface du matériau lors de l'échauffement laser, par exemple par moussage d'un matériau plastique (gonflement et apparition de bulles d'air) ou par oxydation d'une surface métallique,
- le déclenchement d'une réaction chimique dans le matériau de base lors de l'exposition laser, pouvant entraîner un changement de couleur. Le changement de couleur peut être provoqué ou accentué par l'incorporation au matériau de pigments spéciaux conçus pour absorber spécifiquement la longueur d'onde laser.

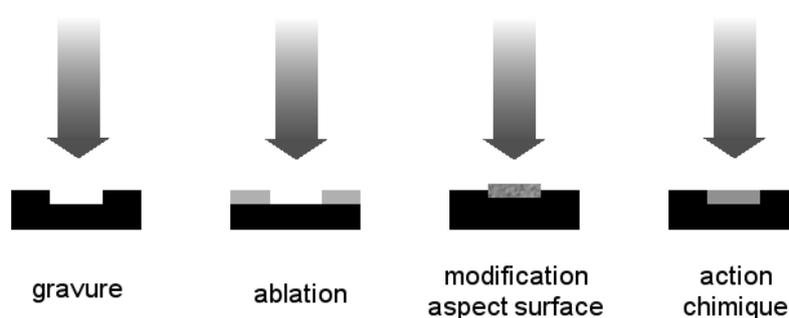


Figure 3.1 : Différentes interactions laser-matériau dans le cas du marquage laser.

Deux méthodes de marquage laser sont traditionnellement appliquées, le marquage par masque et le marquage par balayage du faisceau. La méthode du marquage par masque

### 3.2 Etude de faisabilité du marquage laser par mise en forme du faisceau avec un élément diffractif

consiste éclairer la surface de la pièce à marquer à travers un masque placé sur le trajet du faisceau (figure 3.2 à gauche). L'image du masque de forme complexe est ainsi projetée sur la pièce par un système optique. On utilise généralement des lasers pulsés d'énergie élevée permettant de réaliser le marquage en une impulsion. La technique du balayage du faisceau consiste à focaliser le faisceau sur la surface de la pièce et à le diriger au moyen de deux miroirs galvanométriques (figure 3.2 à droite). Chaque miroir sert à dévier le faisceau dans une direction. Le pilotage adéquat des positions des miroirs permet de faire effectuer au faisceau la trajectoire voulue. Le faisceau est généralement celui d'un laser solide (émission dans le proche infrarouge) pulsé. Son énergie peut être plus faible que pour le marquage par masque. Le marquage par masque autorise des cadences plus élevées que le marquage par balayage du faisceau, mais celui-ci offre une meilleure flexibilité. Les profondeurs de gravure lors du marquage laser s'échelonnent de quelques microns (cas d'un marquage superficiel) à quelques dixièmes de millimètres (cas d'un marquage profond).

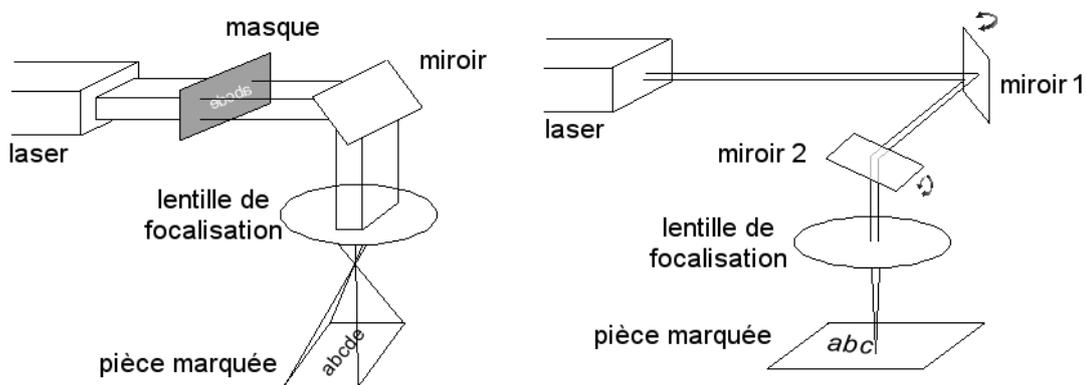


Figure 3.2 : Marquage laser par projection de masque (gauche) et par balayage du faisceau (droite).

Nous proposons une nouvelle méthode de marquage laser : le marquage par mise en forme du faisceau à l'aide d'un élément diffractif. Le faisceau laser est mis en forme par un élément optique diffractif et le marquage s'effectue par l'exposition laser simultanée de l'ensemble du motif à marquer. Dans son principe, cette technique se rapproche de la projection de masque. Toutefois, une différence considérable dans l'énergie disponible après mise en forme existe entre les deux procédés. Le masque du système de marquage par projection ne laisse passer qu'une faible partie du faisceau. Les pertes d'énergie peuvent être élevées. Au contraire, un élément optique diffractif peut théoriquement présenter une efficacité de diffraction proche de 100 %. Le bénéfice en énergie disponible pour le marquage est donc important.

La forte demande industrielle actuelle en terme de traçabilité et d'échange d'informations suggère d'associer à cette proposition de marquage par mise en forme du faisceau des applications en marquage de codes d'identification, visibles ou invisibles à l'œil nu, tels que codes barres et codes Data Matrix en deux dimensions.

L'étude de faisabilité présentée dans ce mémoire a pour objectifs de définir les références laser requises pour le marquage, à partir de marquages réalisés par la méthode de marquage par balayage du faisceau, puis de transposer ces conditions au cas du marquage de codes d'identification par une mise en forme du faisceau avec un élément diffractif.

### 3.2.2 Définition des références en densité d'énergie pour le marquage laser

Nous avons réalisé des références pour le marquage à l'aide d'un laser Nd:YAG, de référence VectorMark (constructeur Trumpf) sur deux types de matériaux : un plastique (polyamide) et un métal (acier inox). La technologie employée est le marquage direct par balayage du faisceau laser. La source laser Nd:YAG déclenchée émet à  $1,064 \mu\text{m}$ , longueur d'onde pour laquelle la mise en forme du faisceau laser est étudiée dans le cadre de ce travail. A partir de ces marquages, nous souhaitons définir les références en terme de paramètres laser à appliquer sur la surface du matériau pour obtenir les effets observés. Ces références serviront par la suite à la définition des critères pour le marquage par mise en forme du faisceau laser.

La question se pose de savoir quel(s) paramètre(s) laser prendre en compte pour les références. L'émission laser pulsée suggère un paramètre lié à l'énergie du faisceau plutôt qu'à sa puissance. D'autre part, la dimension de la surface soumise au traitement laser entre en compte, ce qui nous amène à nous intéresser à la densité d'énergie (énergie par unité de surface) fournie au matériau lors du marquage. C'est finalement le paramètre densité d'énergie qui a été retenu pour les références laser en marquage, pour une durée d'impulsion donnée.

La densité d'énergie caractéristique fournie au matériau lors du procédé de marquage par balayage est calculée au paragraphe 3.2.2.1, à partir des paramètres laser et des paramètres du balayage. Les valeurs en densité d'énergie pour les deux types de matériaux étudiés sont référencées dans le paragraphe 3.2.2.2.

#### 3.2.2.1 Densité d'énergie fournie au matériau

Pour l'ensemble des marquages réalisés, la puissance moyenne émise est fixée à 5,5 W. La fréquence des impulsions peut varier de 1 à 60 kHz, la vitesse de balayage maximale est de 5000 mm/s. La durée des impulsions est spécifiée fixe à 30 ns. La pièce à marquer est placée dans le plan focal du faisceau, où son diamètre est de  $80 \mu\text{m}$ . L'étude des effets de marquage se fait en fonction des paramètres fréquence et vitesse de balayage.

Liste des paramètres du marquage par balayage du faisceau :

- $P_{\text{moy}}$  puissance moyenne de l'émission laser [W]
- $f$  fréquence des impulsions [Hz]
- $v$  vitesse de balayage du faisceau [mm/s]
- $S_b$  surface balayée [ $\text{mm}^2$ ]
- $N_t$  nombre total d'impulsions laser pour un essai
- $E$  énergie apportée au matériau par impulsion [J]
- $H_{e\_ref}$  densité d'énergie de référence fournie au matériau [ $\text{J} \cdot \text{mm}^{-2}$ ]

Pour chaque couple de paramètres, le faisceau balaye ligne par ligne une surface carrée ( $S_b$ ) de  $4 \text{ mm}^2$ . L'espacement des lignes étant de  $50 \mu\text{m}$ , le faisceau parcourt pour chaque essai une distance de 80 mm (paramètre fixe). Le nombre d'impulsions par unité de longueur parcourue par le faisceau est par définition égale au rapport  $f/v$ . Le nombre total d'impulsions laser reçues par la surface lors d'un essai est donc :

$$N_t = 80 \frac{f}{v} \quad (3.1)$$

### 3.2 Etude de faisabilité du marquage laser par mise en forme du faisceau avec un élément diffractif

Chaque impulsion laser apporte au matériau une énergie :

$$E = \frac{P_{moy}}{f} \quad (3.2)$$

La densité d'énergie de référence fournie au matériau, en fonction du nombre d'impulsions, de l'énergie par impulsion et de la surface balayée vaut donc :

$$H_{e\_ref} = \frac{N_t E}{S_b} = 80 \frac{P_{moy}}{v S_b} \quad (3.3)$$

Le coefficient numérique dans l'expression 3.3 provient des paramètres géométriques de l'essai (surface balayée, espacement des lignes). La puissance moyenne et la surface balayée étant fixes pour l'ensemble des essais, la densité d'énergie de référence ne dépend au final que de la vitesse de balayage et vaut, en remplaçant dans l'expression 3.3 ces deux paramètres par leurs valeurs numériques :

$$H_{e\_ref} = \frac{110}{v} \quad (3.4)$$

Il est donc finalement possible de calculer directement la densité d'énergie de référence apportée en matériau en fonction de la vitesse de balayage du faisceau.

#### 3.2.2.2 Valeurs de référence pour le marquage de deux types de matériaux

##### 3.2.2.2.1 Marquage de plastique : exemple du polyamide PA6

Le plastique PA6 est un polyamide. Les marquages réalisés par balayage du faisceau sont présentés sur la figure 3.3. Différentes nuances de gris ou de blanc avec une surface légèrement rugueuse sont obtenues pour une fréquence et une vitesse de balayage variant respectivement entre 10 et 60 kHz et entre 200 et 600 mm/s. Avec ces paramètres expérimentaux, le calcul de la densité d'énergie fournie au matériau par l'expression 3.4 permet de définir une plage de référence entre 0,18 et 0,55 J/mm<sup>2</sup> pour l'obtention de cet effet de marquage sur ce plastique.

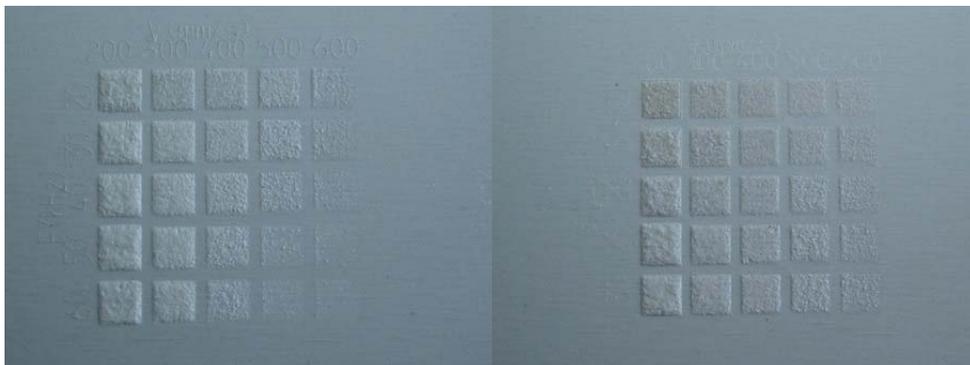


Figure 3.3 : Marquage laser sur un plastique polyamide PA6 par balayage du faisceau, vitesse de balayage 200-600 mm/s, fréquence de l'émission laser 10-60 kHz.

### 3.2.2.2 Marquage de métal : exemple de l'acier inox

Deux types de marquages peuvent être obtenus sur l'acier inox, un marquage en couleur ou marquage métallisé (figure 3.4). Le marquage coloré est très varié et consiste en une oxydation de surface. Il est possible d'obtenir des couleurs allant du brun au jaune, en passant par l'orange, mais aussi plusieurs nuances de bleu, de rose et de vert. Le marquage appelé ici métallisé s'apparente à un décapage de la surface, sans changement de couleur du métal.

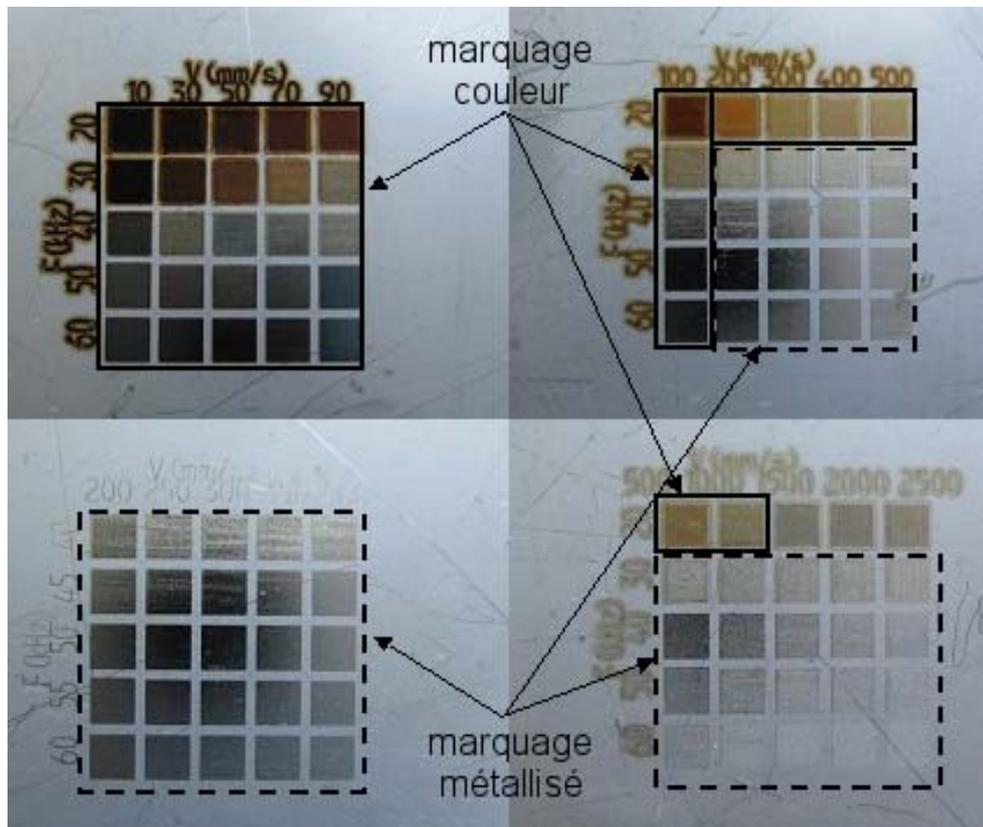


Figure 3.4 : Marquage laser sur un acier inox par balayage du faisceau. Marquage coloré obtenu avec une vitesse de balayage de 10-100 mm/s et une fréquence d'émission laser de 20-60 kHz (essais encadrés par un trait plein), marquage métallisé obtenu avec une vitesse de balayage de 200-2500 mm/s et une fréquence d'émission laser de 30-60 kHz (essais encadrés par traits pointillés).

Le marquage métallisé est obtenu pour une fréquence et une vitesse de balayage comprises respectivement entre 30 et 60 kHz et entre 200 et 2500 mm/s. Pour ce type de marquage sur acier inox, la plage de référence en densité d'énergie est comprise entre 0,04 et 0,55 J/mm<sup>2</sup>.

Le marquage coloré est obtenu pour deux plages de paramètres fréquence/vitesse de balayage indiquées dans le tableau 3.1. La plage de paramètres la plus restrictive est conservée pour définir les références en terme de densité d'énergie, à savoir une fréquence entre 20 et 60 kHz et vitesse de balayage entre 10 et 100 mm/s. La plage de référence en densité d'énergie pour le marquage coloré de l'acier inox se situe donc entre 1,1 et 11,0 J/mm<sup>2</sup>.

### 3.2 Etude de faisabilité du marquage laser par mise en forme du faisceau avec un élément diffractif

fréquence (kHz)	vitesse de balayage (mm/s)
20	10-1000
30-60	10-100

Tableau 3.1 : Paramètres du système laser avec balayage du faisceau pour le marquage coloré de l'acier inox.

En métallurgie, la coloration de l'acier est réalisée par un traitement thermique appelé revenu. Le revenu est effectué à une température bien spécifique en fonction de la couleur que l'on souhaite obtenir (tableau 3.2) [HOR].

couleur	température (°C)
jaune pâle	220
jaune paille	230
orange	255
jaune orange	265
pourpre	277
bleu clair	288
bleu foncé	293
bleu gris	316

Tableau 3.2 : Températures correspondant aux couleurs de l'acier revenu [HOR].

Nous avons cherché à mettre en relation l'augmentation de température dans le cas du revenu de l'acier et la densité d'énergie fournie en marquage laser par balayage du faisceau, pour l'obtention d'une couleur de l'acier. Sur la figure 3.5, on constate, comme on pouvait s'y attendre, à une correspondance entre l'augmentation de température du revenu et l'augmentation de densité d'énergie laser. La température de départ de l'acier est prise égale à 20°C, la pièce est ensuite portée à la température indiquée dans le tableau 3.2. Les valeurs de densité d'énergie sont calculées par la relation 3.4, à partir des références que nous avons réalisées en marquage laser (figure 3.4). La droite sur la figure 3.5 est une simple indication de la tendance. Nous n'avons en effet pas cherché un modèle car les données concernant les couleurs traitées ne sont pas des données colorimétriques précises. Il faut également noter que l'effet du traitement thermique dépend de l'humidité ambiante et du type d'acier. De plus, le revenu est un traitement en volume, alors que le marquage laser est un traitement de surface. Cette courbe permet d'estimer la température à laquelle est portée la pièce lors du marquage laser. On peut remarquer que des couleurs supplémentaires, telles que le rose et le vert, peuvent être obtenues en marquage laser. La méthode de coloration de l'acier par marquage laser présente l'avantage sur le revenu de pouvoir associer plusieurs couleurs sur la même pièce, tout en ayant la flexibilité d'inscrire toutes sortes de formes (logos, texte).

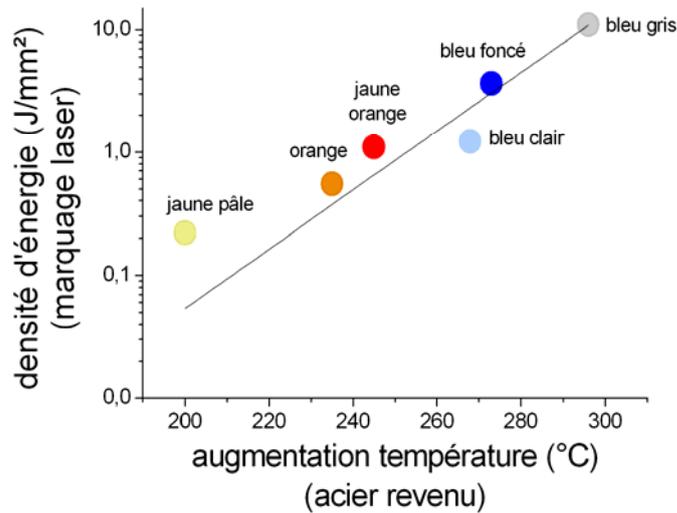


Figure 3.5 : Densité d'énergie fournie en marquage laser par balayage du faisceau et augmentation de température du traitement métallurgique de revenu pour l'obtention de différentes couleurs sur l'acier.

Le tableau 3.3 récapitule les densités d'énergie de référence en marquage pour les deux matériaux étudiés. Le marquage en couleur de l'acier inox requiert des densités d'énergie élevées qui seront difficilement atteignables en configuration de marquage par mise en forme du faisceau. Par contre les densités d'énergie pour le marquage métallisé de l'acier inox ou le marquage du polyamide sont plus modestes. Elles permettent d'envisager le marquage par mise en forme du faisceau sur des surfaces de dimensions raisonnables.

type de marquage	polyamide PA6	acier inox	
	nuances de gris et de blanc	couleur	métallisé
densité d'énergie de référence	0,18 - 0,55 J/mm <sup>2</sup>	1,1 - 11,0 J/mm <sup>2</sup>	0,04 - 0,55 J/mm <sup>2</sup>

Tableau 3.3 : Bilan des densités d'énergie de référence pour le marquage laser de polyamide et d'acier inox.

### 3.2.3 Définition de l'application en marquage par mise en forme du faisceau avec un élément diffractif

#### 3.2.3.1 Propositions de mise en forme du faisceau

Les propositions de mise en forme du faisceau pour des applications en marquage se situent dans le domaine du codage d'identification. Le but est de marquer un code sur une pièce en une seule impulsion laser ou en une durée d'exposition très courte avantageuse pour le marquage de grandes séries. Par rapport à la mise en forme du faisceau par un masque (figure 3.2) dont l'inconvénient majeur est la faible énergie disponible après la mise en forme, de l'ordre de 10 %, la mise en forme par un élément diffractif permet d'obtenir une énergie sur la pièce atteignant un taux élevé de l'énergie du faisceau incident. Un élément diffractif à quatre niveaux de phase semble un bon compromis entre l'efficacité de diffraction théorique de 81 %

donné par la théorie scalaire de la diffraction et la complexité de réalisation d'un tel composant [Borrelli.05] [Herzig.97]. Ceci signifie que 81 % de l'énergie incidente est utile pour le marquage de la forme souhaitée.

La forme proposée pour l'application est une matrice dont le nombre et la position des cellules « éclairées » constituent un code d'identification. Les cellules éclairées sont celles qui sont marquées sur le matériau. Des exemples d'une telle matrice sont visibles sur la figure 3.6. La matrice est de dimension  $16 \times 16$ . Les cellules en noir correspondent aux cellules qui sont éclairées lors de la reconstruction et donc marquées sur le matériau exposé. Le taux de remplissage de la matrice peut être variable. Les matrices présentées sur la figure 3.6 ont un taux de remplissage de 50 % (a) et 25 % (b).

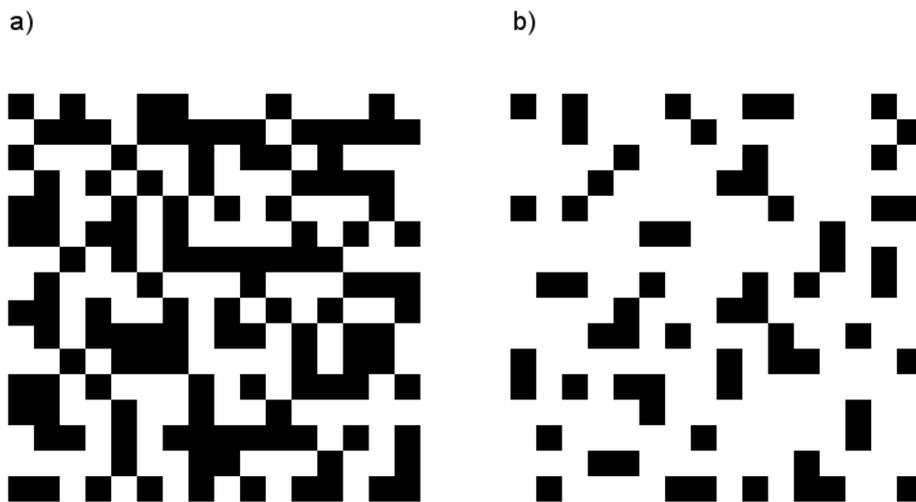


Figure 3.6 : Exemples de matrices de codage  $16 \times 16$  envisagées pour l'application en marquage, taux de remplissage de 50 % (a) et 25 % (b).

La forme proposée pour cette application est similaire au code Data Matrix largement répandu pour l'identification. Le code Data Matrix est un code bidimensionnel offrant la possibilité de stocker une grande quantité d'informations, jusqu'à 2335 caractères alphanumériques, sur une surface très réduite. Par exemple, une matrice  $10 \times 10$  correspond à 6 caractères tandis qu'une matrice  $16 \times 16$  contient déjà 24 caractères. La plupart des symboles Data Matrix sont carrés, mais certains peuvent être rectangulaires. La lecture de la matrice est faite par un dispositif commercial de lecture. Les applications les plus populaires du code Data Matrix sont le marquage de très petits objets tels que les circuits intégrés, les cartes électroniques. Le marquage du code est habituellement réalisé directement sur la pièce ou sur des étiquettes adhésives à l'aide d'imprimantes laser, jet d'encre et par transfert thermique.

Certaines équipes de recherche se sont intéressées au marquage de ce type de code par gravure laser sur des surfaces en verre pour l'industrie pharmaceutique [Dumont.04]. Dans ce cas, l'opération est réalisée point par point et permet un marquage indélébile. L'application proposée en marquage laser avec une mise en forme du faisceau par un élément diffractif est aisément compatible avec le code Data Matrix existant. Les cellules éclairées sont à répartir de façon à créer des repères et le codage des caractères alphanumériques. L'ensemble du code d'identification est marqué simultanément sur la pièce.

Avec l'utilisation d'un élément diffractif pour mettre en forme le faisceau, la fonction encodée dans l'élément est figée par nature, ce qui impose de réaliser un composant diffractif par code souhaité. On peut cependant imaginer étendre l'application à un élément optique

diffRACTIF « dynamique » ou reconfigurable, de type modulateur spatial de lumière, dont l'adressage électronique permet de modifier en temps réel la fonction optique du composant. Cet aspect est détaillé dans le chapitre 6. Ceci permettrait d'associer flexibilité et rapidité dans un même procédé de marquage laser.

Le choix de la dimension physique de la matrice de codage se fait au moment de la conception du système optique. Il est alors possible de concevoir un code visible ou invisible à l'œil nu.

Un système optique simple est représenté sur la figure 3.7 pour une mise en œuvre industrielle du marquage par mise en forme du faisceau avec un élément diffractif. Plusieurs éléments diffractifs sont gravés sur un disque ; le composant diffractif sélectionné est placé sur le chemin optique du faisceau laser incident par une simple rotation du disque. Chaque élément diffractif peut constituer une matrice de codage bidimensionnel telle qu'elle vient d'être définie. Mais on peut aussi envisager un autre type de marquage d'un code constitué d'une succession de lettres et chiffres. Chaque élément diffractif sur le disque permet alors de reconstituer et de marquer une seule lettre ou un seul chiffre. Le marquage du code complet se fait lettre par lettre, en plaçant successivement le composant correspondant à la lettre sur le chemin optique pour l'exposition laser.

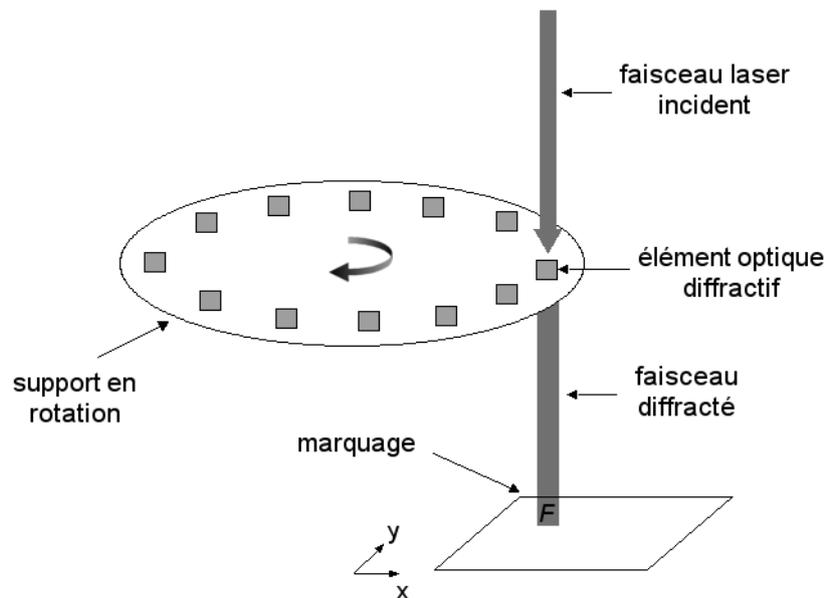


Figure 3.7 : Montage optique de marquage par mise en forme du faisceau laser. Le composant diffractif correspondant à la forme à marquer est sélectionné par rotation du support pour le placer sur le trajet du faisceau laser.

### 3.2.3.2 Élément optique diffractif et montage de reconstruction

Pour le montage optique de reconstruction, deux possibilités sont offertes, suivant que l'élément optique diffractif est un composant de Fresnel ou de Fourier. Pour un composant de Fourier, la reconstruction se fait à l'infini. Il est donc nécessaire d'ajouter une lentille après l'élément diffractif pour imager la reconstruction dans le plan focal de cette lentille. Pour un composant de Fresnel, la fonction de focalisation est déjà codée dans l'élément. Le plan de reconstruction est donc défini lors de la conception de l'élément diffractif et l'ajout d'une lentille n'est pas nécessaire. Dans le cadre de cette étude, le choix se porte uniquement sur le cas du composant de Fourier, qui laisse la liberté de modifier le plan de reconstruction

(distance et dimension) par simple changement de lentille. De plus, ce type de composant est plus tolérant que le composant de Fresnel à la qualité du faisceau laser incident.

Pour des applications nécessitant des puissances laser élevées comme cela est le cas pour le marquage, un échauffement néfaste du composant durant l'exposition laser est à craindre et la réalisation d'éléments diffractifs fonctionnant en réflexion plutôt qu'en transmission peut sembler plus appropriée. En effet, un tel composant fonctionnant en réflexion est obtenu par dépôt d'une couche réfléchissante, habituellement or ou cuivre, dont le coefficient de réflexion est élevé, de l'ordre de 99 % à la longueur d'onde laser employée (1  $\mu\text{m}$ ). L'énergie absorbée par le composant est donc faible pour une épaisseur de métal adaptée. Cependant, pour un élément diffractif fonctionnant en transmission, la part du flux incident absorbée par le matériau peut aussi être très faible à la longueur d'onde de 1  $\mu\text{m}$ . Pour la silice pure, le faible coefficient d'absorption, de l'ordre de  $2 \times 10^{-5} \text{ cm}^{-1}$  à 1,064  $\mu\text{m}$  [Yoshida.03], limite l'absorption du faisceau et donc l'échauffement du composant. Concernant le montage optique de reconstruction, les composants diffractifs en réflexion présentent des contraintes expérimentales supplémentaires. L'angle d'incidence du faisceau laser est nécessairement non nul, mais ne doit cependant pas dépasser une valeur de  $15^\circ$  au-delà de laquelle la fonction optique risque d'être dégradée du point de vue géométrique [Flury.02.1]. Notre choix se porte donc sur un composant diffractif fonctionnant en transmission, pour lequel le montage optique de reconstruction est schématisé figure 3.8. La lentille, de distance focale  $f$ , est placée après l'élément optique diffractif. Le diamètre  $d$  du faisceau incident sur l'élément diffractif et la dimension  $D$  du champ de reconstruction sont liés aux paramètres géométriques de l'élément optique diffractif qui vont être détaillés.

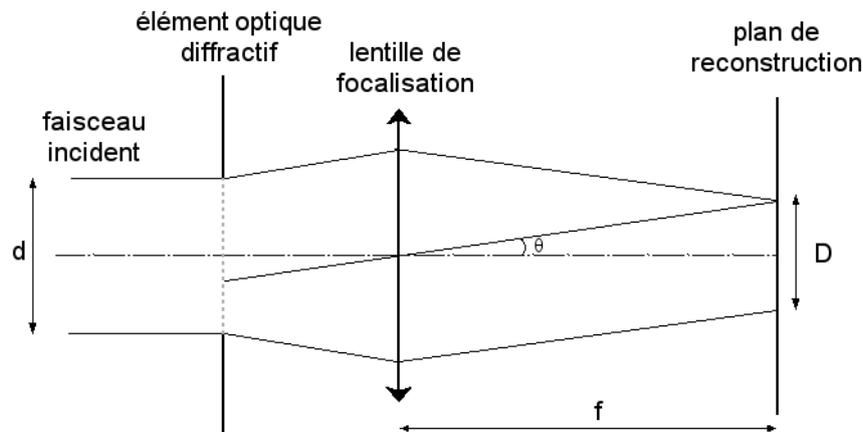


Figure 3.8 : Montage optique de reconstruction pour un élément optique diffractif de Fourier fonctionnant en transmission.

La figure 3.9 présente le détail des paramètres géométriques de l'élément optique diffractif et du plan de reconstruction. La dimension du pixel élémentaire ( $a$ ) doit être supérieure ou égale à dix fois la longueur d'onde du faisceau de reconstruction pour respecter la théorie scalaire de la diffraction employée ici pour la conception des éléments optiques diffractifs. Cependant, la dimension du pixel ne doit pas non plus être trop grande par rapport à la longueur d'onde du faisceau. Ceci diminuerait en effet l'efficacité de diffraction du composant et la reconstruction serait de petite dimension. L'élément étant destiné à une utilisation à une longueur d'onde de 1  $\mu\text{m}$ , la dimension du pixel élémentaire carré sera de 10  $\mu\text{m}$ . La dimension du pixel élémentaire peut éventuellement être augmentée jusqu'à 25  $\mu\text{m}$ . Le nombre de pixels ( $N_{pix} \times N_{pix}$ ) composant l'élément ne doit pas être trop faible. En effet, le pas d'échantillonnage de l'image reconstruite est inversement proportionnel au nombre de pixels

de l'élément. La précision de l'image sera donc d'autant plus grande que  $N_{pix}$  sera élevé. De plus, la bande passante spatiale sera également plus large, ce qui permettra d'augmenter la quantité d'information codée. Nous considérons ainsi un élément optique diffractif de dimensions  $256 \times 256$ ,  $512 \times 512$  ou  $1024 \times 1024$  pixels. Pour que la qualité de l'image reconstruite soit optimale, le diamètre du faisceau incident ( $d$ ) doit être en adéquation avec la dimension de l'élément optique diffractif. On considère que le diamètre du faisceau doit être compris entre une à deux fois la dimension de l'élément optique diffractif [Flury.02.1]. En effet, si le diamètre du faisceau est trop grand par rapport à la dimension de l'élément optique diffractif, une part importante du faisceau ne participera pas à la diffraction mais sera tout de même focalisée par la lentille placée après le composant. L'énergie dans l'ordre 0 de diffraction sera alors élevée au détriment de l'ordre 1, qui est l'ordre d'intérêt pour la reconstruction. Pour pallier à ce problème, il est possible d'employer un masque dont l'ouverture correspond à la dimension du composant diffractif. On peut également envisager la réplique du motif complet du composant diffractif (multiplexage spatial) afin de réduire à la fois l'efficacité dans l'ordre 0 et le speckle dans la reconstruction. Inversement, si le diamètre du faisceau est trop petit par rapport à la dimension de l'élément optique diffractif, l'ensemble de la fonction codée dans l'élément ne sera pas éclairée et la mise en forme sera détériorée. Vu la dimension du pixel élémentaire ( $10 \mu\text{m}$ ), le nombre de pixels de l'élément doit être suffisamment grand pour que le diamètre du faisceau de reconstruction ne soit pas trop petit. Ainsi, avec un élément optique diffractif composé de  $1024 \times 1024$  pixels, soit  $10,24 \times 10,24 \text{ mm}$ , comme cela sera considéré pour les applications que nous proposons, le diamètre du faisceau de reconstruction devra être de 10 à 20 mm.

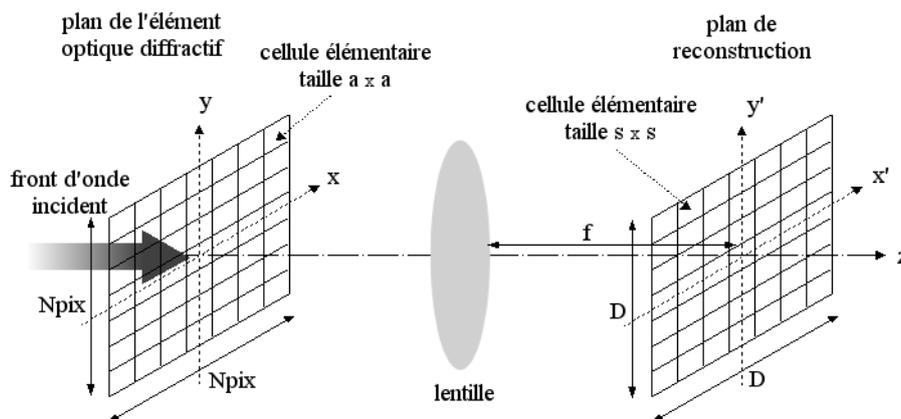


Figure 3.9 : Détails des paramètres géométriques de l'élément optique diffractif et du plan de reconstruction (cf. texte pour les définitions des paramètres).

Un paramètre intrinsèque de l'élément optique diffractif est son efficacité de diffraction  $\eta$  dans l'ordre 1. L'efficacité théorique donnée par la théorie scalaire de la diffraction est liée au nombre de niveaux de phase de l'élément (tableau 3.4 et § 2.1.3). Pour un élément à 4 niveaux de phase, un bon compromis peut être obtenu entre l'efficacité de diffraction théorique relativement élevée (81%) et la difficulté de réalisation d'un élément multi-niveaux. Des erreurs au niveau de la réalisation du composant (erreur sur le relief créant la fonction de phase) peuvent cependant engendrer des pertes sur l'efficacité de diffraction. Le paramètre  $\eta$  est laissé libre dans les expressions suivantes pour permettre de calculer l'impact d'une perte d'efficacité de diffraction.

### 3.2 Etude de faisabilité du marquage laser par mise en forme du faisceau avec un élément diffractif

Nombre de niveaux de phase	Efficacité de diffraction
2	0,41
4	0,81
8	0,95
16	0,99

Tableau 3.4 : Efficacité de diffraction dans l'ordre 1 donné par la théorie scalaire de la diffraction en fonction du nombre de niveaux de phase d'un réseau de diffraction.

Après avoir défini l'ensemble des paramètres, il est maintenant possible de calculer la dimension du champ de la reconstruction. L'angle maximum de diffraction ( $\theta$ ) d'un élément de Fourier est directement lié à la longueur d'onde d'éclairement de l'élément ainsi qu'à la dimension du pixel élémentaire par la relation :

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{a} \approx \theta \text{ pour des angles faibles} \quad (3.5)$$

La dimension de l'image reconstruite, fonction de la distance focale de la lentille de reconstruction, est donnée par :

$$D = 2f \tan \theta = 2f \tan\left(\frac{\lambda}{a}\right) \quad (3.6)$$

La dimension d'une cellule élémentaire de l'image reconstruite est donnée par :

$$s = \frac{2D}{N_{pix}} = \frac{2f \tan\left(\frac{\lambda}{a}\right)}{N_{pix}} \quad (3.7)$$

Récapitulatif des paramètres liés à l'élément optique diffractif et au montage optique de reconstruction :

- $a$  dimension du pixel élémentaire [ $\mu\text{m}$ ] (10  $\mu\text{m}$ )
- $N_{pix}$  nombre de pixels de l'élément complet
- $\eta$  efficacité de diffraction
- $d$  diamètre du faisceau collimaté incident sur l'élément [mm]
- $f$  distance focale de la lentille de reconstruction [mm]
- $D$  dimension du champ de reconstruction [mm]
- $s$  dimension de la cellule élémentaire de l'image reconstruite [mm]
- $\lambda$  longueur d'onde du faisceau de reconstruction [ $\mu\text{m}$ ] (1  $\mu\text{m}$ )

### 3.2.4 Paramètres laser pour l'application en marquage par mise en forme du faisceau avec un élément diffractif

Après avoir défini les paramètres liés à l'application, au montage optique de reconstruction ainsi que les valeurs de référence pour le marquage laser, il nous est maintenant possible de calculer les paramètres laser requis pour le marquage par mise en forme du faisceau avec un élément diffractif. Le calcul de l'énergie totale incidente sur le composant diffractif, à fournir pour réaliser le marquage, est détaillé dans le paragraphe suivant. La définition d'un paramètre global  $\gamma$  de faisabilité du marquage laser est faite dans le paragraphe 3.2.4.2. Ce paramètre doit permettre de calculer rapidement la faisabilité d'un marquage par mise en forme du faisceau en fonction de l'ensemble des paramètres. Enfin, un exemple numérique d'application du marquage laser par mise en forme du faisceau avec un élément diffractif est donné au paragraphe 3.2.4.3.

#### 3.2.4.1 Energie à fournir

Nous cherchons à calculer l'énergie incidente sur le composant diffractif nécessaire pour atteindre la densité d'énergie de référence pour le marquage d'un matériau. Les paramètres nécessaires à ce calcul n'ayant pas encore été définis sont :

- $S^2$  surface éclairée sur la pièce à marquer [mm]
- $E_{diff}$  énergie disponible après diffraction [J]
- $E_{t\_inc}$  énergie totale incidente sur l'élément diffractif [J]
- $E_i$  énergie incidente par impulsion [J]
- $F$  fréquence de répétition de l'émission laser [Hz]
- $t_{expo}$  durée de l'exposition laser [s]
- $n$  nombre de cellules élémentaires de l'image reconstruite éclairées par l'application

La densité d'énergie de référence à fournir à un matériau pour obtenir un effet de marquage, dénommée dans la suite du texte  $H_{e\_ref}$ , est connue à partir des marquages réalisés par balayage du faisceau (cf. § 3.2.2). L'application fixe la surface  $S^2$  de la pièce devant être éclairée. Il faut noter que cette surface varie en fonction de la distance focale de la lentille, tous les autres paramètres étant fixes par ailleurs. Pour atteindre la densité d'énergie de référence sur cette surface, il faut une énergie disponible après diffraction de :

$$E_{diff} = S^2 H_{e\_ref} \quad (3.8)$$

Ceci implique, en tenant compte de l'efficacité de diffraction de l'élément, que l'énergie totale incidente soit égale à :

$$E_{t\_inc} = \frac{E_{diff}}{\eta} = \frac{S^2 H_{e\_ref}}{\eta} \quad (3.9)$$

La figure 3.10 présente l'énergie totale incidente calculée en fonction de la densité d'énergie de référence requise pour le marquage d'une surface de 1 mm<sup>2</sup> sur un plastique polyamide (PA6), pour différentes efficacités de diffraction. La densité d'énergie de référence pour le marquage de ce polyamide est comprise entre 0,18 et 0,55 J/mm<sup>2</sup>. Avec un élément optique

### 3.2 Etude de faisabilité du marquage laser par mise en forme du faisceau avec un élément diffractif

diffractif à quatre niveaux de phase, d'efficacité de diffraction théorique de 80 %, l'énergie totale incidente sur le composant doit être comprise entre 0,23 et 0,69 J/mm<sup>2</sup>. Si l'efficacité de diffraction du composant chute à 50 % ou même à 20 %, l'énergie totale incidente doit alors être comprise respectivement entre 0,36 et 1,10 J/mm<sup>2</sup> ou entre 0,90 et 2,75 J/mm<sup>2</sup>.

Avec une émission laser pulsée, l'énergie totale incidente requise peut être fournie en plusieurs impulsions. La relation donnant l'énergie totale incidente en fonction de l'énergie émise par impulsion ( $E_i$ ), de la fréquence de l'émission ( $F$ ) et de la durée d'exposition ( $t_{expo}$ ) est :

$$E_{t\_inc} = E_i F t_{expo} \quad (3.10)$$

Pour une fréquence et une énergie par impulsion fixées, il est donc possible de calculer la durée d'exposition nécessaire pour atteindre l'énergie totale incidente requise à l'effet de marquage. On peut remarquer que pour une source laser, les gammes de valeurs dans lesquelles peuvent varier la fréquence et l'énergie par impulsion sont conditionnées par la technologie de l'émission laser. Dans le paragraphe 3.2.4.3 nous présentons des exemples numériques avec deux sources laser de technologies différentes.

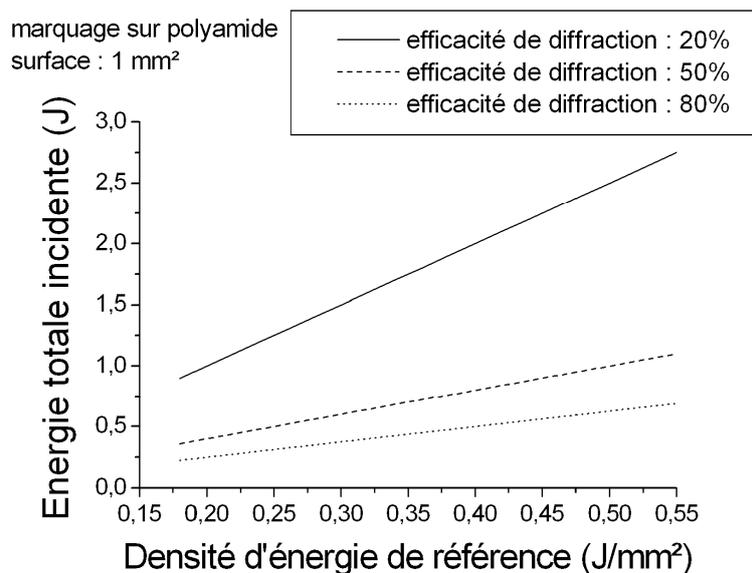


Figure 3.10 : Energie totale incidente requise pour le marquage par diffraction d'une surface de 1 mm<sup>2</sup> sur un polyamide PA6 en fonction de la densité d'énergie de référence de ce matériau et de l'efficacité de diffraction du composant.

#### 3.2.4.2 Définition d'un paramètre $\gamma$ de faisabilité du marquage laser

Afin de déterminer rapidement si le marquage laser par mise en forme du faisceau avec un élément diffractif est réalisable, nous avons défini le paramètre  $\gamma$  comme le rapport de la densité d'énergie effectivement apportée au matériau à marquer (dénommée  $H_{e\_fournie}$ ) et de la densité d'énergie de référence pour obtenir l'effet de marquage sur ce matériau (dénommée  $H_{e\_ref}$ ).

$$\gamma = \frac{H_{e\_fournie}}{H_{e\_ref}} \quad (3.11)$$

Si  $\gamma \geq 1$  le marquage par mise en forme du faisceau est réalisable. Au contraire, si  $\gamma < 1$  le marquage par mise en forme du faisceau n'est pas réalisable car la densité d'énergie fournie au matériau n'est pas suffisante. La densité d'énergie effectivement apportée au matériau est égale à :

$$H_{e\_fournie} = \frac{\eta \cdot E_{t\_inc}}{S^2} \quad (3.12)$$

La densité d'énergie fournie au matériau dépend de l'énergie totale incidente, de l'efficacité de diffraction du composant et de la surface à éclairer pour l'application. Connaissant la dimension  $s$  d'une cellule élémentaire de l'image reconstruite (cf. expression 3.7) et le nombre  $n$  de cellules élémentaires éclairées pour une application donnée, la surface totale éclairée est donnée par :

$$S^2 = ns^2 = n \left( \frac{2f \tan\left(\frac{\lambda}{a}\right)}{N_{pix}} \right)^2 \quad (3.13)$$

On suppose que l'efficacité de diffraction du composant a été caractérisée auparavant. Finalement, le paramètre  $\gamma$  est égal à :

$$\gamma = \frac{\eta \cdot E_{t\_inc}}{H_{e\_ref} \cdot S^2} = \frac{\eta \cdot E_i \cdot F \cdot t_{expo}}{H_{e\_ref} \cdot n \cdot \left( \frac{2f \tan\left(\frac{\lambda}{a}\right)}{N_{pix}} \right)^2} \quad (3.14)$$

Lorsque l'application, la géométrie de l'élément diffractif et la distance focale du montage de reconstruction sont fixées, la surface totale à éclairer  $S^2$  est connue. La densité d'énergie de référence pour le marquage est également connue au préalable et l'efficacité de diffraction du composant a été déterminée. Il ne reste plus, dans l'expression 3.14 du paramètre global  $\gamma$ , qu'à déterminer les combinaisons des paramètres du faisceau incident, à savoir l'énergie par impulsion, la fréquence de l'émission et la durée d'exposition.

### 3.2.4.3 Application numérique : marquage d'une matrice de codage sur polyamide

Le matériau à marquer est le polyamide PA6 dont les marquages obtenus par balayage du faisceau ont déjà été présentés. La densité d'énergie requise pour ce matériau est comprise entre 0,18 et 0,55 J/mm<sup>2</sup>. Pour cette application numérique, le choix se porte arbitrairement sur une densité d'énergie de référence de 0,35 J/mm<sup>2</sup>.

### 3.2 Etude de faisabilité du marquage laser par mise en forme du faisceau avec un élément diffractif

La forme à marquer est une matrice de  $16 \times 16$  cellules, dont le taux de remplissage (nombre de cellules  $n$  éclairées) est à choisir entre 50, 25 et 12,5 % lors de la conception de l'élément diffractif. La figure 3.11 représente la reconstruction d'une telle matrice pour un taux de remplissage de 50 %.

L'élément optique diffractif comporte  $1024 \times 1024$  pixels élémentaires carrés de  $10 \mu\text{m}$  de côté. La distance focale de la lentille de reconstruction est choisie égale à 100 mm, ce qui permet de calculer la dimension du champ image et celle de la cellule élémentaire de l'image reconstruite (expressions 3.6 et 3.7) qui sont respectivement de 20 mm et  $19,6 \mu\text{m}$ .

Le choix de la dimension d'une cellule de la matrice se porte sur  $39,2 \times 39,2 \mu\text{m}$  (soit  $2 \times 2$  cellules élémentaires de l'image reconstruite afin d'avoir une surface plus grande pour chaque cellule de la matrice), donnant une dimension totale de la matrice marquée de  $627,2 \times 627,2 \mu\text{m}$ . La surface éclairée lors du marquage est fonction du taux de remplissage. Pour une matrice avec un taux de remplissage de 50 % la surface éclairée est de  $0,2 \text{ mm}^2$ .

Les paramètres laser requis pour cette application ont été calculés pour deux sources laser émettant à  $1,064 \mu\text{m}$  et dont les caractéristiques sont les suivantes :

- Laser n°1 : laser Nd:YAG déclenché, de fréquence 10 Hz, de durée d'impulsion 1 ms et de puissance moyenne 30 W. L'énergie par impulsion est donc de 3,0 J.
- Laser n°2 : laser à fibre pulsé, de fréquence 20 kHz, de puissance moyenne 20 W et d'énergie par impulsion 1,0 mJ. Ces caractéristiques sont typiques de lasers à fibre commercialisés pour le marquage.

Le diamètre du faisceau laser est ajusté à la dimension de l'élément optique diffractif. Il est dans les deux cas d'environ 10 mm. Les densités de puissance incidentes sur le composant sont alors respectivement de  $38 \text{ W/cm}^2$  et de  $25 \text{ W/cm}^2$  pour le laser Nd:YAG et le laser à fibre.

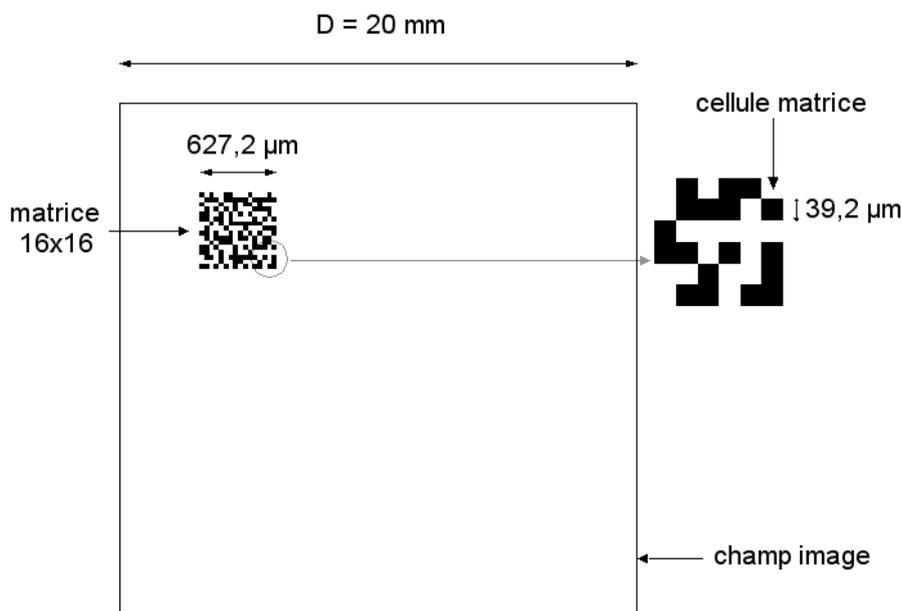


Figure 3.11 : Reconstruction d'une matrice de codage  $16 \times 16$  avec un taux de remplissage de 50 % pour une application en marquage d'un code 2D par mise en forme du faisceau avec un élément diffractif.

La durée d'exposition laser requise pour obtenir le marquage souhaité sur le polyamide est calculée à l'aide de l'expression 3.14 dont tous les paramètres sont à présent définis (la faisabilité du marquage a été définie au paragraphe précédent pour  $\gamma \geq 1$ ). Pour une efficacité de diffraction théorique du composant de 80 %, la figure 3.12 présente les durées d'expositions requises en fonction du taux de remplissage de la matrice de codage. La durée d'exposition varie de 0,7 à 2,9 ms avec le laser Nd:YAG et de 1,1 à 4,3 ms avec le laser à fibre suivant la surface à éclairer. On peut souligner le fait que les deux lasers présentent des caractéristiques fort différentes, mais que l'ordre de grandeur de la durée d'exposition requise pour le marquage est similaire. On peut remarquer que, le laser Nd:YAG ayant des durées d'impulsions de 1,0 ms, le marquage peut être effectué en une seule impulsion lorsque le taux de remplissage est de 12,5 %.

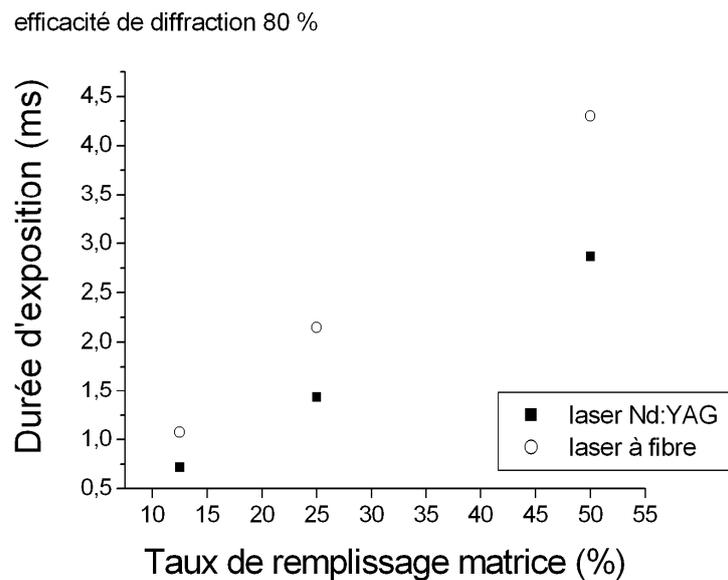


Figure 3.12: Durée d'exposition laser pour le marquage d'une matrice de codage 2D sur polyamide en fonction du taux de remplissage de la matrice. Efficacité de diffraction du composant de 80 %.

La figure 3.13 permet de comparer les durées d'exposition obtenues avec le laser à fibre pour différentes valeurs de l'efficacité de diffraction du composant. Pour une baisse de l'efficacité de diffraction du composant par rapport à la valeur théorique de 80 %, il est nécessaire d'augmenter les durées d'exposition. Cependant dans le cas le plus défavorable, soit une efficacité de diffraction de 20 % seulement, la durée d'exposition n'est que de 17,2 ms pour un taux de remplissage de 50 %. Il faut toutefois ne pas oublier que l'énergie qui ne participe pas à la reconstruction va parasiter le champ image, dans l'ordre 0 et les ordres supérieurs de diffraction, et qu'il est indispensable de masquer ces ordres pour ne conserver que l'ordre de diffraction présentant un intérêt.

Les applications numériques effectuées pour le marquage d'une matrice de codage 16×16 sur plastique polyamide montrent que l'application proposée semble réalisable en terme d'énergie à fournir et de durée d'exposition avec les sources laser citées (laser Nd:YAG, laser à fibre).

### 3.2 Etude de faisabilité du marquage laser par mise en forme du faisceau avec un élément diffractif

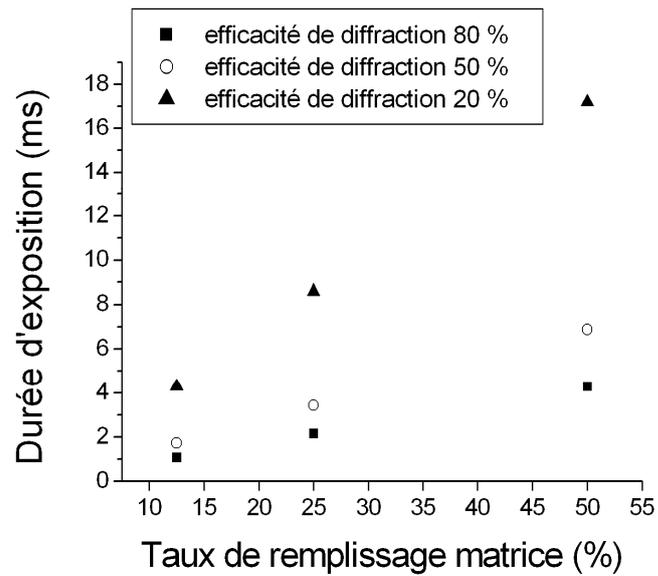


Figure 3.13 : Durée d'exposition avec un laser à fibre pour le marquage d'une matrice de codage 2D sur polyamide en fonction du taux de remplissage de la matrice et de l'efficacité de diffraction du composant.

### 3.3 Conclusion

Une étude de faisabilité du marquage laser par mise en forme du faisceau avec un élément optique diffractif a été menée dans ce chapitre. Le composant diffractif a été supposé parfait, c'est-à-dire ne subissant pas de dommages lors de l'exposition laser de forte puissance.

Le marquage par balayage du faisceau sur la surface est une méthode bien connue qui nous a permis dans un premier temps de calculer les valeurs de référence en densité d'énergie pour le marquage de deux types de matériaux, un plastique et un métal. A partir de ces valeurs de références et des paramètres liés à l'utilisation d'un élément optique diffractif, notamment son efficacité de diffraction et la surface à éclairer pour l'application, nous avons défini un paramètre global  $\gamma$  pour caractériser rapidement la faisabilité du marquage par mise en forme du faisceau. Ce paramètre doit également permettre de déterminer les paramètres laser (durée d'exposition, puissance) nécessaires pour mener à bien l'application. Ces paramètres laser sont fonction de l'application souhaitée (surface à éclairer), du matériau et de la nature du marquage souhaité (densité d'énergie de référence à fournir au matériau).

Nous avons proposé un exemple d'application en marquage sur plastique polyamide d'un code d'identification en deux dimensions sous la forme d'une matrice. Le paramètre  $\gamma$  nous a permis de calculer les durées d'exposition requises avec deux sources laser pulsées, un laser Nd:YAG (puissance moyenne 30 W, énergie par impulsion 3 J et fréquence 10 Hz) et un laser à fibre (puissance moyenne 20 W, énergie par impulsion 1 mJ et fréquence 20 kHz). Une détérioration éventuelle de l'efficacité de diffraction du composant a également été prise en compte dans l'estimation des durées d'exposition. Les durées d'exposition, de l'ordre de la dizaine de millisecondes, calculées pour ces deux sources permettent de conclure que l'application proposée est réalisable.



## Chapitre 4

# Comportement d'un composant optique diffractif exposé à un faisceau laser de puissance

L'étude du comportement d'un composant optique diffractif en silice exposé au faisceau d'un laser de puissance dans le proche infrarouge est développée dans ce chapitre.

Cette étude fait suite aux résultats de chapitre précédent dont l'objet était d'estimer les niveaux de puissance laser et les durées d'exposition auxquels le composant doit être exposé pour obtenir un marquage. Le composant avait alors été considéré comme parfait, c'est-à-dire ne subissant aucun dommage lors de l'exposition laser.

L'objectif de ce chapitre est d'estimer les déformations du composant par expansion thermique et les détériorations de sa fonction optique lors de l'exposition laser. Cette étude est réalisée par simulations numériques. La modélisation mise en œuvre est présentée préalablement à l'étude sur un élément optique diffractif simple, un réseau binaire inscrit dans un substrat en silice.

En conclusion du chapitre, l'étude est confrontée à celle effectuée pour l'application en marquage afin de déterminer la compatibilité des résultats et la faisabilité de l'application proposée pour le marquage laser dans le proche infrarouge par mise en forme du faisceau.

## 4.1 Introduction

L'étude du comportement thermomécanique d'un composant optique diffractif exposé à un faisceau laser de forte puissance a pour objectif d'estimer l'échauffement du composant et les déformations qu'il subit par expansion thermique. En effet, une déformation physique du composant peut altérer sa fonction optique, par exemple par perte de l'efficacité de diffraction. Pour les applications envisagées en traitement des matériaux par mise en forme du faisceau, les puissances laser moyennes requises sont supérieures à la dizaine de watts. Il est donc primordial de caractériser le comportement du composant à ces puissances et de déterminer une plage de fonctionnement sans détériorations.

Le montage expérimental d'un élément optique diffractif fonctionnant en transmission est schématisé sur la figure 4.1. Le faisceau laser uniforme collimaté arrive en incidence normale sur l'élément optique diffractif. Son diamètre est égal à la dimension de l'élément. La simulation numérique est réalisée avec le logiciel COMSOL Multiphysics qui exploite la méthode de résolution par éléments finis et qui permet un couplage entre la simulation thermique et la simulation mécanique. Nous avons ainsi estimé l'échauffement et la déformation du composant par expansion thermique en fonction des paramètres de l'exposition laser.

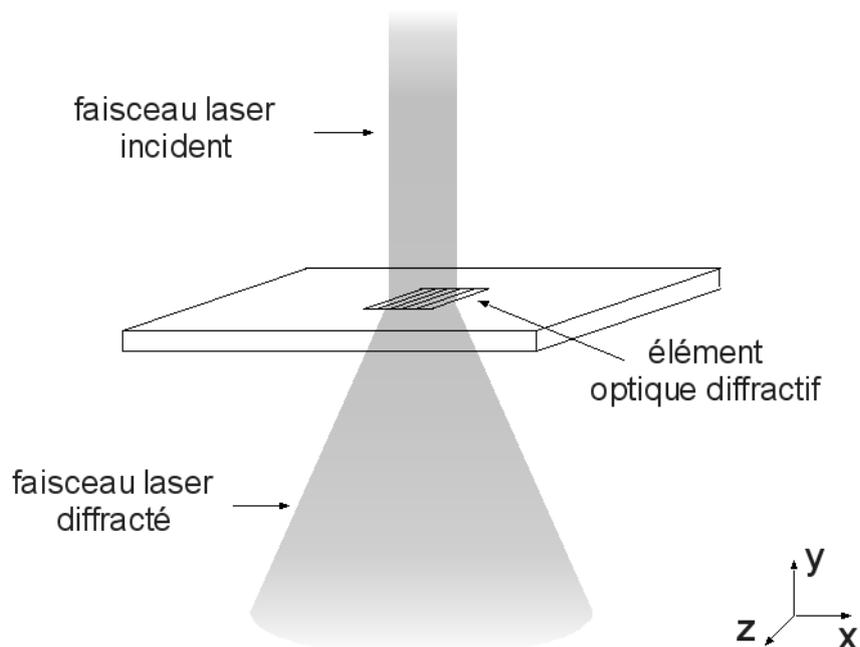


Figure 4.1 : Schéma de principe de la mise en forme d'un faisceau laser par un élément optique diffractif en transmission.

## 4.2 Etude des déformations d'un composant optique diffractif par expansion thermique

Cette partie porte sur l'étude des déformations par expansion thermique d'un composant optique diffractif exposé à de fortes puissances laser. Les modèles et simulations thermique et mécanique mis en œuvre par la méthode des éléments finis sont présentés dans un premier paragraphe. Les résultats obtenus pour un élément optique diffractif simple, un réseau binaire inscrit dans un substrat en silice, sont ensuite détaillés.

### 4.2.1 Modèles et simulations numériques

#### 4.2.1.1 Méthode de résolution par éléments finis

La méthode des éléments finis est utilisée pour résoudre numériquement des équations aux dérivées partielles dans un domaine discrétisé. Cette modélisation implique deux étapes. Dans une première étape, il est nécessaire de définir un maillage du domaine en fragments, généralement triangulaires, appelés éléments finis dont les sommets sont les nœuds de discrétisation. La définition du maillage est un point critique pour la résolution du problème dans la mesure où il doit être resserré dans les zones à forts gradients prévisibles (pour le cas étudié il s'agit de la zone d'interaction entre le faisceau laser et le matériau) et élargi dans les zones susceptibles de présenter de faibles gradients. La seconde étape consiste à résoudre, en chaque nœud du domaine, les équations différentielles régissant les phénomènes physiques en jeu [Euvrard.94].

L'ensemble des simulations présentées dans le cadre de cette étude a été réalisé avec le logiciel COMSOL Multiphysics disponible au LSP. Ce programme est basé sur la méthode de résolution par éléments finis et permet également la simulation multi-physique.

#### 4.2.1.2 Modèles de simulations

Deux modèles de simulations ont été employés pour répondre au problème posé, à savoir un modèle thermique, qui décrit l'échauffement de la pièce exposée au rayonnement laser, et un modèle mécanique, qui décrit la déformation de la pièce par expansion thermique.

##### 4.2.1.2.1 Modèle thermique

L'énergie interne, ou « énergie thermique », d'un système physique peut être globalement quantifiée, dans les conditions d'équilibre thermodynamique local, par une grandeur scalaire, la température [Chéron.99]. A la frontière de ce système, des échanges énergétiques désordonnés sont induits par la chaleur. Il existe trois modes de transferts thermiques principaux [Barrand.93] [Chéron.99] [Tain.93] :

- la conduction thermique, qui s'effectue entre particules d'un milieu macroscopique immobile où règne un gradient thermique,
- la convection thermique, qui désigne les échanges entre une paroi et un fluide en mouvement lorsque leurs températures sont différentes,

#### 4.2 Etude des déformations d'un composant optique diffractif par expansion thermique

- le rayonnement thermique, qui correspond aux échanges de photons entre un système matériel et son environnement.

En conduction thermique, le flux thermique à l'intérieur d'un corps est lié à l'existence d'un gradient de température. Ce flux thermique s'exprime par la loi de Fourier :

$$q_i = -k_{ij} \frac{\partial T}{\partial x_j} \quad (4.1)$$

où :

- $q_i$  est le flux de chaleur dans la direction  $i$ ,
- $k_{ij}$  sont les composantes du tenseur de la conductivité thermique,
- $T$  est la température.

Pour un milieu isotrope, la valeur de la conductivité thermique est identique dans toutes les directions, ce qui conduit à la relation simplifiée du flux thermique :

$$\vec{q} = -k \vec{\nabla} T \quad (4.2)$$

L'équation de propagation de la chaleur par conduction dans un milieu isotrope est donnée par l'expression 4.3 [Chéron.99].

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} - k \nabla^2 T = Q \quad (4.3)$$

Les nouveaux paramètres apparaissant dans l'équation 4.3 sont :

- $\rho$  la masse volumique,
- $C_p$  la capacité thermique à pression constante,
- $Q$  la source de chaleur interne.

Les paramètres  $\rho$ ,  $C_p$  et  $k$  sont caractéristiques du matériau soumis à l'échauffement.  $Q$  représente l'énergie produite au sein même du matériau. Dans le cas modélisé, la source de chaleur est le faisceau laser incident sur la surface de la pièce. Cette source de chaleur sera modélisée par un flux de chaleur entrant dans la pièce (conditions aux limites). Dans le cas étudié, la source de chaleur interne  $Q$  est nulle. En effet, il n'y a pas de production de chaleur au sein du matériau.

Il faut remarquer que les valeurs des paramètres thermiques du matériau,  $\rho$ ,  $C_p$  et  $k$ , sont généralement fonction de la température. Il en est de même pour les paramètres mécaniques, qui seront détaillés dans le paragraphe suivant. Les effets des valeurs numériques implémentées pour les paramètres thermiques et mécaniques lors de simulations du procédé de soudage métallique par la méthode des éléments finis ont été analysés [Zhu.02]. Il a été montré que l'utilisation des valeurs à température ambiante pour les paramètres du matériau donnait des prédictions raisonnables lors du calcul du champ de température, des contraintes résiduelles et des déformations. Les différences lors de la simulation du soudage d'une plaque d'aluminium sont inférieures à 10 % entre ce cas et celui où les valeurs de tous les paramètres sont fonction de la température. De plus, les difficultés à obtenir les propriétés des matériaux à température élevée conduisent à l'utilisation des paramètres à température ambiante lors des simulations.

Le flux de chaleur aux limites (surfaces de la pièce) comporte à la fois un terme décrivant un flux de chaleur explicite entrant ou sortant de la pièce, un terme décrivant le transfert de chaleur par convection naturelle de l'air ambiant autour de la pièce et enfin un terme décrivant le transfert de chaleur par radiation des parois de la pièce vers le milieu extérieur. L'expression générale du vecteur flux de chaleur est donnée par :

$$-\vec{n} \cdot \vec{q} = q_0 + h(T_{inf} - T) + \varepsilon\sigma(T_{amb}^4 - T^4) \quad (4.4)$$

Les paramètres de l'équation 4.4 sont :

- $\vec{n}$  le vecteur normal à la surface,
- $q_0$  le flux de chaleur entrant,
- $h$  le coefficient de convection,
- $T_{inf}$  la température de référence du fluide de refroidissement (l'air ambiant dans ce modèle),
- $\varepsilon$  l'émissivité de la surface
- $\sigma$  la constante de Stephan-Boltzmann ( $5,67 \times 10^{-8} \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}$ ),
- $T_{amb}$  la température ambiante [K].

Le schéma de la figure 4.2 représente les différents flux de chaleur modélisés aux surfaces de la pièce.

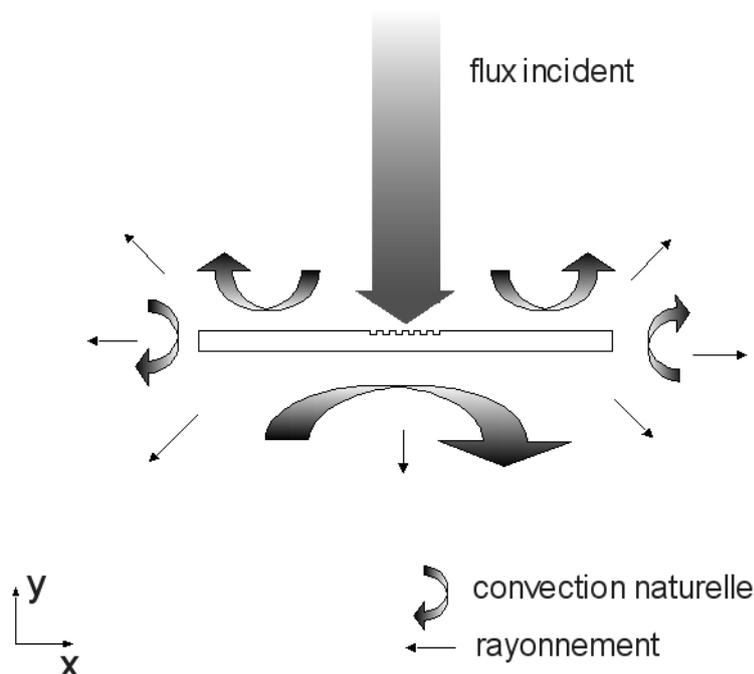


Figure 4.2 : Conditions aux limites du modèle thermique pour la simulation du comportement thermomécanique d'un réseau binaire en silice exposé à de fortes puissances laser. Le composant est soumis à un flux de chaleur externe représentant le faisceau laser. Le refroidissement est modélisé par la convection naturelle avec l'air ambiant et le rayonnement thermique du composant.

#### 4.2 Etude des déformations d'un composant optique diffractif par expansion thermique

Le flux de chaleur entrant  $q_0$  est créé par le faisceau laser incident dont la répartition d'intensité est approximée par un profil uniforme. Ce flux de chaleur entrant s'exprime, pendant la durée de l'exposition laser, par :

$$q_0 = \frac{P}{\pi r^2} A \quad (4.5)$$

$P$  est la puissance laser moyenne,  $r$  le rayon du faisceau laser incident sur la surface et  $A$  l'absorption du matériau à la longueur d'onde laser mise en œuvre. On considère le flux de chaleur  $q_0$  continu pendant la durée d'exposition laser. Dans le cas d'une émission laser pulsée, une période d'émission laser courte devant le temps caractéristique de diffusion de la chaleur dans le matériau permet en première approximation de modéliser un flux de chaleur par un flux continu. En effet, dans ce cas la chaleur n'a pas le temps de diffuser dans le matériau pendant la durée séparant deux impulsions laser. Afin d'illustrer ce propos, prenons l'exemple d'un matériau en silice fondue exposé à un faisceau laser uniforme de 1,0 mm de diamètre. Le temps caractéristique de diffusion de la chaleur sur une distance  $L$  est donné par :

$$t = \frac{L^2}{\kappa} \quad (4.6)$$

Le coefficient de diffusion thermique  $\kappa$  de la silice fondue vaut  $8,9 \times 10^{-7}$  m<sup>2</sup>/s. Sur une distance de 1,0 mm (correspondant au diamètre du faisceau) le temps de diffusion de la chaleur est donc d'environ 1,1 s. Si on considère une fréquence d'émission laser de 20 kHz, typique des lasers à fibre, la période de 50  $\mu$ s entre deux impulsions successives est très largement inférieure au temps calculé pour la diffusion de la chaleur. Le flux de chaleur  $q_0$  sera donc modélisé par un flux continu. Après l'exposition laser, le flux de chaleur  $q_0$  est nul.

Le refroidissement de la pièce a lieu par convection libre (ou naturelle) de l'air ambiant le long des parois de la pièce et par rayonnement thermique de la pièce. Le terme  $h(T_{\text{inf}} - T)$  de l'équation 4.4 est relatif à la convection, le terme  $\varepsilon\sigma(T_{\text{amb}}^4 - T^4)$  au rayonnement.

La valeur du coefficient de convection  $h$  dépend de nombreux paramètres tels que les propriétés du fluide de refroidissement et de l'écoulement, la température de la surface et la géométrie du problème. Le module de transfert thermique de COMSOL Multiphysics propose différentes fonctions prenant en compte ces paramètres pour l'implémentation du coefficient de convection de l'air ambiant à l'extérieur de la pièce dans le cas d'une convection libre (par opposition à une convection forcée). Les fonctions pour la convection sur les parois verticales et horizontales, supérieure et inférieure, de la pièce sont ainsi utilisées dans ce modèle.

Le rayonnement thermique est un flux d'ondes électromagnétiques émises par un corps à une certaine température. Le coefficient d'émissivité  $\varepsilon$  est caractéristique du matériau. Il dépend de la température et de la direction du rayonnement.

La condition initiale du modèle thermique se porte naturellement vers une température homogène de 293,15 K (20°C) dans l'ensemble de la pièce. Cette température est également celle considérée pour l'air ambiant autour de la pièce.

Pour les géométries considérées, le logiciel COMSOL Multiphysics permet de simplifier le modèle en trois dimensions par un modèle en deux dimensions avec spécification des paramètres de la troisième dimension hors du plan. Le modèle 2D est donc une section de la pièce. La figure 4.3 illustre la simplification géométrique réalisée. Cette adaptation permet de

réduire considérablement les temps de calculs. Les spécifications du logiciel indiquent que le calcul du champ de températures pour le modèle 3D et le modèle 2D donne des résultats identiques.

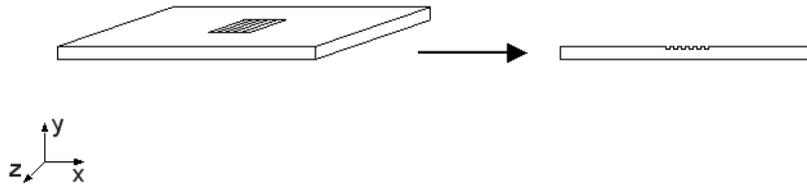


Figure 4.3 : Modélisation en deux dimensions de la section du substrat en silice dans lequel est inscrit un réseau binaire.

#### 4.2.1.2.2 Modèle mécanique

Afin d'estimer les déformations par expansion thermique subies par la pièce exposée à un faisceau laser de puissance, un modèle mécanique est également appliqué à la pièce modélisée. Dans un problème typique de mécanique des solides, on s'intéresse au calcul des déplacements, des déformations et des contraintes, qui sont en général des fonctions du temps, en tout point du corps. La contrainte est le paramètre qui caractérise l'interaction mécanique d'un corps avec son environnement. Cette contrainte est la cause de la déformation [Botsis.06].

Pour caractériser le comportement d'un matériau, il faut tenir compte des équations de comportement ou équations de constitution. Ces équations donnent la dépendance de la contrainte par rapport à la déformation du matériau et à la température. Une des formes les plus simples des relations contrainte-déformation est le cas de la dépendance linéaire entre les contraintes et les déformations. En outre, la théorie de l'élasticité linéaire constitue la base de la mécanique des solides. Un solide est dit élastique s'il possède, en l'absence de contraintes extérieures, un état de repos, dit de référence, qu'il perd quand il est soumis à des contraintes, mais qu'il retrouve lorsque ces contraintes cessent de lui être appliquées [Botsis.06]. Nous utilisons la loi de comportement thermo-élastique linéaire isotrope pour décrire le comportement du modèle [Boudet.96] [Diener.04]. En thermoélasticité, on étudie les milieux élastiques dilatables sous l'effet d'une variation de température. On suppose que l'élévation (l'abaissement) de température provoque une dilatation (contraction) isotrope et linéaire en fonction de la variation de température. La déformation d'origine thermique est une déformation libre de contraintes. En effet, elle est présente même si l'on n'applique pas d'effort mécanique sur le matériau. Les deux effets de déformation, l'un dû aux contraintes, l'autre dû à la dilatation, s'ajoutent. La loi de comportement thermo-élastique linéaire isotrope est donnée par :

$$\{\varepsilon\} = [C]\{\sigma\} + \{\alpha_{th}\}(T - T_{ref}) \quad (4.7)$$

Les paramètres de la loi de comportement sont :

- $\{\varepsilon\}$  le tenseur des déformations,
- $\{\sigma\}$  le tenseur des contraintes,
- $[C]$  la matrice de souplesse,
- $\{\alpha_{th}\}$  le coefficient de dilatation thermique linéaire du matériau,
- $T_{ref}$  le champ de température uniforme dans la configuration initiale,
- $T$  le champ de température non uniforme à l'instant  $t$ .

Ce modèle ne prend pas en compte la modification temporelle de la géométrie de la pièce par l'ablation du matériau, c'est-à-dire l'enlèvement de matière lors de l'exposition laser. L'écriture de l'équation 4.7 sous forme matricielle permet de donner une version plus intuitive de la loi de comportement. On a donc :

$$\begin{Bmatrix} \varepsilon_x \\ \varepsilon_y \\ \varepsilon_z \\ \gamma_{xy} \\ \gamma_{xz} \\ \gamma_{yz} \end{Bmatrix} = \frac{1}{E} \begin{bmatrix} 1 & -\nu & -\nu & 0 & 0 & 0 \\ -\nu & 1 & -\nu & 0 & 0 & 0 \\ -\nu & -\nu & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2(1+\nu) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2(1+\nu) & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2(1+\nu) \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \sigma_z \\ \tau_{xy} \\ \tau_{xz} \\ \tau_{yz} \end{Bmatrix} + \begin{Bmatrix} \alpha_{th} \\ \alpha_{th} \\ \alpha_{th} \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{Bmatrix} (T - T_{ref}) \quad (4.8)$$

où :

- $\varepsilon_i$  est l'allongement dans la direction  $i$  et  $\gamma_{ij}$  le glissement sur la face perpendiculaire à  $i$  dans la direction  $j$ ,
- $\sigma_i$  est la contrainte normale dans la direction  $i$  et  $\tau_{ij}$  le cisaillement sur la face perpendiculaire à  $i$  dans la direction  $j$ ,
- $\alpha_{th}$  le coefficient de dilatation thermique linéaire et isotrope du matériau,
- $E$  le module d'Young du matériau [Pa],
- $\nu$  le coefficient de Poisson du matériau.

La relation entre le tenseur des déformations et le tenseur des contraintes est inversible, ce qui permet d'écrire à partir de 4.7 :

$$\{\sigma\} = [E]\{\varepsilon\} - [E]\{\alpha_{th}\}(T - T_{ref}) \quad (4.9)$$

où  $[E]$  est la matrice d'élasticité, inverse de la matrice  $[C]$ . Le couplage entre le modèle thermique et le modèle mécanique est fait par la variable température  $T$  calculée dans le modèle thermique décrit précédemment.

Les champs de déformations et de contraintes sont régis par un système d'équations composé d'une part de la loi de comportement et d'autre part de la relation déformation-déplacement (4.10) et de l'équation d'équilibre (4.11).

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \quad (4.10)$$

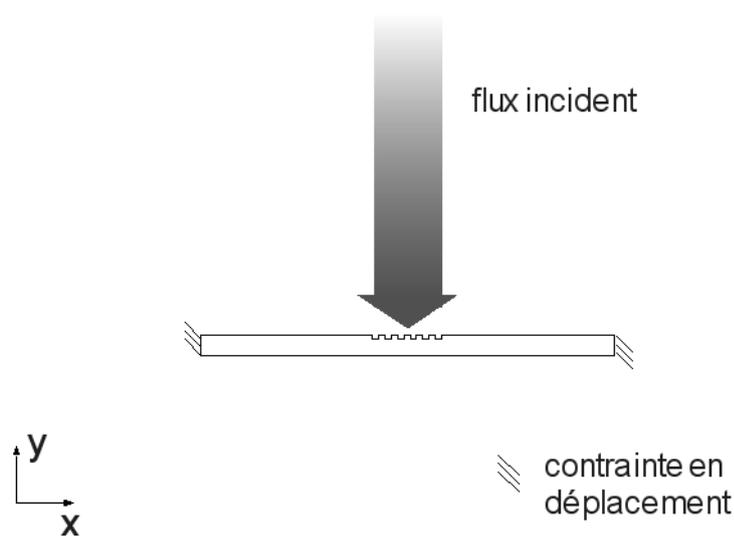
$$\text{div} \sigma + \vec{f} = 0 \quad (4.11)$$

Les paramètres des équations 4.10 et 4.11 sont :

- $\varepsilon_{ij}$  les composantes du tenseur des déformations défini dans 4.8,
- $u_i$  les composantes du vecteur déplacement,
- $\sigma$  le tenseur des contraintes,
- $\vec{f}$  le vecteur force volumique.

Au total le problème est composé de quinze équations scalaires (six équations définissant la relation déformation-déplacement, trois équations d'équilibre et six équations définissant la loi de comportement) et de quinze inconnues (trois composantes de déplacement  $u_i$ , six composantes de déformation  $\varepsilon_{ij}$  et six composantes de contrainte  $\sigma_{ij}$ ).

Concernant les conditions aux limites, le choix se porte sur une similitude avec les conditions expérimentales. Pour un élément optique diffractif fonctionnant en transmission, l'optique est maintenue dans une monture. Les bords verticaux de la pièce sont donc contraints en déplacement ; aucun déplacement n'est autorisé. Pour les autres limites, aucune contrainte n'est appliquée. La figure 4.4 schématise les conditions aux limites du modèle mécanique. Il faut remarquer que la monture elle-même n'est pas modélisée, ni dans le modèle mécanique, ni dans le modèle thermique.



*Figure 4.4 : Conditions aux limites du modèle mécanique pour la simulation du comportement thermomécanique d'un réseau binaire en silice exposé à de fortes puissances laser. Les parois latérales du composant sont contraintes en déplacement, les autres surfaces ne sont pas contraintes.*

Dans la configuration initiale du problème, la pièce est au repos. Aucune contrainte ni déformation initiale n'est implémentée. De même, les déplacements et vitesses initiaux dans toutes les directions sont nuls.

### 4.2.1.2.3 Paramètres pour les simulations

Le composant simulé est un réseau binaire monodimensionnel inscrit dans un substrat de silice fondue. Cette configuration simple, un réseau binaire plutôt qu'un composant diffractif à plusieurs niveaux de phase, a été choisie pour cette première approche de l'échauffement et de la déformation du composant. Notre intérêt se porte sur une analyse temporelle de l'évolution des champs de températures et de déformations dans la pièce pendant et après l'exposition laser.

#### Géométrie du substrat et de l'élément optique diffractif

Un réseau binaire monodimensionnel est modélisé. Sa période est un paramètre variable. Les périodes étudiées sont 10, 25 et 50  $\mu\text{m}$ . La dimension du réseau est de 1,0 mm. Le rapport ligne-espace est également un paramètre variable qui sera de 25, 50 ou 75 %. La profondeur du réseau binaire fonctionnant en transmission est donnée par la théorie scalaire de la diffraction qui maximise l'efficacité de diffraction dans l'ordre 1 [Borrelli.05] [Herzig.97] :

$$h_t = \frac{\lambda}{2(n-1)} \quad (4.12)$$

où  $\lambda$  est la longueur d'onde laser et  $n$  l'indice de réfraction du substrat dans lequel est gravé le réseau. Pour la longueur d'onde de 1,064  $\mu\text{m}$  et l'indice de réfraction de la silice de 1,4496, la profondeur du réseau obtenue avec l'expression 4.12 est de 1,183  $\mu\text{m}$ . Une modification de la profondeur de gravure de  $\pm 25$  nm de la profondeur optimale définie ci-dessus sera étudiée pour simuler des erreurs de profondeur de gravure. Le substrat de silice est de dimensions 25 $\times$ 25 $\times$ 1,0 mm (épaisseur). La figure 4.5 schématise la géométrie du composant et du réseau, ainsi que les points de mesure utilisés par la suite. Les quatre points de mesure sont localisés au milieu de la pièce : point A en surface, point B à deux fois la profondeur du réseau, point C au centre du composant et point D sur la face arrière du composant.

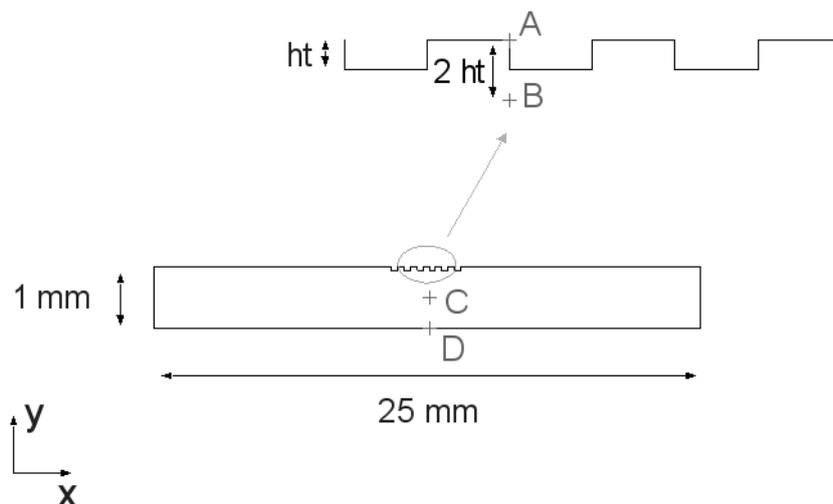


Figure 4.5 : Réseau binaire en silice : géométrie du modèle simulé et points de mesure sur le composant.

### Source de chaleur

Le faisceau laser incident sur le réseau constitue la source de chaleur. Il est modélisé, au niveau de la surface, par un flux thermique entrant dans la pièce. Le diamètre du faisceau est de 1,0 mm ; il est égal à la dimension du réseau. Les puissances laser moyennes simulées sont de 10, 100 et 1000 W et les durées d'exposition de 1, 10 et 100 secondes. La part du flux incident absorbée par le matériau est régie par le coefficient d'absorption du matériau à la longueur d'onde laser. Pour la silice, ce coefficient d'absorption est très faible [Yoshida.03] [Nersisyan.06] et le choix de surestimer légèrement l'absorption a été fait. L'absorption  $A$  (cf. équation 4.5) est fixée à 0,003 % pour le substrat de silice.

### Conditions aux limites

Seul le réseau est exposé à la source de chaleur incidente. Les autres limites de la pièce sont soumises à la convection libre avec l'air ambiant et au rayonnement de la surface vers l'extérieur. Le facteur d'émissivité  $\epsilon$  de la silice est égal à 0,9 [Barrand.93] [Tain.93]. La température ambiante, ainsi que la température initiale de la pièce, sont de 293,15 K (20°C). Les bords verticaux de la pièce sont contraints en déplacement dans toutes les directions.

### Paramètres thermiques et mécaniques du substrat

Les valeurs des différents paramètres thermiques et mécaniques de la silice sont indiquées dans le tableau 4.1 [CRC.98] [CRC.01].

Paramètre	Symbole	Valeur
Conductivité thermique	$k$	$1,38 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$
Capacité calorifique	$C_p$	$703 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$
Masse volumique	$\rho$	$2203 \text{ kg.m}^{-3}$
Module de Young	$E$	$73,1 \times 10^9 \text{ Pa}$
Coefficient de Poisson	$\nu$	0,17
Coefficient de dilatation thermique	$\alpha$	$0,55 \times 10^{-6} \text{ m.K}^{-1}$

Tableau 4.1 : Liste des paramètres thermiques et mécaniques de la silice.

## 4.2.2 Résultats des simulations

Plusieurs géométries du réseau ont été simulées. On considère que le réseau de période 25  $\mu\text{m}$ , de profondeur de gravure optimale (1,183  $\mu\text{m}$ ) et de rapport ligne espace 50 % constitue le modèle de base. Les résultats obtenus avec ce réseau de base sont présentés dans un premier paragraphe. Les déformations sont notamment comparées aux tolérances de fabrication obtenues par l'analyse du réseau par une méthode de simulation modale électromagnétique (Fourier Modal Method FMM) [Flury.02.1] [Herzig.97] [Lo.00]. Les influences des différents paramètres du réseau (période, profondeur et rapport ligne-espace) sont ensuite présentées dans un deuxième paragraphe, suivi d'une conclusion sur cette configuration de simulation.

#### 4.2.2.1 Résultats avec le réseau de base

La figure 4.6 présente un premier aperçu de l'évolution de la répartition des températures dans le composant à différents instants pendant et après l'exposition laser à une puissance moyenne de 1000 W durant 1 seconde. La température initiale du composant est de 293,15 K. On peut observer que l'augmentation de température est confinée à la zone exposée (le réseau). Après l'exposition, la température s'homogénéise dans l'ensemble du composant.

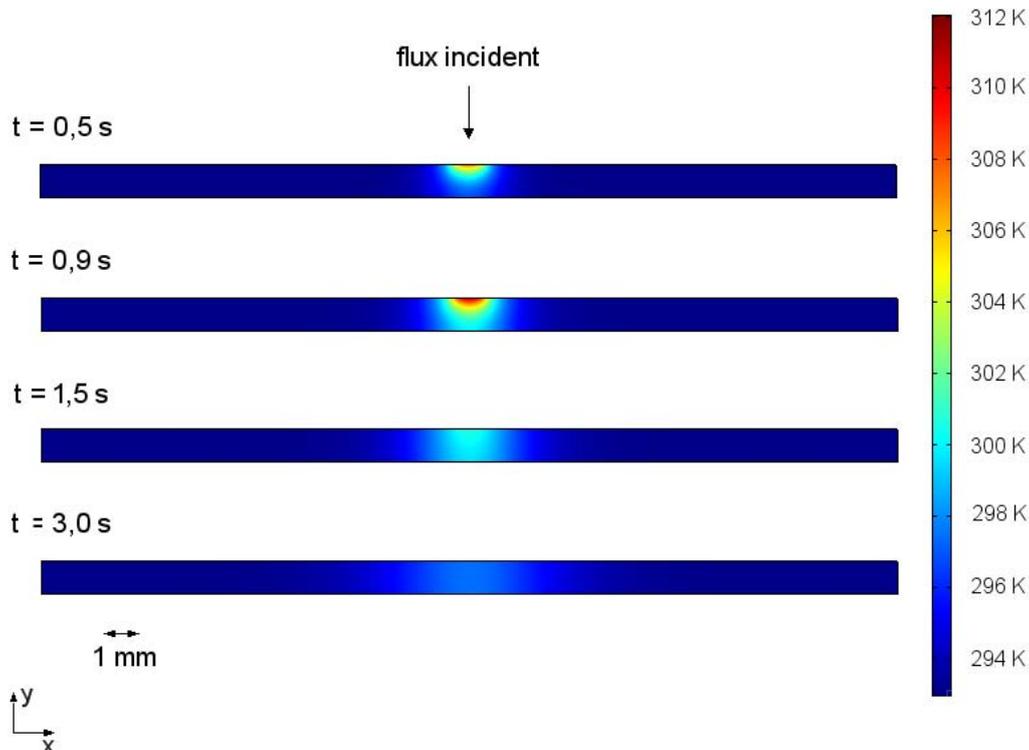


Figure 4.6 : Evolution de la répartition des températures dans le réseau binaire en silice pendant et après l'exposition laser à une puissance moyenne de 1000 W durant 1 seconde.

L'étude plus précise des caractéristiques de l'échauffement et de l'expansion thermique du composant en fonction des paramètres de l'exposition laser sont présentées sur les figures suivantes. L'augmentation de température en surface au milieu du réseau (point de mesure A) lors de l'exposition à différentes puissances moyennes pendant une durée de 1 seconde est présentée sur la figure 4.7. Avec une puissance laser moyenne de 1000 W, la température maximale atteinte au centre du réseau, qui est le point subissant le plus fort échauffement de la pièce, est de 311,4 K, soit un échauffement de 18,3 K par rapport à la température initiale. L'échauffement maximal est de 1,7 K et 0,2 K pour une puissance moyenne de 100 W et 10 W respectivement. Pour ces trois cas, les élévations maximales de température sont dans une gamme qui semble acceptable. En effet, ces échauffements sont inférieurs à 50°C, qui nous semble être un maximum pour la mise en œuvre expérimentale du système optique. Si on observe le comportement dans la phase de refroidissement du composant préalablement exposé à une puissance de 1000 W, on constate que la température chute rapidement, en quelques centaines de millisecondes, d'une dizaine de degrés puis que le refroidissement est plus lent. Neuf secondes après la fin de l'exposition ( $t = 10,0$  s), la température au point A est de 295,15 K, soit deux degrés supérieurs à la température initiale.

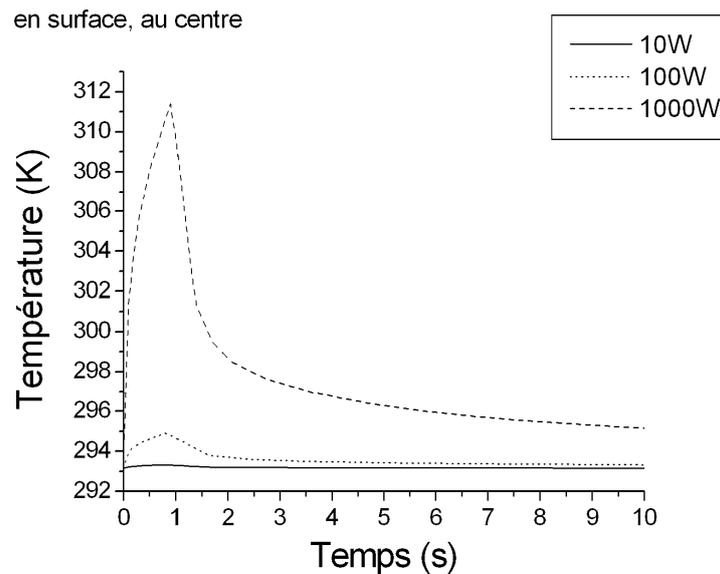


Figure 4.7 : Evolution en fonction du temps de la température en surface au milieu du réseau binaire en silice (point de mesure A) pour différentes puissances laser et une exposition de 1 seconde.

La figure 4.8 présente l'évolution de la température à trois profondeurs pour une exposition de 1 seconde à une puissance moyenne de 1000 W. La température en surface est mesurée au point A, celle au milieu du composant au point C et enfin la température sur la face arrière du composant au point D (cf. figure 4.5 pour la géométrie du composant). La température maximale atteint 311,4 K en surface (déjà indiqué précédemment sur la figure 4.7), 302,4 K au centre du composant (point C) et 300,0 K sur la face arrière du composant (point D). La température à une profondeur égale à deux fois la profondeur de gravure du réseau (point de mesure B) n'est pas indiquée sur la figure 4.8. En effet, il s'avère que la température à ce point à l'instant  $t = 1,0$  s diffère au maximum de 0,065 K de la température mesurée en surface (point A). Après l'exposition laser, la température s'homogénéise rapidement en profondeur : 1 seconde après la fin de l'exposition ( $t = 2,0$  s) la température est de 298,6 K aux trois points de mesure. Le refroidissement est ensuite identique pour les trois points de mesure.

Les déplacements de la surface de la pièce par expansion thermique, correspondant aux champs de températures calculés avec les mêmes paramètres, sont présentés figure 4.9. Il s'agit du déplacement total à la fin de l'exposition laser ( $t = 1,0$  s), instant pour lequel les températures maximales sont atteintes. La position à la surface de la pièce est portée en abscisse du graphique. Il est rappelé que les extrémités du substrat sont contraintes en déplacement. Le centre de la pièce exposée subit les déformations les plus fortes. Le déplacement total maximal est de 29 nm lorsque le réseau est exposé à une puissance moyenne de 1000 W. Pour une puissance moyenne de 100 W et 10 W, ce déplacement est de 3 nm et inférieur à 1 nm respectivement. Le déplacement se fait principalement dans la direction du faisceau incident. Dans la phase de refroidissement, après l'exposition laser, le matériau se contracte. Après une exposition à 1000 W pendant 1 seconde, le déplacement maximal diminue à 6 nm 0,5 s après la fin de l'exposition. Il est de 4 nm et 2 nm respectivement 2,0 s et 9,0 s après l'exposition. Le matériau retrouve pratiquement sa forme initiale quelques secondes après la fin de l'exposition laser.

#### 4.2 Etude des déformations d'un composant optique diffractif par expansion thermique

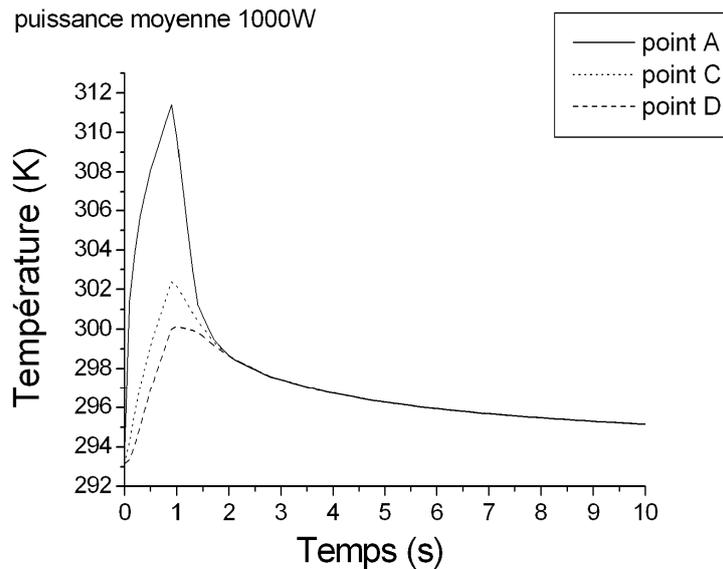


Figure 4.8 : Evolution en fonction du temps de la température au centre du réseau binaire en silice à différentes profondeurs (point A en surface, point C au milieu du composant et point D en face arrière du composant) lors de l'exposition à une puissance moyenne de 1000 W durant 1 seconde.

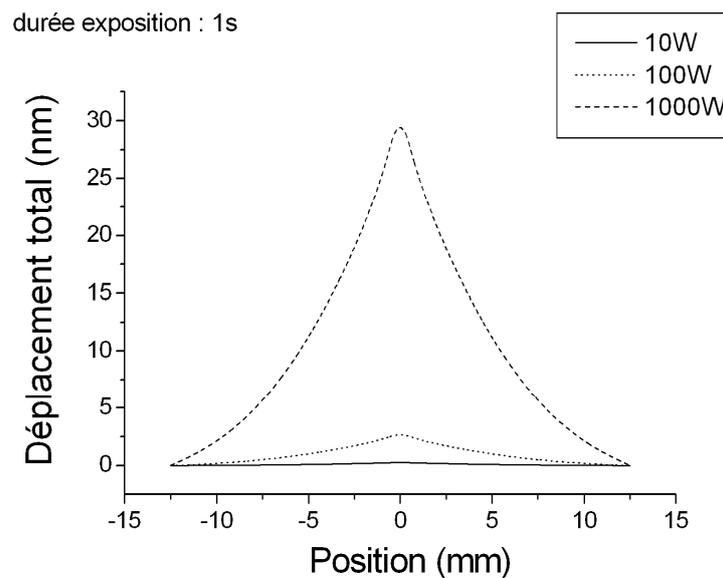


Figure 4.9 : Déplacement total maximal en surface de la pièce pour différentes puissances laser et une exposition de 1 seconde.

##### 4.2.2.2 Comparaison avec les tolérances de fabrication du réseau

Afin de caractériser l'impact de ces déformations sur la fonction optique du réseau, nous avons comparé leurs amplitudes aux tolérances de fabrication du réseau, notamment à l'erreur sur la profondeur de gravure.

Pour cela, le comportement du même réseau d'une période de  $10 \mu\text{m}$  a été analysé par une méthode modale de Fourier (Fourier Modal Method FMM). Dans cette approche électromagnétique rigoureuse, la résolution des équations de Maxwell repose sur la décomposition des champs électromagnétiques en série de Fourier [Flury.02.1] [Herzig.97] [Lo.00]. Le problème est divisé en trois régions (figure 4.10) : les milieux I et III sont des

diélectriques homogènes. Le milieu II est la région modulée, de période  $d$  dans la direction  $x$ . L'approche mise en œuvre pour la résolution consiste à exprimer le champ électromagnétique dans chaque région et à appliquer les conditions de continuité des champs aux interfaces. La résolution numérique du système d'équations linéaires permet alors d'obtenir les amplitudes normalisées des différents ordres de diffraction [Flury.02.1].

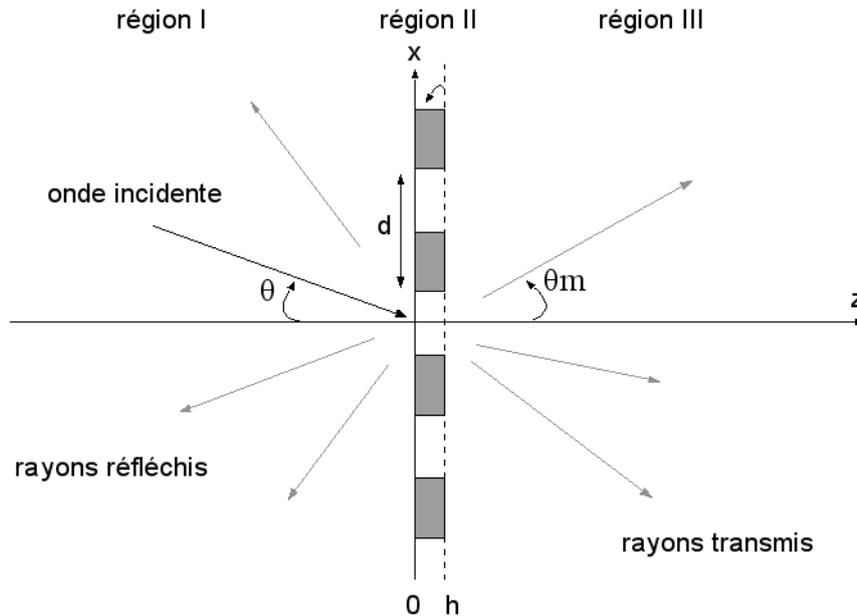


Figure 4.10 : Représentation de la diffraction d'une onde électromagnétique par un réseau monodimensionnel binaire de période  $d$ .

L'efficacité de diffraction du réseau en fonction de sa profondeur est donnée sur la figure 4.11. L'onde plane incidente est en mode TE. L'efficacité de diffraction est indiquée pour les ordres 0 et 1 transmis, ainsi que pour l'ordre 0 réfléchi. On peut remarquer la différence entre la profondeur du réseau donnant le maximum d'efficacité de diffraction dans l'ordre 1 transmis (point A sur la figure 4.11, profondeur de 1180 nm, efficacité de diffraction de 39,03 %) et celle donnant le minimum d'efficacité de diffraction dans l'ordre 0 transmis (point B sur la figure 4.11, profondeur de 1215 nm, efficacité de diffraction de 0,3 %). La théorie scalaire de la diffraction prévoit que les points A et B sont alignés. La profondeur optimale du réseau est alors donnée par l'équation 4.12 et vaut 1183 nm dans le cas présent d'un réseau en silice fondue utilisé à la longueur d'onde 1064 nm.

Nous avons choisi comme critère pour la détermination de la tolérance sur la profondeur de ce réseau le maintien de l'efficacité de diffraction dans l'ordre 1 transmis au-dessus de 38,5 %. Ceci nous permet, à partir de la figure 4.11, de définir une tolérance de  $\pm 80$  nm sur la profondeur du réseau. Les estimations précédentes des déformations maximales du réseau, pour des puissances laser allant de 10 à 1000 W et une exposition de 1 seconde, sont donc dans cette tolérance sur la profondeur du réseau. Dans cette gamme de paramètres laser, la déformation du réseau par expansion thermique est inférieure aux tolérances de fabrication sur la profondeur du réseau. Nous considérons donc que l'effet de ces déformations est négligeable.

Il est également nécessaire de souligner la valeur de l'efficacité de diffraction dans l'ordre 0 réfléchi. En effet, une efficacité de diffraction de 1,8 % dans cet ordre va inévitablement perturber l'onde incidente et il s'avère primordial de modifier l'angle d'incidence de l'onde sur le réseau. Avec un angle d'incidence de  $1^\circ$ , la profondeur du réseau donnant le maximum d'efficacité de diffraction dans l'ordre 1 transmis n'est pas décalée.

Peu de différences sont observées entre les modes TE et TM pour des angles d'incidence inférieurs à  $10^\circ$  dans le cas de ce réseau. On peut remarquer que l'ordre 0 réfléchi ne peut pas être supprimé, l'efficacité de diffraction minimum étant de 0,2 % pour une profondeur du réseau de 1335 nm (cf. figure 4.11).

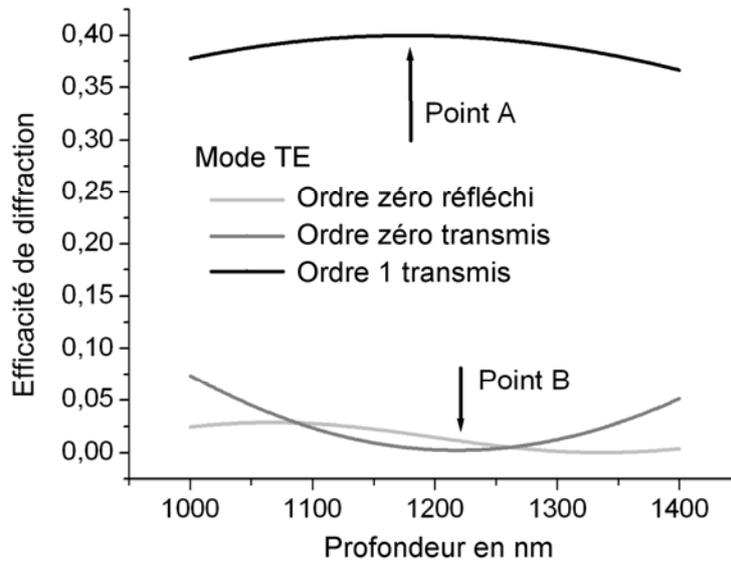


Figure 4.11 : Efficacités de diffraction dans différents ordres en fonction de la profondeur du réseau binaire inscrit dans un substrat en silice, onde plane incidente en mode TE.

Pour l'ensemble des paramètres étudiés, les augmentations maximales de température et les déplacements maximums sont résumés sur les figures 4.12 et 4.13. Deux cas apparaissent :

- L'échauffement et la déformation sont négligeables. Ceci est le cas avec une puissance moyenne de 10 W pour laquelle la température ne s'élève pas au-delà de deux degrés et le déplacement maximum reste inférieur à 1 nm. Il en est de même pour une puissance moyenne de 100 W sur une durée d'exposition de 1 seconde.
- L'échauffement n'est pas négligeable mais la déformation reste limitée. Dans ce cas, l'augmentation de température peut atteindre pratiquement 100 degrés mais la déformation reste inférieure à 73 nm, ce qui est dans la tolérance définie précédemment sur la profondeur du réseau étudié pour maintenir son efficacité de diffraction au-dessus de 38,5 % dans l'ordre 1 transmis. Le cas d'un échauffement supérieur à 50 degrés, pour une puissance moyenne de 1000 W et une durée d'exposition de 100 secondes, s'avère tout de même trop élevé et donc à éviter en pratique.

Une gamme relativement étendue, en puissance laser moyenne incidente sur le composant et en durée d'exposition, a donc été définie pour un fonctionnement jugé acceptable du réseau binaire gravé dans un substrat en silice.

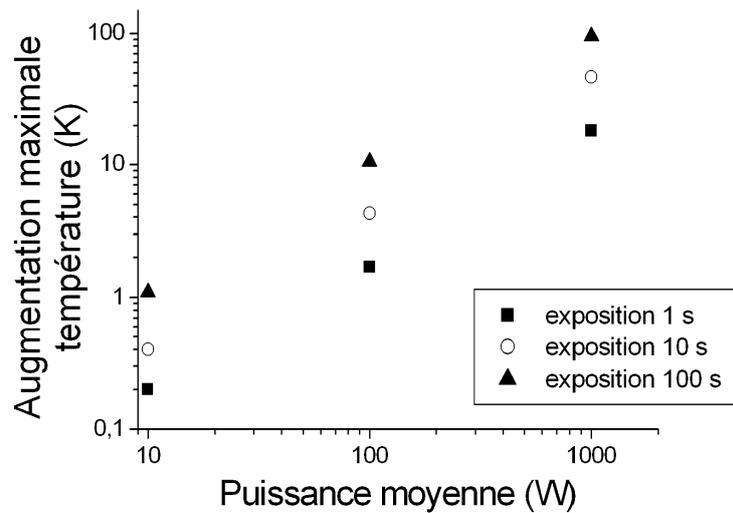


Figure 4.12 : Augmentation maximale de température dans le réseau binaire en silice (point A sur la figure 4.5) en fonction de la puissance laser et de la durée d'exposition.

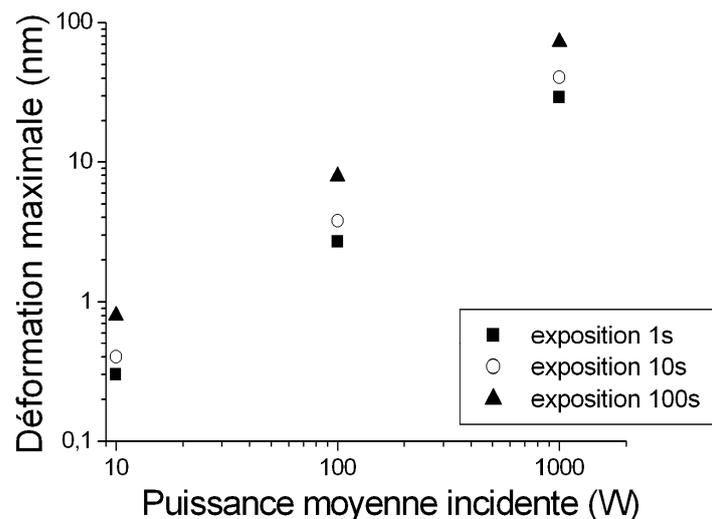


Figure 4.13 : Déplacement total maximal dans le réseau binaire en silice en fonction de la puissance laser et de la durée d'exposition.

#### 4.2.2.3 Influences des paramètres du réseau

Nous avons étudié les influences de trois paramètres réseau, à savoir la période, la profondeur de gravure et le rapport ligne-espace sur les températures maximales atteintes dans le composant ont été étudiées. Dans les trois cas, la puissance moyenne simulée est de 1000 W et la durée d'exposition est de 1 seconde.

La période du réseau a été successivement réduite à 10  $\mu\text{m}$  et augmentée à 50  $\mu\text{m}$ . Dans les deux cas, une différence négligeable par rapport au réseau de base (d'une période de 25  $\mu\text{m}$ ) a été notée. La différence sur la température maximale par rapport au réseau de base est de :

- +  $7,0 \times 10^{-2}$  K pour un réseau de période 10  $\mu\text{m}$ ,

#### 4.2 Etude des déformations d'un composant optique diffractif par expansion thermique

- $1,2 \times 10^{-1}$  K pour un réseau de période 50  $\mu\text{m}$ .

Avec le réseau de période 25  $\mu\text{m}$ , on a cherché à estimer l'influence d'une erreur sur la profondeur de gravure. La plage de valeurs étudiée pour les erreurs de gravure est de  $\pm 25$  nm par rapport à la profondeur de gravure donnée par la théorie scalaire de la diffraction (cf. équation 4.12). La différence de température maximale par rapport au réseau ayant une profondeur donnée par la théorie scalaire de la diffraction est de :

- $3,2 \times 10^{-3}$  K pour une augmentation de la profondeur du réseau de 25 nm,
- $2,9 \times 10^{-3}$  K pour une diminution de la profondeur du réseau de 25 nm.

La différence de température est négligeable dans la plage de variation de  $\pm 25$  nm autour de la profondeur donnée par la théorie scalaire de la diffraction.

Le rapport ligne-espace du réseau de période 25  $\mu\text{m}$  a été réduit à 25 % et augmenté à 75 %. La différence sur la température maximale par rapport au réseau de base ayant un rapport ligne-espace de 50 % est de :

- $6,8 \times 10^{-2}$  K pour un rapport ligne-espace de 25 %,
- $6,9 \times 10^{-2}$  K pour un rapport ligne-espace de 75 %.

Les différences de températures maximales obtenues sont négligeables. La variation du rapport ligne espace dans une gamme de 25 à 75 % n'a pas d'effet significatif dans le cadre du problème étudié.

### 4.2.3 Conclusion

L'étude du comportement thermomécanique d'un réseau binaire monodimensionnel inscrit dans un substrat de silice et exposé à un faisceau laser de puissance nous a permis de définir une plage de fonctionnement du composant en fonction de la puissance laser incidente et de la durée d'exposition. L'échauffement et les déformations ont été estimés pour des puissances laser moyennes allant de 10 à 1000 W et des durées d'exposition comprises entre 1 et 100 secondes. Le faisceau laser est supposé de distribution uniforme, son diamètre de 1,0 mm correspond à la dimension du réseau soumis à l'exposition.

Les déformations maximales par expansion thermique durant l'exposition laser sont localisées au centre du réseau. Pour les puissances moyennes et les durées d'exposition mises en œuvre, les déformations maximales restent inférieures à 73 nm. Comme cela a été supposé, les déformations ne sont pas négligeables. Cependant, elles restent inférieures à la tolérance de  $\pm 80$  nm sur la profondeur du réseau déterminée pour le maintien de l'efficacité de diffraction dans l'ordre 1 au-dessus de 38,5 %. Les effets de la déformation du réseau soumis à une exposition laser de forte puissance sont donc comparables aux erreurs de fabrication du réseau. Ceci nous permet de conclure sur l'utilisation du réseau binaire en silice fondue sans détérioration de son efficacité de diffraction pour une puissance laser moyenne et une durée d'exposition allant jusqu'à 1000 W et 100 s respectivement. Après l'exposition, la température chute relativement rapidement dans le matériau qui retrouve sa forme initiale.

Les variations des paramètres du réseau (période, profondeur de gravure et rapport ligne-espace) ont également été simulées. Les résultats montrent que les variations de ces paramètres dans les gammes de valeurs étudiées (période entre 10 et 50  $\mu\text{m}$ , profondeur variant de  $\pm 25$  nm de la profondeur optimale donnée par la théorie scalaire de la diffraction et

rapport ligne-espace entre 25 et 75 %) n'ont pas d'influence notable sur les températures obtenues dans le composant exposé à un faisceau laser de puissance.

Avec une puissance moyenne de 1000 W, la densité de puissance incidente sur le réseau est d'environ  $10^5$  W/cm<sup>2</sup>. Cette valeur reste très inférieure au seuil de dommage de la silice fondue, qui est d'environ  $10^{10}$  W/cm<sup>2</sup> à la longueur d'onde de 1064 nm [Wood.86]. En conséquence, il n'y a pas de dommages à craindre pour le composant diffractif dans la gamme de puissance étudiée.

Si l'on considère une efficacité de diffraction de 38,5 % dans l'ordre 1, il est possible d'atteindre 385 W de puissance moyenne dans les ordres 1 et -1 transmis lorsque la puissance moyenne incidente est de 1000 W. En focalisant ces faisceaux diffractés il semble donc possible d'atteindre des densités de puissance compatibles avec les applications en traitement des matériaux telles que le brasage multi-points ou le soudage. Avec un diamètre de 500  $\mu$ m dans le plan focal, la densité de puissance peut atteindre  $2 \times 10^5$  W/cm<sup>2</sup>.

### **4.3 Conclusion sur la faisabilité du marquage laser par mise en forme du faisceau avec un élément optique diffractif**

Les paramètres laser requis pour une application en marquage laser avec mise en forme du faisceau et les déformations par expansion thermique d'un réseau de diffraction exposé au faisceau d'un laser de puissance ont fait l'objet de deux études menées séparément et présentées respectivement dans le chapitre 3 et ce chapitre.

L'étude de faisabilité du marquage laser par mise en forme du faisceau avec un élément diffractif a abouti à la définition d'un paramètre  $\gamma$  de faisabilité de ce type de marquage en fonction des différents paramètres de l'application, du matériau à marquer et de la source laser. Le matériau dans lequel est gravé le composant diffractif a été supposé parfait, c'est-à-dire ne subissant aucun dommage lié à l'exposition à un faisceau laser de forte puissance. Les durées d'exposition requises dans le cas spécifique du marquage d'une matrice de codage  $16 \times 16$  sur un plastique polyamide ont été calculées pour deux sources laser différentes, un laser Nd:YAG (puissance moyenne 30 W, énergie par impulsion 3 J et fréquence 10 Hz) et un laser à fibre (puissance moyenne 20 W, énergie par impulsion 1 mJ et fréquence 20 kHz). Pour ces deux sources laser, les durées d'expositions sont de l'ordre de la dizaine de millisecondes.

La détérioration du composant diffractif soumis à l'exposition d'un faisceau laser de puissance étant à craindre, l'échauffement et les déformations d'un composant simple, un réseau binaire monodimensionnel inscrit dans un substrat en silice, ont été estimés par simulations numériques. Nous avons associé aux simulations thermomécaniques du réseau, des simulations électromagnétiques rigoureuses. Pour une puissance laser moyenne incidente allant jusqu'à 1 kW et une durée d'exposition allant jusqu'à 100 secondes, nous avons montré que l'amplitude maximale des déformations restait inférieure à la tolérance sur la profondeur du réseau. Ces déformations ne détériorent donc pas le fonctionnement du composant dans la mesure où la perte d'efficacité de diffraction qu'elles engendrent est inférieure à 1,5 %.

Au final, la comparaison des résultats de ces deux études permet d'envisager l'utilisation d'un composant diffractif inscrit dans un substrat en silice pour le marquage d'une matrice de codage  $16 \times 16$  sur un plastique polyamide.

Les résultats obtenus sur les déformations par expansion thermique sont valides si la fréquence de l'émission laser est au minimum de 10 Hz (lié à l'approximation d'une émission pulsée par une émission continue du point de vue du temps de diffusion de la chaleur dans la silice), ce qui est le cas pour les deux sources laser proposées. Les puissances moyennes des deux sources laser et les durées d'exposition estimées pour l'application sont très inférieures aux limites fixées suite aux différents résultats que nous avons obtenus.

Les déformations à craindre lors de la mise en œuvre des composants diffractifs avec ces deux sources laser seraient donc relativement faibles et n'engendreraient pas de pertes significatives de l'efficacité de diffraction du composant. L'intérêt porté à la mise en forme d'un faisceau laser de puissance par un élément optique diffractif pour une application en marquage est donc justifié.

## Chapitre 5

# Réalisation de composants diffractifs par micro-usinage laser de matériaux sol-gel hybrides

La réalisation des composants optiques diffractifs à relief de surface destinés à un fonctionnement en transmission dans le proche infrarouge fait l'objet de ce chapitre.

Les chapitres 3 et 4 de ce mémoire ont été consacrés respectivement à la détermination des paramètres laser pour l'application en marquage de codes d'identification bidimensionnels et à l'étude des déformations par expansion thermique du composant optique diffractif exposé à de fortes puissances laser. Il en résulte que le composant optique diffractif en silice peut être exposé à des puissances moyennes allant jusqu'à 1 kW pendant 100 s sans détérioration notable de sa fonction optique. L'application en marquage par mise en forme du faisceau avec un composant en silice est donc envisageable.

Cependant, la fabrication d'un tel composant par la méthode traditionnelle de photolithographie est onéreuse. Le coût d'un seul composant à quatre niveaux peut en effet atteindre le coût d'achat d'un laser à fibre de puissance moyenne 10-20 W, à savoir environ 15000 €. Le choix s'est donc porté vers une méthode de fabrication à moindre coût par gravure directe par ablation laser. Se pose toutefois la question du substrat en silice dont l'usinage laser dans l'ultraviolet requiert des densités de puissance élevées ou des stratégies plus complexes, (cf. chapitre 2 : gravure humide induite par laser, ablation assistée par plasma induit par laser).

L'intérêt s'est porté sur un matériau mieux adapté à l'usinage laser et toutefois compatible avec les critères de l'application, à savoir un taux de transmission et un seuil de dommage élevés dans le proche infrarouge. Un matériau hybride organique/inorganique obtenu par procédé sol-gel présente un fort potentiel pour répondre aux différentes contraintes. En effet, il est constitué d'un réseau inorganique dont les propriétés sont proches de celles d'un verre de silice et d'un réseau organique aux propriétés similaires à celles d'un polymère. L'étude de ce matériau comme candidat à l'ablation laser dans l'ultraviolet, en vue de la fabrication de composants optiques diffractifs, est présentée dans ce chapitre divisé en six parties :

- Les objectifs de ce chapitre sont introduits dans la première partie.
- Le principe du procédé sol-gel et la synthèse de matériaux hybrides organiques/inorganiques sont décrits dans la deuxième partie.
- La troisième partie détaille la préparation du matériau sol-gel hybride et sa caractérisation (état de surface, propriétés optiques et thermiques, résistance à l'exposition laser de puissance). La synthèse du matériau sol-gel a fait l'objet d'un travail en collaboration avec l'Institut de Physique et Chimie des Matériaux de Strasbourg (IPCMS).

- Une étude de la structuration du matériau sol-gel hybride par micro-usinage laser dans l'UV est présentée dans la quatrième partie de ce chapitre. Après une description du montage de micro-usinage laser, les résultats et caractéristiques de l'ablation laser sont présentés. L'adéquation entre l'ablation laser et ce matériau sol-gel hybride pour l'usinage de composants diffractifs est montrée.
- La fabrication de composants diffractifs multi-niveaux pour le proche infrarouge est présentée dans la cinquième partie du chapitre.
- Enfin, la conclusion dans la sixième et dernière partie dresse un bilan de la méthode proposée pour la réalisation de composants diffractifs. Les caractéristiques du matériau sol-gel hybride et de l'usinage direct du relief de surface sont résumées.

## 5.1 Introduction

Une méthode originale de réalisation de composants optiques diffractifs par micro-usinage laser de matériaux sol-gel hybrides est présentée dans ce chapitre. Deux aspects sont à considérer dans cette méthode : le matériau en lui-même et le procédé de micro-usinage laser.

Le matériau proposé comme substrat pour la réalisation de composants diffractifs est synthétisé par procédé sol-gel. Il s'agit d'un procédé de chimie douce caractérisé par des réactions chimiques simples d'hydrolyse et de condensation réalisées à basse température (inférieure à 200°C) sur des molécules qui sont ici des précurseurs d'oxyde de silicium et d'oxyde de titane. L'addition de molécules polymérisables à la formulation initiale conduit à un matériau hybride constitué à la fois d'un réseau inorganique, qui lui confère des propriétés proches de celles d'un verre de silice, et d'un réseau organique, dont les propriétés sont similaires à celles de polymères. Ces matériaux sol-gels hybrides semblent bien adaptés à la réalisation de composants optiques. Des guides d'ondes et des réseaux ont notamment été fabriqués dans ce matériau (cf. § 2.2.3).

Concernant la fabrication d'un composant diffractif multi-niveaux, nous proposons de créer le relief de surface du matériau sol-gel hybride par ablation laser dans l'UV. Le faisceau laser structure directement la surface, pixel par pixel, pour créer la fonction optique. D'autres méthodes de structuration du matériau sol-gel hybride ont été présentées au chapitre 2 de ce mémoire. La polymérisation et la condensation du matériau lors de son exposition à un rayonnement dans l'UV permettent notamment de créer un relief dans le matériau.

L'objectif de ce chapitre est de montrer la possibilité de réaliser des composants optiques diffractifs multi-niveaux par ablation laser du matériau sol-gel hybride. L'utilisation de ce matériau sol-gel structuré par ablation laser pour la réalisation spécifique d'éléments optiques est une méthode originale, qui n'a jusqu'à présent pas été rapportée dans la littérature. L'application visée dans cette thèse porte principalement sur la fabrication d'éléments optiques diffractifs multi-niveaux destinés à la mise en forme de faisceaux laser de puissance dans le proche infrarouge.

## 5.2 Synthèse de matériaux sol-gel hybrides

Le procédé sol-gel est une méthode d'élaboration de verres à basse température (inférieure à 200°C) par des réactions chimiques simples d'hydrolyse et de condensation. Cette technique permet d'obtenir des matériaux vitreux sans passer par la fusion (1300-1500°C) de la silice et d'autres composés chimiques. Le procédé permet de réaliser des matériaux purement inorganiques, mais est également approprié à la synthèse de matériaux hybrides organiques/inorganiques. La possibilité de concilier simultanément les propriétés des polymères et des verres fait notamment des sol-gels hybrides des matériaux de grand intérêt dans le domaine de l'optique. On peut en effet ajouter des fonctions au matériau par simple ajout de molécules colorées (filtres), fluorescentes, etc. Le principe du procédé sol-gel et la synthèse de matériaux hybrides sont détaillés dans cette partie.

### 5.2.1 Principe du procédé sol-gel

Le principe du procédé sol-gel est présenté dans le cas de la réalisation de dioxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ ). Les molécules à la base du procédé, les précurseurs, sont généralement des alkoxydes de métaux sous forme liquide. Pour la synthèse du  $\text{SiO}_2$ , les précurseurs sont de formule générale  $\text{Si}(\text{OR})_4$ , où R est un groupement organique alkyl  $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$ . Le schéma d'une telle molécule est présenté figure 5.1. Le tétraéthoxysilane (TEOS) est généralement utilisé.

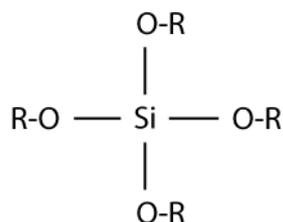


Figure 5.1 : Schéma d'un alkoxyde de silicium.

La synthèse du réseau inorganique est réalisée en deux étapes. Une première réaction consiste à hydrolyser les groupements alkoxy du précurseur (O-R) en groupements silanols (Si-OH). Le schéma de cette réaction est représenté sur la figure 5.2 (haut). Il y a libération d'un alcool (R-OH). Une seconde réaction consiste à réaliser un pont siloxane (Si-O-Si) à partir de la condensation de deux groupements silanols (cf. figure 5.2, bas). Il y a libération d'une molécule d'eau. Ces ponts siloxanes constituent les unités de base du réseau inorganique [Klein.94].

En milieu acide, l'hydrolyse est rapide devant la condensation, ce qui libère l'ensemble des monomères pour la formation rapide de petites particules inférieures à 1 nm. Ces particules s'agrègent pour former des amas ramifiés de faible densité restant en suspension : il s'agit du *sol*. Les amas continuent de s'agréger et occupent progressivement tout le volume pour former un *gel*. La viscosité du milieu devient alors importante et le liquide finit par ce figer. Le résultat du procédé sol-gel est un réseau inorganique en trois dimensions [Klein.94].

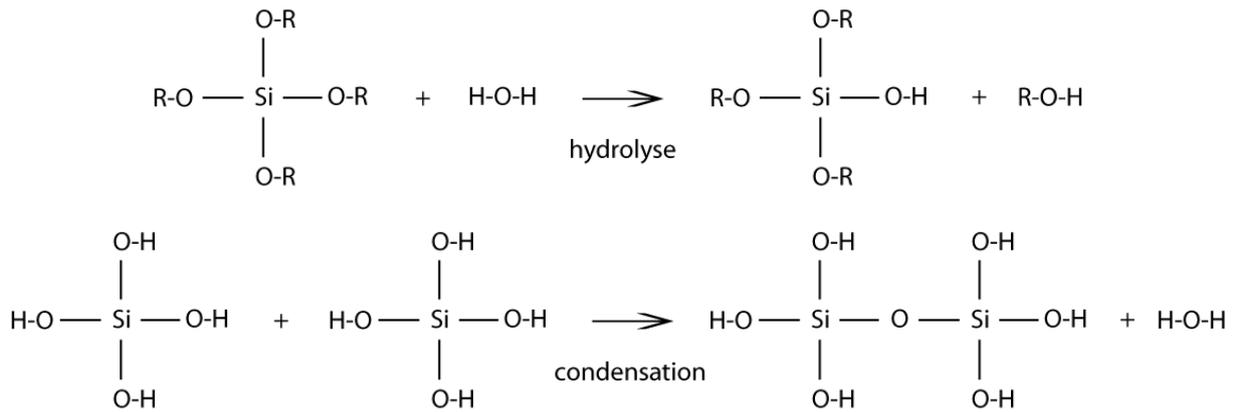


Figure 5.2 : Réactions d'hydrolyse de l'alkoxyde de silicium (haut) et de condensation (bas).

Le séchage du gel, étape critique dans la formation de fractures mécaniques, est réalisé thermiquement pour obtenir un matériau solide. Cette étape s'accompagne d'une réduction du volume du matériau par condensation. La masse volumique du matériau final est fonction de la température mise en œuvre pour le séchage. Pour le dioxyde de silicium synthétisé par voie sol-gel, il a été montré que des températures de séchage de l'ordre de 1000°C permettent de densifier totalement le gel dont la masse volumique finale de 2,2 g/cm<sup>3</sup> est celle de la silice pure [Klein.94].

Pour des applications en optique, il peut être intéressant de rajouter dans le matériau sol-gel des alcoxydes de métal de transition (titane ou zirconium) afin d'ajuster les propriétés physiques du matériau (indice de réfraction, absorption dans l'UV) sans en affecter sa transparence [Li.02] [Moreira.05] [Najafi.98] [Sabattié.03].

## 5.2.2 Matériaux hybrides organiques/inorganiques

Pour la réalisation de matériaux hybrides, des précurseurs hybrides associent à l'échelle moléculaire une partie inorganique (alcoxysilane) et une partie organique (méthacrylate). Parmi les molécules disponibles sur le marché, le méthacryloxypropyltriméthoxysilane (MAPTMS) est un précurseur très utilisé. Le réseau inorganique est élaboré par le procédé sol-gel décrit précédemment. Les conditions d'élaboration sont compatibles avec la présence de fonctions organiques polymérisables. La synthèse du réseau organique est ensuite réalisée par polymérisation. Il y a création de liaisons entre les différents groupements organiques présents dans le matériau, aboutissant à un réseau tridimensionnel. La polymérisation peut être photochimique ou thermique [Klein.94]. La méthode largement répandue est la photopolymérisation sous exposition UV, avec ou sans photo-initiateur (cf. chapitre 2, § 2.2.3). Dans le cadre de cette étude, la polymérisation thermique est mise en œuvre. Elle a lieu simultanément au séchage du gel décrit précédemment.

## 5.3 Préparation et caractérisation du matériau sol-gel hybride

Nous avons sélectionné le matériau sol-gel hybride comme substrat en vue de la réalisation de composants optiques diffractifs. Cette partie détaille dans un premier temps les étapes de la préparation du matériau, puis sa caractérisation. La synthèse du matériau sol-gel a fait l'objet d'une collaboration avec l'Institut de Physique et Chimie des Matériaux de Strasbourg (IPCMS). Les compétences et moyens de plusieurs laboratoires, nommés dans le texte, ont permis la caractérisation du matériau obtenu.

### 5.3.1 Préparation du matériau

Nous avons porté notre choix des précurseurs de silice sur deux molécules courantes, le tétraéthoxysilane (TEOS, Aldrich), et la molécule hybride de méthacryloxypropyltriméthoxysilane (MAPTMS, Aldrich). L'ajout d'un précurseur d'oxyde de titane, l'isopropoxyde de titane (TiIpro, Aldrich) a été choisi pour augmenter l'indice de réfraction du matériau final. Les atomes de titane s'insèrent dans le réseau inorganique décrit précédemment à la place de certains atomes de silicium. Les schémas de ces trois molécules sont présentés sur la figure 5.3. La molécule de MAPTMS (5.3a) est constituée de trois chaînes (-O-CH<sub>3</sub>) identiques et d'une fonction organique (méthacrylate) reliées à l'atome de silicium. La chaîne organique est liée au silicium via une liaison Si-C qui est insensible à l'hydrolyse. La molécule de TEOS (5.3b) est constituée de quatre chaînes (-O-CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub>) identiques reliées à l'atome de silicium. La molécule de TiIpro (5.3c) est également constituée de quatre chaînes (-O-CH-(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>) reliées à l'atome de titane.

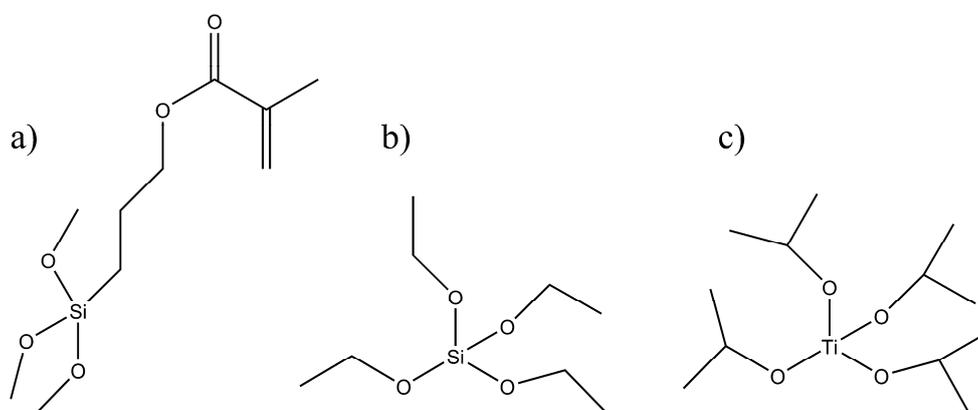


Figure 5.3 : Schéma des précurseurs moléculaires utilisés pour la synthèse du matériau : MAPTMS (a), TEOS (b) et TiIpro (c).

Le rapport molaire optimal des précurseurs MAPTMS/TEOS, étudié auparavant à l'IPCMS, est de 7/1. Nous avons étudié deux rapports molaires d'isopropoxyde de titane : 7 MAPTMS / 1 TEOS / 2 TiIpro et 7 MAPTMS / 1 TEOS / 4 TiIpro, référencés dans la suite du document comme les solutions avec un taux faible ou élevé en titane. Le matériau constitué d'un taux élevé de titane est celui qui sera principalement considéré par la suite. Le TiIpro, dont la vitesse d'hydrolyse est plus élevée que celle des précurseurs de silice [Klein.94], n'est ajouté qu'après une hydrolyse partielle du TEOS et du MAPTMS.

L'hydrolyse partielle du TEOS et du MAPTMS est menée en ajoutant l'équivalent molaire d' $\text{HNO}_3$  (0,01 M) pour l'hydrolyse de trois des quatre groupes alkoxy du TEOS et de deux des trois groupes alkoxy du MAPTMS. Un milieu acide catalyse la réaction d'hydrolyse. Le TiIpro est ensuite introduit sous forte agitation, afin d'éviter la formation d'un précipité de  $\text{TiO}_2$ , dans le mélange de TEOS et MAPTMS pré-hydrolysé.

La solution ainsi obtenue est portée à  $40^\circ\text{C}$  pendant 24 h pour amorcer les réactions de condensation. Les solvants volatils comme l'éthanol, le méthanol et l'isopropanol sont évaporés. Cette étape est suivie d'un séchage sous vide afin d'éliminer entièrement les produits des réactions d'hydrolyse et condensation (eau et résidus d'alcools) encore présents dans la solution et forcer ainsi la condensation.

Nous avons réalisé des films minces de sol-gel de quelques micromètres d'épaisseur par centrifugation (dépôt par spin-coating) sur des substrats en verre ou en silice de  $25 \times 25 \times 1,0$  mm. L'ajout préalable d'un solvant (butanol-1) permet d'une part de diminuer la viscosité du gel pour obtenir des surfaces planes et d'autre part d'éviter l'effet de croûte qui apparaît lors de l'élimination rapide des solvants volatils à la surface de la couche durant le dépôt. Cette croûte imperméable en surface de la couche ne permettrait pas aux solvants encore dans le matériau de s'évaporer.

Auparavant, le nettoyage des substrats est réalisé par immersion successive des lames dans deux solutions, acétone et éthanol, plongées dans un bain à ultrasons. Les lames sont ensuite séchées par un jet d'air comprimé.

Le séchage des échantillons après le dépôt est fait par recuit à  $100^\circ\text{C}$  pendant 24 h. Ceci se traduit par une densification au fur et à mesure de l'évaporation du solvant et de la poursuite de la condensation. Il faut remarquer qu'une partie du solvant s'évapore directement après le dépôt. Le recuit permet également d'obtenir le réseau organique par thermo-polymérisation des fonctions méthacrylates. A cette température, l'ensemble des fonctions est polymérisé. Des températures de recuit plus élevées, de  $130$  et  $160^\circ\text{C}$ , ont également été mises en œuvre pour certains échantillons. Sauf mention explicite dans la suite du document, la température de recuit est de  $100^\circ\text{C}$ .

## 5.3.2 Caractérisation du matériau

### 5.3.2.1 Etat de surface

L'ensemble des mesures de relief de surface a été réalisé à l'Institut d'Electronique du Solide et des Systèmes (InESS, Strasbourg) par microscopie interférométrique. On distingue deux familles de techniques : la microscopie à saut de phase (PSM pour Phase Stepping Microscopy) et la microscopie à sonde optique de faible cohérence (CPM pour Coherence Probe Microscopy) [Benatmane.02] [Mongomery.02].

Le système de mesure est basé sur un microscope métallographique équipé d'un objectif interférentiel (Mirau). Le front d'onde réfléchi par une surface de référence est comparé à celui réfléchi par la surface de l'échantillon. L'objectif interférentiel forme une série de franges d'interférences superposées à l'image de la surface de l'échantillon. L'ensemble est enregistré par une caméra CCD.

La PSM fonctionne en lumière monochromatique et repose sur une méthode mathématique d'interpolation des franges d'interférences fondée sur l'introduction de décalages de phase connus ( $2\pi/3$  ou  $\pi/2$ ) entre les deux bras d'un interféromètre. Elle est bien adaptée à l'analyse

### 5.3 Préparation et caractérisation du matériau sol-gel hybride

tridimensionnelle de défauts peu profonds ( $< 2 \mu\text{m}$  de profondeur) avec une résolution de l'ordre du nanomètre. La dynamique axiale de la PSM est limitée à quelques centaines de nanomètres et la résolution latérale est typiquement autour de  $0,4 \mu\text{m}$ .

En raison de la limitation en dynamique axiale de la PSM, la CPM a été développée pour permettre la mesure de reliefs beaucoup plus profonds. La CPM est basée sur l'interférométrie en lumière blanche. L'enveloppe des franges est utilisée comme sonde optique. En effectuant un balayage de la position de l'échantillon le long de l'axe optique du microscope, il est possible de reconstituer la topographie complète de la surface. Cette méthode permet la mesure tridimensionnelle de structures dont la profondeur varie de quelques micromètres à quelques dizaines de micromètres. Elle a été employée dans le présent travail de thèse pour la mesure du relief dans la couche de sol-gel après usinage laser. Les deux techniques de mesure, PSM et CPM, permettent une mesure rapide, précise et non destructive pour l'échantillon.

La qualité de la surface des films obtenus par le procédé sol-gel et déposés par centrifugation (spin-coating) a été estimée par une mesure de la rugosité de la surface du film après son recuit. La figure 5.4 présente le résultat de la mesure par PSM de la surface d'un film sol-gel après recuit. La rugosité totale  $R_t$  (différence entre le pic maximal et le creux maximal) vaut  $10,6 \text{ nm}$ . La largeur du profil sur lequel a été faite cette mesure est de  $100 \mu\text{m}$ .

Pour comparaison, une rugosité de surface de l'ordre de  $100 \text{ nm}$  a été rapportée pour un film sol-gel hybride organique/inorganique déposé par centrifugation [Sabattié.03]. Pour des guides d'ondes réalisés dans de tels matériaux sol-gel, des rugosités de surface de  $20 \text{ nm rms}$  [Buestrich.01] et inférieures à  $5 \text{ nm}$  ont été mesurées [Moreira.05]. Pour des surfaces en silice avec un poli optique, la rugosité totale est de quelques nanomètres ( $1\text{-}5 \text{ nm}$ ) [Marioge.00].

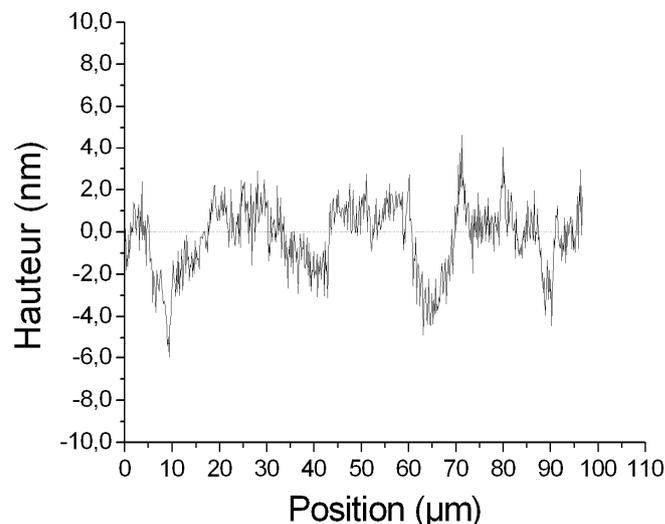


Figure 5.4 : Profil du relief en surface d'un film sol-gel après recuit. La rugosité totale  $R_t$  vaut  $10,6 \text{ nm}$ .

#### 5.3.2.2 Spectres

Des mesures de spectres en absorption et transmission ont été faites sur des films sol-gel de composition et recuit différents. Le film étant indissociable du substrat en verre sur lequel il a été déposé, le spectre est donc une mesure « cumulée » du film et du substrat. Les spectres ont

été mesurés par un spectromètre Perkin Elmer Lambda 900 UV/VIS/NIR entre 190 et 1500 nm. L'erreur de mesure du spectromètre est estimée à 2 %.

La figure 5.5 présente les spectres en absorption du substrat en verre et d'un film sol-gel composé du taux de titane le plus faible. L'absorption est donnée en unité arbitraire. Un pic d'absorption dans l'UV, à 256 nm pour le substrat en verre, décalé à 270 nm pour le film sol-gel, est observé. L'augmentation de l'absorption avec le film sol-gel est principalement liée à la présence de titane dans le matériau synthétisé. Cette caractéristique est intéressante puisqu'elle va permettre d'augmenter l'efficacité de l'ablation laser du matériau réalisée à la longueur d'onde de 248 nm (émission du laser à excimères KrF). L'absorption est quasiment nulle dans le visible et le proche infrarouge (400 à 1500 nm). L'exploitation de la mesure du coefficient d'extinction (partie imaginaire de l'indice de réfraction) permet de donner des indications plus fiables sur l'absorption dans cette gamme de longueurs d'ondes (cf. § 5.3.2.3).

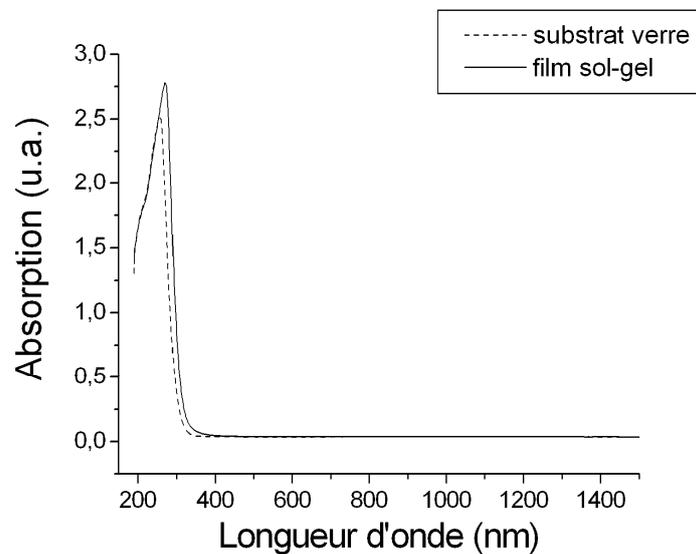


Figure 5.5 : Spectres en absorption du substrat en verre seul et d'un film sol-gel composé du taux de titane le plus faible déposé sur un substrat en verre.

La figure 5.6 présente les spectres en transmission du substrat en verre, d'un film sol-gel avec le taux de titane le plus faible (A) et des films sol-gel avec le taux de titane le plus élevé ayant été recuits à 100°C (B1), 130°C (B2) et 160°C (B3). Pour ces différents cas, le même type de courbe est observé : le taux de transmission est proche de zéro dans l'UV et autour de 90 % dans le visible et le proche infrarouge. Ce taux de transmission de 90 % est principalement limité par les pertes de Fresnel. Le spectre mesuré pour le substrat en verre, typique d'un verre borosilicate, est pris comme référence pour la comparaison des autres spectres. Pour le film sol-gel avec le taux de titane le plus faible (A), le taux maximum de transmission est atteint à partir de 350 nm. Comme cela a été observé sur le spectre en absorption, la plage d'absorption dans l'UV est plus large que pour le substrat en verre. Pour le film sol-gel avec le taux de titane le plus élevé (B1), ce taux maximum de transmission est atteint à partir de 400 nm, ce qui indique un élargissement de la bande d'absorption dans l'UV. La même température de recuit (100°C) ayant été programmée pour les films A et B1, cet effet est lié à l'augmentation du taux de titane dans le matériau. Les ondulations visibles sur les courbes sont la conséquence des interférences entre les faces avant et arrière de l'échantillon.

L'impact de la température de recuit peut également être observé en comparant les spectres des films de composition identique ayant été recuits à 100°C (B1), 130°C (B2) et 160°C (B3).

### 5.3 Préparation et caractérisation du matériau sol-gel hybride

Avec les échantillons B2 et B3, le maximum de transmission est atteint à partir de 560 et 600 nm respectivement, contre 400 nm avec l'échantillon B1. L'augmentation de la température de recuit du film provoque donc un élargissement supplémentaire de la bande d'absorption vers le visible. Cet élargissement est d'autant plus important que la température de recuit est élevée. Cet effet peut être attribué à la modification, avec la température du recuit, du degré d'oxydation du titane présent dans la formulation.

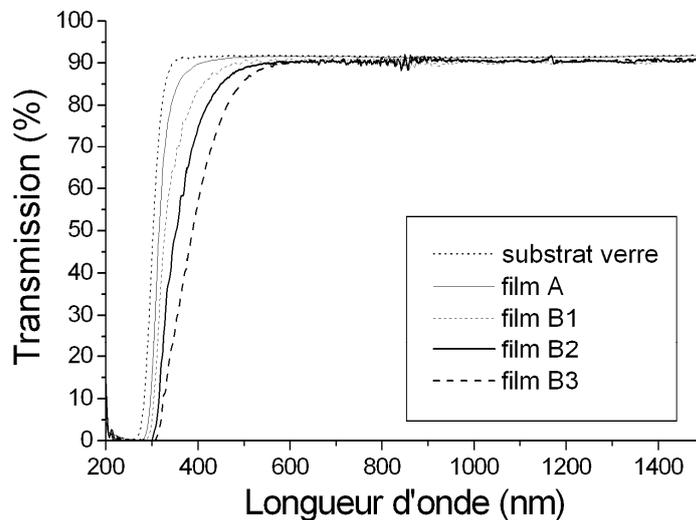


Figure 5.6 : Spectres en transmission du substrat en verre, d'un film sol-gel avec le taux de titane le plus faible (A), des films sol-gel avec le taux de titane le plus élevé ayant été recuits à 100°C (B1), 130°C (B2) et 160°C (B3).

#### 5.3.2.3 Indice de réfraction

La mesure de l'indice de réfraction de films sol-gel a été réalisée par ellipsométrie spectroscopique. L'ellipsométrie est une technique d'analyse de surface permettant de caractériser les propriétés optiques des matériaux (indice de réfraction complexe) et l'épaisseur de couches minces. Cette méthode optique est basée sur l'interaction entre une onde électromagnétique incidente et la matière. Une onde polarisée linéairement est envoyée en incidence oblique sur l'échantillon à analyser. Lors de la réflexion de l'onde sur la surface, l'état de polarisation change de linéaire à elliptique. Le degré d'ellipticité est lié aux propriétés physiques du matériau. La mesure de l'état et du degré de polarisation de l'onde réfléchie permet donc de remonter à l'indice de réfraction complexe du matériau ainsi qu'à l'épaisseur de la couche déposée sur un substrat connu.

Dans le cas présent, l'indice de réfraction de films sol-gel a été mesuré par ellipsométrie spectroscopie (appareil Jobin-Yvon UVISEL) pour une plage de longueurs d'ondes comprise entre 400 et 1800 nm. Ces mesures ont pu être réalisées grâce à une collaboration avec le laboratoire des Dispositifs et Instrumentation Optoélectronique et Microondes (DIOM) de l'Université Jean Monnet de Saint-Etienne. Les mesures ont été faites à un angle d'incidence de 60°. L'influence de la face arrière du substrat (lame de verre borosilicate d'une épaisseur de 1,0 mm) est supprimée par une mesure du substrat seul. La figure 5.7 présente les mesures des parties réelle  $n$  et imaginaire  $k$  de l'indice de réfraction pour un échantillon synthétisé avec le taux de titane le plus élevé et une température de recuit de 100°C.

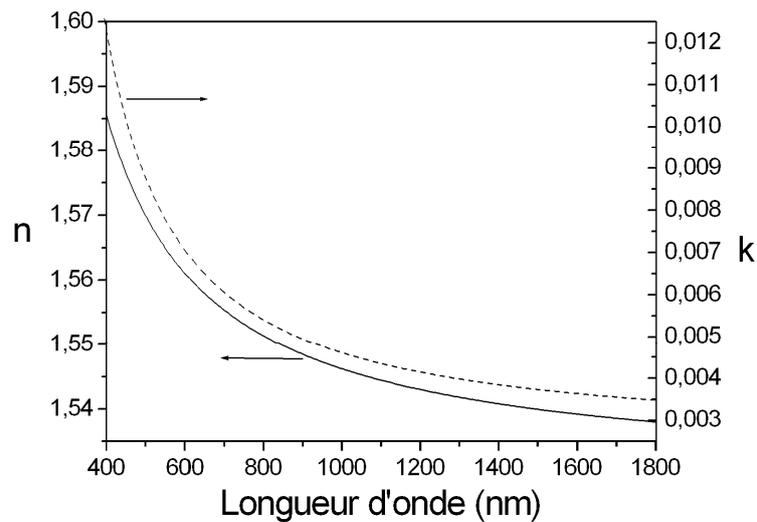


Figure 5.7 : Parties réelle  $n$  (trait plein) et imaginaire  $k$  (trait pointillé) de l'indice de réfraction d'un film sol-gel composé du taux de titane le plus élevé recuit à  $100^{\circ}\text{C}$ .

Les indices  $n$  et  $k$  décroissent dans la plage de longueur d'onde étudiée. La courbe de l'indice réel  $n$  indique une valeur de 1,56 pour la longueur d'onde 633 nm et de 1,54 pour la longueur d'onde 1064 nm. L'erreur de mesure par ellipsométrie sur l'indice de réfraction est de  $1 \times 10^{-2}$ . Les mesures sont reproductibles sur un même échantillon à  $1 \times 10^{-2}$  près. Le saut d'indice avec le substrat de verre borosilicate (indice réfraction de 1,515) à la longueur d'onde 633 nm est donc d'environ  $4 \times 10^{-2}$ . Ce saut d'indice relativement élevé présente un intérêt pour les structures de type guides d'ondes. Des guides d'ondes réalisés avec des sauts d'indice de 0,01 à 0,05 entre le cœur et la gaine (matériaux sol-gel) ont été rapportés [Sabattié.03] [Najafi.98]. Nous avons également fait la démonstration d'un guide optique dans nos échantillons. Les valeurs obtenues pour l'indice imaginaire  $k$  sont comprises entre  $3,5 \times 10^{-3}$  et  $1,2 \times 10^{-2}$ . La relation 5.1 donne le coefficient d'absorption ( $\alpha$ ) à partir de l'indice  $k$  (coefficient d'extinction) et de longueur d'onde ( $\lambda$ ).

$$\alpha = \frac{4\pi k}{\lambda} \quad (5.1)$$

Pour le film étudié, les valeurs obtenues pour le coefficient d'absorption aux longueurs d'onde 633 nm et 1064 nm sont respectivement  $0,13 \mu\text{m}^{-1}$  et  $0,05 \mu\text{m}^{-1}$  (valeurs de  $k$  : 0,0067 et 0,0044 respectivement aux deux longueurs d'onde). L'épaisseur de ce film, obtenue par la mesure ellipsométrique, est de  $3946 \pm 0,5$  nm.

La composition du matériau sol-gel a une influence sur l'indice de réfraction. En effet, le titane présent dans la composition participe à l'augmentation de la densité du matériau. Plus la part de titane est élevée, plus la densité du matériau augmente et donc son indice de réfraction. Pour un échantillon réalisé avec le taux de titane le plus faible, l'indice de réfraction mesuré à 1064 nm vaut 1,52. Un saut d'indice de  $2 \cdot 10^{-2}$  est aisément obtenu par une modification du taux de titane dans la solution sol-gel.

Pour les échantillons dont la température de recuit est plus élevée (130 et  $160^{\circ}\text{C}$ ), le caractère anisotrope de la structure a été révélé lors d'essais infructueux de mesures de l'indice de

### 5.3 Préparation et caractérisation du matériau sol-gel hybride

réfraction par ellipsométrie. En effet, des aberrations d'indices, qui peuvent être expliquées par un indice de réfraction fortement inhomogène dans le film, sont apparues lors de la mesure. La température élevée du recuit peut être à l'origine de l'augmentation des contraintes dans le film durant le recuit, qui expliqueraient l'anisotropie observée. Une mesure par spectroscopie des lignes noires (m-lines) a confirmé la présence de contraintes par le caractère anisotrope de la structure. La spectroscopie des lignes noires consiste à utiliser le couplage par prisme d'un faisceau laser pour exciter les modes guidés de la structure considérée, puis de mesurer des angles d'incidence sur la face d'entrée du prisme pour lesquels il y a propagation d'un mode dans le guide. Certaines incidences spécifiques du faisceau permettent un couplage avec des modes guidés, apparaissant comme des « manques de lumière » dans le faisceau réfléchi. Ainsi, sur l'image prise par une caméra placée en sortie du prisme, des lignes noires sont détectées et correspondent à des modes guidés. Le spectre modal permet la détermination des profils d'indices et l'épaisseur de la structure. Les mesures réalisées à 633 nm sur l'échantillon ayant été recuit à 160°C permettent d'évaluer un indice ordinaire moyen de 1,572 et extraordinaire de 1,569. Ceci semble indiquer qu'une augmentation de l'indice de réfraction a pu être engendrée par l'augmentation de la température de recuit. En effet, une densification plus poussée du matériau a pu avoir lieu lors du recuit à une température plus élevée. Toutefois, ces films sont difficilement exploitables, le matériau étant fortement inhomogène.

La possibilité de modifier l'indice de réfraction du matériau a été largement étudiée dans la littérature, par une modification de la composition du matériau (rapport des différents constituants), par la variation de la durée d'exposition aux UV (utilisé dans certaines techniques de structuration) et par l'augmentation de la température de recuit [Buestrich.01] [Najafi.98] [Quentel.05] [Sabattié.03] [Tien.72] [Yoshida.96].

#### 5.3.2.4 Paramètres thermiques

La calorimétrie à balayage différentiel (ou DSC pour Differential Scanning Calorimetry) est une technique utilisée pour étudier les transitions thermiques d'un échantillon, par exemple la fonte d'un polymère cristallin ou la température de transition vitreuse. L'appareil est composé de deux cellules de mesure, l'échantillon à analyser est placé dans une cellule tandis que l'autre cellule reste vide et sert de référence. Les deux cellules sont chauffées à vitesse constante (habituellement quelques °C/minute). Il apparaît une différence de température entre la cellule échantillon et la cellule de référence, due à la présence de matière supplémentaire dans la cellule échantillon et à son inertie thermique. Cette différence de température est convertie en flux de chaleur, permettant finalement d'obtenir la quantité de chaleur supplémentaire à fournir à la cellule échantillon pour la maintenir à la même température que la cellule de référence, c'est-à-dire la capacité calorifique de l'échantillon étudié.

La capacité calorifique du matériau sol-gel hybride composé du taux de titane le plus faible été mesurée par calorimétrie à balayage différentiel (appareil TAG 1000 de TA Instrument, IPCMS). La figure 5.8 présente les valeurs mesurées entre 10 et 34 °C. La capacité calorifique (Cp) de ce matériau est égale à  $1,55 \pm 0,06 \text{ J.g}^{-1}.\text{°C}^{-1}$  à 20 °C. Cette valeur est comparable à celle du PMMA (polyméthacrylate de méthyle) qui vaut  $1,46 \text{ J.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$  [CRC.01].

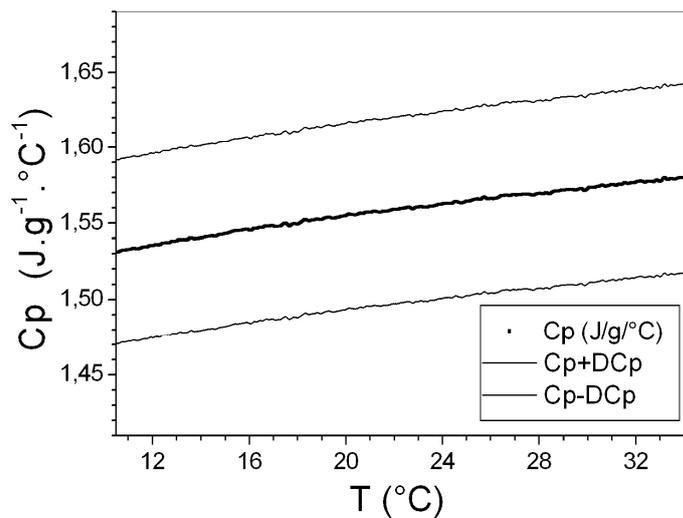


Figure 5.8 : Capacité calorifique ( $C_p$ ) d'un échantillon sol-gel composé du taux de titane le plus faible.

La valeur de conductivité thermique attendue pour le film sol-gel devrait être une valeur intermédiaire entre celle du PMMA ( $0,2 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  [CRC.01]) et celle de la silice pure ( $1,4 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  [CRC.01]).

La stabilité thermique est élevée pour un matériau sol-gel hybride : la dégradation de ce type de matériau a été mesurée à partir de  $270^\circ\text{C}$  [Buestrich.01]. Une température de transition vitreuse ( $T_g$ ) comprise entre  $240$  et  $280^\circ\text{C}$  a été mesurée pour un matériau sol-gel composé d'oxyde de silicium et d'oxyde de titane dans une matrice de polyimide [Li.02]. Pour un verre la température de transition vitreuse est définie comme étant le milieu de l'intervalle de température dans lequel il devient progressivement plus visqueux et passe de l'état solide à l'état liquide.

### 5.3.2.5 Résistance à l'exposition laser de puissance

Dans l'objectif d'utiliser une couche de sol-gel comme substrat pour la gravure d'un élément optique diffractif destiné à une application de mise en forme d'un faisceau laser de puissance dans le proche infrarouge, la résistance d'un échantillon a été testé à la longueur d'onde de  $1,064 \mu\text{m}$ .

Le faisceau d'un laser pulsé Nd:YVO<sub>4</sub> a été employé à cet effet. La durée d'impulsion est de  $15 \text{ ns}$ . La fréquence de l'émission a été fixée à  $50 \text{ kHz}$ . La puissance moyenne du faisceau est de  $18,5 \text{ W}$ . Le diamètre du faisceau incident sur l'échantillon est de  $600 \mu\text{m}$ . L'échantillon est constitué d'un film sol-gel composé du taux de titane le plus élevé, dont l'épaisseur est d'environ  $3 \mu\text{m}$ , déposé sur une lame de verre borosilicate d'une épaisseur de  $1,0 \text{ mm}$ . La dimension de cet échantillon est de  $25 \times 25 \text{ mm}$ . Il a été exposé au faisceau durant  $5,0$  minutes. Aucun dommage n'a été observé au microscope optique après cette exposition.

Vu les caractéristiques du faisceau, l'échantillon a donc été exposé à une densité de puissance moyenne de  $6,5 \times 10^3 \text{ W/cm}^2$ . La puissance crête était de  $24,5 \times 10^3 \text{ W}$ . L'exposition à des densités de puissance plus élevées n'a pas été testée. Pour comparaison, des seuils de dommage supérieurs à  $2 \times 10^{10} \text{ W/cm}^2$  ont été mesurés à  $1,064 \mu\text{m}$  pour la silice fondue [Wood.86].

### **5.3.3 Conclusion sur la préparation et la caractérisation du matériau sol-gel hybride**

Un matériau sol-gel hybride, composé d'oxydes de silicium et de titane ainsi que d'une phase organique, est proposé comme substrat pour la réalisation de composants optiques diffractifs. L'addition de molécules polymérisables à la formulation initiale conduit à un matériau hybride constitué à la fois d'un réseau inorganique et d'un réseau organique.

La préparation du matériau sol-gel s'avère assez longue (environ trois jours au total), mais le procédé permet un contrôle de la composition et des propriétés de la couche. Le matériau présente un pic d'absorption dans l'UV, lié à la présence de titane, particulièrement approprié à l'ablation laser réalisée à 248 nm (longueur d'onde d'émission du laser à excimères KrF). Son taux de transmission dans le proche infrarouge, domaine d'utilisation visé pour les composants diffractifs, est d'environ 90 %, limité principalement par les pertes de Fresnel. L'indice de réfraction vaut  $1,54 \pm 1.10^{-2}$  à la longueur d'onde 1,064  $\mu\text{m}$  (formulation avec le taux de titane le plus élevé). Il a été vu que le taux de titane entrant dans la composition du matériau permettait de modifier l'indice de réfraction. La surface du matériau finalisé, après dépôt par centrifugation et recuit, est de bonne qualité. La rugosité totale de la surface d'un échantillon est faible (10,6 nm). Enfin, l'exposition d'un échantillon sous forte puissance laser à 1,064  $\mu\text{m}$  se révèle sans dommage (puissance moyenne de  $6,5 \times 10^3 \text{ W/cm}^2$ , puissance crête de  $24,5 \times 10^3 \text{ W}$ ).

Ce substrat se confirme être un matériau adapté à l'optique et à l'utilisation en tant que substrat pour la réalisation de composants optiques diffractifs destinés à fonctionner dans le proche infrarouge sous forte puissance.

## 5.4 Etude de structuration du matériau sol-gel hybride par micro-usinage laser

Le matériau sol-gel hybride s'avère particulièrement adapté à l'optique et résistant aux faisceaux laser de forte puissance à 1  $\mu\text{m}$ . L'utilisation comme substrat pour la réalisation de composants diffractifs à relief de surface par micro-usinage laser est donc envisagée. Afin d'en montrer la faisabilité, une étude de structuration du matériau par ablation laser dans l'UV a été menée. La réponse du matériau à l'ablation laser est détaillée dans cette partie.

### 5.4.1 Source laser et montage optique pour le micro-usinage

Nous avons utilisé une station de micro-usinage ProMaster de marque Optec pour les travaux d'usinage du matériau sol-gel hybride. Elle est visible sur la figure 5.9 (gauche). Le laser de micro-usinage est un laser à excimères KrF (Krypton Fluor) de la société ATL émettant en régime pulsé nanoseconde à 248 nm. La durée fixée des impulsions est de 5 ns et la fréquence des impulsions est variable jusqu'à 300 Hz. L'énergie par impulsion disponible en sortie de la cavité est comprise entre 12 et 20 mJ. Le faisceau en sortie de cavité est de forme rectangulaire. Cette forme est visible sur la figure 5.9 à droite qui est une marque du faisceau sur papier thermosensible. Les dimensions du faisceau sont de  $5,0 \times 3,0$  mm, sa divergence spécifiée est de  $2 \times 1$  mrad.

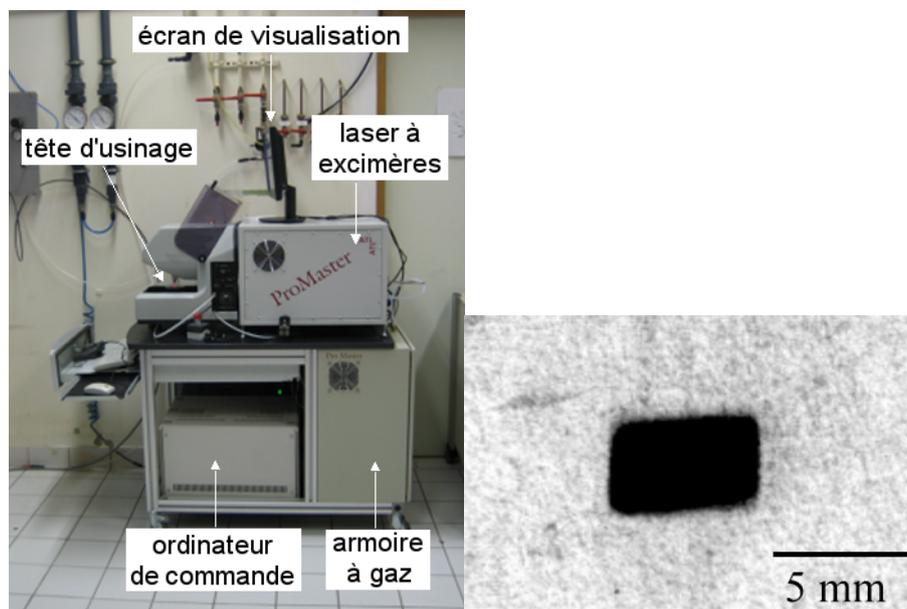


Figure 5.9 : Station de micro-usinage ProMaster de marque Optec (gauche) et forme du faisceau en sortie de la cavité marquée sur papier thermosensible (droite).

Un système optique de mise en forme du faisceau par projection est intégré à la station de micro-usinage (figure 5.10). Le principe de la projection est d'imager un motif, positionné au plan objet du système optique, dans le plan d'usinage avec un taux de réduction fixé à 10 pour ce système. Un masque, dont l'ouverture constitue la forme que l'on souhaite donner au

#### 5.4 Etude de structuration du matériau sol-gel hybride par micro-usinage laser

faisceau, est donc placé dans le plan objet et une optique de focalisation image ce motif avec le taux de réduction prédéfini.

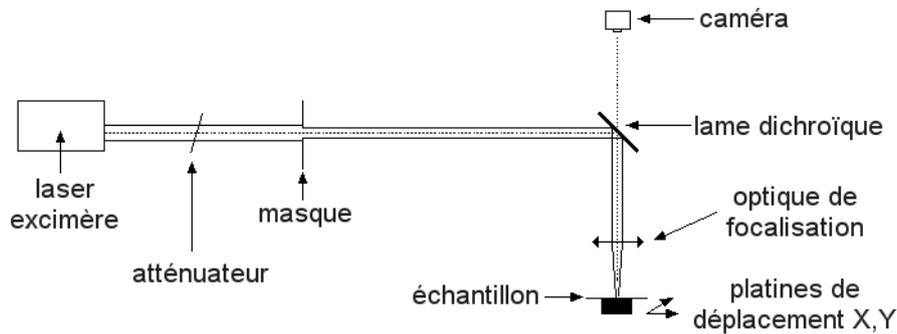


Figure 5.10 : Schéma de la mise en forme du faisceau sur la station de micro-usinage ProMaster.

Le masque, réalisé par Optec, est constitué d'une couche d'aluminium déposée sur un substrat de quartz. La structuration de la couche d'aluminium pour la création des différents motifs est faite par photolithographie. Un motif carré de  $100\ \mu\text{m}$  de côté est visible sur la figure 5.11. L'arrondi des coins est spécifié inférieur à  $10\ \mu\text{m}$ , soit  $1\ \mu\text{m}$  sur le motif réduit par projection. Le masque comprend un total de 32 motifs. Un porte-masque motorisé permet la sélection du motif par déplacement latéral de l'ensemble du masque.

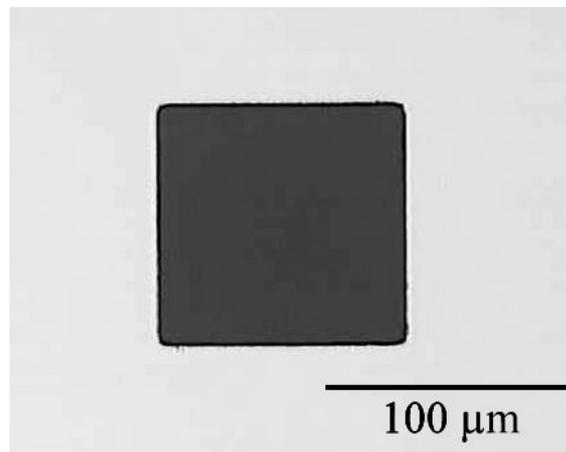


Figure 5.11 : Image au microscope optique du motif carré de  $100\ \mu\text{m}$  de côté du masque en aluminium sur substrat de quartz réalisé par Optec.

L'optique de focalisation de référence Optec 3e-248, composée de trois éléments, a une distance focale effective de  $86,9\ \text{mm}$  et une ouverture numérique de  $0,105$ . Le champ image est d'environ  $1,0 \times 1,0\ \text{mm}$ . La résolution optique donnée par le constructeur est de  $1,5\ \mu\text{m}$ . Un atténuateur positionné à l'extérieur de la cavité permet de faire varier le taux de transmission du faisceau entre 10 et 100 % (taux de transmission présenté sur la figure 5.13). Une lame semi-réfléchissante en silice fondue module le taux de transmission suivant son angle avec le faisceau.

La figure 5.12 présente le détail de la zone de micro-usinage de la station ProMaster. L'échantillon à traiter est fixé par aspiration sur des platines de déplacement (X,Y). La

précision du positionnement spécifiée par le constructeur est de  $3\ \mu\text{m}$  (répétabilité). Cette valeur, vérifiée en pratique, ne permet pas de garantir un usinage de qualité pour les composants diffractifs dont le pixel élémentaire fait  $10\ \mu\text{m}$  de côté et qui nécessiteraient des platines de déplacement ayant une répétabilité inférieure à  $1\ \mu\text{m}$ . Une solution consiste à réaliser l'usinage. Le contrôle du déplacement des platines et la synchronisation avec l'émission laser sont réalisés par un logiciel dédié.

Une buse coaxiale d'arrivée de gaz permet d'amener un flux de gaz sur l'échantillon. Il s'agit la plupart du temps d'un gaz inerte (argon ou hélium) ou air comprimé dont le rôle est d'évacuer de la zone la fumée et les déchets éventuellement produits pendant l'usinage. Le gaz peut participer dans une certaine mesure au procédé d'usinage, en améliorant la qualité des surfaces usinées.

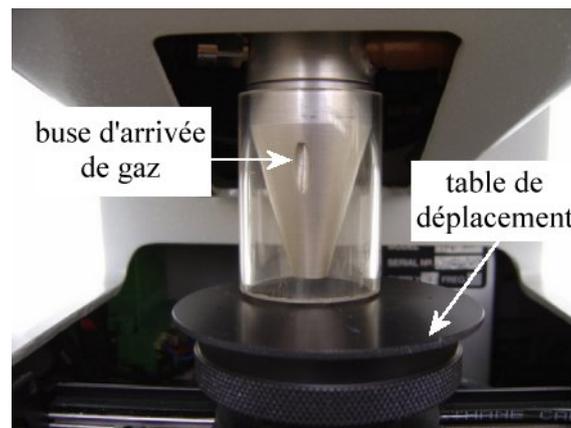


Figure 5.12 : Zone de micro-usinage de la station ProMaster.

Une caméra CCD placée dans l'axe optique permet de visualiser l'ensemble de la zone d'usinage, éclairée par une LED (longueur d'onde  $650\ \text{nm}$ ). Le grandissement total du système optique est de  $\times 350$ . Un pixel de la caméra correspond à  $0,8\ \mu\text{m}$  dans le plan imagé. Une modification de l'aspect de la zone usinée est visible sur l'écran lorsque toute l'épaisseur de la couche sol-gel a été ablatée. Dans les conditions d'ablation mises en œuvre, le substrat de verre ou de silice n'est pas ablaté.

Afin de caractériser la densité d'énergie effective dans le plan d'usinage (plan focal), des mesures d'énergie ont été réalisées à l'aide d'un calorimètre à tête pyroélectrique (modèle PE-25-BB de Ophir), en fonction des deux paramètres pouvant affecter cette valeur : l'énergie en sortie de la cavité laser et l'atténuation du faisceau. Sans atténuation, la densité d'énergie dans le plan d'usinage est donnée en figure 5.13 (gauche) en fonction de la consigne en énergie. La densité d'énergie varie de  $0,9 \pm 0,1\ \text{J}/\text{cm}^2$  à  $5,1 \pm 0,3\ \text{J}/\text{cm}^2$  pour une consigne en énergie de  $12\ \text{mJ}$  et  $20\ \text{mJ}$  respectivement. La courbe du taux d'atténuation du faisceau en fonction de la position de l'atténuateur est donnée en figure 5.13 (droite). La densité d'énergie minimale de la station de micro-usinage est donc théoriquement de  $0,1\ \text{J}/\text{cm}^2$ , pour un faisceau d'énergie  $12\ \text{mJ}$  transmis à  $10\ \%$ .

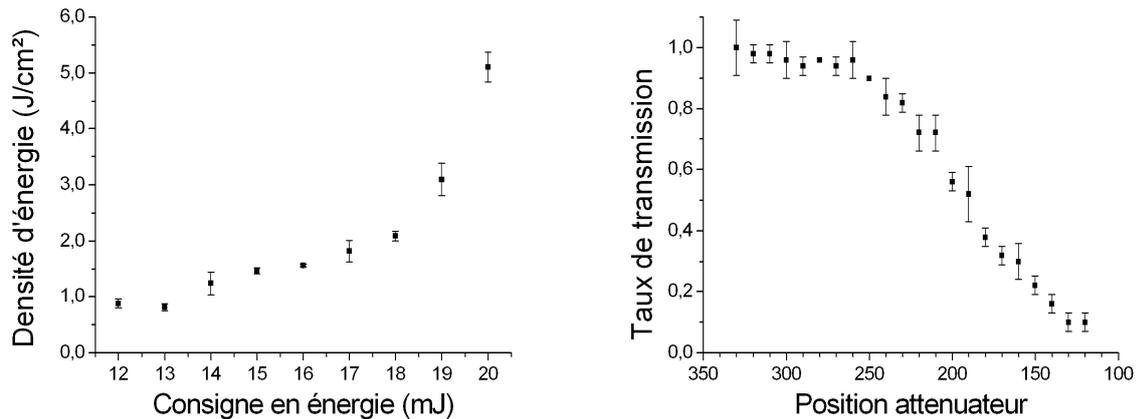


Figure 5.13 : Densité d'énergie dans le plan d'usinage en fonction de l'énergie de consigne, sans atténuation du faisceau (gauche) et taux de transmission de l'atténuateur en fonction de sa position (droite).

## 5.4.2 Réponse du matériau à l'ablation laser

### 5.4.2.1 Caractéristiques de la zone usinée

La figure 5.14 présente les images au microscope optique des trois motifs carrés les plus couramment utilisés pour cette étude. Chacun de ces motifs pourra constituer le motif élémentaire (ou pixel) de l'élément optique diffractif. La dimension des motifs est de 50  $\mu\text{m}$ , 25  $\mu\text{m}$  et 10  $\mu\text{m}$  respectivement de gauche à droite sur la figure 5.14. Les motifs de 10  $\mu\text{m}$  et 25  $\mu\text{m}$  de côté seront principalement utilisés pour l'usinage des éléments diffractifs conçus pour la longueur d'onde de 1  $\mu\text{m}$ .

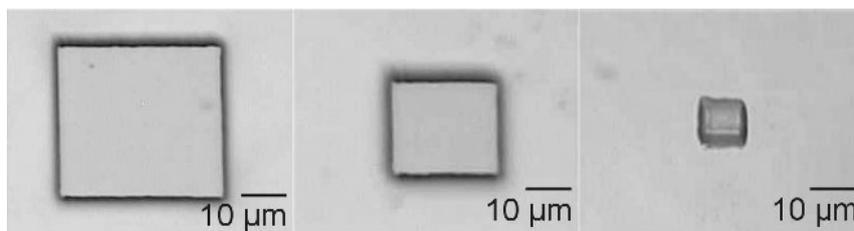


Figure 5.14 : Images au microscope optique des motifs carrés usinés dans un film sol-gel, dimension du motif de gauche à droite : 50  $\mu\text{m}$ , 25  $\mu\text{m}$  et 10  $\mu\text{m}$ .

On peut remarquer qu'aucun déchet d'ablation n'est visible autour des motifs usinés, ce qui indique que la matière est directement vaporisée. Le motif de 10  $\mu\text{m}$  de côté n'est pas parfaitement carré (figure 5.14 à droite). La forme de ce plus petit motif s'est révélée extrêmement sensible à un écart de positionnement de l'échantillon hors du plan focal. Le motif présenté ici est le meilleur résultat qu'il a été possible d'obtenir.

Un profil typique obtenu dans un film composé du taux de titane le plus faible, avec un tir laser de densité d'énergie 0,9 J/cm<sup>2</sup>, est visible sur la figure 5.15 (gauche). Le motif carré fait 50  $\mu\text{m}$  de côté. La profondeur moyenne ablatée est d'environ 0,7  $\mu\text{m}$ . Une sur-profondeur, sur le pourtour du motif usiné, apparaît lors de tous les impacts réalisés. Cette zone est environ 0,2  $\mu\text{m}$  plus profonde que le fond et d'une largeur d'environ 2,2  $\mu\text{m}$ . Ces caractéristiques

géométriques dépendent de la densité d'énergie et du nombre d'impulsions qui arrivent sur le film. Cet effet de sur-profondeur ne semble pas être un artefact de mesure. Il est également observé lors de la mesure du relief avec un profilomètre à stylet. Le détail du fond de la zone usinée, mesuré par PSM pour obtenir une meilleure définition du profil, est visible sur la figure 5.15 (droite). La rugosité totale (Rt) du fond est de 67 nm, ce qui est plutôt élevé. Nous pensons que cette rugosité est à relier au profil du faisceau, qui semble présenter des points chauds réduisant son homogénéité. Cependant, pour comparaison, une rugosité de 100 à 800 nm sur une surface de quartz soumise à une gravure humide induite par laser à 308 nm (LIBWE pour Laser Induced Backside Wet Etching) a été rapportée [Millon.06].

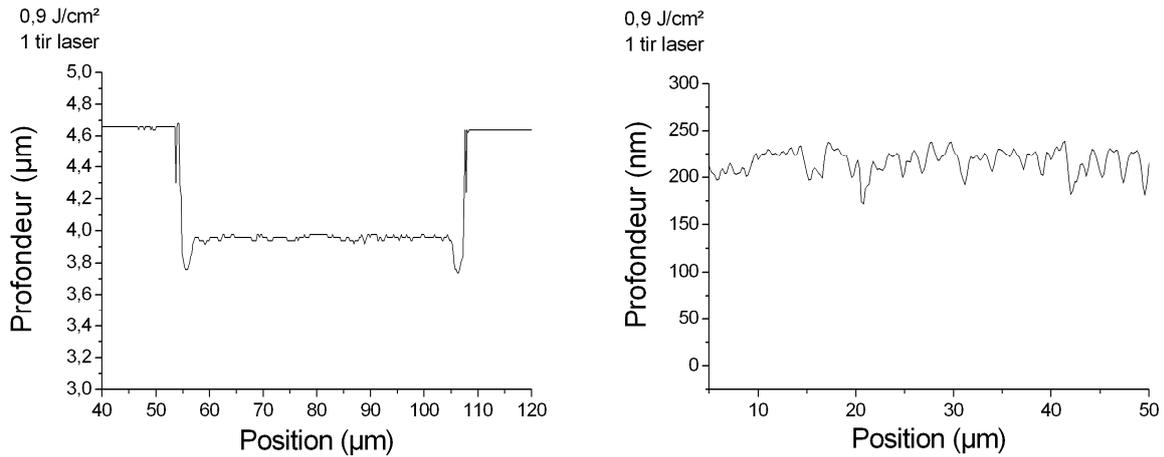


Figure 5.15 : Profil obtenu avec un tir laser ( $0,9 \text{ J/cm}^2$ , motif de  $50 \text{ }\mu\text{m}$  de côté) dans un film sol-gel (gauche) et détail du fond de la zone usinée (droite).

La figure 5.16 présente le profil obtenu par ablation de toute l'épaisseur de la couche de sol-gel. Ceci a été réalisé avec 7 tirs laser de densité d'énergie  $0,9 \text{ J/cm}^2$ . Le fond est le substrat en verre qui n'est pas usiné dans ces conditions.

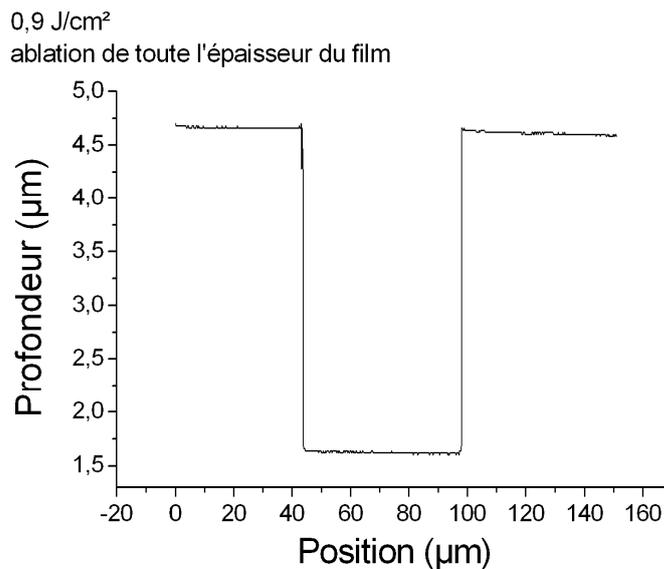


Figure 5.16 : Profil obtenu par ablation de toute l'épaisseur du film sol-gel ( $0,9 \text{ J/cm}^2$ , motif de  $50 \text{ }\mu\text{m}$  de côté).

Le détail de l'angle des flancs de la zone usinée est présenté dans la figure 5.17. L'épaisseur de la couche de sol-gel est de  $3,04 \mu\text{m}$ . L'angle que fait le flanc avec l'horizontale est de  $86^\circ$ , ce qui est peu éloigné du cas idéal ( $90^\circ$ ) que l'on souhaite lors de l'usinage de composants optiques diffractifs.

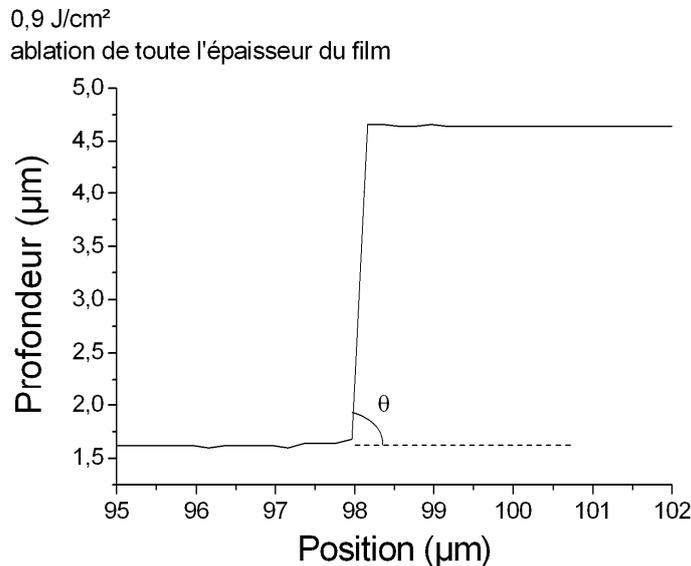


Figure 5.17 : Détail de l'angle entre le flanc de la zone usinée et l'horizontale.

Des observations de la couche usinée ont également été faites par microscopie électronique à balayage (MEB). La microscopie électronique à balayage est une technique de microscopie basée sur le principe de l'interaction électrons-matière. Une sonde électronique fine (canon à électrons) est projetée sur l'échantillon à analyser. L'interaction entre la sonde électronique et l'échantillon génère des électrons secondaires de basse énergie, accélérés vers un détecteur d'électrons secondaires qui amplifie le signal. A chaque point d'impact correspond ainsi un signal électrique dont l'intensité dépend à la fois de la nature de l'échantillon au point d'impact (qui détermine le rendement en électrons secondaires) et de la topographie de l'échantillon au point considéré. Il est ainsi possible, en balayant le faisceau sur l'échantillon, d'obtenir une cartographie de la zone balayée.

Les images présentées ont été faites à l'IPCMS avec un microscope électronique à balayage JEOL JSM 840 fonctionnant sous 35 kV et offrant une résolution de 5 nm. Une image d'une ligne de  $25 \mu\text{m}$  de large et plusieurs millimètres de long, usinée dans toute l'épaisseur de la couche sol-gel, est visible sur la figure 5.18 (gauche) ainsi que le détail du flanc (droite). L'échantillon a été incliné de  $20^\circ$  lors de la mesure pour permettre la visualisation du flanc. Sur le fond on peut remarquer l'effet du recouvrement du motif élémentaire lors du déplacement de l'échantillon pour créer la ligne. L'ensemble de la couche de sol-gel n'a donc pas été enlevé comme cela semblait être le cas lors de l'usinage. On peut également noter la présence de dépôts en surface. La présence de cônes visibles sur le flanc peut être attribuée à des phénomènes de refusion du matériau. On peut également observer, sur une épaisseur proche de la surface, des effets qui pourraient être dus à des interférences entre l'onde incidente et une onde réfléchiée par l'interface entre la couche de sol-gel et le substrat.

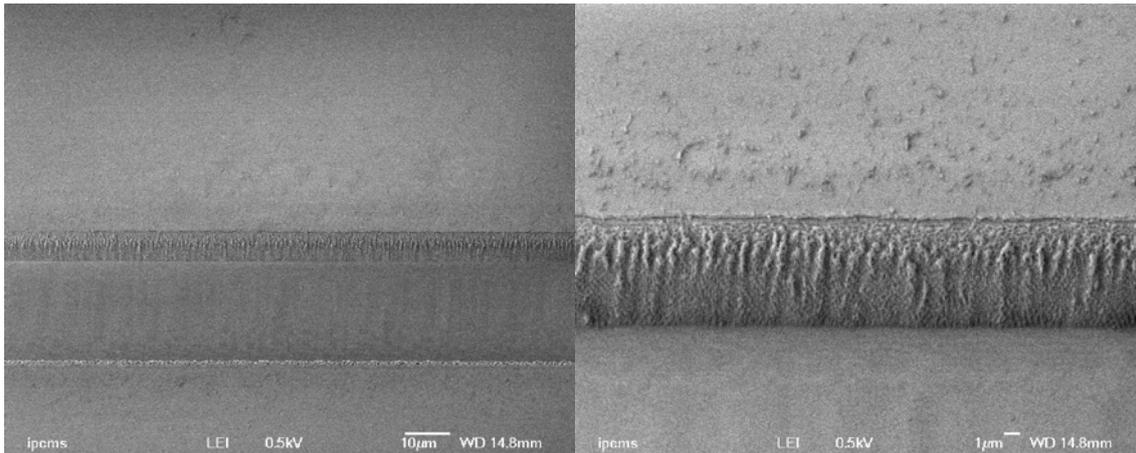


Figure 5.18 : Ligne de 25  $\mu\text{m}$  de large usinée dans un film sol-gel (gauche) et détail du flanc (droite) (microscopie électronique à balayage, échantillon incliné de 20°).

#### 5.4.2.2 Calibration du matériau

Pour caractériser la réponse du matériau sol-gel hybride à l'usinage laser dans l'UV, les profondeurs usinées en fonction de deux paramètres principaux, la densité d'énergie du faisceau et le nombre de tirs laser, ont été mesurées. Les résultats sont présentés dans la première partie de ce paragraphe. Les influences de différents paramètres liés à la synthèse du matériau sol-gel et au procédé de micro-usinage ont également été étudiées et sont présentées dans la deuxième partie de ce paragraphe.

##### 5.4.2.2.1 Profondeurs usinées et taux d'ablation

Les profils des zones usinées sont mesurés par CPM. Pour un essai donné, la profondeur usinée est une moyenne calculée sur trois impacts réalisés dans des conditions identiques. Généralement, pour une densité d'énergie fixée, une série de cinq impacts est réalisée, avec un nombre d'impulsions laser par impact variant de une à cinq. Un profil typique d'une telle série faite avec le motif carré de 25  $\mu\text{m}$  de côté est présenté figure 5.19 où l'on peut observer les impacts de plus en plus profonds obtenus pour une à cinq impulsions laser à 0,9 J/cm<sup>2</sup> (de gauche à droite). Ce profil indique déjà qu'il est possible de contrôler finement la profondeur ablatée dans le but de créer une structure à plusieurs niveaux. Il faut remarquer que le fond est fortement rugueux. Cependant, on peut noter que les mêmes irrégularités sont reproduites d'un impact à l'autre, ce qui confirme que le faisceau laser est à l'origine de ce phénomène, et non pas le matériau. En effet, une inhomogénéité du matériau donnerait lieu à un profil aléatoire des rugosités du fond, ce qui n'est pas le cas ici. D'autre part, il est rapporté que la rugosité de la surface soumise à l'exposition d'un laser à excimères augmente avec la racine carrée du nombre d'impulsions [Dyer.03].

Il faut retenir que la qualité du fond (rugosité) pour le film sol-gel se détériore avec l'augmentation du nombre de tirs laser (cf. figure 5.19) et généralement avec la diminution de la densité d'énergie. Cette rugosité du fond est également observée sur la figure 5.18, où un nombre élevé de tirs laser a été effectué pour usiner toute l'épaisseur du film.

#### 5.4 Etude de structuration du matériau sol-gel hybride par micro-usinage laser

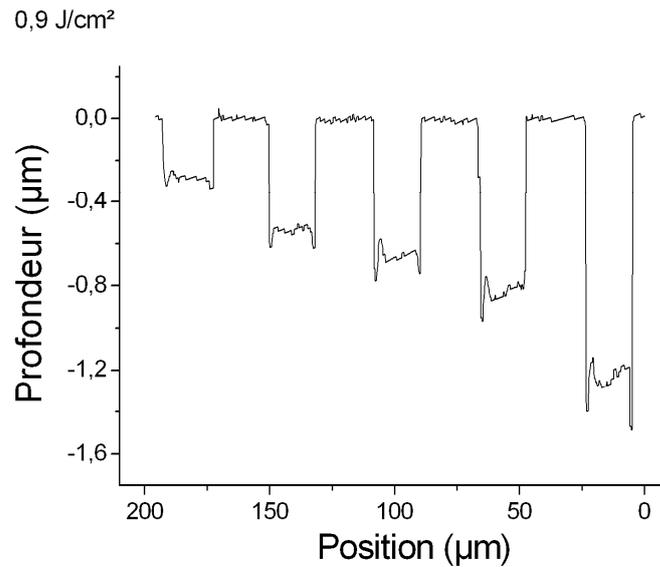


Figure 5.19 : Profil d'un film sol-gel usiné avec un à cinq tirs laser (de gauche à droite) à  $0,9 \text{ J/cm}^2$ .

La figure 5.20 présente la profondeur ablatée dans un film sol-gel en fonction du nombre de tirs laser pour différentes densités d'énergie entre  $0,3 \pm 0,1 \text{ J/cm}^2$  et  $1,6 \pm 0,1 \text{ J/cm}^2$ . Quelle que soit la densité d'énergie dans cette gamme, la relation entre la profondeur ablatée et le nombre de tirs laser est linéaire. Cette relation linéaire entre la profondeur ablatée et le nombre de tirs laser a également été montrée pour différents polymères soumis à une ablation laser à 308 nm [Lippert.03]. Pour une densité d'énergie de  $1,6 \text{ J/cm}^2$ , la profondeur ablatée dans le film sol-gel varie de  $0,39 \pm 0,04 \text{ µm}$  à  $1,65 \pm 0,09 \text{ µm}$  pour un à cinq tirs laser respectivement. Les meilleures résolutions sont observées avec la plus faible densité d'énergie ( $0,3 \text{ J/cm}^2$ ) pour laquelle la profondeur ablatée varie de  $0,13 \pm 0,03 \text{ µm}$  à  $0,40 \pm 0,08 \text{ µm}$  pour un à cinq tirs laser respectivement.

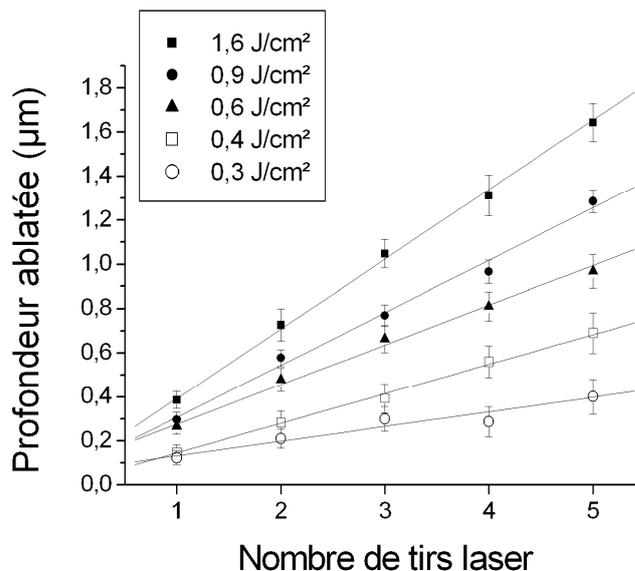


Figure 5.20 : Profondeur ablatée dans un film sol-gel en fonction du nombre de tirs laser pour différentes densités d'énergie.

A partir de ces séries d'impacts, le taux d'ablation du matériau ( $\mu\text{m}/\text{tir}$ ) a été tracé en fonction de la densité d'énergie. La figure 5.21 présente le taux d'ablation pour deux films sol-gel composés respectivement du taux de titane le plus élevé et le plus faible.

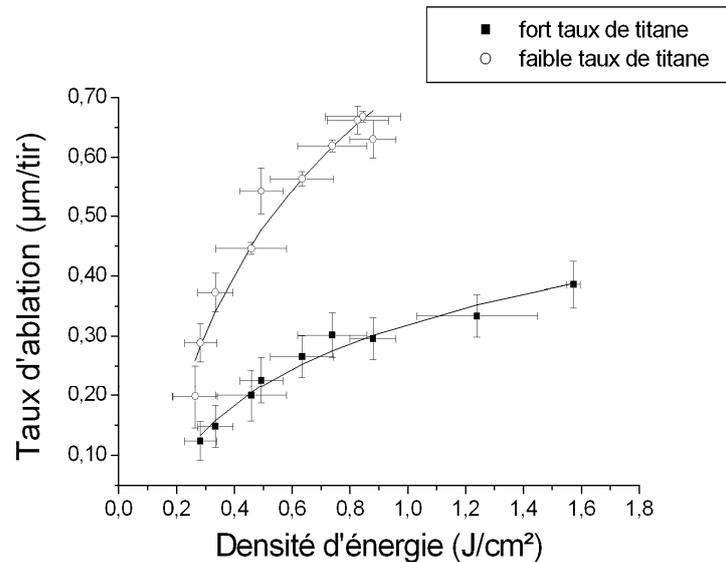


Figure 5.21 : Taux d'ablation ( $\mu\text{m}/\text{tir}$ ) en fonction de la densité d'énergie pour un film sol-gel composé du taux de titane de plus élevé (■) et du taux de titane le plus faible (○).

Pour la plage de densité d'énergie étudiée, le taux d'ablation des deux films sol-gel est une fonction du logarithme de la densité d'énergie. Les films ne sont pas ablatés lorsque la densité d'énergie est inférieure à  $0,3 \text{ J}/\text{cm}^2$ . Le taux d'ablation est plus faible pour le film constitué du taux de titane le plus élevé. Le film sol-gel avec le taux de titane le plus élevé est en effet plus dense. Ceci est expliqué à la fois par la présence d'une plus grande quantité de titane dans le matériau et par le rôle du titane qui favorise l'augmentation de la densité intrinsèque du matériau. Un matériau plus dense signifie que le nombre de liaisons atomiques par unité de volume sera plus élevé. Lors de l'exposition à une impulsion laser dans l'UV, l'énergie fournie va casser les liaisons moléculaires. Le volume de matière expulsé sera d'autant plus faible que le matériau est dense. La profondeur ablatée sera donc également plus faible.

Différents comportements du taux d'ablation à des longueurs d'ondes dans l'UV, en fonction de la densité d'énergie ont été décrits dans la littérature, notamment de matériaux polymères. Plusieurs régimes d'ablation peuvent être définis en fonction de la valeur de la densité d'énergie : faible, moyenne ou forte [Dyer.03] [Lippert.03] [Lippert.04] [Millon.06] [Stauter.96].

Le régime logarithmique semble communément admis pour des densités d'énergie faibles proches du seuil d'ablation. Le taux d'ablation peut être décrit par une loi de type Beer-Lambert :

$$d = \frac{1}{\alpha_{\text{eff}}} \ln\left(\frac{F}{F_T}\right) \quad (5.2)$$

où  $d$  est le taux d'ablation ( $\mu\text{m}/\text{tir}$ ),  $F$  est la densité d'énergie,  $F_T$  le seuil d'ablation et  $\alpha_{\text{eff}}$  un coefficient d'absorption effectif. Le seuil d'ablation est la valeur de densité d'énergie à partir de laquelle l'ablation a lieu. Le matériau exposé sous le seuil n'est pas ablaté. Il faut

remarquer que l'équation logarithmique du taux d'ablation (éq. 5.2) n'est pas sensible aux mécanismes d'ablation sous-jacents.

Pour des densités d'énergie moyennes, certains auteurs conservent ce modèle logarithmique avec des coefficients  $F_T$  et  $\alpha_{\text{eff}}$  de valeurs différentes [Lippert.03] [Lippert.04]. D'autres auteurs considèrent au contraire un régime d'ablation linéaire, avec un taux d'ablation plus fort qu'aux faibles densités d'énergie [Millon.06] [Stauter.96].

Pour de fortes densités d'énergie, un phénomène de saturation du taux d'ablation apparaît, dû à l'absorption du faisceau laser incident par les produits de l'ablation. La densité d'énergie atteignant la surface est de ce fait réduite [Millon.06] [Stauter.96].

En appliquant l'équation 5.2 aux résultats expérimentaux du taux d'ablation pour le film sol-gel avec le taux de titane le plus élevé (figure 5.21), on obtient un seuil d'ablation  $F_T$  de  $0,12 \pm 0,01 \text{ J/cm}^2$  et un coefficient d'absorption effectif  $\alpha_{\text{eff}}$  de  $6,7 \pm 0,4 \mu\text{m}^{-1}$ . Pour le film sol-gel avec le taux de titane le plus faible, le seuil d'ablation obtenu est de  $0,13 \pm 0,01 \text{ J/cm}^2$ , le coefficient d'absorption effectif est de  $2,9 \pm 0,2 \mu\text{m}^{-1}$ . Pour les polymères ablatés à une longueur d'onde dans l'UV, les seuils d'ablation sont généralement faibles, de 20 à 200 mJ/cm<sup>2</sup>, et les coefficients d'absorption effectifs compris entre 1 et 10  $\mu\text{m}^{-1}$  [Dyer.03]. Les deux matériaux sol-gel hybrides synthétisés présentent des coefficients dans ces gammes de valeurs, ce qui laisse penser que leur comportement vis-à-vis de l'ablation laser est proche de celui d'un polymère.

Un matériau avec un seuil d'ablation faible est intéressant économiquement puisqu'il permet de réaliser le micro-usinage à basse densité d'énergie. Concernant le coefficient d'absorption effectif, il est généralement différent du coefficient d'absorption du matériau (calculé à partir du coefficient d'extinction) et n'a apparemment pas d'influence notable sur les caractéristiques de l'ablation [Lippert.03] [Lippert.04].

La meilleure résolution en profondeur, obtenue pour le film sol-gel avec le taux de titane le plus élevé, est de  $0,13 \pm 0,03 \mu\text{m}$ , avec une densité d'énergie de  $0,3 \text{ J/cm}^2$ .

##### 5.4.2.2.2 Influence des paramètres du procédé

Les influences des différents paramètres de la synthèse du matériau sol-gel et du procédé de micro-usinage sur la profondeur ablatée dans la couche de sol-gel ont été étudiées, à savoir :

- la composition du matériau sol-gel hybride (modulation du taux de titane)
- la température de recuit (entre 100 et 160°C)
- la nature du substrat (verre borosilicate ou silice)
- l'utilisation d'un gaz d'assistance lors de l'usinage (argon, air comprimé ou sans gaz d'assistance).

##### Influence de la composition du matériau

Les deux matériaux sol-gel, de compositions différentes, ont été soumis à l'ablation laser. La figure 5.22 présente les profondeurs ablatées en fonction du nombre de tirs laser dans un film avec le taux de titane le plus élevé et dans un film avec le taux de titane le plus faible. La densité d'énergie est fixée à  $0,9 \text{ J/cm}^2$ . On observe que l'usinage est nettement plus profond dans le film avec le taux de titane le plus faible. Pour cinq tirs laser, la profondeur ablatée est de  $2,44 \pm 0,11 \mu\text{m}$  dans le film avec le taux de titane le plus faible ; elle est de  $1,29 \pm 0,05 \mu\text{m}$  dans un film avec le taux de titane le plus élevé.

Comme cela a été indiqué précédemment, le titane incorporé dans le matériau est à l'origine d'une augmentation de la densité du matériau. La profondeur ablatée est donc plus faible pour le matériau constitué d'un fort taux de titane que pour celui constitué d'un faible taux de titane. L'augmentation du taux de titane dans le matériau sol-gel est un bon moyen pour augmenter la résolution en profondeur du procédé de micro-usinage laser.

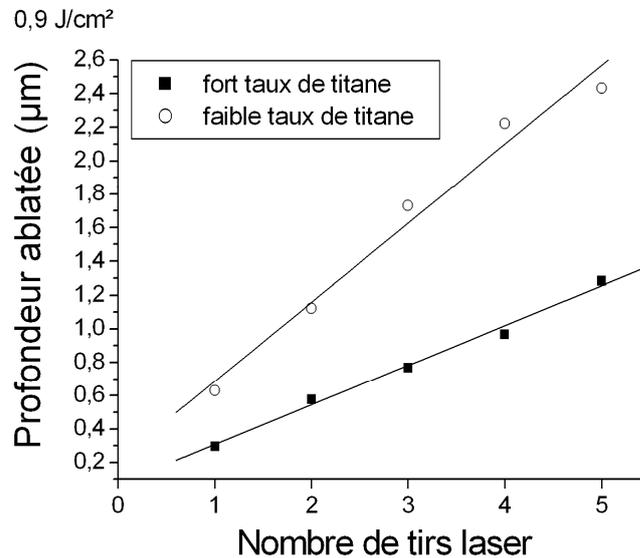


Figure 5.22 : Profondeur ablatée en fonction du nombre de tirs laser à une densité d'énergie de  $0,9 \text{ J/cm}^2$  suivant le taux de titane dans le film sol-gel : taux de titane le plus fort (■) et taux de titane le plus faible (○).

#### Influence de la température de recuit

La figure 5.23 présente les profondeurs ablatées dans des films sol-gel ayant été recuits à trois températures différentes, à savoir  $100^\circ\text{C}$ ,  $130^\circ\text{C}$  et  $160^\circ\text{C}$ . Les profondeurs usinées sont d'autant plus faibles que la température de recuit est élevée. Pour une densité d'énergie de  $0,9 \text{ J/cm}^2$ , la profondeur ablatée avec cinq tirs laser est de  $1,25 \pm 0,11 \text{ }\mu\text{m}$  dans un film recuit à  $100^\circ\text{C}$ , de  $1,11 \pm 0,10 \text{ }\mu\text{m}$  dans un film recuit à  $130^\circ\text{C}$  et de  $1,00 \pm 0,06 \text{ }\mu\text{m}$  dans un film recuit à  $160^\circ\text{C}$ . Ceci peut également s'expliquer par une condensation et une densification plus poussées à température plus élevée.

#### 5.4 Etude de structuration du matériau sol-gel hybride par micro-usinage laser

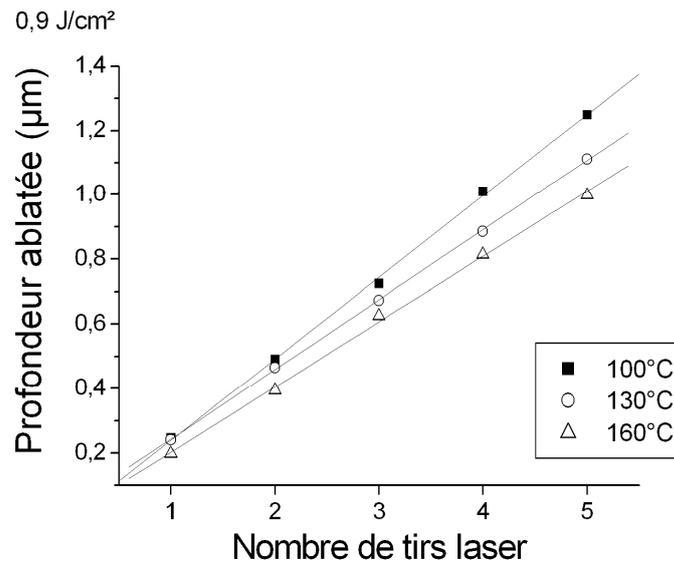


Figure 5.23 : Profondeur ablatée en fonction du nombre de tirs laser à une densité d'énergie de 0,9 J/cm<sup>2</sup> suivant la température du recuit : 100°C (■), 130°C (○) ou 160°C (△).

#### Influence de la nature du substrat

Des essais identiques ont été réalisées sur des films déposés sur deux substrats différents, un substrat de verre borosilicate et un substrat de silice. L'ensemble des autres paramètres est maintenu identique. Les profondeurs ablatées pour les deux types de substrats sont données en figure 5.24. Pour une même densité d'énergie (0,9 J/cm<sup>2</sup>) et un même nombre de tirs laser (cinq tirs), la profondeur usinée dans le film sur substrat de silice ( $1,25 \pm 0,11 \mu\text{m}$ ) est inférieure à celle usinée dans le film sur substrat de verre ( $1,36 \pm 0,12 \mu\text{m}$ ). L'écart-type sur la mesure est du même ordre de grandeur (8-9 %) pour les deux substrats.

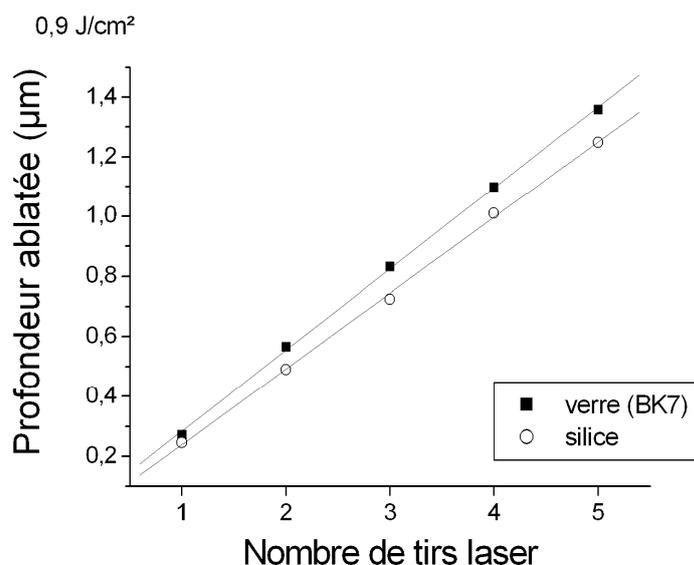


Figure 5.24 : Profondeur ablatée en fonction du nombre de tirs laser à une densité d'énergie de 0,9 J/cm<sup>2</sup> suivant la nature du substrat : verre borosilicate BK7 (■) ou silice (○).

### Influence du gaz d'assistance

Afin de caractériser l'influence d'un gaz d'assistance sur la profondeur ablatée, trois séries d'essais ont été réalisées pour 1 à 5 tirs laser à  $0,9 \text{ J/cm}^2$  en utilisant respectivement de l'argon sous une pression de 1 bar, un jet d'air sous une pression de 1 bar et sans aucun gaz d'assistance. Le gaz est amené dans la zone d'usinage par la buse coaxiale. Une pression de 1 bar est une valeur usuelle pour les procédés d'usinage laser. Les profondeurs ablatées en fonction de ces différents paramètres sont données dans la figure 5.25. La plus faible profondeur est obtenue lors de l'utilisation de l'argon, la plus élevée sans utilisation de gaz d'assistance, tous les paramètres étant identiques par ailleurs. Avec cinq tirs laser, la profondeur ablatée est de  $1,21 \mu\text{m} \pm 6 \%$  avec la présence d'argon, de  $1,28 \mu\text{m} \pm 8 \%$  avec la présence d'air comprimé et de  $1,36 \mu\text{m} \pm 9 \%$  sans gaz d'assistance. Les écart-types sur les mesures de profondeurs, non représentés ici pour plus de clarté, sont les plus faibles lorsqu'il y a utilisation d'argon. L'utilisation d'un gaz neutre tel que l'argon comme gaz d'assistance lors de l'usinage permet d'obtenir une meilleure précision sur la gravure et également une meilleure répétabilité.

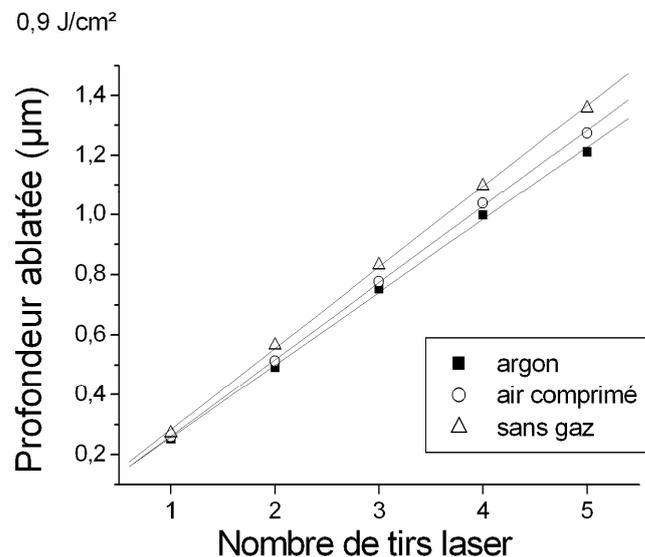


Figure 5.25 : Profondeur ablatée en fonction du nombre de tirs laser à une densité d'énergie de  $0,9 \text{ J/cm}^2$  suivant l'utilisation d'un gaz d'assistance : argon (■), air comprimé (○) ou aucun gaz d'assistance (△).

### **5.4.3 Conclusion sur la structuration du matériau sol-gel hybride par micro-usinage laser**

La structuration par ablation laser du matériau sol-gel hybride a été réalisée sur une station de micro-usinage, à la longueur d'onde de 248 nm et pour des densités d'énergie inférieures à  $1,5 \text{ J/cm}^2$ . Les études ont été faites avec des motifs élémentaires carrés de 10 à 50  $\mu\text{m}$  de côté.

Nous avons montré qu'il était possible de contrôler précisément la profondeur usinée dans le matériau sol-gel hybride, par la densité d'énergie et le nombre de tirs laser. Les angles des flancs avec la verticale sont faibles ( $4^\circ$ ) et il y a peu de débris d'ablation redéposés sur la surface après l'usinage. Le taux d'ablation permet de déterminer le seuil d'ablation du

#### 5.4 Etude de structuration du matériau sol-gel hybride par micro-usinage laser

matériau (proche de  $100 \text{ mJ/cm}^2$ ) et le coefficient d'absorption effectif (de quelques  $\mu\text{m}^{-1}$ ) à la longueur d'onde de 248 nm. Le matériau sol-gel hybride étudié a un comportement lors de l'ablation proche de celui des polymères pour la plage de densités d'énergie mises en œuvre. Il a été vu que la rugosité des zones usinées pouvait être limitée avec une densité d'énergie élevée et un nombre de tirs laser faible. Cette rugosité pourra vraisemblablement être diminuée par une amélioration de l'homogénéité du faisceau laser, par l'insertion d'un homogénéiseur de faisceau sur le trajet optique. Les meilleures résolutions en profondeur observées expérimentalement sont autour de 100 nm, ce qui est compatible avec la réalisation dans ce matériau sol-gel hybride d'éléments optiques diffractifs multi-niveaux fonctionnant à une longueur d'onde de 1  $\mu\text{m}$ .

Suivant la composition et les paramètres de la synthèse du matériau sol-gel hybride, il est possible de moduler les profondeurs usinées dans le film. L'augmentation du taux de titane dans le matériau, ainsi que l'augmentation de sa température de recuit, ont pour effet de réduire les profondeurs usinées. Concernant la température de recuit, bien que les films recuits à 130 et 160°C permettent d'obtenir des résolutions plus fines, le caractère anisotrope non contrôlé du matériau ne permet pas d'utiliser ces films pour la réalisation de composants optiques. Un recuit à 100°C est donc préférable pour garantir l'homogénéité de l'indice de réfraction du film. Concernant les paramètres de micro-usinage laser, il a été observé que le dépôt sur un substrat en silice et l'utilisation d'argon comme gaz d'assistance permettent d'obtenir les résolutions les plus fines.

## 5.5 Fabrication de composants diffractifs

La faisabilité d'une structuration par ablation laser dans l'UV du matériau sol-gel hybride ayant été montrée, la méthode est appliquée à la fabrication d'éléments optiques diffractifs de phase à deux ou quatre niveaux. La conception de tels composants, le choix des paramètres de fabrication et les résultats sont présentés dans cette partie.

### 5.5.1 Conception du composant diffractif

La conception des éléments optiques diffractifs de phase à relief de surface est faite avec l'algorithme itératif de Gerchberg-Saxton (logiciel développé au LSP). Les composants sont des éléments de Fourier : la fonction de focalisation n'est pas codée dans l'élément, ce qui nécessitera l'ajout d'une lentille lors de la reconstruction.

L'onde de conception est une onde plane de longueur d'onde  $1,064 \mu\text{m}$ . La dimension du pixel élémentaire carré est choisie en fonction de la longueur d'onde (cf. § 3.2.3.2). Dans le cas présent, un pixel élémentaire de  $10 \mu\text{m}$  ou  $25 \mu\text{m}$  de côté est choisi pour la conception et la réalisation du composant optique diffractif. Une cinquantaine d'itérations sont généralement suffisantes pour atteindre un résultat satisfaisant (efficacité de diffraction élevée dans la reconstruction). Le profil de phase est discrétisé en deux ou quatre niveaux. Un composant diffractif à quatre niveaux présente un compromis intéressant entre l'efficacité de diffraction relativement élevée et la difficulté de fabrication du relief.

La stratégie de fabrication des composants multi-niveaux par gravure directe du substrat par ablation laser repose sur l'utilisation des masques de photolithographie. Ces masques, correspondants au profil de phase calculé, sont générés suite à la conception. Pour un composant à quatre niveaux, deux masques sont générés. Un exemple de conception est donné sur la figure 5.26. La distribution d'intensité souhaitée pour la reconstruction est un cercle dans l'axe. L'élément diffractif est composé de  $32 \times 32$  pixels. A partir du profil de phase discrétisé en quatre niveaux, les deux masques sont générés. L'efficacité de diffraction de la reconstruction simulée à partir du profil de phase est de 73,9 %.

Pour l'usinage du relief de surface, les masques sont employés d'une manière similaire à la gravure du procédé de photolithographie (cf. schéma 5.27) :

- Le premier niveau de masquage (masque n°1) va servir pour l'usinage du niveau 2 du relief de surface et amorcer le niveau 3. Les ouvertures dans le masque définissent les coordonnées du pixel à usiner par ablation laser.
- Avec le deuxième niveau de masquage (masque n°2), le niveau 1 est usiné et le niveau 3 est finalisé.

## 5.5 Fabrication de composants diffractifs

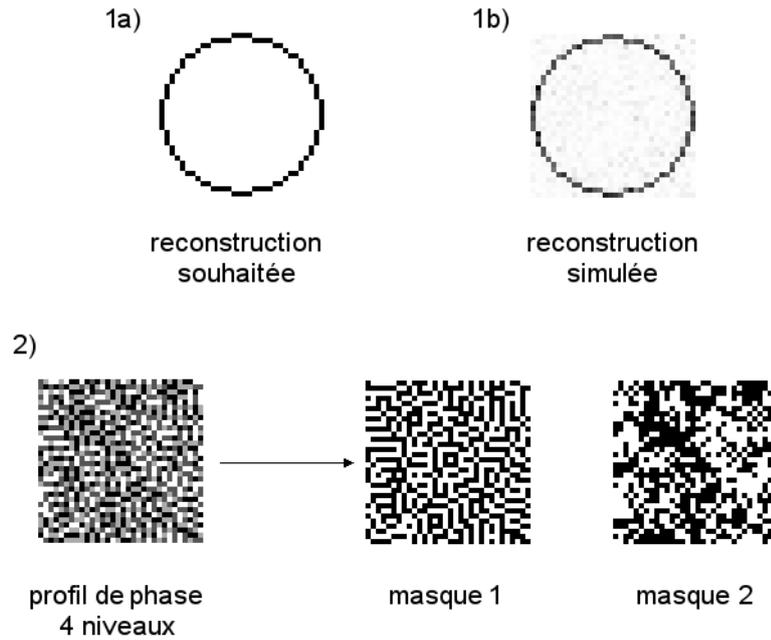


Figure 5.26 : Exemple de conception d'un élément diffractif à quatre niveaux constitué de  $32 \times 32$  pixels : distribution d'intensité souhaitée pour le faisceau mis en forme (1a) et simulation de la reconstruction (1b) avec le profil de phase obtenu (2). Deux masques sont générés à partir du profil de phase.

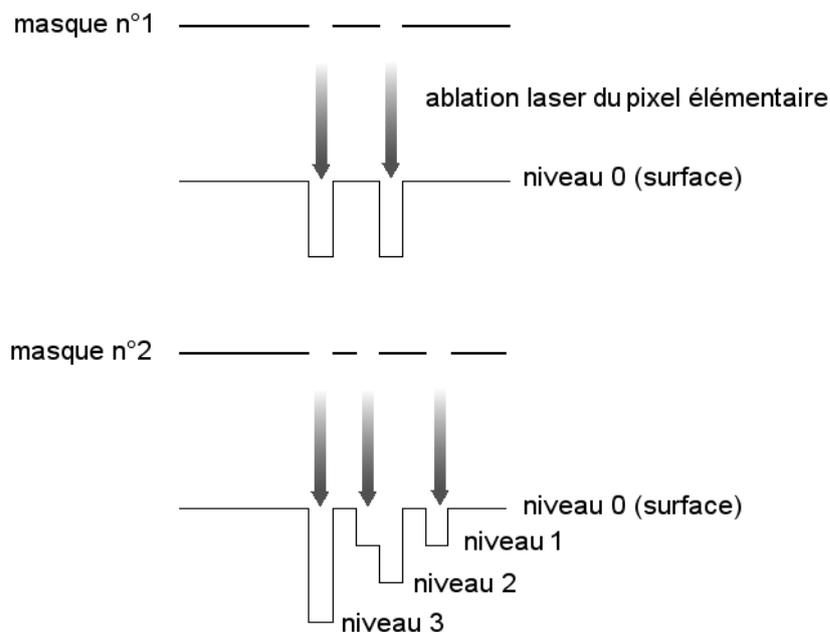


Figure 5.27 : Stratégie d'utilisation des masques de photolithographie pour l'ablation du relief de surface d'un composant diffractif à quatre niveaux. Les ouvertures dans le masque définissent les coordonnées des impacts laser.

Les fichiers images contenant les masques sont convertis au format DXF (Drawing eXchange Format) pour être utilisables sur la station de micro-usinage ProMaster. Ces fichiers contiennent alors les coordonnées des pixels à usiner. La station pilote le déplacement des tables (X,Y) et la synchronisation de l'émission laser. La durée d'exécution d'un fichier dépend de la taille totale du composant et de la durée d'ablation d'un pixel (nombre d'impulsions et fréquence de l'émission). Elle peut s'avérer assez longue avec cette méthode de gravure directe pixel par pixel du relief de surface, qui reste réservée à la fabrication de prototypes ou de petites séries. Par exemple pour un composant binaire de 128×128 pixels (pixel élémentaire de 10 µm) usiné avec 3 impulsions laser par pixel, à la fréquence de 100 Hz, la durée d'exécution est d'environ 1 heure. Cependant, une fois la gravure du relief réalisée, le composant est directement utilisable.

## 5.5.2 Paramètres de fabrication

Les paramètres de fabrication à déterminer sont les profondeurs à usiner dans la couche sol-gel et les caractéristiques de l'émission laser (densité d'énergie, nombre d'impulsions) pour atteindre ces profondeurs. Le calcul des profondeurs requises pour un composant diffractif multi-niveau est d'abord présenté, suivi de la stratégie pour le choix des paramètres laser, à partir de la calibration réalisée auparavant.

### 5.5.2.1 Profondeurs à usiner

Le relief de surface de l'élément diffractif en transmission est relié au profil de phase calculé pour obtenir la fonction optique souhaitée. Pour un relief de surface discrétisé en  $N$  niveaux, l'épaisseur correspondant à un niveau est donnée par l'expression 5.3 (théorie scalaire de la diffraction) [Borrelli.05] [Herzig.97].

$$h^N = \frac{\lambda}{N(n-1)} \quad (5.3)$$

L'indice de réfraction  $n$  du matériau sol-gel est égal à 1,54 à la longueur d'onde  $\lambda$  de 1,064 µm (cf. § 5.3.2.3). Pour un composant diffractif à quatre niveaux, l'épaisseur correspondant à un niveau vaut donc 0,493 µm. Pour le deuxième et le troisième niveau, l'épaisseur vaut respectivement 0,986 µm et 1,479 µm.

Nous avons également calculé l'efficacité de diffraction de ce type de composant avec la méthode modale de Fourier (FMM) [Flury.02.1] [Herzig.97] [Lo.00]. Dans ce cas, la simulation porte sur un réseau à 4 niveaux de période 40 µm. Ce réseau est inscrit dans une couche sol-gel de 3 µm d'épaisseur déposée sur un substrat de silice d'une épaisseur de 1 mm et d'indice de réfraction égal à 1,45.

Les figures 5.28 et 5.29 présentent les efficacités de diffraction respectivement en transmission et en réflexion calculées sur 160 ordres, pour une onde incidente en mode TE de longueur d'onde 1064 nm. Les épaisseurs des niveaux sont celles données par la théorie scalaire de la diffraction. En transmission, l'efficacité est de 72,9 % dans l'ordre -1. Les ordres 1 et 0 sont faibles, respectivement 0,05 % et 0,01 %. L'ordre 3, dont l'efficacité vaut 8,2 %, provoque une perturbation, mais sans trop de conséquences car il est éloigné de l'ordre -1. Les ordres plus élevés valent environ 1,7 %. Le fait de ne pouvoir atteindre une efficacité de diffraction plus élevée dans l'ordre -1 vient en partie des pertes de Fresnel à l'interface sol-

## 5.5 Fabrication de composants diffractifs

gel/silice. En réflexion, l'ordre 0 a une efficacité de 2,5 %. Les ordres -2 et 2 valent respectivement 1,2 % et 1,8 %. La somme des efficacités des ordres réfléchis atteint 9 %, celle des ordres transmis vaut 91 %. Les différences entre une onde incidente en mode TE et en mode TM sont inférieures au pourcent.

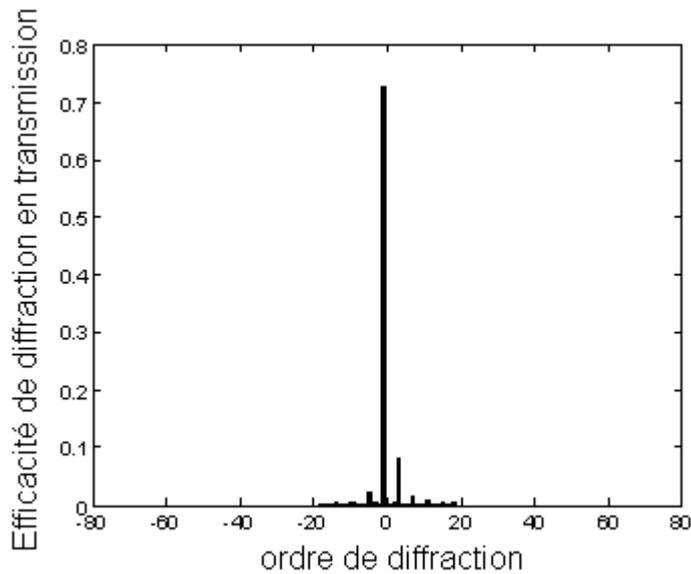


Figure 5.28 : Efficacité de diffraction en transmission d'un réseau à 4 niveaux inscrit dans une couche sol-gel de  $3 \mu\text{m}$  d'épaisseur déposée sur un substrat en silice de 1 mm d'épaisseur. Epaisseurs des niveaux données par la théorie scalaire de la diffraction.

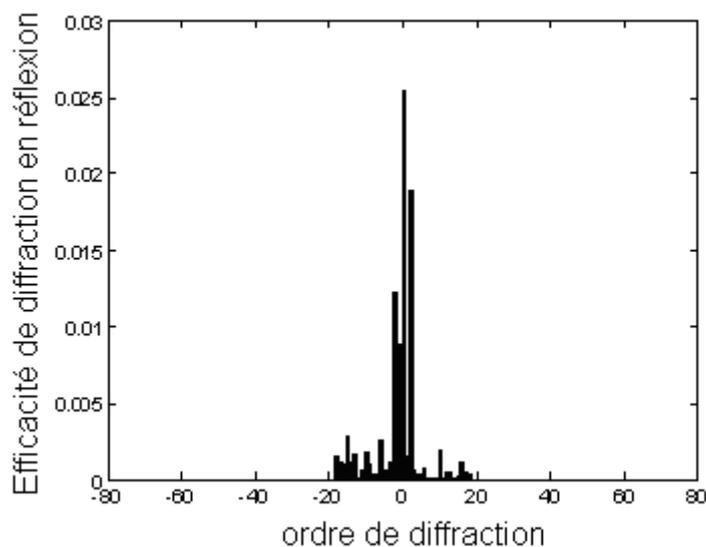


Figure 5.29 : Efficacité de diffraction en réflexion d'un réseau à 4 niveaux inscrit dans une couche sol-gel de  $3 \mu\text{m}$  d'épaisseur déposée sur un substrat en silice de 1 mm d'épaisseur. Epaisseurs des niveaux données par la théorie scalaire de la diffraction.

Afin de connaître l'épaisseur optimale d'un niveau, l'efficacité de diffraction dans l'ordre -1 transmis a également été calculée en fonction de l'épaisseur d'un niveau (figure 5.30). L'efficacité maximale, supérieure à 74 %, est obtenue pour une épaisseur de 500 nm par

niveau. Les profondeurs du niveau 2 et 3 sont alors respectivement de 1000 nm et 1500 nm. L'écart avec l'épaisseur d'un niveau donnée par la théorie scalaire de la diffraction (équation 5.3) est de 7 nm. A partir de la courbe donnée sur la figure 5.30, une tolérance de  $\pm 25$  nm sur l'épaisseur d'un niveau peut être définie pour maintenir l'efficacité au-dessus de 72 %.

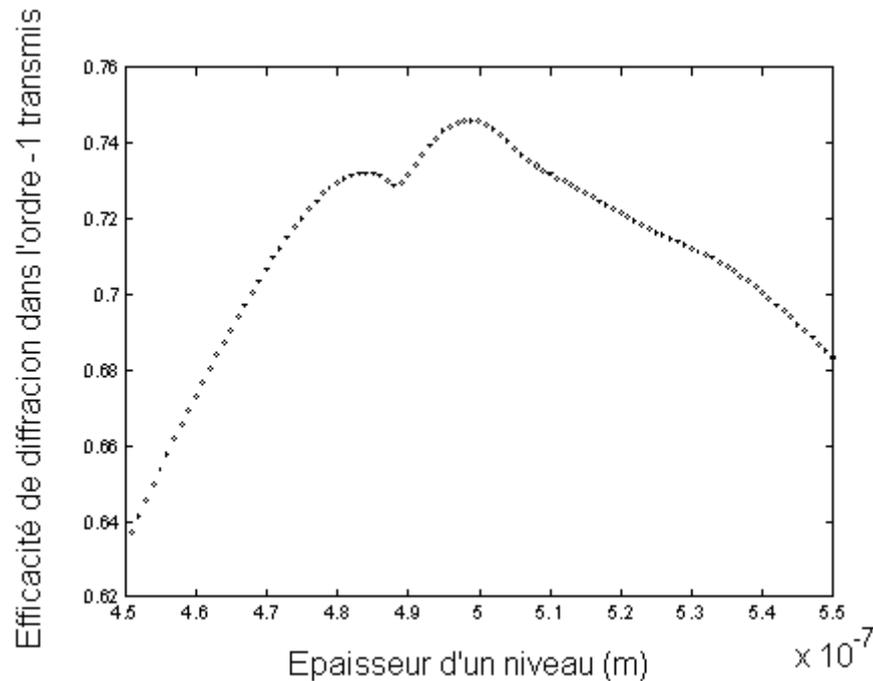


Figure 5.30 : Efficacité de diffraction dans l'ordre -1 transmis par un réseau à 4 niveaux en fonction de l'épaisseur d'un niveau. Le réseau est inscrit dans une couche sol-gel de  $3 \mu\text{m}$  d'épaisseur déposée sur un substrat en silice de 1 mm d'épaisseur.

### 5.5.2.2 Paramètres laser

Les profondeurs à usiner dans le matériau sol-gel étant définies, il s'agit de choisir les paramètres de l'émission laser qui permettent d'ablater ces profondeurs. Suite à la calibration du matériau sol-gel (profondeur usinée en fonction de la densité d'énergie et du nombre d'impulsions) et aux observations sur la qualité de l'usinage, le choix des paramètres d'usinage se fait de la manière suivante :

- choix de la densité d'énergie qui permet, avec un nombre d'impulsions laser le plus faible possible, d'obtenir les profondeurs requises. Lors de l'exécution du fichier contenant le motif du masque n°1, la profondeur théorique à ablater est de  $1,0 \mu\text{m}$ . On cherche à cet effet dans la calibration du matériau, les paramètres qui permettent de se rapprocher au maximum de cette valeur. Pour l'exécution du fichier contenant le motif du masque n°2, la profondeur théorique à ablater est de  $0,5 \mu\text{m}$ .
- la fréquence de l'émission laser est généralement de 100 Hz.
- un gaz d'assistance (argon sous pression de 1 bar) couvre la zone d'usinage durant l'ablation pour obtenir une meilleure précision sur la gravure et une meilleure répétabilité.

### 5.5.3 Résultats

Nous avons réalisé plusieurs essais de gravure de composants diffractifs à deux et quatre niveaux dans un matériau sol-gel afin de démontrer la validité de la méthode proposée. Deux reconstructions ont été choisies à cet effet : un cercle dans l'axe et huit points sur un cercle hors d'axe. Les résultats des reliefs de surface obtenus et des reconstructions observées sont présentés dans ce paragraphe.

#### 5.5.3.1 Relief de surface

Des exemples typiques du résultat de la gravure de composants diffractifs par ablation laser dans une couche sol-gel sont visibles sur les figures suivantes. Un composant binaire de  $128 \times 128$  pixels est présenté sur la figure 5.31 (images au microscope optique). Le pixel élémentaire est un carré de  $10 \mu\text{m}$  de côté. Un composant à quatre niveaux, constitué de  $32 \times 32$  pixels avec un pixel élémentaire de  $25 \mu\text{m}$ , est visible sur la figure 5.32 (image au microscope optique et profil 3D mesuré par CPM). Les trois profondeurs usinées sont bien distinctes. On peut noter les espacements visibles entre deux pixels consécutifs, dû à un motif élémentaire sensiblement plus petit que les spécifications. Avec ce motif, l'espacement est d'environ  $2 \mu\text{m}$ . Il est d'environ  $1 \mu\text{m}$  avec le motif carré de côté  $10 \mu\text{m}$ . Il est donc nécessaire de modifier les fichiers de pilotage des platines de déplacement pour supprimer l'espace laissé libre entre les pixels.

La coloration du film sol-gel observée dans les zones usinées est attribuée à l'oxydation du titane présent dans le matériau. Initialement, l'ajout d'un oxyde de titane dans la formulation du matériau était justifié par le besoin d'un indice de réfraction élevé pour une application de guides d'ondes. Au cas où cette coloration du film diminuerait la transmission du composant dans le proche infrarouge, il serait toujours possible de supprimer le titane de la formulation, tout en travaillant sur un recuit approprié du matériau (température et durée) pour obtenir la condensation voulue.

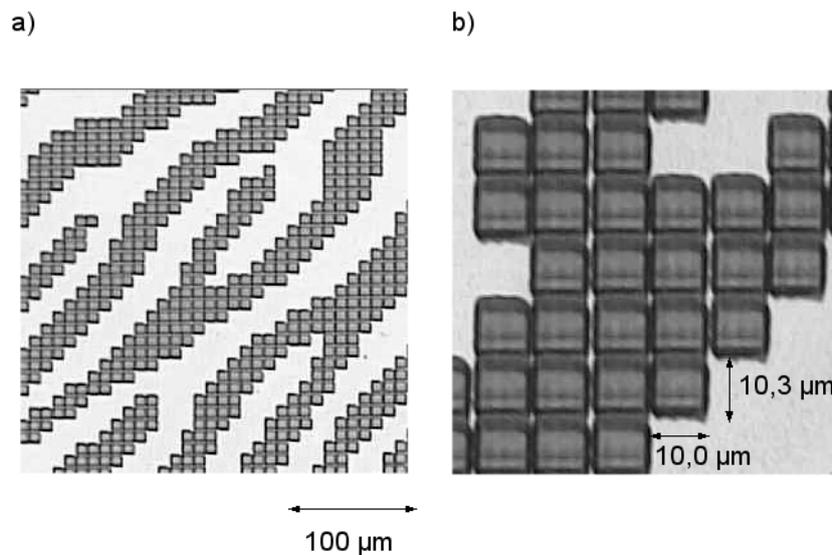


Figure 5.31 : Images au microscope optique d'un élément diffractif à deux niveaux de phase constitué de  $128 \times 128$  pixels, pixel élémentaire de  $10 \mu\text{m}$  de côté.

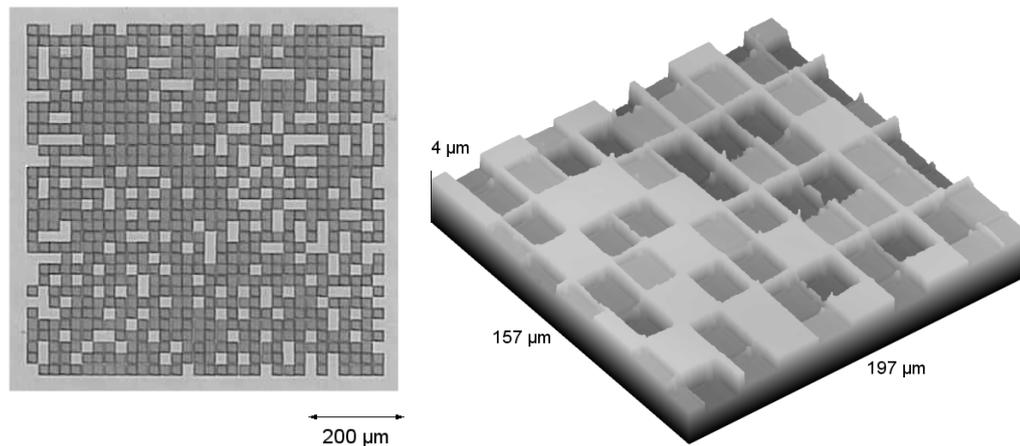


Figure 5.32 : Image au microscope optique (gauche) et profil 3D mesuré par CPM (droite) d'un élément diffractif à quatre niveaux de phase constitué de  $32 \times 32$  pixels, pixel élémentaire de  $25 \mu\text{m}$  de côté.

Le détail des épaisseurs mesurées pour chaque niveau est disponible dans le tableau 5.1. Les épaisseurs moyennes mesurées pour les niveaux 1 et 2 sont dans la tolérance de  $\pm 25 \text{ nm}$ . Par contre l'épaisseur moyenne du niveau 3 est en-dehors de cette tolérance. Comme cela a déjà été remarqué pour la calibration du matériau sol-gel, la rugosité est élevée et sa valeur augmente avec la profondeur usinée. L'effet sur la reconstruction est une augmentation du bruit.

	Profondeur moyenne mesurée ( $\mu\text{m}$ )	Profondeur théorique ( $\mu\text{m}$ )	Différence profondeur ( $\mu\text{m}$ )	Ecart-type sur la profondeur ( $\mu\text{m}$ )	Rugosité Rt de la zone usinée ( $\mu\text{m}$ )
Niveau 1	0,519	0,500	0,019	0,014	0,048
Niveau 2	0,983	1,000	0,017	0,031	0,096
Niveau 3	1,457	1,500	0,043	0,051	0,192

Tableau 5.1 : Mesures des profondeurs usinées dans le matériau sol-gel pour la fabrication d'un élément diffractif à quatre niveaux.

### 5.5.3.2 Reconstructions

Afin d'avoir un aperçu des fonctions encodées dans les composants diffractifs, les reconstructions ont été testées dans le proche infrarouge, avec un faisceau issu d'un laser solide Nd:YVO<sub>4</sub> émettant à  $1,064 \mu\text{m}$ .

Les reconstructions du cercle dans l'axe, présentées sur la figure 5.33, sont le résultat de composants optiques diffractifs à quatre niveaux constitués de  $32 \times 32$  pixels. La dimension du pixel élémentaire est respectivement de  $10 \mu\text{m}$  pour la reconstruction 5.33a et  $25 \mu\text{m}$  pour la reconstruction 5.33b. Une lentille de focale  $100 \text{ mm}$  est placée directement après le composant diffractif. La reconstruction est visualisée au moyen d'un écran placé dans l'axe optique et d'une caméra CCD. L'émission laser pulsée (fréquence  $50 \text{ kHz}$ , durée d'impulsion  $15 \text{ ns}$ ) est de faible puissance moyenne ( $0,6 \text{ W}$ ) pour ces essais. Le facteur de qualité  $M^2$  est spécifié par le constructeur Spectra-Physics inférieur  $1,2$ . La divergence est spécifiée inférieure à  $3,0 \text{ mrad}$ . Le faisceau est polarisé linéairement et son diamètre est de  $600 \mu\text{m}$ . Le

## 5.5 Fabrication de composants diffractifs

faisceau direct en sortie de cavité a été utilisé pour les reconstructions, sans filtrage spatial préalable.

La forme encodée est bien visible. La conception étant symétrique et centrée sur l'axe, les ordres +1 et -1 sont superposés. On peut noter la variation de la dimension de l'image reconstruite en fonction de la dimension du pixel élémentaire. Les paramètres géométriques du composant et l'adéquation avec le diamètre du faisceau incident ( $600\ \mu\text{m}$ ) ne sont toutefois pas optimaux. Le diamètre du faisceau incident est supérieur à la taille du composant pour la reconstruction 5.33a ( $320\ \mu\text{m}$  de côté), ce qui explique la forte intensité dans l'ordre zéro, au centre de l'image reconstruite. D'autre part, l'augmentation de la taille du composant à  $64\times 64$  pixels, voir à  $128\times 128$  pixels, permettrait un meilleur échantillonnage de l'image et donc une réduction de l'intensité dans les ordres supérieurs de diffraction.

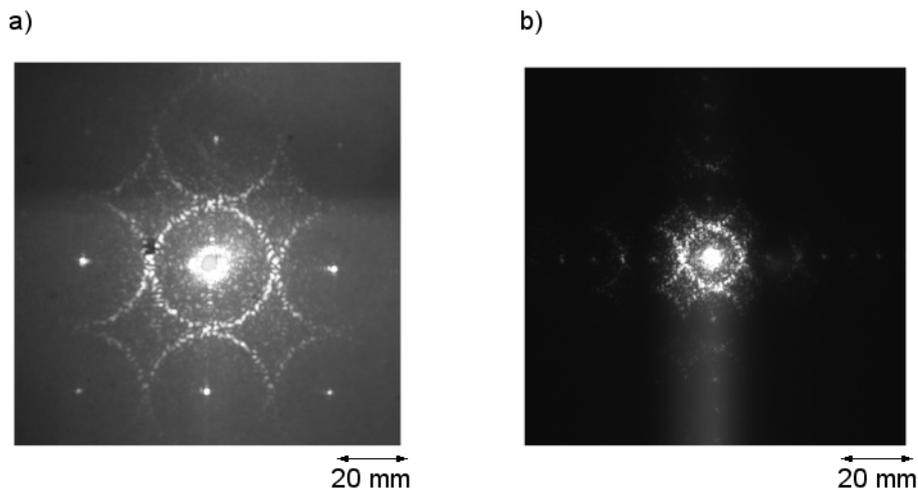


Figure 5.33 : Reconstruction du cercle dans l'axe ( $\lambda = 1,064\ \mu\text{m}$ ), élément diffractif à quatre niveaux de  $32\times 32$  pixels, usiné avec un pixel élémentaire de  $10\ \mu\text{m}$  (a) et  $25\ \mu\text{m}$  (b).

La reconstruction de la forme constituée de huit points sur un cercle hors d'axe a été testée dans le visible à  $633\ \text{nm}$  (laser HeNe). Bien que cette longueur d'onde ne soit pas adaptée, puisque l'élément diffractif a été usiné pour un fonctionnement dans le proche infrarouge, il est possible d'avoir rapidement un aperçu du résultat. La profondeur à usiner est en effet fonction de la longueur d'onde d'utilisation du composant diffractif. Le faisceau a été utilisé directement en sortie de la cavité laser, sans filtrage spatial. La reconstruction de la forme, codée dans un composant diffractif binaire de  $128\times 128$  pixels, usiné avec un pixel élémentaire de  $10\ \mu\text{m}$ , est visible sur la figure 5.34. On observe les ordres +1 et -1 d'égale intensité de part et d'autre de l'ordre zéro. L'efficacité de diffraction réelle est estimée à quelques pourcents. Le bruit est fortement présent dans la reconstruction.

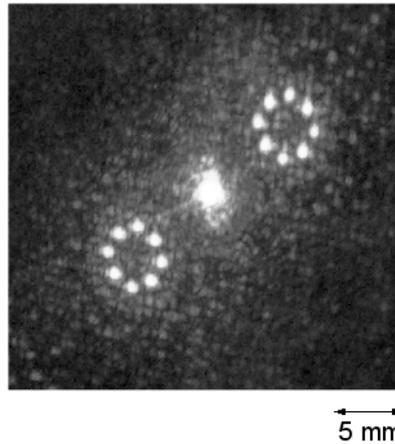


Figure 5.34 : Reconstruction de la forme constituée de 8 points sur un cercle hors de l'axe ( $\lambda = 633$  nm), élément diffractif binaire de  $128 \times 128$  pixels, usiné avec un pixel élémentaire de  $10 \mu\text{m}$ .

### 5.5.4 Conclusion sur la fabrication de composants diffractifs

Le moyen de fabriquer des composants diffractifs multi-niveaux par micro-usinage laser d'un matériau sol-gel a été présenté.

Les masques de photolithographie générés lors de la conception du composant sont utilisés pour usiner le motif correspondant au profil de phase calculé. Les paramètres d'usinage sont déterminés à partir de la calibration préalable du matériau sol-gel vis-à-vis de l'ablation laser. Dans la phase actuelle de démonstration du procédé, il était préférable de calibrer chaque échantillon avant la fabrication des composants optiques diffractifs, afin de s'assurer de la justesse des profondeurs usinées.

Les résultats des essais réalisés sont pertinents. Nous avons montré que le micro-usinage laser dans l'UV d'un matériau de sol-gel était compatible avec la réalisation d'éléments optiques diffractifs transmissifs multi-niveaux pour le proche infrarouge. Certaines améliorations sont encore à apporter, notamment au niveau de la qualité de l'usinage, pour augmenter les performances des composants. Toutefois la validité du procédé a pu être démontrée par la fabrication de plusieurs composants à deux et quatre niveaux.

## 5.6 Conclusion

Une méthode originale de réalisation de composants diffractifs multi-niveaux par micro-usinage laser de matériaux sol-gel hybrides a été présentée dans ce chapitre. Différents aspects ont été abordés afin de démontrer sa validité.

Les caractérisations menées sur le matériau sol-gel hybride, constitué d'un réseau inorganique (oxydes de silicium et de titane) et d'un réseau organique, ont révélé qu'il était particulièrement adapté à l'optique et résistant aux faisceaux laser de forte puissance à 1  $\mu\text{m}$ . Une étude de structuration de ce matériau par ablation laser a été réalisée sur une station de micro-usinage, à la longueur d'onde de 248 nm et pour des densités d'énergies inférieures à 1,5 J/cm<sup>2</sup>. Nous avons montré qu'il était possible de contrôler précisément la profondeur usinée dans le matériau sol-gel hybride, par la densité d'énergie et le nombre de tirs laser. Les meilleures résolutions en profondeurs observées expérimentalement sont autour de 100 nm, ce qui est compatible avec la réalisation dans ce matériau sol-gel hybride d'éléments optiques diffractifs multi-niveaux fonctionnant à une longueur d'onde de 1  $\mu\text{m}$ . Enfin, nous avons réalisé des essais de fabrication de composants optiques diffractifs en transmission à quatre niveaux de phase qui se sont révélés pertinents. Certaines améliorations sont encore à apporter, notamment pour augmenter la qualité de l'usinage et donc les performances des composants.

L'ensemble de la chaîne de fabrication du composant diffractif, de la préparation du substrat par procédé sol-gel à la gravure du relief de surface par ablation laser, a ainsi été analysé.

Comme toute méthode, celle-ci présente des avantages et des inconvénients. L'inconvénient principal est la durée de certaines étapes du procédé, telle que la préparation du substrat qui prend plusieurs jours et la gravure du relief de surface qui atteint plusieurs heures. Cependant, l'avantage inhérent au procédé sol-gel est la possibilité de contrôler la composition et les propriétés du matériau. De plus, de par la nature inerte du matériau sol-gel, le composant est directement utilisable après la structuration laser.

Le point fort de la méthode est son adaptation à la réalisation de prototypes ou de petites séries à moindre coût. Elle est donc appropriée aux contraintes d'une petite structure (laboratoire).

# Chapitre 6

## Synthèse et discussion

Le dernier chapitre de ce mémoire réunit les réponses apportées par la thèse aux objectifs initiaux de mise en forme d'un faisceau laser de puissance dans le proche infrarouge par un élément optique diffractif, pour une application en marquage laser.

Les points traités et résumés dans ce chapitre sont :

- la proposition et l'étude d'une application en marquage laser,
- le questionnement sur la détérioration de la fonction optique du composant diffractif par expansion thermique lors de l'exposition à de fortes puissances,
- l'adéquation du matériau sol-gel hybride à la structuration par ablation laser pour la fabrication de composants diffractifs et l'utilisation avec des faisceaux laser de puissance dans le proche infrarouge.

Le bilan de chacun de ces points est dressé dans les trois parties suivantes de ce chapitre. Une quatrième partie expose les perspectives identifiées dans la continuité du présent travail de thèse.

## 6.1 L'application en marquage laser

Afin de répondre à la problématique d'une mise en forme spatiale d'un faisceau laser de puissance, une application en marquage a été proposée. Le marquage laser est habituellement réalisé par le balayage du faisceau focalisé sur la surface à marquer. Le chapitre 3 de ce mémoire avait pour objectif de transposer les caractéristiques du marquage par balayage à un marquage par mise en forme du faisceau. Ceci nous a permis de connaître les densités d'énergie caractéristiques pour obtenir un effet de marquage dans un type de matériau, et par extension de calculer les paramètres nécessaires pour le faisceau laser incident sur le composant diffractif.

Le composant optique diffractif fonctionne en transmission. Le substrat considéré est en silice. On suppose qu'il est parfait d'un point de vue thermique, c'est-à-dire qu'il ne se déforme pas avec la chaleur.

La faisabilité de l'application en marquage par une mise en forme du faisceau avec un élément optique diffractif exige la connaissance de nombreux paramètres, liés au composant optique, au montage optique de reconstruction, aux caractéristiques du faisceau laser incident, à la surface et à la nature du matériau à marquer, etc. Dans un but de simplification, un paramètre global regroupant l'ensemble des critères a été défini.

La mise en forme proposée est une matrice d'identification en deux dimensions, similaire au codage Data Matrix. En effet cette mise en forme répond à la demande industrielle actuelle en terme de traçabilité de pièces et d'échange d'informations.

Les reconstructions proposées sont des matrices de dimensions  $16 \times 16$  cellules dont le taux de remplissage (le nombre de cellules éclairées lors de la reconstruction) est choisi entre 12,5 et 50 %. Une modification légère de ce type de reconstruction permet de la rendre compatible avec les spécifications du code Data Matrix (répartition spécifique de cellules éclairées pour créer des repères, codage des caractères alphanumériques).

Le marquage simultané de l'ensemble du code permettra un traitement rapide à cadence élevée. Des durées d'exposition de l'ordre de la dizaine de millisecondes ont été calculées dans un cas spécifique de mise en forme. L'énergie disponible après la mise en forme par un composant diffractif est dépendante de son efficacité de diffraction, elle-même liée au nombre de niveaux de la fonction de phase discrétisée. Un profil à quatre niveaux présente un bon compromis entre l'efficacité de diffraction et la difficulté de réalisation. Par rapport à la mise en forme du faisceau par un masque, le point-clé de cette technique de mise en forme est l'énergie nettement plus élevée disponible pour le marquage.

Concernant la qualité de la forme reconstruite, elle est en partie liée au facteur de qualité du faisceau laser comme cela a été vu au chapitre 1. Le facteur de qualité  $M^2$  du faisceau de reconstruction doit être inférieur à 2,0 afin que la forme reconstruite soit de qualité acceptable (uniformité, bruit).

Les lasers à fibre apparus au début des années 2000 présentent des facteurs de qualité proches de l'unité pour des puissances allant jusqu'à plusieurs kilowatts dans le proche infrarouge. La géométrie du milieu amplificateur (cœur d'une fibre optique) est particulièrement adaptée à l'évacuation de la chaleur, évitant ainsi les effets thermiques à l'origine de distorsions du faisceau.

Suite à l'étude des caractéristiques des lasers à fibre proposés sur le marché, le facteur  $M^2$  des faisceaux reste proche de 1,0 en émission continue jusqu'à une puissance de 1,5 kW et en émission pulsée jusqu'à une énergie émise de 2 mJ pour une puissance moyenne de 100 W. Ces faisceaux sont donc utilisables avec des éléments optiques diffractifs pour l'application en marquage laser que nous avons proposée. De plus, les niveaux de puissance que nous avons pris en compte pour le calcul des durées d'exposition sont inférieurs à ces limites. Il faut noter qu'aucune détérioration du composant exposé à de fortes puissances n'est considérée ici.

Un inconvénient du système de marquage avec un composant diffractif tel que nous l'avons décrit et étudié est son manque de flexibilité. Il faut en effet autant de composants diffractifs que de mises en forme souhaitées.

Une solution a été proposée dans le cas spécifique du marquage de codes d'identification alphanumériques. Elle consiste à réaliser sur un même support, de type disque, les 36 composants diffractifs correspondant chacun à la reconstruction d'une lettre ou d'un chiffre. La rotation du support permet de sélectionner la lettre ou le chiffre à marquer et de placer l'élément diffractif correspondant sur le trajet optique du faisceau de marquage. Le marquage du code complet se fait lettre par lettre, par la synchronisation entre la sélection de la lettre et le déplacement de l'échantillon après le marquage.

Une autre technique envisageable est l'utilisation d'un composant optique diffractif reconfigurable de type modulateur spatial de lumière. L'adressage électronique d'un tel composant permet d'en modifier la fonction optique. Ce point est détaillé dans le paragraphe 6.4.2 de ce chapitre.

Nous avons défini l'ensemble des éléments requis pour le marquage laser par mise en forme spatiale du faisceau avec un élément optique diffractif. L'application en marquage de codes d'identification bidimensionnels a été exposée. Les sources laser à fibre identifiées présentent un facteur de qualité du faisceau dans le proche infrarouge compatible avec l'utilisation d'un élément optique diffractif. Les niveaux de puissance auxquels le composant diffractif doit être exposé pour obtenir le marquage ont été calculés. L'étape suivante a alors consisté à déterminer si le composant optique diffractif en silice pouvait être détérioré lors de l'exposition à ces puissances.

## 6.2 L'exposition du composant diffractif à de fortes puissances

Les conditions pour le marquage laser par mise en forme du faisceau avec un élément optique diffractif ont été déterminées en supposant que le composant diffractif ne subissait aucune détérioration lors de l'exposition à de fortes puissances. Cependant avec les niveaux de puissance mis en œuvre pour cette application, un échauffement du composant diffractif semble inévitable. Nous nous sommes alors interrogés sur l'amplitude des déformations par expansion thermique des microstructures du relief de surface de ce composant et l'impact sur sa fonction optique.

L'objectif du chapitre 4 était d'étudier le comportement d'un composant optique diffractif simple exposé à une forte puissance laser. A cet effet, nous avons analysé un réseau binaire monodimensionnel inscrit dans un substrat en silice par simulations thermomécaniques (méthode des éléments finis) et électromagnétiques rigoureuses (méthode modale de Fourier). Pour le comportement thermomécanique du composant, le faisceau laser est modélisé par une source de chaleur continue uniforme dont la puissance moyenne et la durée d'exposition sont les paramètres variables. Dans le cas étudié, les déformations maximales du réseau sont de l'ordre de 70 nm pour une puissance moyenne allant jusqu'à 1 kW et une durée d'exposition allant jusqu'à 100 s. Pour comparaison, des simulations électromagnétiques rigoureuses ont été menées en parallèle sur le même réseau afin de connaître son efficacité de diffraction. Nous avons notamment déterminé une tolérance de  $\pm 80$  nm sur la profondeur du réseau pour le maintien de son efficacité de diffraction dans l'ordre 1 au-dessus de 38,5 %. L'ordre de grandeur des déformations par expansion thermique est comparable à cette tolérance. Les effets de la déformation du réseau soumis à une exposition laser de forte puissance sont donc comparables aux erreurs de fabrication du réseau. Bien que les déformations ne soient pas négligeables, leur effet reste limité pour la gamme de puissance et de durée d'exposition spécifiée (1kW, 100 s respectivement).

Par rapport à l'application en marquage laser que nous avons définie, les niveaux de puissance et les durées d'exposition requis sont inférieurs aux limites de fonctionnement correct du composant diffractif. Un composant diffractif en silice peut donc être utilisé en toute sécurité pour cette application. L'intérêt porté à la mise en forme d'un faisceau laser de puissance par un élément diffractif pour une application en marquage trouve donc sa justification.

Une future piste d'étude pour approfondir ce point porte sur l'estimation de l'efficacité de diffraction d'un réseau dont le profil est déformé par l'expansion thermique. Ce profil n'est pas une fonction simple, le centre du réseau étant davantage déformé que les bords.

L'étude thermomécanique en simulation a été faite avec un substrat en silice fondue qui est un matériau optique dont les paramètres thermiques et mécaniques, nécessaires pour la simulation numérique du comportement thermomécanique, sont bien connus.

Les composants diffractifs ont cependant été réalisés dans une couche mince de sol-gel hybride. La modélisation de ce matériau non commercial n'est pas aisée. Les paramètres thermiques et mécaniques ne sont pas tabulés. Certains paramètres ont pu être mesurés (cf. chapitre 5). Pour les autres, la mesure n'a pas été possible soit parce que la contrainte sur l'échantillon n'a pas pu être satisfaite (forme spécifique), soit parce que l'équipement de mesure n'était pas disponible. Faire une estimation de ces paramètres par une interpolation entre les valeurs de la silice fondue et celles du PMMA, qui sont les matériaux les plus

proches du sol-gel hybride ne semble d'autre part pas une bonne méthode. Le résultat de la déformation dépend en effet fortement de la valeur du coefficient d'expansion thermique. Or il y a deux ordres de grandeur d'écart sur la valeur de ce coefficient entre la silice fondue et le PMMA. Une simulation valide, c'est-à-dire proche de la réalité, n'a donc pas de sens par cette méthode.

L'étude théorique de faisabilité de marquage laser est cohérente pour un composant diffractif inscrit dans un substrat en silice fondue. Avec un tel composant utilisé dans les conditions de puissance et de durée d'exposition définies pour le marquage laser, les déformations par expansion thermique n'ont pas d'effet significatif sur le résultat de la mise en forme.

Les contraintes liées à la fabrication à moindre coût de prototypes d'éléments optiques diffractifs nous ont cependant poussé à rechercher un matériau mieux adapté que la silice fondue au micro-usinage par ablation laser. Nous avons étudié un substrat sol-gel hybride organique/inorganique à cet effet. Ce type de substrat est largement répandu pour une utilisation en tant que matériau pour l'optique. De plus, l'exposition à des densités de puissance moyenne de plusieurs kW/cm<sup>2</sup> dans le proche infrarouge s'est révélée sans dommages, ce qui a été un point supplémentaire en faveur de l'emploi de ce substrat pour l'application visée.

## **6.3 Le matériau sol-gel hybride peut-il répondre à la problématique ?**

Nous avons pu tester, en collaboration avec l'IPCMS où l'on étudie de nouveaux matériaux pour l'optique, les potentialités d'un matériau sol-gel hybride organique/inorganique pour la fabrication de composants optiques diffractifs à relief de surface par micro-usinage laser. Les caractéristiques du matériau sol-gel hybride et de la méthode de micro-usinage laser pour la fabrication de composants optiques diffractifs sont récapitulées ci-dessous.

### **6.3.1 Récapitulatif des caractéristiques du matériau sol-gel hybride**

Nous avons proposé un matériau sol-gel hybride, composé d'oxydes de silicium et de titane ainsi que d'une phase organique, comme substrat pour la réalisation de composants diffractifs. De nombreux travaux sur la réalisation de composants optiques dans des matériaux sol-gel hybrides sont à l'origine de ce choix prometteur (cf. chapitre 2).

Ce matériau non commercial est préparé à partir de précurseurs moléculaires sur lesquels sont effectuées des réactions d'hydrolyse et de condensation du procédé sol-gel. L'addition de molécules polymérisables à la formulation initiale conduit à un matériau hybride constitué à la fois d'un réseau inorganique, qui lui confère des propriétés proches de celles d'un verre, et d'un réseau organique, dont les propriétés sont similaires à celles de polymères. Les échantillons fins se présentent sous la forme d'une couche mince de sol-gel hybride polymérisé (quelques micromètres d'épaisseur) déposée sur un substrat de silice. Une durée assez longue d'environ trois jours est nécessaire pour atteindre ce résultat. Mais le procédé a l'avantage de permettre un contrôle de la composition et des propriétés de la couche de sol-gel (notamment de l'indice de réfraction).

Le chapitre 5 de ce mémoire a fait l'objet de l'étude sur le matériau sol-gel hybride (propriétés, adéquation au micro-usinage laser dans l'ultraviolet, fabrication de composants diffractifs multi-niveaux). Ses propriétés (taux de transmission dans le visible et le proche infrarouge, indice de réfraction, rugosité de la couche mince) en font un matériau adapté pour l'optique. De plus les échantillons ne subissent pas de dommages lors de l'exposition à des niveaux de puissance élevés dans le proche infrarouge ( $6,5 \times 10^3$  W/cm<sup>2</sup> puissance moyenne,  $24,5 \times 10^3$  W puissance crête, des puissances plus élevées n'ont pas été testées).

La méthode de fabrication que nous avons sélectionnée est la gravure directe du relief de surface par ablation laser dans l'ultraviolet. Aucun résultat de cette méthode appliquée à la structuration d'un matériau sol-gel hybride n'apparaît à l'heure actuelle dans la littérature.

Les études menées avec un laser à excimères KrF (longueur d'onde 248 nm, impulsion de 6 ns) ont montré que le matériau sol-gel hybride était parfaitement adapté à l'ablation laser à faible densité d'énergie (inférieure à 1,5 J/cm<sup>2</sup>). Nous avons notamment montré que la profondeur usinée pouvait être contrôlée par la densité d'énergie du faisceau et le nombre d'impulsions. La meilleure résolution est autour de la centaine de nanomètres, ce qui rend cette méthode valable pour la fabrication de composants diffractifs transmissifs multi-niveaux. Il faut noter que la résolution obtenue semble actuellement limitée par la qualité du faisceau laser employé.

Le comportement du matériau sol-gel lors de l'ablation laser est similaire à celui d'un polymère. Son seuil d'ablation est de l'ordre de  $100 \text{ mJ/cm}^2$ . Des flancs proches de la verticale et une surface présentant peu de déchets d'ablation redéposés après l'usinage sont les caractéristiques des surfaces usinées. La rugosité des surfaces usinées est toutefois élevée. Le faisceau laser en est vraisemblablement la cause. Une amélioration de l'uniformité de sa distribution d'intensité devrait permettre de réduire cette rugosité.

La méthode a été appliquée à l'usinage de composants diffractifs transmissifs à quatre niveaux pour une utilisation dans le proche infrarouge. Les résultats sont pertinents, des améliorations sont toutefois encore à apporter (homogénéité du faisceau, répétabilité des platines de déplacement) pour augmenter la qualité de l'usinage et donc les performances des composants.

En conclusion, la méthode de fabrication de composants diffractifs par gravure laser d'un substrat sol-gel hybride est validée par les travaux effectués durant la thèse et le matériau sol-gel répond à la problématique.

### **6.3.2 Avantages et inconvénients de la méthode de micro-usinage laser de matériaux sol-gel hybrides**

Les avantages et les inconvénients de la méthode de micro-usinage laser de matériaux sol-gel hybrides sont listés et discutés dans ce paragraphe.

L'inconvénient majeur de la méthode proposée est le délai relativement long, à la fois pour la préparation de l'échantillon avec une couche mince de sol-gel hybride et pour la gravure du relief de surface du composant diffractif.

Comme cela a été vu précédemment, la méthode de préparation de l'échantillon présente toutefois l'avantage inhérent au procédé de pouvoir contrôler la composition et les propriétés de la couche mince. Dans une perspective de production industrielle, bien que le délai de production des échantillons reste identique, les échantillons sont produits en masse ce qui peut en partie pallier ce problème. De plus, par la nature contrôlée de la production, les propriétés des échantillons présentent une meilleure répétabilité. La calibration individuelle de chaque échantillon par rapport à l'ablation laser ne sera alors plus nécessaire.

Pour ce qui est de la gravure du relief de surface, l'ablation pixel par pixel du motif complet peut s'avérer très longue suivant la dimension totale du composant, la dimension du motif élémentaire, les paramètres lasers (le nombre d'impulsions pour atteindre une certaine profondeur), le nombre de niveaux du profil de phase. La gravure peut ainsi durer plusieurs heures. Par contre, compte tenu de la nature inerte de l'échantillon sol-gel hybride, le composant diffractif est utilisable directement après la structuration par laser.

Cette méthode de fabrication de composants diffractifs à relief de surface par micro-usinage laser est particulièrement flexible. Une simple modification du programme d'usinage (déplacement des platines et densité d'énergie du faisceau) permet d'usiner un composant diffractif différent. La méthode est destinée à la fabrication de prototypes ou de petites séries.

Concernant le système d'usinage, un laser à excimères a été associé à la projection avec réduction d'un masque contenant le motif élémentaire. Pour la fabrication de composants optiques diffractifs fonctionnant à la longueur d'onde de  $1 \mu\text{m}$ , la dimension du motif élémentaire carré est de 10 ou 25  $\mu\text{m}$ . Il a été montré que la structuration submicrométrique par ablation était possible avec un laser à excimères (émission à 248 nm et 193 nm)

### 6.3 Le matériau sol-gel hybride peut-il répondre à la problématique ?

[Ihlemann.05]. La fabrication par la méthode de gravure par ablation laser de composants diffractifs pour des longueurs d'ondes plus courtes est donc envisageable avec ce type de sources laser.

Les coûts de fabrication d'un composant diffractif par la méthode que nous avons proposée restent attractifs. Pour la préparation des échantillons, le matériel est relativement réduit (verrerie, étuve, dépôt par centrifugation). Les produits nécessaires comprennent les précurseurs moléculaires et divers solvants. A titre indicatif, l'offre de prix chez Aldrich pour le précurseur le plus onéreux (MAPTMS) est de 65,00 € pour un flacon de 100 mL, qui permet de réaliser environ une centaine d'échantillons.

Pour l'usinage du matériau sol-gel hybride dans l'ultraviolet, l'énergie délivrée par le laser n'a pas besoin d'être élevée. La densité d'énergie nécessaire pour l'ablation doit être comprise entre 100 mJ/cm<sup>2</sup> (seuil d'ablation du matériau) et environ 1,5 J/cm<sup>2</sup>. Un petit laser à excimères est donc approprié pour ces travaux. Pour exemple, le coût horaire d'utilisation de la station de micro-usinage ProMaster d'Optec, utilisée pour les travaux de la thèse, revient à 16,00 € pour le centre IREPA LASER. L'ensemble reste compétitif par rapport aux techniques lithographiques.

Finalement, la méthode proposée est avantageuse pour une petite structure de type laboratoire qui ne cherche à réaliser que de petites séries. Un compromis est à faire entre les coûts et les durées de fabrication des composants optiques diffractifs.

La méthode de gravure directe par ablation laser peut être étendue à d'autres matériaux présentant de bonnes caractéristiques pour l'ablation laser et des propriétés optiques adaptées à l'application. Des précautions sont à prendre en fonction de la longueur d'onde à laquelle sont destinés les composants diffractifs. Elle conditionne en effet la dimension du motif élémentaire.

## 6.4 Perspectives

Plusieurs pistes peuvent être envisagées dans le sillage de ce projet. Les perspectives analysées portent sur :

- l'utilisation du composant diffractif usiné dans le substrat de sol-gel hybride comme empreinte pour le procédé de réplique,
- la mise en forme du faisceau laser par un élément optique diffractif reconfigurable,
- la fabrication par la méthode d'ablation laser dans l'ultraviolet de composants optiques passifs et actifs, de circuits d'optique intégrée.

Les différents points sont exposés plus en détail dans cette partie.

### 6.4.1 Empreinte pour le procédé de réplique

Le composant diffractif usiné dans le matériau sol-gel hybride est utilisable directement après sa gravure pour mettre en forme un faisceau laser. Nous proposons également de l'utiliser comme empreinte pour le procédé de réplique en masse du motif. Cette technique a été présentée succinctement au chapitre 2 de ce mémoire et consiste à reproduire les microstructures du relief de surface d'un composant diffractif dans un matériau tendre (polymère) par embossage ou moulage.

Pour l'embossage, le composant diffractif en sol-gel n'est pas utilisable directement. Il faut, à partir de ce premier composant en sol-gel, générer un moule en nickel qui constituera l'empreinte. Ce moule en nickel présente en effet de très bonnes caractéristiques mécaniques. En pratique, pour réaliser le moule il faut d'abord déposer sur le composant en sol-gel une couche d'argent d'une épaisseur d'une cinquantaine de nanomètres, dont le rôle est double. Elle assure en effet une bonne adhésion du nickel par la suite et permet de rendre le substrat conducteur pour l'opération de dépôt du nickel par électroformage. Le dépôt de la couche épaisse de nickel, environ 300  $\mu\text{m}$ , peut ensuite être effectué.

Par la technique dénommée « nanoimprint », le composant diffractif en sol-gel peut être directement utilisé comme empreinte. Dans ce cas, un polymère liquide est déposé sur un substrat. L'empreinte est pressée sur le polymère, qui est simultanément réticulé sous exposition UV pour le rendre solide.

L'empreinte est une pièce unique. Sa réalisation pose également la problématique de l'adéquation entre la quantité et le coût de fabrication. La pièce est onéreuse lorsqu'elle est réalisée par des techniques lithographiques. La réduction de son coût par des techniques alternatives telles que le matériau sol-gel hybride structuré par laser apporte une solution satisfaisante.

### 6.4.2 Élément optique diffractif reconfigurable

Une piste attrayante porte sur l'utilisation d'éléments optiques diffractifs dynamiques. Il serait en effet commode de pouvoir contrôler la fonction optique de l'élément diffractif en temps réel, de préférence par des moyens électroniques. Ceci est possible avec les modulateurs spatiaux de lumière (spatial light modulators SLM) qui peuvent moduler l'amplitude, la phase ou l'état de polarisation de l'onde incidente. Cependant, bien que des travaux rapportent la

correction de front d'un faisceau laser femtoseconde de forte énergie au moyen d'un SLM [Wattellier.01], ces composants ne semblent pas actuellement adaptés à une utilisation avec un faisceau laser de puissance en émission continue ou quasi-continue (taux de répétition de plusieurs dizaines de kilohertz) à la longueur d'onde de 1  $\mu\text{m}$ . En effet, les modulateurs à cristaux liquides sont fortement sensibles à une variation de température, qui semble inévitable avec ce type de faisceau. D'autres points sont également à considérer : le couplage entre la modulation de phase et la modulation d'amplitude, la modulation uniquement binaire (bien qu'il soit actuellement possible d'obtenir des niveaux de gris avec un modulateur binaire), la dimension des pixels du modulateur qui est supérieure ou égale à 10  $\mu\text{m}$  [Madec.06]. Ces points en font un élément relativement peu adapté à l'utilisation en tant qu'élément diffractif reconfigurable pour la mise en forme du faisceau de puissance dans le proche infrarouge.

L'optique adaptative présente une autre voie possible pour cette approche. Le contrôle adaptatif du front d'onde est utilisé pour corriger les aberrations induites par l'atmosphère dans les systèmes astronomiques d'imagerie. Ceci est réalisé par un miroir à membrane déformable. La surface du miroir est ajustée de manière à compenser les aberrations au moyen d'actuateurs placés sur la face arrière. La question de l'échauffement d'un tel composant utilisé avec un faisceau de puissance se pose également, mais elle semble moins défavorable dans le cas d'une surface fortement réfléchissante. Des travaux ont déjà été réalisés pour la mise en forme spatiale d'un faisceau laser avec un miroir déformable (cf. chapitre 2). La transformation d'un faisceau gaussien circulaire en un faisceau uniforme de section rectangulaire a été montrée par cette technique [Nemoto.96] [Nemoto.97.2].

Enfin, d'autres dispositifs peuvent être envisagés : matrices de micro-miroirs, matrices à puits quantiques multiples, modulateurs acousto-optiques ou magnéto-optiques.

La question de la mise en œuvre de composants diffractifs reconfigurables avec des faisceaux laser de puissance nécessite un approfondissement plus conséquent que les considérations présentées ici afin de définir la validité de la méthode.

### 6.4.3 Fabrication de circuits d'optique intégrée

Concernant le matériau sol-gel hybride que nous avons expérimenté pour la fabrication de composants optiques diffractifs, on peut envisager d'étendre son application à d'autres composants optiques et circuits d'optique intégrée.

La fabrication de guides d'ondes, de coupleurs, etc., par ablation laser dans l'ultraviolet est appropriée. Le faisceau laser est employé pour enlever la matière autour du futur guide d'ondes sans l'altérer puisqu'il n'est pas directement exposé au faisceau. De même, la fabrication de dispositifs actifs est possible. L'ajout de molécules dopantes au matériau sol-gel hybride permet la modulation électro-optique ou opto-optique du signal [Chen.03] [Steier.99] [Zhang.04] [Zhang.05]. Un exemple de commutation thermo-optique a été présenté au chapitre 2 [Buestrich.01]. La combinaison d'un matériau sol-gel hybride actif avec le micro-usinage laser offre ainsi de nombreuses perspectives pour ces applications.

# Conclusion

Ce travail de thèse poursuit le développement des applications de mise en forme de faisceaux laser de puissance par des composants optiques diffractifs. L'étude que nous avons menée sur une application en marquage laser dans le proche infrarouge (longueur d'onde 1  $\mu\text{m}$ ) apporte des réponses sur cette thématique.

Les sources laser à fibre commercialisées depuis le début des années 2000 émettent à cette longueur d'onde un faisceau dont le facteur de qualité est proche de l'unité pour des puissances de plusieurs kilowatts. Il est depuis lors envisageable d'utiliser un composant optique diffractif, qui requiert une telle qualité de faisceau pour une exploitation optimale, dans le but de modifier la répartition d'intensité du faisceau de forte puissance émis.

Le montage optique que nous avons proposé pour cette application est basé sur un élément optique diffractif à relief de surface gravé dans un substrat en silice et fonctionnant en transmission. La discrétisation de la fonction de phase en quatre niveaux assure une efficacité de diffraction théorique du composant de l'ordre de 80 %. La forme que nous avons choisie de donner au faisceau est similaire au codage bidimensionnel Data Matrix. L'information est codée dans une matrice dont chaque cellule peut prendre deux valeurs. Dans le cas du marquage par laser, la cellule est, ou non, marquée sur le matériau. L'ensemble de la matrice est marqué simultanément sur la pièce, ce qui autorise l'augmentation des cadences de production. Cette application spécifique a été proposée en réponse à une demande industrielle identifiée en terme de traçabilité.

L'étude a consisté à déterminer d'une part les niveaux de puissance incidente sur le composant optique diffractif pour effectuer l'application et d'autre part le domaine de fonctionnement sans détérioration de ce composant sous forte puissance laser.

Les paramètres laser mis en œuvre pour le marquage par balayage du faisceau (vitesse de balayage, densité d'énergie) ont été transposés au cas du marquage par mise en forme à l'aide d'un composant optique diffractif. Nous avons ainsi pu estimer les durées d'exposition théoriques pour marquer une forme spécifique sur un matériau, en fonction des nombreux paramètres liés au composant optique, au montage optique de reconstruction, aux caractéristiques du faisceau laser incident, à la surface et à la nature du matériau à marquer. Pour marquer une matrice de codage telle qu'elle a été définie sur un plastique polyamide avec un laser à fibre d'énergie 1 mJ et de puissance moyenne 20 W, les durées d'exposition sont de l'ordre de la dizaine de millisecondes. L'application proposée paraît donc réalisable.

Lors de l'exposition à de fortes puissances laser, le composant optique diffractif est cependant sujet à des déformations induites par l'expansion thermique du matériau. Nous avons estimé ces déformations pour un réseau binaire monodimensionnel en silice. L'amplitude maximale des déformations est de l'ordre de 70 nm, pour une exposition à une source de chaleur d'une puissance moyenne de 1 kW pendant 100 secondes. Pour caractériser ces déformations, nous les avons comparées à la tolérance de fabrication sur la profondeur du réseau, calculée par une méthode électromagnétique rigoureuse. Il est apparu que les déformations restaient inférieures à la tolérance sur la profondeur du réseau pour l'échauffement étudié, ce qui nous a permis de conclure qu'elles ne détérioraient pas la fonction optique du composant.

L'étude des déformations par expansion thermique d'un composant optique diffractif en silice combinée à celle de l'application en marquage de codes d'identification bidimensionnels aboutit à des conclusions positives quant à la faisabilité d'une telle application. L'utilisation d'un composant optique diffractif soumis à de fortes puissances laser apparaît notamment possible sans détérioration.

La réalisation de l'application nécessite la fabrication du composant optique diffractif. Notre choix s'est porté sur une méthode de gravure directe du relief de surface par micro-usinage laser, moins onéreuse que la lithographie. Nous avons choisi comme substrat un matériau hybride organique/inorganique obtenu par procédé sol-gel, dont les propriétés sont particulièrement adaptées à l'utilisation visée. Le taux de transmission et le seuil de dommage dans le proche infrarouge sont en effet compatibles avec l'application.

L'étude que nous avons menée sur la structuration de ce substrat par ablation laser dans l'ultraviolet s'est révélée fructueuse. Le matériau sol-gel hybride est adapté à l'ablation laser à faible densité d'énergie. Nous avons montré que le contrôle précis de la profondeur usinée était possible par la densité d'énergie du faisceau et par le nombre d'impulsions. La meilleure résolution observée est de l'ordre de la centaine de nanomètres, compatible avec la fabrication de composants optiques diffractifs. Les fortes rugosités observées dans les zones usinées sont attribuées aux inhomogénéités du faisceau employé pour l'usinage. Elles devraient pouvoir être réduites sans difficulté après l'optimisation de l'uniformité du faisceau.

Cette méthode originale a été appliquée à la fabrication de composants optiques diffractifs multi-niveaux pour le proche infrarouge. Il reste à apporter certaines améliorations pour augmenter la qualité de l'usinage, ce qui permettra d'obtenir des composants plus performants. Les résultats obtenus permettent toutefois déjà de valider le procédé, méthode de fabrication et substrat hybride sol-gel, pour la réalisation de composants optiques diffractifs.

La faisabilité théorique de l'application en marquage laser dans le proche infrarouge par la mise en forme du faisceau par un composant optique diffractif ayant été montrée, plusieurs perspectives peuvent être envisagées à la suite de ces travaux. Les différentes pistes à explorer sont l'utilisation du composant optique diffractif comme empreinte pour les étapes du procédé de fabrication en masse (réplication), la possibilité d'étendre la méthode de fabrication à d'autres composants optiques, passifs ou actifs, et l'évolution vers un composant diffractif reconfigurable. Si ce dernier point est séduisant par le fait que la modification de la mise en forme est réalisée par un adressage électronique simple, une attention plus particulière doit néanmoins être portée sur l'utilisation avec des faisceaux laser de puissance.

Finalement, la mise en forme du faisceau d'un laser de puissance par un élément optique diffractif, étudiée ici dans le contexte du marquage laser, apparaît comme une alternative intéressante au procédé conventionnel utilisant le balayage du faisceau. D'autres applications industrielles peuvent être envisagées, notamment dans les cas où la mise en forme est difficilement réalisable par des systèmes optiques conventionnels car trop complexe. Le composant optique diffractif trouve également sa place dans la production à cadence élevée, par le traitement identique et simultané sur plusieurs pièces. L'intégration de composants optiques diffractifs au sein de systèmes laser apparaît prometteuse pour une exploitation industrielle.

## Bibliographie

- [Amako.01] J. Amako, K. Umetsu, H. Nakao, Laser soldering with light-intensity patterns reconstructed from computer-generated holograms, *Appl. Opt.*, vol. 40, 2001, 5643-5649.
- [Barrand.93] J.-P. Barrand, J.-F. Sacadura, *Initiation aux transferts thermiques*, Techniques et Documentation Lavoisier, 1993.
- [Behrmann.97] G. P. Behrmann, M. T. Duignan, Excimer laser micromachining for rapid fabrication of diffractive optical elements, *Appl. Opt.*, vol. 36, 1997, 4666-4674.
- [Bélanger.91] P. A. Bélanger, Beam propagation and the ABCD ray matrices, *Opt. Lett.*, vol. 16, 1991, 196-198.
- [Benatmane.02] A. Benatmane, Développement de la microscopie interférométrique pour une meilleure analyse morphologique des couches minces et épaisses des matériaux semiconducteurs et optiques, thèse, 2002, Université Louis Pasteur Strasbourg.
- [Blanc.01] D. Blanc, S. Pelissier, Fabrication of sub-micron period diffraction gratings in self-processing sol-gel glasses, *Thin Solid Films* 384, 2001, 251-253.
- [Borrelli.05] N. F. Borrelli, *Microoptics Technology*, 2nd ed., Marcel Dekker, 2005.
- [Botsis.06] J. Botsis, M. Deville, *Mécanique des milieux continus : une introduction*, Presses polytechniques et universitaires romandes, 2006.
- [Boudet.96] R. Boudet, A. Chauvin, *Mécanique des milieux continus*, Hermès, Paris, 1996.
- [Buestrich.01] R. Buestrich, F. Kahlenberg, M. Popall, P. Dannberg, R. Müller-Fiedler, O. Rösch, ORMOCERs for Optical Interconnection Technology, *J. Sol-Gel Science and Technology* 20, 2001, 181-186.
- [Chaminade.06] C. Chaminade, *Physique et technologie du brasage tendre par faisceau laser*, thèse, 2006, Université Louis Pasteur Strasbourg.
- [Chang.98] S. P. Chang, J.-M. Kuo, Y.-P. Lee, C.-M. Lu, K.-J. Ling, Transformation of Gaussian to coherent uniform beams by inverse-Gaussian transmittive filters, *Appl. Opt.*, vol. 37, 1998, 747-752.
- [Chen.03] Q. Chen, E. H. Sargent, N. Leclerc, A.-J. Attias, Ultrafast nonresonant third-order optical nonlinearity of a conjugated 3,3'-bipyridine derivative from 1150 to 1600 nm, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 82, 2003, 4420-4422.
- [Chen.05] Y.-T. Chen, K. Nassens, R. Baets, Y.-S. Liao, A. A. Tseng, Ablation of Transparent Materials Using Excimer Lasers for Photonic Applications, *Opt. Rev.*, vol. 12, 2005, 427-441.
- [Cheong.02] W. C. Cheong, X.-C. Yuan, V. Koudriachov, W. X. Yu, High sensitive SiO<sub>2</sub>/TiO<sub>2</sub> hybrid sol-gel material for fabrication of 3 dimensional continuous surface relief diffractive optical elements by electron-beam lithography, *Opt. Exp.*, vol. 10, 2002, 586-590.
- [Chéron.99] B. Chéron, *Transferts thermiques*, Ellipses, Paris, 1999.
- [CRC.98] CRC Handbook of Chemistry and Physics, 78th ed., ed. D.d R. Lide, CRC Press, 1998.
- [CRC.01] CRC Materials Science and Engineering Handbook, 3rd ed., ed. J. F. Shackelford, 2001.

## Bibliographie

- [Diener.04] K. Diener, Etude de l'influence d'un rayonnement laser Nd:YAG à 1,3  $\mu\text{m}$  sur les paramètres thermo-mécano-optiques du matériau germanium, thèse, 2004, Université de Haute Alsace, Mulhouse.
- [Digonnet.93] M. Digonnet, Rare earth doped fiber lasers and amplifiers, Marcel Dekker Inc, 1993.
- [Dumont.04] Th. Dumont, T. Lippert, A. Wokaun, P. Leyvraz, Laser writing of 2D data matrices in glass, *Thin Solid Films* 453-454, 2004, 42-45.
- [Dumont.05] T. Dumont, R. Bischofberger, T. Lippert, A. Wokaun, Gravimetric and profilometric measurements of the ablation rates of photosensitive polymers at different wavelengths, *Appl. Surf. Sci.* 247, 2005, 115-122.
- [Dyer.03] P. E. Dyer, Excimer laser polymer ablation: twenty years on, *Appl. Phys. A* 77, 2003, 167-173.
- [Euvrard.94] D. Euvrard, Résolution numérique des équations aux dérivées partielles de la physique, de la mécanique et des sciences de l'ingénieur. Différences finies, éléments finis, problèmes en domaine non borné, Masson, Paris, 1994.
- [Flury.02.1] M. Flury, Conception et fabrication d'Eléments Optiques Diffractifs (E.O.D.) pour la mise en forme de faisceaux laser de puissance, thèse, 2002, Université Louis Pasteur Strasbourg.
- [Flury.02.2] M. Flury, A. Benatmane, P. Gérard, P. C. Montgomery, J. Fontaine, T. Engel, J. P. Schunck, Rapid prototyping of diffractive optical elements for high-power lasers using laser ablation lithography fabrication and coherence probe microscopy analysis, *Opt. Eng.* 41, 2002, 2407-2418.
- [Flury.03] M. Flury, A. Benatmane, P. Gérard, P. C. Montgomery, J. Fontaine, T. Engel, J. P. Schunck, E. Fogarassy, Excimer laser ablation lithography applied to the fabrication of reflective diffractive optics, *Appl. Surf. Sci.* 208-209, 2003, 238-244.
- [Flury.05] M. Flury, P. Gérard, Y. Takakura, P. Twardowski, J. Fontaine, Investigation of  $M^2$  factor influence for paraxial computer generated hologram reconstruction using a statistical method, *Opt. Comm.* 248, 2005, 347-357.
- [Goebels.04] D. Goebels, Amélioration du procédé de soudage laser par mise en forme du faisceau, thèse, 2004, Université Louis Pasteur Strasbourg.
- [Hanada.04] Y. Hanada, K. Sugioka, Y. Gomi, H. Yamaoka, O. Otsuki, I. Miyamoto, K. Midorikawa, Development of practical system for laser-induced plasma-assisted ablation (LIPAA) for micromachining of glass materials, *Appl. Phys. A* 79, 2004, 1001-1003.
- [Haupt.97] Ch. Haupt, M. Pahlke, R. Krupka, H. J. Tiziani, Computer-generated microcooled reflection holograms in silicon for material processing with a  $\text{CO}_2$  laser, *Appl. Opt.*, vol. 36, 1997, 4411-4418.
- [Herzig.97] H. P. Herzig, Micro-optics: elements, systems and applications, Taylor & Francis, 1997.
- [HOR] [www.horlogerie-suisse.com](http://www.horlogerie-suisse.com), août 2007.
- [Ihlemann.05] J. Ihlemann, Ultraviolet laser ablation patterning of oxide films for optical applications, *Opt. Eng.* 44 (5), 2005, 051108.
- [IPG] IPG Photonics, [www.ipgphotonics.com](http://www.ipgphotonics.com), avril 2007.
- [Karlsson.03] M. Karlsson, F. Nikolajeff, Fabrication and evaluation of a diamond diffractive fan-out element for high power lasers, *Opt. Exp.*, vol. 11, 2003, 191-198.

- [Klein.94] L. C. Klein, Sol-Gel Optics: processing and applications, Kluwer Academic Publishers, 1994.
- [Koechner.06] W. Koechner, Solid-State Laser Engineering, 6th ed., Springer, 2006.
- [Kopp.00] C. Kopp, Amélioration de la conception des systèmes diffractifs et hybrides par optimisation des méthodes liant les contraintes de modélisation et de fabrication, thèse, 2000, Université Louis Pasteur Strasbourg.
- [Kress.97] B. Kress, Optimisation du calcul et de la fabrication d'Eléments Optiques Diffractifs en vue de leur intégration dans des micro-systèmes : une approche CAO/CFAO, thèse, 1997, Université Louis Pasteur Strasbourg.
- [Lee.04] Y.-S. Lee, H.-J. Chung, J.-H. Joung, E.-J. Kim, H.-J. Kim, Active long pulse shaping technique of pulsed CO<sub>2</sub> laser using multi-pulse discharge control, Opt. Laser Techn., vol. 36, 2004, 57-61.
- [Legiard.97] L. Legiard, P. Réfrégier, P. Ambs, Multicriteria optimality for iterative encoding of computer-generated holograms, Appl. Opt., vol. 36, 1997, 7444-7449.
- [Li.02] L. Li, L. Qinghua, Y. Jie, Z. Zikang, P. Daocheng, W. Zongguang, Preparation and properties of photosensitive polyimide/titania-silica hybrid materials, Mat. Sci. Eng. C22, 2002, 61-65.
- [Lippert.03] T. Lippert, M. Hauer, C.R. Phipps, A. Wokaun, Fundamentals and applications of polymers designed for laser ablation, Appl. Phys. A 77, 2003, 259-264.
- [Lippert.04] T. Lippert, Polymers and Light, Advances in Polymer Science 168, Springer, 2004.
- [Lo.00] M. Lo, Conception par une méthode scalaire associée à une méthode électromagnétique rigoureuse de réseaux non périodiques intégrant plusieurs fonctions optiques. Validation expérimentale, thèse, 2000, Université Louis Pasteur Strasbourg.
- [Madec.06] M. Madec, Conception, simulation et réalisation d'un processeur optoélectronique pour la reconstruction d'images médicales, thèse, 2006, Université Louis Pasteur Strasbourg.
- [Malyak.92] P. H. Malyak, Two-mirror unobscured optical system for reshaping the irradiance distribution of a laser beam, Appl. Opt., vol. 31, 1992, 4377-4383.
- [Marioge.00] J.-P. Marioge, Surfaces optiques : méthodes de fabrication et de contrôle, recherches, Les Ulis : EDP sciences, 2000.
- [Martellucci.97] S. Martellucci, A. N. Chester, Diffractive Optics and Optical Microsystems, Plenum Press, 1997.
- [Meyrueis.00] P. Meyrueis, B. Kress, Digital Diffractive Optics, Wiley, Chichester, 2000.
- [Millon.06] E. Millon, J. Perriere, E. Fogarassy, Recent Advances in Laser Processing of Materials, Elsevier, 2006.
- [Montgomery.02] P.C. Montgomery, A. Benatmane, E. Fogarassy, J.P. Ponpon, Large area, high resolution analysis of surface roughness of semiconductors using interference microscopy, Mat. Sci. Eng. B91-92, 2002, 79-82.
- [Moreira.05] P. J. Moreira, P. V. S. Marques, A. P. Leite, Hybrid Sol-Gel Channel Waveguide Patterning Using Photoinitiator-Free Materials, IEEE Phot. Tech. Lett., vol. 17, 2005, 399-401.

## Bibliographie

- [Naessens.03] K. Naessens, H. Ottevaere, R. Baets, P. Van Daele, H. Thienpont, Direct writing of microlenses in polycarbonate with excimer laser ablation, *Appl. Opt.*, vol. 42, 2003, 6349-6359.
- [Najafi.98] S. I. Najafi, T. Touam, R. Sara, M. P. Andrews, M. A. Fardad, Sol-Gel Waveguide and Grating on Silicon, *J. Lightwave Tech.*, vol. 16, 1998, 1640-1646.
- [Nemoto.96] K. Nemoto, T. Fujii, N. Goto, T. Nayuki, Transformation of a laser beam intensity profile by a deformable mirror, *Opt. Lett.*, vol. 21, 1996, 168-170.
- [Nemoto.97.1] K. Nemoto, T. Fujii, N. Goto, H. Takino, T. Kobayashi, N. Shibata, K. Yamamura, Y. Mori, Laser beam intensity profile transformation with fabricated mirror, *Appl. Opt.*, vol. 36, 1997, 551-557.
- [Nemoto.97.2] K. Nemoto, T. Nayuki, T. Fujii, N. Goto, Y. Kanai, Optimum control of the laser beam intensity profile with a deformable mirror, *Appl. Opt.*, vol. 36, 1997, 7689-7695.
- [Nersisyan.06] S. R. Nersisyan, N. V. Tabiryan, C. M. Stickley, Characterization of glass and high-power near-infrared cw laser beams using nonlinear optical techniques, *Opt. Eng.*, vol. 45, 2006, 104301.
- [Pissadakis.07] S. Pissadakis, R. Böhme, K. Zimmer, Sub-micron periodic structuring of sapphire by laser induced backside wet etching technique, *Opt. Expr.* 15, 2007, 1428-1433.
- [Quentel.05] F. Quentel, Optimisation et fabrication de micro-éléments photoniques passifs pour les interconnexions optiques numériques. Application aux modules d'interconnexions optiques parallèles, thèse, 2005, Université Louis Pasteur Strasbourg.
- [Rai-Choudhury.97] Handbook of Microlithography, Micromachining and Microfabrication, Vol. 1 Microlithography, P. Rai-Choudhury, SPIE Optical Engineering Press, 1997.
- [Rhodes.80] P. W. Rhodes, D. L. Shealy, Refractive optical systems for irradiance redistribution of collimated radiation: their design and analysis, *Appl. Opt.*, vol. 19, 1980, 3545-3553.
- [Sabattié.03] M. Sabattié, B. D. MacCraith, K. Mongey, J. Charmet, K. O'Dwyer, M. Pez, F. Quentel, T. Dean, Planar Optical Integrated Circuits Based on UV-Patternable Sol-Gel Technology, *Proc. SPIE*, vol. 4876, 2003, 295-303.
- [Scott.81] P. W. Scott, W. H. Southwell, Reflective optics for irradiance redistribution of laser beams: design, *Appl. Opt.*, vol. 20, 1981, 1606-1610.
- [Siegman.86] A. E. Siegman, *Lasers*, University Science Books, 1986.
- [Siegman.91] A. E. Siegman, Defining the effective radius of curvature for nonideal optical beam, *IEEE J. Quant. Elec.*, vol. 27, 1991, 1146-1148.
- [Simmons.74] W. W. Simmons, G. W. Leppelmeier, B. C. Johnson, Optical Beam Shaping Devices Using Polarization Effects, *Appl. Opt.*, vol. 13, 1974, 1629-1632.
- [Sinzinger.99] S. Sinzinger, J. Jahns, *Microoptics*, Wiley-VCH, 1999.
- [Soifer.02] V. A. Soifer, *Methods for Computer Design of Diffractive Optical Elements*, Wiley & Sons, New York, 2002.
- [Stauter.96] C. Stauter, Caractérisation de l'interaction entre un faisceau laser à impulsions courtes et la matière. Application au contrôle du procédé d'ablation laser, thèse, 1996, Université Louis Pasteur Strasbourg.

- [Steier.99] W. Steier, A. Chen, S.-S. Lee, S. Garner, H. Zhang, V. Chuyanov, L. Dalton, F. Wang, A. Ren, C. Zhang, G. Todorova, A. Harper, H. Fetterman, D. Chen, A. Udupa, D. Bhattacharya, B. Tsap, Polymer electro-optic devices for integrated optics, *Chemical Physics* 245, 1999, 487-506.
- [Tain.93] J. Taine, J.-P. Petit, *Transferts thermiques : introduction aux sciences des transferts*, 3ème éd., Dunod, 2003.
- [Tien.72] P. K. Tien, G. Smolinsky, R. J. Martin, Thin Organosilicon Films for Integrated Optics, *Appl. Opt.*, vol. 11, 1971, 637-642.
- [Tseng.07] A. A. Tseng, Recent developments in micromachining of fused silica and quartz using excimer lasers, *Phys. Stat. Sol. (a)*, No. 3, 2007, 709-729.
- [Turunen.97] J. Turunen, F. Wyrowski, *Diffractive optics for industrial and commercial applications*, Akademie verlag, Berlin, 1997.
- [Wattellier.01] B. Wattellier, J. C. Chanteloup, J. P. Zou, A. Sauteret, A. Migus, J. P. Huignard, B. Loiseaux, Phase correction in a laser chain using optically addressed LC-SLM, *Proc. SPIE*, vol. 4457, 2001, 159-163.
- [Weiner.00] A.M. Weiner, Femtosecond pulse shaping using spatial light modulators, *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 71, 2000, 1929-1960.
- [Wood.86] R. M. Wood, *Laser Damage in Optical Materials*, Adam Hilger, 1986.
- [Yoshida.96] M. Yoshida, P. N. Prasad, Fabrication of channel waveguides from sol-gel-processed polyvinylpyrrolidone/SiO<sub>2</sub> composite materials, *Appl. Opt.*, vol. 35, 1996, 1500-1506.
- [Yoshida.03] S. Yoshida, D. H. Reitze, D. B. Tanner, J. D. Mansell, Method for measuring small optical absorption coefficients with use of a Shack–Hartmann wave-front detector, *Appl. Opt.*, vol. 42, 2003, 4835-4840.
- [Yu.02] W. X. Yu, X.-C. Yuan, N.Q. Ngo, W.X. Que, W.C. Cheong, V. Koudriachov, Single-step fabrication of continuous surface relief micro-optical elements in hybrid sol-gel glass by laser direct writing, *Opt. Exp.*, vol. 10, 2002, 443-448.
- [Zhang.04] H. Zhang, D. Lu, M. Fallahi, Active organic–inorganic sol gel with high thermal stability for nonlinear optical applications, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 84, 2004, 1064-1066.
- [Zhang.05] H. Zhang, M. Fallahi, Electro-optic waveguide based on hybrid sol–gel doped with organic chromophore, *Opt. Comm.*, vol. 248, 2005, 415-418.
- [Zhu.02] X. K. Zhu, Y. J. Chao, Effects of temperature-dependant material properties on welding simulation, *Computers and Structures* 80, 2002, 967-976.