

# Mesure de contraintes de couches minces par biréfringence

H. PIOMBINI - F. COMPOINT - C. AMBARD - D. PICART / CEA – Le Ripault

G. DAMAMME / CEA – Gramat

F. BRÉMAND / Université de Poitiers

Les dépôts de couches minces sur des composants optiques permettent de réaliser différentes fonctions, dont les plus connues sont l'augmentation de la réflectivité (miroir) et l'antireflet (élimination d'image parasite). Malheureusement, ces couches minces induisent des tensions dues à l'adaptation aux interfaces des différents matériaux employés qui ont des propriétés thermomécaniques et des paramètres de mailles différents. L'équilibre de ces tensions ou contraintes s'effectue en partie par une modification de la forme de l'interface et de la densification du milieu. Dans le domaine des couches optiques, les contraintes sont évaluées généralement à partir d'une mesure de rayon de courbure (« mesure d'une flèche »), en supposant que l'épaisseur du substrat est très supérieure à l'épaisseur de la couche et que les matériaux sont isotropes (théorie de Stoney [1]). Pour des matériaux déposés à température ambiante, les dépôts peuvent être très faiblement contraints et leur déformation trop faible pour être mesurable précisément, même à l'aide d'un profilomètre ou d'un interféromètre. Dans cet article est présentée une méthode de photoélasticité qui mesure les contraintes par effet opto-mécanique induit. Pour remonter aux contraintes, la biréfringence induite par le dépôt d'une couche mince est mesurée. Préalablement, le banc expérimental est étalonné à partir d'un essai sur un disque et de sa modélisation opto-mécanique.

Les contraintes présentes dans les couches optiques sont un paramètre essentiel à minimiser pour limiter la déformation de l'onde optique ou pour éviter le clivage des couches. Traditionnellement en optique, les contraintes sont évaluées en mesurant un rayon de courbure avec un profilomètre ou un interféromètre. Mais ces mesures atteignent leurs limites quand les contraintes sont faibles, ce qui est le cas des couches sol-gel d'ormosil, déposées à froid. Les couches d'ormosil, qui est

un matériau possédant des propriétés élastiques, sont utilisées pour atténuer le choc mécanique dû à l'absorption d'un faisceau laser intense par les composants optiques dans le Laser Mégajoule (LMJ). Pour optimiser l'utilisation de ces couches élastiques, l'évolution de leurs propriétés mécaniques est caractérisée en fonction d'un pourcentage d'un mélange de deux composés sol-gel : la silice, qui donne la raideur à la couche, et le PDMS (PolyDiMéthylSiloxane) [2], qui amène l'élasticité au matériau final. Pour

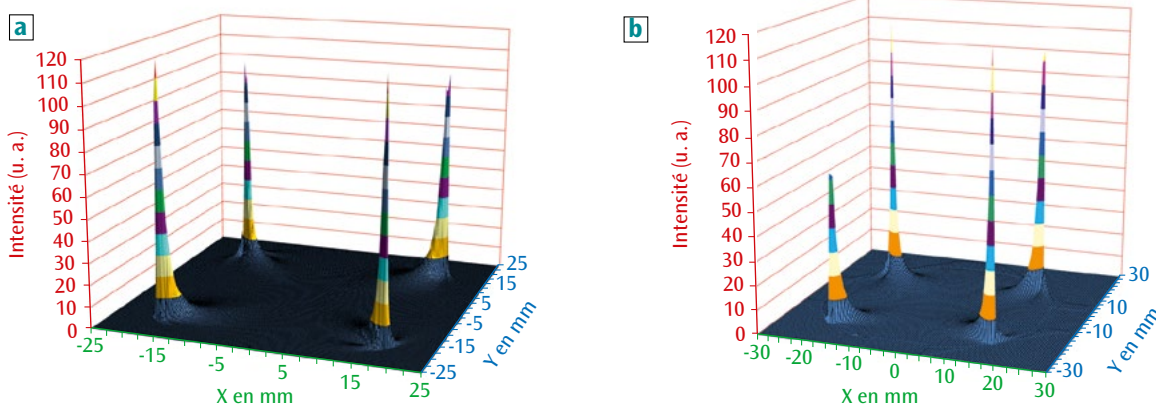


Figure 1. Visualisation 3D aux quatre points de mesure de l'intensité laser (a) théorique et (b) expérimentale indiquant la bonne adéquation entre les calculs et les résultats de mesure.

l'étude de ces contraintes, un banc pour mesurer la biréfringence a été développé [3]. Les premiers résultats obtenus avec des couches hybrides déposées sur silice ont été comparés à ceux des mêmes couches déposées sur silicium et mesurées en utilisant la méthode de Stoney [1].

Expérimentalement, un échantillon, placé entre deux polariseurs croisés, peut modifier, s'il présente une biréfringence induite ou non, la polarisation d'un faisceau laser. Le faisceau de sortie est mesuré par une photodiode et son intensité est enregistrée par l'intermédiaire d'un ordinateur. La réponse de l'échantillon peut être cartographiée grâce à deux platines motorisées. La biréfringence est évaluée grâce à la loi de Malus qui relie l'intensité au déphasage induit par la biréfringence créée. Comme les revêtements sont déposés sur un substrat de silice, la réponse aux contraintes de la silice doit être connue. Pour cela, des cartographies de biréfringence induite dans un substrat de silice soumis à une force connue mesurée par un capteur de charge sont réalisées. Cette force est répartie en quatre points (contacts linéiques) grâce à un support en V, dispositif connu sous le nom d'essai brésilien, ici deux axes. Une modélisation mécanique de l'essai brésilien a été mise en œuvre pour connaître le champ de contraintes

dans le disque de silice. À partir de ce champ de contraintes, les différents déphasages optiques locaux vus par un faisceau sonde et la convolution induite de la taille de ce faisceau laser sont simulés. Ces simulations opto-mécaniques sont comparées à des résultats expérimentaux (figure 1) montrant la bonne adéquation entre l'expérience et la théorie [4].

Les couches sol-gel sont des revêtements déposés sur un substrat de silice ayant un diamètre de 50 mm et une épaisseur de 5 mm à partir d'une solution sol-gel hybride qui s'écoule sur un substrat en rotation dont la vitesse de rotation est fixée par l'épaisseur désirée et la viscosité de la solution. Les couches sont synthétisées à partir d'une solution de silice et d'ormosil (PDMS). Le pourcentage de PDMS varie de 0 à 40 % en masse. Après le dépôt, les couches subissent un traitement thermique à 120 °C durant deux heures afin de finaliser les réactions de polycondensation et donc d'augmenter leur dureté. Les études paramétriques ont porté sur l'influence de l'épaisseur de la couche, du pourcentage de PDMS et du mode de catalyse. On constate que les contraintes augmentent avec l'épaisseur et diminuent avec le taux de PDMS (figure 2). Les mesures de contraintes par biréfringence suivent celles réalisées avec un profilomètre par la méthode de Stoney.

## Conclusion

Une mesure de contraintes de couches minces a été mise en place à partir d'une mesure de biréfringence, et les résultats obtenus sur plusieurs couches sol-gel sont comparables aux résultats obtenus par la méthode de Stoney [3]. Cette mesure a l'avantage d'être faite sur le même substrat que celui utilisé pour le LMJ (silice) contrairement à une mesure de profilométrie faite sur un substrat de silicium, l'accroche de la couche sol-gel n'étant pas forcément identique sur la silice et sur le silicium. Ces mesures confirment le faible taux de contraintes dans les couches sol-gel employées pour le LMJ.

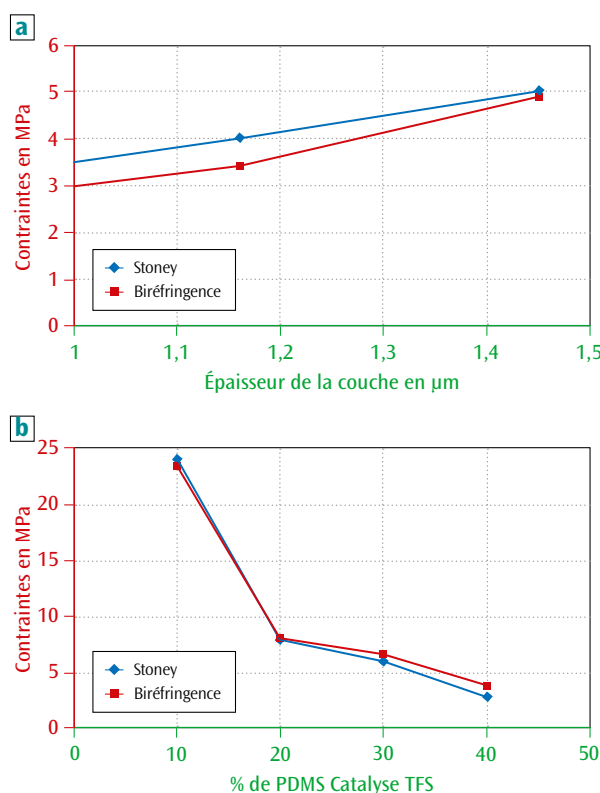


Figure 2. Contraintes (en MPa) en fonction (a) de l'épaisseur de la couche sol-gel, pour un taux de PDMS (PolyDiMéthylSiloxane) de 30 % et une catalyse HCl, et (b) du taux de PDMS, avec une catalyse TFS. Les mesures de contraintes de contraintes par biréfringence (en rouge) suivent celles réalisées avec un profilomètre par la méthode de Stoney (en bleu).

## Références

- [1] G. G. STONEY, "The tension of metallic films deposited by electrolysis", *Proc. R. Soc. Lond. A*, **82**, p. 172-175 (1909).
- [2] J. D. MAKENZIE, "Structure and properties of ormosils", *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, **2**, p. 81-86 (1994).
- [3] M. POMMIÈS *et al.*, "Impurities detection by optical techniques in  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  crystals", in *Proceedings of the 37th Annual Boulder Damage Symposium: Laser-Induced Damage in Optical Materials*, Boulder, États-Unis, sept. 2006, **6403**, 64031P1-11 (2007).
- [4] H. PIOMBINI *et al.*, "Stress measurement of elastic sol-gel layer by photoelasticity – Comparison with Stoney", *Opt. Mater. Express*, **6**, p. 469-485 (2016).