

« *Dispositifs expérimentaux* »

Résumé : ce chapitre présente les différents dispositifs expérimentaux utilisés dans les deux laboratoires : « LaHC » à Saint Etienne (France) et Laboratoire « LS/Chair Experimentalphysik II » à Cottbus (Allemagne).

1. Introduction

Dans ce chapitre, nous présenterons les différents moyens expérimentaux utilisés dans le cadre de ce travail réalisé en collaboration sous la cotutelle de deux laboratoires ; le Laboratoire “principal” Hubert Curien de l’Université Jean Monnet à Saint Etienne, et le Laboratoire LS/Chair Experimentalphysik II de l’Université de Brandenburgische Technische à Cottbus. Nous commencerons par une description détaillée de la chaîne laser utilisée dans les deux laboratoires. Nous exposerons également dans ce chapitre les dispositifs de mise en forme temporelle des impulsions laser femtoseconde suivant deux techniques différentes (SLM et Michelson) ainsi que le système de caractérisation des impulsions (d’auto et de cross corrélation). Enfin, nous présenterons les différentes techniques de caractérisation des échantillons après une irradiation laser femtoseconde et la méthode de mesure d’énergie laser. Une illustration de LIPSS formées sur un échantillon de Tungstène sera présentée.

2. Système laser femtoseconde

Le dispositif expérimental utilisé pour cette étude, au sein du laboratoire principal d'accueil est composé d'un laser de durée d'impulsion 150 fs, et de longueur d'onde 800 nm avec une fréquence de 1 kHz. Le système laser utilisé au sein du laboratoire à Cottbus est constitué quant à lui d'un laser générateur d'impulsions laser amplifiées par un Titane-Saphir (τ pulse \approx 120 fs; $\lambda=800$ nm; fréquence : 1 kHz).

2.1. Chaîne laser femtoseconde

2.1.1. Laboratoire Hubert Curien (Saint Etienne)

Le système laser que nous utilisons est composé d'une chaîne laser femtoseconde amplifiée. Nous présentons ci-dessous les différentes composantes de ce système laser :

- * Un oscillateur Titane-Saphir délivrant des impulsions laser ultra-courtes de 100 fs, centrées à 800 nm, avec une cadence de 80 MHz. C'est un système à blocage de mode de type « Vitesse Duo », commercialisé par Cohérent. Il comprend un laser de pompe Verdi émettant dans le vert.

- * Un laser de pompe YLF (Yttrium Lithium Floride) commercialisé par Thalès produisant des impulsions nanosecondes avec une puissance de 16 W et une cadence de 1 kHz.

- * Un amplificateur de type Concerto à deux étages d'amplifications : l'amplificateur régénératif et l'amplificateur multi-passages, commercialisé par Thalès.

Le schéma présenté dans la figure 2.1 montre les différentes chaînes du système laser qui servira dans toutes les expériences réalisées dans le cadre de cette étude au sein du Laboratoire Hubert Curien (LaHC).

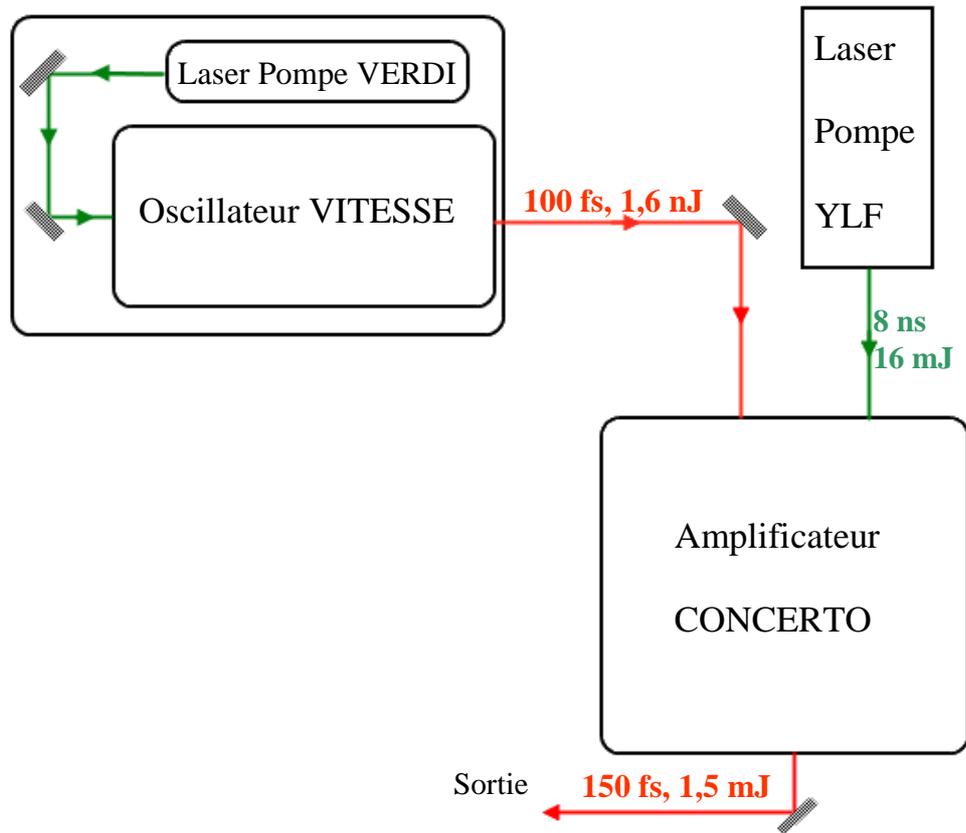


Figure 2.1. Description des différents éléments de la chaîne laser femtoseconde amplifiée utilisée au LaHC.

Nous commencerons ici par une description de la chaîne de l'oscillateur, premier élément du système laser. L'oscillateur Vitesse est constitué d'une cavité asymétrique dans laquelle est placé le cristal d'oxyde d'aluminium dopé au titane ($\text{Ti} : \text{Al}_2\text{O}_3$), plus couramment, appelé Titane-Saphir qui est le milieu gain. Ce cristal a un spectre de fluorescence qui se situe entre 650 à 1100 nm avec un maximum autour de 800 nm. C'est cette large bande de fluorescence qui permet d'obtenir des impulsions courtes à une longueur d'onde de 800 nm. L'oscillateur est pompé par un laser à diode de type Verdi. Le milieu de gain de ce dernier est un cristal de Gadoline Orthovanadate dopé Néodyme ($\text{Nd} : \text{YVO}_4$) dont la bande d'émission centrée autour de 1064 nm, la seconde harmonique du faisceau du laser est ensuite générée grâce à un cristal doubleur (LBO). Le fonctionnement impulsionnel délivré par l'oscillateur est assuré par un système classique de blocage de mode par lentille de Kerr (Kerr-Lens Modelocking). En effet

Chapitre II.

l'effet Kerr est un phénomène qui permet de concentrer spatialement la partie la plus intense du faisceau lors de son interaction avec le cristal. L'oscillateur Titane-saphir que nous utilisons est fabriqué par Cohérent. Il délivre des impulsions laser ultra-courtes d'une durée d'impulsion de 100 fs, centrées sur la longueur d'onde de 800 nm avec 1,6 nJ par impulsion et le taux de répétition est de 80 MHz. Une telle énergie est suffisante pour certaines applications, mais dans de nombreux cas il est nécessaire d'avoir recours à une amplification optique du faisceau pour obtenir des énergies plus importantes par impulsion. Ceci est le rôle de l'amplificateur qui peut augmenter l'énergie de l'impulsion jusqu'à atteindre le mJ à un taux de répétition de 1 kHz, soit une amplification de l'ordre de 10^5 . Dans cette section, nous nous attarderons sur la description des différentes composantes de notre système d'amplification et sur son principe de fonctionnement. Notre système amplificateur est de type CONCERTO, commercialisé par Thalès et se compose de trois parties présentées dans la figure 2.2.

Le premier élément de la chaîne est un étireur, puis une cavité Titane saphir pompé par un laser Nd : YLF (Yttrium Lithium Floride) et enfin un compresseur. Pour plus de détails concernant l'amplification d'impulsions femtoseconde on peut se référer aux références [LS01, Gui09 et Leh03].

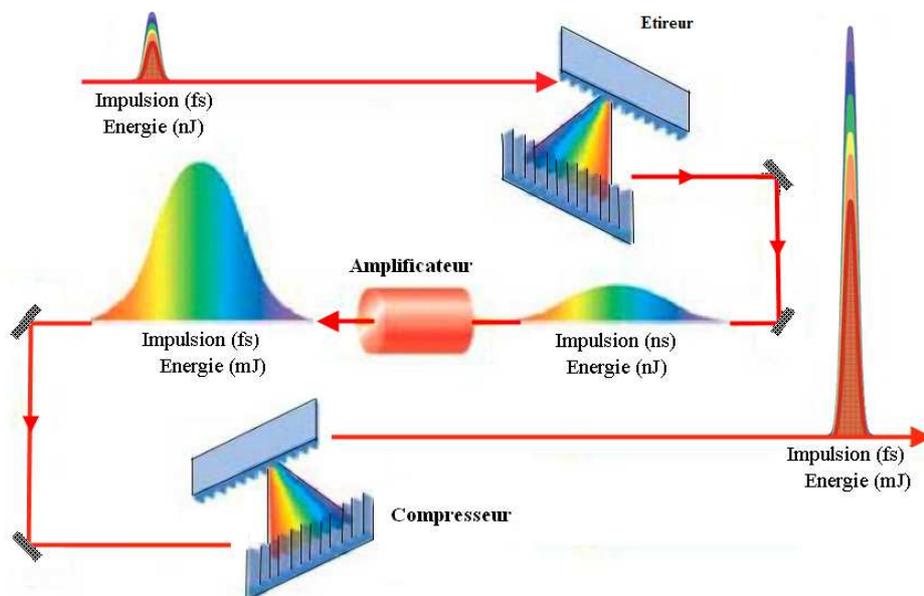


Figure 2.2. Principe de l'amplification à dérive de fréquence.

Chapitre II.

Afin de pouvoir réaliser une amplification sans dommage pour le milieu de gain (cristal Ti-saphir), l'impulsion source provenant de l'oscillateur (100 fs) est étirée temporellement de façon à diminuer sa puissance crête.

Le principe de l'étirement temporel de l'impulsion consiste à séparer le chemin optique parcouru par chacune des longueurs d'onde composant le spectre de l'impulsion, l'étirement est réalisé à l'aide de système de réseaux, en séparant spatialement les composantes spectrales de l'impulsion issue de l'oscillateur.

L'augmentation de l'énergie de l'impulsion étirée se déroule ensuite en deux étapes. Dans les deux cas, l'amplification consiste à réaliser une inversion de population dans la cavité de l'amplificateur. L'inversion de population dans les milieux de gain (cristal Ti-saphir) est réalisée par un laser de pompe de type YLF, de durée d'impulsion d'environ 8 ns et d'énergie 16 mJ à 1 kHz (longueur d'onde d'émission centrée à 532 nm). Les impulsions sont ensuite amplifiées par l'intermédiaire d'amplificateurs, dans un premier temps, un amplificateur multipassage est utilisé. Ce type d'amplificateur possède une structure de type papillon centrée sur un cristal de Ti : Saphir (figure 2.3), permettant des passages successifs dans le milieu de gain pour plusieurs amplifications successives du faisceau sans l'utilisation d'une cavité résonnante [GES91].

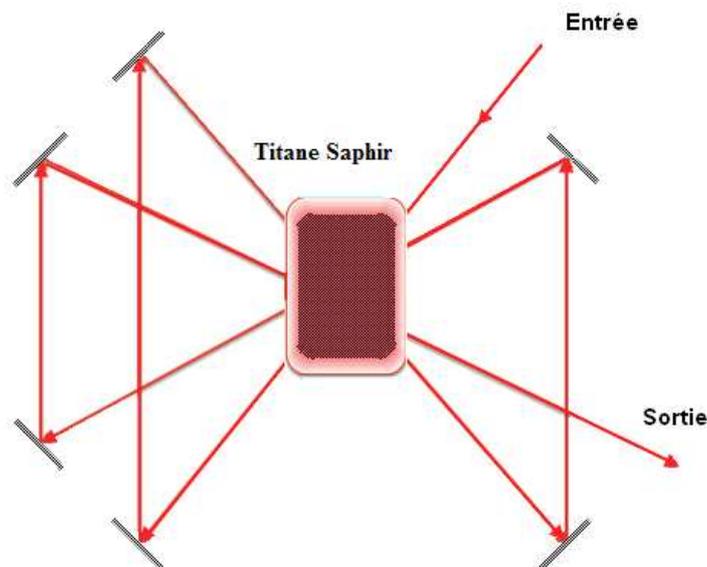


Figure 2.3. Schéma de principe de l'amplificateur multipassage [Gui09].

Chapitre II.

La seconde étape d'amplification s'appuie sur un amplificateur régénératif et consistant à piéger une impulsion dans un résonateur laser. Pour ce faire, on utilise une cellule de Pockels (cristal de KDP sur lequel on applique une tension) associée à la présence d'un polariseur jouant le rôle de porte pour le faisceau (figure 2.4). Une fois piégée, l'impulsion va s'amplifier par passages successifs dans un milieu à gain. Lorsqu'elle a totalement dépeuplé le gain, elle est rejetée de la cavité en appliquant un deuxième échelon de tension à la cellule de Pockels. Ainsi, quel que soit le gain par passage, il y aura toujours un nombre de passage suffisant pour lequel la totalité de l'énergie stockée dans le milieu amplificateur sera extraite.

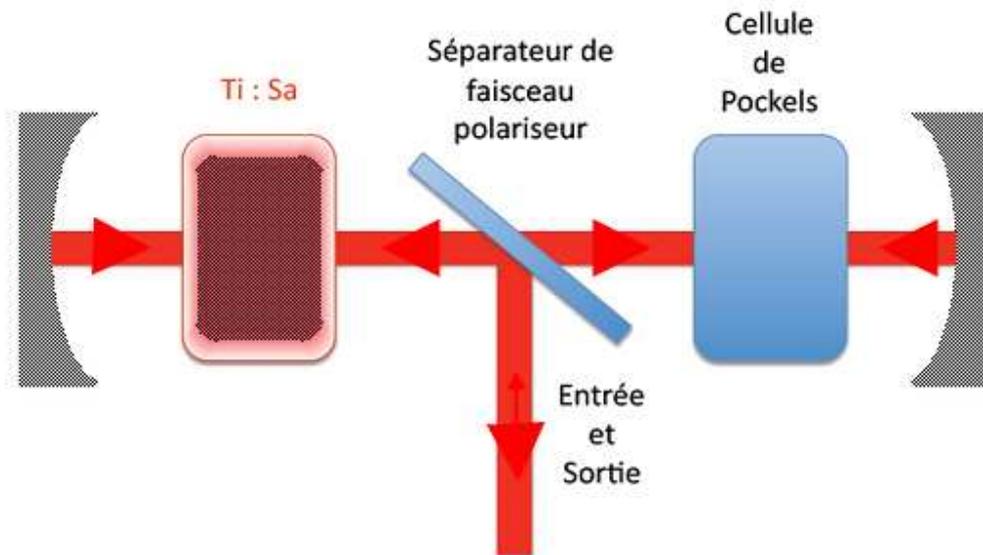


Figure 2.4. Schéma de principe de l'amplificateur régénératif [Gui09].

Afin d'obtenir des impulsions femtoseconde amplifiées en énergie, on a recours à l'utilisation d'un compresseur qui comprime l'impulsion en sortie du système d'amplification jusqu'à obtenir une durée de l'impulsion égale à la durée d'impulsion initiale, c'est à dire, avant l'étirement. Le compresseur est formé d'un système de réseaux (Figure 2.2).

Chapitre II.

Les impulsions laser issues de l'oscillateur femtoseconde étirées, amplifiées puis recompressées peuvent atteindre les différentes spécifications du laser présentées dans le tableau ci-dessous :

Energie d'impulsion	1,5 mJ
Durée d'impulsion	150 fs
Longueur d'onde	800 nm
Fréquence de répétition	1 kHz

Tableau 2.1 : Spécifications du système laser femtoseconde au LaHC à Saint Etienne.

2.1.2. Laboratoire LS ExperimentalphysikII (Cottbus)

Dans le cadre de notre collaboration avec le laboratoire LS ExperimentalphysikII à Cottbus, le système laser utilisé est basé sur même mode de fonctionnement que le système utilisé au laboratoire (Hubert Curien) à Saint-Étienne traité dans le paragraphe précédent.

L'oscillateur de type Tsunami (modèle 3960, Spectra-Physics), fournit des impulsions de durée inférieure à 80 fs et supérieure à 75 kW en puissance de crête, correspondant à des énergies dans la gamme nano-Joule et un taux de répétition de 1kHz.

L'oscillateur est pompé par le rayonnement à 532 nm délivré par un laser continu de type Nd: YVO4 laser (Millenia V, Spectra Physics). Pour augmenter l'énergie des impulsions nous disposons d'un système d'amplificateur utilisant les deux techniques d'amplification générative et multipassage présentées précédemment. Le tableau ci-dessous présente les différentes spécifications du système laser utilisé à Cottbus :

Energie d'impulsion	1 mJ
Durée d'impulsion	100 fs
Longueur d'onde	800 nm
Fréquence de répétition	1 kHz

Tableau 2.2 : Spécifications du Système laser à Cottbus.

Chapitre II.

Nous disposons au laboratoire LaHC à Saint-Etienne d'un système de mise en forme temporelle des impulsions femtosecondes et d'un système auto et cross-corrélation permettant de mesurer la durée d'impulsion et de contrôler le délai entre les doubles impulsions. Nous disposons également au Laboratoire ExperimentalphysikII à Cottbus d'un système de caractérisation de faisceau laser et d'un système de filtrage spatial de faisceau.

Les paragraphes suivants présentent les principes de fonctionnement des différents systèmes utilisés dans le cadre de cette étude.

2.2. Mise en forme temporelle des impulsions femtosecondes

Deux techniques de mise en forme temporelle des impulsions laser femtoseconde ont été utilisées. Nous décrivons à la suite chacune de ces technologies, en précisant les avantages et inconvénients de chacune de ces techniques, utilisées dans les deux laboratoires d'accueil de cette thèse.

2.2.1 Filtrage spectral variable par modulateur spatial de la lumière (SLM)

Nous avons utilisé un système de mise en forme temporelle des impulsions ultra-courtes, qui permet entre autre de générer des doubles impulsions avec une bonne maîtrise du délai existant entre les deux impulsions femtosecondes. Cela a été utilisé en vue de mettre en évidence l'effet de doubles impulsions femtoseconde sur la formation des LIPSS et de déterminer les liens entre les propriétés électroniques des matériaux, les impulsions femtoseconde et la formation des LIPSS. Dans cette partie nous exposerons les différents dispositifs constitutifs de notre système de mise en forme temporelle des impulsions. Les développements de ce paragraphe sont largement inspirés des travaux de A.M. Wiener [Wei00] ainsi que des articles de M. Wollenhaupt [WAB07].

Nous disposons au LaHC d'un système modulateur spatial de lumière (Spatial Light Modulator SLM) de type Jenoptik SLM-S640 [SHA05]. Cette technique SLM été développée pour la première fois au sein du Laboratoire LaHC par Razvan Stoian. Ce système permet une modulation de phase d'impulsions dans l'espace réciproque

Chapitre II.

conduisant à une mise en forme temporelle dans l'espace direct. La figure 2.5 présente la configuration de type 4-f pour la mise en forme d'impulsion. Cette structure est composée de deux réseaux : le premier réseau disperse les composantes fréquentielles du faisceau laser incident et le deuxième re-comprime les impulsions parvenues d'un modulateur de phase « SLM ». Le Modulateur « SLM » permet de moduler indépendamment la phase et/ou l'amplitude de chaque composante fréquentielle. Il est placé au centre du plan de Fourier de deux lentilles (Figure 2.5). Le « SLM » est composé d'un masque de phase à cristaux liquides (Figure.2.6 (b)).

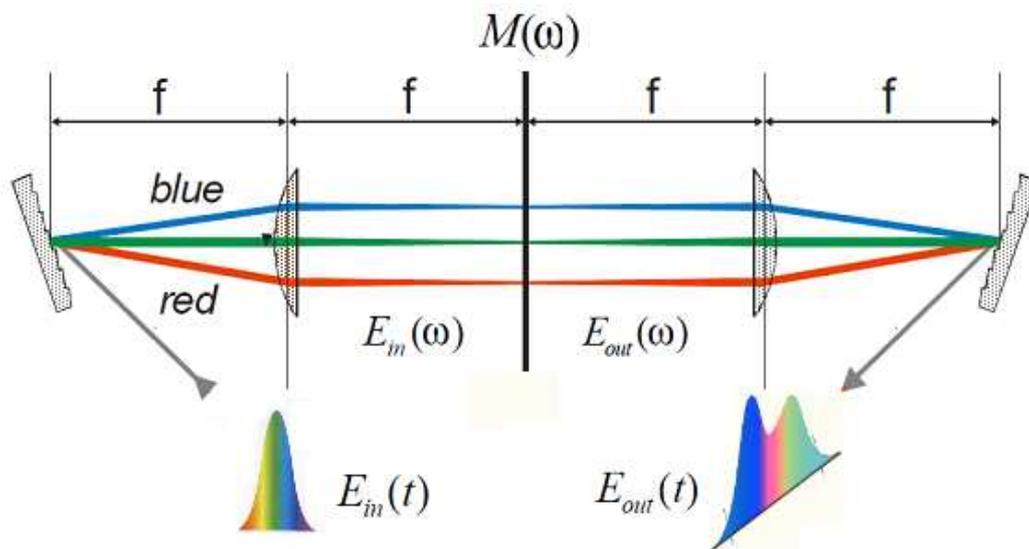


Figure 2.5 : Configuration « 4-f » de la mise en forme d'impulsion, $M(\omega)$ modulateur SLM placé au plan de Fourier, deux réseaux, deux lentilles et $E_{in}(t)$ l'impulsion d'entrée et $E_{out}(t)$ l'impulsion de sortie.

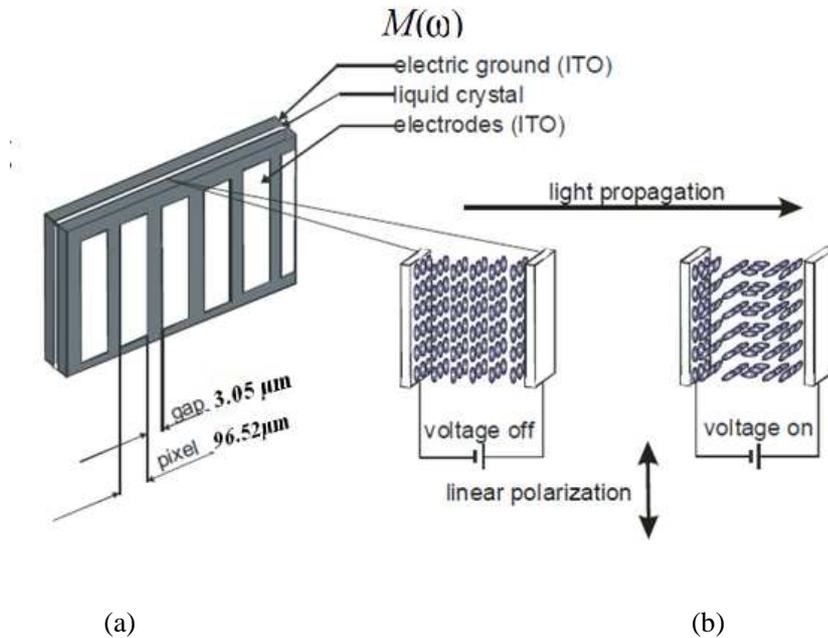


Figure 2.6 : Le modulateur de phase SLM constitué de deux électrodes d'indium dopé à l'étain (ITO) et des cristaux liquides entre les deux électrodes (a). (b) montre un changement de l'orientation des cristaux liquides en présence et en absence d'une tension, d'après [WAB07].

Les molécules d'un cristal liquide peuvent être représentées par un ellipsoïde allongé, ces molécules n'étant pas rigidement liées les unes aux autres, voir (Figure 2.6 (b)). Elles peuvent donc tourner ou glisser sous l'effet de l'application d'un champ électrique entre deux électrodes d'indium dopé à l'étain (ITO).

En présence d'un champ électrique extérieur, (une tension U appliquée entre les électrodes), un dipôle électrique est induit dans les molécules qui se polarisent et s'orientent en fonction de la direction du champ électrique appliqué. On peut obtenir une modulation d'amplitude ou de phase grâce à la propriété de grande biréfringence des cristaux liquides. En effet, une propriété très utile des cristaux liquides est leur grande biréfringence $\Delta n = n_e - n_o$, qui peut atteindre facilement 0.2 dans les cristaux liquides. Cela dépend de l'orientation des molécules par rapport à la direction du faisceau optique polarisant. On peut alors obtenir une modulation d'amplitude ou de phase en choisissant un masque $M(x)$. Dans le dispositif que nous utilisons, nous nous limitons à la mise en forme temporelle des impulsions par la modulation de phase de l'impulsion. Pour générer une modulation de phase, on considère le cas d'une cellule à cristaux liquides nématiques

Chapitre II.

non twistés. Une polarisation rectiligne parallèle à l'orientation des molécules de cristal liquide reste rectiligne, mais subit un déphasage exprimé par [Mon05] :

$$\varphi = \frac{2\pi(n_e - n_o)e}{\lambda} \quad (2.1)$$

Où e est l'épaisseur de la couche de cristaux liquides et λ la longueur d'onde du faisceau incident. Ce déphasage dépend de l'amplitude de rotation des molécules, on peut donc contrôler en faisant varier la tension appliquée. Ainsi la variation de $(n_e - n_o)$ dépend de la tension appliquée [Mon05].

Le principe de la mise en forme temporelle d'impulsion laser femtoseconde est montré dans la figure ci-dessous (Figure 2.7) où l'on génère un retard pour les différentes composantes spectrales dispersées dans le masque de phase « SLM ». Ce système de mise en forme temporelle des impulsions laser femtoseconde est contrôlé par un ordinateur sous un programme géré par LabView. Ce programme permet de contrôler le délai entre les doubles impulsions ou bien générer des formes temporelles quelconques sur une plage temporelle maximale de 20 ps. En outre, nous avons eu recours également à différentes méthodes ou techniques développées au sein du laboratoire comme celle de l'utilisation de l'auto/cross corrélation que nous détaillerons dans le paragraphe 2.3. Ce dispositif nous permet de contrôler la durée des impulsions ultra-courtes et le délai entre double impulsions [Gui09].

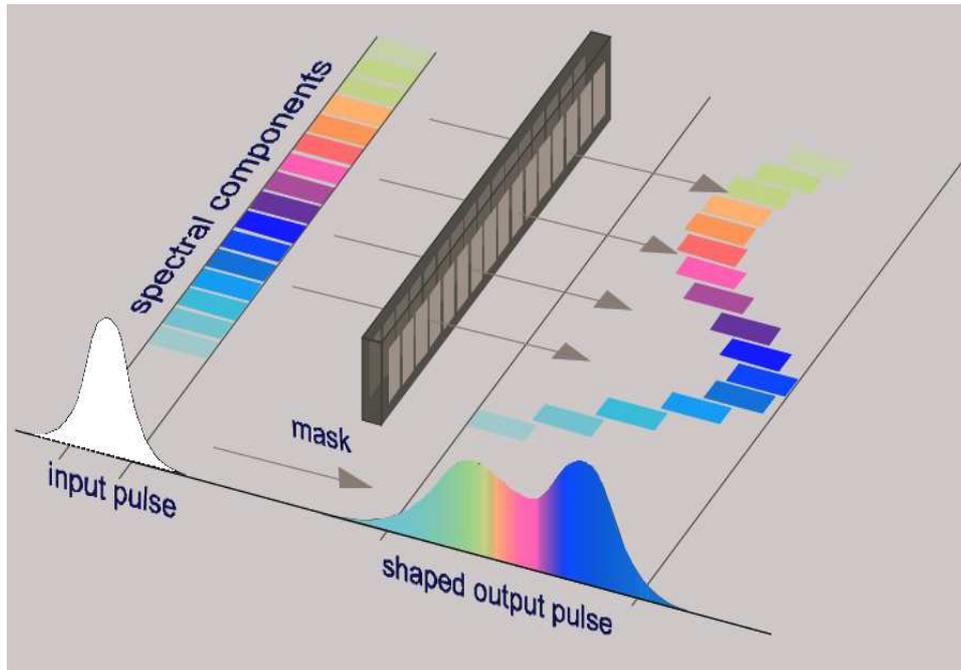


Figure 2.7. Illustration schématique de la mise en forme temporelle d'une impulsion ultra-courte par le retardement de différentes composantes spectrales dispersées dans un masque de phase SLM, situé dans le plan de Fourier d'après [WAB07].

2.2.2. Génération de doubles impulsions par Interféromètre Michelson

Dans le cadre de la collaboration avec le Laboratoire ExperimentalphysikII à Cottbus, nous avons pu compléter notre étude sur l'effet de double pulse sur la formation des LIPSS. La génération de doubles impulsions femtoseconde se fait dans ce cas, grâce à un interféromètre de Michelson. L'interféromètre de Michelson est un dispositif qui permet de contrôler le délai entre deux impulsions. Nous détaillerons dans cette partie les différentes composantes de l'interféromètre de Michelson ainsi que les conditions expérimentales dans lesquelles nous avons effectué nos expériences. La Figure 2.8 présente le dispositif expérimental qui est composé de deux miroirs : l'un fixe et l'autre se déplaçant sur une platine de translation ce qui a pour but de pouvoir retarder les impulsions les unes par rapport aux autres. Le dispositif comporte également une lame séparatrice à 50 %, dont le rôle est de séparer l'impulsion incidente en deux impulsions identiques. Le retard des impulsions généré par le déplacement du miroir mobile vérifie la relation ci-dessous :

$$\tau = \frac{2d}{c} \quad (2.2)$$

τ est le délai entre les deux impulsions (en seconde), d est la distance spatiale entre deux impulsions et c la vitesse de la lumière dans le vide.

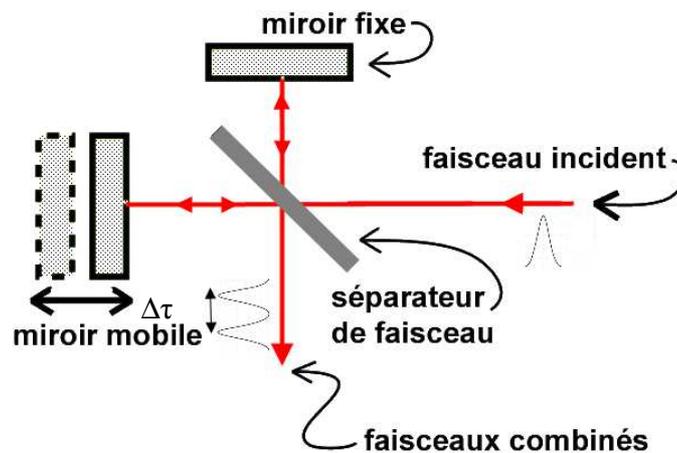


Figure 2.8. Principe de l'interféromètre de Michelson.

Pour obtenir un délai de 0 s entre deux impulsions par ce système d'interféromètre de Michelson (les deux miroirs sont à équidistance de la lame séparatrice du faisceau (50%), nous nous sommes servis d'une camera CCD, dotée d'un programme ("Spiricon Laser Beam Analyzer"). Cette caméra nous permet d'observer la variation de l'intensité du faisceau laser lors du recouvrement des deux faisceaux réfléchis par les deux miroirs du Michelson que l'on place de manière à obtenir un délai de 0 s, comme présenté dans le paragraphe suivant. L'intensité du faisceau laser à un délai de 0 s entre deux impulsions est 4 fois supérieure à l'intensité de faisceaux laser pour des délais supérieurs à 0 s entre deux impulsions. Après avoir obtenu la position de 0 s de délai entre deux impulsions, nous déplaçons le second miroir du Michelson par un système de translation nous permettant d'obtenir différents délais entre les doubles impulsions en appliquant la formule de l'équation 2.2. Le tableau ci-dessous présente

Chapitre II.

quelques avantages et inconvénients des deux différents systèmes de mise en forme SLM/Michelson :

	Avantages	Inconvénients
<u>SLM</u> (Laboratoire Hubert Curien St Etienne)	<ul style="list-style-type: none">- Possibilité d'ajuster les différentes caractéristiques de la double impulsion (Energie, Durée, Délai...).- Utilisation facile et rapide.- Grande précision dans le réglage du délai entre deux impulsions.- Possibilité de générer des impulsions de forme temporelle quelconque.	<ul style="list-style-type: none">- Le délai maximum entre deux impulsions est limité à 20 ps.
<u>Michelson</u> (Laboratoire Experimentalphysik II à Cottbus)	<ul style="list-style-type: none">- Le délai maximum entre deux impulsions est limité à 300 ps.	<ul style="list-style-type: none">- les réglages préliminaires sont très longs.- Faible précision dans le réglage du délai entre deux impulsions.

Tableau 2.3 : Avantages et inconvénients des deux différentes techniques de mise en forme SLM/Michelson

2.3. Caractérisation temporelle des impulsions mises en forme

2.3.1. Auto-cross corrélation

Nous présentons dans cette partie la méthode de caractérisation des impulsions laser femtosecondes et doubles impulsions femtoseconde qui a été utilisée. Après avoir procédé à la mise en forme temporelle des impulsions laser femtoseconde, on utilise un système d'auto/ cross-corrélation adapté à la mesure de la durée d'une impulsion (Full Width at Half Maximum FWHM), ainsi que du délai entre les deux impulsions. Cette méthode de caractérisation est basée sur l'analyse du profil spatial du faisceau produit par doublage de fréquence lorsque deux impulsions se croisent dans un cristal non linéaire. A titre d'exemple, la durée réelle de l'impulsion τ pour une impulsion de type Gaussienne, s'exprime à partir de la durée donnée par la trace d'auto-corrélation τ_{AC} comme [WAB07]:

$$\tau = \frac{1}{\sqrt{2}} \tau_{AC} \quad (2.3)$$

Néanmoins, une même trace d'auto-corrélation peut souvent provenir de plusieurs formes d'impulsions différentes. Il faut donc faire interagir l'impulsion à mesurer avec une impulsion de référence. Sa durée doit être faible par rapport à la durée de l'impulsion à étudier pour que l'on puisse l'assimiler à un « pic de Dirac ». On parle alors de cross-corrélation. La Figure 2.9 montre le principe de caractérisation de l'impulsion femtoseconde par une méthode d'auto corrélation intensimétrique. A l'aide d'un interféromètre de Michelson, l'impulsion incidente, de champ électrique $E(t)$ est séparée en deux parties identiques, décalées temporellement d'un délai τ . Ces deux impulsions sont superposées dans un cristal de doublage de fréquence (BBO), afin d'enregistrer l'intensité par une photodiode. La génération de seconde harmonique est proportionnelle au recouvrement des deux impulsions des deux faisceaux dans le cristal (BBO).

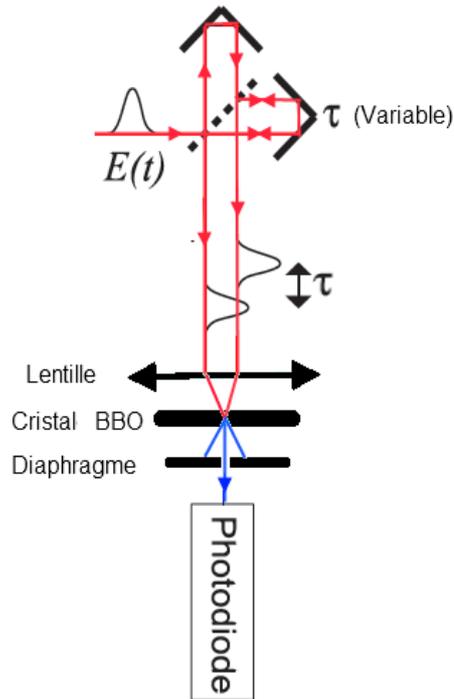


Figure. 2.9. Schéma de principe de fonctionnement du corrélateur, composé d'une lentille, un diaphragme pour filtrer le signal, une photodiode, un cristal BBO et deux miroirs dont un est fixe et l'autre mobile sur une platine permettant d'avoir un délai entre deux impulsions[SGL87].

L'intensité de la seconde harmonique générée $I_2(t)$ s'écrit en fonction du délai τ [WAB07] :

$$I_2(t, \tau) = I(t)I(t - \tau) \quad (2.4)$$

Tels que : $I(t) = |E(t)|^2$ est l'intensité de l'impulsion à caractériser, $I_2(t, \tau)$ est détecté par la photodiode et $I(t - \tau)$ est l'intensité qui se caractérise par un temps de réponse très grand devant la durée de $I_2(t, \tau)$. On en déduit l'équation (2.5), qui présente l'expression du signal d'auto-corrélation $A_{ac}(\tau)$ [WAB07] :

$$A_{ac}(\tau) = \int_{-\infty}^{+\infty} I(t)I(t - \tau)dt \quad (2.5)$$

Chapitre II.

La technique de l'auto-corrélation nous permet de mesurer la durée de l'impulsion femtoseconde laser (centrée à 800 nm avec une cadence de 1kHz). Le résultat de la mesure est une durée autour de 150 fs.

La mesure du délai entre les deux impulsions se fait à l'aide d'une autre technique appelée Cross-corrélation. Dans le principe, cette technique est tout à fait identique à celle de l'auto-corrélation. Les schémas (a) et (b) de la figure 2.10 illustrent ces deux différentes techniques. Le schéma de la figure 2.10 (b) représente le principe de la cross-corrélation, avec une impulsion de référence afin de caractériser notre impulsion selon l'équation (2.4). Cette technique de Cross-corrélation sert à mesurer le délai entre double pulse. Le signal de cross-corrélation à la sortie de cristal BBO est sous la forme suivante [WAB07] :

$$A_{ac}(\tau) = \int_{-\infty}^{+\infty} I(t - \tau) \delta(t) dt \quad (2.6)$$

Cette méthode de caractérisation est relativement bien adaptée aux impulsions mises en forme. En effet, elle permet la caractérisation d'impulsions complexes, composées de plusieurs parties distinctes étalées dans le temps.

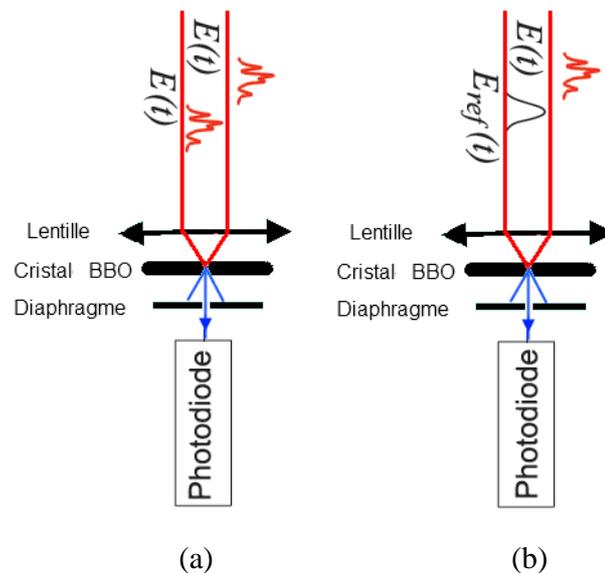


Figure. 2.10 : (a) schéma de principe de l'auto-corrélation, (b) schéma de principe de cross-corrélation [SGL87].

Chapitre II.

Le corrélateur avec ses deux modes de fonctionnement fournit un outil de caractérisation de la mise en forme des impulsions laser femtoseconde indispensable à nos études.

2.3.2. Caractérisation spatiale de faisceau laser

Dans cette partie, nous présentons la technique utilisée pour la caractérisation spatiale du faisceau laser au sein du laboratoire ExperimentalphysikII à Cottbus. Pour analyser les impulsions laser femtosecondes, nous nous servons d'une camera CCD, dotée d'un programme "Spiricon Laser Beam Analyzer". Cette caméra est utilisée pour vérifier les bons réglages de la position et de l'intensité des deux faisceaux issus de l'interféromètre de Michelson. Elle nous permet également d'avoir un meilleur ajustement lors du recouvrement des deux faisceaux laser en position zéro. L'image de la figure 2.11, montre la position initiale du recouvrement et les intensités des deux faisceaux issus de l'interféromètre de Michelson avant l'ajustement (ces intensités sont différentes après leur séparation). Nous nous servons de l'alignement des deux miroirs de Michelson (fixe et mobile), pour obtenir la même intensité pour les deux faisceaux (Image de la Figure 2.12). Enfin les miroirs de translation nous permettent d'ajuster l'alignement pour obtenir la position correcte du recouvrement des deux faisceaux (Figure 2.13).

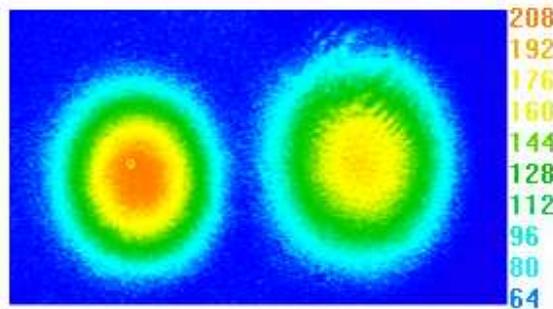


Figure 2.11. Image des deux faisceaux issus de l'interféromètre de Michelson avant la correction de l'alignement avec les deux miroirs fixe et mobile (différentes intensités et différentes tailles pour les deux faisceaux)

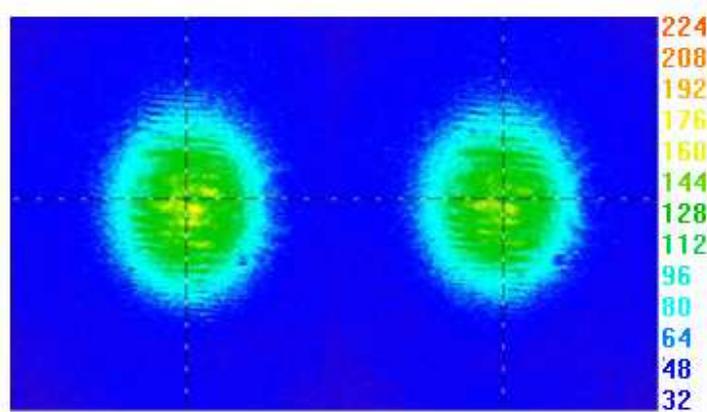


Figure 2.12. Image de deux faisceaux issus de Michelson après la correction de l'intensité avec l'alignement des deux faisceaux par deux miroirs fixe et mobile de Michelson (même intensité sur les deux faisceaux)

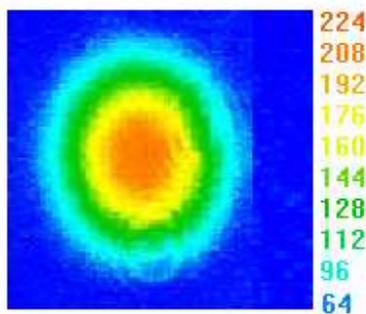


Figure 2.13. Image de deux faisceaux laser issus de Michelson avec un bon recouvrement des deux faisceaux.

2.4. Filtrage spatial de faisceau : système afocal

Nous avons installé sur notre dispositif expérimental un filtrage spatial de faisceau laser et un système afocal. Ce système composé de deux lentilles et un diaphragme (Figure 2.14). Le faisceau incident est focalisé à l'aide d'une première lentille convergente, dans son plan focal image. Mais des rayons n'ayant pas la même direction ne convergeront pas au même point. Ainsi, il est possible d'éliminer des rayons en plaçant un filtre (diaphragme) dans ce plan. On peut également réduire la taille du faisceau laser si la distance focale de la lentille L1 est supérieure à la distance focale de la lentille L2.

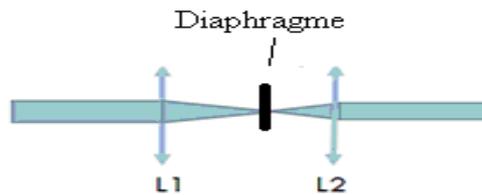


Figure 2.14. Système de filtrage spatial de faisceau (système afocal).

3. Dispositif d'irradiation laser

3.1. Montage expérimental

Le dispositif expérimental mis en place est présenté sur la figure 2.15. Après le réglage des différentes optiques et l'optimisation de la source laser de durée d'impulsion 150 fs centrée à 800 nm et de répétition 1kHz, présentée dans la partie A de la figure 2.15, nous dirigeons le faisceau laser vers le dispositif de la partie B de la figure 2.15. Cette figure présente le montage utilisé et qui permet de faire varier différents paramètres pour obtenir différents impacts sur notre échantillon. Nous disposons également, d'un système de vision (un laser He-Ne pour éclairer notre échantillon, une camera CCD et un écran) et d'un système de translation (platine de translation) géré par un programme réalisé sous LabView (développé par Nicolas FAURE). Ce programme permet de contrôler la position de notre impact sur l'échantillon sur une échelle micrométrique.

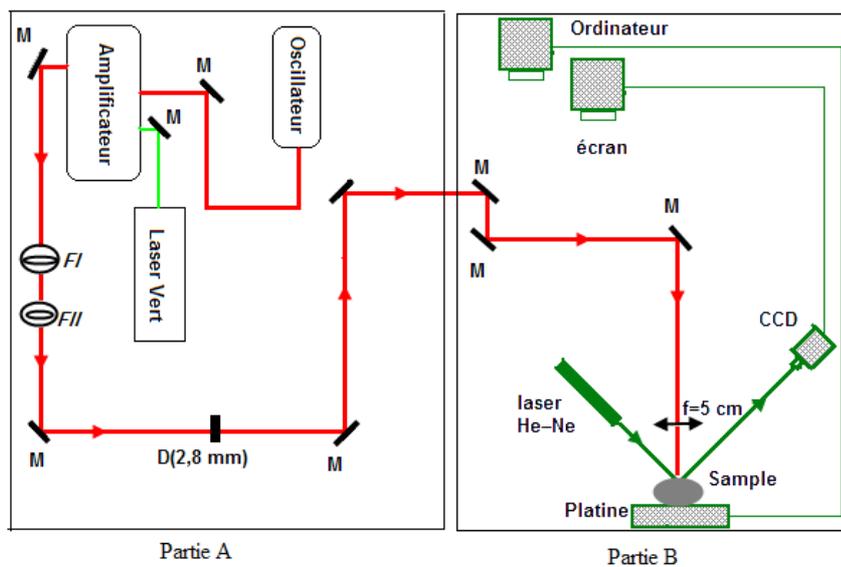


Figure. 2.15. Dispositif expérimental utilisé au cours de notre expérience.

Chapitre II.

Dans la partie A nous utilisons un diaphragme de diamètre de 2,8 mm et deux roues de filtres de densité FI et FII de marque « New Focus » permettant d'ajuster notre puissance laser. Les filtres double roue contiennent un ensemble de filtres de densité neutre montés en une seule unité, ces filtres permettent d'avoir une large gamme de variation des densités optiques, allant de 0,08 à 3,0 par incréments de 0,1. Chaque roue comporte six filtres de diamètre 24,1 mm dont les positions sont mécaniquement indexées pour un positionnement précis. Ils sont fabriqués avec des revêtements métalliques Inconel déposés sur un substrat de verre. Dans certaines expériences, nous utilisons également une lame $\frac{1}{2}$ onde et un polariseur pour ajuster notre puissance laser. Le réglage du nombre d'impulsions est piloté par un système de contrôle de la cellule de pockels (LaCH Saint-Etienne) ou par un Shutter mécanique (Cottbus). Nous utilisons une lentille achromatique de 50.8 mm pour focaliser le faisceau sur l'échantillon. Enfin nous installons notre échantillon sur le plan image du diaphragme afin de réaliser les différents impacts.

3.2. Réglages

Pour réaliser les réglages préliminaires du plan image de la lentille, nous réglons nos conditions expérimentales en utilisant des échantillons en inox, un matériau propre largement utilisé au laboratoire pour les phases de réglage liées aux LIPSS. Nous réglons la puissance laser sur une puissance très faible de 9,2 mW, avec un minimum de 10 impulsions permettant de marquer notre échantillon. Dans ces conditions d'énergie et de nombre d'impulsions, nous réalisons une série d'impacts sur notre échantillon en déplaçant la lentille avec un pas de 100 μm à l'aide d'une platine de translation. Nous procédons par la suite à l'analyse des différents impacts à l'aide du microscope optique. La figure 2.16 montre les images obtenues par microscopie optique des impacts obtenus en fonction de la distance à la lentille.

Chapitre II.

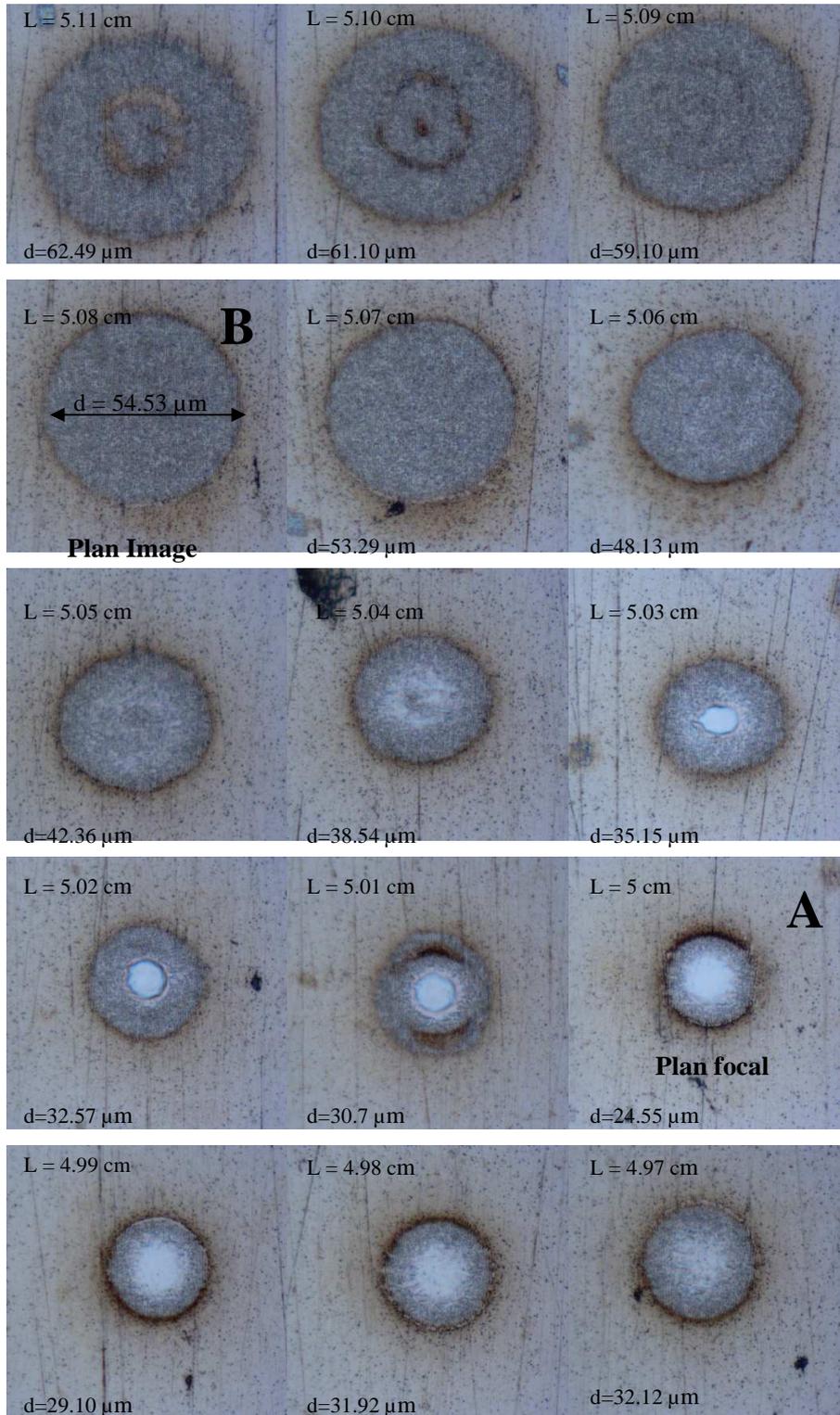


Figure 2. 16. Images réalisées par microscopie optique d'un échantillon d'inox irradié par 10 impulsions avec une puissance moyenne laser de moyenne 9,2 mW. Les images montrent la variation du diamètre de l'impact d en fonction de la distance entre la lentille et l'échantillon L .

Chapitre II.

Les images de la figure ci-dessus nous permettent, tout d'abord, de déterminer le plan focal et le plan image de notre lentille :

- Le plan focal est situé à une distance $L = 5$ cm entre la lentille et l'échantillon (Image A Figure 2.16), où le diamètre de l'impact irradié est plus petit ($d = 24,55 \mu\text{m}$) avec une forte ablation au milieu de l'impact qui correspond à la forme gaussienne de notre faisceau laser.

- Le plan image est situé à une distance $L = 50,8$ cm entre la lentille et l'échantillon où la forme de l'impact est plus circulaire et homogène, et le diamètre de la tache irradiée est de $d = 54,53 \mu\text{m}$ (Image B de la Figure 2.16).

En comparant nos résultats expérimentaux avec des calculs simples d'optique géométrique des diamètres des impacts au plan focal et au plan image ainsi que des distances focales et image de la lentille nous constatons que ces résultats sont approximativement équivalents. Le tableau ci-dessous récapitule l'ensemble de ces mesures et calculs effectués :

	Diamètre de l'impact (d) Calcul théorique	Diamètre de l'impact (d) Mesure expérimentale	Distance (L) Théorique	Distance (L) Expérimentale
Plan focal	18.48 μm	24.55 μm	50 mm	50 mm
Plan Image	54.68 μm	54.53 μm	50.9 mm	50.8 mm

Tableau 2.4. Comparaison des valeurs calculées et expérimentales concernant les diamètres d'impact (d) et les distances lentille-échantillon (L) pour le plan image et le plan focal. Le plan image de diamètre 54.53 μm doit se situer à 900 microns du plan focal (calcul). La méthode de recherche visuelle, grâce au microscope, nous a amené à nous placer à 800 μm , soit un déplacement de 100 μm .

3.3. Détermination de la fluence laser

Lors de l'irradiation d'un matériau pouvant conduire à l'ablation, la fluence est un paramètre primordial. Nous définissons la fluence F (J/cm^2) comme suit : l'énergie E (le nombre de photons $h\nu$) par unité de surface du faisceau laser Σ : $F = E/\Sigma$.

En pratique, la puissance laser est évaluée par la mesure de la puissance moyenne lorsque le laser de l'ordre du 1 kHz. La méthode la plus précise de calcul de la fluence est le calcul de la surface d'interaction entre le laser et la cible. Ce calcul de la fluence nécessite la détermination de la taille du faisceau laser sur la cible pour déterminer de façon expérimentale la fluence, nous obtenons la surface ablatée si la fluence est supérieure à la fluence seuil, elle s'exprime sous la forme suivante :

$$\Sigma_{th} = \frac{\Sigma}{2} [\ln F - \ln F_{th}] = \frac{\Sigma}{2} [\ln E - \ln E_{th}] \quad (2.7)$$

Avec $F_{th} = E_{th}/\Sigma$ la fluence seuil moyenne et E_{th} l'énergie minimum pour ablater le matériau.

On a donc une relation linéaire entre la surface ablatée et le logarithme de l'énergie. A partir de l'équation (2.7), la pente de la droite est la moitié de la surface du faisceau. La figure 2.17 présente un exemple d'évaluation de la taille du spot laser sur les cibles d'or et de Nickel.

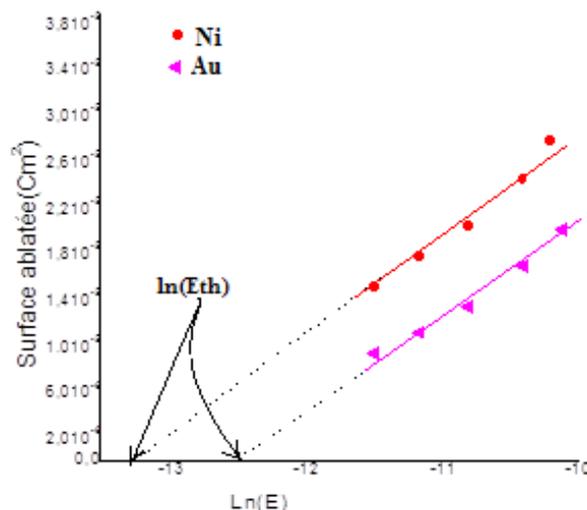


Figure 2.17. Exemple de l'évolution de la surface ablatée en fonction du logarithme de l'énergie pour deux matériaux Au et Ni.

Chapitre II.

A titre d'exemple, la pente des courbes obtenues est égale à $\Sigma/2 = 7,93 \cdot 10^{-6}$. Cela conduit à une surface de spot laser de $1.6 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^2$ et donc une fluence laser de $0,63 \text{ J/cm}^2$ pour une puissance laser de 50 mW. Pour plus de détails sur cette méthode voir la référence [Gui09].

Les paragraphes ci-dessous, introduits les différents instruments utilisés en laboratoire, pour une caractérisation des LIPSS. On présentera brièvement, les trois différents types des microscopes utilisés : le microscope électronique, le microscope électronique à balayage (MEB) et le microscope à force atomique (AFM).

4. Caractérisation ex situ des échantillons

4.1. Microscopie Optique

L'utilisation du microscope optique est une méthode préliminaire de caractérisation, réalisée après chaque expérience d'irradiation des matériaux par le laser femtoseconde. La microscopie optique donne un accès rapide et immédiat aux différents impacts, et permet ainsi de sélectionner les résultats intéressants, pour pouvoir les analyser à l'aide d'une microscopie électronique à balayage avec une grande résolution, le but étant alors d'obtenir des précisions à l'échelle nanométrique.

L'instrument utilisé est un microscope optique LEICA FTM 200, équipé d'une caméra couleur digitale DFC 320, il est doté d'un logiciel « AxiovisionLE » développé dans un format d'image ZVI Carl Zeiss. Le microscope utilisé permet un grossissement allant de $\times 50$ jusqu'à $\times 1000$ et possède plusieurs méthodes de caractérisation selon les différents échantillons à étudier.

Le microscope optique est utilisé pour des analyses très rapides, ne demandant pas de haute résolution (une résolution limitée à un grossissement de 1000 fois), comme les réglages préliminaires concernant la recherche du plan image dans notre montage expérimental. Pour des analyses à haute résolution, comme celles des LIPSS à l'échelle nanométrique, nous utiliserons le microscope électronique à balayage (MEB) permettant d'obtenir une résolution satisfaisante.

4.2. Microscope électronique à balayage « MEB »

Le Microscope électronique à balayage (MEB) utilisé est de type « Nova NanoSEM », commercialisé par l'entreprise FEI, il possède deux types de résolutions, la première permet de travailler en haute résolution. La seconde, appelée « mode immersion », permet une résolution maximale de 1 nm, pour un grossissement de 300000. Le microscope électronique à balayage (MEB), utilise des électrons plutôt que la des photons, pour former une image qui représente la morphologie de la surface. Le principe de fonctionnement du MEB est l'émission d'un faisceau d'électrons balayant la surface de l'échantillon à analyser (Figure 2.18). Le faisceau d'électrons primaires produits par un canon à électrons à effet de champ (Field Emission Gun), interagit avec l'échantillon provoquant ainsi l'ionisation des atomes par éjection de deux types d'électrons : les électrons «secondaires » et les électrons « rétrodiffusés ». Les électrons secondaires sont captés par un détecteur qui enregistre ces signaux pour obtenir une image topographique. La densité des électrons, quand la tension d'accélération est constante, dépend de l'angle entre la surface et le faisceau. Plus cet angle est petit, plus le nombre d'électrons secondaires émis est important, donc plus la production d'électrons secondaires est importante.

Les électrons rétrodiffusés sont envoyés par la surface en étant divisés par le cortège électronique des atomes. Leur analyse permet d'obtenir des renseignements sur la composante chimique des matériaux. En effet, le taux de rétrodiffusion dépend du numéro atomique des atomes de la zone balayée. Plus les atomes ont un numéro atomique élevé, plus la zone analysée apparaît brillante.

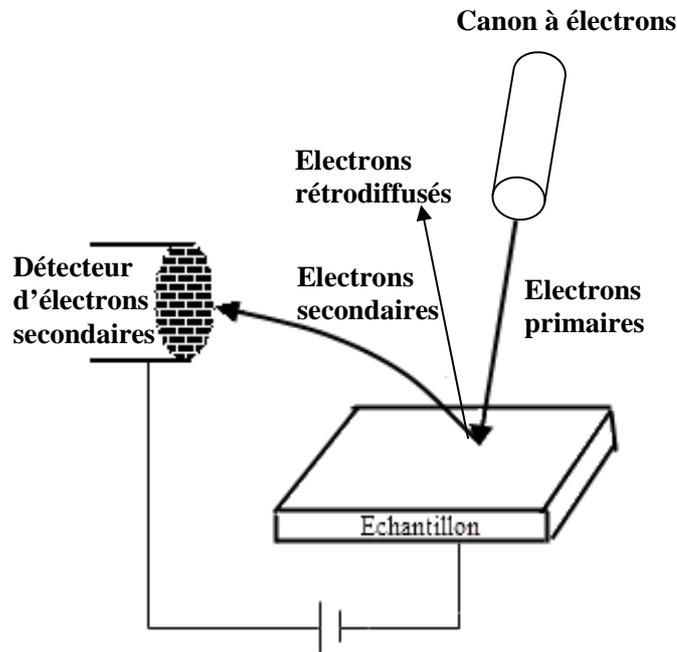


Figure 2.18. Principe de fonctionnement du microscope à balayage (MEB).

Le MEB est équipé d'un système d'évacuation pour produire un vide stable de l'ordre de 10^{-9} atm, ce vide est nécessaire pour conserver la bonne qualité du faisceau, et éviter la contamination de l'échantillon. Les échantillons analysés sont de types conducteurs, donc nous n'avons pas besoin de travailler en atmosphère résiduelle. La qualité des images et la précision analytique qu'on peut obtenir avec un MEB requièrent que la tache électronique sur l'échantillon soit à la fois fine, intense et stable. L'image de la figure 2.19, présente une image de MEB réalisé au laboratoire LaHC sur les LIPSS.

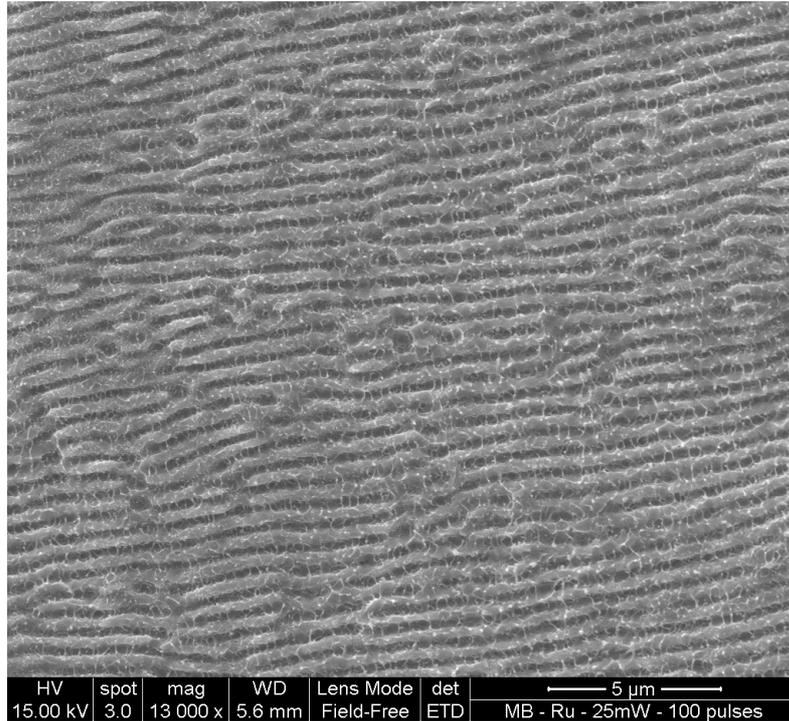


Figure 2.19 : Image MEB montrant des LIPSS formées à la surface d'une cible de Ruthénium irradié par un laser femtoseconde.

Le microscope électronique à balayage utilisé à Cottbus de marque « Zeiss EVO 40 » fonctionne suivant le même principe que celui de Saint Étienne.

4.3. Microscope à force atomique « AFM »

Dans les parties précédentes nous avons décrit les deux techniques de caractérisation (microscopies optiques et MEB) utilisées dans le cadre de notre étude, mais il s'avère que ces deux techniques d'analyse ne satisfont pas notre besoin d'une précision de mesure de la profondeur des LIPSS. Pour cela, nous utiliserons le microscope à force atomique AFM (Agilent 5500).

Le Microscope à Force Atomique (AFM : Atomic Force Microscope) est un microscope à sonde locale permettant de visualiser la topographie surfacique d'un échantillon avec une résolution de l'ordre du Angstrom. Son principe de fonctionnement repose sur les interactions entre l'échantillon et une pointe nanométrique montée sur un

Chapitre II.

micro-levier, se déplaçant dans les 3 directions de l'espace via un piézoélectrique (Figure 2.20). Les forces d'interaction entre la surface sondée et la pointe, sont déduites directement de la mesure de flexion du micro-levier. Pratiquement, on mesure la réflexion d'un laser sur la pointe, pour déterminer la flexion du levier.

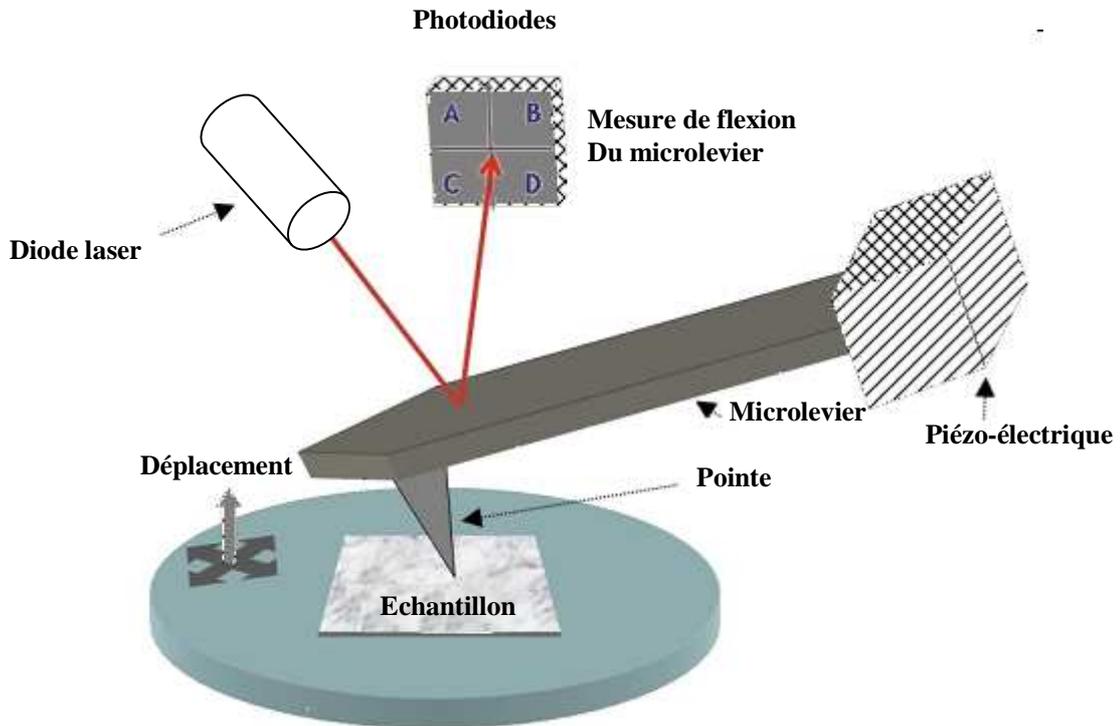


Figure 2.20 : Schéma de principe du microscope AFM montrant la détection de la déflexion du levier par faisceau laser réfléchi vers un détecteur.

Couramment, le balayage est établi selon les modes suivants :

- **Le mode contact** : Le balayage est réalisé par un contact physique entre la pointe et la surface de l'échantillon, jusqu'à la création d'une force répulsive entre les atomes de la pointe et les atomes situés à la surface. Cette force crée une déflexion du levier et sera mesurée par la photodiode, les variations des forces répulsives dues aux reliefs sont enregistrées pour donner lieu à une image topographique.

- **Le mode non-contact** : La pointe vibre verticalement (autour de sa fréquence propre), à une distance de 5 à 15 nm de la surface de l'échantillon. La force attractive, qui représente une perturbation pour les oscillations, modifie l'amplitude, la phase et la

Chapitre II.

fréquence de la vibration en fonction de la hauteur moyenne de la pointe. L'électronique d'excitation permet de détecter cette modification en fournissant le signal électrique servant à la régulation. L'absence de contact entre la pointe et la surface demeure un avantage principal de ce mode, cela préserve la qualité de la pointe. En revanche, la force attractive (sensible généralement à la hauteur de la pointe) est beaucoup plus faible que celle de déflexion utilisée dans le mode contact, la qualité de l'image n'est donc pas aussi bonne que celle obtenue dans le premier mode. De plus, il faut ajouter que la présence d'une couche de vapeur à la surface sous conditions ambiantes peut piéger la pointe si la vibration est réalisée à une amplitude qui n'est pas suffisamment grande. Ce mode est donc peu utilisé.

- Le mode contact intermittent “ tapping mode ” : La pointe vibre à une très faible distance de la surface au point qu'elle « touche » celle-ci, lorsqu'elle est dans sa position la plus basse, le contact est donc intermittent. La force liant la pointe et la surface, varie de l'attraction à la répulsion. A l'image du mode non-contact, il est tenu en compte de garder constante la hauteur moyenne, cela est garanti en fournissant une bonne amplitude de vibration. Quant à la qualité de l'image donnée, le mode du contact intermittent est comparable au mode contact, de plus, il évite mieux les problèmes d'endommagement, d'adhésion ou de faibles sensibilités propres aux modes contact ou non-contact.

Les images topographiques obtenues dans le cadre de notre étude sont réalisées en mode contact, par S. Reynaud. Parmi les limitations que présente cette technique, l'usure rapide de la pointe est sans doute la plus gênante. Le microscope AFM utilisé à Cottbus de marque « SPM SOLVER P47H » fonctionne suivant le même principe que celui de Saint-Étienne.

4.4. Résumé

Le tableau ci-dessus résume les avantages et les inconvénients des divers appareils de caractérisation des surfaces de notre échantillon avant et après l'irradiation (microscope optique, microscope électronique à balayage et microscope à force atomique).

	Avantages	Inconvénients
Microscope Optique	<ul style="list-style-type: none"> - utilisation très rapide et facile. - accessible à tout opérateur 	<ul style="list-style-type: none"> - Grandissement limité (1000 fois), ne permettant pas l'observation des détails (période des LIPSS).
MEB	<ul style="list-style-type: none"> - Possibilités de mesure sur différents matériaux (conducteurs, semi-conducteurs, isolants, biologiques, ...). - Résolution maximale de 1 nm et un grandissement jusqu'à 300 000 fois, permettant une observation des détails. - mesure de la période LIPSS 	<ul style="list-style-type: none"> - Mise sous vide des échantillons. - Il faut s'assurer que l'échantillon soit de nature à supporter le bombardement électronique.
AFM	<ul style="list-style-type: none"> - Possibilités de mesure sur différents matériaux (conducteurs, semi-conducteurs, isolants, biologiques, ...). - une grande résolution allant jusqu'à 1 Å en Z. - mesure de la période et l'amplitude LIPSS 	<ul style="list-style-type: none"> - Champ réduit dans la pratique (100 µm x 100 µm). - Temps de mesure relativement long (10 à 30 minutes). - Usure rapide de la pointe - Besoin d'un opérateur bien formé.

Tableau 2.5 : Récapitulatif présentant les différents avantages et inconvénients des différentes techniques utilisées (Microscope optique, MEB et AFM).

5. Formation de LIPSS sur un échantillon de Tungstène : effet de la fluence laser

Dans cette partie nous examinons l'effet de la fluence laser sur la formation des LIPSS. Cette étude présente les résultats expérimentaux de l'irradiation d'un échantillon de Tungstène avec différentes fluences laser. Comme démontré dans le chapitre 1, la formation des LIPSS dépend de la fluence laser. Dans leur article, Yasumaru et al [YMK05] montrent une forte corrélation entre la période des LIPSS et la fluence laser. Ainsi, on constate une augmentation de la période des LIPSS avec l'augmentation de la fluence près du seuil d'ablation. Par ailleurs, cette observation a été confirmée dans l'article de Reif et al montrant une corrélation entre la dose d'énergie et la période des structures [RCV09]. L'utilisation d'un faisceau spatialement gaussien ne permet pas d'avoir une fluence uniforme sur la zone affectée. L'image de la figure 2.21 montre que la zone d'apparition des LIPSS dépend de la répartition spatiale du faisceau gaussien, telle que la zone encadrée en bleu qui présente la plage d'énergie d'apparition des LIPSS. Cette image présente la surface du tungstène irradiée avec une fluence moyenne de $1,88 \text{ J/cm}^2$ et 50 impulsions. Superposé à l'image nous présentons le profil de la forme spatiale du faisceau gaussien avec une taille de waist de $22,5 \mu\text{m}$, tel que, le rayon waist représente la largeur du faisceau laser à $1/e$. Nous avons choisi le tungstène dans ce travail, due à une grande possibilité d'obtenir des LIPSS. Elles sont nettes avec un contraste élevé, qui peut être lié à sa grande valeur de la force du couplage électron-phonon (comme nous le verrons dans le chapitre 4).

Chapitre II.

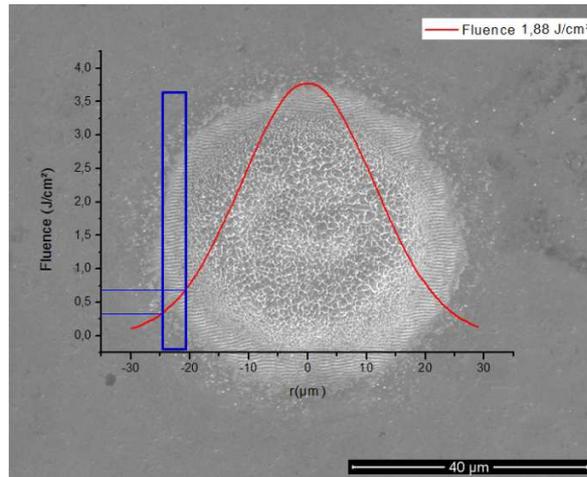


Figure 2.21 : Influence de la forme spatiale du faisceau gaussien sur la zone d'apparition des LIPSS, l'image présente un échantillon de tungstène irradié avec une fluence de 1,88 J/cm² et 50 impulsions.

La plage de fluence sur laquelle les LIPSS sont observées sur le tungstène est limitée : entre 0,30 et 0,70 J/cm² avec 50 impulsions, cette plage se trouve au bord de la tache irradiée sur le tungstène, ainsi aucune LIPSS au milieu de la tache irradiée n'a été observée, due à une fluence très importante, suite à la forme gaussienne du faisceau laser. Les images MEB de la figure 2.22, montrent l'influence de la fluence laser sur l'apparition des LIPSS dans la gamme de fluence allant de 0.06 à 1.88 J/cm² avec les mêmes conditions expérimentales et un nombre d'impulsions fixe (50 impulsions). Pour des fluences trop faibles, il semblerait qu'aucune modification ne soit induite (Figure 2.22 (a)), tandis qu'à partir d'un certain seuil, des structures périodiques commencent à apparaître après une accumulation de 50 impulsions (Figure 2.22 (b)).

Chapitre II.

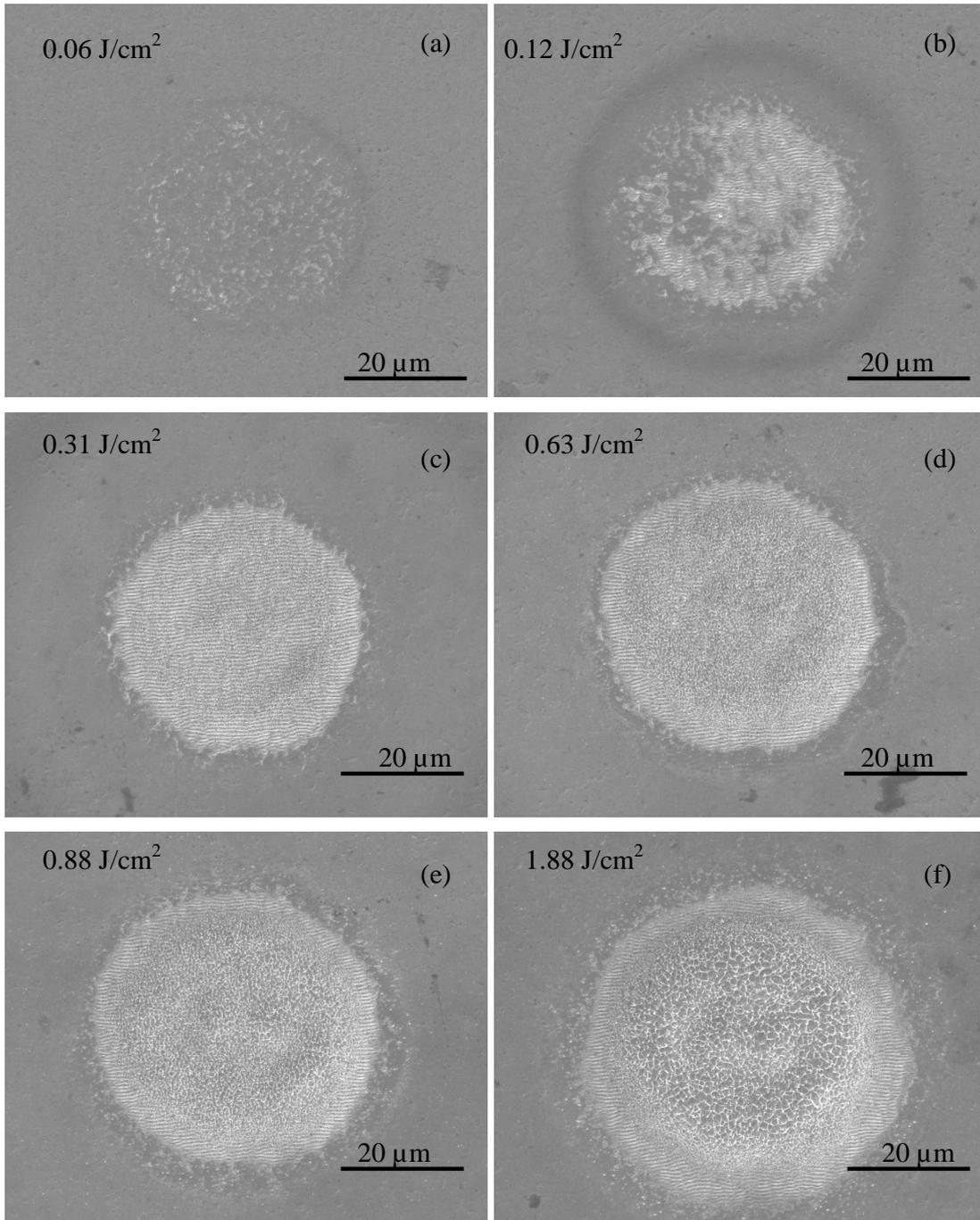


Figure 2.22 : Influence de la fluence sur l'apparition des LIPSS sur le tungstène avec 50 impulsions pour une gamme de fluence allant de 0.06 à 1.88 J/cm².

Cependant, pour des fluences trop importantes, l'irradiation laser provoque une ablation. La zone d'une forte ablation ne possède pas de caractéristiques périodiques où la fluence est très importante (centre de la tache irradiée Figure 2.22 (f)). Mais des LIPSS

Chapitre II.

apparaissent au bord de la tache correspondant à une plus faible fluence, cela est dû à la répartition d'énergie du faisceau gaussien (Figure 2.21). Nous rapportons les résultats de la figure 2.22 sur le graphe ci-dessous (Figure 2.23), la densité des LIPSS a été présentée en fonction de la fluence qui varie entre 0.06 J/cm^2 et 1.88 J/cm^2 . Elle a été calculée par le rapport entre la surface couverte par les LIPSS et la surface globale de l'impact laser.

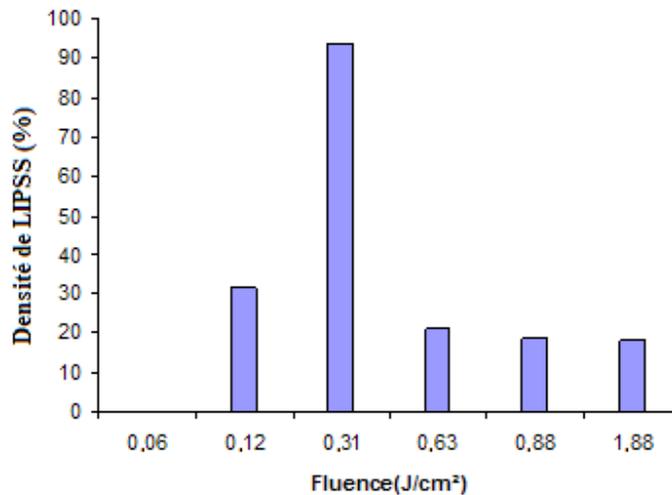


Figure 2.23 : Densité de LIPSS en fonction de la Fluence, la densité est calculée sur les taches irradiées présentées sur les images de la figure 2.22.

Le graphe précédent montre une densité de LIPSS nulle pour une fluence de 0.06 J/cm^2 très faible par rapport à la fluence d'ablation du matériau (seuil d'ablation, qui équivaut pour le tungstène à 0.40 J/cm^2 [MMC04]). La densité augmente avec l'augmentation de la fluence jusqu'à atteindre un maximum. Elle diminue cependant pour des plages de fluence très importantes car les LIPSS sont situées juste au bord de la tache irradiée à cause d'une forte ablation des matériaux dans la zone centrale. Dans le cas du tungstène, le maximum de la densité des LIPSS a été observé pour une fluence de 0.31 J/cm^2 qui est considérée comme la fluence la plus adaptée à l'observation des LIPSS sur la surface du tungstène, après une accumulation de 50 impulsions. La fluence nécessaire pour une apparition claire des LIPSS dépend fortement du type du matériau, En effet, plusieurs auteurs situent la gamme d'apparition des LIPSS en dessous du seuil d'ablation [CKR04, VG06]. Pour ce raison, et avant chaque expérience, nous chercherons à déterminer pour chaque matériau la fluence nécessaire et la plus adaptée pour l'apparition des LIPSS.

6. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons vu la description détaillée des dispositifs expérimentaux utilisés pour mener cette étude dans les deux laboratoires : Laboratoire Hubert Curien à Saint Étienne et Laboratoire LS ExperimentalphysikII à Cottbus. Nous avons présenté les composantes de notre système laser femtoseconde et son mode de fonctionnement. Nous avons également exposé les différentes méthodes de mise en forme temporelle des impulsions femtoseconde et leur techniques de caractérisation (auto et cross corrélation).

En outre, nous avons présenté notre méthode d'irradiation des échantillons ainsi que les réglages préliminaires de notre dispositif expérimental (réglages du plan image). Ensuite, nous avons décrit les dispositifs expérimentaux utilisés dans le cadre des techniques de caractérisation de nos résultats.

Une illustration pratique de LIPSS formées à la surface d'un échantillon de tungstène a également été présentée.

Dans les chapitres suivants nous présenterons les résultats relatifs à la formation des LIPSS, obtenus dans le cadre de cette thèse.