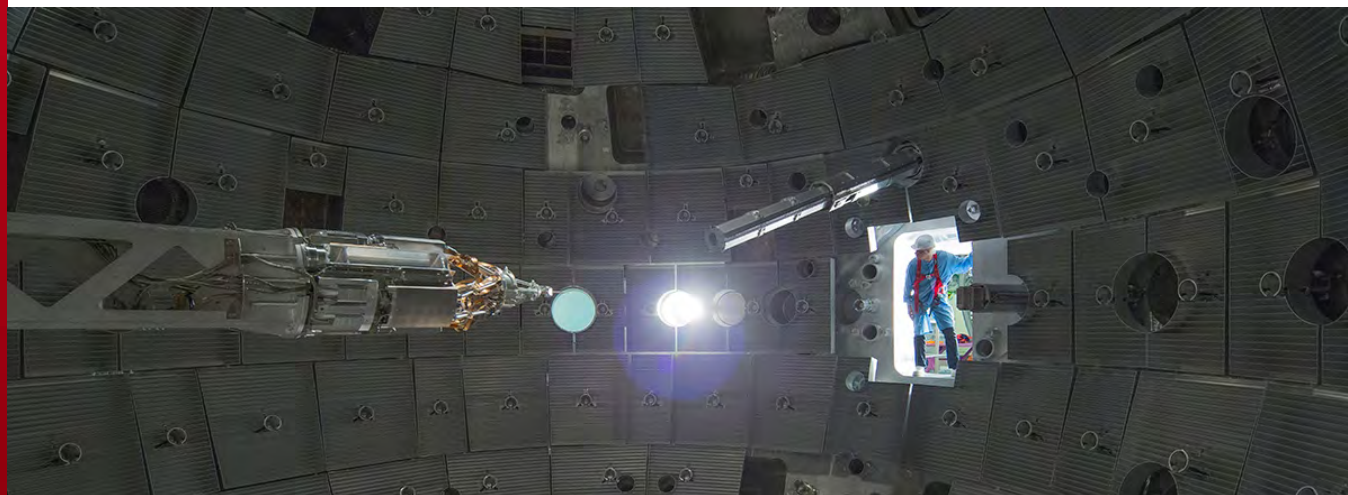


DE LA RECHERCHE À L'INDUSTRIE



ENDOMMAGEMENT DE LA SILICE SOUS FORT FLUX LASER À 351 NM



Journée Verres – Bordeaux – 17/18 Novembre 2016

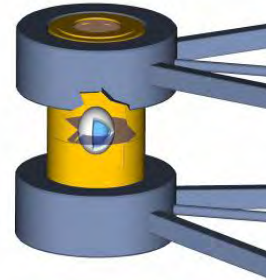
www.cea.fr

LMJ : UNE INSTALLATION DÉDIÉE A L'ETUDE DE LA PHYSIQUE DES PLASMAS DENSES HAUTE ÉNERGIE

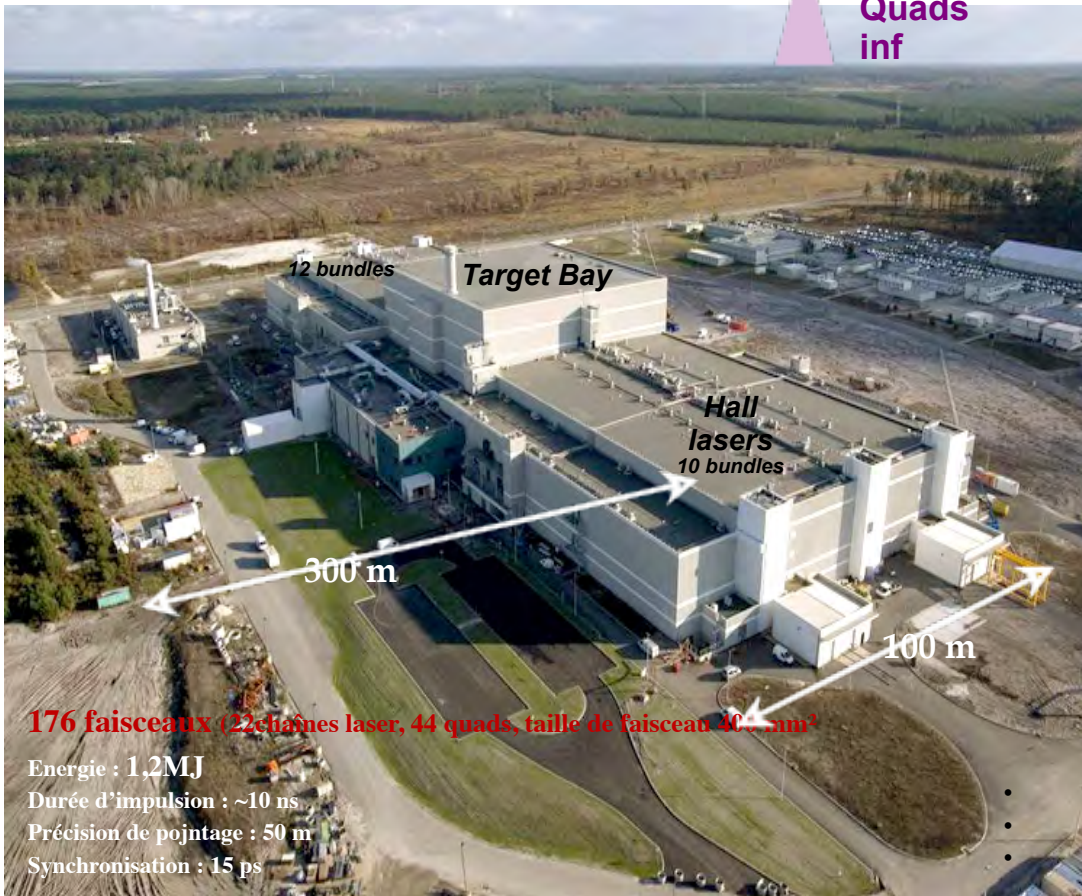
Cible



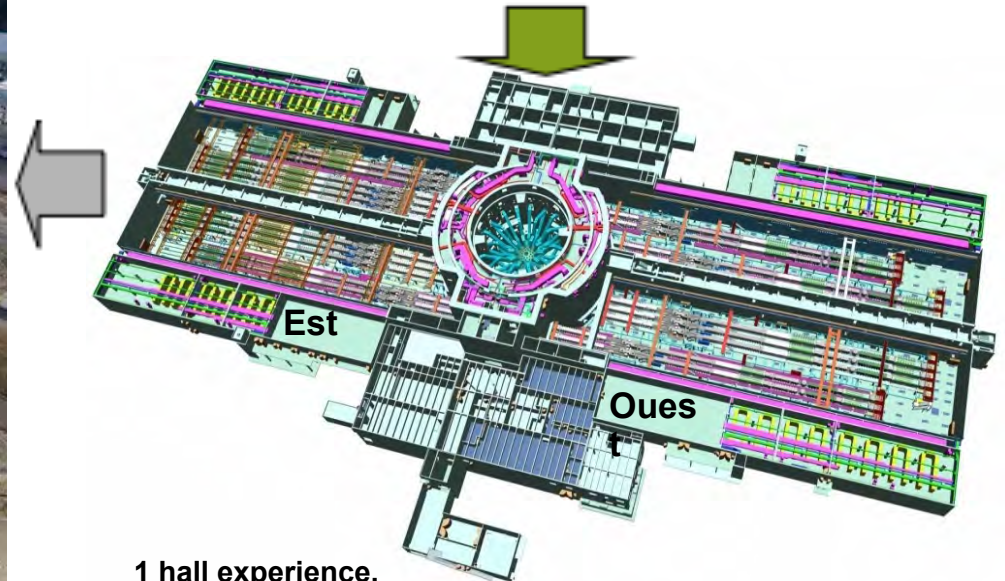
10 m



Quads sup



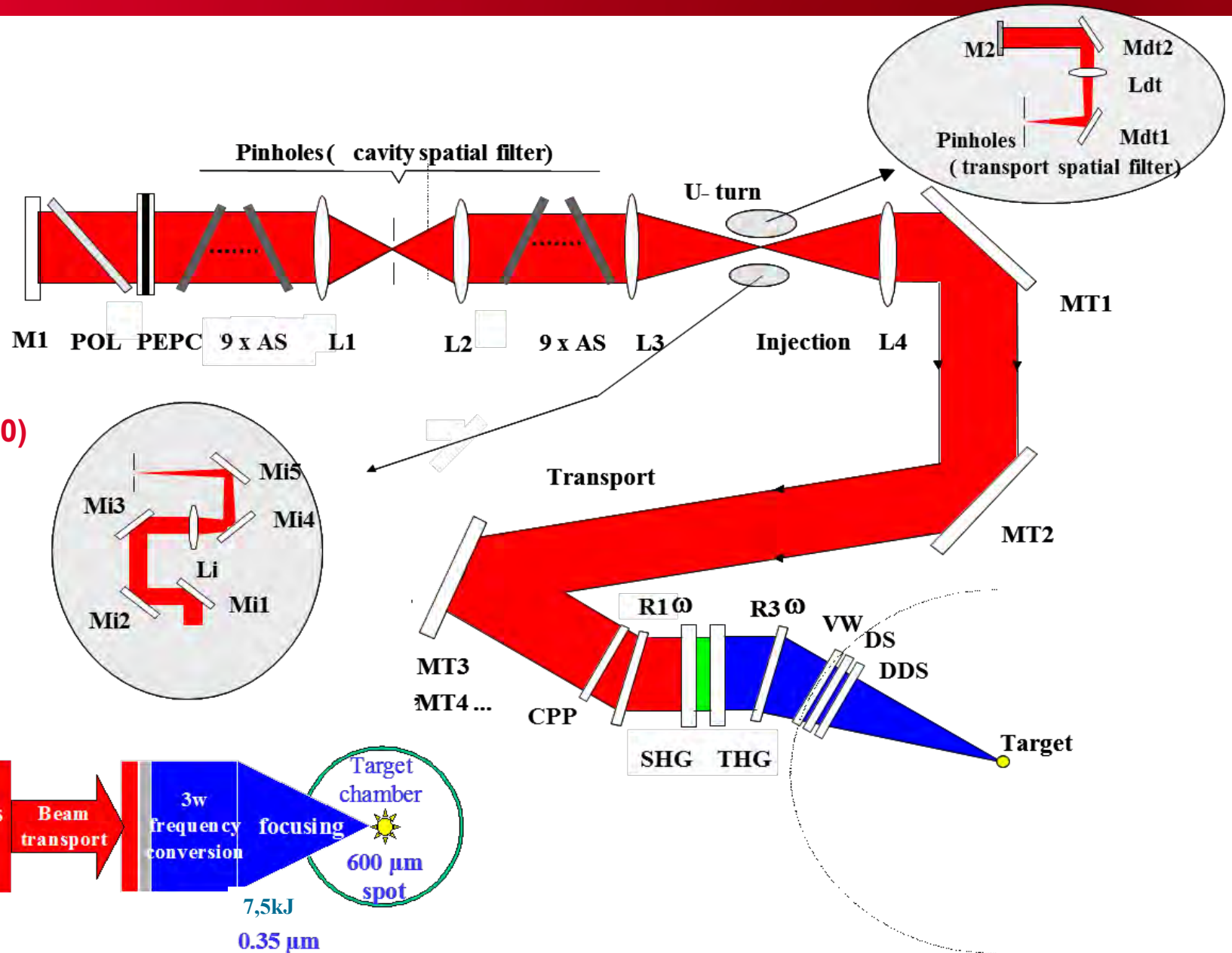
Quads inf



1 hall experience,
4 hall lasers - 22 chaînes de 8 faisceaux / chaîne
1 faisceau impulsion courte Peta-Watt laser (PETAL)

LMJ – ARCHITECTURE DE FAISCEAU

Verre phosphate de néodyme (LHG8, LG770)
BK7
Silice (7980, S312)
Cristaux KH₂PO₄





Fin du bâtiment



Piédestal de la chambre d'expérience

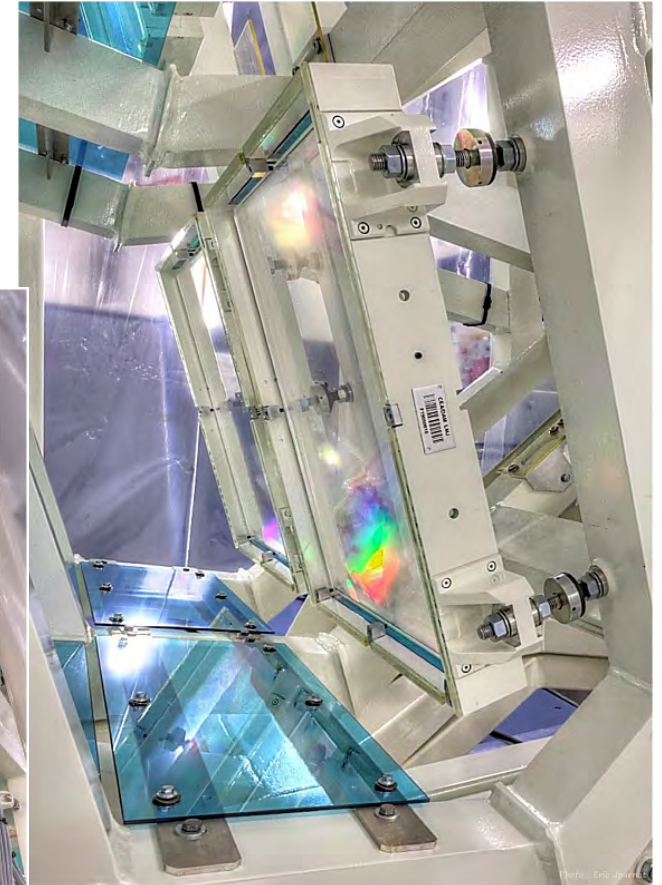
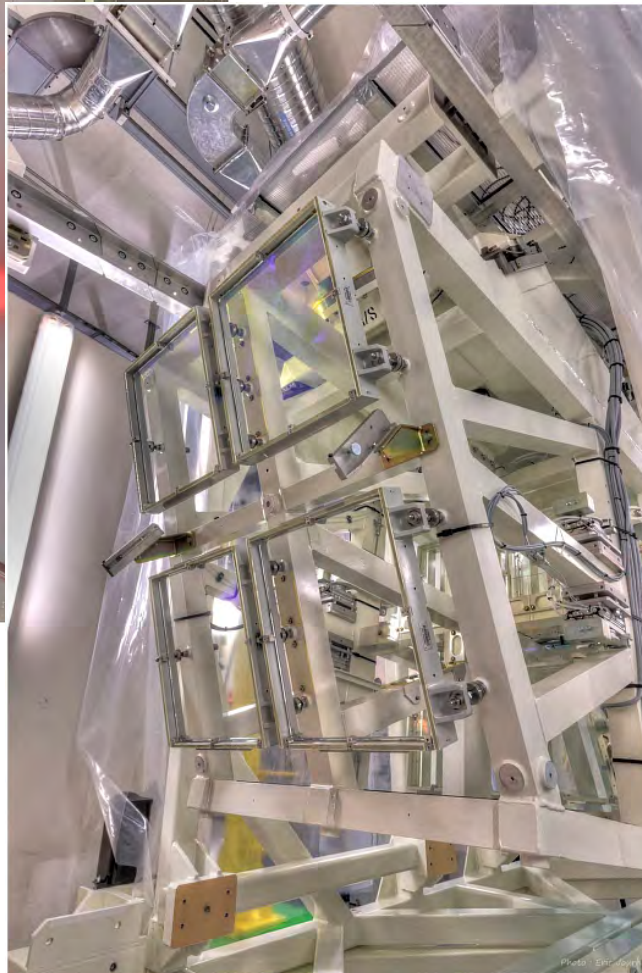
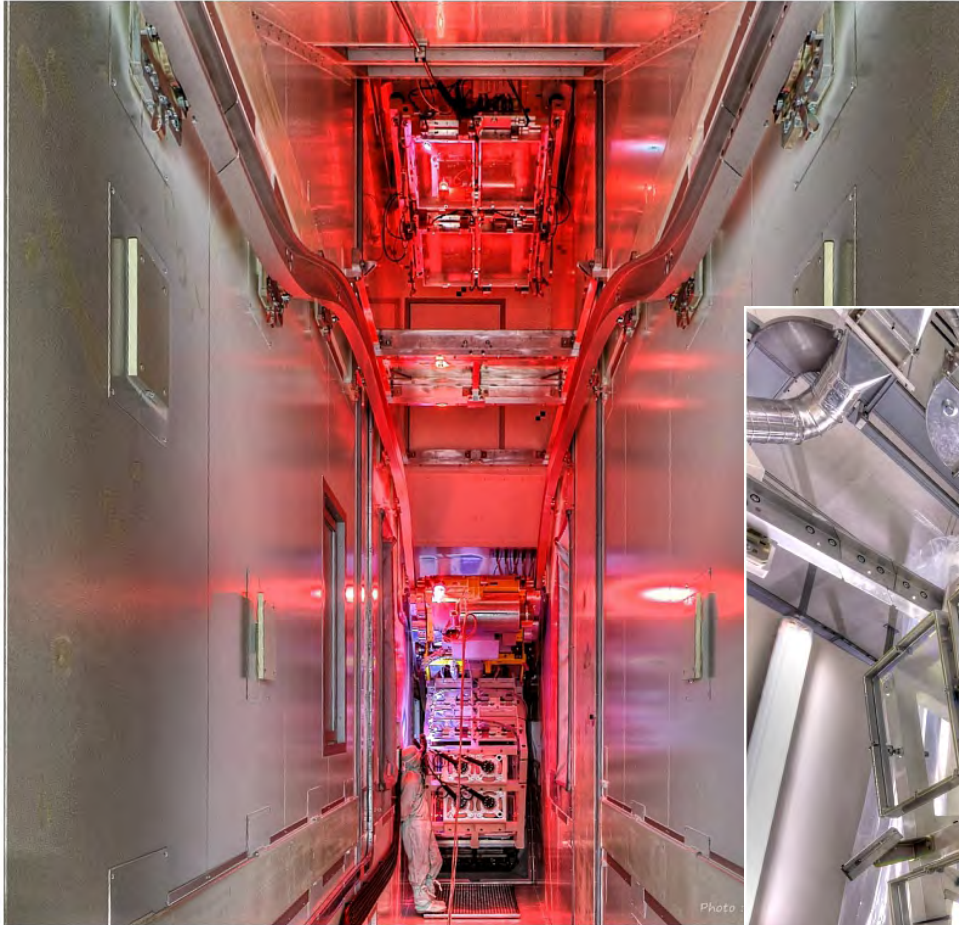


Octobre 2008



Décembre 2009

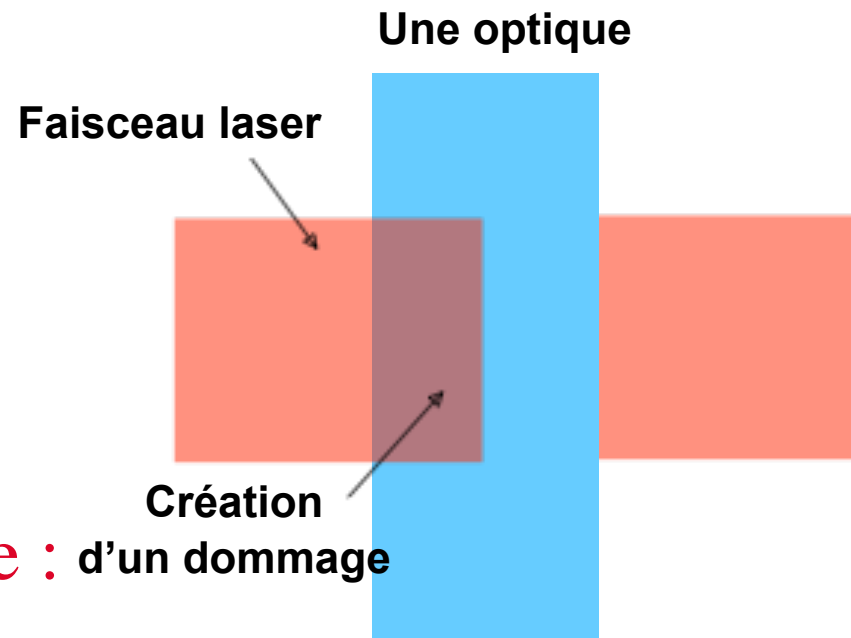
SYSTEME DE CONVERSION DE FREQUENCE ET DE FOCALISATION



LMJ - DES MILLIERS D'OPTIQUES DE PRÉCISION



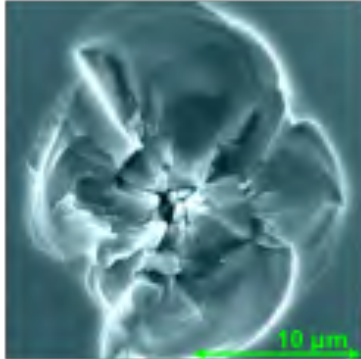
Cas d'un composant optique traversé (hublot, lentille, ...) par un faisceau laser par un faisceau de forte fluence - ou en réflexion (lame de prélèvement, ...) :



Le dommage peut être : d'un dommage

- Un dommage de volume
- Un dommage sur la surface d'entrée
- Un dommage sur la surface de sortie

Silice 7980, 20 J/cm², 3ns, 351 nm



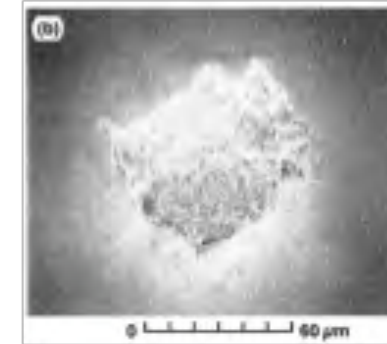
NG11, 21 J/cm², 1053 nm, 3ns



UG11, 25 J/cm², 1053 nm, 3ns



Silice, 3 J/cm², 400 ps, 1053 nm



SURFACE

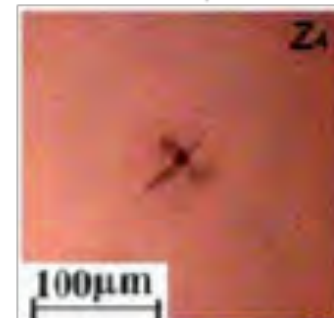
UROH9, 30 J/cm², 1053 nm, 3ns (dommage de volume sur inclusion – faisce collim.)



Silice 7980, 5 J/cm², 351 nm, 2.5ns (faisceau collimaté)



KDP, 532nm, ns (faisceau focalisé)

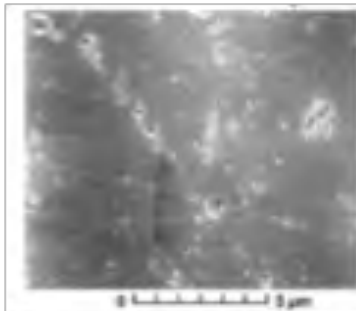


Nd:YAG Ceramic, 1064nm, 9ns,

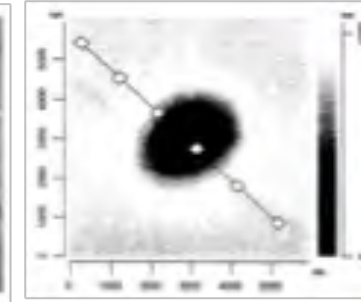
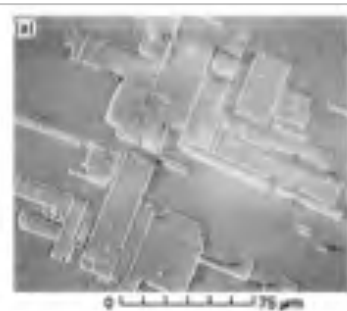


VOLUME

CaF2, qq J/cm², 400 fs, 1053 nm

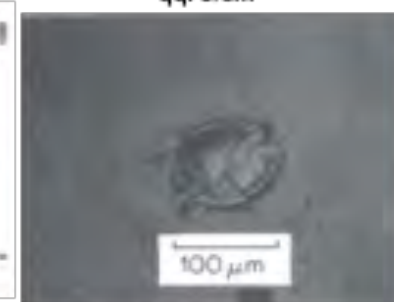


CaF2, >10 J/cm², 900 ps, 1053 nm



ZnSe, 10.6µm, qq. J/cm², 13 ns

Cu diamond turned, 10.6µm, qq. J/cm²

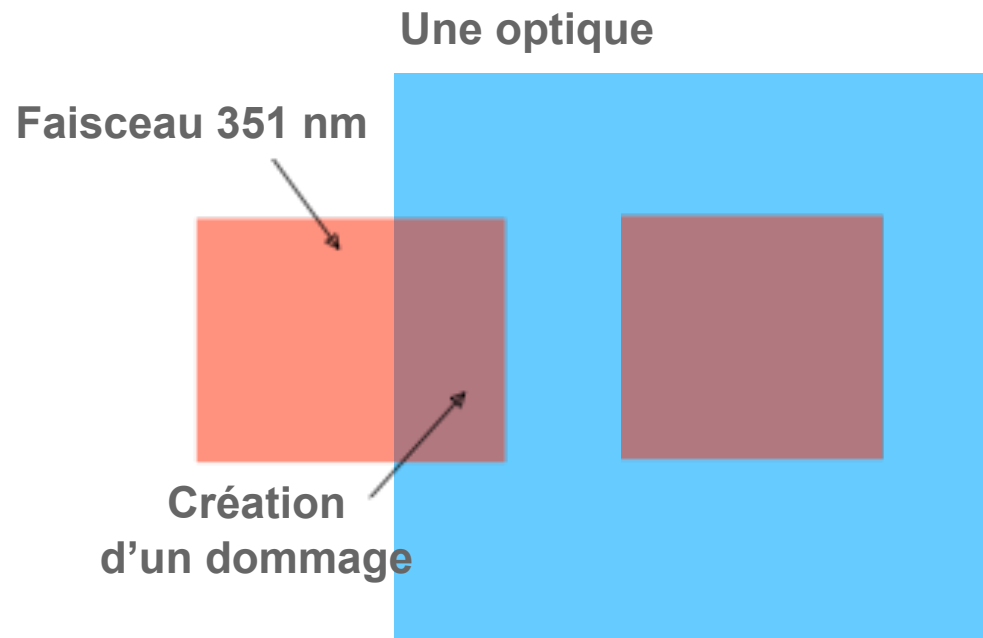


Cu, 780 nm, 150 fs

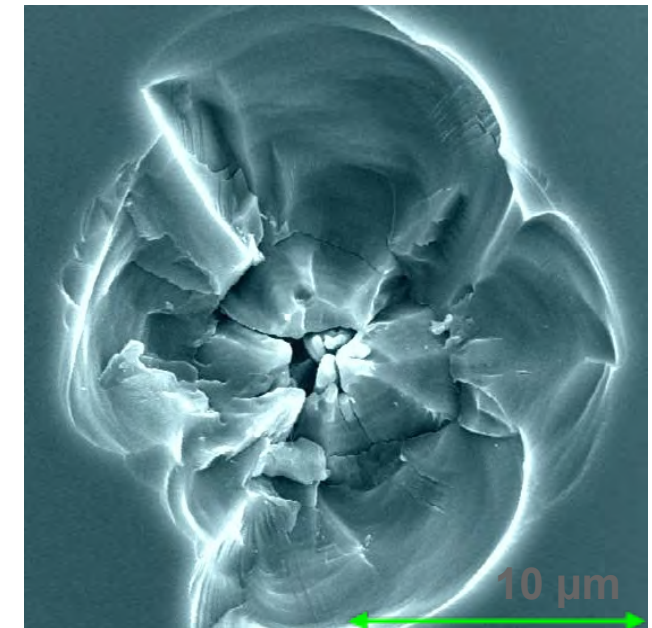


SURFACE

OPTIQUES DE SILICE DE FIN DE CHAÎNE LMJ : LES PLUS SUJETTES À L'ENDOMMAGEMENT LASER



Un dommage laser sur une optique en silice

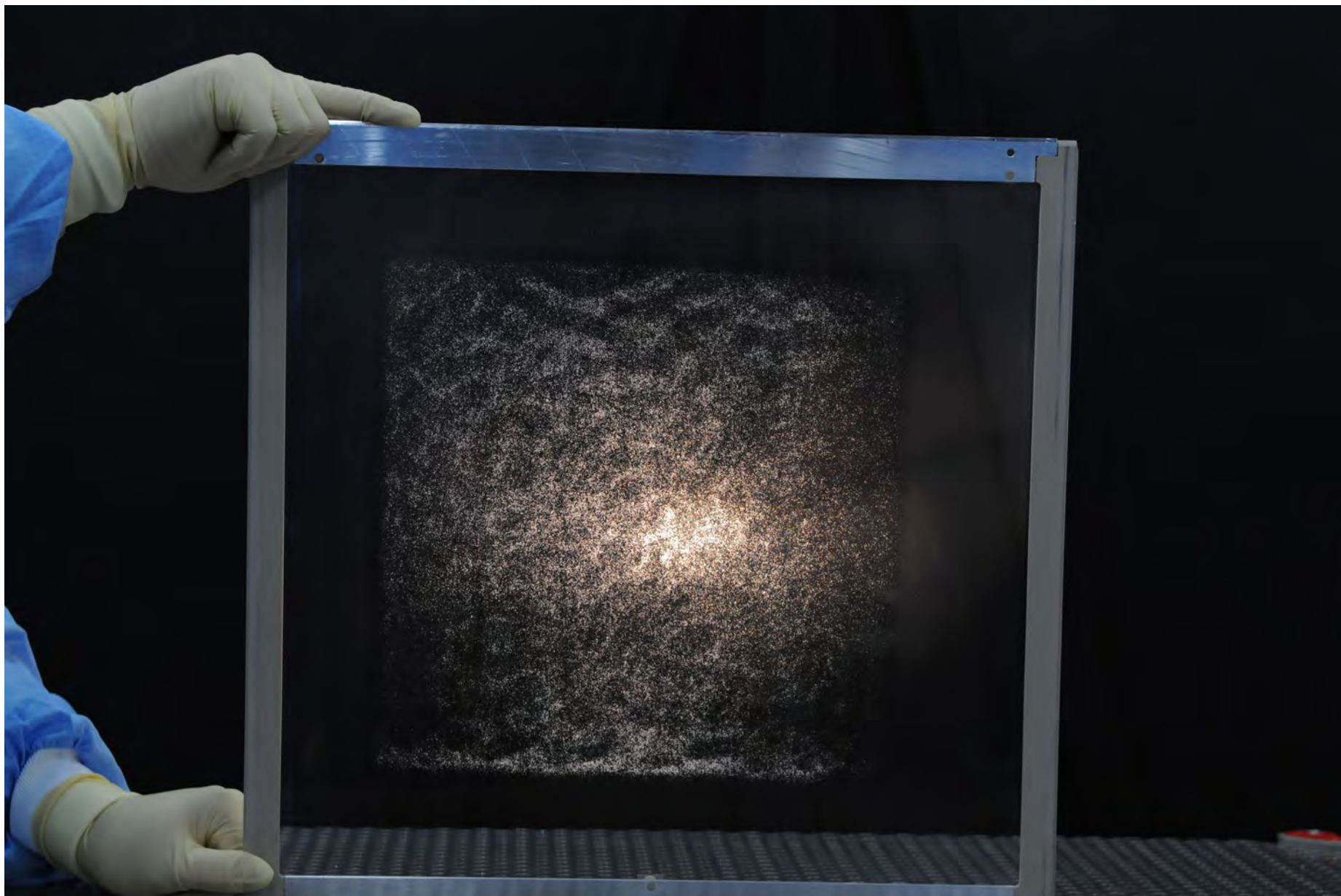


25 J/cm², 3ns @ 1053 nm : pas de problème d'endommagement
10-14 J/cm², 3ns @ 351 nm : endommagement des faces de l'optique

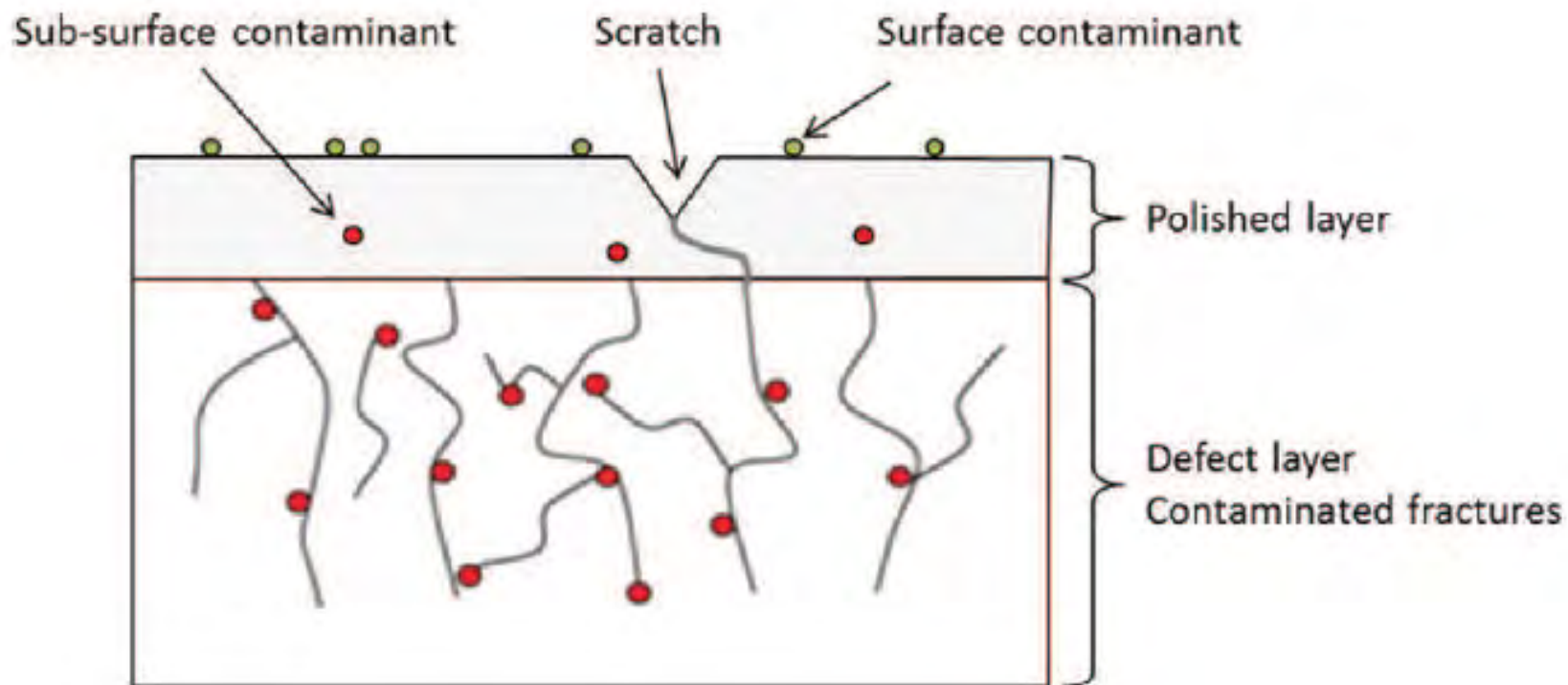
- **2 aspects au problème d'endommagement**
 - Initiation
 - Croissance

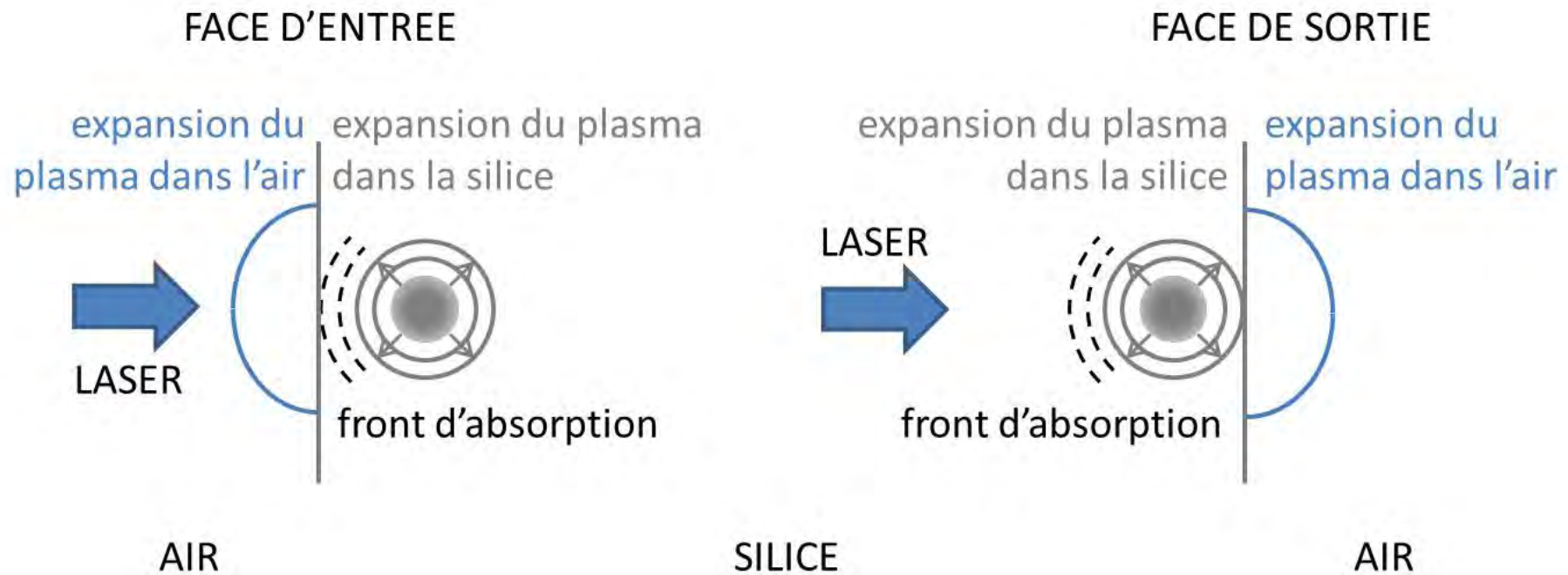
- **Stratégie d'amélioration**
 - **Décroître la densité de dommages (initiation)**
 - Bloquer la croissance

ENDOMMAGEMENT DES OPTIQUES DE SILICE DE FIN DE CHAÎNE LMJ A 351 nm - EXEMPLE



ENDOMMAGEMENT DES OPTIQUES DE SILICE DE FIN DE CHAÎNE LMJ A 351 nm – QUELS PRECURSEURS ?

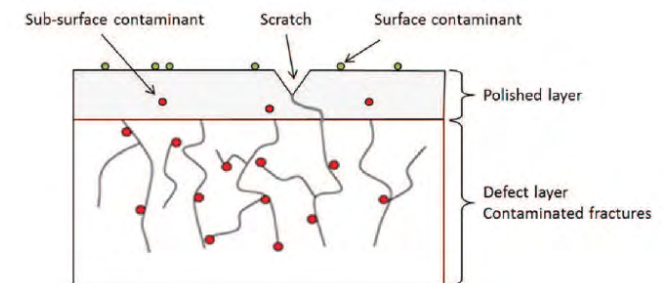




L'endommagement en face de sortie est plus probable que sur la face d'entrée

Limiter l'initiation de dommage laser à 351nm des composants en silice impose une meilleure connaissance de l'interface de silice pour supprimer/limiter les précurseurs de dommages

1. Procédé de fabrication
2. Défauts locaux de sous surface
3. Défauts locaux de surface
4. Polluants induits par le procédé de fabrication
5. Défauts structuraux

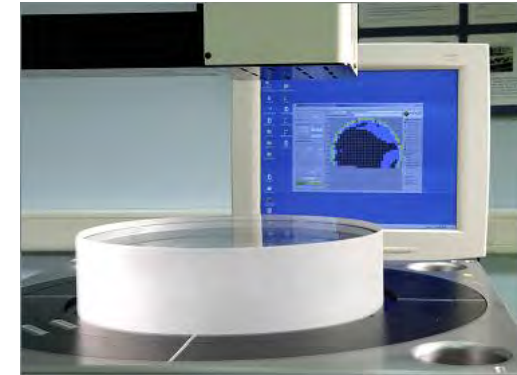


**OPTIQUE EN SILICE DE FIN DE
CHAINE DU LMJ – PROCEDE DE
FABRICATION**

Utilisée pour la totalité des grandes pièces en transmission d'installation laser de puissance : lentilles, hublots, réseaux, lames de phase, ...

Avantages :

- Excellente homogénéité : $Dn < Qq$. ppm
- Forte tenue au flux intrinsèque @ $1,053\mu\text{m}$ et $0.351\mu\text{m}$
- Faible n_2
- Absorption faible @ $0.351\mu\text{m}$: $k < 150 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^{-1}$
- Disponible en grande dimension



Fabrication Methods for precision optics, HY. K. Karow, Wiley Interscience



Ébauchage

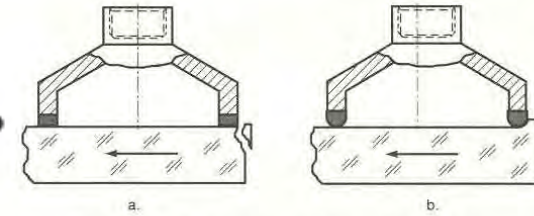
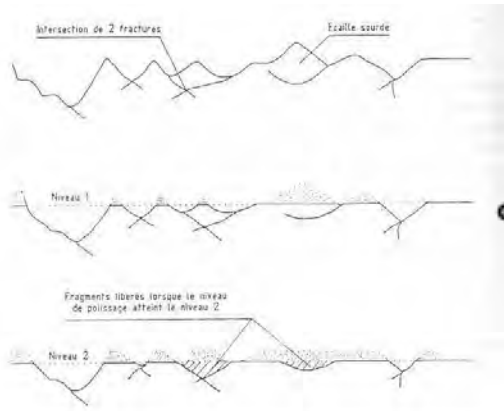
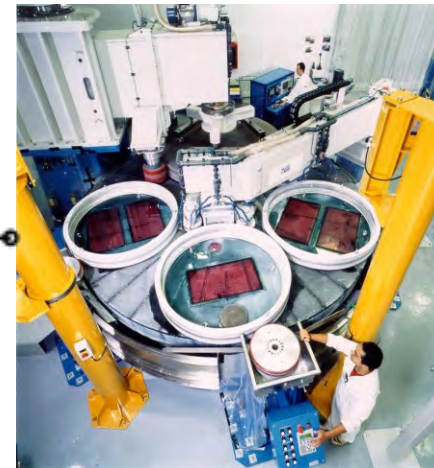


Figure 5.35. Plano milling with diamond face wheels.

Rodage
Doucissage



Polissage



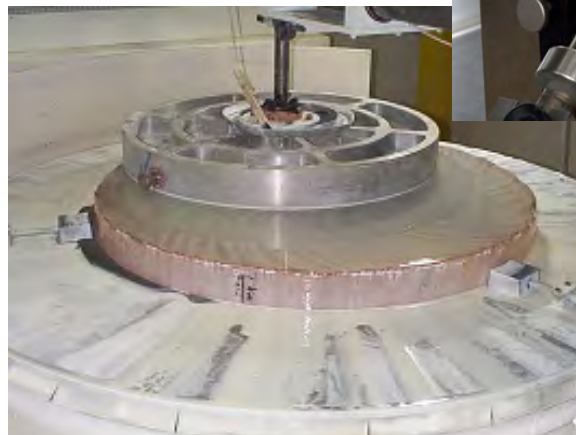
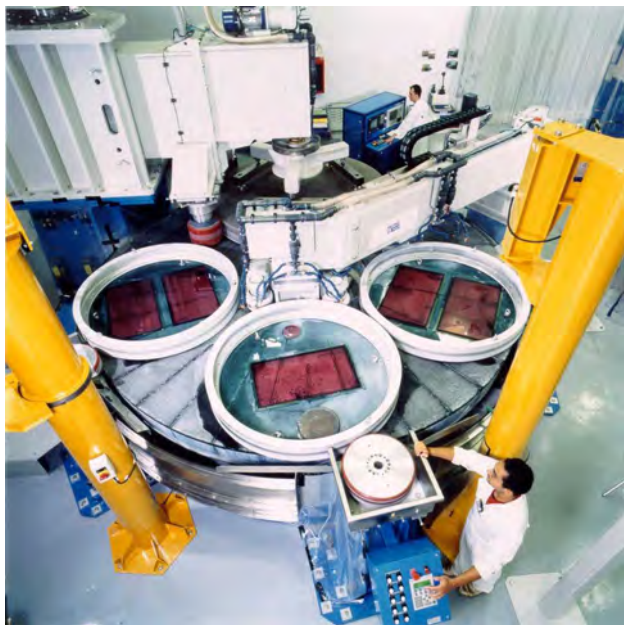
Retouche / Finition
(forme / TFL)

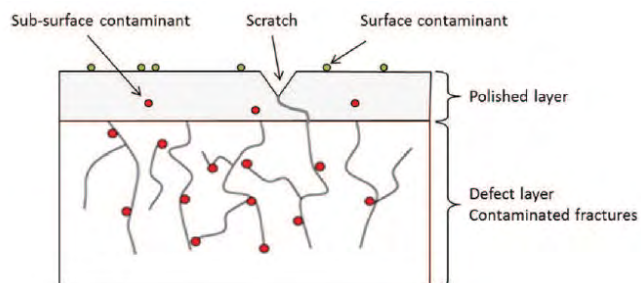


Post polissage
(TFL)

MRF, acidage,
RIE, ...

PROCESS DE FABRICATION : POLISSAGE





OPTIQUE EN SILICE DE FIN DE CHAÎNE DU LMJ – DEFAUTS DE SOUS SURFACE (SSD)

SURFACES RUGUEUSES (ÉBAUCHE, DOUCI)

SURFACES TRANSPARENTES (POLI)

Micro craquelures sous surfacique (SSD)

- Induites par l'action des particules et meules sur surfaces fragiles

Mémoire original *J. Optics (Paris)*, 1982, vol. 13, n° 3, pp. 159-168

INSTITUT D'OPTIQUE, FACULTÉ DES SCIENCES D'ORSAY

Bât. 503, F 91405 Orsay (France)

ÉTUDE DES MICROFRACTURES SUPERFICIELLES DES SURFACES VITREUSES UTILISÉES EN OPTIQUE DE PRÉCISION (I)

J. P. MARIOGE, B. BONINO M. MULLOT,

MOTS CLÉS : surfaces
KEY WORDS : surfaces

Study of crack layers of glass surfaces
used in optics (I)

SUMMARY : We describe the results of a study about the roughness and cracks made by loose abrasives and diamond pellets on glass surfaces used in optics.

RÉSUMÉ : Nous décrivons le résultat de l'étude de la rugosité et des micro-fractures engendrées par les abrasifs libres et liés sur les surfaces vitreuses utilisées en optique de précision.

1. — BUT DE L'ÉTUDE

Nous avons cherché dans cette étude, soit indépendamment, soit simultanément : à d'une part mesurer la rugosité de surfaces ébauchées et doucies pour quelques abrasifs, et à déterminer la relation existant entre la rugosité et la dimension, ou la nature, des particules abrasives et d'autre part, mettre en évidence et mesurer la profondeur des fractures produites par ces mêmes abrasifs d'ébauchage ou de doucissage.

La comparaison de ces résultats permet de déterminer si les fractures produites lors des usinages précédant le polissage ont une influence sur la surface polie (dans le cas où, par exemple, la profondeur de ces failles est très supérieure à la rugosité). Plusieurs méthodes ont été expérimentées pour ces mesures qui ont principalement été effectuées sur des pièces ébauchées et doucies à l'aide d'abrasifs libres, mais aussi par des abrasifs liés (pellets diamantés).

1. — ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

2.1. — Formation, observation des fractures

De nombreux articles ont été publiés sur ce sujet, ils traitent généralement du surfacage des glaces indus-

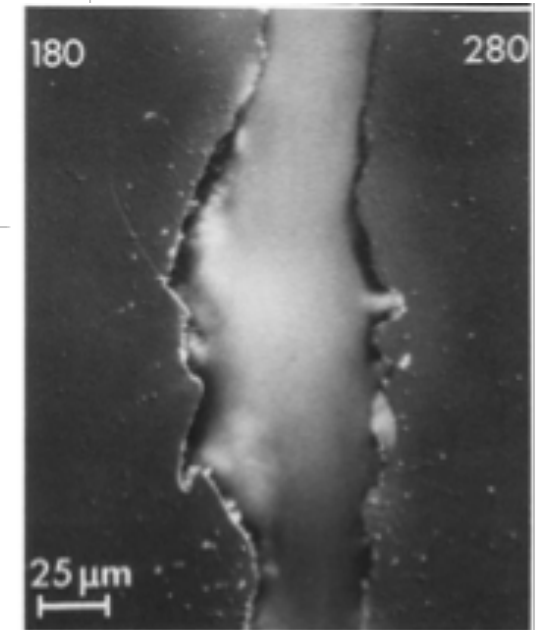
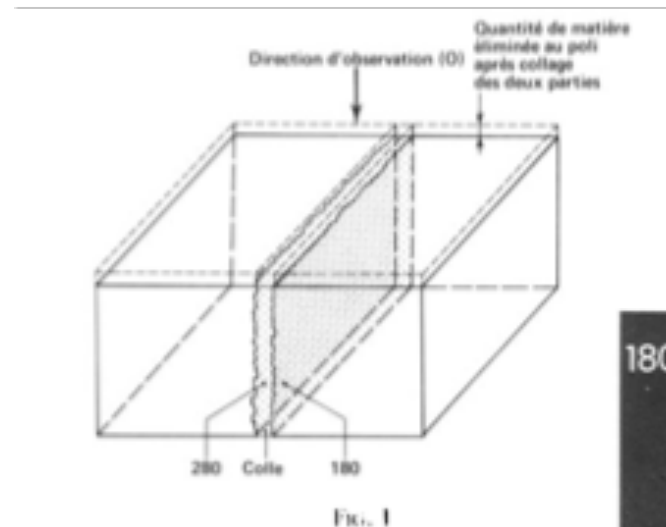
trielles plutôt que des verres utilisés en optique de précision.

Lord Rayleigh [1] en 1892 étudie des surfaces doucies et constate qu'il existe de profondes fissures sous le plus bas niveau de la surface rugueuse. Ces fissures sont d'après lui dans le prolongement de piqûres créées par le doucissage.

French [2] en 1917 fait remarquer que lors du doucissage, les abrasifs libres du type carborundum ou corindon ne coupent pas le verre, mais créent des tensions locales de cisaillement dans le verre qui produisent des éclats. Ce même auteur montre que le poids de matière éliminé par doucissage est directement proportionnel au poids de l'outil et à la vitesse relative entre verre et outil. Plus récemment un modèle physique a été décrit pour prédire l'usure moyenne par des abrasifs libres [3].

Preston [4], dans un article publié en 1921, étudie des surfaces doucies. Il indique, que les grains abrasifs peuvent avoir une action, soit en roulant sur eux-mêmes, soit en se translatant après avoir été fixés sur l'outil. Dans ces deux cas, les traces n'ont pas le même aspect. Pour un grain roulant, la concavité de ces fractures est dirigée vers le point d'où vient le grain. Pour un grain ne roulant pas, le sens de cette concavité est inversé. Chaque grain produit des fractures plus ou moins profondes, et c'est l'association de plusieurs d'entre elles qui provoque l'enlèvement d'un petit fragment de matière, ou la formation d'une écaille.

Plus récemment quelques auteurs ont étudié l'usure

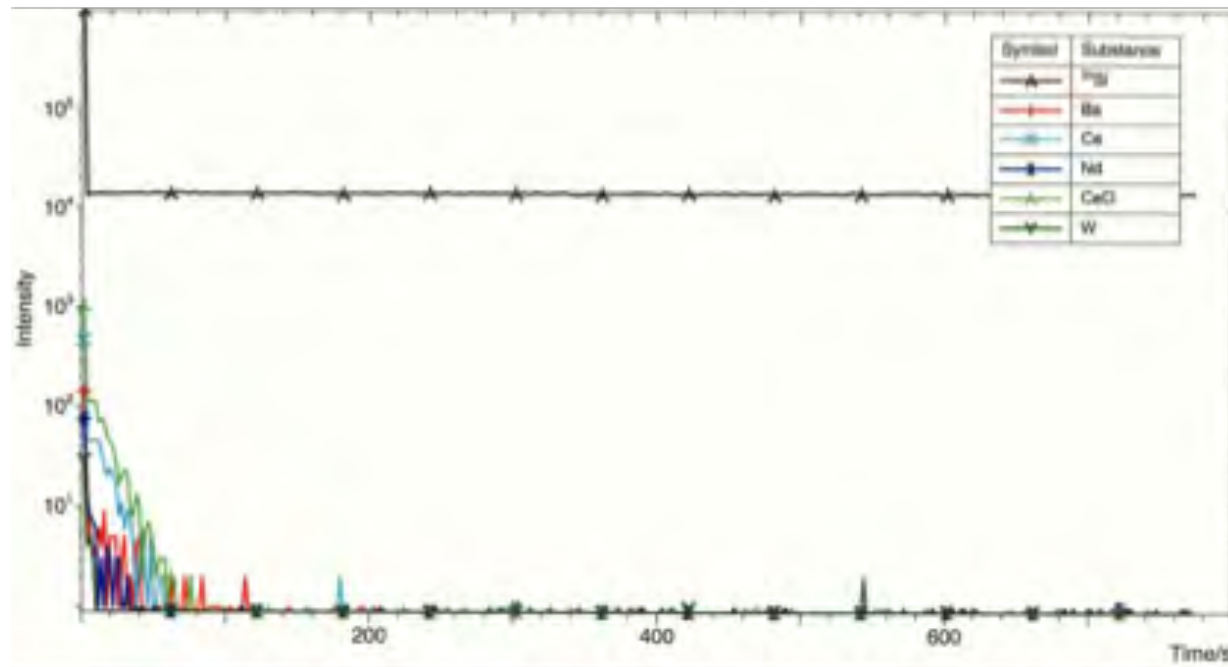


Profils observés sur des échantillons ébauchés aux émeris 180 et 280.

(*) Étude financée par le C.E.T.I.M. (Centre d'Études Techniques des Industries Mécaniques).

Couche de polissage (Beilby, Proc Royal Soc. 1903, 72a, 218) :

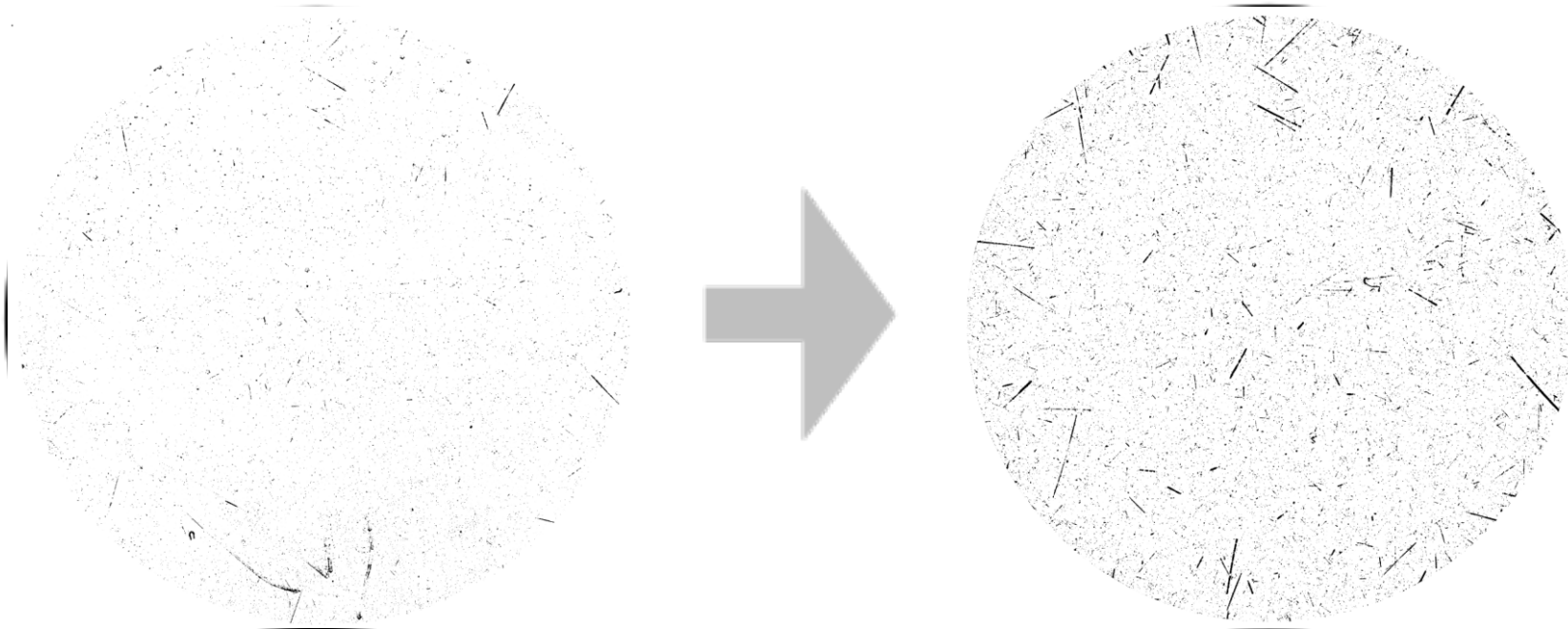
- Due à physicochimie de l'étape finale de polissage
- Qq. 10 à 100nm chargés en produits de polissage



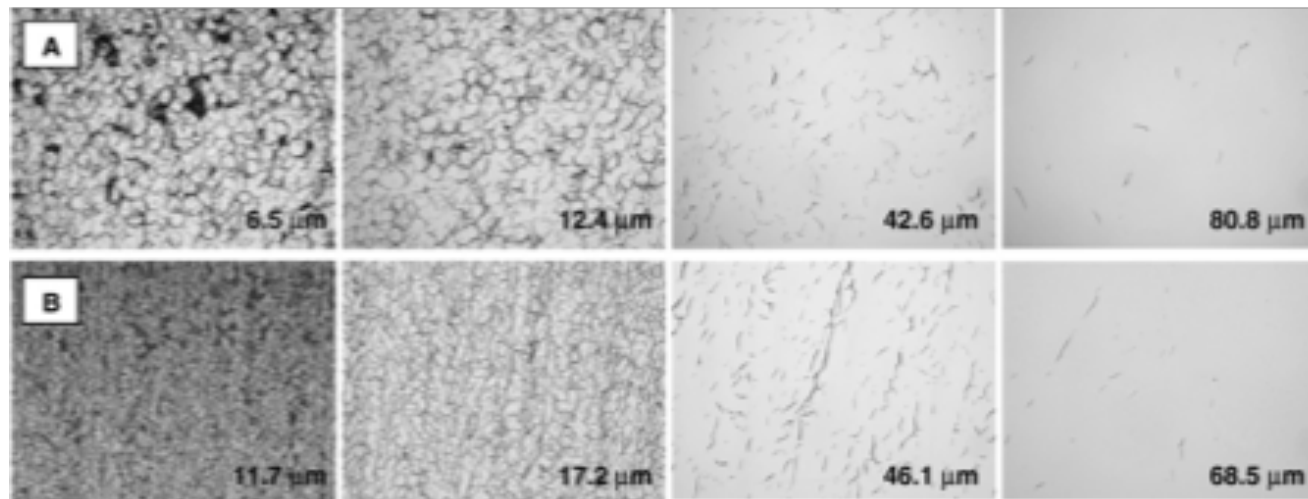
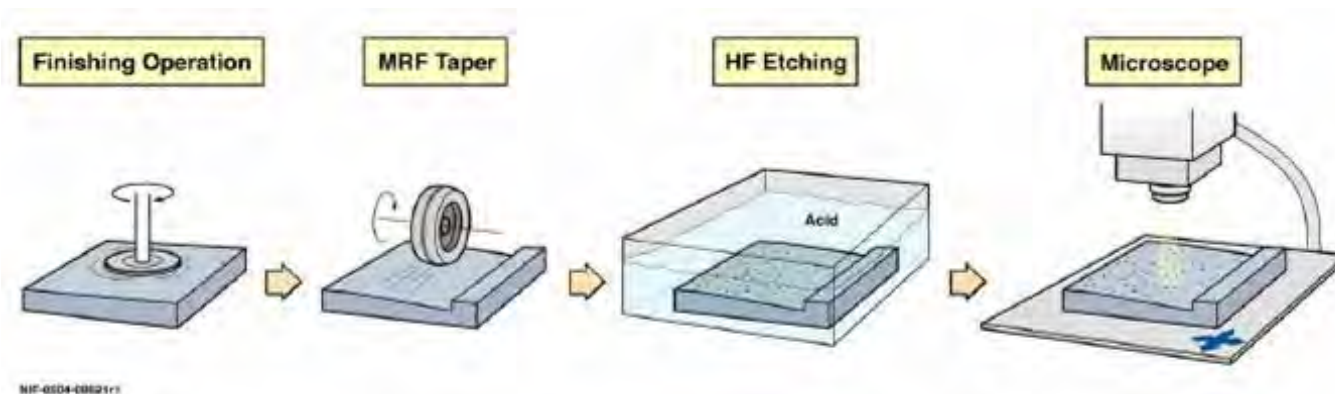
Mesure TOF-SIMS sur échantillon de silice poli
cérium

Couche de Beilby & SSD sont mis en évidence aisément

- par un bain d'acide fluorhydrique p.e.



MRF taper polishing method (LLNL) :



MRF taper polishing method (CEA) :

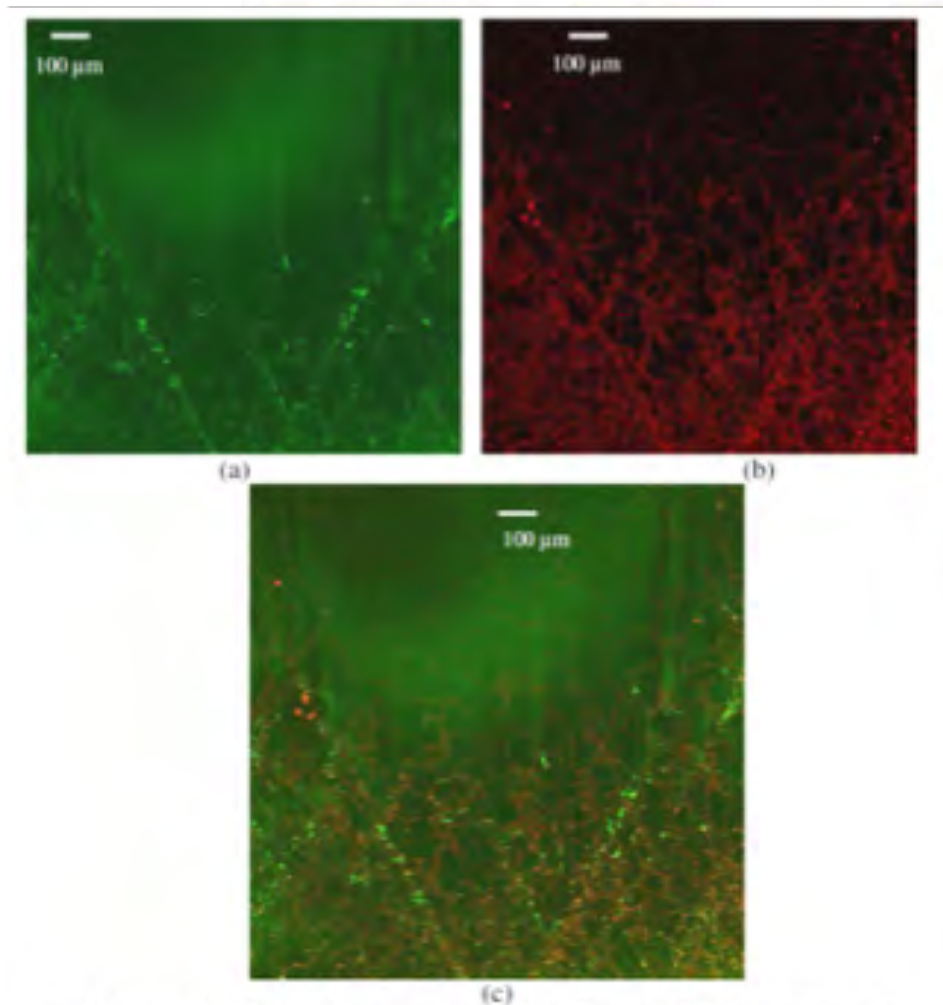


Fig. 4. Sample D2 – Confocal microscopy image of the surface in the MRF dimple on an area of 1.5x1.5 mm², approximately 50 µm removed by MRF between border of the dimple and top of the figure. Same area measured in reflection at 458 nm (a), fluorescence in the 435-661nm spectral band for an excitation wavelength of 405 nm (b) and superposition of the two images (c) – 63 x objective

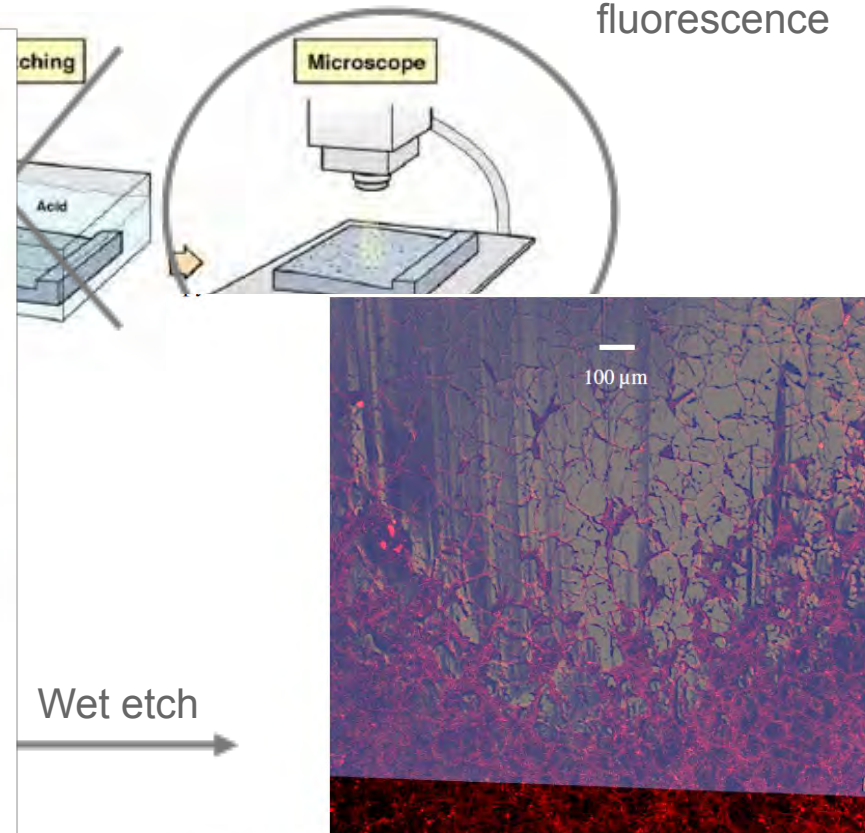
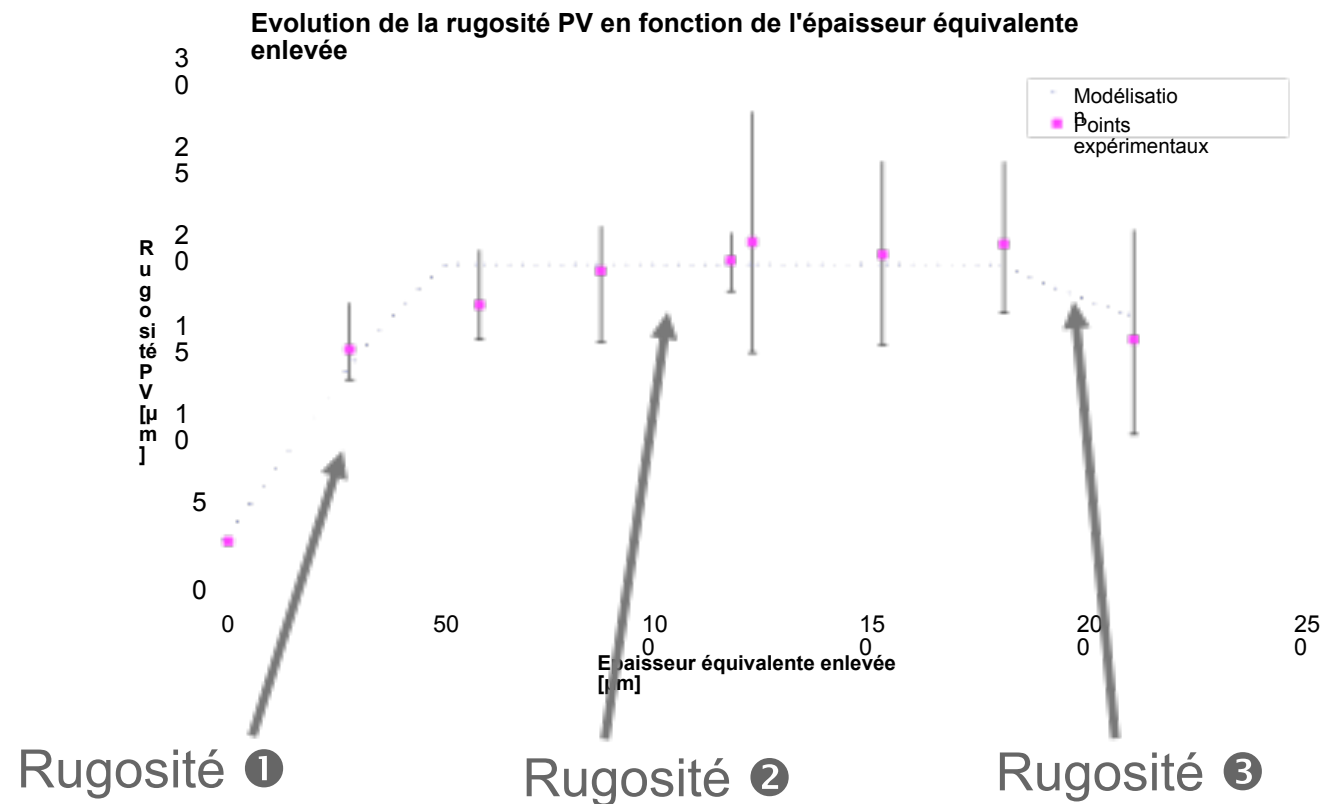
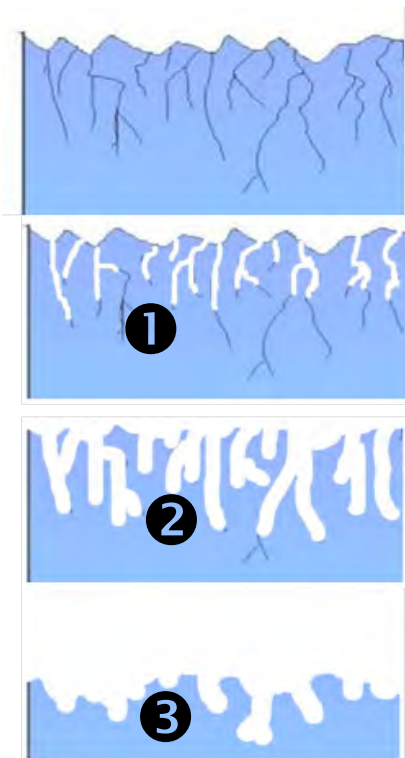
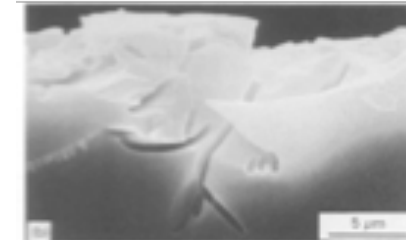


Fig. 5. Sample D2, area of 1.5 x 1.5 mm² – Standard microscopy image (in light grey) after light HF etching to reveal cracks superposed to Fig. 4(c) i.e. image in fluorescence mode before etching (red) and reflection mode (green) – 63 x objective

Neauport et al, *Opt. Express*, 17-5 (2009)

Acidage HF : suivi de la topologie de surface

- HF / HNO₃ (80%-20%), action isotrope
- Simulation



SSD



Photo-luminescence (PL) de la SSD

Mise en évidence sur des échantillons usinés diamant spécialement préparés

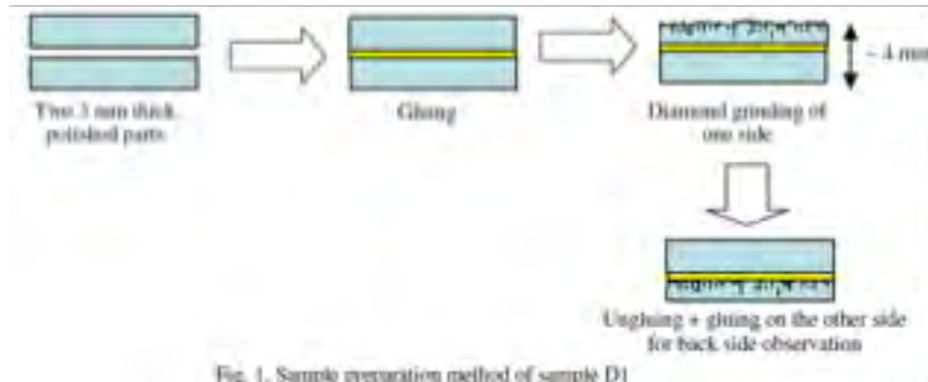


Fig. 1. Sample preparation method of sample D1

Neuport et al, Opt. Express, 17-22 (2009)

Excitation : 405 nm / Luminescence in
435nm – 661 nm band

Comparaison des différentes méthodes

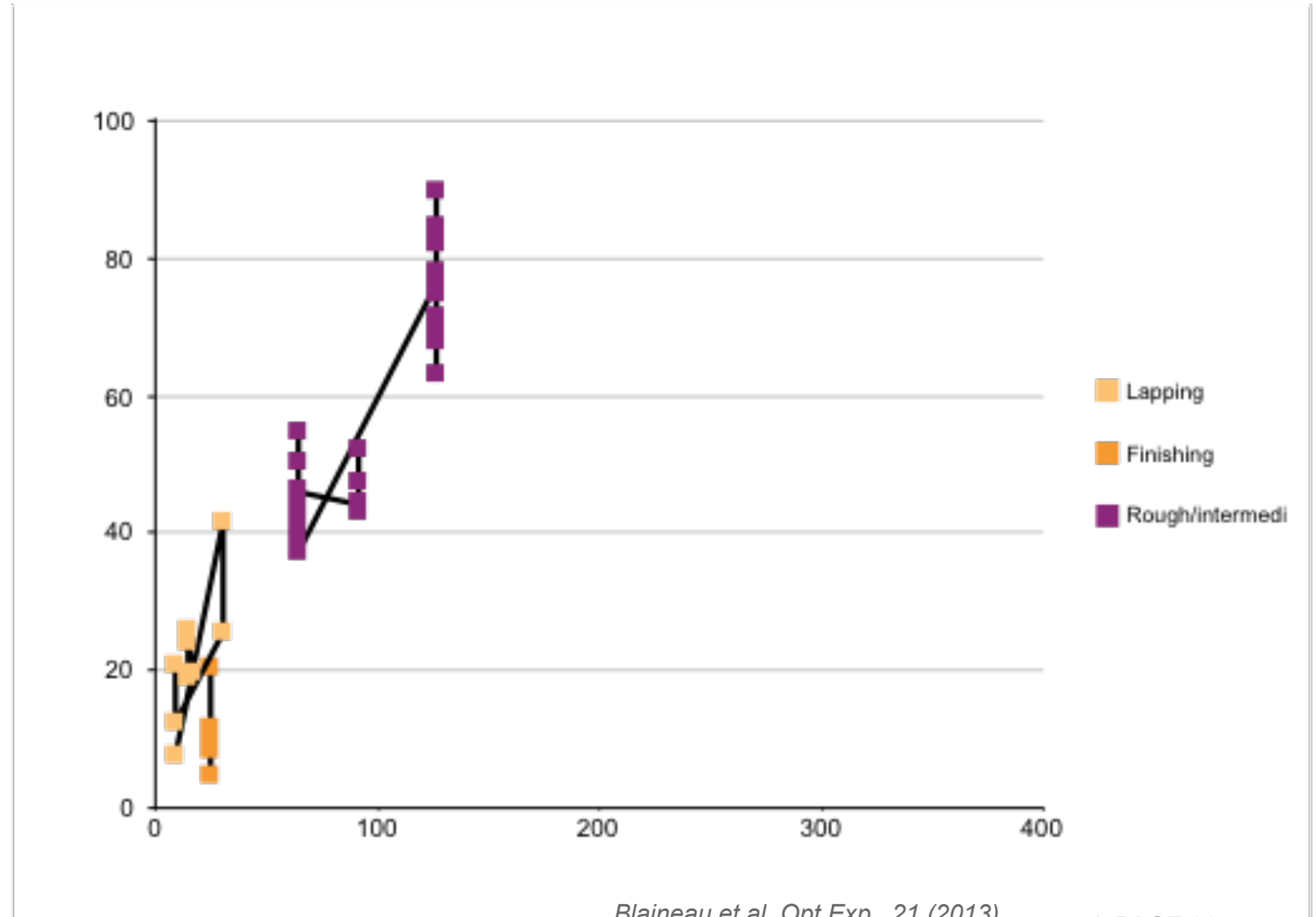
Table 5. Comparison of different SSD measurements methods on various diamond ground samples. For the MRF taper method, both Nomarski and confocal microscopy evaluations are given. All quantities are expressed in microns.

S/N	9.1 R _t [19]	MRF Dimpling	HF dissolution & Roughness	HF dissolution & ICP	MRF taper microscopy / confocal
S1	119.02	111.1	-	-	-
S2	87.99	-	117.9	110	-
S3	26.93	24.2	-	-	-
S4	26.39	-	-	-	21 / 28
S5	21.84	-	20.4	25	-
S6	55.69	51.9	-	-	-
S7	56.23	-	35.7	52	-
S8	2.64	-	-	-	2 / 2
S9	11.19	-	9.3	14	-
S10	12.01	-	-	-	7 / 10
S11	8.55	-	8.2	9.5	-

Neuport et al, Opt. Express, 17-22 (2009)

➔ Résultats assez similaires (<30%) d'écart

Essais d'usinage diamant avec diverses meules et conditions de coupe



Blaineau et al, Opt Exp, 21 (2013)

Neauport et al, Opt. Express, 17-22 (2009)

La modélisation DEM GranOO restitue ce comportement et montre que la largeur de la distribution de grains de diamants dans la meule impacte la profondeur de SSD

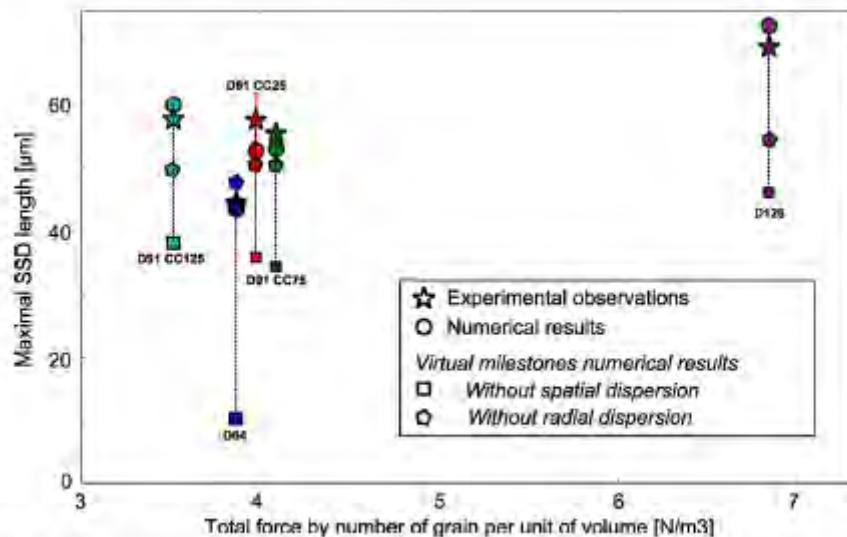


Fig. 12. SSD length versus total force by number of grains per unit of volume for experimental and numerical results.

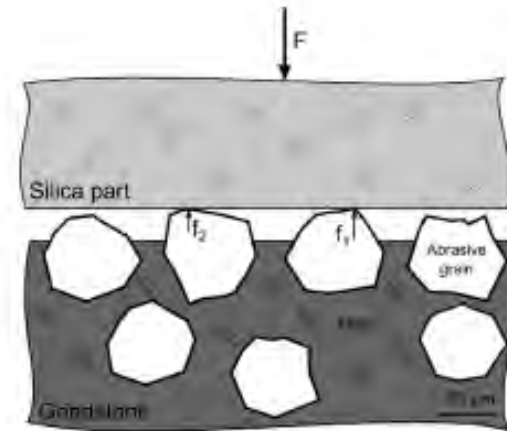


Fig. 6. Sketch of the grinding interface.

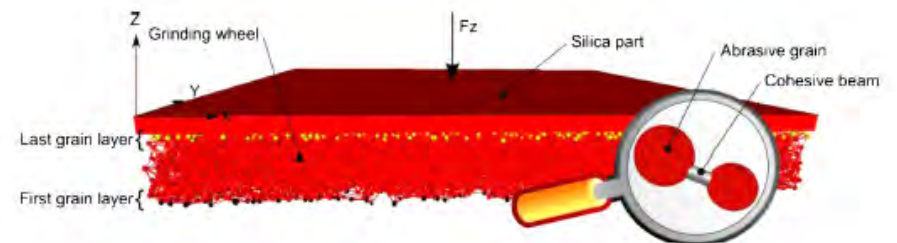


Fig. 7. Discrete element model.

Charge, vitesse de rotation, concentration

Table 3. Relative Variation of SSD Depth and MRR according to Lapping Parameters

Lapping Parameters	Variation Range	Relative Variation of SSD Depth	Relative Variation of MRR
Lapping rotation speed	5-70 rpm	-30%	+550%
Lapping load	0.5-2.5 kg	-30%	+250%
Slurry concentration	6.7-26.7 vol. %	-25% (low grain size) +40% (high grain size)	+60%
Type of plate	grooved or not	+10%	+20%
Abrasive grain size	9-30 μm	+180%	+100%

Neuport et al, *App. Opt.*, 49 (2010)

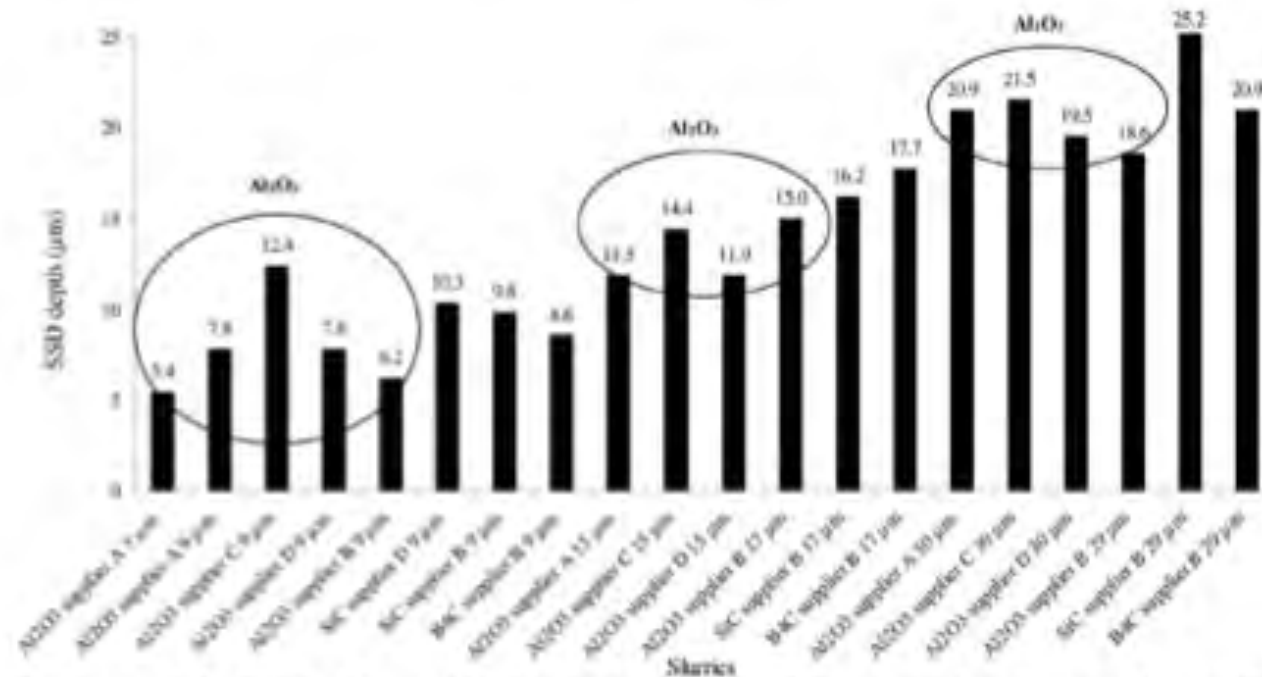
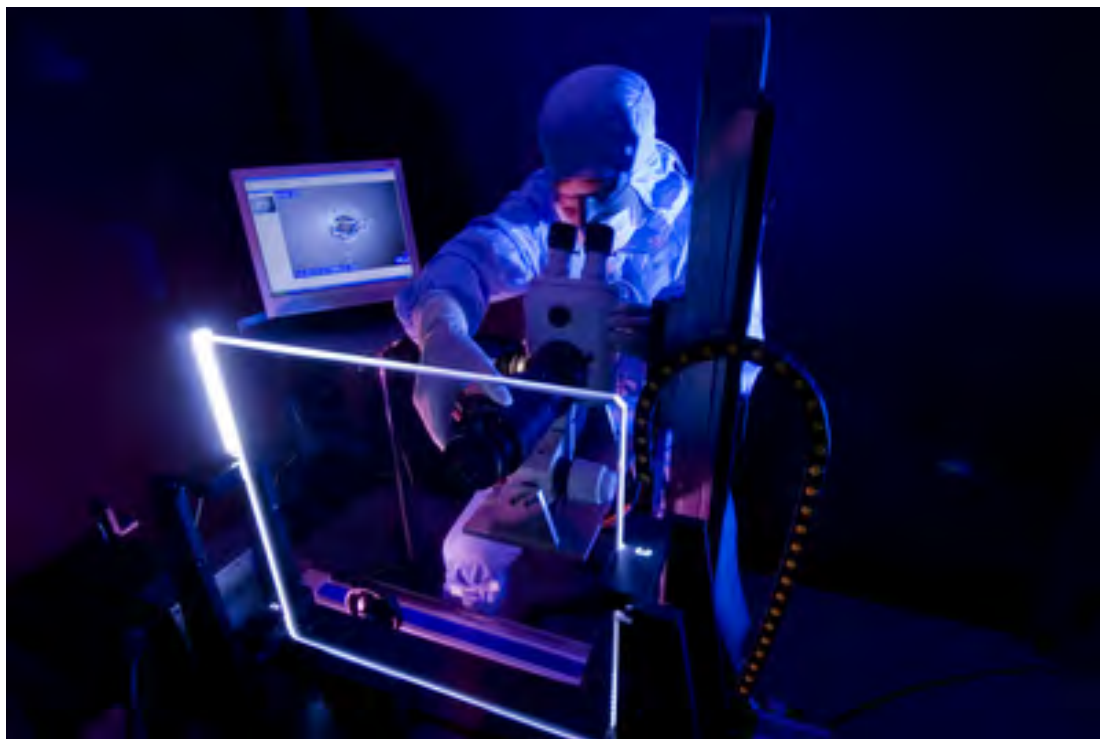


Fig. 10. Comparison of the SSD depth created by the different slurries with experimental conditions minimizing SSD (rotation speed = 60 rpm, load = 2.5 kg, concentration = 20 vol. % for low and mean grain size, concentration = 13.3 vol. % for high grain size, plate not grooved).

Defect Mapping System (après attaque chimique HF) : SSD + défauts de surface (rayures & piquûres)



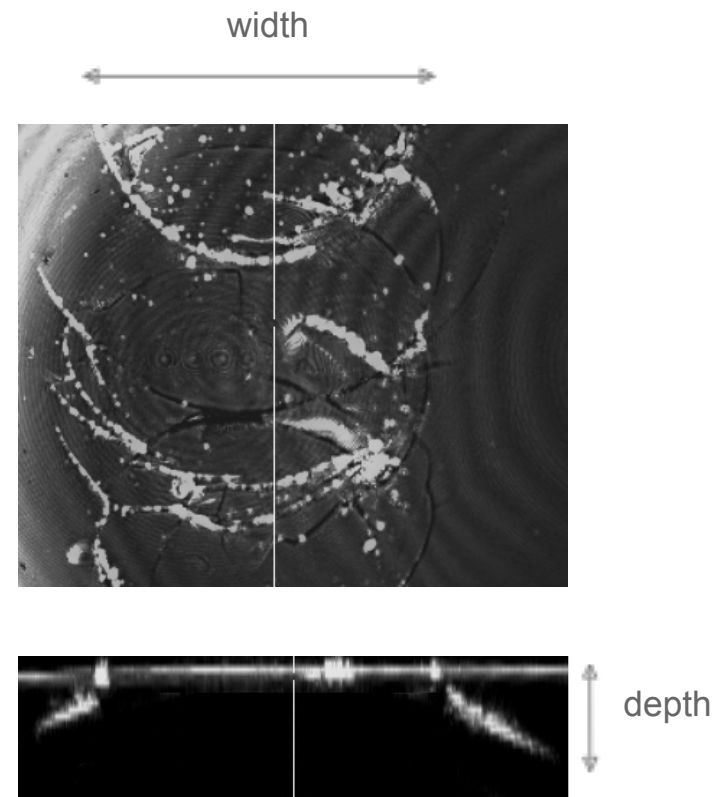
Observation du défaut (macroscope) ←



Image J

Comptage | PAGE 33

La microscopie confocale ELSM permet une estimation de la profondeur des défauts de sous surface (réflexion ou fluorescence)



L'ajout de marqueur lors de la création de la fracture (marquage solution polissage) permet une meilleure résolution, améliorée encore grâce au STED

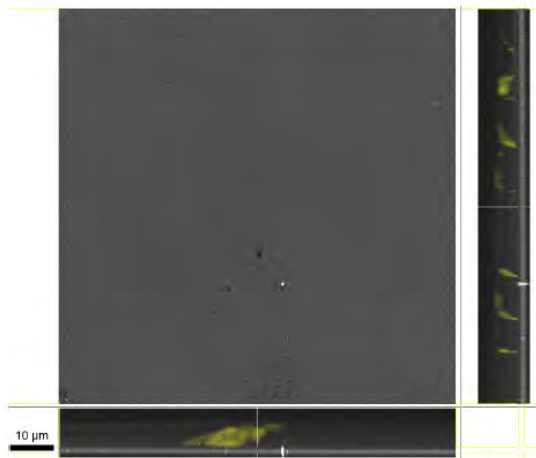


Fig. 6. Subsurface defect observed in reflection (black and white scale) and ELSM mode with Lucifer Yellow tagging (yellow scale). Top view (central), side view from left (right) and side view from top (bottom) – All stacks represented.

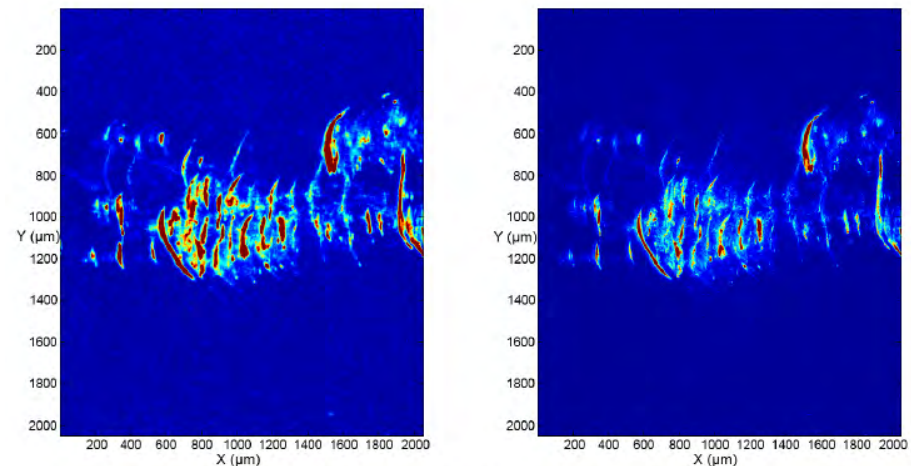


Fig. 10. ELSM (left) and STED (right) mode confocal imaging of subsurface fractures, 3 μm below the surface.

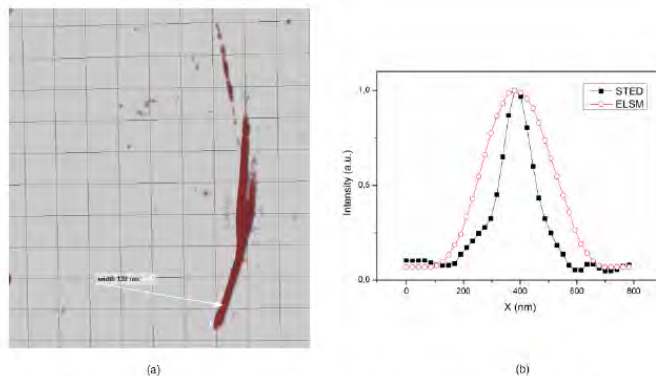
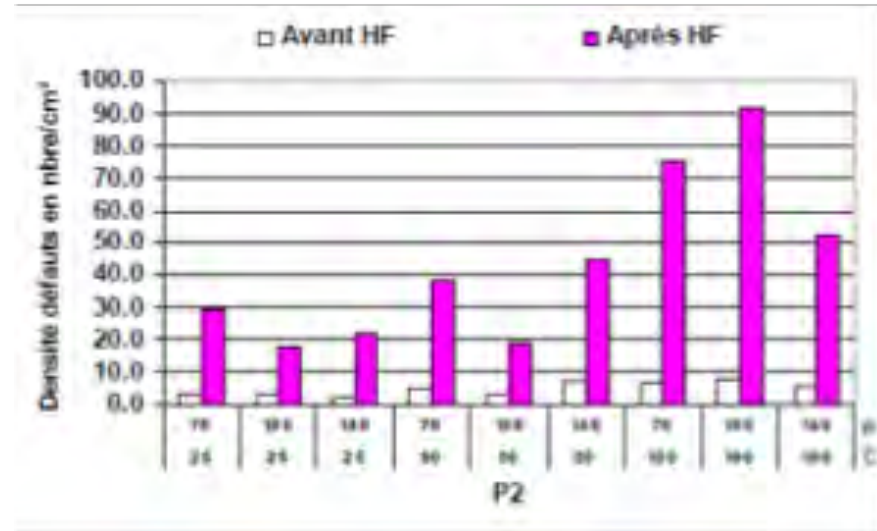
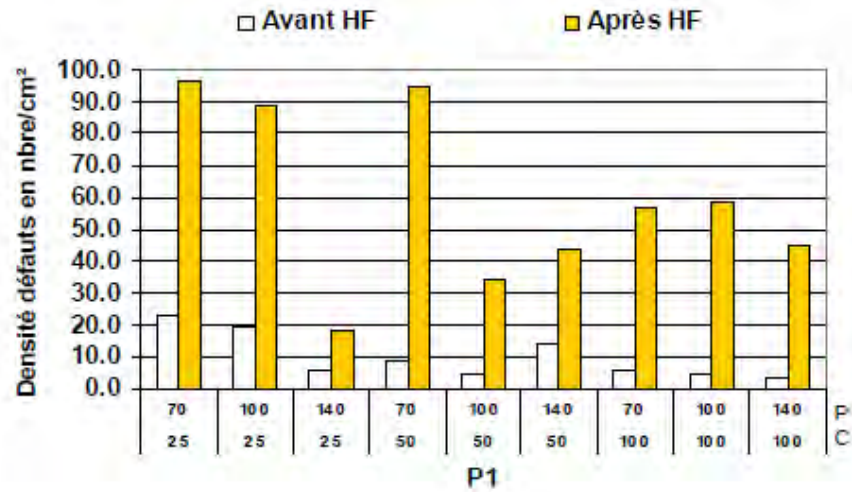


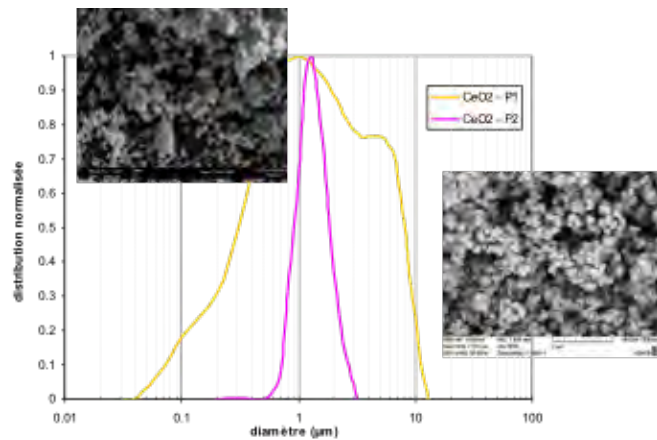
Fig. 11. Measurement of a subsurface fracture width on an isolated fracture (Media 1) at about 2.5 μm below the surface (a) – X-profile of crack width estimated in ELSM (red circles) and in STED mode (black rectangles) at the pointed location (arrow in (a)) (b).

Laser Scanning Mode)
Depletion)

POLISSAGE : EFFET PROCÉDE SUR DÉFAUTS DE SOUS SURFACE – ABRASIF LIBRE / SIMPLE FACE



Comptage de défauts par DMS avec & sans acidage préalable



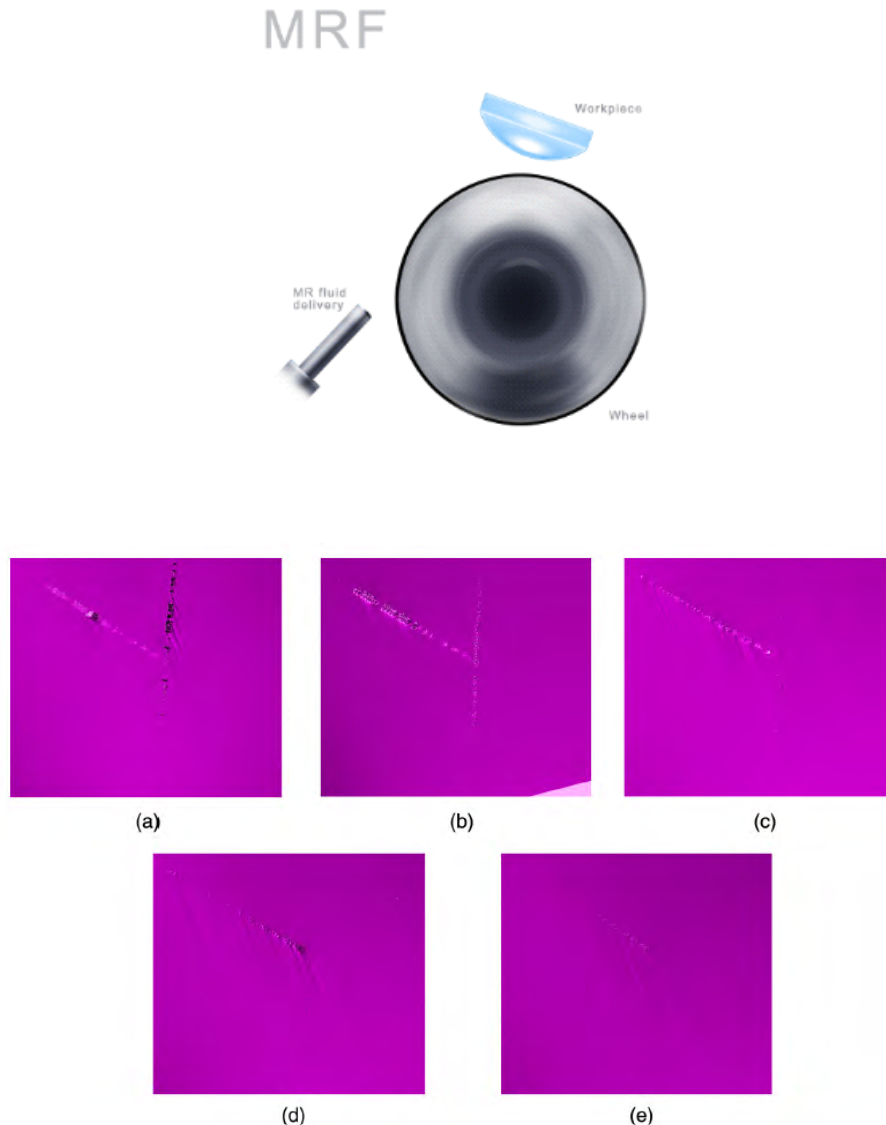


Fig. 4 Evolution of the scratch identified in Fig. 3 after 500-nm MRF removal (a), 1000-nm MRF removal (b), 1500-nm MRF removal (c), 2000-nm MRF removal (d), and 2500-nm MRF removal (e). Image size is $230 \times 250 \mu\text{m}$.

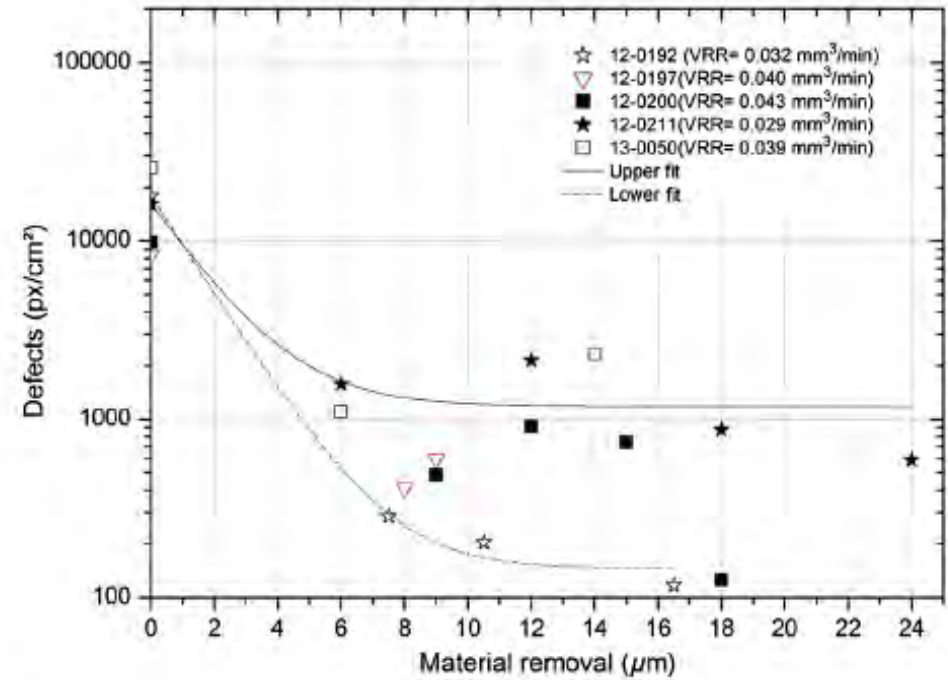
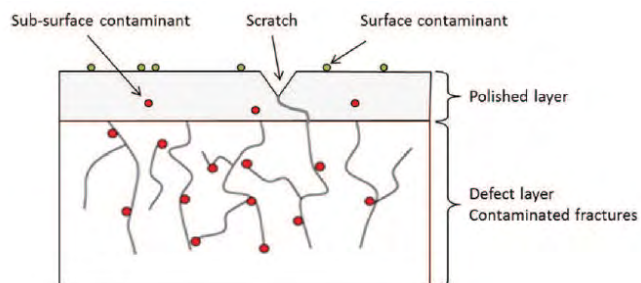


Fig. 5 Evolution of defect density established from defect mapping system measurements during iterative MRF removals with different mean volumetric removal rates. Power fits are represented a guide to the eye.



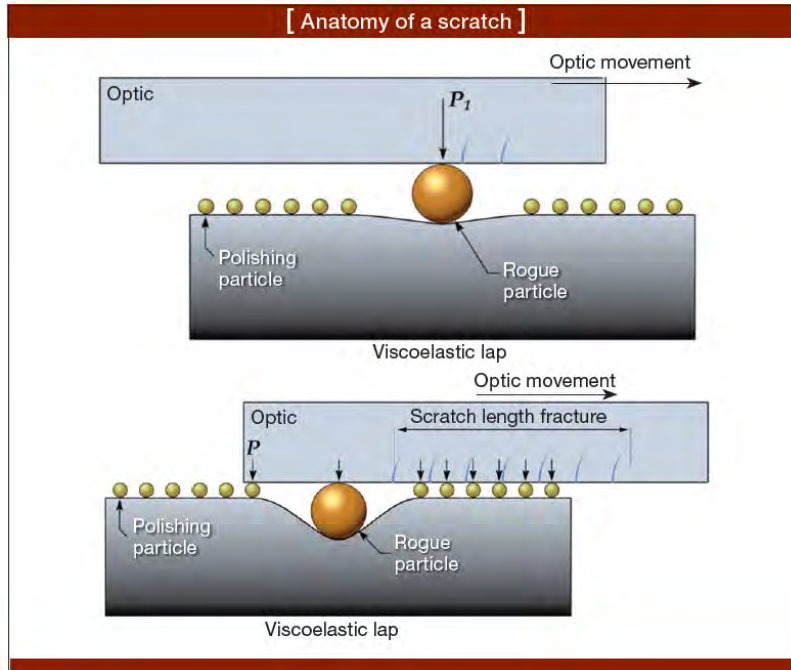
OPTIQUE EN SILICE DE FIN DE CHAÎNE DU LMJ – DÉFAUTS DE SURFACE

RAYURES, PIQÛRES

POLLUANTS INDUITS PAR PROCÉDÉ (BEILBY)

DÉFAUTS STRUCTURAUX

RAYURES & PROCEDE DE POLISSAGE



Suratwala et al, Opt. Eng (2008)

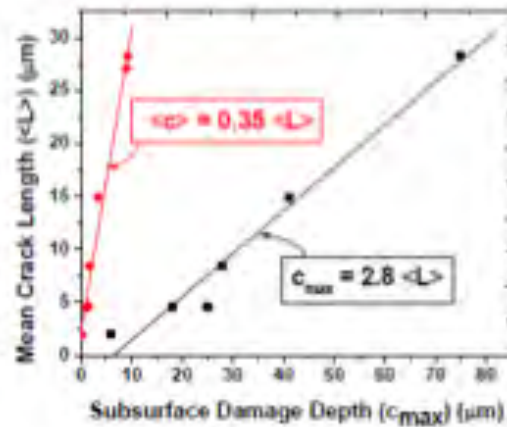
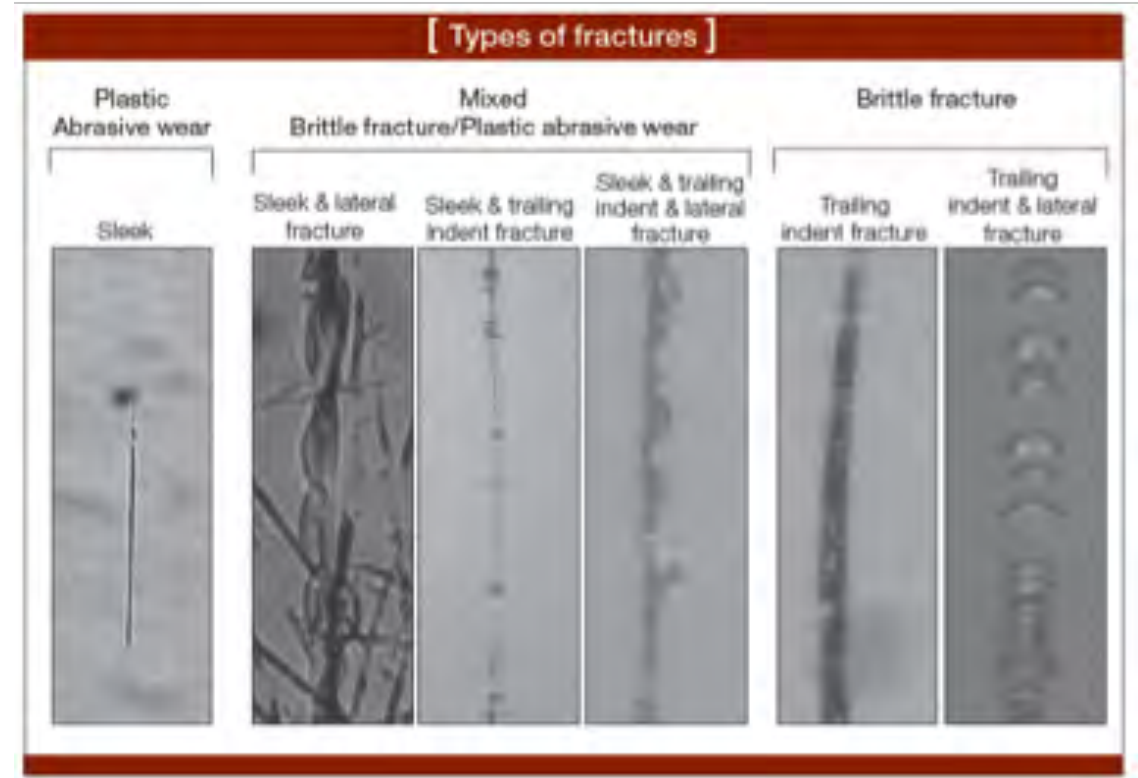


Figure 13: Correlation of maximum SSD depth (c_{max}) and the average SSD depth (c) with the mean crack length ($\langle L \rangle$).

Une couche de Beilby de 50-100nm polluée en produit de polissage. Des rayures de surface siège d'une pollution accrue.

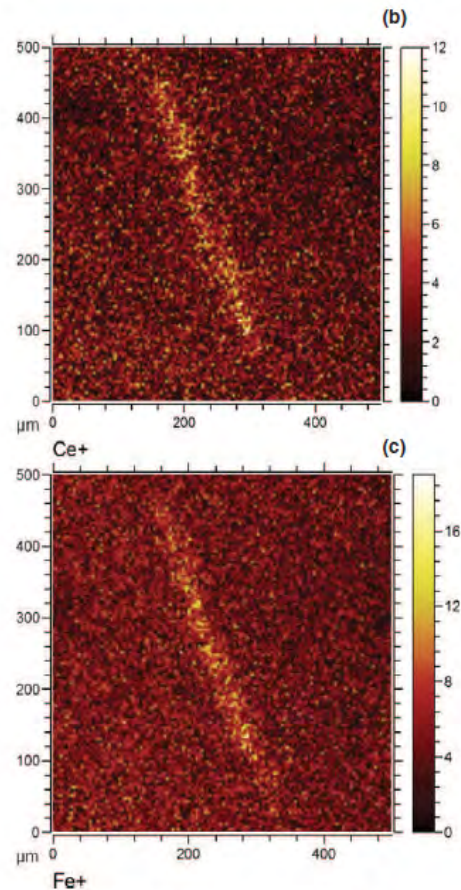
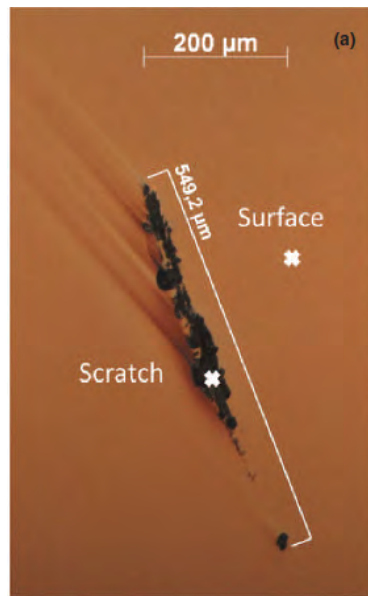


Fig. 7. (a) Optical micrograph observation of a scratch. Surface mapping of the cerium (b) and iron (c) signals before abrasion, measured by SIMS.

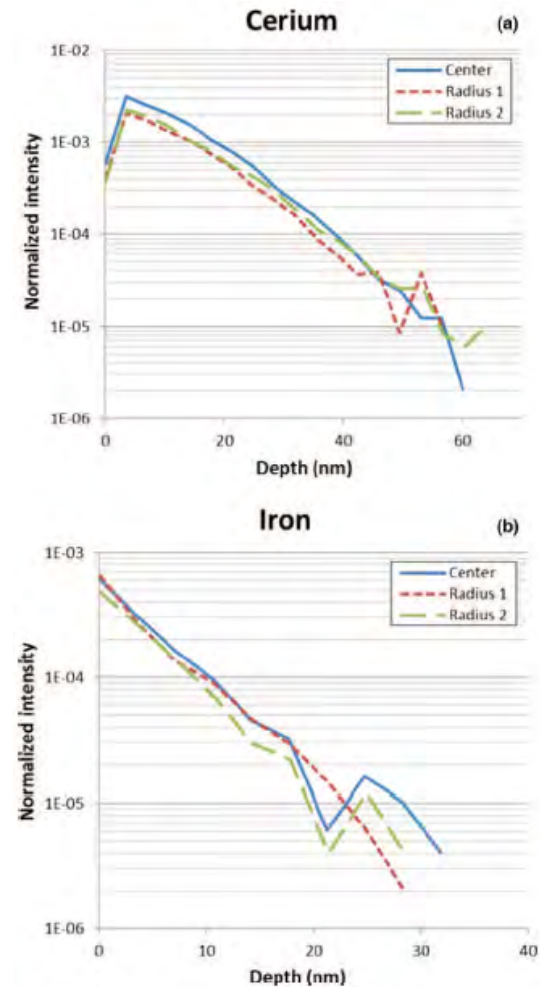


Fig. 2. SIMS generated depth profiles of cerium (a) and iron (b) on the same MRF polished fused silica sample at different places on the surface.

Luminescence à 2,25eV (550nm) des surfaces de fractures (excitation 325nm) précurseurs d'endommagement. Pas associé à défaut connu

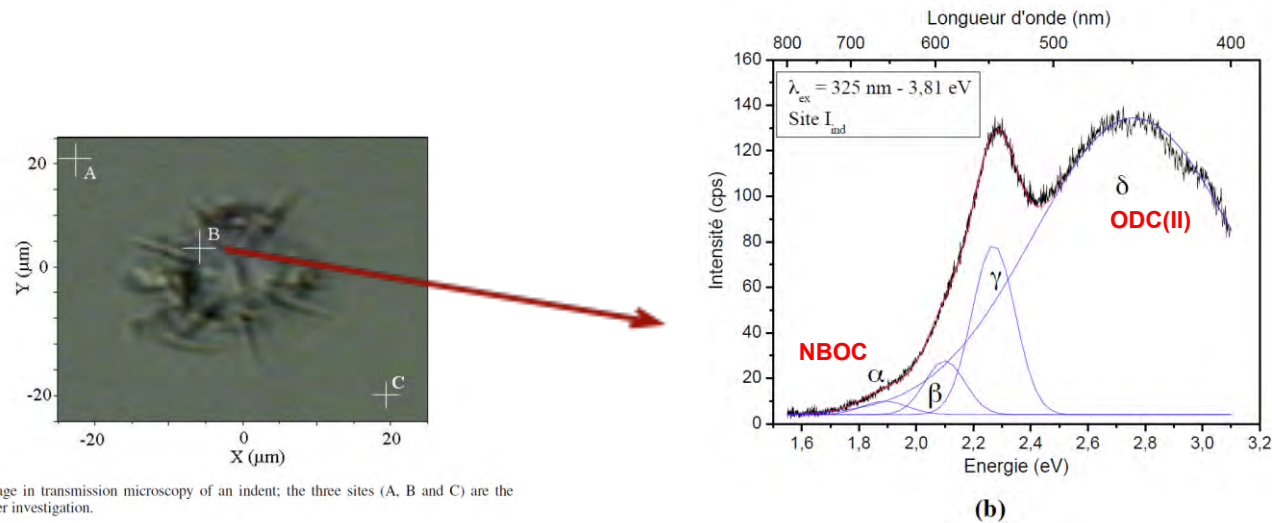


Fig. 4. Image in transmission microscopy of an indent; the three sites (A, B and C) are the points under investigation.

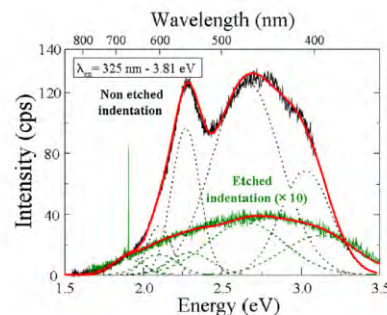
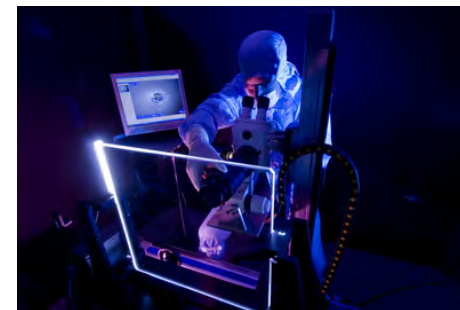
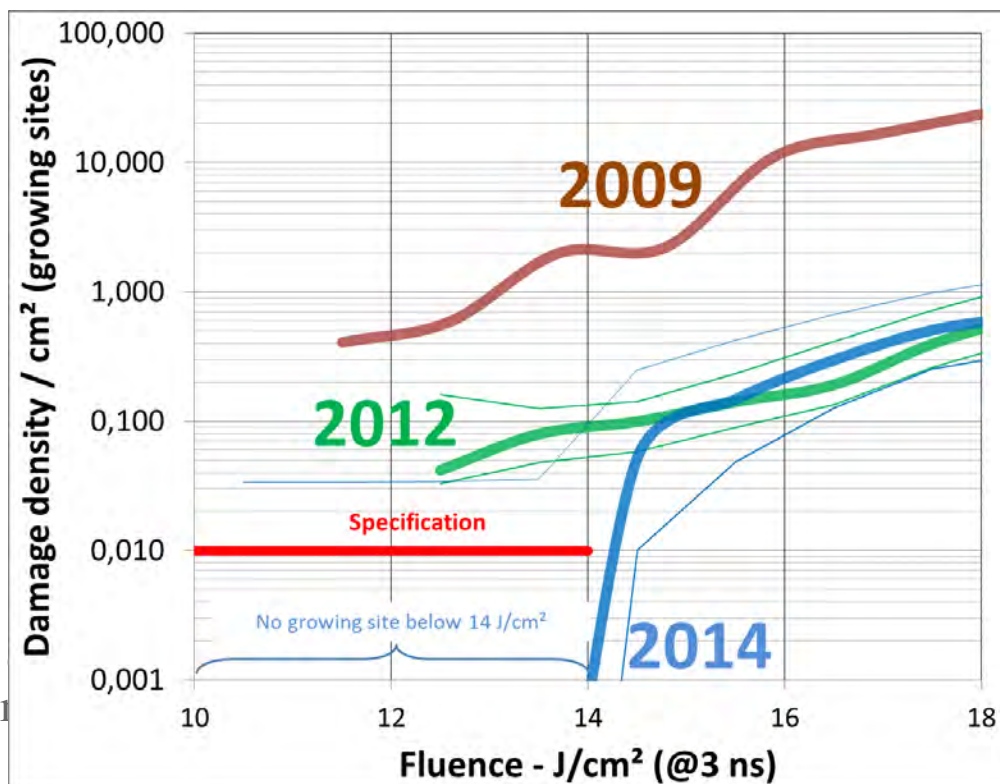


FIG. 2. (Color online) Comparison of photoluminescence under 3.81 eV excitation for non etched (10 μ W laser power) and etched indentation (1 mW laser power). The spectrum of etched indentation is enlarged by a factor 10 in order to show its Gaussian components. Signal of etched indentation is e.g., about 30 times stronger than the one of etched surface shown on Figure 1.

CONCLUSIONS

- Réduire l'initiation de dommage passe par une meilleure connaissance de l'interface de silice polie :
 - . Défauts de surface et sous surface (SSD)
 - . Polluants de la proche surface, des rayures et microfractures
 - . Défauts structuraux



Connaitre ces
l'endommagement

n pour réduire

Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives
Centre de Saclay | 91191 Gif-sur-Yvette Cedex
T. +33 (0)1 XX XX XX XX | F. +33 (0)1 XX XX XX XX

Etablissement public à caractère industriel et commercial | RCS Paris B 775 685 019

Direction
Département
Service