



**HAL**  
open science

# Endommagement laser nanoseconde en surface de la silice vitreuse

Hervé Bercegol

► **To cite this version:**

Hervé Bercegol. Endommagement laser nanoseconde en surface de la silice vitreuse. Physique [physics].  
Université Bordeaux 1, 2009. tel-01228119

**HAL Id: tel-01228119**

**<https://hal.science/tel-01228119>**

Submitted on 12 Nov 2015

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# **Endommagement laser nanoseconde en surface de la silice vitreuse**

Hervé BERCEGOL

*Mémoire présenté pour  
l'Habilitation à Diriger des Recherches  
soutenu le 16 décembre 2009  
à l'Institut Lasers et Plasmas, Université Bordeaux I.*

## **Jury :**

M<sup>me</sup> Élisabeth BOUCHAUD, Directrice de Recherche au CEA/Saclay (Rapporteur)  
M. Thierry CARDINAL, Chargé de Recherche – HDR, ICMCB, CNRS, Bordeaux (Rapporteur)  
M. Marc SENTIS, Directeur de Recherche, LP3, CNRS, Marseille (Rapporteur)  
M<sup>me</sup> Mireille COMMANDRÉ, Professeur à l'École Centrale Marseille  
M. Claude AMRA, Directeur de Recherche, Institut Fresnel, CNRS, Marseille  
M. Patrick COMBIS, Ingénieur-Chercheur, CEA/DIF, Bruyères-le-Châtel  
M. Stavros DEMOS, Senior Scientist, Lawrence Livermore National Laboratory, USA  
M. Jean-Luc LOUBET, Directeur de Recherche, LTDS, CNRS, École Centrale Lyon



## Résumé

La tenue au flux laser de la silice vitreuse est une des clés de la réussite du laser Mégajoule (LMJ) et de son prototype la Ligne d'Intégration Laser (LIL). Ce document fait un bilan des mesures, et tente d'apporter une explication physique pour les trois types de phénomènes conduisant à la dégradation du matériau silice : autofocalisation, amorçage sur des défauts et croissance des dommages. Il propose également des pistes de recherche pour continuer d'améliorer la compréhension de l'endommagement laser et la tenue au flux des optiques.

Les pics spatiaux d'intensité laser s'amplifient lors de la propagation à l'intérieur d'un composant à cause de la dépendance non linéaire de l'indice optique en fonction de l'intensité. Ce mécanisme d'autofocalisation des points chauds produit des dommages sur la face de sortie lorsque le produit intensité×longueur atteint une valeur seuil. Pour une durée d'impulsion de l'ordre de 3 nanosecondes, à la longueur d'onde de 351 ou 355 nm ( $3\omega$ ), les dommages sont apparus sur la face arrière au-delà d'un produit intensité×longueur de 16 GW/cm : ce produit correspond par exemple à une intensité crête de 4 GW/cm<sup>2</sup> se présentant à l'entrée d'un hublot de 4 cm d'épaisseur. Les distances d'autofocalisation mesurées sont deux fois plus courtes que la prédiction théorique disponible, à  $3\omega$  comme à  $1\omega$ . Une thèse portant sur la modélisation de ces phénomènes est en cours au CEA/DIF, dans le but de comprendre et de réduire cet écart.

Aux fluences et intensités de fonctionnement de la LIL, en dehors des zones de points chauds laser, les dommages apparaissent en surface, sur des défauts du matériau. La métrologie de l'endommagement laser a dû évoluer pour permettre une mesure répétable et comparable des populations de défauts amorçant le phénomène. Pour rendre ces mesures reproductibles, la compréhension physique des processus d'interaction et de dégradation est indispensable.

Les fractures, dues à l'action mécanique de l'ébauchage et du polissage, sont probablement responsables de l'amorçage des dommages. À l'issue du procédé de polissage, les surfaces sont caractérisées par une forte densité de microfissures, mises en évidence ici par des expériences d'indentation hertzienne. Lors de l'indentation avec une sphère de diamant de dimension similaire aux dommages laser, soit une dizaine de micromètres de rayon, des cônes de Hertz sont engendrés à partir de microfissures d'une centaine de nanomètres de longueur. L'amorçage des fractures hertiennes nécessite une densité surfacique d'énergie mécanique minimale, quel que soit le rayon de la sphère. Lorsque celui-ci diminue, la compétition entre la densification sous pression et la fracturation conduit également à une dimension de contact minimale pour fracturer, et donc à un seuil d'énergie mécanique déposée.

Un modèle électromagnétique et thermomécanique monodimensionnel a été développé pour simuler l'interaction laser/fracture. Ce modèle permet de comprendre des expériences d'amorçage de l'endommagement laser à  $3\omega$  réalisées sur des sites d'indentation. L'absorption due aux défauts atomiques présents sur la surface de fracture entraîne un échauffement de la silice environnante. La silice chaude absorbe le faisceau et s'évapore. La pression causée par la vapeur dans la fissure produit une onde de choc. Pour les durées

d'impulsion de 5 à 16 ns, un endommagement important de la surface est observé pour une intensité laser de l'ordre de 4 GW/cm<sup>2</sup> qui, d'après le modèle, crée un choc atteignant la limite élastique d'Hugoniot. Pour les courtes durées d'impulsion, entre 2.5 et 5 nanosecondes, l'endommagement a lieu à des intensités plus élevées, ce qui est interprété comme la nécessité d'un dépôt surfacique d'énergie minimum pour fracturer en profondeur. Ces deux régimes, à longue et courte durée d'impulsion, sont très différents de la loi d'échelle souvent évoquée, où la fluence d'endommagement varie comme la racine carrée de la durée d'impulsion  $\tau$ . Mais leur effet moyen peut se confondre avec la loi en  $\sqrt{\tau}$ .

L'absorption initiale reste le point le plus obscur de ce mécanisme : elle fait actuellement l'objet d'une thèse en collaboration entre l'Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux et le CEA/CESTA.

Lorsque des fractures coniques ont été amorcées, elles constituent des sites d'absorption du faisceau laser durant les tirs successifs. Un modèle thermomécanique quasi-statique a été conçu pour calculer la propagation d'une fissure chaude sous l'effet de la pression interne de vapeur de silice. Une densité d'énergie de l'ordre de 0.1 à 1 J/cm<sup>2</sup> est suffisante pour propager une fissure isolée. La propagation en profondeur d'une fracture conique se produit pour un seuil de fluence laser comparable en ordre de grandeur avec le seuil de croissance des dommages (5 J/cm<sup>2</sup> à  $3\omega$ ). D'après le modèle, la propagation d'une telle fissure suit une loi exponentielle lors d'une série de tir, conformément aux mesures sur les dommages de face arrière. Le modèle explique la faible croissance constatée en face avant. Plusieurs autres prédictions du modèle pourraient être testées expérimentalement. La croissance est limitée par la diffusion de la chaleur, depuis la fissure en direction du volume de silice. Pour une fluence laser donnée, d'après le modèle, la croissance est ralentie au-delà d'un diamètre de dommage estimé à quelques millimètres.

Les fissures apparaissent à la fois comme la cause et comme la conséquence de l'endommagement laser. L'amorçage de fractures profondes, de type conique, semble être l'évènement déterminant de l'interaction laser matériau. L'absorption d'énergie et la montée en pression sont facilitées par les microfissures présentes. La croissance exponentielle des dommages peut être interprétée comme la propagation des fissures hertziennes due à la pression interne de vapeur de silice. Les cônes de fracturation seraient donc la plaie majeure infligée au matériau par le faisceau. L'étude de l'indentation hertzienne, ainsi que des impacts mécaniques, fut et reste par conséquent une étape clé de la compréhension.

## **Remerciements :**

Nombreux sont ceux qui ont été à mes côtés dans cette aventure. Il est difficile de nommer tous ceux sur qui j'ai pu compter. Je fais tout de même une tentative :

Jérôme Néauport, Pierre Grua, Laurent Lamaignère, Jean-Pierre Morreeuw, Michel Josse, Patricia Volto, Caroline Meslin, Éric Lavastre, Nathalie Ferriou-Daurios, Guillaume Ravel, Philippe Bouchut, Claude Amra, Mireille Commandré, Laurent Gallais, Jean-Yves Natoli, Jean-Luc Rullier, Jack Donohue, Bruno Le Garrec, Stéphane Guizard, Fabien Quéré, Ghita Geoffroy, Philippe Martin, Gérard Razé, Marc Loiseau, Patrick Combis, Florian Bonneau, Gedas Jonusauskas, Fabrice Vallée, Antoine Bourgeade, Thierry Donval, Roger Courchinoux, Michel Broyer, Pierre Billaud, Philippe Jonnard, Annelise During, Jean-Christophe Poncetta, Stéphane Bouillet, Vincent Cavaro, Laurent Videau, Alain Boscheron, Éric Journot, Jean-Michel Di-Nicola, Gabriel Dupuy, Sandrine Chico, Isabelle Lebeau, Matthieu Balas, Agnès Pujols, Muriel Sesques, Jean-Jacques Pesqué, Jean-Michel Sajer, Isabelle Tovenà, Stéphanie Palmier, Cédric Maunier, Christophe Pellegrini, Karell Bien-Aimé, Evelyne Fargin, Jessica Fournier, François Guillet, Bertrand Bertussi, Christelle Ambard, Fabien Pilon, Jean-Claude Birolleau, Philippe Belleville, Servane Fontaine, Marie Foret, David Hébert... MERCI. J'ajoute une mention particulière pour Karell, Pierre, David, Antoine et Laurent qui ont été fortement sollicités lors de l'écriture du présent texte.

La tenue au flux laser de la silice n'est qu'un parmi les nombreux défis du Projet LMJ. Je n'oublie pas ceux qui se consacrent à toutes les autres questions.

Au commencement de ces études, ou plus tard lors de moments de vives interrogations, j'ai pu profiter de l'éclairage donné par les chercheurs chevronnés que sont Guillaume Petite, Jean Dijon, Mike Feit et Semyon Papernov. Qu'ils en soient ici remerciés.

J'aimerais également saluer les responsables de projet ou d'équipe qui ont suscité, accompagné ou accueilli avec bienveillance cette recherche : André Roussel, Michel Dourthe, Geneviève Chabassier, Claude Rouyer, Jehan Vanpoperinghe, Pierre Vivini, Francis Kovacs, Didier Besnard, Jacques Ebrardt, Denis Penninckx, Christophe Thiébaud, Jacques Moretto, Xavier Carlotti, Franck Jousse et Sébastien Vermersch. Dans ma démarche pour obtenir l'HDR, Claude Rullière puis Francis Hardouin m'ont prodigué des encouragements que j'ai appréciés.

Enfin j'exprime toute ma gratitude à Élisabeth Bouchaud, Marc Sentis et Thierry Cardinal qui ont accepté d'être rapporteurs de ce travail. Mireille Commandré, Claude Amra, Jean-Luc Loubet, et Stavros Demos ont bien voulu prendre part au jury. Une panne mécanique de dernière minute a empêché Patrick Combis de participer au jury : ce regrettable contretemps fut heureusement compensé pour moi par les corrections et commentaires, utiles et nombreux, que Patrick m'avait fait parvenir auparavant sur le texte de ce mémoire. Connaissant les activités prenantes et les contraintes fortes de chacun, je leur sais particulièrement gré du temps investi.

Merci à Fabienne, Adrien, Luc et Pauline, pour leur affection et leur présence.



# Table des matières

<b>RÉSUMÉ</b> .....	<b>1</b>
REMERCIEMENTS : .....	3
<b>TABLE DES MATIÈRES</b> .....	<b>5</b>
<b>INTRODUCTION</b> .....	<b>7</b>
QUELQUES MOTS SUR LE MATÉRIAU ÉTUDIÉ : LA SILICE AMORPHE <sup>†</sup> .....	9
<b>1. ENDOMMAGEMENT LIÉ AUX SURINTENSITÉS</b> .....	<b>11</b>
GLOSSAIRE ET LISTE DES GRANDEURS DU CHAPITRE 1 : .....	11
1.1 CONCEPTION LASER & EFFETS NON LINÉAIRES.....	11
1.2 RÉSULTATS NUMÉRIQUES POUR UNE FORME SPATIALE GAUSSIENNE .....	14
1.3 MESURES SUR LA SILICE.....	16
1.3.1 Filamentation à $1\omega$ .....	17
1.3.2 Filamentation à $3\omega$ .....	18
1.3.3 Autofocalisation et dommages de face arrière à $1\omega$ et à $3\omega$ .....	20
1.4 INTERPRÉTATION PHYSIQUE DES MESURES D'AUTOFOCALISATION.....	23
1.5 CONCEPTION DES CHÂÎNES LASER DE PUISSANCE .....	26
1.6 CONCLUSION DE LA PREMIÈRE PARTIE .....	27
<b>2 MÉTROLOGIE DE L'ENDOMMAGEMENT LIÉ AUX DÉFAUTS</b> .....	<b>29</b>
2.1 LIMITATIONS DES MESURES STANDARD DE TENUE AU FLUX.....	29
2.2 PROCÉDURE POUR MESURER DES DENSITÉS DE DOMMAGE .....	30
2.3 RÉPÉTABILITÉ ET REPRODUCTIBILITÉ.....	32
<b>3 MÉCANIQUE DES CONTACTS SUR LA SILICE</b> .....	<b>33</b>
GLOSSAIRE ET LISTE DES GRANDEURS DES CHAPITRES 3 ET 4 : .....	33
3.1 FRACTURATION DE LA SILICE .....	35
3.1.1 Quelques éléments de mécanique de la rupture .....	35
3.1.2 Indentations hertziennes.....	37
3.1.2.1 Formation des fractures hertziennes.....	38
3.1.2.2 Seuil(s) d'Auerbach de fracturation hertzienne.....	40
3.1.2.3 Modélisation simplifiée de la fissuration hertzienne .....	43
3.1.2.4 Cas de différentes fissures initiales en surface .....	47
3.1.2.5 Discussion sur la loi et la "constante" d'Auerbach .....	51
3.2 DENSIFICATION IRRÉVERSIBLE DE LA SILICE .....	54
3.3 DIFFÉRENTS RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX SUR LA SILICE .....	58
3.3.1 Indentation quasi-statique .....	58
3.3.2 Impact de billes à vitesse modérée .....	62
3.4 AMORÇAGE ET CROISSANCE DES FRACTURES CONIQUES AVEC DENSIFICATION.....	65
3.4.1 Indentation ou impact quasi statique.....	66
3.4.1.1 Contact élastique.....	66
3.4.1.2 Seuil de plastification / densification .....	66
3.4.1.3 Fracturation d'un contact densifié.....	67
3.4.1.4 Relation énergie-poids pour un contact plastique.....	69
3.4.2 "Impact" laser.....	71
3.5 CONCLUSION DE LA TROISIÈME PARTIE .....	74

<b>4</b>	<b>MODÈLE THÉORIQUE ET EXPÉRIENCES D'INTERACTION LASER-FRACTURE...</b>	<b>75</b>
4.1	MODÈLE PHYSIQUE D'INTERACTION LASER FRACTURE .....	76
4.1.1	<i>Équation(s) d'état de la silice</i> .....	78
4.1.2	<i>Amorçage de l'absorption</i> .....	80
4.1.3	<i>Évaporation, montée en température</i> .....	82
4.1.4	<i>Comparaison avec une surface libre</i> .....	83
4.1.5	<i>Montée en pression dans la fissure</i> .....	84
4.2	CRITÈRE(S) D'ENDOMMAGEMENT LASER .....	87
4.2.1	<i>1<sup>er</sup> critère : passage de l'HEL</i> .....	88
4.2.2	<i>2<sup>eme</sup> critère : propagation de la fissure</i> .....	89
4.2.3	<i>3<sup>eme</sup> critère : création de fissures profondes</i> .....	90
4.3	ÉTUDE EXPÉRIMENTALE DE L'AMORÇAGE SUR LES FRACTURES .....	95
4.3.1	<i>Séries d'indentations testées à une durée d'impulsion variable</i> .....	95
4.3.2	<i>Endommagement laser des indentations hertziennes</i> .....	100
4.4	CONCLUSION DE LA QUATRIÈME PARTIE .....	106
<b>5</b>	<b>CROISSANCE DES DOMMAGES LASER .....</b>	<b>107</b>
5.1	PHÉNOMÉNOLOGIE .....	107
5.2	MODÈLE DE CROISSANCE .....	111
5.2.1	<i>Recherche de la cause</i> .....	111
5.2.2	<i>Modèle quasi-statique simplifié d'une fissure chaude</i> .....	112
	Glossaire et liste des grandeurs du modèle de croissance : .....	112
5.2.2.1	Pression d'équilibre dans la fissure .....	113
5.2.2.2	Fissuration induite par chauffage laser .....	115
5.2.2.3	Évaluation des termes de perte d'énergie .....	116
5.2.3	<i>Propagation d'une fissure hertzienne sous l'effet d'une pression "thermique" interne</i> . 118	
5.2.3.1	Seuil de propagation de la fissure hertzienne .....	119
5.2.3.2	Loi de croissance.....	121
5.3	CONFRONTATION MODÈLE-EXPÉRIENCES .....	122
5.4	PISTES POUR UNE SOLUTION MATÉRIAU DU PROBLÈME DE CROISSANCE.....	125
5.5	AMÉLIORATION DU MODÈLE DE CROISSANCE .....	126
5.6	CONCLUSION DE LA CINQUIÈME PARTIE .....	127
<b>6</b>	<b>CONCLUSION ET PERSPECTIVES .....</b>	<b>129</b>
	<b>LISTE DES FIGURES .....</b>	<b>131</b>
	<b>RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....</b>	<b>133</b>

## Introduction

Le verre de silice est transparent dans une très grande plage de longueurs d'onde  $\lambda$  allant de l'infrarouge à l'ultraviolet. C'est en particulier le cas à la fréquence fondamentale du laser Nd:verre, que nous avons l'habitude de noter  $1\omega$ , ainsi qu'aux fréquences multiples que nous utilisons, à  $2\omega, 3\omega, \dots$ . Soit aux longueurs d'onde dans le vide égales à 1053, 526, 351, .... L'apparition d'un dommage laser sur un composant en silice est donc à la fois une surprise, un embêtement et un mystère. De 1998 à 2008, une de mes principales missions a été d'obtenir des progrès sur ces trois points.

Pour éviter la surprise, nous avons essayé d'améliorer la métrologie afin de connaître précisément le comportement des optiques montées sur nos installations. Pour diminuer l'embêtement, des études technologiques ont été conduites dans le but de fabriquer de meilleurs composants, et de leur appliquer des post-traitements d'amélioration. Pour dissiper le mystère, des progrès étaient nécessaires dans la compréhension physique afin de construire des modèles quantitatifs, prédisant ou restituant les expériences de manière satisfaisante. Le présent document est consacré principalement à cet effort cognitif, voyage exploratoire où théorie et expérience doivent marcher de concert, s'éclairant, se soutenant ou parfois se contredisant l'une l'autre.

Dans les lignes laser du LMJ (Laser MégaJoule), l'éclairement lumineux, c'est-à-dire la densité surfacique de puissance du faisceau, est très intense,  $10^{10}$  fois plus que la lumière solaire. L'éclairement, généralement dénommée intensité (par confort de traduction avec l'anglais *intensity*), est donc la première grandeur clé du phénomène. L'intensité contrôle directement le premier des effets dont nous discuterons : l'autofocalisation. Au dessus d'une intensité limite, le matériau est dégradé en volume (cf. Figure 1). La face arrière est endommagée pour une intensité plus faible que le volume.

**Figure 1 : Causes de dommages sur la face arrière d'une optique (surface de sortie du laser) dans l'espace intensité/fluence (I ; F)**

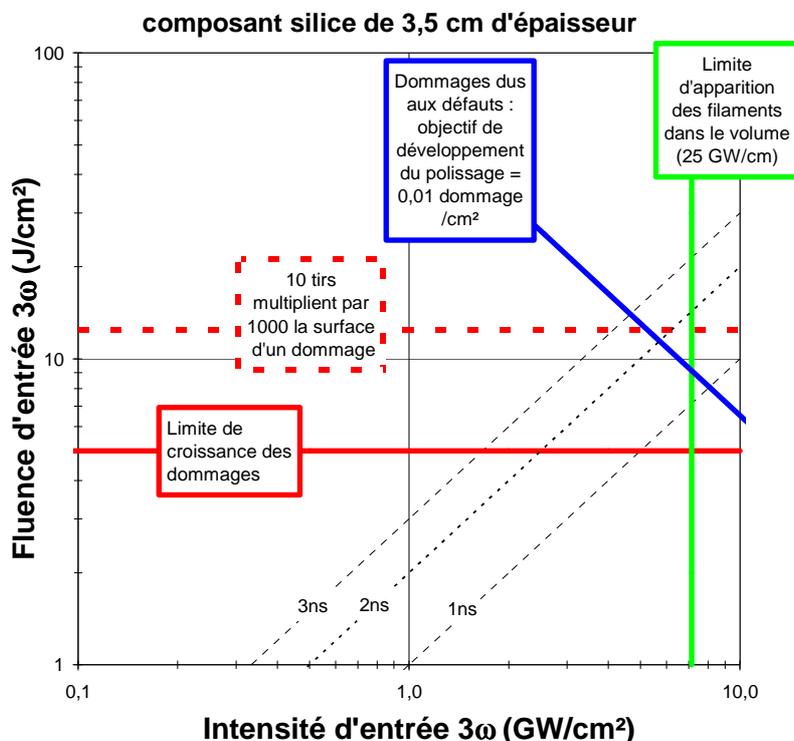
Le rapport  $F/I$  est la durée d'impulsion équivalente notée  $\tau$ , de quelques nanosecondes (ns).

— Limite d'autofocalisation (partie 1)

— Les dommages liés aux défauts du matériau (parties 2 à 4). Sur ce graphique, ils sont supposés suivre une loi « d'échelle » ou  $F$  est proportionnel à  $\tau^{1/2}$ , i.e.  $F \times I$  constant.

— Limite de croissance exponentielle des dommages (partie 5)

adapté de [BDS-19] (2003).



Lorsque des défauts sont présents dans le matériau, la densité d'énergie du faisceau, dénommée fluence, prend également de l'importance. Enfin, lorsque des dommages laser sont apparus, le problème majeur devient leur extension au cours des tirs successifs : cette croissance de zones dégradées est contrôlée par la fluence du faisceau. Ces trois types de phénomènes sont schématiquement représentés sur la Figure 1. Le but premier du présent document est d'expliquer physiquement et de préciser les limites signalées sur ce schéma.

La première partie sera consacrée à l'étude de l'endommagement causé par les surintensités du faisceau laser. C'est dans le volume du composant qu'a lieu l'interaction qui conduit à l'autofocalisation de la lumière ; mais c'est bien la surface, la face de sortie du faisceau, qui est touchée en premier par le phénomène. Pour cette raison, son étude est incontournable. Ces mesures délicates de propagation non linéaire permettent aujourd'hui de mieux appréhender un des facteurs importants de dégradation des optiques sur les lasers de puissance. Mais elles restent pour l'instant orphelines d'une explication physique aboutie, en cours de développement.

Le reste du document concernera les dommages générés par un faisceau sans point chaud, dommages liés à l'existence de défauts du matériau. À partir de la seconde partie donc, nous allons nous intéresser au matériau silice, et plus particulièrement à sa surface. Nous nous focaliserons également sur la fréquence laser la plus problématique vis-à-vis de la tenue des composants LMJ : le  $3\omega$ , ou autrement dit la longueur d'onde 351 nm (Nd:verre) ou 355 nm (pour le Nd:YAG). Nous détaillerons tout d'abord les mesures de densités de dommages : l'invisibilité des causes et l'irréversibilité du phénomène ont exigé des efforts conséquents d'évolution de la métrologie.

Au fur et à mesure de notre progression sur le thème des défauts amorceurs de dommage, les fractures sous surfaciques ont pris de plus en plus d'importance, à la fois comme causes et comme conséquences de l'endommagement laser. C'est pourquoi nous consacrerons la troisième partie à une étude de la mécanique des contacts sur la silice : cet exposé, essentiellement bibliographique, sera fondé également sur des résultats nouveaux. Nous approfondirons le sujet des fractures coniques, décrites pour la première fois il y a plus d'un siècle par Hertz, et qui sont loin d'être passées de mode. Nous consacrerons également du temps au comportement plastique de la silice, qui résulte en une densification, à la fois sensible à la pression et au cisaillement.

La difficulté à détecter les défauts amorceurs nous a conduits à utiliser des fractures modèles, réalisées par indentation. Dans le même temps, un modèle physique de l'interaction laser-fracture dans la silice a été développé. Dans la quatrième partie, nous présenterons cette modélisation théorique, ainsi que les grandes lignes des expériences sur indentations. La confrontation théorie-expérience a permis de mieux comprendre les mécanismes d'amorçage du dommage laser sur des fractures modèles. Cette compréhension devrait être étendue au cas général des surfaces de silice polie, où les défauts sont a priori inconnus.

Dans la cinquième partie, nous nous pencherons sur le phénomène de croissance exponentielle des dommages sous flux laser. Partant des connaissances sur la fracturation des surfaces et des résultats du modèle d'interaction laser-fracture, nous examinerons différentes possibilités d'explication physique. Après avoir exclu les mécanismes incompatibles avec les données expérimentales, nous développerons un modèle basé sur l'effet mécanique quasi-statique d'une vapeur chaude créant une pression dans une fissure. Nous verrons que l'absorption laser dans les fractures hertziennes permet de rendre compte des principales caractéristiques de ce phénomène de croissance.

## **Quelques mots sur le matériau étudié : la silice amorphe <sup>†</sup>**

Pour l'application UV sur le LMJ, il convient d'approvisionner une silice exempte d'inclusion, et dont l'absorption est très faible (de l'ordre de  $10^{-6} \text{ cm}^{-1}$ ). Ces conditions sont réalisées avec la silice obtenue par synthèse à partir de silane, en particulier la référence Suprasil 312 (S312) de la société HERAEUS. La majeure partie des expériences d'endommagement laser citées ici a été réalisée sur cette silice synthétique (cf. la documentation du fabricant : [www.optics.heraeus-quarzglas.com/en/home/Home.aspx](http://www.optics.heraeus-quarzglas.com/en/home/Home.aspx)) ou sur un produit équivalent de la société SCHOTT. Parfois, de la matière approvisionnée chez CORNING (réf. 7980), ou SCHOTT (Lithosil) a pu être utilisée. Les études d'autofocalisation ont également porté sur une silice obtenue à partir de quartz naturel trié, la réf. H102 d'HERAEUS. En dehors de ce phénomène de propagation non linéaire, le volume du matériau n'est pas en cause dans l'apparition des dommages.

L'état de surface des composants est en revanche déterminant pour les phénomènes étudiés. Les échantillons sont tous issus du procédé de super polissage de la société SESO, sauf mention contraire. Ils ont donc tous subi une succession d'étapes : ébauchage avec des meules pour mise à la côte, puis polissage grossier (douceissage), polissage fin, et finalement le procédé de super polissage. À la fin de cette préparation, leur rugosité mesurée en interférométrie optique est d'environ 0.1 nm.

La silice est à la fois un matériau relativement simple, puisque sa formule chimique n'est constituée que de 2 atomes, très abondant dans la nature et très utilisé dans l'industrie.  $\text{SiO}_2$ , dans son état vitreux, a fait l'objet de dizaines de milliers d'articles de physique, spectroscopie, chimie, science des matériaux, tribologie, portant sur sa structure, sa réactivité chimique, son comportement optique, mécanique, électronique, ses défauts et l'état de ses impuretés. Son utilisation dans de très nombreux domaines technologiques continue de motiver d'intenses recherches. La bibliographie est si riche qu'il est difficile d'en donner une vision exhaustive : il y a quelques années, un premier effort avait été fait concernant notre problème <sup>1</sup>.

Dans la partie 3, nous ferons appel à de nombreux résultats de la littérature, obtenus sur verre silicaté ou sur silice. Quoique proche des verres silicatés, la silice s'en distingue par un comportement dit "anormal". Cette anomalie se retrouve dans ses caractéristiques mécaniques, thermiques, thermodynamiques,... soit pour beaucoup de paramètres utiles à la compréhension de l'endommagement laser. Quant aux résultats établis sur silice, la plupart ont été obtenus sur une matière différente de celle que nous utilisons. La concentration et la nature des impuretés, la quantité de vapeur d'eau en particulier, et le temps et la température de recuit sont des paramètres très variables suivant les références disponibles. Ils peuvent avoir un effet important sur les propriétés de fracturation et de surface. Nous garderons en mémoire ces distinctions mais nous ne pourrions pas toujours estimer les conséquences de ces variations sur les propriétés étudiées.

De très nombreux sujets restent brûlants, voire controversés, en particulier concernant la physico-chimie de la fracture, les changements de phase sous pression statique ou dynamique, l'équation d'état sous hautes pression et température... Bien souvent, l'exploration de l'endommagement laser nous a projetés dans des territoires peu balisés.

Nous sommes partis avec l'espoir de rendre intelligible et maîtrisable les phénomènes d'endommagement laser. Nous verrons en chemin si nous y sommes parvenus. Mais, le lecteur peut déjà se préparer à ce qui est à la fois la dure réalité et l'intérêt constitutif des sciences de la matière : à l'arrivée, certaines questions seront résolues mais le nombre et l'acuité des problèmes seront au moins aussi grands qu'au départ.

<sup>†</sup> nous l'appellerons indifféremment silice *vitreuse*, *amorphe* ou *fondue*.

<sup>1</sup> J-P. Morreeuw, "Silices cristallines et amorphes", CEA/CESTA/DEV DO85 du 8/10/2001



## 1. Endommagement lié aux surintensités

A la fin des années 1990, lorsque nous commençons à nous intéresser à cette question, elle semble bien connue, c'est-à-dire qu'une vision théorique prévaut, et que les modèles théoriques rendent compte des observations et mesures connues. Mais la nécessité de mieux quantifier le phénomène nous a poussés à rouvrir le débat, début 2000 : nous verrons au §1.1 quelles étaient les raisons de faire de nouvelles mesures. Au départ, la théorie généralement admise nous a paru suffisante pour interpréter ces mesures. Nous la rappellerons au §1.2. Puis nous indiquerons les résultats acquis, concernant la filamentation (§1.3.1 et 1.3.2) et l'endommagement face arrière (§1.3.3). A la fin, nous serons donc revenus à la nécessité de confronter vision théorique et expérience, et de proposer un amendement des modèles pour s'approcher des résultats expérimentaux. Cette démarche de correction s'applique aussi bien au modèle physique de propagation (§1.4), qu'aux critères de conception des chaînes laser (§1.5).

### **Glossaire et liste des grandeurs du chapitre 1 :**

- $1\omega$  : fréquence fondamentale du laser ; correspondant à  $\lambda_0 = 1064$  nm (Nd:YAG) ou 1053 nm (Nd:verre)
- $3\omega$  : fréquence triple de la fréquence fondamentale ; correspondant à  $\lambda_0 = 355$  nm (Nd:YAG) ou 351 nm (Nd:verre)
- $a$  : rayon à  $1/e$  de l'intensité  $I$  (ou de la fluence  $F$ ) d'une répartition spatiale gaussienne.  $\pi a^2$  est l'aire équivalente du faisceau, égale à  $P/I$ . ( $P$  et  $I$  sont la puissance et l'intensité crête)
- $B$  : intégrale de rupture, aussi nommé intégrale  $B$ . C'est la phase non linéaire (homogène à un angle) accumulée par un faisceau de haute intensité (cf. éq. 1-2 et 1-3).
- $F$  : densité surfacique d'énergie, également nommée fluence (en  $J/m^2$  ou  $J/cm^2$ ). En l'absence de précision,  $F$  désigne dans ce texte le maximum spatial de fluence d'une impulsion laser, parfois noté  $F_{pic}$ .
- $I$  : densité surfacique de puissance, également nommée intensité (en  $W/m^2$  ou  $GW/cm^2$ ). En l'absence de précision,  $I$  désigne dans ce texte l'intensité crête sur la durée, également notée  $I_{max}$ .
- $\tau$  : durée d'impulsion équivalente, définie comme  $F/I$  ou  $F_{pic}/I_{max}$ .
- $\lambda_0$  : longueur d'onde dans le vide
- $n_0$  : indice linéaire du milieu
- $n_2$  : indice non linéaire du milieu (cf. éq. 1-1)
- $P$  : puissance d'un faisceau, soit l'énergie totale passant dans un plan par unité de temps. En l'absence de précision,  $P$  désigne dans le §1 la puissance crête d'une impulsion laser. Pour un faisceau spatialement gaussien,  $P$  vaut  $\pi a^2 I_{max}$ .
- SBS : Stimulated Brillouin Scattering, ou diffusion Brillouin stimulée, effet non linéaire entraînant la création d'une onde secondaire parasite, par interaction avec les modulations acoustiques du milieu. L'intensité du SBS croît exponentiellement avec l'épaisseur traversée par l'onde.

### **1.1 Conception laser & effets non linéaires**

Parmi les contraintes imposées lors de la conception d'un laser de puissance, la prise en compte des effets non linéaires est souvent à la fois la plus exigeante et le plus difficile à exprimer.

Depuis le début des années 60, les laséristes ont pu observer et expliquer la dégradation de la qualité de faisceau due à l'autofocalisation par effet Kerr. Ils ont également pu repérer sur les optiques les dommages filamentaires qui ont été attribués à l'effet Kerr<sup>2,3,4</sup>, et qui, dans la gamme de durée d'impulsion nanoseconde, sont expliqués par la théorie du point focal mobile<sup>5</sup>.

Les concepteurs du NIF et du LMJ ont eu recours à la simulation numérique avec les codes MIRO au CEA et PROP92 au LLNL. Ces deux logiciels, basés sur l'équation de Schrödinger non linéaire et l'approximation de l'enveloppe lentement variable, permettent de calculer l'évolution de la répartition spatiale, temporelle et spectrale de l'énergie lors de la propagation du laser<sup>6,7</sup>. Ils donnent également accès aux effets non linéaires, en particulier à l'accumulation de la phase « parasite » due à la partie non linéaire de l'indice optique  $n$ . Cette phase prend le nom d'intégrale de rupture, ou intégrale B (pour Breakdown). Compte tenu de l'importance de ces grandeurs, prenons la précaution liminaire de les définir :

$$n = n_0 + n_2 \cdot I \quad 1-1$$

$$\Delta B = \Delta \varphi = \int_{z_{in}}^{z_{out}} \left[ \frac{n_0 + n_2 I}{\lambda_0 / 2\pi} - \frac{n_0}{\lambda_0 / 2\pi} \right] dz \quad 1-2$$

$$\Delta B = \frac{2\pi}{\lambda_0} n_2 I (z_{sortie} - z_{entrée}) \quad \text{lorsque } I(z) \text{ est pris constant} \quad 1-3$$

où  $I$  est l'intensité du faisceau (cf. glossaire ci-dessus).  $B$ , ou  $\Delta B$ , a la dimension d'un angle. Les formules 1-2 et 1-3 donnent sa valeur en radian, avec  $z_{sortie}$  et  $z_{entrée}$  les coordonnées de sortie et d'entrée dans le composant. Dans tous les cas, ces formules seront calculées en négligeant l'effet de  $n_2$  sur l'intensité, i.e. en prenant une intensité indépendante de  $z$ .

De nombreux phénomènes physiques peuvent contribuer à ce terme non linéaire  $n_2$ . Certains agissent à des échelles de temps courtes par rapport à notre problème comme la polarisabilité induite du cortège électronique ( $10^{-15}$ s), l'effet Raman Stimulé ( $10^{-12}$  à  $10^{-10}$  s). Ces contributions sont incluses dans les valeurs de  $n_2$  mesurées. D'autres contributions n'interviennent qu'à des temps supérieurs à la nanoseconde, comme l'effet Brillouin Stimulé (SBS) et l'électrostriction, deux manifestations du couplage entre électromagnétisme et acoustique dans le matériau. Comme nos impulsions sont de durée nanoseconde, l'effet du couplage entre acoustique et électromagnétique sera variable durant l'impulsion, et également durant la propagation dans le matériau. Ce sont probablement ces phénomènes qui sont à l'origine des difficultés de mesure, et de la nécessité de revoir la vision théorique.

<sup>2</sup> V.I. Bespalov, V.I. Talanov: "Filamentary structure of light beams in nonlinear liquids", JETP Lett. 3, 307 (1966)

<sup>3</sup> J.A. Fleck, J.R. Morris, E.S. Bliss: « Small-scale self-focusing effects in high power glass laser amplifier », IEEE J. of Quant. Electron. QE14, 5 may 78 p 353-363

<sup>4</sup> S. Roche, C. Sauteret, C. Gouédard, J-L. Bruneau, "Autofocalisation à petite échelle – Comparaison Théorie Expérience sur le laser Phébus", DAM/CEL-V/DLPP/EME DO 367 du 01.07.1993

<sup>5</sup> M. M. T. Loy & Y. R. Shen, "Study of Self-Focusing and Small-scale Filaments of Light in Nonlinear Media", IEEE J. of Quant. Elec., Vol. QE4-099, pp 409-422 (1973)

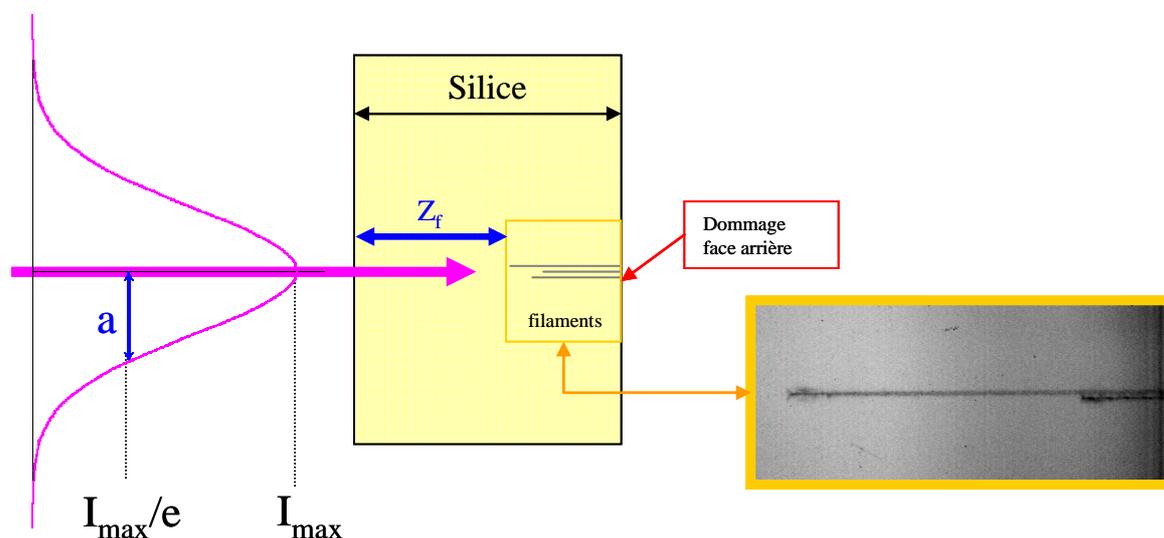
<sup>6</sup> C. A. Haynam *et al.*, "National Ignition Facility laser performance status", *App. Opt.* **46**, pp 3276-3305 (2007)

<sup>7</sup> O. Morice, "Miro : Complete modeling and software for pulse amplification and propagation in high-power laser systems", *Opt. Eng.*, **42** pp.1530–1541 (2003)

Des expériences menées sur NOVA et sur le BEAMLET ont montré que le B devait être limité à environ 2 radians, pour préserver la qualité de faisceau <sup>8</sup>. Au-delà de B=2 radians, la distribution de fluence F voit sa dispersion augmenter de façon importante, au détriment des performances du transport de faisceau et de conversion de fréquence, et surtout au détriment de la qualité de tache focale. Les expériences <sup>8,9</sup> ont alors été menées avec des impulsions de l'ordre de 200 ps, beaucoup plus courtes que le standard NIF/LMJ. Dans ces conditions, l'écart type mesuré sur les images de faisceau – c'est-à-dire la modulation moyenne – était assez correctement prédit par les calculs PROP92. Une publication récente <sup>6</sup> montre également une bonne correspondance entre les calculs PROP92 et les distributions de fluence mesurées, sans s'attarder ni sur les pics de surintensité, ni sur les éventuels dommages. Dans l'ensemble, pour conserver une bonne qualité de faisceau en moyenne, le critère de  $B < 2$  radians est confirmé par l'ensemble des données publiées.

Cependant, lors de l'exploitation préliminaire de la LIL et du BEAMLET <sup>9</sup>, des dommages sont apparus sans qu'ils soient complètement expliqués par la caractéristique d'endommagement laser des composants et la distribution calculée de l'énergie laser. S'il est acquis que la contrainte  $B < 2$  permet d'éviter une dégradation excessive du faisceau, aucune analyse n'a été conduite pour l'instant concernant la possibilité d'occurrence de points chauds isolés, de dommages et de filaments. Les calculs menés dans MIRO sur toute l'ouverture du faisceau n'ont pas une résolution spatiale suffisante pour traiter l'autofocalisation des petites structures. Par ailleurs, le modèle physique adéquat pour réaliser ce calcul est encore en cours de développement ; nous y reviendrons.

Ce manque de connaissance est devenu critique lorsque le phénomène de croissance exponentielle des dommages de face arrière est apparu comme le contributeur majeur au vieillissement des composants en silice de la fin de chaîne [BDS-19] (cf. §5). Une étude expérimentale approfondie de l'occurrence de dommages de face arrière et de filaments dans le hublot d'entrée de chambre LIL/LMJ, a donc été menée entre 2002 et 2005.



**Figure 2 : Schéma des mesures d'autofocalisation**

comprenant la définition de  $a$  et de  $Z_f$  (en bleu). Les filaments, observés après le tir, sont des dommages de forme grossièrement tubulaires, ou des chapelets de bulles alignées. On observe fréquemment plusieurs filaments côte à côte.  $Z_f$  correspond au premier filament rencontré à partir de la face d'entrée.

<sup>8</sup> M.A. Hessian *et al.*: "The use of beam propagation modeling of Beamlet and Nova to ensure a "safe" National Ignition Facility laser system design", Second Annual International Conference on Solid state Lasers for Application to Inertial Confinement fusion, *SPIE* **3047** (1997) p 84

<sup>9</sup> B. M. Van Wonterghem *et al.*, "Performance of a prototype for a large-aperture multipass Nd:glass laser for inertial confinement fusion", *App. Opt.* **36**, pp 4932-4953 (1997)

La plupart de nos mesures ont été effectuées avec des faisceaux de forme spatiale proche de la gaussienne, dans une configuration schématisée sur la Figure 2. L'échantillon était positionné au centre de la zone de Rayleigh d'une lentille, dans des conditions de faisceau parallèle. Après le tir, un opérateur recherche le démarrage du filament et mesure sa distance  $Z_f$  par rapport à la face d'entrée.

Les formes spatiales des faisceaux utilisés à  $1\omega$  sont très proches d'une gaussienne : dans ce cas, la puissance caractérisant un tir sera le maximum de la puissance totale. À  $3\omega$ , une partie importante de l'énergie se trouve dans les pieds de la tache laser, hors de la forme gaussienne. La puissance considérée à  $3\omega$  sera uniquement celle contenu dans la forme gaussienne ajustant le mieux le sommet de la répartition spatiale d'énergie.

La référence à la forme gaussienne permet d'utiliser les résultats théoriques et numériques bien connus que nous allons brièvement rappeler.

## 1.2 Résultats numériques pour une forme spatiale gaussienne

Marburger *et al.*<sup>10,11</sup> ont traité le cas du faisceau gaussien, axisymétrique, d'un laser continu, à l'aide d'une équation non linéaire similaire à celle utilisée dans MIRO ou PROP92. Ces calculs font référence pour l'instant dans le cas où les variations temporelles de l'intensité sont lentes. Notons en passant que, dans le cas des impulsions femtoseconde, cette approche a donc été profondément renouvelée. Les lois numériques obtenues par Marburger *et al.*<sup>10,11</sup> ont guidé notre interprétation des mesures en régime nanoseconde. Plusieurs équations quasi équivalentes ont été proposées pour décrire  $Z_f$  en fonction de la puissance. Nous retiendrons la suivante :

$$Z_f = \left[ \left( \frac{P}{P_2} \right)^{\frac{1}{2}} - 0,852 \right]^{-1} \times \frac{n_0 0,367 a^2}{\lambda_0 / 2\pi}, \text{ avec } P_2 = \frac{3,72 \lambda_0^2}{8\pi n_0 n_2} \quad 1-4$$

Au-delà d'une puissance critique notée  $P_2$ , l'effet d'autofocalisation domine sur la diffraction des ondes électromagnétiques. Le produit Intensité×longueur  $IZ_f$  et l'intégrale de rupture  $B$  entre l'entrée dans le composant et le démarrage du filament peuvent s'écrire :

$$IZ_f = \left[ \left( \frac{P}{P_2} \right)^{\frac{1}{2}} - 0,852 \right]^{-1} \times \frac{n_0 0,734 P}{\lambda_0}$$

$$B = \frac{2\pi n_2}{\lambda_0} IZ_f = \left[ \left( \frac{P}{P_2} \right)^{\frac{1}{2}} - 0,852 \right]^{-1} \times \frac{2\pi n_2}{\lambda_0} \frac{n_0 0,734 P}{\lambda_0} \quad 1-5$$

$$B = 0,683 \times \left[ \left( \frac{P}{P_2} \right)^{\frac{1}{2}} - 0,852 \right]^{-1} \frac{P}{P_2}$$

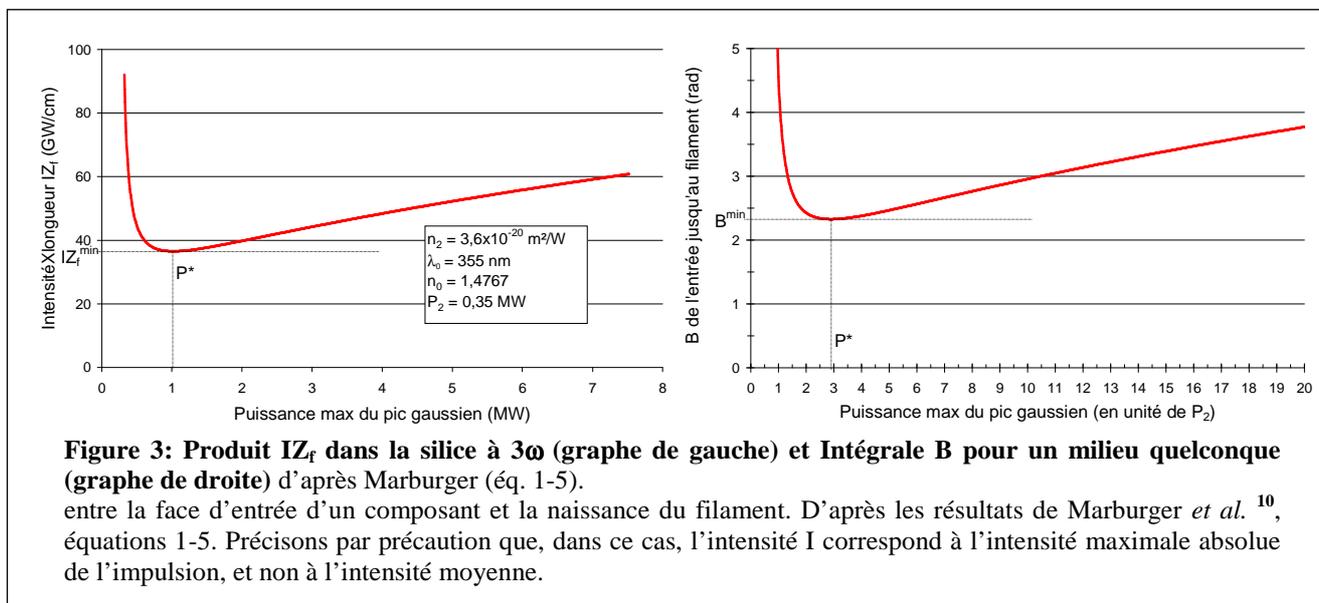
Pour une valeur  $P^*$  de  $P$ , de l'ordre de  $2.9 \times P_2$ , l'équation 1-5 atteint un minimum qui vaut

<sup>10</sup> L. Dawes & J. H. Marburger, "Computer studies of Self-focusing", Phys. Rev. 179, pp. 862-868 (1969)

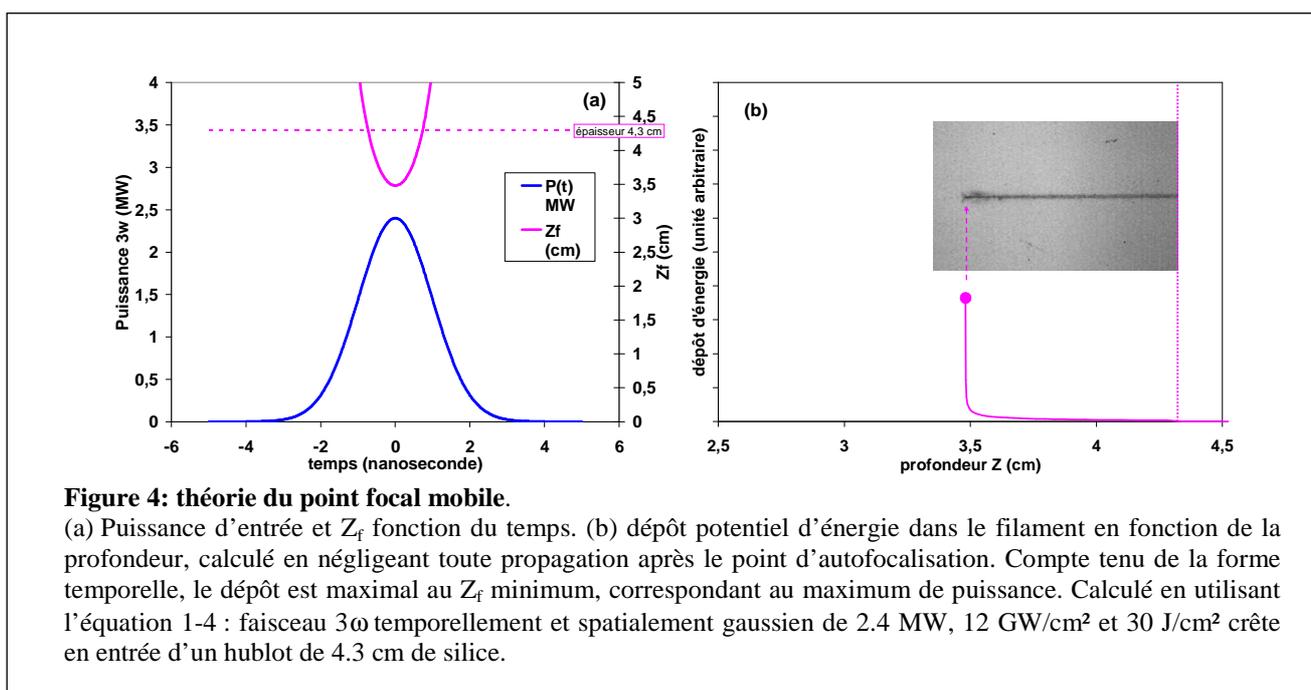
<sup>11</sup> J. H. Marburger, "Self-focusing : Theory", Prog. Quant. Electr., 4, pp. 35-110 (1975)

$$B^{\min} = I Z_f^{\min} \times \frac{2\pi n_2}{\lambda_0} \approx 2,3 \quad 1-6$$

comme le montre la Figure 3.  $B^{\min}$  est indépendant des constantes et paramètres physiques  $n_0$ ,  $n_2$ ,  $\lambda_0$ . Notons bien que c'est l'intensité d'entrée, i.e. l'intensité hors effet non linéaire, qui intervient dans le calcul, et non pas l'intégrale sur le chemin de l'intensité modifiée par les effets non linéaires.



Sur la Figure 4, l'équation 1-4 est utilisée pour illustrer la théorie du point focal mobile <sup>5</sup>. La puissance augmentant, l'autofocalisation se fait de plus en plus proche de la face d'entrée. Le point d'autofocalisation le plus rapproché correspond à un dépôt d'énergie beaucoup plus élevé, car le point focal non linéaire reste plus longtemps à cette position (Figure 4b). Ce phénomène facilite l'observation du bout du filament, et la mesure de  $Z_f$ .



Les calculs de Marburger *et al.* ont également fourni des lois empiriques pour l'évolution de l'intensité lors de l'autofocalisation d'une forme gaussienne initiale. Ces lois s'écrivent génériquement :

$$\frac{I(z)}{I_0} = \left[ 1 - \left( \frac{z}{Z_f} \right)^2 \right]^{-\alpha/2} \quad 1-7$$

où  $I_0$  est l'intensité d'entrée. L'exposant  $\alpha$  suit une loi empirique en fonction de  $P/P_2$ , ajustée à partir d'un graphe de la réf. 10 pour donner :

$$\alpha = 2,9 \times \left[ \left( \frac{P}{P_2} \right)^{\frac{1}{2}} - 0,852 \right]^{-0,4} \quad 1-8$$

Les équations 1-7 et 1-8 revêtent une importance pratique pour la prédiction de l'endommagement face arrière.

### 1.3 Mesures sur la silice

Toutes les mesures présentées ici ont déjà été publiées dans les actes du congrès sur l'endommagement laser de Boulder [BDS-11, BDS-18, BDS-23, BDS-26]. Deux éléments manquaient cependant dans ces textes. D'une part, les mesures n'ont pas fait l'objet de présentation synthétique pour l'instant. D'autre part, les conséquences concernant le fonctionnement de la chaîne laser n'ont pas encore été exprimées. Nous ne reviendrons pas sur les détails expérimentaux, qui peuvent être retrouvés dans les publications originales.

Nos mesures ont systématiquement été comparées aux prédictions obtenues avec les formules 1-4 et 1-6 en prenant les valeurs de  $n_2$  disponibles. L'indice non linéaire de la silice a fait l'objet de nombreuses mesures. Malgré un effort expérimental soutenu, une forte dispersion persiste entre les différents laboratoires. Les valeurs qui font référence aujourd'hui sont issues de la compilation effectuée à Livermore<sup>12</sup>, reprises dans le tableau ci-dessous.

**Tableau 1** : valeurs de l'indice non linéaire  $n_2$  établies dans la réf. 12.

Longueur d'onde	Indice non linéaire $n_2$ ( $10^{-7}$ cm <sup>2</sup> /GW)	Incertitude $\Delta n_2$ ( $10^{-7}$ cm <sup>2</sup> /GW)	Valeur de $IZ_f^{\min}$ attendue (GW/cm) d'après l'éq. 1-6	$P_2$ (MW)
$1\omega : \lambda = 1064$ nm	2.74	0.17	142.1	4.28
$2\omega : \lambda = 532$ nm	3.0	0.35	64.9	0.95
$3\omega : \lambda = 355$ nm	3.6	0.64	36.1	0.35

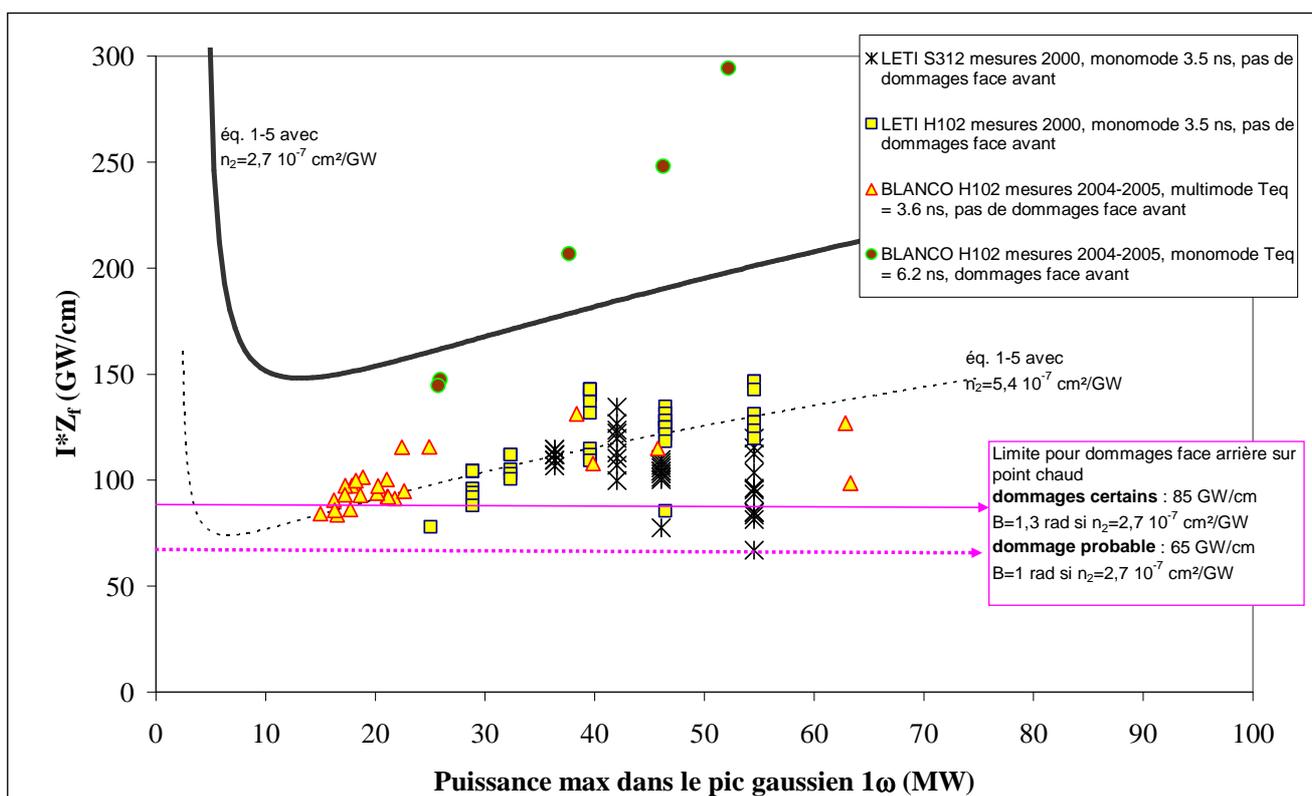
<sup>12</sup> D. Milam, "Review and assessment of measured values of the nonlinear refractive-index coefficient of fused silica", Applied Optics, **37**, pp. 546-550 (1998)

L'incertitude est assez faible à  $1\omega$  (6%) mais elle est plus élevée à  $2\omega$  et  $3\omega$  (jusqu'à 17%). Lorsque nous faisons des comparaisons avec nos résultats, cette méconnaissance de l'indice non linéaire s'ajoute à l'imprécision de nos mesures. La métrologie d'intensité laser est délicate et ne peut pas être réalisée pour l'instant avec une précision absolue meilleure que 15 %. Les correspondances théorie/expérience sont donc affectées d'une barre d'erreur totale de 20 à 30 %. Les valeurs expérimentales ( $I Z_f$  en particulier) sont données à 15 % près.

La plupart de nos essais ont été réalisés en polarisation linéaire, par identité avec le faisceau LIL/LMJ. La polarisation circulaire a été employée à  $3\omega$  [BDS-11 ; BDS-23]; nous en dirons quelques mots au sujet de l'endommagement face arrière au § 1.3.3.

### 1.3.1 Filamentation à $1\omega$

Nous commençons par les mesures effectuées à  $1\omega$  qui ont posé moins de problèmes expérimentaux que les tests dans l'UV. D'une part, les filaments, plus larges, sont plus faciles à observer ; d'autre part, les dommages face avant, liés au SBS, ne sont apparus que pour les impulsions les plus longues (BLANCO 6.2 ns).



**Figure 5 : ensemble des résultats de filamentation à 1064 nm**

obtenus sur le banc COHERENT du CEA/Grenoble/LETI (laser équivalent à celui de LUTIN) sur des pièces de 5 cm d'épaisseur, ou sur le banc BLANCO au CESTA sur un échantillon de 4.3 cm. Dans le cas d'un faisceau monomode sur BLANCO, des dommages face avant et un retour SBS important sont observés systématiquement. Aucun dommage face avant n'a été repéré dans les autres cas : le retour SBS est détectable mais de faible intensité. L'endommagement face arrière a aussi été étudié au LETI pour les deux types de silice. Il s'agit de statistiques R/1 (cf. § 1.3.3), dont les 50 % de probabilité correspondent à un produit Intensité  $\times$  longueur de 65 GW/cm.

En dehors des mesures en faisceau monomode sur BLANCO, toutes les valeurs expérimentales de  $IZ_f$  se trouvent très largement en dessous de la loi théorique obtenue avec un indice  $n_2$  de  $2.7 \cdot 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{GW}$  (tableau 1). La filamentation se produit pour un produit intensité×longueur critique de l'ordre de 80-100 GW/cm à 1064 nm.

Si l'on cherchait à rendre compte des mesures avec les équations 1-4 à 1-6, il faudrait prendre une valeur de  $n_2$  2 fois supérieure aux mesures publiées, soit environ  $5.4 \cdot 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{GW}$ . Cependant, les mesures ne semblent pas suivre l'augmentation monotone de  $IZ_f$  théorique lorsque la puissance augmente. Il apparaît plutôt que les produits Intensité×longueur mesurés croissent entre 85 et 100 GW/cm sur la gamme de puissance étudiée.

Les essais BLANCO sur H102 avec un faisceau multimode ont donné des résultats très similaires à ceux obtenus indépendamment sur le banc COHERENT au LETI, sur silice H102 et S312. Les durées d'impulsion équivalentes des deux expériences sont très similaires, mais les impulsions elles-mêmes sont très différentes, l'impulsion multimode de BLANCO étant constituée de très nombreux pics temporels [BDS-26]. Le maximum d'intensité est d'ailleurs affecté dans ce cas d'une incertitude difficilement quantifiable, liée au temps de réaction du système de mesure de la puissance. Cependant, l'équivalence des résultats [LETI et BLANCO] permet de lever ce doute sur l'intensité mesurée.

Lorsque le faisceau est multimode, ou modulé spectralement, les retours SBS sont très peu amplifiés, et les dommages de face avant disparaissent [BDS-18 ;BDS-26]<sup>13</sup>. En revanche, lorsque le retour SBS peut se développer, dans le cas BLANCO monomode 6 ns par exemple, des dommages face avant sont systématiquement observés avec les filaments, témoignant que l'intensité réelle créant le filament est moindre que l'intensité d'entrée. C'est seulement dans ce cas que les mesures sont proches de la prédiction théorique. Cette "meilleure" correspondance théorie/expérience [dans le cas d'un faisceau monomode de 6 ns] est alors fortuite, mais elle a pu dans le passé masquer l'effet d'autofocalisation renforcée que nous mettons ici en évidence.

Rappelons que les faisceaux opérationnels LIL et LMJ sont modulés pour supprimer tout SBS. En effet, le SBS transverse dans les lentilles de filtrage est un danger inacceptable pour l'intégrité de celles-ci. La suppression du SBS transverse par une modulation de phase à 2 GHz entraîne également la suppression du retour SBS longitudinal. Ce sont donc les cas sans retour SBS important et sans dommages face avant qui nous intéressent. Comme l'effet Brillouin est plus efficace à  $3\omega$ , nous avons dû travailler principalement avec un faisceau multimode, uniquement accessible sur BLANCO ou ALISÉ.

### 1.3.2 Filamentation à $3\omega$

Sur la Figure 6, sont résumées les valeurs mesurées sur LUTIN, BLANCO et ALISÉ dans la gamme de 2 à 5 ns environ, en gardant essentiellement les cas n'ayant pas entraîné de dommage face avant. Nous avons pu mesurer un retour SBS pour ces points. Cependant le faisceau n'est pas dépeuplé de façon importante par ce retour, sauf pour les tirs BLANCO monomode, qui sont représentés pour permettre la comparaison avec les tirs multimode. Plus d'une centaine de tirs de filamentation ont été effectués sur LUTIN, mais seuls 7 peuvent figurer ici, la plupart ayant donné des dommages face avant.

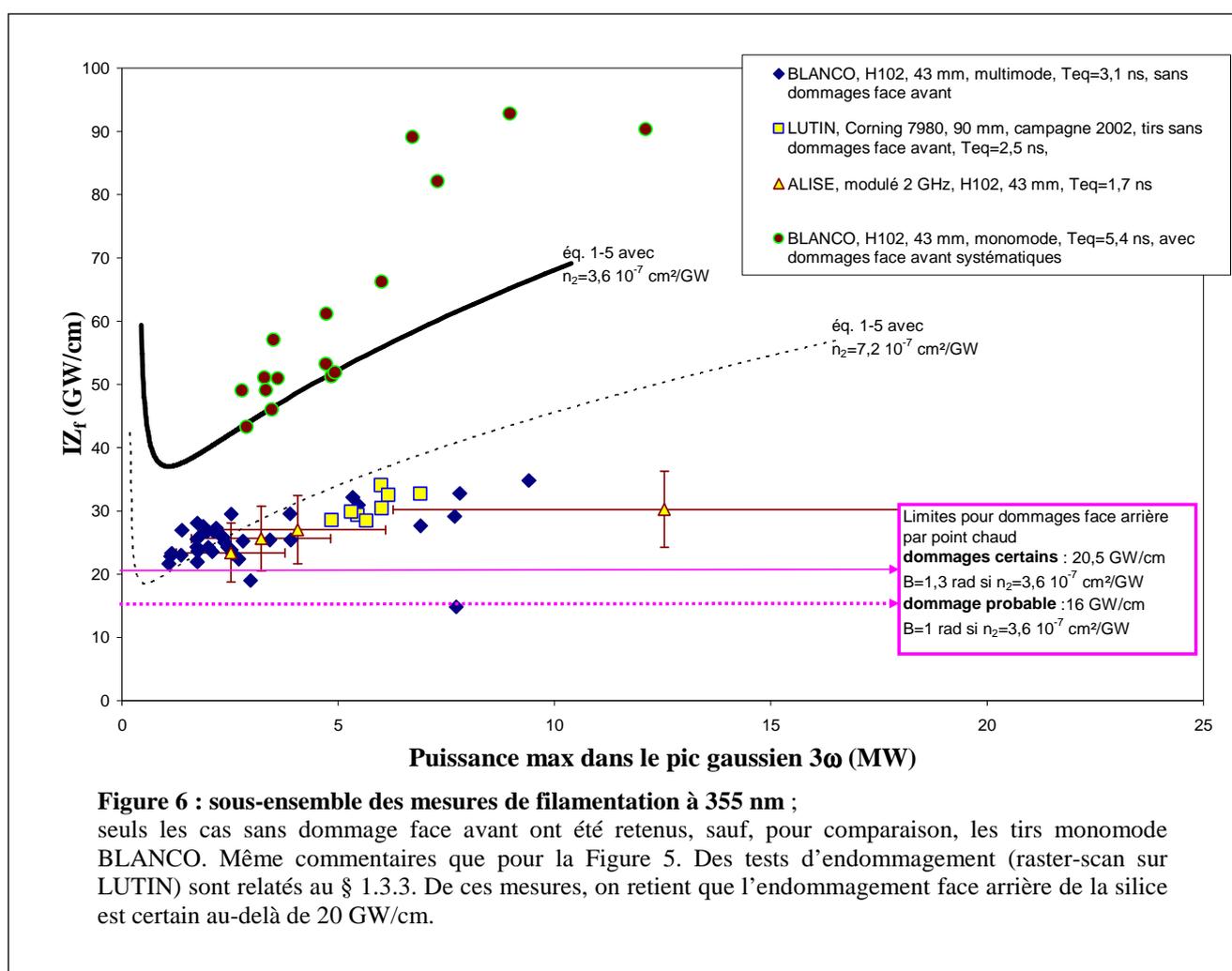
D'autres mesures ont été réalisées au CPMOH, à une durée d'impulsion de l'ordre 100 picosecondes : ces mesures ont été arrêtées faute de reproductibilité dans les produits  $IZ_f$  obtenus.

<sup>13</sup> Sajer J.-M., "Stimulated Brillouin Scattering and Front Surface Damage", *Laser-induced damage to optical materials 2003*, Proc. of SPIE 5273, p. 129 (2004)

Cette difficulté était liée aux moyens inadaptés de métrologie, en particulier pour la forme temporelle. Néanmoins, sous toutes réserves, nous avons retenu de ces essais en impulsions picoseconde que le comportement moyen observé semblait assez proche de la prédiction théorique obtenue avec l'indice  $n_2$  publié. Le cas 100 ps serait donc différent des mesures nanoseconde présentées ici.

Au départ, nous avons espéré obtenir de ces résultats une estimation "opérationnelle" de l'indice non linéaire effectif. Cette démarche avait été confortée par une erreur dans la formule 1-4, dans laquelle le paramètre  $n_0$  avait été omis. C'était le cas en particulier dans les publications de 2003-2004 [BDS-11, BDS-18, BDS-23]. Cet oubli faisait prédire des autofocalisations théoriques plus rapides et permettait d'obtenir une correspondance (erronée) entre expérience et théorie à quelques 20-30 % près.

Depuis la correction de la formule 1-4, nous avons également tenté d'utiliser  $n_2$  comme un paramètre pour ajuster la courbe théorique [BDS-26]. Ces essais donnent lieu à la courbe en pointillé dans la Figure 6. Cependant, les valeurs de  $IZ_f$  ne semblent pas non plus suivre cette courbe, et sont mieux décrites en première approximation par une fonction affine légèrement croissante entre 20 et 30 GW/cm dans la gamme de puissance testée.



Même pour les tirs multimode BLANCO, des dommages face avant, liés au SBS, sont apparus : ces tirs ne sont pas inclus dans la Figure 6. C'est seulement sur ALISÉ avec la modulation à 2 GHz que ces dommages ont disparu. Le retour SBS est responsable de la remontée des  $IZ_f$  mesurés pour les fortes puissances. En revanche, sur ALISÉ, et sur BLANCO multimode, le produit  $IZ_f$  moyen

croît lentement de 20 à 30 GW/cm pour une puissance  $3\omega$  variant de 1 à 10 MW: comme pour l'infrarouge, le minimum (20 GW/cm) est près de 2 fois plus faible que la valeur attendue.

Pour discuter physiquement de ces observations, il paraît maintenant plus judicieux de conserver les indices non linéaires tabulés (réf. 12), et de repérer les cas à l'aide de la valeur du B. Il est remarquable que la limite corresponde à la même valeur de B pour  $1\omega$  et  $3\omega$  : l'occurrence de filaments apparaît dès que B est supérieur à 1 radian, et devient certaine au-delà de 1,3 radian environ. Cette discussion continue au § 1.4. Auparavant, nous allons établir le lien entre l'autofocalisation et l'augmentation des dommages en face de sortie des composants. Pour cela, nous devons encore utiliser momentanément les indices  $n_2$  ajustés sur les mesures de filaments, 2 fois supérieurs aux indices tabulés.

### 1.3.3 Autofocalisation et dommages de face arrière à $1\omega$ et à $3\omega$

Pour la durée de vie des composants optiques, les filaments ne sont pas gênants par eux-mêmes. Ce sont bien les dommages de face arrière qu'il faut éviter, afin de ne pas démarrer une croissance exponentielle de la surface fracturée. Or, le mécanisme de filamentation par déplacement du point d'autofocalisation (voir réf. 5 et Figure 4) assure que la face arrière sera endommagée par des fortes intensités avant même que la puissance soit suffisante pour créer un filament. Les dommages de face arrière apparaissent donc pour des valeurs du produit Intensité×longueur inférieures à la limite de filamentation.

Pour une pièce suffisamment épaisse, le lien qualitatif entre l'endommagement face arrière et l'autofocalisation ne fait guère de doute. Cependant, en vue de la prévision de fonctionnement d'une chaîne laser, il est utile de préciser quantitativement la correspondance entre l'accroissement de l'intensité et l'augmentation de la probabilité de créer des dommages surfaciques. C'est pourquoi cette question a été traitée, aussi bien à  $1\omega$  qu'à  $3\omega$ .

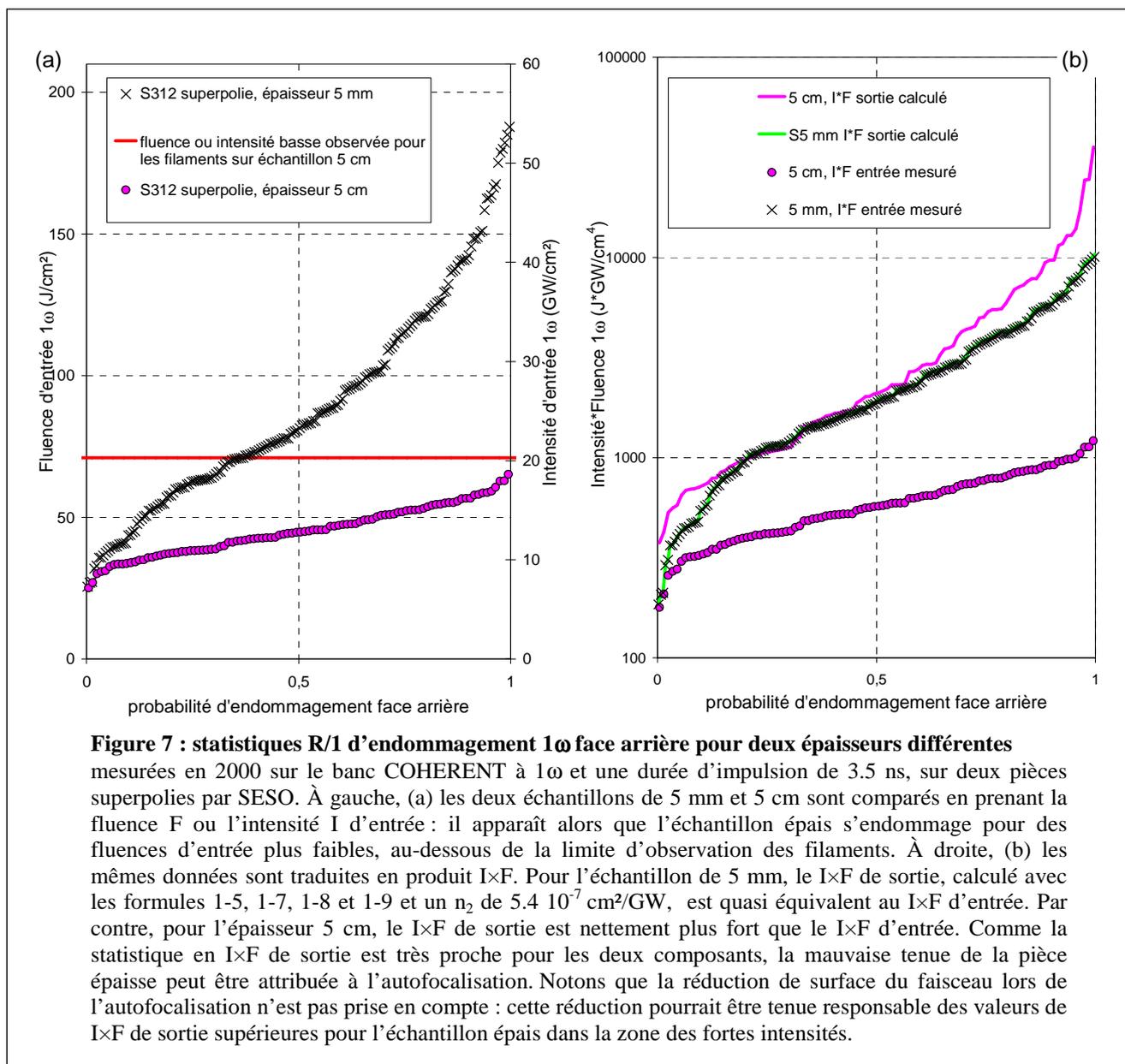
Pour établir cette correspondance, nous nous sommes appuyés sur les mesures de  $IZ_f$  en fonction de la puissance. Nous avons dû passer par l'ajustement à l'aide des équations 1-4 à 1-6, en faisant varier la valeur de  $n_2$ . Nous avons choisi les  $n_2$  donnant les courbes en pointillés sur les figures 5 et 6. Pour une puissance  $P(t)$  et une forme spatiale donnée, il était donc possible de calculer l'intensité  $I(z,t)$  et la fluence  $F(z,t)$ , à l'aide des équations 1-7 et 1-8, en utilisant la définition :

$$F(x, y) = \int_{-\infty}^{+\infty} I(x, y, t) dt \quad 1-9$$

Puis, nous avons comparé les dommages obtenus avec différentes épaisseurs de silice, en faisant l'hypothèse que les endommagements suivaient une loi de fluence en  $\tau^{1/2}$ . La validité et l'applicabilité de cette loi d'échelle seront discutées au §4. Cette loi est assez bien vérifiée par les résultats expérimentaux sur la silice entre 100 ps et 1 ns<sup>14</sup> ; elle est approximativement suivie dans la gamme nanoseconde. Il est raisonnable de l'utiliser dans le cas présent.

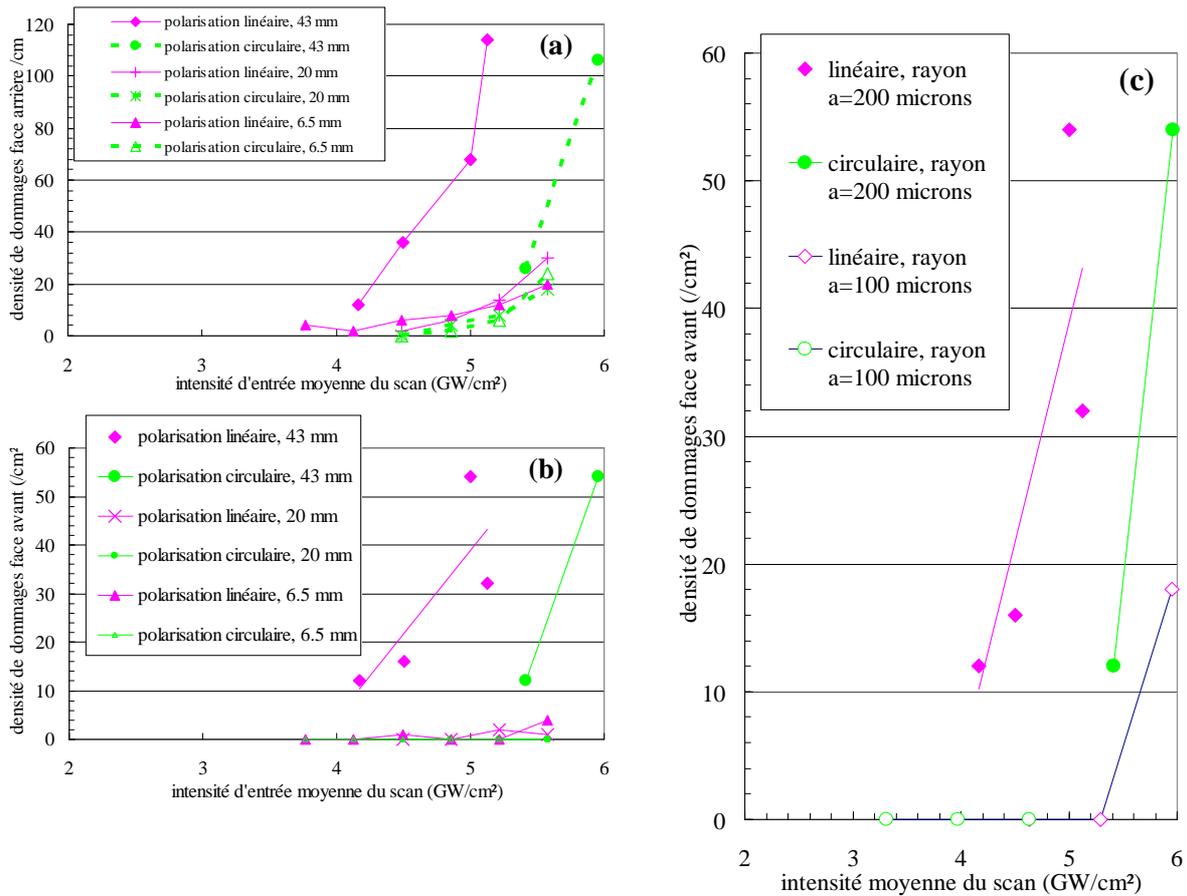
Lors de l'autofocalisation, l'intensité crête et la fluence crête ne varie pas suivant la même loi. Pour tenir compte d'une loi d'échelle en  $\tau^{1/2}$ , nous représentons les statistiques d'endommagement en terme de produit  $I \times F$ . En effet,  $I \times F$  variant comme  $F/\tau^{1/2}$ , ce produit doit rester constant lorsque la dite loi d'échelle est valide.

<sup>14</sup> Stuart B. C., M. D. Feit, S. Herman, A. M. Rubenchik, B. W. Shore, and M. D. Perry, "Nanosecond-to-femtosecond laser-induced breakdown in dielectrics", Phys. Rev. **B 53**, 1749 (1996)



Toutes les mesures ont été effectuées avec des impulsions monomodes, susceptibles de générer du retour SBS et des dommages face avant. Cela n'a pas été un inconvénient à  $1\omega$ , mais cela s'est révélé gênant à  $3\omega$ , le SBS étant beaucoup plus intense dans ce cas. La comparaison avec le modèle de Marburger est évidemment entachée d'erreur par la simple présence d'un retour SBS, étant donné que le modèle ne tient pas compte de cet ingrédient physique.

Les résultats  $1\omega$  sont sur la Figure 7 : à gauche, il est visible que l'épaisseur abaisse de façon importante les fluences d'endommagement. Après calcul des intensités et fluences de sortie, la statistique d'endommagement est exprimée en fonction du produit  $I \times F$  pour les deux épaisseurs de composants. Sur le graphe de droite, la probabilité d'endommagement exprimée en fonction du  $I \times F$  de sortie est très proche pour les deux épaisseurs. Nous concluons que l'autofocalisation explique l'aggravation des dommages : notons que cette adéquation entre le modèle et l'expérience est obtenue pour la valeur élevée de  $n_2$  qui apparaît déjà sur la figure 4.



**Figure 8 : étude paramétrique de la densité de dommages à  $3\omega$**

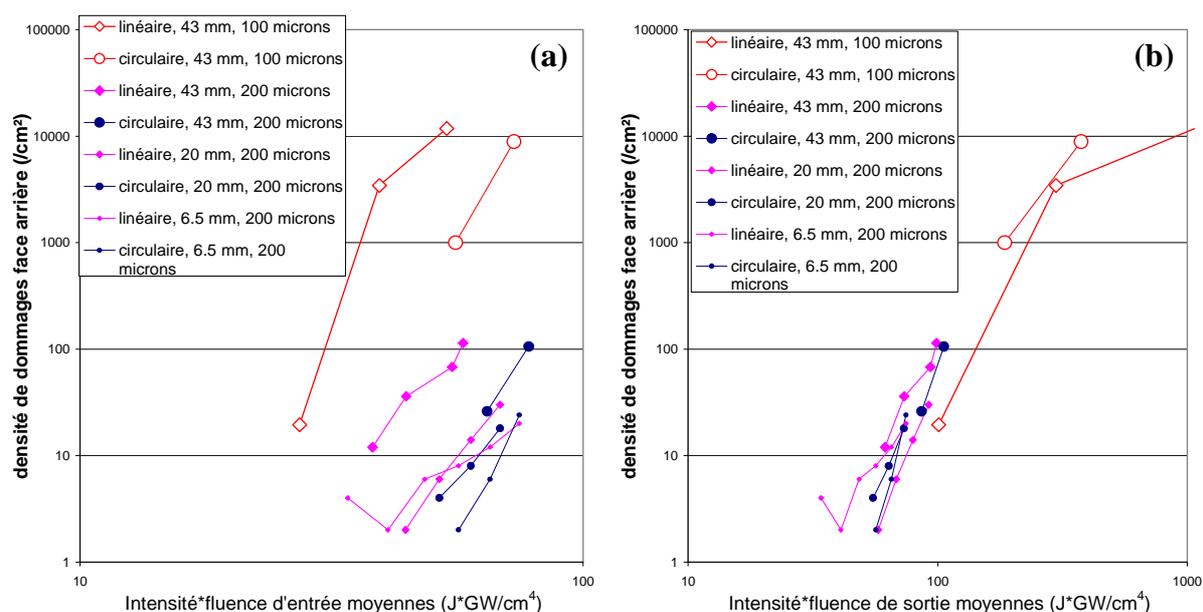
sur le banc LUTIN à  $3\omega$  et une durée d'impulsion de 2.5 ns, sur échantillons de silice S312 superpolis par SESO. Trois paramètres ont été étudiés : l'épaisseur (6.5, 20 et 43 mm) ; la largeur du faisceau (rayon a, à  $1/e$  du pic gaussien, de 100 ou 200  $\mu\text{m}$ ) ; la polarisation (linéaire ou circulaire). (a) dommages face arrière pour le faisceau de 200  $\mu\text{m}$  à  $1/e$  ; (b) dommages face avant pour le faisceau de 200  $\mu\text{m}$  à  $1/e$  ; (c) dommages face avant sur l'échantillon de 43 mm d'épaisseur, pour les deux largeurs de faisceau.

La polarisation circulaire décale systématiquement l'endommagement face arrière vers les fortes fluences. Seule l'épaisseur 43 mm produit une densité élevée de dommages face avant. Le plus petit faisceau (100  $\mu\text{m}$  à  $1/e$ ) donne très peu de dommages face avant. Notons que le mode raster-scan utilisé ici ne disposait pas encore de la mesure de F et I à chaque tir, qui sera exposée au §2.

L'étude d'endommagement face arrière à  $3\omega$  a porté sur plusieurs épaisseurs et sur plusieurs types de silice. Elle a également intégré des essais en polarisation circulaire, suite à des mesures de filamentation dans cette polarisation publiées dans [BDS-11]. Sur la Figure 8, nous reprenons tout d'abord les résultats des raster-scans, qui mettent en évidence l'impact de l'épaisseur des composants : l'épaisseur 4.3 cm produit beaucoup plus de dommages, face arrière et face avant.

Puis, sur la Figure 9, nous testons l'hypothèse que les dommages face arrière de l'échantillon épais sont dus à l'autofocalisation. Pour cela, de même qu'à  $1\omega$  nous calculons les intensités et fluences de sortie, nous exprimons les mesures en fonction du produit  $I \times F$ . L'indice  $n_2$  utilisé est de  $7.2 \cdot 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{GW}$  en polarisation linéaire et de  $4.8 \cdot 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{GW}$  en polarisation circulaire, conformément au rapport 2/3 maintes fois constaté entre les deux indices [BDS-11]. Expérimentalement, comme le montre la Figure 8 b et c, les retours SBS sont toujours présents.

Dans l'ensemble l'accord est moins bon qu'à  $1\omega$ . Il est possible que le désaccord soit imputable en partie au SBS. Mais le facteur le plus important réside dans les fluctuations du faisceau  $3\omega$  d'un tir sur l'autre. En effet, l'intensité et la fluence d'entrée fluctuent de façon très importante autour de la valeur nominale [de consigne] ; à l'époque, 2002-2004, le suivi de I et F tir à tir n'était pas disponible. Lorsque l'intensité prend une valeur plus élevée que la moyenne, l'effet sur l'autofocalisation peut être très fort. Un autre type d'ajustement modèle-expérience a été réalisé précédemment sur les mêmes mesures, en tenant compte des fluctuations [BDS-23]. Mais les calculs de la réf. [BDS-23] présentaient en revanche l'inconvénient de nécessiter le choix d'un seuil d'endommagement, fixé pour une valeur donnée de  $I \times F$ . Aujourd'hui, il semble plus judicieux de se contenter d'évaluer l'accroissement du  $I \times F$  moyen de sortie, comme sur la Figure 9 b.



**Figure 9 : densités de dommages face arrière sur épaisseur variable**

obtenues en raster-scan à  $3\omega$  sur des échantillons de silice S312 superpolis par SESO. (a) densité fonction de  $I \times F$  d'entrée : il s'agit des données de la figure 8(a) (faisceau 200  $\mu m$ ), auxquelles ont été ajoutés les tirs effectués avec le faisceau de 100  $\mu m$ , tirs qui ont donné des densités largement supérieures. (b) densité fonction de  $I \times F$  de sortie, calculé avec les eq. 1-7 à 1-9.

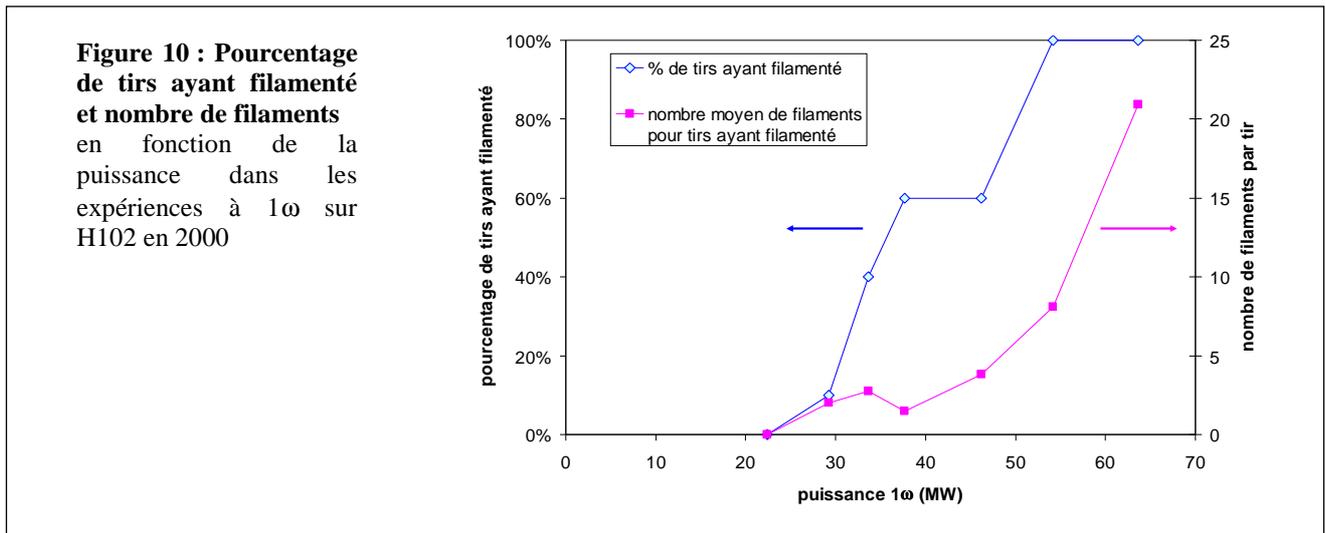
Pour la polarisation linéaire, un  $n_2$  de  $7.2 \cdot 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{GW}$  a été utilisé, donnant un produit  $I Z_f^{\min} = 18 \text{ GW/cm}$ . Pour la polarisation circulaire, un  $n_2$  de  $4.8 \cdot 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{GW}$  a été utilisé, donnant un produit  $I Z_f^{\min} = 27 \text{ GW/cm}$ . Pour chaque tirage aléatoire d'une fluence d'entrée, le produit  $I \times F$  de sortie est calculé. Sur (b), pour une taille de faisceau donné, l'accord est assez bon : toutes les courbes s'alignent à peu près suivant une loi de puissance. Cependant, l'accord est bien moins bon et plus difficile à commenter que dans le cas à  $1\omega$ , sans doute principalement à cause des difficultés expérimentales propres au  $3\omega$  [retour SBS presque toujours présent, fluctuations du faisceau].

## 1.4 Interprétation physique des mesures d'autofocalisation

Lorsque le SBS est présent, il semble que l'autofocalisation prédite en prenant un indice non linéaire doublé soit plus forte que l'effet constaté expérimentalement. Lorsque le SBS est si fort que des dommages face avant s'ensuivent, l'autofocalisation semble conforme au calcul de Marburger avec l'indice tabulé, voire même plus faible : c'est le cas pour les tirs BLANCO monomode à  $1\omega$  ou  $3\omega$ . Mais lorsque que le SBS est absent, comme à  $1\omega$  ou à  $3\omega$  sur BLANCO multimode, la prédiction avec le  $n_2$  doublé donne un produit  $I Z_f$  cohérent avec les mesures pour les faibles puissances, mais

supérieur aux observations pour les puissances élevées. Le produit  $IZ_f$  croît plus lentement que l'éq. 1-5 dans la gamme de puissance testée.

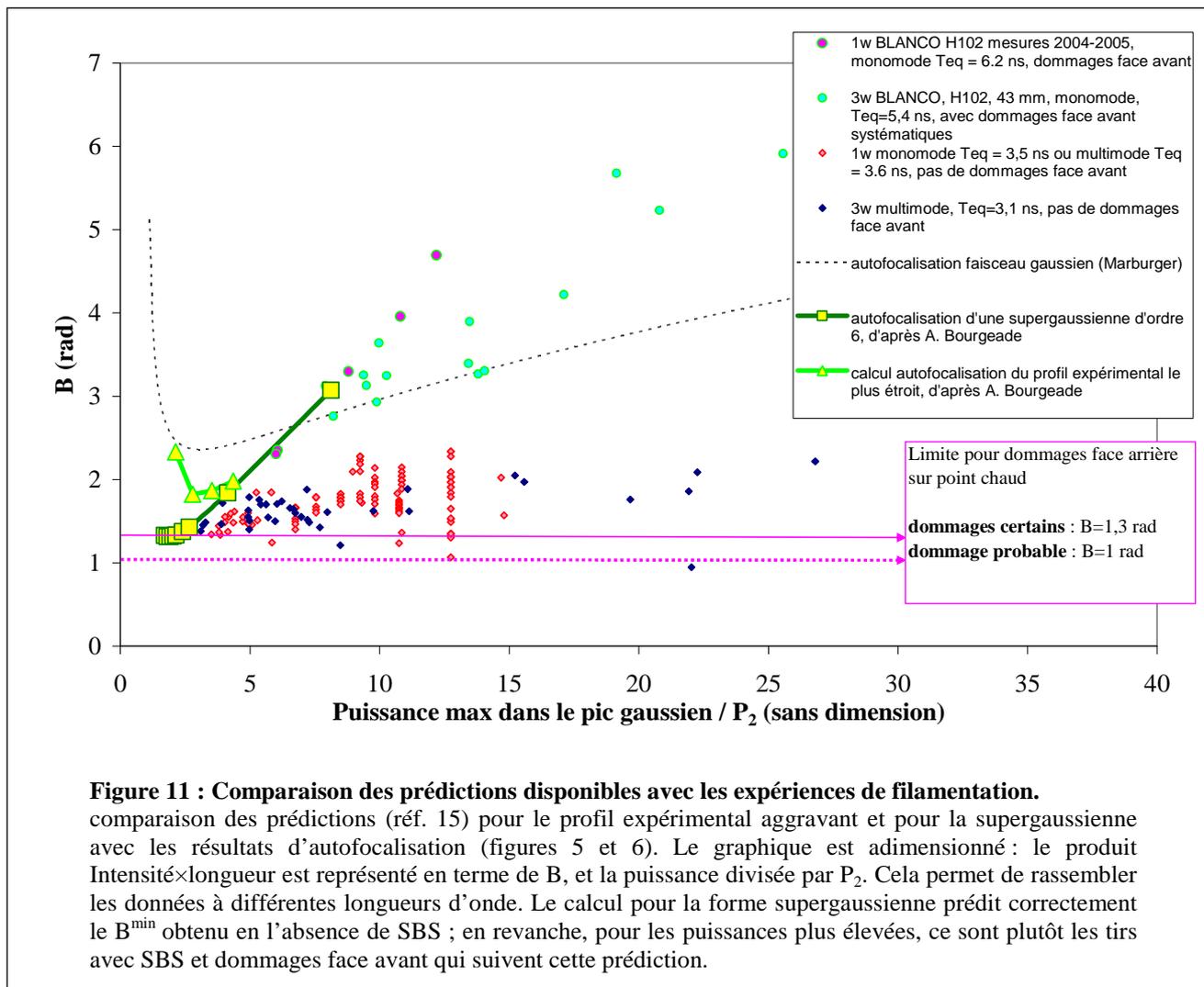
La quasi constance de  $IZ_f$  s'accompagne d'ailleurs d'une multi filamentation, observée à  $1\omega$  (cf. Figure 10). Aucune étude similaire n'a été faite à  $3\omega$  essentiellement à cause de la difficulté d'observer les filaments, qui sont plus de 10 fois plus petits en section qu'à  $1\omega$ , la puissance  $P_2$  étant plus de 10 fois plus faible. À  $1\omega$ , sur H102 testée au LETI, le nombre de filaments observés en moyenne passe d'environ un ou deux par tir pour une puissance de 25 MW, à une vingtaine par tir aux puissances les plus élevées, de l'ordre de 55 MW.



Antoine Bourgeade a récemment émis l'hypothèse <sup>15</sup> que l'autofocalisation plus rapide pourrait être liée à une forme expérimentale différente d'une gaussienne (cf. Figure 11). En utilisant le même modèle que Marburger, Antoine Bourgeade a pu montrer que les formes spatiales mesurées produisaient des  $IZ_f$  inférieurs à ceux d'une gaussienne, mais également qu'une forme supergaussienne diverge pour un produit  $IZ_f^{\min}$  encore plus faible. Cependant, le calcul montre que ce minimum réduit de la supergaussienne est associé à une pente plus forte,  $IZ_f$  passant au-dessus de la courbe de la gaussienne pour une puissance environ deux fois supérieure à celle du minimum. Ce comportement est mis en évidence Figure 11, où il est représenté avec des grandeurs adimensionnées. Dans l'hypothèse de Bourgeade, l'indice non linéaire est supposé connu : les écarts avec les calculs sont expliqués par une méconnaissance de la forme spatiale. Il est également possible que la phase expérimentale initiale ne soit pas constante dans le plan  $z=0$ . Nous prenons donc pour cette discussion, et pour la suite du document, des indices égaux à ceux du tableau 1 pour la silice.

Sur la Figure 11, les résultats théoriques de Bourgeade sont comparés avec les mesures déjà discutées. Le  $B^{\min}$  semble correctement prédit, de l'ordre de 1.3 radian ; en revanche, les mesures d'autofocalisation à forte puissance sans SBS ne correspondent pas à la prédiction. Ces tirs, qui donnent de la multi filamentation (cf. Figure 10), produisent des  $B$  de filamentation de l'ordre du  $B^{\min}=1.3$  radian, en légère croissance en fonction de la puissance. À forte puissance, les essais monomode avec dommages face avant donnent des  $B$  d'autofocalisation situés entre le cas de la gaussienne et celui de la supergaussienne, suggérant que l'interaction acoustique modifie la forme du faisceau. Un test expérimental intéressant serait l'observation du nombre de filaments, dans le cas des tirs monomodes : si un seul filament est observé, cela pourrait expliquer la différence importante avec les tirs multimodes.

<sup>15</sup> Antoine Bourgeade, "Étude numérique de l'autofocalisation des ondes laser", CEA/CESTA/DLP/SCAL/LSL DO 134 (2008)



L'importance de la multi filamentation à forte puissance est rappelée par Luc Bergé<sup>16</sup>. Dans la réf. 16, deux autres hypothèses possibles sont discutées en vue d'expliquer les mesures. D'une part, des calculs montrent l'effet d'une modulation d'amplitude, qui revient essentiellement à augmenter l'intensité d'entrée. Conformément à la conclusion de la réf. 16, cette première hypothèse ne peut pas être retenue : les mesures donnant un B d'autofocalisation de 1.3 radian (figure 4, 5 et 7) concernent aussi bien des faisceaux multimodes (modulés temporellement) que monomode (non modulés), dont le profil temporel est connu avec une résolution de l'ordre de 100 ps en temps, et 15% en intensité. Par ailleurs, la méconnaissance de l'indice non linéaire, en particulier à  $3\omega$ , est évoquée dans la réf. 16, puis finalement rejetée. Nous pouvons également conclure de la Figure 11 que l'incertitude sur  $n_2$  n'explique pas les résultats : en effet, les mesures semblent un comportement général, indépendant de la longueur d'onde.

L'occurrence des retours SBS et les dommages face avant montrent l'intensité du couplage du faisceau laser avec les ondes acoustiques. C'est probablement dans ce couplage que réside la physique qui manque pour l'instant dans les simulations. C'est en intégrant ce couplage dans les calculs d'autofocalisation que nous pensons réduire l'écart entre modèle et expérience. Une thèse sur le sujet,

<sup>16</sup> Luc Bergé, "Filamentation d'impulsions laser nanosecondes dans les verres : comparaisons entre expériences et simulations numériques 3D", CEA/DIF/DPTA DO 352 du 4/12/2008.

proposée initialement à DLP/SCAL, a finalement pu démarrer récemment à DIF/DPTA (thèse de M<sup>elle</sup> Sarah Mauger).

Pour faire progresser l'interprétation physique, l'interaction avec les ondes acoustiques, l'effet de forme et l'autofocalisation multiple sont les trois ingrédients qui doivent être explorés. Mais, comme les expériences ont porté à la fois sur le  $1\omega$  et le  $3\omega$ , et comme les explications avancées ne sont pas propres au matériau testé, il est légitime d'extrapoler ces nouvelles valeurs aussi bien à l'amplification qu'à la fin de chaîne.

## 1.5 Conception des chaînes laser de puissance

La Figure 11 indique la phase non linéaire  $\Delta B$  tolérable si l'on veut éviter la création de dommages en face arrière des composants. Les points chauds éventuels ne doivent pas subir un  $\Delta B$  supérieur à 1 radian pour éviter tout dommage. Au-delà de 1.3 radian, les dommages sont certains.

Au premier abord, cette phase non linéaire ne concerne que les points chauds, et l'on pourrait espérer qu'un faisceau propre et homogène ne soit pas touché par cette considération. Mais, cet espoir est vain, car plusieurs réalités des chaînes laser contribuent à créer des surintensités.

- Les imperfections des composants créent des modulations qui sont amplifiées <sup>2</sup>
- Les poussières et autres contaminants moléculaires viennent à obturer le faisceau.
- Les modulations propres du faisceau créeraient des points chauds isolés même si les composants étaient parfaits et la propreté absolue.

Défauts des composants, particules et imperfections du faisceau peuvent être diminués mais pas supprimés. La question devient donc la suivante : comment le  $\Delta B$  vu par les points chauds est-il relié au  $\Delta B$  subi par le faisceau, et calculé à partir de l'intensité moyenne. La réponse à cette question dépend des conditions opérationnelles considérées, et varie donc suivant l'installation et la configuration utilisée. Cependant, un raisonnement simple, illustré sur la Figure 12, conduit à l'hypothèse que le  $\Delta B$  minimum à considérer pour les points chauds est identique à la phase non linéaire accumulée par le faisceau, au moins pour un faisceau faiblement modulé.



**Figure 12 : hypothèse d'égalité de l'intensité des points chauds et de l'intensité moyenne.**

(a) cas d'une surintensité de même amplitude que l'intensité moyenne, correspondant à un taux de modulation  $I_{max}/I_{moy}$  entre 1.5 et 2 (b) cas d'une obturation : l'effet de lentille non linéaire est généré par les bords du trou.

Ce nouveau critère d'endommagement,  $\Delta B = 1$  ou 1.3 radian, reste une proposition. Pour l'instant, les observations faites sur la LIL ne le mettent pas en défaut, mais la démarche expérimentale n'est pas terminée. Notons qu'une étude de Livermore sur l'installation OSL <sup>17</sup> a abouti à un  $I_{Zf}$  critique de 25 GW/cm à  $3\omega$  ( $\lambda=351$  nm), soit  $B=1.5$  radian. L'expérience consistait à faire propager un faisceau dans un bloc de silice de 20 cm d'épaisseur, après avoir créé une modulation par obturation (par un fil),

<sup>17</sup> D. Milam, J. T. Hunt, K. R. Manes & W. H. Williams, "Modeling of filamentation damage induced in silica by 351 nm laser pulses", Laser-Induced Damage in Optical Materials: 1996, Proceedings of SPIE Vol. 2966 (1997) pp. 425-428

c'est-à-dire dans des conditions semblables à l'hypothèse de la Figure 12b. Cette valeur ayant été obtenue à partir de quelques tirs seulement, à une durée d'impulsion de 1 ns, elle est tout à fait compatible avec les 1.3 radian que nous trouvons.

Mais quelle que soit la limite qui sortira finalement de ces études, il semble qu'il faille réviser la prise en compte de l'effet Kerr dans la conception des chaînes laser nanoseconde. Pour l'instant, seule la qualité moyenne du faisceau était prise en considération. De nouveaux critères doivent être fixés pour éviter la génération par auto focalisation de dommages susceptibles de croissance exponentielle.

## **1.6 Conclusion de la première partie**

Lorsque des surintensités millimétriques se présentent en entrée d'un composant épais, sa tenue au flux est limitée par l'apparition du phénomène d'autofocalisation. Dans la gamme de durées d'impulsions nanoseconde, une limite se dégage des expériences menées sur la silice, à  $1\omega$  et à  $3\omega$ . Cette limite peut s'exprimer dans une grandeur commune aux physiciens du laser, notée B : la phase non linéaire cumulée sur la traversée de l'optique. Pour les durées d'impulsion équivalentes testées, entre 2 et 4 ns environ, l'occurrence de dommages de surface par autofocalisation s'est produit pour  $B > 1$  radian. La filamentation a été observée pour  $B > 1.3$  radian. À  $3\omega$ , la limite de filamentation équivaut à un produit Intensité-longueur de 20 GW/cm. Les dommages de surface apparaissent dès 15-16 GW/cm.

Sur la figure 1, publiée en 2003, la limite de filamentation était fixée à 25 GW/cm, soit un B de 1.5 radian. L'analyse présente conduit à abaisser cette limite à 20 GW/cm, et à fixer une limite semblable à  $1\omega$  de 80 GW/cm. Un travail de thèse a été lancé pour obtenir une modélisation physique quantitative de ces phénomènes d'autofocalisation en régime nanoseconde.



## 2 Métrologie de l'endommagement lié aux défauts

### 2.1 Limitations des mesures standard de tenue au flux

Considérons maintenant un faisceau d'intensité et de fluence connues, qui agit localement sur un composant, plus précisément dans le cas présent sur la surface du matériau. Longtemps, l'effet destructeur de l'éclairement laser a été caractérisé par la recherche d'un seuil d'occurrence de l'endommagement<sup>18</sup>. Ces tests, dénommés 1/1 pour un tir pour un site, ou S/1, pour plusieurs tirs sur le même (Same) site, se sont révélés inadéquats pour deux raisons.

D'une part, ce genre de test n'est potentiellement une mesure que dans le cas où l'endommagement est déclenché par des propriétés intrinsèques du matériau. Dans notre cas, ce sont des défauts de fabrication qui contrôlent l'apparition des dommages. D'autre part, le phénomène de croissance (cf. §5.1) rend nécessaire la recherche des événements aux fluences les plus basses. Un faible nombre de dommages suffisent à diminuer sensiblement la durée de vie des composants.

Les tests standard consistent en la recherche du plus faible niveau d'éclairement suscitant une évolution irréversible ; dans cette recherche, les différents sites sont supposés équivalents. La vision théorique due à Bloembergen<sup>19</sup>, qui a prévalu durant de nombreuses années, est en cohérence avec ce genre de test. Dans cette théorie de l'"avalanche électronique", quelques électrons dits "chanceux", en concentration infime dans le matériau (mille fois moins que la concentration d'impuretés avérées), s'ionisent et démarrent une explosion de la population d'électrons libres par le phénomène d'ionisation par impact. Le champ électrique nécessaire pour l'ionisation est uniquement déterminé par les propriétés électroniques du matériau.

Dans la gamme femtoseconde, cette théorie est aujourd'hui fortement amendée, voire réfutée<sup>20</sup>. Pour ce qui est de la gamme nanoseconde, et avec les intensités que nous devons propager, ce genre de phénomène est exclu : il nécessiterait de l'ordre de 100 GW/cm<sup>2</sup> au moins pour avoir lieu. D'autres explications physiques (absorption non linéaire...) ont également besoin d'intensités très élevées et sont donc exclues. Il faut donc supposer que localement le matériau est différent de sa moyenne. Nous verrons au §4 quel type de défaut peut amorcer l'absorption de l'énergie laser et la dégradation du matériau. Pour la silice, des défauts ponctuels isolés sont insuffisants car ils n'ont pas la capacité d'élever la température de manière appréciable. Il convient de considérer des défauts de taille très largement supérieure à la taille atomique, probablement de l'ordre du micromètre ( $\mu\text{m}$ ). Dès lors, il n'est pas surprenant a priori de constater des différences importantes entre deux sites d'irradiation laser dont la dimension latérale est de quelques centaines de  $\mu\text{m}$ .

Dans le même temps où nous travaillions sur cette métrologie destructive, nous cherchions également à détecter les causes d'endommagement de façon non destructive. Il était naturel de chercher à cartographier l'absorption des composants. En général, nous n'avons pu corréler l'absorption locale avec l'occurrence de dommage que lorsque la présence de défaut était manifeste. C'était en particulier le cas lorsque des nanoparticules d'or, incluses dans des couches minces, ont été observées en microscopie photothermique [IV]<sup>21</sup>. Pour l'endommagement des surfaces de silice polies, cette piste n'a pas donné de résultats satisfaisants.

<sup>18</sup> ISO Standard No. 11254-1:2000; ISO Standard No. 11254-2:2001

<sup>19</sup> N. Bloembergen, "Laser-induced electric breakdown in solids", *IEEE J. Quantum Electron.* 10, 375 (1974).

<sup>20</sup> Quéré, F., Guizard, S., Martin, P., "Time-resolved study of laser-induced breakdown in dielectrics", *Europhysics Lett.*, **56** 138-144 (2001)

<sup>21</sup> Bonneau, F., Combis, P., Rullier, JL, Commandré, M, Duing, A, Natoli, JY, Pellin, MJ, Savina, MR, Cottancin, E, Pellarin, M., "Observation by photothermal microscopy of increased silica absorption in laser damage induced by gold nanoparticles" *App. Phys. Lett.*, **83** 3855-3857 (2003)

Nous sommes donc réduits à compter des défauts dont la densité, la nature et l'interaction avec le laser sont inconnues. Qui plus est, la détection les détruit. Dans l'attente d'une théorie physique satisfaisante permettant d'identifier les défauts d'amorçage, c'est donc d'une détermination de densité de dommages qu'il s'agit. Après l'avoir décrite, nous nous demanderons s'il s'agit bien d'une mesure.

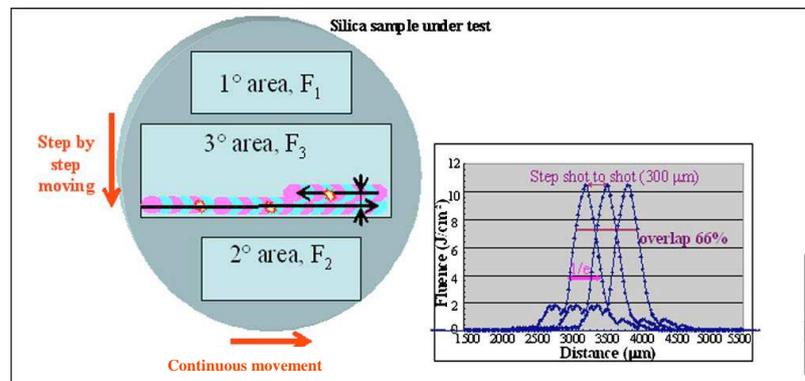
## 2.2 Procédure pour mesurer des densités de dommage

Remarquons tout d'abord que plusieurs équipes ont cherché à exprimer la caractérisation d'endommagement laser en termes de densité de dommages. En particulier, Natoli *et al.*<sup>22</sup> ont montré qu'une valeur de densité de défauts précurseurs pouvait être extraite d'une courbe de probabilité d'endommagement. Ce dépouillement reposait sur l'hypothèse d'une catégorie unique de défauts, ayant une fluence d'endommagement bien définie. Ultérieurement, le modèle a évolué pour prendre en compte plusieurs types de défauts avec une distribution de seuils de dommages.

Souhaitant traiter le cas général où la distribution de défauts est inconnue, et obtenir des résultats utiles pour nos composants de grande taille (0.4x0.4 m<sup>2</sup> d'ouverture), nous devons développer un test nouveau et l'appliquer sur des surfaces beaucoup plus grandes que les caractérisations standard. Il y a au moins deux façons de réaliser ce test sur des surfaces importantes, disons de quelques cm<sup>2</sup> à quelques dizaines de cm<sup>2</sup>. Soit l'on dispose d'un faisceau couvrant la zone en 1 tir, soit l'on recouvre la zone avec de nombreux tirs. Dans les deux cas, il faut disposer d'une mesure fiable de la densité de puissance et d'énergie du faisceau, pour chaque tir. Le premier cas est plus confortable, mais il suppose d'utiliser un laser de puissance fournissant de l'ordre d'une centaine de Joule par tir, afin de couvrir plusieurs cm<sup>2</sup> dans la gamme de fluence recherchée, comme l'installation ALISÉ du CEA/CESTA. C'est cependant le deuxième cas qui présente le plus d'intérêt pratique, et scientifique, car de nombreux laboratoires dans le monde disposent de bancs de tests en petits faisceaux, de dimension millimétrique ou inférieure.

**Figure 13 : Test rasterscan**

L'échantillon bouge devant le faisceau qui tire des impulsions répétées (fréquence de l'ordre de 10 Hz). La fluence pic de consigne des tirs,  $F_i$ , est fixe sur chaque zone  $i$ .  
Extrait de [VIII]



Un test, consistant à balayer la surface avec des impulsions de 100 mJ d'énergie environ, a été développé [VIII] (Figure 13). Par référence aux premières publications du laboratoire de Livermore<sup>23</sup>,

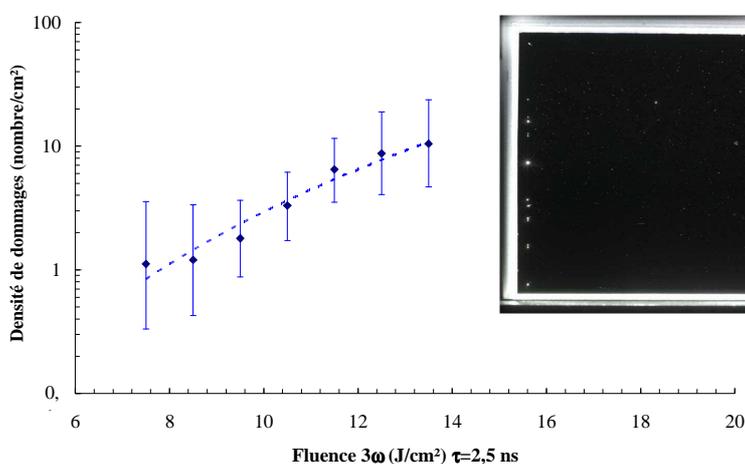
<sup>22</sup> J.-Y. Natoli, L. Gallais, H. Akhouayri, and C. Amra, "Laser-induced damage of materials in bulk, thin-film, and liquid forms" *Appl. Opt.* **41**, 3156-3166 (2002)

<sup>23</sup> S. Schwartz, M. D. Feit, M. R. Kozlowski, and R. P. Mouser: "Current 3 $\omega$  Large Optic Test Procedures and Data Analysis for the Quality Assurance of National Ignition Facility Optics", *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 1998, Proc. of SPIE* Vol. **3578**, (1999)

le test a été dénommé "Raster-scan", un nom qui évoque le balayage des trames vidéo. La détection des dommages est une des tâches critiques de la procédure. Que cette observation soit faite pendant le balayage ou après, par un opérateur ou par une technique automatisée, et quel que soit le mode de détection (optique en général, mais cela peut être acoustique), le seuil de détection est un paramètre crucial, dont on ne peut quantifier l'effet en l'absence de modèle physique. Pour la silice, il est apparu que la plupart des dommages posant problème (susceptibles de croître) faisaient plus de  $10\ \mu\text{m}$  de diamètre : ce chiffre est donc considéré comme un seuil acceptable pour la détection.

Un autre problème de résolution est celui du positionnement des dommages par rapport à la répartition d'énergie du faisceau. Il faut au minimum attribuer un dommage à un tir donné. En effet, la fluence pic du tir est fluctuante, malgré une consigne fixe. Lorsque la localisation est effectuée après le balayage, elle revient à localiser des cratères de quelques  $10\ \mu\text{m}$  à environ  $100\ \mu\text{m}$  près sur un échantillon mesurant de l'ordre de  $10\ \text{cm}$  : c'est déjà une performance, compte tenu des conditions du test. Il est difficile de faire mieux lorsque des milliers de tirs sont effectués pour un test : une localisation bien meilleure est en revanche possible lorsqu'il n'y a qu'un seul tir (cf. §4 études des indentations).

Pour une zone illuminée à une fluence de consigne fixée, la donnée brute du test fournit une carte des dommages, avec les fluences pics ( $F_{\text{pic}}$ ) les ayant créés, dont on peut extraire une densité de dommages, qui reste fonction de  $F_{\text{pic}}$ . A ce stade, on ne connaît pas encore la donnée recherchée, la densité de dommages fonction de la fluence locale, à cause des forts gradients spatiaux de la répartition de l'énergie laser. La référence [VIII] décrit la procédure de calcul qui permet de s'affranchir de la forme spatiale hétérogène. Pour cela, il faut faire l'hypothèse que, pour chaque fluence d'endommagement, nous avons affaire à une distribution de défauts indépendants répartis suivant une statistique de Poisson. Le fait que la tache laser ait une forme gaussienne simplifie grandement les calculs.



**Figure 14 : résultats d'un raster-scan**

Test d'un échantillon  $150 \times 150\ \text{mm}^2$  - résultat du test après dépouillement : densité( $F_{\text{locale}}$ ). La ligne pointillée est l'ajustement par une loi de puissance qui sert à passer de la fluence pic à la fluence locale. Plusieurs zones ont été testées, à des fluences de consigne différentes. Un repérage spatial précis est nécessaire pour l'attribution d'une fluence à chaque dommage. Ce repérage s'appuie sur les tirs laser de marquage réalisés aux 4 coins de chaque zone : il s'agit là d'endommagement laser volontaire, à forte fluence ( $>30\ \text{J}/\text{cm}^2$ ) donnant lieu à des sites bien visibles ( $\sim 100\ \mu\text{m}$ ).

Voir texte et réf. [VIII] pour l'explication des barres d'erreur, tracées à  $2\sigma$ .

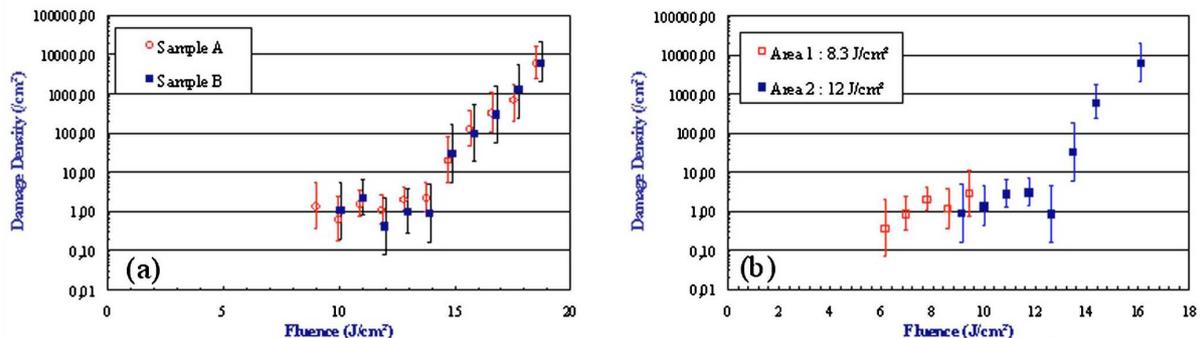
Ce dépouillement, qui fait référence à une distribution statistique sous-jacente, est cohérent avec le calcul des incertitudes également réalisé dans la réf. [VIII]. Pour chaque fluence locale, la densité de dommages mesurée est supposée constituer un tirage aléatoire et indépendant d'une répartition suivant une loi de Poisson. Nous traçons en général la barre d'erreur à  $2\sigma$ , qui permet d'estimer les variations du résultat possible lorsque le nombre de tests ou la surface testée augmente d'un facteur 100 environ. C'est le facteur nécessaire pour passer d'un test sur une surface de  $10\text{ cm}^2$  à un composant réel LIL/LMJ (plus de  $1000\text{ cm}^2$  de surface éclairée).

L'ensemble de la procédure permet donc de tracer la densité de dommages d'un échantillon (cf. Figure 14). Mais l'échantillon est détruit. A quoi sert donc cette mesure, si l'échantillon mesuré n'existe plus ?

Le calcul des barres d'erreur permet justement de qualifier non pas l'échantillon testé seul, mais tout échantillon qui aurait été fabriqué suivant les mêmes processus physiques, en particulier les composants qui ne seraient pas testés mais utilisés sur chaîne. La caractérisation porte donc sur le procédé de fabrication. Mais est-ce vraiment une mesure répétable (sur le même instrument) et reproductible (c'est-à-dire indépendante de l'instrument et de l'opérateur) ? Et donc, pouvons-nous l'extrapoler aux composants échelle 1 ?

### 2.3 Répétabilité et reproductibilité

Avant d'aborder l'indépendance de l'instrument, autrement dit la reproductibilité, la répétabilité est une des qualités attendues de cette mesure potentielle. La Figure 15 illustre cette propriété.



**Figure 15: Répétabilité du test raster-scan.**

deux échantillons différents du même lot de fabrication (à gauche),

le même échantillon balayé à deux fluences de consigne différentes (à droite). Extrait de [VIII]

Les hypothèses statistiques retenues et le dépouillement qui en découle nous amène donc à une mesure répétable : dans le cas des Figure 14 et Figure 15, datant de 2006, la mesure a été obtenue sur le même banc laser. Depuis, de nombreuses mesures ont été effectuées<sup>24</sup>, sur 6 installations différentes du CEA ou de partenaires universitaires, dans le cadre du GT métrologie (cf. notice biographique). La répétabilité est confirmée. Ces nombreux essais, réalisés avec des paramètres laser variés, sollicitent la modélisation physique. En retour, la modélisation physique est indispensable pour décréter la qualité de reproductibilité. En particulier, nous avons besoin de mieux connaître la loi d'échelle temporelle qui permet de tracer les lignes, en bleu sur la figure 1, d'iso-densité de dommages liées aux défauts. Nous en reparlerons au §4.

<sup>24</sup> Lamaignère L., Balas M., Courchinoux R., Donval T., Poncetta J.-C., Reyné S., Bertussi B., & Bercegol H. « Parametric study of laser-induced surface damage density measurements: towards reproducibility », *soumis à publication*

### 3 Mécanique des contacts sur la silice

La silice vitreuse est un matériau fragile, comme les verres silicatés et les verres minéraux en général : les sollicitations mécaniques provoquent sa fissuration pour des allongements moyens assez faibles<sup>25,26,27</sup>, de l'ordre d'un pour mille pour un échantillon de qualité de surface moyenne. Mais c'est également un matériau dur, qui résiste à l'enfoncement, puis qui réagit de façon plastique sous l'effet d'une pointe faite d'un matériau plus dur<sup>28</sup>. Lorsque la silice est détruite localement par absorption de l'énergie laser, les deux types de phénomènes peuvent être mis en jeu. Pour mieux connaître notre matériau, nous allons donc explorer et tenter de synthétiser la bibliographie sur son comportement élasto-plastique. Concernant la fracturation, nous explorerons essentiellement les expériences d'indentation et les études d'impact de billes. Le phénomène de compression plastique et de densification sera abordé dans le cadre des indentations, mais également dans celui des chocs. Lorsque la taille de la zone de contact varie, nous mettrons en évidence une transition ductile/fragile, qui nous permettra une analogie avec l'endommagement laser.

#### Glossaire et liste des grandeurs des chapitres 3 et 4 :

$\nu$  coefficient de Poisson

$E$  module d'Young

#### Indentation

$P$  force appliquée sur l'indenteur ( $P$  [majuscule] pour poids, pour éviter la confusion avec la fluence  $F$  et la pression  $p$ ). Compte tenu des habitudes de chacun de domaines, propagation non linéaire et mécanique des contacts, l'homonymie avec la puissance lumineuse du §1 n'a pu être évitée.

$\epsilon$  énergie mécanique totale déposée par indentation ou impact

$R$  rayon de l'indenteur

$A$  « constante » d'Auerbach, dimensionnellement une énergie par unité de surface

$a$  rayon de contact de l'indenteur sphérique et de l'échantillon

$\psi$  densité d'énergie mécanique déposée sur un contact ( $\psi = \epsilon / \pi a^2$ )

$p_m$  pression de contact lors de l'indentation : poids/aire de contact.

$E^*$  module réduit utilisé dans le cas d'une indentation : cf. équation 3-5

$H_s$  dureté mesurée avec pointe sphérique

$a_d$  rayon de contact minimum d'un contact totalement plastique (densifié). Dépend de  $R$ .

$a_h$  rayon de contact minimum d'un contact avec fracture hertzienne. Indépendant de  $R$

$P_h$  poids minimum pour produire une fracture hertzienne. Indépendant de  $R$

$\epsilon_m$  énergie mécanique minimale pour créer une fissure hertzienne – pour  $R = R_c$

$R_c$  Rayon de sphère pour lequel  $\epsilon \approx \epsilon_m$

#### Mécanique

$p$  pression isostatique ( $p$  [minuscule]), soit l'opposé du tiers de la trace du tenseur des contraintes (pression positive en cas de contrainte de compression) : cf. équation 3-20

$\sigma_i = \sigma_{ii}$  terme diagonal du tenseur des contraintes, positif dans le cas d'une contrainte de traction.

<sup>25</sup> Lawn, B. R., *Fracture of Brittle Solids – 2<sup>nd</sup> edition*, Cambridge University Press, Cambridge, U.K., (1993)

<sup>26</sup> Menčík, J., *Glass Science and Technology Vol. 12 : Strength and Fracture of Glass and Ceramics*, Elsevier, Amsterdam, (1992)

<sup>27</sup> Maugis, D., *Contact, Adhesion and Rupture of Elastic Solids*, Springer, Berlin (2000)

<sup>28</sup> Taylor, E. W., "Plastic Deformation of Optical Glass" *Nature* **163**, 323-323 (1949)

$\tau_{ij}=\sigma_{ij}$	terme non diagonal du tenseur des contraintes, contrainte de cisaillement ( $i \neq j$ )
q	contrainte équivalente, proportionnelle à la norme du deuxième invariant du tenseur des contraintes, positive par définition : cf. équation 3-20

### Fissuration

L	longueur caractéristique d'une fissure
h	écartement maximal des deux faces d'une fissure – largeur d'une fissure pour le modèle 1D d'amorçage
$L_c^*$	longueur critique de la fissure subissant le plus fort $K_I$ pour une indentation hertzienne
$r^*$	position radiale pour laquelle peut être obtenue le plus fort $K_I$ pour une indentation hertzienne
$K_i$	facteur d'intensité des contraintes pour le mode $i=I$ (traction perpendiculaire au plan de la fissure, " tension pure "), = II ou III (cisaillement parallèle au fond de fissure, appelé glissement, ou perpendiculaire à celui-ci, déchirement)
$K_{Ic}$	ténacité, valeur critique du facteur d'intensité des contraintes, au-delà de laquelle une fissure se propage ; $i=I$ dans le cas de la tension pure.
$\Gamma_i$	énergie libérée lors de la fracturation, par unité de surface de fracture. Dans le cas d'une tension pure (mode I) dans une géométrie 3D, $\Gamma_i = \frac{K_I^2(1-\nu^2)}{E}$
$\Gamma_{Ic}$	énergie de fracturation de surface, $\Gamma_{Ic} = \frac{K_{Ic}^2(1-\nu^2)}{E}$
c	rayon de la zone fracturée, par indentation, impact (ou croissance de dommage...)
$\kappa$	coefficient de croissance d'un cône de Hertz, selon Roesler (éq. 3-25)
$\chi$	coefficient de croissance d'un cône de Hertz, selon Lawn (éq. 3-26) $\chi_0$ pour la silice
$v_I$	vitesse limite de propagation des fractures
SCC	Fissuration sous-critique (Sub-critical crack growth)

### Endommagement laser et comportement sous choc

$\alpha_0$	absorption laser d'une fissure – absorption initiale, avant échauffement
$\rho$	densité du matériau. La densité à pression ambiante de la silice standard est notée $\rho_0$ .
D	célérité d'un choc
$v_p$	vitesse de vaporisation d'une surface sous illumination laser
u	vitesse matérielle derrière un choc
$\sigma_x$	contrainte longitudinale d'un choc plan. NB : par convention dans ce texte, il s'agit de la valeur absolue $ \sigma_x $ .
HEL	limite élastique d'Hugoniot

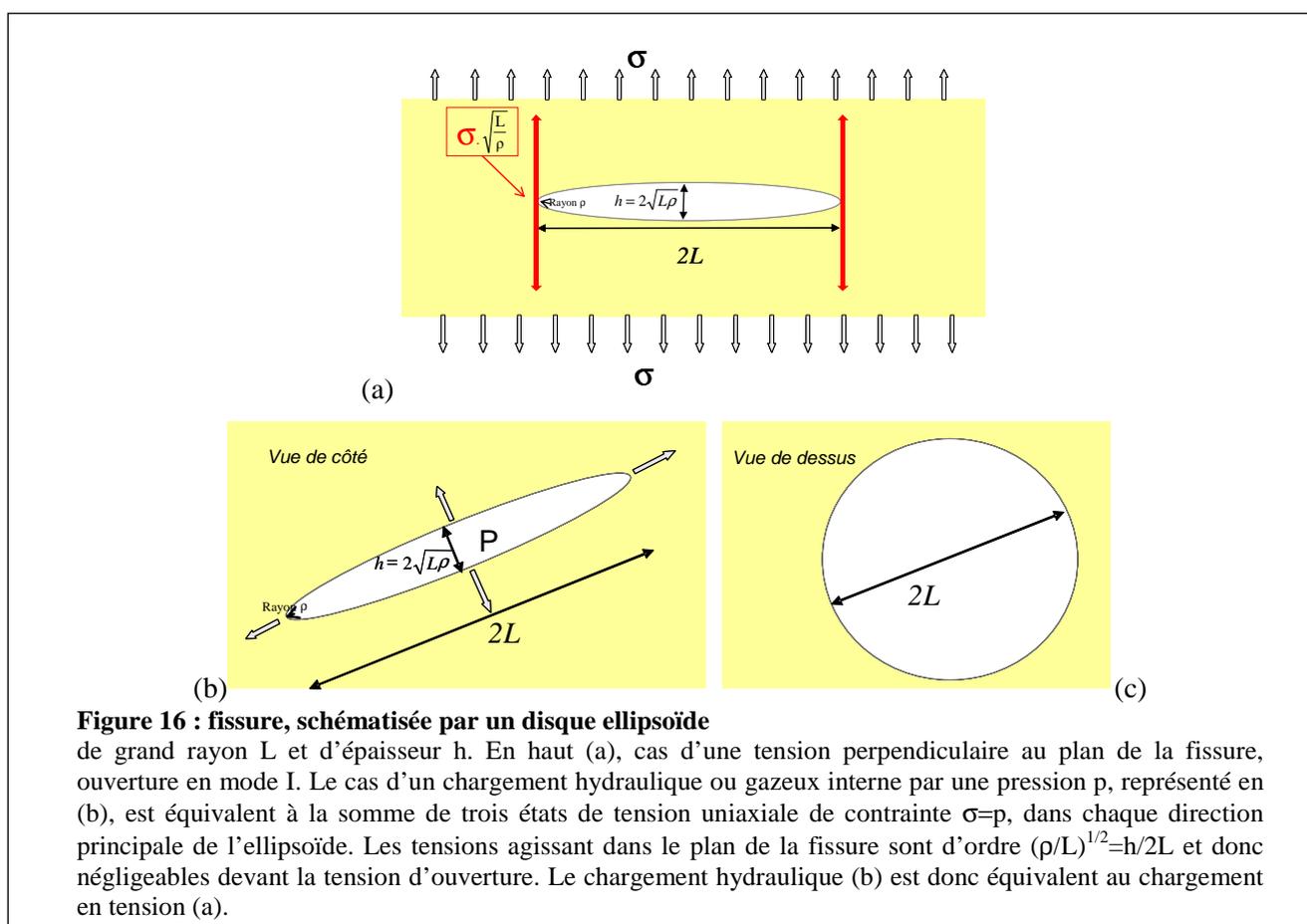
#### Valeurs utilisées pour les applications numériques :

$\nu$	0.17 ; on trouve de 0.15 à 0.18 pour la silice fondue (valeur à pression et température ambiante). $\nu$ varie avec la pression, variation qui sera en général négligée.
E	72 GPa ; on trouve de 70 à 74 GPa (valeur à pression et température ambiante)
$E^*$	74 GPa (sphère incompressible) ; 70 GPa (diamant) ; 67 GPa (carbure de tungstène) ; 55 GPa (acier) ; 37 GPa (contact silice-silice)
$\rho_0$	2200 kg/m <sup>3</sup>
$K_{Ic}$	0.76 MPa.m <sup>1/2</sup> ; on trouve des valeurs de 0.7 à 0.81.
$H_s$	9.3 GPa
$\Gamma_{Ic}$	7.8 J/m <sup>2</sup> , correspondant aux valeurs prises pour $K_{Ic}$ , $\nu$ et E.
$\chi_0$	0.05
$v_I$	2300 ms <sup>-1</sup>

### 3.1 Fracturation de la silice

#### 3.1.1 Quelques éléments de mécanique de la rupture

Grâce à un très faible coefficient d'expansion thermique, et à une conductivité de la chaleur plus forte que celles des verres silicates, la silice a trouvé de nombreuses utilisations en laboratoires et dans l'industrie, dans des environnements thermiques sévères. Pourtant, sa tenue mécanique à température ambiante et en ambiance sèche n'est guère meilleure que celle des autres verres. Depuis le travail fondateur de Griffith (cf. réf. 25, les deux premiers chapitres), la fracturation des verres est expliquée par la présence de microfissures dont les extrémités subissent des contraintes exaltées par rapport au reste du matériau.



Prenons une fissure, idéalisée par un disque ellipsoïde sur la Figure 16, dont l'épaisseur,  $h$ , est beaucoup plus petite que la longueur,  $2L$ . Dans le cas standard, celui du mode d'ouverture I, le matériau subit sur tout son volume une traction perpendiculaire au plan des grands rayons de l'ellipsoïde. À l'équilibre, on écrit que l'énergie pour agrandir la fissure, i.e. augmenter  $L$ , est égale à l'énergie mécanique gagnée par le relâchement d'une partie des contraintes. D'où, en égalant l'énergie mécanique libérée et l'énergie de surface, on obtient à un facteur près :

$$\frac{\sigma^2 L^2}{E} \propto \Gamma \pi L \quad \text{ou encore} \quad \sigma \sqrt{\frac{L}{\pi}} \propto \Gamma E \quad 3.1$$

Cela revient à considérer que le produit  $\sigma L^{1/2}$  prend une valeur fixe quand la fissure est prête à se propager. Suite aux travaux de Irwin et Orowan (cf. réf. 25), on définit le facteur d'intensité des contraintes par

$$K_I = 2\sigma\sqrt{\frac{L}{\pi}} \quad 3-2$$

qui vaut à l'équilibre, pour une déformation plane (cas d'une géométrie tridimensionnelle),

$$K_{Ic} = \sqrt{\frac{\Gamma_{Ic} E}{1-\nu^2}} \quad 3-3$$

Il est habituel d'appeler critère de Griffith l'égalité  $K_I=K_{Ic}$ . La fissuration se produit lorsque  $K_I$  dépasse  $K_{Ic}$ , grandeur nommée ténacité. Notons que cette théorie de la fissuration attribue une grande résistance au matériau lui-même : en extrémité de fissure, dans la silice, des contraintes très élevées sont nécessaires pour continuer la fracturation, de l'ordre de 10 GPa. Les matériaux fragiles se différencient des matériaux ductiles par une zone plastique très petite, nanométrique, voire inexistante. Les processus à l'oeuvre dans cette petite région font l'objet d'études théoriques et expérimentales intenses et disputées<sup>29,30</sup>.

Dès que l'on quitte la simplicité du cas d'école de la Figure 16, les calculs se complexifient. Le facteur d'intensité des contraintes réel doit tenir compte d'une géométrie de fracture très variable<sup>26</sup>, et bien souvent mal connue. Également, le calcul doit intégrer la variation de la contrainte le long des faces de la fissure. Lorsque le problème est fortement symétrique, les calculs restent simples et des expressions littérales peuvent être obtenues. Mais, dans le cas général, il n'existe pas encore de traitement mathématique exact. C'est en particulier le cas pour les fractures réalisées en surface que nous allons aborder au §3.1.2.

La ténacité  $K_{Ic}$  est définie comme un seuil : c'est la valeur critique de  $K_I$  pour laquelle la fissure se propage à une vitesse  $v$  macroscopique, mais pas trop rapide. Le seuil est associé à une limite d'observation (vitesse macroscopique). La caractéristique de fissuration est plutôt la courbe  $v(K_I)$ , représentée Figure 17 pour le verre sodocalcique. Le cas de la silice est similaire<sup>31</sup>. Wiederhorn (p. 124 réf. 26) propose de fixer la valeur de vitesse pour laquelle  $K_I=K_{Ic}$  à  $v_c=0.1$  m/s. Pour  $K_I<K_{Ic}$ , la vitesse de propagation est petite, très inférieure au m/s, et très sensible à l'environnement : ce phénomène est appelé génériquement « fissuration sous-critique » (“Sub-Critical-Cracking” ou SCC, cf. réf. 31 et citations incluses). Dans une atmosphère de laboratoire (20°C, 50% R.H.), les mesures récentes<sup>31</sup> permettent de prédire pour la silice une vitesse de propagation de  $10^{-9}$  m/s à  $K_I=0.5$  MPa.m<sup>1/2</sup>.

Si  $K_I$  augmente au-delà de  $K_{Ic}$ , la fissuration s'accélère. La vitesse de propagation de la fracture approche d'une limite valant de l'ordre de 2300 m/s pour la silice<sup>32</sup>. Sous vide, le critère de Griffith  $K_I=K_{Ic}$  reste valable, dans le cas d'une propagation pas trop rapide. Dans un premier temps, nous ferons l'analyse de la fissuration en considérant le critère de Griffith simple. Suivant les cas, une discussion sur la nature de l'atmosphère sera éventuellement nécessaire.

<sup>29</sup> Célarié, F., Prades, S., Bonamy, D., Ferrero, L., Bouchaud, E., Guillot, C., Marlière, C., “Glass Breaks like Metal, but at the Nanometer Scale”, *Phys. Rev. Lett.* 90, 075504-1 (2003)

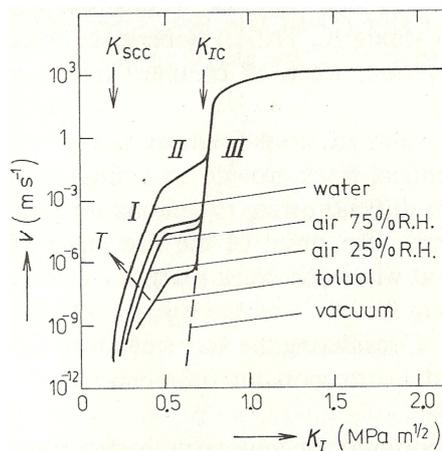
<sup>30</sup> Fett, T., Rizzi, G., Creek, D., Wagner, J.P., Guin, J. P., Lopez-Cepero, J. M., Wiederhorn, S. M., “Finite element analysis of a crack tip in silicate glass: No evidence for a plastic zone”, *Phys. Rev. B* 77, 174110 (2008)

<sup>31</sup> Koike, A., Tomozawa, M., “Fictive temperature dependence of subcritical crack growth rate of normal glass and anomalous glass” *Journal of Non-Crystalline Solids* 352 5522–5530 (2006)

<sup>32</sup> Chaudhri, M. M., Brophy, P. A., “Single particle impact damage of fused silica”, *J. Mater. Sci.*, 15, 345 (1980)

**Figure 17 : vitesse de fissuration  $v$  pour le verre sodocalcique.**

D'après Wiederhorn (p. 123 réf. 26). Trois régimes de propagation sont définis (I, II, III). L'eau, sous forme de vapeur ou comme milieu, accélère la fissuration. Wiederhorn définit deux seuils différents : celui de fissuration ( $K_{IC}$ ) et celui de fissuration sous critique ( $K_{SCC}$ ).



Dès que le critère de Griffith est dépassé, l'énergie libérée est supérieure à l'énergie strictement nécessaire pour fracturer. Cette énergie est en particulier disponible pour « exciter » les liaisons atomiques dans la zone de fracture, pour former des microfissures, ou provoquer le branchement de fractures multiples<sup>25,33</sup>.

### 3.1.2 Indentations hertziennes

C'est en étudiant des contacts de lentilles de verre pour des montages optiques qu'Heinrich Hertz s'est penché sur ces fractures coniques qui portent maintenant son nom. Félix Auerbach a montré en 1891 que le cône de fracturation dit « de Hertz » apparaissait pour un rapport constant de la force  $P$  sur le rayon de la sphère d'indentation  $R$ , noté  $A = \frac{P}{R}$  (pour Auerbach). Ce rapport est dimensionnellement une énergie par unité de surface.

Pour la silice, la constante  $A$  vaudrait de l'ordre de 10<sup>5</sup> N/m ou J/m<sup>2</sup><sup>25,34,35</sup> ou, convertie dans une unité habituelle aux physiciens du laser, 10 J/cm<sup>2</sup>. Au seuil de fracturation, la densité d'énergie mécanique déposée serait égale à  $\frac{2A}{5\pi}$ , soit environ 1.3 J/cm<sup>2</sup>. Cette analogie dimensionnelle et

numérique avec notre problème de tenue au flux LIL/LMJ est à l'origine de mon intérêt sur le sujet [BDS-31]. Les cônes de Hertz sont un sujet maintenant centenaire : pour les comprendre, il a fallu explorer et relier une bibliographie riche. Le bilan<sup>36</sup> réalisé en 1997 Brian Lawn est un bon point de départ s'ajoutant à son ouvrage de référence<sup>25</sup>, mais outre que ces textes restent marqués par la première contribution de l'auteur<sup>37</sup>, la réf. 36 est surtout consacrée aux céramiques. Par ailleurs, un objectif du présent travail est de réunir les données pertinentes pour la silice, l'essentiel des expériences ayant été réalisées sur verre, borosilicate ou le plus souvent sodocalcique.

<sup>33</sup> Ravi-Chandar, K., *Dynamic Fracture*, Elsevier, Oxford, (2004)

<sup>34</sup> Swain, M. V., Williams, J. S., Lawn, B. R., Beek, J.J.H., "A comparative study of the fracture of various silica modifications using the Hertzian test", *J. Mat. Sci.* **8** 1153-1164 (1973)

<sup>35</sup> Suratwala, T. *et al.*, "Sub-surface mechanical damage distributions during grinding of fused silica" *J. Non-Cryst. Solids* 352 (2006) 5601

<sup>36</sup> Lawn, B. R., "Indentation of Ceramics with Spheres: A Century after Hertz", *J. Am. Ceram. Soc.*, **81** [8] 1977-94 (1998)

<sup>37</sup> Frank, F. C., Lawn, B. R., "On the theory of Hertzian fracture", *Proc. Roy. Soc.*, **A299** 291-306 (1967)

Le domaine des fractures coniques a surtout été exploré pour des rayons de sphères millimétriques ou supérieurs au mm. Dans ce cas, toutes les conditions sont réunies pour aborder le problème avec la mécanique linéaire de la rupture :

- Le rayon de contact  $a$  de la sphère restera petit devant  $R$  ; et l'enfoncement restera petit devant  $a$  ;
- Le matériau réagira élastiquement, sauf dans la zone de fissuration (traité comme une “boîte noire” dans le critère 3-3).

Il est déjà visible que les essais que nous avons réalisés (cf. Figure 18) s'écartent de ces deux conditions. Avec un rayon de sphère  $R=10\ \mu\text{m}$ , la silice a un comportement plastique que nous décrirons plus loin. Par ailleurs, le rayon de contact  $a$ , contact plastique d'ailleurs, vaut 40% de  $R$ . Le traitement que nous allons formuler maintenant, dans le cadre de la théorie linéaire de la rupture, permet pourtant de comprendre de façon satisfaisante les expériences réalisées à l'échelle micrométrique, pertinente pour l'étude des dommages laser.

### 3.1.2.1 Formation des fractures hertziennes

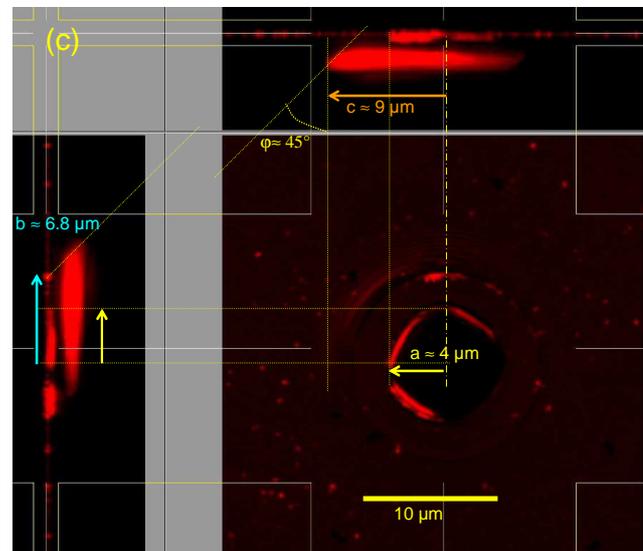
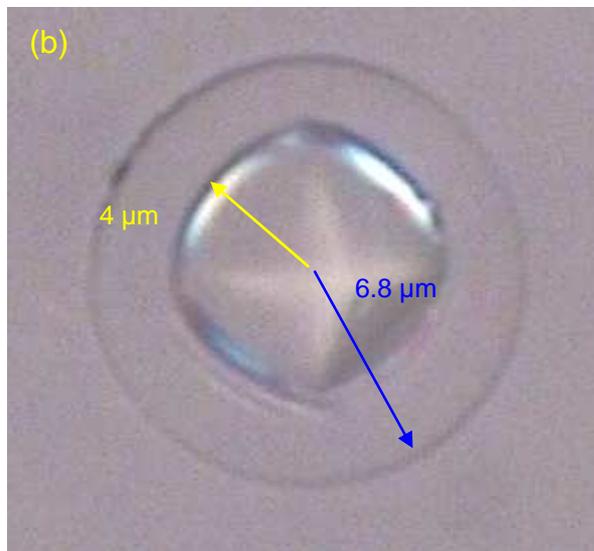
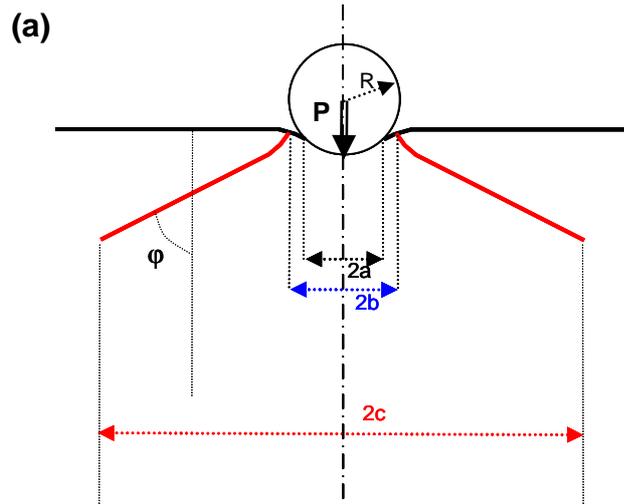
**Figure 18 : indentation sphérique et fracture hertzienne sur silice**

*Indentation et microscopie réalisées par Karell Bien-Aimé*

(a) Une force  $P$  est appliquée à une sphère sur un plan.  $R$  est le rayon de la sphère,  $a$  le rayon de contact ; une fracture de forme conique se propage à un angle  $\varphi$  de la normale jusqu'à une distance  $c$  de l'axe de symétrie axiale.

(b) vue de dessus en microscopie Nomarski [contraste interférentiel] d'une empreinte de  $a = 4\ \mu\text{m}$ , obtenue avec  $R=10\ \mu\text{m}$  et une force  $P$  de 0.5 N. La fissure a une trace circulaire en surface, avec  $b = 6.8\ \mu\text{m}$ .

(c) images suivant 3 axes de vue, obtenues en microscopie confocale. Le signal apparaît en rouge. La fissure circulaire devient conique sous la surface. Le cône est à moitié visible, avec un rayon  $c$  de l'ordre de  $9\ \mu\text{m}$ . Est-il complètement formé ?



L'appui d'un indenteur sphérique de rayon  $R$  avec une force  $P$  sur une surface solide élastique occasionne l'enfoncement des deux matériaux, substrat et indenteur. Une aire de contact se forme, circulaire en raison de la symétrie axiale. Dans l'approximation hertzienne, c'est-à-dire pour  $a \ll R$  et pour un contact totalement élastique et libre de tout frottement, le rayon de contact  $a$  vaut :

$$a = \left[ \frac{3 PR}{4 E^*} \right]^{1/3} \quad 3-4$$

avec  $E^*$ , le module réduit caractérisant le couple indenteur/indenté défini par l'équation

$$\frac{1}{E^*} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu'^2)}{E'} \quad 3-5$$

où le module d'Young et le coefficient de Poisson du substrat sont  $E$  et  $\nu$ ,  $E'$  et  $\nu'$  ceux de la sphère. Pour une sphère en diamant sur la silice,  $E^*$  est très peu différent de  $E$  et vaut 70 GPa. La pression moyenne de contact s'écrit donc

$$p_m = \int_{\text{contact}} \sigma_z$$

$$p_m = \frac{P}{\pi a^2} = \frac{P}{\pi} \left[ \frac{4 E^*}{3 PR} \right]^{2/3} = \frac{1}{\pi} \left( \frac{P}{R} \right)^{1/3} \frac{1}{R^{1/3}} \left[ \frac{4 E^*}{3} \right]^{2/3} \quad 3-6$$

$$p_m = \frac{4 E^* a^3}{3 R \pi a^2} = \frac{4 E^* a}{3 \pi R}$$

Notons que la notation  $p_m$ , que nous adoptons par convention, est trompeuse car il ne s'agit pas de la pression isostatique moyenne (cf. §3.2). Le champ élastique peut être exprimé dans tout l'espace par des formules littérales dues originellement à Huber. Les voici, telles qu'elles sont rappelées dans la réf. 36, en coordonnées radiales. Par symétrie axiale, le seul élément non diagonal est  $\tau_{rz}$  :

$$\frac{\sigma_r}{p_m} = \frac{3}{2} \left\{ \frac{1-2\nu}{3} \frac{a^2}{r^2} \left[ 1 - \left( \frac{z}{u^{1/2}} \right)^3 \right] + \left( \frac{z}{u^{1/2}} \right)^3 \right.$$

$$\left. + \frac{a^2 u}{u^2 + a^2 z^2} + \frac{z}{u^{1/2}} \left[ u \frac{1-\nu}{a^2 + u} \right. \right.$$

$$\left. \left. + (1+\nu) \frac{u^{1/2}}{a} \tan^{-1} \left( \frac{a}{u^{1/2}} \right) - 2 \right] \right\}$$

$$\frac{\sigma_\theta}{p_m} = -\frac{3}{2} \left\{ \frac{1-2\nu}{3} \frac{a^2}{r^2} \left[ 1 - \left( \frac{z}{u^{1/2}} \right)^3 \right] \right.$$

$$\left. + \frac{z}{u^{1/2}} \left[ 2\nu + u \frac{1-\nu}{a^2 + u} - (1+\nu) \frac{u^{1/2}}{a} \tan^{-1} \left( \frac{a}{u^{1/2}} \right) \right] \right\}$$

$$\frac{\sigma_z}{p_m} = -\frac{3}{2} \left( \frac{z}{u^{1/2}} \right)^3 \left( \frac{a^2 u}{u^2 + a^2 z^2} \right)$$

$$\frac{\tau_{rz}}{p_m} = -\frac{3}{2} \left( \frac{r z^2}{u^2 + a^2 z^2} \right) \left( \frac{a^2 u^{1/2}}{a^2 + u} \right)$$

avec  $u = \frac{1}{2} [(r^2 + z^2 - a^2) + [(r^2 + z^2 - a^2)^2 + 4a^2 z^2]^{1/2}]$

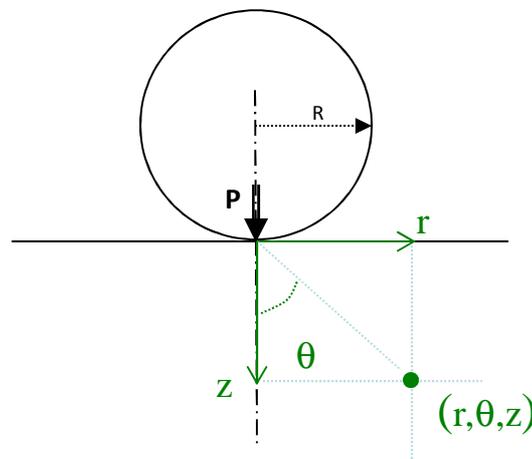
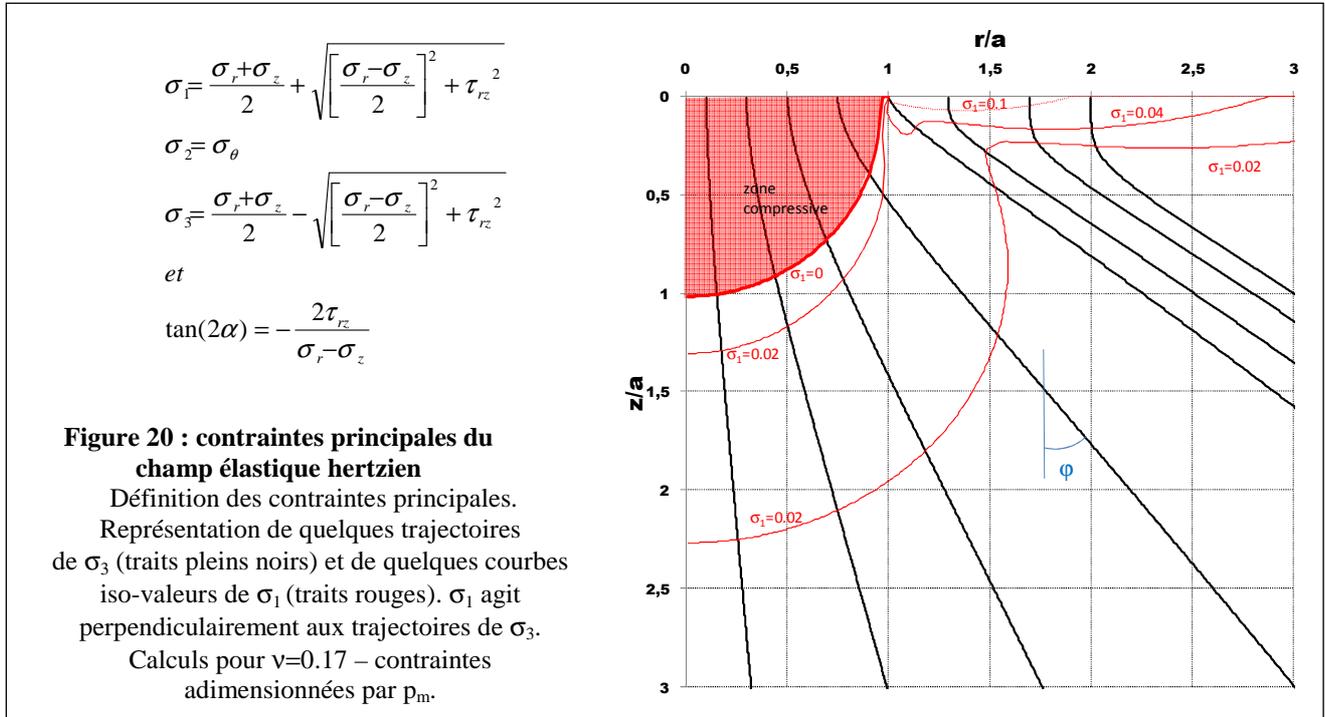


Figure 19 : valeur du champ élastique hertzien – schéma du repère utilisé

Toutes les contraintes sont adimensionnées par  $p_m$ . De même, on peut voir que toutes les distances apparaissant dans les formules, y compris  $u$ , peuvent être adimensionnées par  $a$ , le rayon de contact. Plus tard, nous travaillerons essentiellement avec ces grandeurs adimensionnées. Comme nous le verrons,  $\nu$  joue un rôle très important.



En tout point  $(r, \theta, z)$ , le champ élastique se décompose suivant des axes principaux notés 1, 2 et 3 : l'orientation et la norme des contraintes principales dépendent de la position. Comme chez tous les auteurs depuis l'article de Frank et Lawn<sup>37</sup>,  $\sigma_1$  désigne la contrainte principale toujours positive, contrainte de tension qui est la cause de l'ouverture des fractures hertziennes ;  $\sigma_2$  égale  $\sigma_\theta$  la contrainte orthoradiale, toujours compressive (négative), et agit perpendiculairement au plan radial;  $\sigma_3$  est essentiellement compressive (négative).  $\sigma_1$  et  $\sigma_3$  agissent dans le plan radial, représenté Figure 19 et Figure 20. Ces contraintes principales, et l'angle  $\alpha$  entre la direction de  $\sigma_3$  et la surface, s'obtiennent par les formules rappelées et illustrées dans la Figure 20.

À la surface ( $z=0$ ), en dehors de la zone comprimée,  $\tau_{rz}$  et  $\sigma_z$  sont nuls d'où  $\sigma_1 = \sigma_r$ . Les trajectoires de  $\sigma_3$  sont perpendiculaires à la surface. La valeur la plus élevée de contrainte de tension est atteinte au point  $r=a$  : elle vaut  $p_m(1-2\nu)/2$  soit  $0.33p_m$  pour la silice. Mais, la contrainte décroît très rapidement quand  $z$  augmente. En particulier, en  $r=a$ , le gradient de  $\sigma_1$  est infini. C'est en considérant la géométrie du champ élastique qu'il est possible de comprendre la formation des fissures circulaires puis coniques.

### 3.1.2.2 Seuil(s) d'Auerbach de fracturation hertzienne

Roesler<sup>38</sup> semble être le premier à avoir noté la compatibilité de la "loi" d'Auerbach et de la théorie due à Griffith. Son argument était cependant dénué de toute application numérique concrète et de toute discussion spécifique sur le champ élastique. La démonstration s'appuie sur la taille finie de la

<sup>38</sup> Roesler, F. C., "Indentation Hardness of Glass as an Energy Scaling Law", *Proc. Phys. Soc. London*, **B69** 55–60 (1956).

zone sous contrainte, qui est proportionnelle à  $a$ . Comme la contrainte est proportionnelle à  $p_m$ ,  $K_I$  peut être évalué suivant l'équation 3-2 : il est proportionnel à  $p_m L^{1/2}$  donc à  $p_m a^{1/2}$ , et par conséquent à  $P/a^{3/2}$ .

En reprenant la formule de  $a$  (éq. 3-4), il ressort que  $K_I$  est proportionnel à  $\sqrt{\frac{P}{R}}$ . On en déduit que

$\sqrt{\frac{P}{R}} = \sqrt{A}$  quand  $K_I$  vaut  $K_{Ic}$ .  $A$  est donc relié à  $\Gamma_c$ . Bien qu'il ne pût donner aucune explication de l'écart numérique entre  $A$  (de l'ordre de  $10^5$  J/m<sup>2</sup>) et l'énergie de surface de Griffith (de l'ordre d'1 J/m<sup>2</sup>), Roesler pouvait être assez confiant dans le raisonnement, car il avait par ailleurs appliqué avec succès la logique de Griffith à la croissance d'un cône de Hertz dans le verre<sup>39</sup>, comme nous le verrons plus loin. Ce qui apparaît dans le raisonnement dimensionnel de Roesler, c'est qu'une fissure de dimension  $L_c$  proportionnelle à  $a$  doit exister : mais il restait alors à déterminer le rapport de proportionnalité  $L_c/a$ , à mettre en évidence les mécanismes et à obtenir une relation numérique exacte.

L'article fondateur de Frank et Lawn<sup>37</sup> a montré que l'on peut obtenir une relation quantitative entre  $\Gamma_c$  et la constante d'Auerbach, en calculant le facteur  $K_I$  numériquement pour une trajectoire de fracture. La "loi" d'Auerbach est obtenue s'il existe des fissures de longueur  $L$  comprises entre  $10^{-2}a$  et  $10^{-1}a$ . La confirmation expérimentale fut apportée plus tard par Lawn et collègues, qui ont travaillé sur des surfaces préparées spécialement pour présenter la gamme de dimensions de fissure requise (réf. 25 p.286).

Les limitations de la démonstration théorique Frank et Lawn ont été maintes fois notées par leurs successeurs<sup>40,41,42,43,44</sup> sur ce sujet. Une des principales difficultés porte sur la connaissance du champ élastique qui cesse d'être le champ hertzien dès qu'une fracture se propage de façon appréciable, d'une longueur non négligeable devant  $a$ .

R. Warren<sup>41</sup> a traité le cas de fissures partant de rayons variables, alors que la réf. 37 se contentait de trajectoire démarrant à  $r=a$ . R. Warren a également étudié l'effet du coefficient de Poisson sur la relation entre  $A$  et  $\Gamma_c$ . Mouginot et Maugis<sup>42</sup> ont mis en lumière le rôle des forts gradients de tension en surface sur la position radiale des fissures circulaires. Leur travail fournit aussi un traitement théorique de l'indentation par un cylindre à extrémité plate, souvent utilisé expérimentalement pour des raisons pratiques. Il donne également de très nombreux résultats expérimentaux et démontre le caractère très restreint de la réf. 37. Un problème du travail de Frank et Lawn, non résolu par Mouginot et Maugis, réside dans la mauvaise prédiction de l'angle du cône : la réf. 37 avait contourné cette épineuse question en prenant un coefficient de Poisson très différent (0.33) de celui avéré pour le verre sodocalcique étudié (entre 0.21 et 0.25). Kocer et Collins<sup>44,45</sup> apportent une réponse par une modélisation aux éléments finis (FEM) : le calcul de l'évolution du champ élastique lors de la fracturation permet de prédire correctement l'angle  $\varphi$  (cf. Figure 18) tout en prenant le coefficient de Poisson expérimental. Frank et Lawn, et la plupart des auteurs après eux, avaient supposé que la fissure suivait les trajectoires de  $\sigma_3$  orthogonales à l'action d'ouverture de  $\sigma_1$  (cf. Figure 20). Mais l'angle  $\varphi$  observé, et celui calculé par FEM, sont plus grands, d'environ une dizaine de degrés<sup>44,45</sup>, que celui des trajectoires calculées avec le champ hertzien (Figure 21). Un autre élément va dans ce sens, très

<sup>39</sup> Roesler, F. C., "Brittle Fractures near Equilibrium", *Proc. Phys. Soc. London*, **B69** 981–992 (1956).

<sup>40</sup> Wilshaw, T. R., "The Hertzian fracture test", *J. Phys. D: App. Phys.*, vol. 4, pp. 1567-1583 (1971)

<sup>41</sup> Warren, R., "Measurement of the Fracture Properties of Brittle Solids by Hertzian Indentation", *Acta Metall.*, **26**, 1759–69 (1978)

<sup>42</sup> Mouginot, R., Maugis, D., "Fracture Indentation Beneath Flat and Spherical Punches" *J. Mater. Sci.*, **20**, 4354 (1985)

<sup>43</sup> Fischer-Cripps, A.C., "Predicting Hertzian Fracture", *J. Mater. Sci.*, **32**, 1277 (1997)

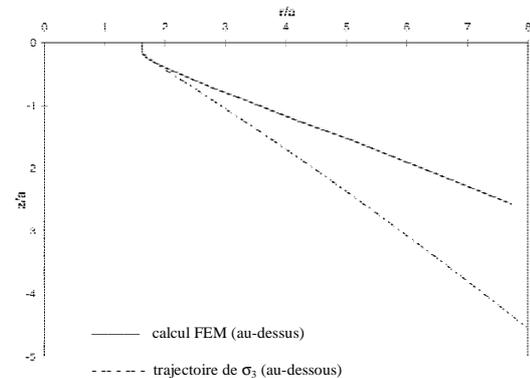
<sup>44</sup> Kocer, C., Collins, R. E., "Angle of Hertzian Cone Cracks", *J. Am. Ceram. Soc.*, **81** [7] 1736–42 (1998)

<sup>45</sup> Kocer, C., "Using the Hertzian fracture system to measure crack growth data : A review", *International Journal of Fracture* **121**: 111–132 (2003)

visible sur la Figure 21 mais qui ne semble pas avoir été noté par les différents auteurs : si les trajectoires des fractures expérimentales sont bien des cônes d'angle à peu près constant, ce n'est pas le cas de celles de  $\sigma_3$ . Toutes les lignes finissent par plonger vers l'axe vertical, et ont un angle  $\varphi = 0$  à l'infini. Bien entendu, comme la longueur de fissure atteinte dans les expériences reste limitée, cet argument l'est lui aussi !

**Figure 21 : trajectoire calculée pour un cône hertzien**

La figure extraite de la réf. 44 met en évidence l'écart entre d'un côté la trajectoire calculée par FEM, intégrant l'effet de la fissure sur le champ élastique, et de l'autre la trajectoire de la contrainte principale  $\sigma_3$  calculée en l'absence de fissure.



Le calcul exact du facteur d'intensité des contraintes est certainement une des clés du problème. Mais nous connaissons mal la géométrie des fissures présentes en surface des matériaux testés. À partir de la réf. 37, les auteurs se sont essentiellement intéressés à l'obtention de  $\Gamma_c$  en utilisant la constante A. Frank et Lawn, et tous les auteurs cités ci-dessus, n'ont réalisé de calculs que sur la croissance d'une fracture ayant déjà la symétrie axiale, autrement dit une fracture initialement circulaire entourant le site indenté. Dans ces conditions, le rapport de proportionnalité entre A et  $\Gamma_c$  peut être déterminé de façon précise, bien qu'il soit légèrement variable suivant les auteurs tout de même. Pour la suite, nous retiendrons surtout les résultats de Warren <sup>46</sup>. Dans la réf. 46, Warren établit une nouvelle méthode pour obtenir  $\Gamma_c$  (ou  $K_I$ ) à partir des fractures hertziennes : cette méthode est comme les précédentes fondée sur la préexistence d'une fracture circulaire autour de l'indenteur. La question de la transformation des fissures initialement présentes en fracture symétrique de révolution est alors éludée.

Mais, si l'on veut utiliser le test hertzien pour mieux connaître l'état de la surface du matériau, comme Wilshaw l'a proposé <sup>40</sup> en 1971, on doit s'intéresser plus précisément au démarrage du phénomène. P. D. Warren <sup>47</sup> a promu à nouveau cette utilisation en 1995. Dai *et al.*, puis, plus tard, Lin et collègues poursuivirent l'interrogation sur l'amorçage des fissures hertziennes <sup>48,49</sup>.

Dans le double objectif de mieux connaître les fractures réalisées par indentation, et d'utiliser éventuellement le test hertzien pour étudier les fractures présentes en surface, les calculs publiés <sup>42,46,48</sup> ont été reproduits tout en essayant d'obtenir une vision synthétique de la question. Après un exposé quelque peu technique, mais qui aura l'avantage de présenter des données chiffrées, nous pourrions mieux estimer le potentiel des tests hertziens pour la connaissance de la silice.

<sup>46</sup> Warren, P. D., "Determining the Fracture Toughness of Brittle Materials by Hertzian Indentation", *J. Eur. Ceram. Soc.* **15** 201-207 (1995)

<sup>47</sup> Warren, P. D., "Statistical Determination of Surface Flaw Distributions in Brittle Materials", *J. Eur. Ceram. Soc.* **15** 385-394 (1995)

<sup>48</sup> Dai, D. N., Hills D. A., Warren, P. D., Nowell, D., "The propulsion of surface flaws by elastic indentation testing", *Acta Metall. Mater.* **43** 985-991 (1995)

<sup>49</sup> Lin, S., Warren, P. D., Hills D. A., "Contact fracture of brittle materials : a comparison of 2D and 3D fracture mechanics solutions", *J. Eur. Ceram. Soc.* **18** 445-450 (1998)

### 3.1.2.3 Modélisation simplifiée de la fissuration hertzienne

Nous supposons que la surface est initialement au repos mécaniquement. Comme nous nous intéressons à des cas où la contrainte maximale de tension est de l'ordre de 4 GPa, nous négligerons les contraintes résiduelles laissées par le polissage, qui ne dépassent probablement pas quelques dizaines de MPa, soit 100 fois moins que les tensions maximales générées par l'indenteur.

Nous négligerons les contributions des modes II et III à la fissuration et nous nous concentrerons sur  $K_I$ , comme il est habituel dans le sujet. Notons cependant que pour l'indentation hertzienne cette approximation semble correcte à mieux que 10 % près<sup>50</sup>, voire 1 %<sup>48</sup>, pour l'étude de la formation des fractures près de la surface tout au moins. La relation fondamentale sur laquelle toute la théorie est basée est l'expression donnant le facteur d'intensité des contraintes dans un champ de contrainte variable. Exprimée dans le contexte de l'indentation hertzienne<sup>42</sup>, la relation s'écrit :

$$K_I = 1.12 \left( \frac{L}{\pi} \right)^{1/2} 2 \int_0^L \frac{r(b)}{r(L)} \frac{\sigma_1(b) db}{(L^2 - b^2)^{1/2}} \quad 3-7$$

où  $b$  est l'abscisse curviligne qui court le long de la fissure de longueur  $L$ , et  $r(b)$  la position  $r$  correspondant à l'abscisse  $b$ . Nous utiliserons sa version adimensionnée :

$$k_I = \frac{K_I}{\sqrt{\pi a} p_m} = 1.12 \frac{2}{\pi} \left( \frac{L}{a} \right)^{1/2} \int_0^1 \frac{\sigma_1(b)}{p_m} \frac{r(b)}{r(L)} \frac{db'}{(1 - b'^2)^{1/2}}$$

avec 3-8

$$b' = b/L$$

également pris comme référence dans les travaux de P. D. Warren. Notons cependant que contrairement à la plupart des auteurs, et au parti pris du présent texte, Warren normalise les contraintes par la pression maximum sous l'indenteur sphérique, valant  $1.5 \times p_m$ . Précisons que le coefficient correcteur, 1.12, apparaît dans la configuration des fissures superficielles ouvertes<sup>26</sup>.

En utilisant la relation 3-4, l'expression de  $K_I$  en fonction de  $k_I$  fait apparaître la propriété dimensionnelle source de la loi d'Auerbach :

$$k_I = \frac{K_I}{\sqrt{\pi a} \frac{P}{\pi a^2}} \Rightarrow K_I = k_I \sqrt{\frac{P}{R}} \sqrt{\frac{4E^*}{3\pi}} \quad 3-9$$

Toutes choses égales par ailleurs,  $K_I$  est proportionnel à  $\sqrt{\frac{P}{R}}$ . La formule 3-7 est adaptée au cas axisymétrique, lorsque la fissure circulaire est déjà formée. Elle s'applique à l'ensemble de la fissure [elle cache en particulier un facteur  $2\pi$  tenant compte de la symétrie]. Nous l'utiliserons donc pour exprimer la longueur atteinte par le cône. Ce faisant, nous supposons que les fissures se propagent suivant les trajectoires de  $\sigma_3$  (cf. Figure 20 et Figure 21). C'est une bonne approximation tant que  $L$  reste petit devant  $a$ , en particulier tant que la fissure se propage perpendiculairement à la surface,

La calculabilité de l'éq. 3-7 provient de la constance du champ élastique sur tout le fond de fissure. Mais pour étudier l'apparition de la fissure circulaire, nous calculerons au §3.1.2.4 le même genre d'intégrale avec un champ élastique variable, non seulement au cours de la propagation, mais également à un instant donné au lieu de la singularité, le long du fond de fissure. En l'absence de

<sup>50</sup> Yingzhi, L., Hills D. A., "The Hertzian cone crack", *Trans. ASME* **58** 120-127 (1991)

symétrie, il n'existe pas de traitement commode validé. Pour contourner ce problème, nous utiliserons des valeurs moyennes de  $\sigma_1$  sur la surface d'intégration. Afin de légitimer ce traitement, nous montrerons que les résultats obtenus en intégrant exactement la formule 3-7 peuvent également être retrouvés avec une bonne approximation en linéarisant  $\sigma_1$ . Pour l'instant l'hypothèse de base est qu'il existe une fissure perpendiculaire à la surface, de profondeur L, que nous supposons circulaire.

Décrivons en deux mots la procédure de linéarisation. Nous l'appliquons pour une fissure petite devant a, dans les conditions où  $\sigma_r = \sigma_1$  et où l'intégrale 3-7 se simplifie car  $b'=z'=z/L$  (coordonnées adimensionnées). Pour les fissures peu profondes,  $k_I$  s'écrit donc :

$$k_I = \frac{K_I}{\sqrt{\pi a} p_m} = 1.12 \frac{2}{\pi} \left( \frac{L}{a} \right)^{1/2} \int_0^1 \frac{\sigma_r(z)}{p_m} \frac{dz'}{(1-z'^2)^{1/2}} \quad 3-10$$

Nous écrivons le développement de  $\sigma_r$  pour les petits z, en tout point  $r > a$ .

$$\begin{aligned} \frac{\sigma_r}{p_m} &\approx s_r(0) + s_r' \frac{z}{a} \\ &\text{avec} \\ s_r(0) &= \frac{1-2\nu}{2} \frac{a^2}{r^2} \\ s_r' &= \frac{3}{2} \left[ (1+\nu) \tan^{-1} \left( \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{r}{a}\right)^2 - 1}} \right) + (1-\nu) \frac{\sqrt{\left(\frac{r}{a}\right)^2 - 1}}{\left(\frac{r}{a}\right)^2} - \frac{2}{\sqrt{\left(\frac{r}{a}\right)^2 - 1}} \right] \end{aligned} \quad 3-11$$

Comme nous l'avons déjà noté, si la contrainte est maximale en  $r=a$ , en revanche sa dérivée y tend vers  $-\infty$ . Pour cette raison, la position  $r=a$  ne constitue pas le point faible. Avec 3-11, l'équation 3-10 devient

$$\begin{aligned} k_I &= 1.12 \frac{2}{\pi} \left( \frac{L}{a} \right)^{1/2} \left[ s_r(0) \int_0^1 \frac{dz'}{(1-z'^2)^{1/2}} + s_r' \frac{L}{a} \int_0^1 \frac{z' dz'}{(1-z'^2)^{1/2}} \right] \\ &= 1.12 \frac{2}{\pi} \left( \frac{L}{a} \right)^{1/2} \left[ s_r(0) \frac{\pi}{2} + s_r' \frac{L}{a} \right] = 1.12 \left[ s_r(0) \left( \frac{L}{a} \right)^{1/2} + s_r' \frac{2}{\pi} \left( \frac{L}{a} \right)^{3/2} \right] \end{aligned} \quad 3-12$$

Il est assez simple de calculer  $k_I$  et toutes ses propriétés dans cette forme linéarisée 3-12. Remarquons que le développement limité 3-12 revient à prendre une contrainte dépendant de L, intermédiaire entre la moyenne sur la profondeur et la valeur au fond de la fissure en  $z=L$ .

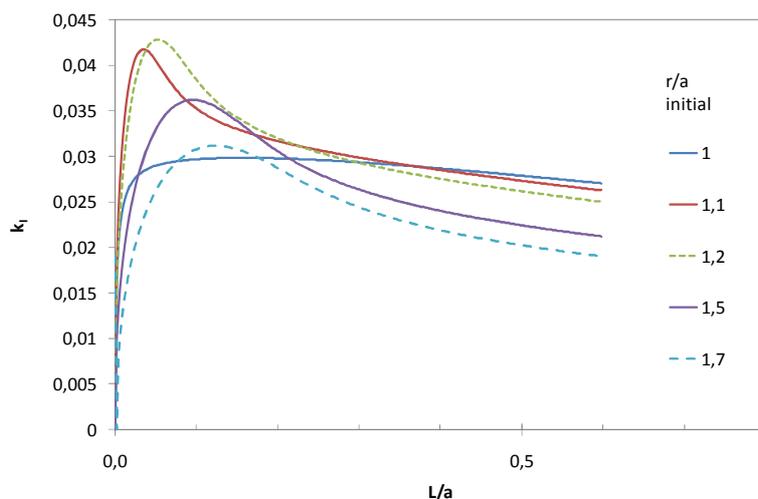
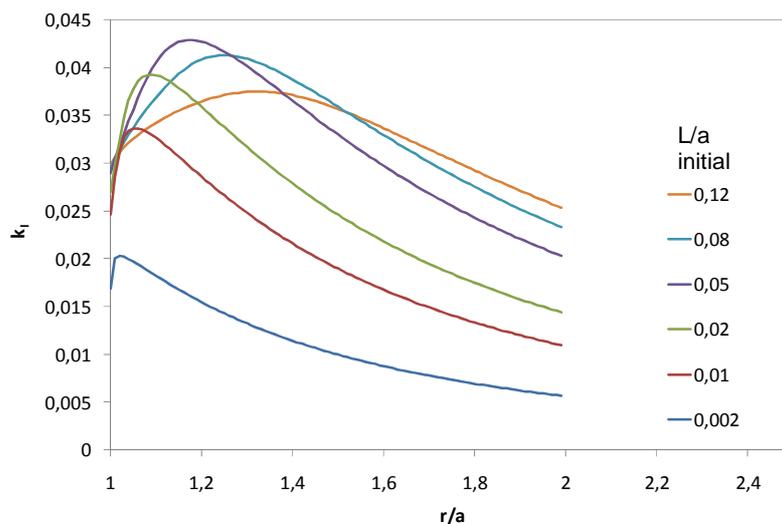
Les calculs font apparaître les "propriétés" sous-jacentes à la loi d'Auerbach :

- ✓ Quelle que soit la dimension de fissure en surface considérée ( $L \ll a$ ),  $k_I$  atteint un maximum lorsque r augmente puis  $k_I$  décroît. (Figure 22)
- ✓ Si l'on considère une position r donnée,  $k_I$  prend également une valeur maximale  $k_{I_{\max}}$  pour une longueur de fissure donnée  $L_c(r)$ , puis décroît. (Figure 23)
- ✓ Enfin, un maximum absolu de  $k_I$ , noté  $k_{I_{\max}}^*$  est atteint pour une position  $r^*$  et pour une longueur  $L_c^*$  données (Figure 24. Le maximum  $k_{I_{\max}}^*$  et la longueur  $L_c^*$  dépendent de  $\nu$ , de façon très importante (Figure 25). Seul le rayon  $r^*$  où le maximum est atteint reste de l'ordre de  $1.2 \times a$  quand  $\nu$  varie.  $k_{I_{\max}}^*$  vaut environ 0.041 pour  $\nu=0.17$ .

- ✓ La formation de la fracture conique, à partir d'une position  $r$ , correspond au passage du maximum de  $k_I$ . Quand  $k_I$  augmente, la propagation s'accélère ; lorsque  $k_I$  diminue, la propagation continue jusqu'à ce que  $K_I$  atteigne la valeur critique  $K_{Ic}$ .
- ✓ Les  $k_I$  calculés sont de l'ordre de 0,01, ce qui fait que l'énergie disponible pour fracturer, de l'ordre de  $k_I^2$ , n'est que de l'ordre de  $10^{-4}$  à  $10^{-3}$ . Le rapport élevé entre l'énergie mécanique déposée et l'énergie de surface de fracturation est ainsi mis en évidence.

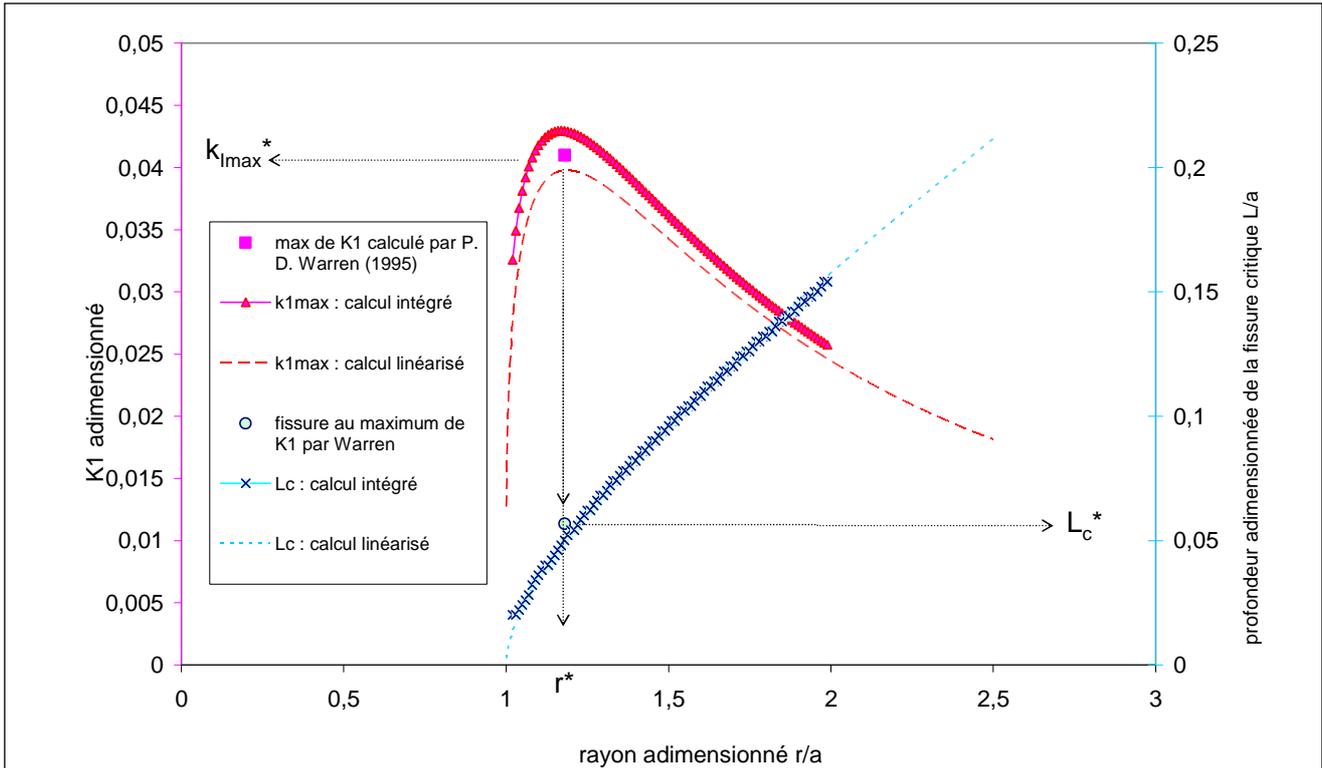
Ces éléments sont illustrés sur les figures suivantes.

**Figure 22 : facteur d'intensité des contraintes pour différentes profondeurs initiales de fissure  $L$ ,**  
cas de la silice  $\nu=0.17$ . Fissures supposées au départ circulaires, symétriques de révolution autour de l'axe de l'indenteur.  
*Calculs intégrés*



**Figure 23 : facteur d'intensité des contraintes en fonction de la longueur de fissure  $L$**

pour une position radiale de départ donnée, cas de la silice  $\nu=0.17$ . La fissure, axisymétrique, est supposée suivre les trajectoires de  $\sigma_3$ . Un maximum de  $k_I$ , noté  $k_{I\max}$ , est atteint pour chaque  $r/a$ , à une longueur  $L_c(r)$ .  
*Calculs intégrés*



**Figure 24 : facteur d'intensité des contraintes maximal et longueur critique de fissure.**

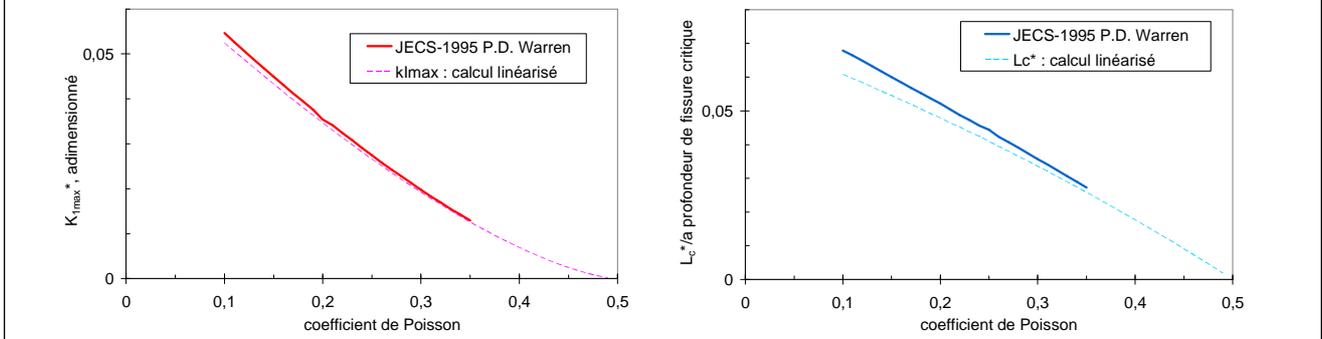
$k_{I_{max}}$  (à gauche, teintes rouges) et  $L_c$  (à droite, teintes bleues) en fonction de la position radiale initiale, cas de la silice  $\nu=0.17$ . Un maximum  $k_{I_{max}}^*$  est atteint pour une longueur  $L_c^*$  et un rayon  $r^*$ . Deux comparaisons sont effectuées.

D'une part, une bonne concordance est trouvée avec le  $k_{I_{max}}^*$  et  $L_c^*$  obtenus par Warren <sup>46</sup> : notons que la réf. 46 utilise une procédure censée tenir compte de l'effet de la fissure sur le champ élastique.

D'autre part, le calcul intégré (éq. 3-7) est mis en regard du calcul linéarisé (éq. 3-12). L'écart est très faible pour  $L_c$  et de l'ordre de 10% pour  $k_{I_{max}}$ .

**Figure 25 : résultats du calcul linéarisé pour  $k_{I_{max}}^*$  et  $L_c^*$**

en fonction du coefficient de Poisson  $\nu$  ; la bonne adéquation avec Warren <sup>46</sup> démontre le potentiel du calcul linéarisé.



La forte dépendance dans le coefficient de Poisson mérite d'être notée. Bien souvent, des écarts sont mis en évidence entre différents matériaux : une des explications génériques est portée par  $\nu$ .

Mais, en définitive, qu'est-ce que la constante d'Auerbach ? Pour répondre à cette question, explorons un peu plus l'effet de l'indentation sur les microfissures présentes en surface.

### 3.1.2.4 Cas de différentes fissures initiales en surface

Dans l'expérience de la Figure 18,  $a$  est d'environ  $4 \mu\text{m}$ . Les fissures critiques qui seraient le plus sollicitées par l'indentation ont donc un  $L_c$  d'environ  $0.05 \times 4 \mu\text{m} = 200 \text{ nm}$ . Avec les données de la Figure 18 ( $P=0.5 \text{ N}$ ), en supposant applicable la théorie linéaire, le  $K_I$  subi par une telle fissure à  $r=1.2a$  serait  $K_I = k_{I\text{max}} p_0 (\pi a)^{1/2} = 1.2 \times 10^6 \text{ Pa}\cdot\text{m}^{1/2}$ . C'est largement supérieur au  $K_{Ic}$  connu de la silice. Mais il s'agit là de la profondeur d'une fissure ayant déjà la symétrie circulaire. Qu'en est-il des microfissures présentes au départ ?

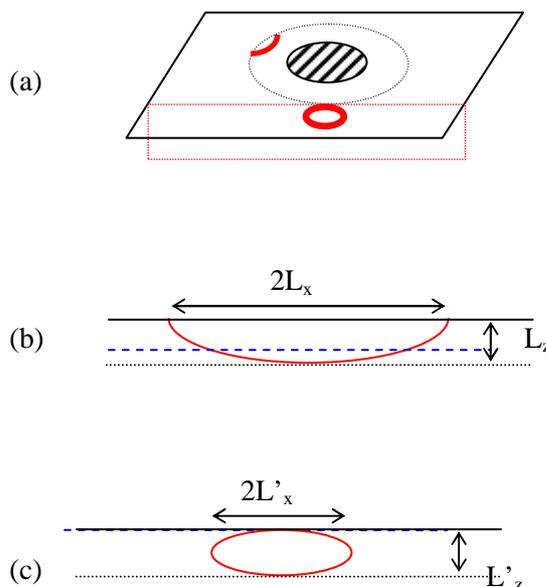
Dans le champ axisymétrique hertzien, nous allons supposer qu'une microfissure, présente en surface suite au polissage, est orientée perpendiculairement à un rayon comme représenté sur la Figure 26. Pour une forme semi-elliptique (Figure 26 cas b) subissant une contrainte d'ouverture  $\sigma$ , le facteur d'intensité des contraintes est tabulé<sup>26</sup> et vaut

$$k_I = \frac{K_I}{\sqrt{\pi a} p_m} = 1.12 \frac{\sigma}{p_m} \left( \frac{L_z}{a} \right)^{1/2} \left[ 1 - 0.36 \frac{L_z}{L_x} \right] \text{ avec } \frac{L_z}{L_x} < 1 \quad 3-13$$

Si  $K_I > K_{Ic}$  pour une fissure initialement présente, il est visible que la forme 3-13 permet de prédire la propagation de la fissure suivant un cercle autour de l'indenteur. En première approche, nous supposons que cette propagation se fait à  $r$  constant. Le champ  $\sigma$  ne changeant pas, si  $L_z$  est constant, l'accroissement de  $L_x$  crée un accroissement de  $K_I$  donc l'accélération. La question est donc : quelle valeur faut-il prendre pour  $\sigma$  ?

**Figure 26 : schéma des microfissures en surface.**

(a) Le disque hachuré est l'aire de contact de l'indenteur. La demi-ellipse rouge, de demi-axes  $L_x$  en surface et  $L_z$  en profondeur (b), ou l'ellipse enfouie (c), sont perpendiculaires au rayon et à la surface ; la ligne rouge figure l'extrémité de la fracture initiale. La largeur de la fissure est négligeable (cas Figure 16). En bleu, la cote  $z$  du  $\sigma_{\text{moyen}}$  pris pour estimer  $k_I$ .



Les calculs de Warren et collègues<sup>48,49</sup> ont été menés dans une configuration semblable, et peuvent nous guider. Les deux références semblent cependant contradictoires l'une à l'autre. Elles indiquent toutes deux une augmentation de la moyenne  $K_I$  lors de la croissance de  $L_x$ . Mais la première<sup>48</sup> indique que  $K_I$  décroît en surface lors de la propagation alors que la seconde<sup>49</sup> trouve que l'ellipticité accrue entraîne un maintien du maximum de  $K_I$  près de la surface, ce qui semble plus logique. Tout compte fait, les  $K_I$  obtenus par Warren et collègues restent inférieurs à celui de la fissure axisymétrique calculée au § précédent, et tendent vers cette valeur (éq. 3-12) lorsque  $L_x$  augmente. Nous prendrons donc pour le cas b :

$$\frac{\sigma}{p_m} = s_r(0) + s_r' \frac{2}{\pi} \left( \frac{L_z}{a} \right) \quad 3-14$$

De 3-13 et 3-14, nous extrayons

$$k_I = 1.12 \left( s_r(0) + s_r' \frac{2}{\pi} \left( \frac{L_z}{a} \right) \right) \left( \frac{L_z}{a} \right)^{1/2} \left[ 1 - 0.36 \frac{L_z}{L_x} \right] \quad 3-15$$

qui tend vers l'équation 3-12 quand  $L_x \gg L_z$ , en particulier quand la fissure fait le tour de l'indenteur. Les applications numériques seront d'ailleurs faites pour  $L_x = L_z$  (fissure en demi-disque), dont le facteur d'intensité des contraintes s'écrira :

$$k_I = \frac{1.32}{\sqrt{\pi}} \left( s_r(0) + s_r' \frac{2}{\pi} \left( \frac{L_z}{a} \right) \right) \left( \frac{L_z}{a} \right)^{1/2} \quad 3-16$$

Dans l'autre cas envisagé (c), celui d'une fissure elliptique enfouie,  $K_I$  est dominé par la situation en haut de l'ellipse. Or la contrainte est beaucoup plus importante près de la surface qu'au dessous. Et dès que la fissure du cas (c) se propage, elle se transforme dans le cas b. Pour évaluer cet évènement, nous prendrons donc simplement le  $\sigma$  en surface, appliqué à une fissure elliptique enfouie. D'où :

$$k_I = s_r(0) \left( \frac{L'_z}{2a} \right)^{1/2} \left[ 1 - 0.36 \frac{L'_z}{2L'_x} \right] \quad 3-17$$

pour le cas Figure 26c. Pour simplifier, nous prendrons une fissure enfouie correspondant au cas de la fissure ouverte également calculé. Si le cas (c) n'évolue qu'en surface, le rayon de courbure reste constant en profondeur. La fissure qui évolue vers une fissure ouverte telle que  $L_x = L_z$  est une fissure en forme de disque ("penny-shape") dont le facteur  $k_I$  s'écrit

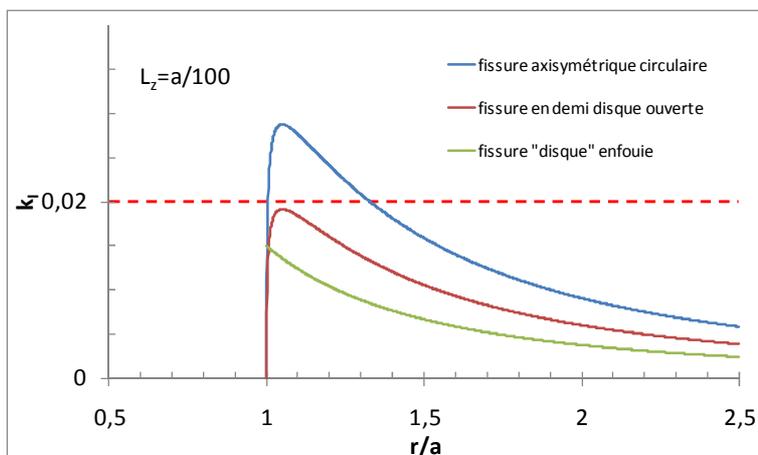
$$k_I = \frac{2}{\pi} s_r(0) \left( \frac{L'_z}{2a} \right)^{1/2} \quad 3-18$$

Reprenons la valeur de  $k_{Ic}$  établie pour les conditions expérimentales de la Figure 18 ( $P=0.5$  N et  $R=10$   $\mu$ m). Compte tenu des grandeurs connues pour la silice,  $K_{Ic}$  est atteint quand  $k_I$  vaut  $k_{Ic}=0.020$ . Si le  $k_I$  calculé pour une fissure est supérieur à 0.02, elle se propage. S'il s'agit d'une fissure enfouie, elle s'ouvre en surface, s'il s'agit d'une fissure de surface, native ou provenant de l'ouverture d'une fissure enfouie, elle se propage en cercle autour de l'indenteur. Et quand elle s'est transformée en fissure axisymétrique, son  $k_I$  est encore fort, donc elle se propage suivant la trajectoire discutée au §3.1.2.3. Les figures ci-dessous illustrent ce comportement.

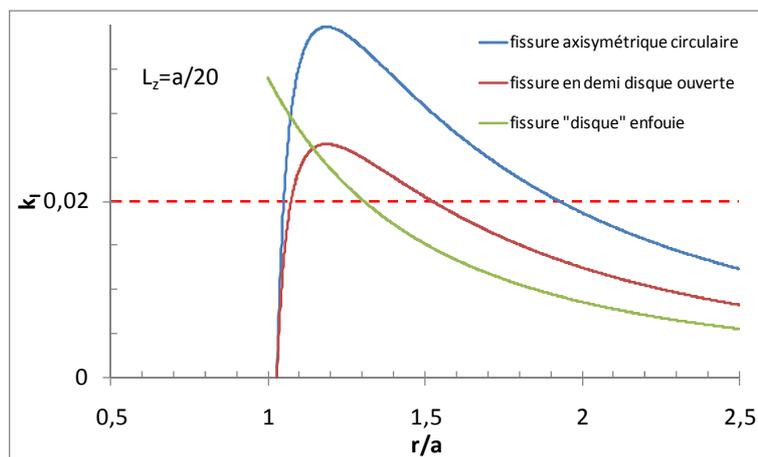
**Figure 27 :  $k_I$  pour différentes profondeurs de microfissures initiales,**

avec les conditions de la Figure 18 ( $P=0.5$  N,  $R=10$   $\mu$ m).

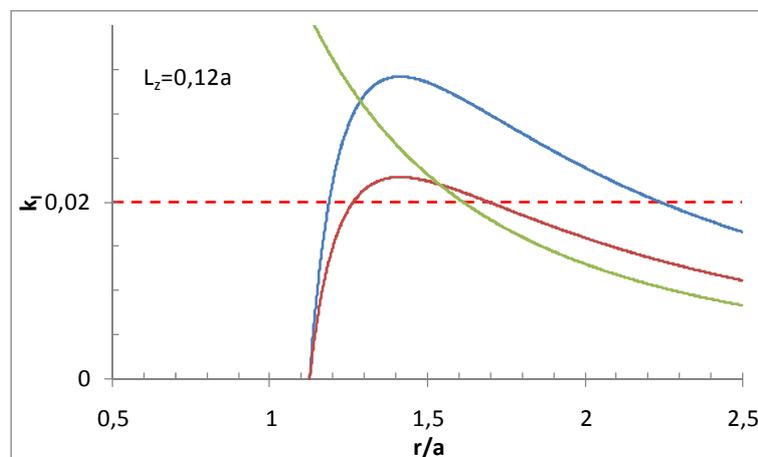
Pour  $L_z=a/100$ , quelle que soit la position  $r$ ,  $k_I$  reste inférieur à 0.02 : la fissure initiale ne bouge pas.



Le cas  $L_z=0.05a$  correspond à la longueur critique  $L_c^*$  (cf. Figure 24). Entre  $r/a=1$  et 1.27 la fissure enfouie se transforme en fissure ouverte. Entre 1.07a et 1.52a la fissure ouverte, se propage, se transformant en fissure axisymétrique dont le  $k_I$  est encore supérieur. Le cône se forme. La propagation tend à ramener la fissure à  $r/a = 1.17 = r^*$ . Une fissure enfouie de longueur  $L_c/a=0.02$  positionnée initialement à  $r/a=1.13$  suffit à démarrer un cône à  $r^*$ .



$L_z=0.12a$  est la longueur critique à 1.7a, rayon qui correspond à la Figure 18. Les fissures, enfouies ou ouvertes, se propagent, environ de  $r/a=1.2$  à  $r/a=1.7$  où  $k_I$  vaut 0.02 pour la fissure ouverte : elle se propage. Comme la fissure enfouie a un  $k_I$  inférieur à 0.02, soit la fissure est initialement ouverte, de profondeur 0.12a (environ 500 nm), soit elle est fermée mais plus profonde (0.15a = 600  $\mu$ m environ). Une fois que la fissure circulaire est formée, elle se propage en cône.



*Calculs réalisés avec formules linéarisées.*

**Figure 28 : propagation de fissures avec différents rayons initiaux.**

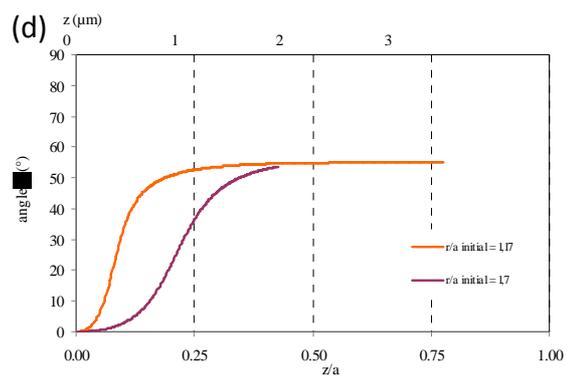
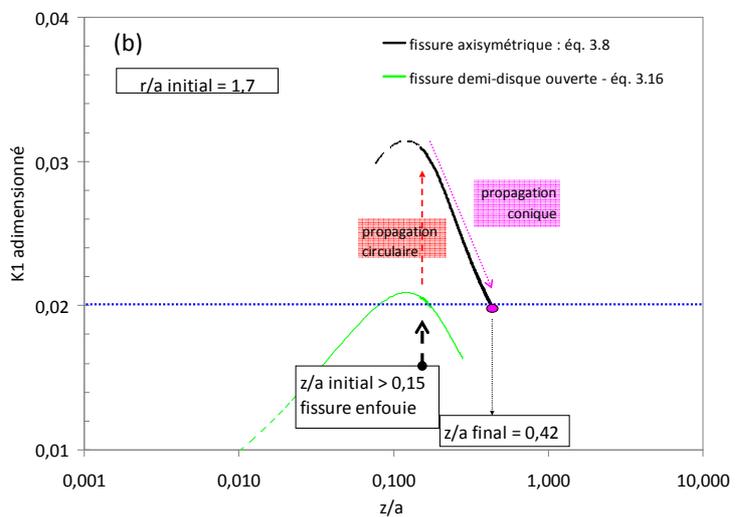
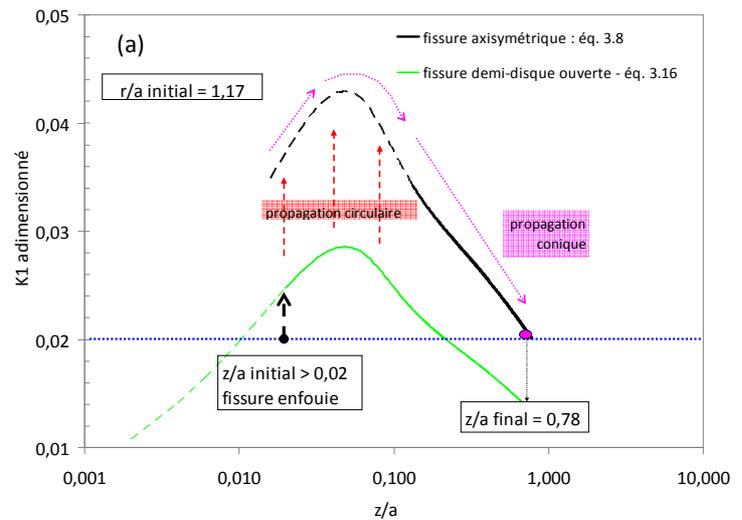
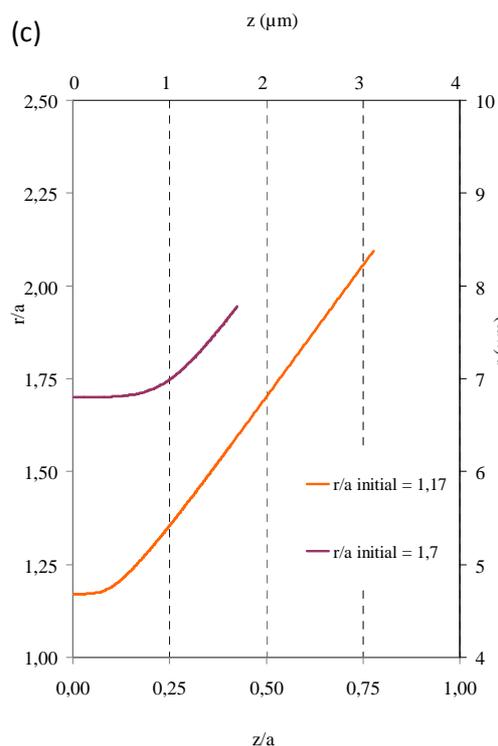
Une petite fissure en surface (Figure 26), issue d'une fissure enfouie, se propage circulairement puis en cône. Suite de la Figure 27. Cas  $P=0.5\text{ N}$ ,  $R=10\ \mu\text{m}$

(a)  $r_{\text{initial}}=1.17a=r^*$  ; des fissures entre 100 nm et 800 nm de profondeur peuvent former des cercles puis des cônes.

(b)  $r_{\text{initial}}=1.7a$  est le cas de la Figure 18 ; la présence d'une fissure enfouie de 600 nm de profondeur, ou ouverte de 500 nm, est nécessaire pour former la fracture observée Figure 18.

(c) les deux trajectoires avec la correspondance en distances réelles. Pour  $r_{\text{initial}}=1.7a$ , la trajectoire est très proche de l'observation (Figure 18)

(d) l'angle  $\phi$  des deux trajectoires.



Le calcul de la trajectoire du cône pour un rayon initial  $r/a=1.7$  correspond très bien à l'observation faite Figure 18. La trajectoire est bien reproduite, et l'extension de la fissure en profondeur également (Figure 28c). Cette observation est possible s'il existe une microfissure de la bonne dimension au départ, 500 à 600 nm, et si une (ou plusieurs) autre(s) microfissure ne s'est pas propagée auparavant en cône, en particulier dans la zone de plus forte sollicitation autour de  $r/a=1.17$ .

Cependant, la plupart des indentations avec même rayon de sphère et même force ont donné des fractures circulaires dans la gamme de rayon  $r/a=1.1$  à  $1.3$ , soit dans la zone de plus fort  $k_I$ . Les fissures initiales doivent faire au moins 80 nm de profondeur. L'apparition fréquente du phénomène justifie l'hypothèse de l'existence de fissures bien orientées (Figure 26).

La densité de ces microfissures peut également être estimée. Pour que les fissures coniques apparaissent régulièrement, il convient que la zone de fort  $k_I$  contienne plus d'une fissure bien orientée, donc disons une dizaine de fissures d'orientation aléatoire. Cette zone a une surface de l'ordre de  $a^2$ , qui vaut environ  $10^{-7}$  cm<sup>2</sup>. Il est donc possible d'estimer à  $10^8$  cm<sup>-2</sup> la densité de ces microfissures de 50 nm de longueur caractéristique.

Ces sites fracturés autour de l'empreinte ont été observés systématiquement en microscopie à contraste interférentiel ; parfois, mais rarement, la propagation conique a été mise en évidence par des interférences. Cependant, la non-observation n'implique pas la non-présence de la fracture conique. L'analyse ci-dessus tend même à montrer que la présence de la fissure circulaire implique la présence sous-jacente de la fracture conique. C'est donc ce critère qui a été retenu pour la détection d'un cône par observation au microscope optique (cf. §4.3.2). Notons qu'il a été remarqué sur la silice que les fractures hertziennes étaient difficiles à observer<sup>51</sup>, contrairement au cas du verre sodocalcique.

Il reste une difficulté : le calcul effectué en mécanique linéaire de la rupture ne tient pas compte d'un phénomène majeur, la densification irréversible qui donne lieu à l'empreinte. La synthèse des connaissances sur ce sujet est présentée au §3.2. Nous verrons ensuite au §3.4 s'il est possible d'amender les calculs ci-dessus.

Avant de quitter momentanément les fractures hertziennes, repassons quelques instants sur la loi d'Auerbach.

### 3.1.2.5 Discussion sur la loi et la "constante" d'Auerbach

La loi d'échelle 3-9 indique que la mécanique de la rupture selon Griffith entraîne la loi d'Auerbach ainsi que Roesler l'avait argumenté<sup>38</sup>. Mais existe-t-il une constante A ? Il semblerait plutôt que le rapport de proportionnalité entre  $K_{Ic}$  et  $\sqrt{\frac{P}{R}}$ , ou autrement dit entre  $\Gamma_{Ic}$  et  $\frac{P}{R}$ , dépendent du phénomène auquel on s'intéresse, et de son seuil de détection, mais également de la population de défauts préexistante. La constante A est proportionnelle à  $\Gamma_{Ic}$  mais elle varie avec les paramètres suivants :

- ✓ Si l'on considère l'apparition d'un cône quel que soit  $r_{initial}$  ou celle d'une fissure circulaire naissant en  $r^*$ ,
- ✓ S'il existe une population importante de fissures perpendiculaires à la surface, ou si toutes sont orientées en biais
- ✓ Si l'on s'intéresse au premier évènement de fissuration, ou si l'on prend plutôt le  $\frac{P}{R}$  moyen.
- ✓ A est inversement proportionnelle à  $E^*$ . Puis le module de l'indenteur est élevé, plus A est petit.

Par ailleurs, la détermination de A demande l'existence de microfissures de la bonne taille. Même si l'on travaille avec des surfaces abrasées, les microfissures sont inconnues en général : il convient de faire varier R pour s'assurer que l'on a bien atteint le régime "d'Auerbach".

<sup>51</sup> Benbow, J. J. , "Cone Cracks in Fused Silica", *Proc. Phys. Soc.* **75** 697 (1960)

Mettons-nous dans le cas où l'évènement observé est la formation d'une fissure circulaire axisymétrique, à partir d'une fissure enfouie évoluant en une fissure en demi-disque ouverte (Figure 28a et cas  $L_z=0.05a$  de la Figure 27). Nous nous intéressons au premier évènement : le seuil de fissuration, à supposer qu'il y ait une probabilité suffisante de l'observer. Alors il est possible d'exprimer A, à l'aide de 3-9, 3-15 et du maximum de  $k_I$ , noté  $k_{I_{max}}$ \*, obtenu sur la Figure 24 :

$$K_{Ic} = \frac{1,32}{1,12\sqrt{\pi}} k_{I_{max}} * \sqrt{\frac{P}{R}} \sqrt{\frac{4E*}{3\pi}}$$

d'où

$$A = \frac{K_{Ic}^2}{E* (k_{I_{max}} *)^2} \frac{3\pi^2}{4 \times 1,18} = \Gamma_{Ic} \frac{E}{(1-\nu^2) E* (k_{I_{max}} *)^2} \frac{3\pi^2}{4 \times 1,18} \quad 3-19$$

$$A \approx 3.0 \times 10^4 \text{ N/m}$$

valeur qui peut être comparée aux différentes déterminations expérimentales.

Nous verrons au §3.4 que nos mesures ne sont pas en désaccord avec cette valeur théorique de  $3.10^4 \text{ N/m}$ , qui correspond à  $P=0.3 \text{ N}$ . Pour ce paramètre le  $k_{Ic}$  adimensionné vaut 0.025 (cf. Figure 27). À 0.5 N, le seuil est largement dépassé : dans les conditions de la Figure 18, nous constatons des fractures coniques assez systématiquement (cf. également §4.3.2). Nos indentations ont été réalisées sous air, ce qui peut induire une fissuration sous critique, et donc militer pour l'utilisation d'un moindre  $K_I$ . Dans ce cas, la correspondance entre la prédiction 3-19 et l'expérience serait fortuite. Notons que dans notre interprétation, le seuil concerne des microfissures qui sont fermées au départ, donc inaccessibles à la vapeur d'eau. L'utilisation de  $K_{Ic}$  avec notre interprétation semble alors légitime. Mais, les fissures réelles peuvent être ouvertes ; des expériences ont d'ailleurs montré qu'une variation de vitesse d'enfoncement avait un effet sur le seuil de fracturation.

Ce seuil 3-19 est d'un facteur 3 inférieur à la constante A annoncée dans la réf. 35 ( $A=9.2 \cdot 10^5 \text{ N/m}$ ), qui a été tirée des mesures de Lawn *et al.*<sup>25,34</sup> réalisées dans différentes conditions atmosphériques, et en particulier dans le vide. L'écart avec notre valeur théorique (éq. 3-19, calculée dans le vide également) n'est pas expliqué par l'utilisation de matériaux indenteurs différents, car E\* est semblable (à 5 % près) pour le diamant et pour le carbure de tungstène utilisé par Lawn *et al.* La lecture des réf. 25 et 34 montre tout d'abord que les auteurs n'annoncent pas avoir mesuré A. Un seul rayon de sphère a été utilisé, 6.5 mm, plus grand que ceux avec lesquels A a pu être obtenu pour du verre sodocalcique<sup>52</sup>. De même, une seule qualité de surface a été testée : toutes les surfaces ont été préparées avec du papier SiC-600 qui, d'après les auteurs, produit une profondeur de fracture de 12  $\mu\text{m}$ . Le verre sodocalcique également étudié dans la réf. 34 (avec une sphère de carbure de tungstène) donne un P/R de  $1.68 \times 10^5 \text{ N/m}$  sous vide, alors que l'étude pour différentes valeurs de R (sphères d'acier) de la réf. 52 donne  $A=10^5 \text{ N/m}$ .

L'essentiel de l'écart provient probablement de la recherche d'un évènement différent. Dans la réf. 34, on cherche à détecter un cône assez marqué, qui s'est propagé à une distance supérieure à a. Il est probable, compte tenu des conditions d'observation, qu'une longueur de fissure de plusieurs fois a est nécessaire, d'autant plus que a est petit devant le rayon de la sphère ( $a/R \sim 1/20$ ). Au contraire, le seuil 3-19 donne lieu à une fissure très courte : s'étendant à 0.4a en profondeur, et de 0.4×a en rayon. Si l'on cherche une fissure longue de deux fois le rayon de contact a, il faut utiliser un poids trois fois plus élevé. Par ailleurs, le seuil n'est rencontré réellement que lorsqu'il se trouve une microfissure elliptique de bonne profondeur (environ 0.05×a) bien positionnée (à  $r/a = 1.17$  et orthogonale au rayon). Dans les expériences de la réf. 34, ces conditions ne sont peut-être pas réalisées.

<sup>52</sup> Langitan, F. B., Lawn, B. R., "Hertzian fracture experiments on abraded glass surfaces as definitive evidence for an energy balance explanation of Auerbach's law", *J. App. Phys.*, **40** 4009-4017 (1969)

Notons cependant qu'un résultat important de la réf. 34 concerne l'effet de l'environnement sur le seuil de fracturation conique. L'évolution constatée de P/R est compatible d'une variation de  $K_I$  avec la vapeur d'eau. L'éq. 3-19 prédit une variation de A d'un facteur 2.3 lorsque  $K_I$  passe de 0.76 à 0.5 : une variation semblable est retrouvée expérimentalement par Lawn *et al.*<sup>34</sup>. Comme nous n'avons pas réalisé d'essai en atmosphère sèche, nous ne pouvons pas conclure sur ce point pour l'instant.

Indépendamment de l'interprétation à donner à la mesure du seuil, l'amorçage de fissures hertziennes est le signe de la présence de microfissures, dont la dimension est connue (environ  $0.02 \times a$  soit 80 nm pour  $R=10 \mu\text{m}$  et  $P=0.5 \text{ N}$ ). Ceci est une information très importante pour la prédiction quantitative de l'endommagement laser. Concernant le test hertzien, il apparaît que le résultat serait plus facile à interpréter et plus fidèle s'il était exprimé en termes de statistique d'amorçage. De même que nous avons remplacé la recherche de seuil d'endommagement laser par la caractérisation de densités de dommages fonction de la fluence (§2), ne devrions nous pas tenter d'établir des densités de fissuration hertzienne en fonction de la force d'indentation ? Mais avant d'envisager un jour un tel raffinement, il convient de ne pas négliger l'autre phénomène mécanique important pour la surface de silice : la densification irréversible. Après l'avoir présenté au §3.2, nous reviendrons aux résultats expérimentaux d'amorçage et de propagation des fractures hertziennes (§3.3). Puis nous nous intéresserons à la compétition entre fracturation et densification (§3.4).

### 3.2 Densification irréversible de la silice

La silice se comprime élastiquement pour des pressions  $p$  inférieures à 10 GPa environ. Mais, au delà de ce seuil, une compression hydrostatique à température ambiante entraîne une densification irréversible, décrite par Bridgman en 1953<sup>53,54</sup>. Ramenée à pression ambiante, la silice conserve sa forte densité, qui peut atteindre 1.2 fois sa densité normale, qu'elle ne retrouve qu'après un recuit à haute température. Un demi-siècle après les travaux fondateurs de Bridgman, de nombreuses questions se posent toujours sur la structure, la stabilité et la dynamique de formation de ce que l'on nomme parfois « phase amorphe de haute densité » (AHD). Deux résultats expérimentaux récents<sup>55,56</sup> donnent accès à ce domaine extrêmement disputé. Au niveau des liaisons atomiques, les deux signatures importantes du processus de densification sont probablement un aplatissement de l'angle des liaisons Si-O-Si<sup>57</sup> et un élargissement de la distribution du nombre de Si dans une boucle Si-O-Si-O-...<sup>57,58</sup>, mis en évidence par des calculs de dynamique moléculaire. Nous n'aborderons pas ici la question de la structure.

Une densification irréversible de la silice est également observée sous la pointe d'un indenteur, par exemple lors des mesures de dureté, c'est-à-dire de résistance à l'enfoncement d'une pointe anguleuse généralement en diamant (Knoop, Vickers, Berkovich, etc...<sup>26</sup>). Dans ce cas, la compression du matériau n'est pas hydrostatique : nous l'avons vu plus haut avec les indentations hertziennes. La densification est aidée par les contraintes de cisaillement<sup>59,60</sup>, dont l'on tient compte par  $q$  la norme du déviateur des contraintes :

$$q = \sqrt{\frac{3}{2} \left| \sigma_{ij} - \begin{bmatrix} p & 0 & 0 \\ 0 & p & 0 \\ 0 & 0 & p \end{bmatrix} \right|^2}$$

avec

3-20

$$p = -\frac{1}{3} \sum_i \sigma_{ii}$$

Il n'existe pas encore aujourd'hui de modèle physique communément admis tenant compte à la fois de la densification et de la déformation plastique. Kermouche *et al.*<sup>61</sup> ont proposé pour la silice une loi de comportement qui inclut les contributions de  $p$  et de  $q$ , et également un effet de durcissement lié à

<sup>53</sup> Bridgman, P. W., Simon, I., "Effects of Very High Pressures on Glass" *J. Appl. Phys.* **24**, 405 (1953)

<sup>54</sup> Zha, C.-S., *et al.*, "Acoustic Velocity and refractive index of SiO<sub>2</sub> glass to 57,5 GPa by Brillouin scattering", *Phys. Rev. B*, **50** 13105 (1994)

<sup>55</sup> Rouxel T., Ji H., Hammouda T., Moreac A., "Poisson's Ratio and the Densification of Glass under High Pressure" *Phys. Rev. Lett.* **100**, 225501 (2008),

<sup>56</sup> Champagnon B., C. Martinet, M. Boudeulle, D. Vouagner, C. Coussa, T. Deschamps, L. Grosvalet "High pressure elastic and plastic deformations of silica: In situ diamond anvil cell Raman experiments" *Journal of Non-Crystalline Solids* **354** 569–573 (2008)

<sup>57</sup> Davila, L. P., *et al.* "Transformations in the Medium-Range Order of Fused Silica under High Pressure", *Phys. Rev. Lett.*, **20** 205501 (2003)

<sup>58</sup> Barmes, F., Soulard, L., Mareschal, M., "Molecular dynamics of shock-wave induced structural changes in silica glasses", *Phys. Rev. B*, **73** 224108 (2006)

<sup>59</sup> Perriot A., D. Vandembroucq, E. Barthel, V. Martinez, L. Grosvalet, Ch. Martinet, B. Champagnon, "Raman Microspectroscopic Characterization of Amorphous Silica Plastic Behavior", *J. Am. Ceram. Soc.* **89** 596 (2006)

<sup>60</sup> Shorey A., K. Xin, K. H. Chen, and J. C. Lambropoulos, "Deformation of Fused Silica: Nanoindentation and Densification," *Proc. SPIE*, 3424, 72–81(1998)

<sup>61</sup> Kermouche G., E. Barthel, D. Vandembroucq, Ph. Dubujet "Mechanical modelling of indentation-induced densification in amorphous silica" *Acta Materialia* **56** 3222–3228 (2008)

la densification. La densification apparaît dès que l'on a atteint une limite d'écoulement" définie par  $f(\sigma_{ij}) = 0$  avec :

$$f(\sigma_{ij}) = \left(\frac{q}{q_c}\right)^2 + \left(\frac{p}{p_c}\right)^2 - 1 \quad 3-21$$

où  $q_c$  et  $p_c$  sont respectivement la limite d'écoulement dans un champ déviatorique pur ( $p=0$ ) ou hydrostatique pur ( $q=0$ ). Dès que  $f=0$  est atteint, le matériau s'écoule et se densifie. La vitesse de compression irréversible, est proportionnelle à la pression isostatique :

$$\frac{d}{dt} \left( \frac{\rho - \rho_0}{\rho} \right) \propto 2 \left( \frac{q_c}{p_c} \right)^2 p \quad 3-22$$

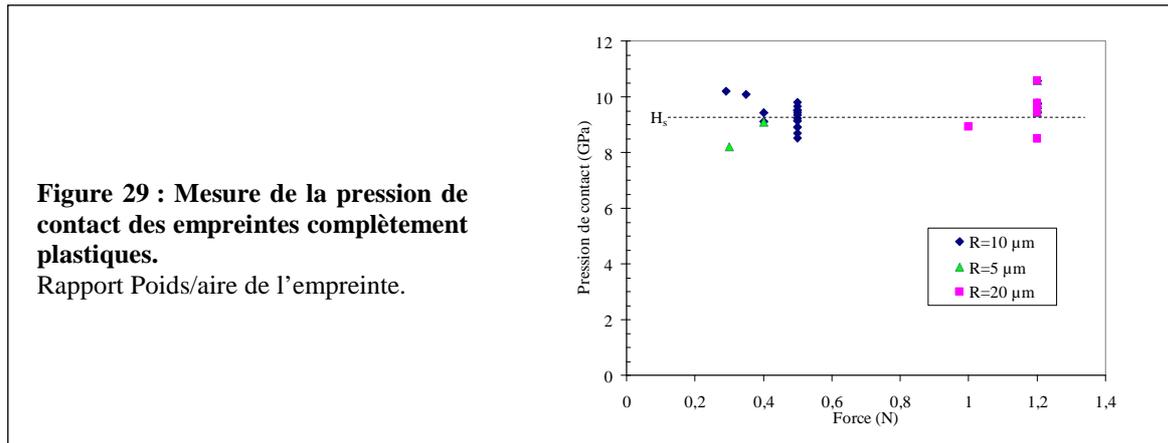
Si le critère  $f=0$  est atteint, le matériau se densifie dès que  $p \neq 0$ . Le modèle suppose également que, lorsque la densité augmente, la pression seuil  $p_c$  s'accroît.

$$p_c(\rho) = p_c(\rho_0) + \frac{1}{3} \zeta \frac{\rho - \rho_0}{\rho} \quad 3-23$$

En revanche, l'accroissement de densité ne crée aucune augmentation de  $q_c$  dans ce modèle. La restitution d'une courbe expérimentale force-enfoncement d'une pointe Vickers a permis de fixer les paramètres suivants :  $q_c=6.5$  GPa ;  $p_c=11.5$  GPa ;  $\zeta=100$  GPa. Notons qu'un autre type de loi de comportement a été proposé par Lambropoulos *et al.*<sup>60</sup>, mais ne comportant pas d'effet de durcissement dû à l'augmentation de pression.

Suite à une discussion au sujet de nos essais, des calculs d'éléments finis ont été commencés par les auteurs de la réf. 61 pour restituer les indentations sphériques. En attendant de pouvoir exploiter ces nouveaux résultats, nous pouvons déjà exprimer les données de  $p$  et  $q$  pour une indentation, en se fondant dans un premier temps sur l'approximation hertzienne. Les valeurs les plus grandes sont atteintes sur l'axe de symétrie. La pression isostatique atteint un maximum en  $z=0$  qui vaut  $(1+\nu)p_m$ . À cet endroit,  $q$  vaut de l'ordre de  $0.5 \times p_m$  pour la silice. Le maximum de  $q$  est atteint vers  $z/a=0.45$  et vaut environ  $p_m$ . Pour un poids de  $0.5$  N avec le rayon  $R=10\mu\text{m}$ , le calcul hertzien donneraient  $p$  et  $q$  à la surface valant environ  $13.1$  et  $5.6$  GPa. Ce point, très au-delà de l'isodensité  $1.2 \times \rho_0$  du modèle, n'est pas atteint en fait. Lorsque la position ( $p,q$ ) passe la ligne de densification, le calcul hertzien n'est plus utilisable sous l'indentateur. Deux pages plus loin, la Figure 31 permettra de visualiser différents états de la silice dans un plan ( $p,q$ ).

Lors d'un contact plastique, pour une géométrie donnée, le rapport poids/aire de contact est constant en première approximation. Ce rapport a la dimension d'une pression : c'est la pression isostatique nécessaire pour faire fluer le matériau. Elle est inférieure à la pression hydrostatique qui conduit à la densification dans une enclume. Pour le contact sphérique, comme pour l'indentation par des pointes Vickers ou Berkovich, la densification résulte de l'effet conjoint de la compression et du cisaillement. Dans le cas de nos indentations sphériques ce rapport vaut de l'ordre de  $9.3 \pm 0.4$  GPa (incertitude donnée à 1 écart-type), comme nous avons pu le mesurer sur quelques dizaines d'indentations : les mesures sont rassemblées sur la Figure 29. Cette grandeur, qui se rapproche de la dureté Brinell, sera appelée dureté « sphérique » et notée  $H_s$ . Compte tenu d'un cisaillement beaucoup plus faible que dans le cas des diamants taillés en pointe,  $H_s$  est plus élevée que la dureté Vickers. Cela paraît une valeur plus adaptée à une compression locale sans singularité.



Sur la Figure 31, le tracé de  $p$  et  $q$  (hertziens) sous l'indenteur croise le seuil de densification pour  $p \sim H_s = 9.3$  GPa. Cela correspond à  $p_m = 8$  GPa, et  $P = 180$  mN pour  $R = 10$   $\mu\text{m}$ . Pour ce poids, l'empreinte serait très petite. Expérimentalement, nous n'avons constaté d'empreinte systématique qu'à environ 300 mN. En effet, c'est alors que la pression de contact hertzienne dépasse  $H_s$ . Au-delà de ce poids, l'aire de contact se confond avec l'empreinte.

Une combinaison de cisaillement et de compression isostatique est également à l'œuvre lors de la propagation d'ondes de choc<sup>62,63</sup> dans les solides. Ce phénomène est très important pour la compréhension du processus d'endommagement laser, comme nous le verrons au chapitre suivant (§4). Nous nous référons ici aux mesures dynamiques de Sugiura et coll.<sup>64</sup> sur la silice (Figure 30). D'autres études expérimentales sont disponibles, dont certaines réalisées au CEA<sup>65,66</sup> : leurs résultats sont compatibles avec ceux de la réf. 64. Pour les faibles contraintes longitudinales  $\sigma_x$  (propagées sur un axe  $x$ ), la vitesse du son diminue quand la contrainte augmente. Les chocs discontinus n'apparaissent qu'au-delà du minimum de vitesse du son, pour  $\sigma_x > 2.3$  GPa (NB : pour les chocs plans, dans la suite du texte, il s'agit de la valeur absolue  $|\sigma_x|$ ). La silice conserve un comportement élastique jusqu'à la limite élastique d'Hugoniot (HEL) qui vaut de l'ordre de 9 GPa. Au-dessous de l'HEL, la silice se comporte comme un solide élastique : le choc propage une déformation uniaxiale, et non une pression isotrope. La vitesse du choc  $D$  est pratiquement constante sur toute cette gamme :  $D$  est de l'ordre de 5 km/s. Au-delà de l'HEL, la silice subit une transition vers un état densifié. Après décompression, une densification irréversible est mesurée, de l'ordre de +12% pour  $\sigma_x = 16$  GPa<sup>67</sup>. Au-delà de l'HEL, il a été observé une structure à 2 chocs : le premier transporte la contrainte de l'HEL, et le second, moins rapide, densifie la silice. Dans ces expériences, l'état mécanique du matériau, solide ou fluide, est mal connu.

Jusqu'à l'HEL, pour une contrainte  $\sigma_x$  donnée, on peut calculer les termes de compression isostatique et de cisaillement :

<sup>62</sup> Thouvenin, J., *Détonique*, Eyrolles, Paris (1997)

<sup>63</sup> Zel'dovich, Ya. B., & Raizer, Yu. P., *Physics of shock waves and high temperature hydrodynamic phenomena*, Academic Press, New York (1966).

<sup>64</sup> Sugiura, H., Kondo, K., Sawaoka, A., "Dynamic response of fused quartz in the permanent densification region", *J. Appl. Phys.*, Vol. **52**, 3375-3382 (1981).

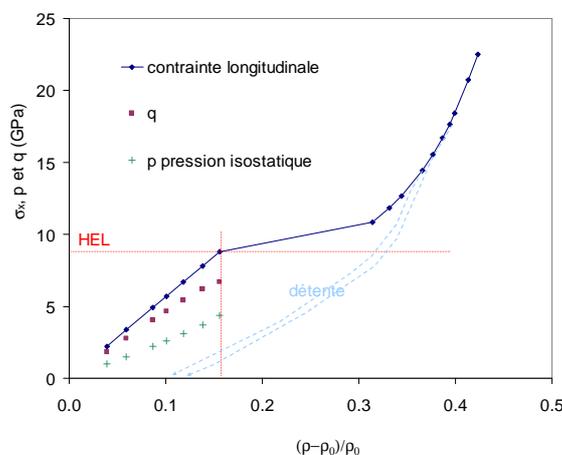
<sup>65</sup> Malaise F., J.-M. Chevalier, I. Bertron, F. Malka "Investigation of fused silica dynamic behavior", *J. Phys. IV France* **134** 929-934 (2006) – cf. également références citées dans ce texte.

<sup>66</sup> Chevalier J.-M., et collègues "Mesure de la LEH de la silice fondue - Poursuite des travaux de modélisation", rapport CEA/CESTA/DEV/SDET/LDDT DO 361 du 20/09/05

<sup>67</sup> Sugiura, H., Ikeda, R., Kondo, K., Yamadaya, T. "Densified silica glass after shock compression", *J. Appl. Phys.* **81** (1997)

$$q_{choc} = \sigma_x \frac{1-2\nu}{1-\nu} \quad \text{et} \quad p_{choc} = \frac{\sigma_x}{3} \frac{1+\nu}{1-\nu} \quad 3-24$$

**Figure 30 : contraintes lors d'un choc dans la silice, en fonction l'accroissement de densité  $\Delta\rho/\rho_0$ .** (d'après réf. 64). Est représentée également la densité mesurée au repos sur les échantillons choqués (d'après réf. 67). Le coefficient de Poisson varie légèrement avec la pression isostatique, valant 0.19 à  $p=4.3$  GPa (réf. 54).



À l'HEL,  $p$  et  $q$  valent environ 4.3 et 6.7 GPa. Avant de réunir les différentes données dans un même graphique, remarquons que les chocs diffèrent des expériences statiques par deux caractéristiques :

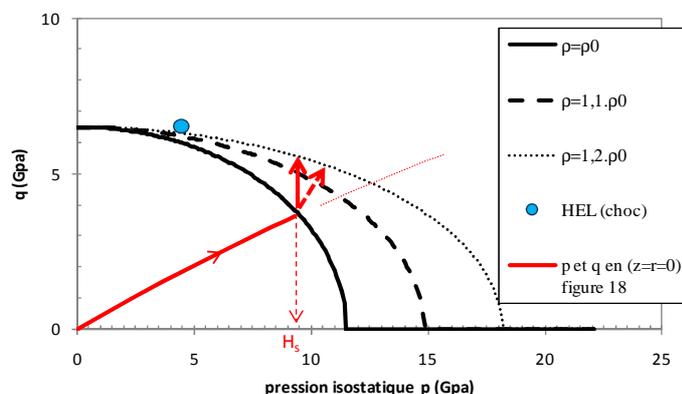
- ✓ La compression adiabatique irréversible induit un échauffement, qui peut atteindre plusieurs centaines de degrés pour une compression de 10 à 20 GPa.
- ✓ Les vitesses de changement structurel doivent être très rapides.

Le comportement de la silice choquée est important pour la modélisation de l'amorçage des dommages laser qui sera présentée au chapitre suivant (§4).

La Figure 31 rassemble les différentes informations discutées plus haut au sujet de la densification irréversible. L'HEL se situe près de l'hypothèse <sup>61</sup> de ligne isodensité correspondant à une densification de 20%. Le comportement dynamique de la silice est donc compatible de la loi posée dans la réf. 61. Le léger décalage entre la valeur de  $q$  à l'HEL et les iso-densités de la Figure 31 pourrait s'expliquer par la nécessité d'une contrainte plus forte en dynamique pour densifier. Dans le cas de l'indentation sphérique, le matériau cesse de réagir élastiquement quand  $p > H_s$ . Dans la zone de densification, nous nous contenterons pour l'instant de l'approximation  $p = H_s$ . Une meilleure compréhension quantitative des indentations réalisées nécessite de modéliser la densification irréversible.

**Figure 31 : densification irréversible de la silice dans un espace  $p, q$ .**

Hypothèses de ligne isodensité (réf. 61) pour la loi de comportement de la silice. Les valeurs  $p$  et  $q$  sont mis en regard de ces hypothèses : ● HEL (réf. 64), — courbe de charge ( $p, q$ ) sous la sphère (Figure 18). La courbe croise la première isodensité pour un  $p$  d'environ 9.3 GPa. La proximité avec notre  $H_s$  n'est sans doute pas fortuite. Au-delà de  $H_s$ , la pression est constante dans notre approximation. Le calcul hertzien donne un point qui n'est pas atteint ( $p=13.1$  ;  $q=5.6$ ).

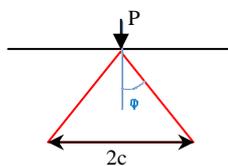


### 3.3 Différents résultats expérimentaux sur la silice

Nous avons déjà parlé des expériences sur l'amorçage de fractures coniques sous indentation, comprises théoriquement dans le cadre de la mécanique linéaire de la rupture. Il nous reste à décrire l'évolution complète de la silice lors de diverses sollicitations mécaniques, statiques ou dynamiques. Nous allons donc passer en revue les résultats d'indentation et d'impact disponibles sur notre matériau.

#### 3.3.1 Indentation quasi-statique

Si l'explication de l'apparition des cônes de Hertz, et de leur inclinaison angulaire, a fait couler beaucoup d'encre, en revanche le cas de la propagation quasi statique du cône a progressé en un coup grâce à Roesler<sup>39</sup>. Considérant un cône "bien formé", c'est-à-dire dont la dimension  $c$  est très grande devant l'aire de contact  $a$ , Roesler a établi théoriquement une loi d'échelle fondée sur la balance d'énergie de Griffith et a produit des résultats expérimentaux confortant cette loi :



$$c^3 = \kappa(\varphi, \nu) \left[ \frac{P}{K_{Ic}} \right]^2 \sin \varphi \quad 3-25$$

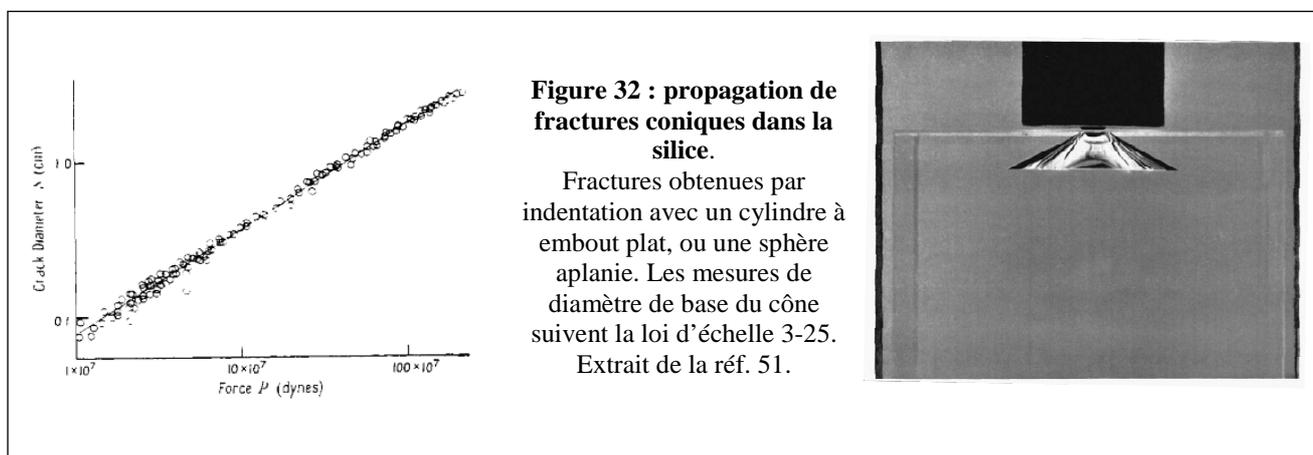
où  $c$  est le rayon de la base du cône (Figure 18). Au-delà du raisonnement dimensionnel, Roesler a calculé le coefficient  $\kappa$  pour l'angle  $\varphi=68^\circ$  observé dans le cas du verre sodocalcique. La loi d'échelle 3-25,  $c^3 \propto P^2$ , s'applique également au cas d'une fracture médiane perpendiculaire à la surface. Elle a été plusieurs fois confirmée dans des expériences sur différents matériaux vitreux. Mais le calcul à partir de la formule 3-7 en est complexe. L'énergie élastique stockée dans le cône est beaucoup plus grande que celle libérée par l'avancée de la fissure : on ne peut donc pas se contenter du premier ordre des approximations contrairement à l'usage.

Lawn et Marshall ont vérifié la forme  $c^3 \propto P^2$  pour les deux configurations (cône et demi-disque) dans le cas du verre sodocalcique<sup>68</sup>. Notons que, pour éviter l'extension de  $a$  lorsque  $P$  augmente, extension qui recouvre le premier cône et qui peut entraîner la création de cônes multiples, ces expériences ont été réalisées avec un indenteur sphérique aplani, permettant de conserver  $a$  constant. La plupart des travaux sur la propagation ont également utilisé des sphères aplanies, ou des indenteurs cylindriques à face plane.

Deux problèmes subsistent. D'une part le calcul du coefficient  $\kappa$  reste problématique. Plusieurs valeurs différentes ont été proposées<sup>42</sup>, mais aucune n'est validée expérimentalement, de même que la dépendance de  $\kappa$  en  $\varphi$ . D'autre part le facteur d'intensité des contraintes à utiliser n'est pas systématiquement  $K_{Ic}$ . Ce n'est le cas que si l'expérience est réalisée sous vide, comme celle de la réf. 68. Les expériences donnent donc accès à une fonction de  $\kappa$  et de  $K_I$ , où  $K_I$  est fonction de la vitesse de propagation de la fracture, autrement dit du temps laissé à la fracture pour se propager. La propagation est lente dans la plupart des expériences. Roesler a observé<sup>39</sup> qu'avec un poids fixe il était difficile de définir un terme de la propagation : aussi donne-t-il une valeur de  $K_{Ic}$  (en fait de  $\Gamma_{Ic}$ ) à "15 minutes". D'après les données de la réf. 39, cela correspond à une vitesse d'environ  $5.10^{-8} \text{ m.s}^{-1}$ . En prenant le  $K_I(v)$  connu du verre sodocalcique, qui vaut alors à 50 % d'humidité relative  $0.44 \text{ MPa.m}^{1/2} (\pm 0.02)$  en compilant les références 25, 26, 31 et 45, il est possible d'extraire des mesures de Roesler le coefficient  $\kappa$  mesuré. L'analyse des résultats de Roesler dans ce sens donne **0.0011** (valeur expérimentale) soit une

<sup>68</sup> Lawn, B. R., Fuller, E. R., "Equilibrium penny-like cracks in indentation fracture", *J. Mater. Sci.*, **10** 1016-2024 (1975)

valeur très proche de 0.00119 établie sous vide, donc avec  $K_I$  connu ( $=K_{Ic}$ ), par Lawn et Fuller. Notons que Roesler avait déterminé théoriquement  $\kappa = 2,8 \cdot 10^{-3}$ , valeur à partir de laquelle il avait déduit un  $K_I$  de  $0.7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ . Compte tenu du caractère manifestement sous-critique de la propagation observée par Roesler, cette estimation est erronée : la similarité entre le  $K_I$  qu'il mesure et le  $K_{Ic}$  était probablement fortuite.



J. Benbow<sup>51</sup> a réalisé sur la silice le même type d'expériences que Roesler sur le verre sodocalcique. Il a mis en évidence la loi d'échelle 3-25, et mesuré un angle  $\varphi = 65.5^\circ \pm 1^\circ$  (**Figure 32**). Notons que dans ce cas les rayons de contact sont millimétriques : la silice n'est pas densifiée sous l'indenteur. Benbow a remarqué que la croissance du cône s'arrêtait au bout de 10 minutes pour un poids donné. Cela permet d'identifier le  $K_I$  à utiliser, à condition cependant de connaître l'humidité atmosphérique. Celle-ci n'étant pas précisée, nous prendrons un  $K_I$  correspondant au seuil de SCC pour la silice à 50 % d'humidité relative (R.H.)<sup>31</sup>, soit  $0.5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ .

Les références ultérieures préféreront, pour la loi d'échelle de croissance, la notation

$$L \approx \frac{c}{\sin \varphi} = \left[ \chi \frac{P}{K_I} \right]^{2/5} \quad 3-26$$

en général donnée pour la longueur de propagation de la fracture, soit environ  $\frac{c}{\sin \varphi}$  que nous avons

noté L plus haut. La relation entre les deux coefficients est simplement  $\chi \sin \varphi = \sqrt{\kappa}$ . Il ne faut pas oublier que  $\chi$  dépend de l'angle  $\varphi$  et du matériau (par  $\nu$ ). Le tableau 2 ci-dessous compile quelques valeurs expérimentales de  $\chi$  que l'on peut extraire des publications pour le verre sodocalcique et pour la silice vitreuse.

**Tableau 2 : propagation des cônes de Hertz** – valeur expérimentale de  $\chi$  obtenue par indenteur sphérique ou cylindrique à embout plat, sauf dernière colonne (indentation Vickers)

Matériau	Verre sodocalcique		Silice		
	Source	Réf. 39	Réf. 25	Réf. 51	Réf. 34
$\chi$ <u>donnée</u> dans la publication ou <u>recalculée</u>	0.036	<u>0.037</u>	0.05	<u>0.05</u>	<u>0.046</u>
atmosphère	Air laboratoire RH ?	vide	Air laboratoire RH ?	Air laboratoire RH ?	Huile silicone
valeur de $K_I$ <u>estimée</u> , d'après la vitesse $v$ , ou <u>donnée</u> par l'auteur ( $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ )	0.44 <i>Variation de 0.45 à 0.33</i>	<u>0.70</u>	0.5 <i>Seuil de SCC à environ 50% RH</i>	Conditions pas définies	<u>0.75</u> $\chi$ obtenu sur ajustement dans silicone (anhydre) puis utilisé pour extraire $v(K_I)$
Angle $\varphi$	68°	?	65°	?	$\cong 45^\circ$
$v$	0.25	?	0.17	0.17	0.17
commentaire	Résultats très complets	Résultat de référence	Résultat de référence pour la loi d'échelle Estimation de $K_I$ délicate	Loi d'échelle 3-26 pas retrouvée  Autre valeur donnée dans le même texte : 0.034	Indenteur Vickers Silice densifiée

Pour le verre sodocalcique, une valeur de  $\chi = 0.037 \pm 0.002$  se dégage, tandis que pour la silice, il semble que l'on puisse retenir une valeur de 0.05. Sachant l'imprécision sur le  $K_I$  à considérer pour l'extraction de  $\chi$ , une incertitude de 10% au minimum pèse sur cette valeur. La valeur issue de la réf. 34 est curieusement identique à celle que nous tirons de la réf. 51 mais les données de la figure 8 de la publication<sup>34</sup> ne permettent pas de s'assurer qu'il s'agit bien du coefficient de la loi d'échelle 3-26. Par ailleurs, deux valeurs différentes sont données dans ce texte.

Nous retenons la valeur

$$\chi_0 = 0.05 \pm 0.005$$

pour la silice, associée à un angle de  $\varphi = 65^\circ$ , supérieure à celle du verre sodocalcique. La propagation des fissures coniques est donc plus facile dans la silice que dans le verre "normal", de même que l'amorçage des fractures hertziennes y apparaît pour un seuil d'Auerbach plus faible. Cette valeur  $\chi_0$  est également différente de toutes les estimations théoriques, exceptée peut-être de celle résultant des modélisations aux éléments finis (FEM) de Kocer *et al.*<sup>45</sup>: mais le calcul ne semble pas avoir été poussé assez loin pour obtenir une valeur numérique de  $\chi$  correspondant à  $L \gg a$ .

Comme nous l'avons vu au §3.2, lorsque la pression et/ou le cisaillement dépasse un seuil, la structure de la silice cède : le matériau flue et se densifie. L'écrasement du matériau modifie le champ

de contrainte et change la fissuration potentielle. Pour les verres dits normaux, la fracture conique n'est pas la structure principale obtenue lors d'indentations<sup>69</sup>. Lorsque la pointe est aiguë (Berkovich, Vickers...), la fracture conique disparaît pour ces verres "normaux"<sup>25</sup>.

### Figure 33 : processus de fracturation sous indentation

tel que décrit dans la réf. 69. Les schémas conviennent qualitativement pour la silice. Mais cette description n'est quantitativement adaptée qu'aux verres normaux. La silice, qui se densifie fortement et flue peu, conserve le cône de Hertz comme fissuration prédominante. (cf. Figure 34)

CC : fracture conique hertzienne

RC : fracture radiale

MC : fracture médiane

LC : fracture latérale

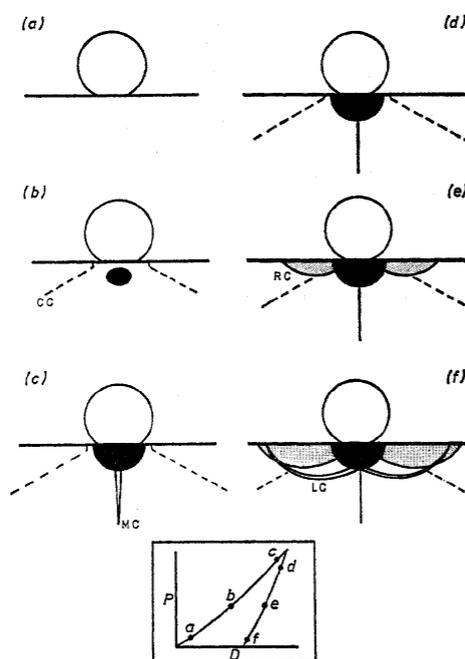


Figure 1. Schematic diagram of the cracking occurring during a loading-unloading cycle with a small spherical indenter. Median cracks (MC) as well as plastic deformation (dark zone) and occasionally Hertzian cone cracks (CC) form during the loading cycle. Radial cracks (RC) and lateral cracks (LC) occur on the unloading cycle. The bottom insert indicates the position on the load-displacement curve that each diagram refers to.

Mais, dans le cas de la silice, des cônes de Hertz sont régulièrement observés avec des pointes Vickers. Il a été remarqué<sup>70</sup> que l'angle  $\phi$  était moindre que pour les indentations sphériques obtenues sans densification, avec de grands rayons d'indenteur sphérique ou cylindrique plat. Hagan<sup>70</sup> annonce un angle  $\phi$  de  $60^\circ$ , mais l'on peut mesurer  $\phi$  entre  $50^\circ$  et  $60^\circ$  sur les images qu'il produit. Étudiant l'effet de la température sur l'indentation Vickers, Michel *et al.* ont également obtenu des fractures coniques comme structures dominantes à  $20^\circ\text{C}$ <sup>71</sup>. À  $400^\circ\text{C}$ , le seuil d'apparition des cônes est décalé vers les forces plus importantes. Sur les photos de la Figure 34, extraites de la réf. 71, on peut mesurer un angle  $\phi$  de  $45^\circ \pm 1^\circ$  et de  $55^\circ \pm 3^\circ$ .

Avec les pointes Berkovich (cf. §4.3.1), dont l'angle au sommet est plus grand que celui des pointes Vickers, des forces modérées (80 mN) font apparaître uniquement des fractures latérales et radiales.

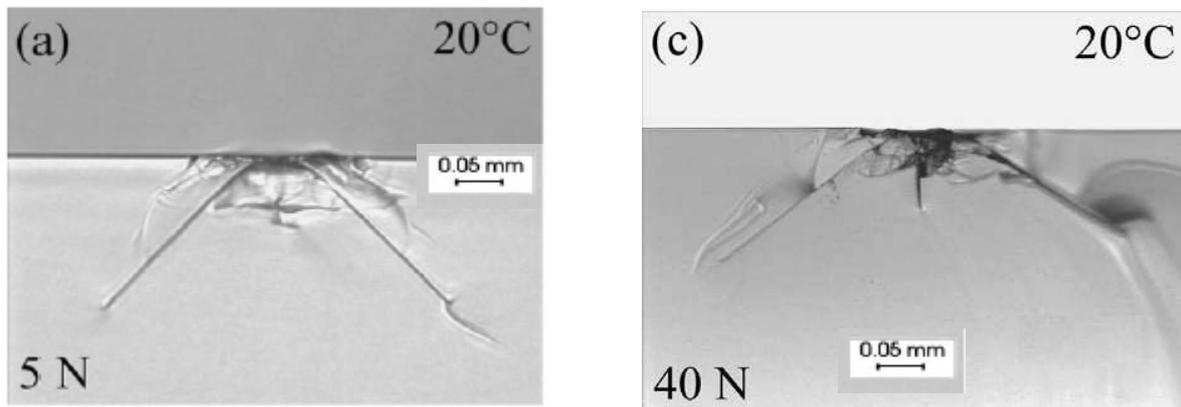
Sglavo et Green<sup>72</sup> ont obtenu par indentation Vickers une valeur du paramètre  $\chi$ , pour l'équation 3-26. Dans ce cas, l'angle  $\phi$  du cône de Hertz est de l'ordre de  $45^\circ$ . Cette valeur de  $\chi$ , 0.046, tabulée dans le tableau 2, est proche de  $\chi_0$  déduite des expériences avec indenteur millimétrique. Notre estimation s'en trouve confortée.

<sup>69</sup> Swain, M V, Hagan, J T, "Indentation plasticity and the ensuing fracture of glass", *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **9**, 2201 (1976)

<sup>70</sup> Hagan, J. T., "Cone cracks around Vickers indentations in fused silica glass", *J. Mater. Sci.* **14** 462-466 (1979)

<sup>71</sup> Michel, M.D., Serbena, F.C., Lepienski, C.M. "Effect of temperature on hardness and indentation cracking of fused silica", *Journal of Non-Crystalline Solids* **352** 3550-3555 (2006)

<sup>72</sup> Sglavo, V. M., Green, D. J., "Fatigue limit of fused silica", *J. Euro. Ceram. Soc.* **21** 561 (2001)



**Figure 34 : coupe d'indentations Vickers sur silice**

faites à 20°C<sup>71</sup>. Fractures coniques, médianes, latérales et radiales peuvent être observées. À droite, pour la force de 40 N, le cône n'est pas plus long qu'à gauche, à 5 N, mais il semble avoir limité la progression des dommages. La force plus importante a étendu la zone micro-fissurée sous l'indenteur ainsi que la fracture médiane.

### 3.3.2 Impact de billes à vitesse modérée

La collision de projectiles sphériques avec du verre a également fait l'objet d'études expérimentales. Pour des vitesses suffisamment faibles (de quelques centaines de  $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$  au plus), la pénétration du projectile est très lente par rapport à la vitesse du son qui est de l'ordre de  $5000 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ . Il est alors possible de considérer les relations quasi-statiques pour calculer l'effet mécanique du chargement<sup>73,74</sup>. Lorsque que le matériau impacteur est dur, nous pouvons considérer que l'énergie cinétique du projectile est intégralement transformée en énergie mécanique. Il est alors possible de calculer l'aire de contact, le poids équivalent, la pression moyenne,... comme pour un contact hertzien statique.

Tillett<sup>75</sup> a comparé la création de cônes de Hertz sur verre sodocalcique par indentation quasi-statique et par chute de billes du même matériau que l'indenteur. La phénoménologie décrite dans les deux séries d'expériences est très semblable. Seul le seuil d'Auerbach a varié, le  $A_{\text{dynamique}}$  étant plus grand d'un facteur 2.5 environ. Comme  $A \sim K_I^2$ , cela revient à considérer que le  $K_I$  nécessaire pour propager les microfissures en cône de Hertz est 1.6 fois plus grand en dynamique. Comme la durée du contact est  $10^6$  fois plus courte environ, la vitesse de propagation des fissures doit être  $10^6$  fois plus grande, ce qui est compatible d'un  $K_I$  1.6 fois plus grand (cf. Figure 17).

Lorsque la silice amorphe est impactée par des projectiles, la phénoménologie<sup>32</sup> est là encore similaire à celle des indentations quasi-statiques. Chaudhri et Brophy<sup>32</sup> ont projeté sur de la silice des sphères et des cônes de carbure de tungstène (WC), avec des vitesses inférieures à 200 m/s. Lors de la projection de particules sphériques de 500  $\mu\text{m}$  de rayon R, un seuil d'apparition de fractures hertiennes a été noté à 10 m/s. Cette vitesse est suffisamment petite pour négliger totalement les pertes d'énergie par les ondes acoustiques<sup>74</sup>. L'énergie du projectile,  $3.9 \cdot 10^{-4} \text{ J}$ , est quasi intégralement transformée en énergie élastique du champ hertzien. Dans ce cas, p et q sous la sphère ne sont au maximum que de 5 GPa et 2.2 GPa respectivement, insuffisants pour sortir du domaine élastique. Le calcul du poids

<sup>73</sup> Knight, C. G., Swain, M. V., Chaudhri, M. M., "Impact of small steel spheres on glass surfaces", *J. Mater. Sci.* **12** 1573-1586 (1977)

<sup>74</sup> Johnson, K. L., "Contact Mechanics", Cambridge University Press, Cambridge, U.K., (2004)

<sup>75</sup> Tillett, J. P. A., "Fracture of Glass by Spherical Indenters", *Proc. Phys. Soc B*, **69**, 47-54 (1956)

équivalent de l'impact permet d'exprimer le rapport P/R pour ce seuil d'“Auerbach dynamique”, et de donner une première évaluation de ce seuil :

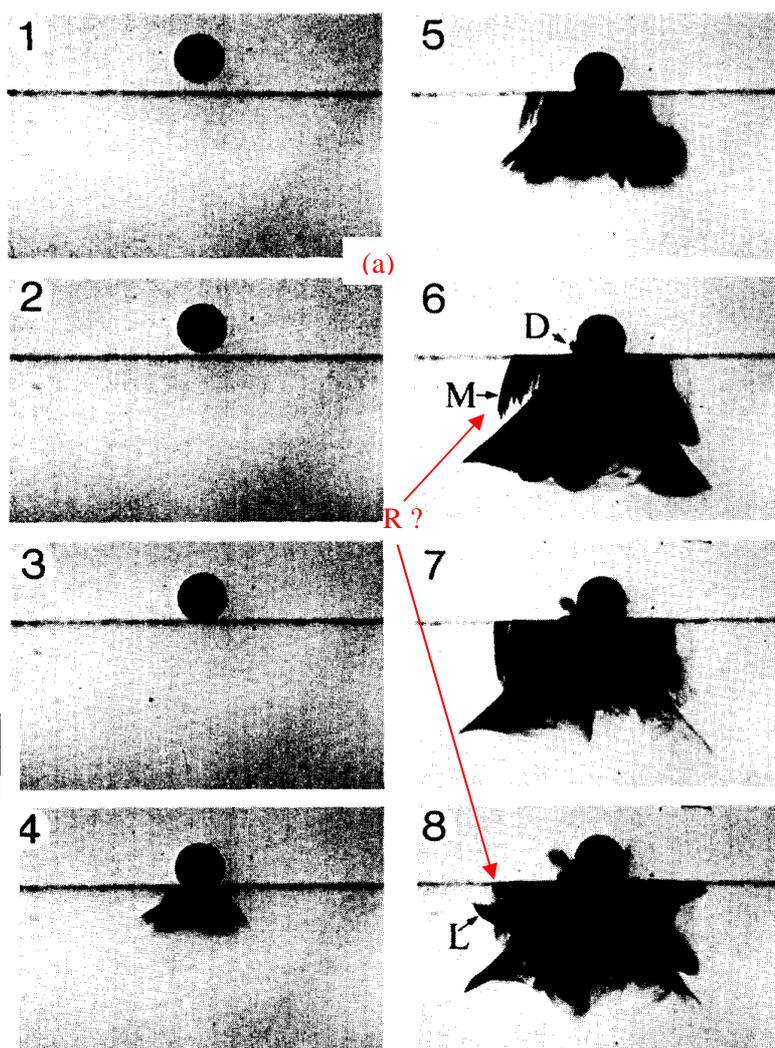
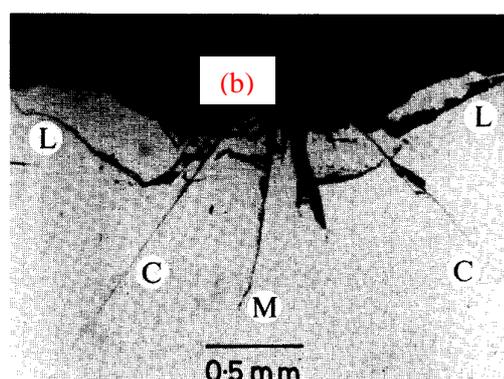
$$A_{\text{dynamique}} = 1.64 \cdot 10^5 \text{ J/m}^2$$

Cette valeur peut être comparée à la valeur statique obtenue par Lawn *et al.*<sup>25</sup> ( $9.2 \cdot 10^4 \text{ J/m}^2$ ) : elle correspond alors à un  $K_I$  1.3 fois plus élevé, soit  $K_{I_{\text{max}}} = 1 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  (rappelons que  $E^*$  est presque identique dans ces deux cas). Mais la valeur de Lawn correspond à la moyenne du poids donnant un cône très bien formé, alors nous nous intéressons ici au seuil d'apparition. L'estimation de  $A_{\text{dynamique}}$  peut donc alternativement être confrontée à la valeur obtenue au §3.1.2.5 : avec nos hypothèses, ce seuil d'amorçage correspondrait à un  $K_{I_{\text{max}}}$  de  $1.72 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ . Le temps d'application de cette énergie mécanique est de l'ordre de  $3 \mu\text{s}$ , et les vitesses de propagation de fissures observées par les auteurs sont d'environ  $2500 \text{ m/s}$ , soit supérieures à la vitesse limite mesurée par ailleurs. Le rayon de contact a vaut environ  $76 \mu\text{m}$ . La propagation circulaire de la fracture autour de la bille à la vitesse limite  $v_l$  met environ  $10^{-7} \text{ s}$ , un temps plus court mais du même ordre de grandeur que la durée du chargement. L'hypothèse quasi-statique est donc valide également pour l'apparition du cône, au seuil d'Auerbach dynamique, mais elle exige une vitesse et un  $K_I$  élevés. Le dépôt d'énergie surfacique, sur l'aire  $\pi a^2$ , est de  $2.1 \text{ J/cm}^2$ .

**Figure 35 : impact sur silice d'une sphère de carbure de tungstène de 1 mm de diamètre à 200 m/s (extraits de la réf. 32).**

(a) 8 images prises à une période de  $0.6 \mu\text{s}$ , (b) coupe post-mortem. On peut observer un cône de Hertz (C), une fracture médiane (M), des fractures latérales (L) et peut-être des fractures radiales (R). Sur l'image 6 : M est probablement une fracture radiale ; D est un débris.

L'angle  $\varphi$  du cône vaut  $47^\circ$  d'un côté et  $39^\circ$  de l'autre (les auteurs parlent de deux cônes...). Les fractures coniques et radiales continuent de croître durant le déchargement ((a) 6 et 7). La vitesse de propagation de ces fissures dépasse  $2000 \text{ m/s}$  et dépasse même la limite  $v_l$  mesurée en chargement mécanique standard d'après les auteurs.



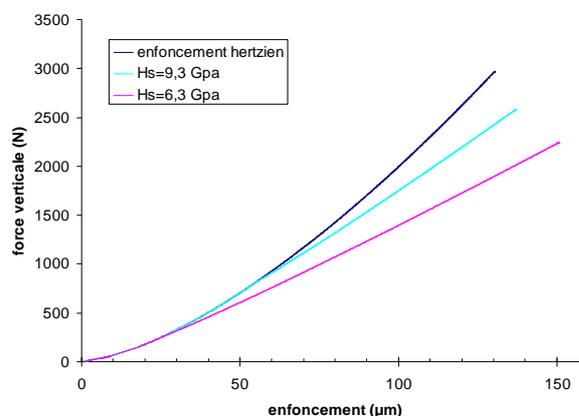
Les impacts réalisés à vitesse plus importante ont permis de déterminer la géométrie des fractures, la vitesse de leur propagation et leur extension. Nous reprenons Figure 35 les images de photographie rapide de la réf. 32. Contrairement au cas du seuil d'apparition discuté ci-dessus, la pression "quasi-statique" élastique dépasserait ici très largement le seuil de densification, puisque le calcul hertzien donnerait 17 GPa. Par ailleurs, la vitesse d'impact du projectile est suffisante pour que la phase initiale de l'impact doive être traitée comme un choc <sup>74</sup>. Cependant l'énergie transportée par les ondes (élastiques ou de choc) reste négligeable, de l'ordre du % ou moins.

Dans le cas de la Figure 35, le contact commence vers l'instant 3, et le maximum de pénétration a lieu aux environs de l'instant 5, après 1.2  $\mu$ s. La sphère s'est alors enfoncée de 150  $\mu$ m. En 5, l'extension de la fissure conique vaut  $L=c/\sin\phi=2.5 \pm 0.1$  mm. L vaut 3.5  $\pm 0.1$  mm à son maximum d'extension sur la photo 6 ou 7 de la Figure 35. Il est possible que le maximum de chargement ait lieu un peu après 5. Mais, si comme les auteurs en font l'hypothèse, le chargement maximum est en 5, alors il faut expliquer une propagation de fissure après le maximum de chargement. Cela peut provenir soit du caractère dynamique de l'évènement soit d'un effet compressif de la densification, maintenu après le chargement mécanique. La première hypothèse fait référence aux ondes de contraintes, qui mettent de l'ordre de 0.6  $\mu$ s (période du film) pour atteindre le fond de fissure. Un calcul dynamique serait nécessaire pour l'explorer. L'autre hypothèse demande la prise en compte du comportement mécanique de la silice à la densification ; son exploration est donc remise à plus tard.

Une observation importante faite dans la réf. 32 (voir aussi réf. citées dans ce texte) concerne le rebroussement de la fracture conique en direction de la surface lors de la décompression.

Cette discussion indique le caractère approximatif du traitement quasi statique. Le calcul du poids équivalent nécessite de tenir compte du fait que la silice s'est densifiée. Les auteurs de la réf. 32 proposent un calcul de la pression de densification (appelée  $H_s$  dans le cas de nos indentations) à partir de la dynamique et de la profondeur de pénétration : ils ont obtenu 8.8 GPa, soit une valeur très proche de  $H_s$ , et proche de la contrainte longitudinale à l'HEL. Mais, il semble que ce calcul <sup>32</sup> ne soit valable que pour un métal dont le rapport dureté sur module élastique est très faible <sup>74</sup>. Notre analyse, qui sera détaillée dans le § suivant, amène plutôt à la conclusion que la précision des photos ne permet pas de choisir une valeur de pression de densification entre 5 et 15 GPa (cf. Figure 36 et tableau 3). Nous posons donc que la pression sous la bille est constante et vaut  $H_s \pm 5$  GPa : nous en déduisons un poids équivalent de  $2570 \pm 500$  N.

**Figure 36 :** courbes d'enfoncement théorique d'une bille de WC dans la silice correspondant à l'impact de la Figure 35.



**Tableau 3 :** Une valeur  $H_s$  de 6.4 GPa donne un enfoncement et un temps égaux à ceux de l'observation (Figure 3535). Cependant la valeur 9.3 GPa produit également une prédiction compatible. La loi d'échelle 3-26 est appliquée avec  $K_I=K_{Ic}$  pour calculer la longueur de fissure hertzienne  $L$ . L'estimation théorique de  $L$  est très proche de la mesure qui est 3.5  $\mu\text{m}$  (Figure 35).

hypothèse $H_s$ (GPa)	enfoncement max ( $\mu\text{m}$ )	Temps de l'enfoncement max ( $\mu\text{s}$ )	P max calculé (N)	L calculée (mm)
Hertzien	130	1,08	2970	3,37
<b>9,3</b>	<b>137</b>	<b>1,15</b>	<b>2577</b>	<b>3,06</b>
8,8	138	1,16	2530	3,03
6,4	150	1,27	2255	2,80
5	162	1,37	2045	2,63
3	196	1,65	1640	2,27

Si l'on utilise le coefficient  $\chi_0$  (0.05) du paragraphe précédent, et la formule 3-26, avec un  $K_I$  égal au  $K_{Ic}$ , le poids équivalent permet de prédire  $L = 3 \pm 0.4$  mm, assez proche de la mesure, l'incertitude étant due à la méconnaissance de  $H_s$ . Cette expérience de fracturation conique dynamique est donc en cohérence avec les études quasi statiques. Alors que nous avons conclu plus haut que l'amorçage des fissures coniques par impact demande un  $K_I > K_{Ic}$ , leur propagation totale est assez bien rendue en prenant  $K_I$  égal à la ténacité. Remarquons que notre estimation contredit la discussion de la réf. 32, qui se fondait en partie sur le calcul erroné de la dynamique d'enfoncement. Chaudhri et Brophy concluent que la propagation des fissures médianes se produit à un  $K_I$  largement inférieur à  $K_{Ic}$ <sup>32</sup>. Nous retenons au contraire que l'extension des fissures lors de cet impact dynamique sur la silice peut être rendue avec la même loi d'échelle que les indentations statiques, en prenant  $K_I$  égal à  $K_{Ic}$ .

Au cours de cet impact à 200 m/s, le dépôt surfacique d'énergie mécanique est d'environ 50 J/cm<sup>2</sup>. Les dégâts sont donc probablement beaucoup plus étendus que lors d'un dommage laser usuel, comme nous le verrons au §4. La silice a fait également l'objet d'études sur les impacts à des vitesses comparables à la vitesse du son, impacts dits hypervitesse<sup>76</sup>. Ces impacts induisent des dépôts d'énergie surfaciques de plusieurs centaines de J/cm<sup>2</sup>. Même s'ils produisent une phénoménologie semblable qualitativement, les événements y sont quantitativement très différents de ceux des impacts discutés ci-dessus et des dommages laser. La fusion et la pénétration du mobile sont très importantes dans le cas hypervitesse. Nous n'aborderons pas ces expériences ici.

### 3.4 Amorçage et croissance des fractures coniques avec densification

Peut-on aller plus loin dans l'analogie entre les indentations dans le domaine élastique, les indentations avec densification, les impacts et les dommages laser ? Pour répondre à cette question, nous allons essayer de comprendre l'évolution de la fracturation hertzienne en présence de densification. Pour cela, nous allons exprimer la relation d'Auerbach d'amorçage des fractures coniques et la loi de croissance des fractures en fonction de l'énergie mécanique élastique  $\varepsilon$  et sa densité surfacique sur la zone de contact  $\psi$ . Puis nous verrons comment ces relations sont modifiées lorsque la silice réagit plastiquement. Nous allons donc nous intéresser à cette transition ductile-fragile qui est pilotée par la taille du contact. Ce développement reste approximatif, et sera amené à être remplacé par un traitement plus précis, lorsqu'une loi de comportement validée sera disponible pour la plastification / densification.

<sup>76</sup> Bonneau, F., Combis, P., Rullier, J.-L., Vierne, J., Bertron, I., Chevalier, J.-M., Favier, J.-M., Malaise, F., "Endommagement de la silice dans l'environnement du laser mégajoule", *revue Chocs*, 154-164 (2005)

### 3.4.1 Indentation ou impact quasi statique

#### 3.4.1.1 Contact élastique

Dans le cas hertzien, le déplacement total vaut  $\delta = a^2/R$ . L'intégration de la force sur le déplacement donne l'énergie en fonction de P, en utilisant l'éq. 3-4:

$$\varepsilon = \frac{2}{5} \left( \frac{3}{4E^*} \right)^{2/3} \frac{P^{5/3}}{R^{1/3}} \quad \text{ou} \quad \varepsilon = \frac{3}{10} \frac{P^2}{aE^*} \quad 3-27$$

$$\psi = \frac{\varepsilon}{\pi a^2} = \frac{2}{5\pi} \frac{P}{R} \quad 3-28$$

La loi d'Auerbach énonce que le facteur d'intensité des contraintes, proportionnel à  $\sqrt{\psi E^*}$ , est constant au seuil de fracturation, ou encore que  $\psi$  est proportionnelle à la constante A.

$$A = \frac{5\pi}{2} \psi = \frac{3}{4} \frac{P^2}{a^3 E^*} = \frac{3\pi^2}{4} \frac{p_m^2 a}{E^*} \quad 3-29$$

Notons encore une fois que la vraie constante, indépendante de  $E^*$ , est le produit  $AE^*$ , ou  $\psi E^*$ . L'expression de la loi d'Auerbach 3-29 donne une relation linéaire liant  $a^3$  et  $P^2$ , similaire à la loi d'échelle de propagation des fissures liant  $c^3$  et  $P^2$ . On peut comparer les coefficients de proportionnalité de ces deux lois. Pour toutes les valeurs de  $\phi$  observées, que nous prenions la constante A publiée<sup>25,34</sup>, ou celle déterminée au §3.1.2.5, l'extension des fissures, c, est toujours plus grande que le rayon de contact a. Ce résultat n'est d'ailleurs pas inattendu car il exprime simplement que la dimension des fractures est plus grande que a, au seuil d'Auerbach. Que peut-on dire lorsque le contact est plastique ?

#### 3.4.1.2 Seuil de plastification / densification

Lorsque le contact devient plastique, nous appliquons la relation

$$p_m = \frac{P}{\pi a^2} = H_s \quad 3-30$$

qui permet d'écrire a en fonction de P. La relation 3-30 suppose que la pression moyenne reste constante sur l'aire indentée dès que le contact est complètement plastique. Ce n'est vrai qu'en première approximation, comme nous l'avons vu au §3.2. Des expériences d'indentation hertzienne<sup>69</sup> menées sur d'autres matériaux, dont des verres "normaux", indique que la pression moyenne sur l'empreinte augmente avec a, au-delà du seuil de déformation irréversible. Ce comportement nous ramène à la discussion sur la prise en compte du comportement plastique réel de la silice (cf. §3.2). Nous nous contenterons dans ce document de l'approximation constituée par 3-30. Par ailleurs, lors de la compression, et en particulier dès que la densification commence, le module du matériau et celui de l'indenteur évoluent. Nous négligeons également cette variation.

Le début de la densification est difficile à exprimer dans ce modèle simple, mais le matériau est à coup sûr densifié lorsque l'aire de contact hertzienne est égale à l'aire calculée par la relation 3-30. Cela se produit pour un rapport  $a_d/R$  donné, que l'on obtient en combinant 3-30 et 3-4 :

$$\frac{a_d}{R} = \frac{3\pi}{4} \frac{H_s}{E^*} \quad 3-31$$

et qui vaut environ 0.32 pour la silice, indentée par une sphère de diamant. Une double imprécision affecte cette valeur, l'incertitude provenant aussi bien de la méconnaissance des grandeurs ( $H_s$  en particulier) que de l'utilisation du champ hertzien. Le poids et l'énergie minimum pour densifier s'écrivent :

$$P_d = \left( \frac{3R}{4E^*} \right)^2 (\pi H_s)^3 \quad 3-32$$

et

$$\varepsilon_d = \frac{2}{5} \left( \frac{3}{4E^*} \right)^{2/3} \frac{P_d^{5/3}}{R^{1/3}} = \frac{2}{5} \left( \frac{3}{4E^*} \right)^4 (\pi H_s)^5 R^3 \quad 3-33$$

$P_d = 286$  mN, et  $\varepsilon_d = 1.1 \cdot 10^{-7}$  J pour un rayon  $R$  de  $10 \mu\text{m}$ , avec notre mesure de  $H_s$ .

### 3.4.1.3 Fracturation d'un contact densifié

Nous allons supposer que le champ élastique, à proximité de la surface et à l'extérieur du contact plastique, est le même que si l'on avait un contact totalement élastique de rayon  $a$ . Cette hypothèse est très loin de la réalité dans le cas des verres normaux<sup>69</sup>. Mais, pour la silice qui flue peu, cela revient à considérer que le matériau s'écrase sur place. Or, lorsque le matériau indenté réagit élastiquement, le déplacement et les contraintes de la zone de surface hors du contact sont quasi indépendants de la répartition du poids<sup>74</sup>. Des calculs aux éléments finis permettraient d'étayer notre hypothèse ; en l'absence de frottement entre indenteur et substrat (hypothèse faite pour le cas élastique hertzien également), des travaux préliminaires<sup>77</sup> montrent que la densification suivant les lois 3-21 à 3-23 a pour effet de diminuer la traction radiale en chargement, et d'augmenter la traction orthoradiale lors du déchargement. La diminution de traction radiale est qualitativement semblable à notre hypothèse.

Nous égalons donc  $p_m$  à  $H_s$  dans 3-9 (avec les coefficients numériques de 3-19) et réexprimons le facteur d'intensité des contraintes maximal (en  $r=1.2a$ ) lorsque la silice est densifiée.

$$K_I = \frac{1,32}{1,12\sqrt{\pi}} k_{\text{Imax}}^* H_s \sqrt{\pi a} \quad 3-34$$

Nous obtenons ainsi  $a_h$ , le rayon critique de fracturation conique

$$a_h = \frac{1}{(1,18k_{\text{Imax}}^*)^2} \frac{K_I^2}{H_s^2} = \frac{4E^*}{3\pi^2 H_s^2} A \quad 3-35$$

où l'on a utilisé la relation entre  $A$  et  $K_I$  de 3-19. L'expression 3-35 revient à écrire  $p_m=H_s$  dans 3-29.  $K_I = K_{Ic}$  en l'absence de fissuration sous-critique (sous vide).  $a_h$  ne dépend pas de  $R$ . Lorsque  $a_d$  (3-33) est plus grand que  $a_h$ , la fracturation conique précède la densification. Mais lorsque  $a_d$  est plus petit que  $a_h$ , la densification apparaît avant la fracturation. Dans tous les cas, l'aire de contact d'une indentation fracturée a un rayon supérieur à  $a_h$ . Comme  $a_d$  dépend linéairement de  $R$ , nous pouvons définir un rayon critique  $R_c$  pour lequel la densification et la fracturation apparaissent pour la même force.

$$R_c = \frac{16(E^*)^2}{9\pi^3 H_s^3} A = \frac{4}{3\pi(1,18k_{\text{Imax}}^*)^2} E^* \frac{K_I^2}{H_s^3} \quad 3-36$$

<sup>77</sup> Kermouche, G., communication personnelle.

$R_c$  vaut  $10.4 \mu\text{m}$  pour  $K_I=K_{Ic}$ . On définit également un poids minimum  $P_h$  et une énergie minimum  $\epsilon_h$  pour fracturer dans le cas d'un contact densifié :

$$P_h = H_s \pi a_h^2 = \left[ \frac{4E^*}{3} A \right]^2 \frac{1}{(\pi H_s)^3} = \frac{\pi}{1,18^4 (k_{\text{max}}^*)^4} \frac{K_{Ic}^4}{H_s^3} \quad 3-37$$

Notons que  $P_h$ , tout comme  $a_h$ , ne dépend plus du rayon de la sphère. Ils ne dépendent pas non plus du matériau de l'indenteur. En prenant  $K_I = K_{Ic}$  ( $A=3.10^4 \text{N/m}$  d'après le §3.1.2.5), nous trouvons  $315 \text{mN}$  pour  $P_h$ . Le rayon critique  $R_c$ ,  $a_h$ , et le poids critique dépendent du  $K_I$  considéré. En atmosphère sèche ou sous vide, des fractures coniques peuvent s'amorcer sur la silice pour un poids supérieur à  $315 \text{mN}$ . Quel que soit le rayon de sphère, aucun cône de Hertz n'est généré pour un rayon de contact inférieur à  $a_h$ .

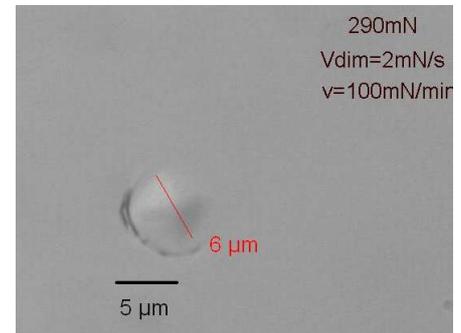
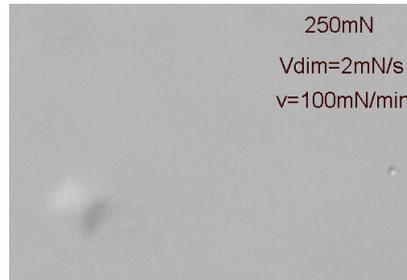
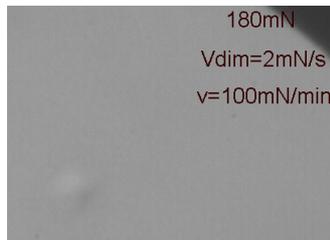
**Tableau 4** : valeur des rayons et poids minimaux pour densification et fracturation conique.

R ( $\mu\text{m}$ )	$a_d$ ( $\mu\text{m}$ )	$P_d$ (N)	$K_I$ ( $\text{MPam}^{1/2}$ )	$a_h$ ( $\mu\text{m}$ )	$P_h$ (N)
10	3.2	0.286	$=K_{Ic} = 0.76$	3.3	0.315
20	6.4	1.140	0.5	1.4	0.059
5	1.6	0.071			

Notons la proximité des deux seuils pour  $R=10 \mu\text{m}$ , en atmosphère sèche,  $R$  étant alors très proche de  $R_c$ . Nous retiendrons que les petits contacts qui fracturent sont obligatoirement densifiés.

**Figure 37** : indentations à  $180 \text{mN}$ ,  $250 \text{mN}$  et  $290 \text{mN}$

$R=10 \mu\text{m}$ . (même échelle sur les 3 photos). Pour  $180$  et  $250 \text{mN}$ , la zone densifiée est inférieure au rayon de contact élastique calculé. Pour  $290 \text{mN}$ , la pression de contact vaut  $10 \pm 1 \text{GPa}$ . Noter l'amorçage d'une fracture conique.



Ce raisonnement, appliqué à la fracturation conique, est inspiré d'une démarche similaire de plusieurs auteurs<sup>78,79,80</sup> qui ont exploré cette transition ductile-fragile lorsque la dimension de contact varie. Lawn *et al.* ont étudié avec une pointe Vickers le seuil de force nécessaire pour faire propager des fissures radiales au-delà de la zone plastique. Ainsi sont définis un rayon de contact critique  $a_c$  et un poids critique  $P_c$ , au-dessous duquel il n'y a pas de fissuration. En appliquant le raisonnement à notre cas, l'angle  $\phi$  est pris égal à  $45^\circ$  en référence aux observations du §3.3,  $P_c$  varie comme  $\frac{8}{\pi^3} \frac{K_I^4}{\chi^4 H_s^3} \approx \lambda_0 \frac{K_I^4}{H_s^3}$  et  $a_c$  comme  $\frac{2\sqrt{2}}{\pi^2} \frac{K_I^2}{\chi^2 H_s^2} \approx \mu_0 \frac{K_I^2}{H_s^2}$ . Les coefficients  $\lambda_0$  et  $\mu_0$  sont nommés

<sup>78</sup> Lawn, B. R., Marshall, D. B., "Hardness, Toughness, and Brittleness; an indentation analysis", *J. Am. Ceram. Soc.* **62** 347-350 (1979)

<sup>79</sup> Puttick, K. E., "The correlation of fracture transitions", *J. Phys. D: Appl. Phys.* **13** 2249 (1980)

<sup>80</sup> Mouginot, R., "Blunt or sharp indenters : a size transition analysis", *J. Am. Ceram. Soc.* **71** 658-61 (1988)

d'après la réf. 78. En prenant la valeur de  $\chi_0$  déterminée plus haut, nous avons pour la silice :  $\lambda_0=4.1.10^4$  et  $\mu_0=114$ . Prenons  $K_I=K_{Ic}$ , pour comparer  $P_h$  et  $P_c$ . Nous obtenons alors :  $P_c \approx 16mN$ ,  $a_c \approx 0,7\mu m$ .  $\lambda_0, \mu_0, P_c$  et  $a_c$  sont alors très proches des valeurs obtenues par Lawn *et al.* (en prenant les données spécifiques de la silice pour  $P_c$  et  $a_c$ ). Mais le critère (3-35 à 3-37) d'apparition du cône de Hertz  $P_h$  est beaucoup plus contraignant que ce critère de propagation  $P_c$ , comme nous l'avons déjà noté plus haut.

$P_h$  et  $P_c$  suivent la même loi en  $\frac{K_I^4}{H_s^3}$  mais  $P_h$ , le poids nécessaire pour faire apparaître le cône, est plus grand que  $P_c$ , celui pour propager le cône au-delà de  $a$ .

Lorsqu'un cône s'est formé, il est logique de penser que la loi d'échelle 3-25 ne sera pas affectée par la modification du contact. Cependant, c'est l'énergie  $\epsilon$  et non le poids  $P$  qui est la donnée première dans les expériences dynamiques. Si le contact est parfaitement élastique, on peut se contenter d'utiliser la relation hertzienne (3-27) liant  $P$  à  $\epsilon$ , ce qui suppose que les pertes (acoustiques, thermiques..) sont négligeables. En présence de densification, à pression  $H_s$ , il est possible d'établir une relation entre l'énergie  $\epsilon$  et le poids  $P$ , si l'on conserve l'hypothèse de pertes faibles.

### 3.4.1.4 Relation énergie-poids pour un contact plastique

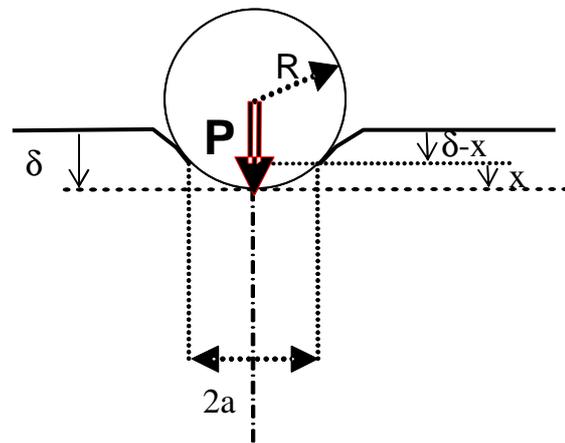
En considérant une pression constante de contact entre la sphère et le substrat, le poids  $P$  peut être relié à la profondeur de pénétration  $x$ <sup>74</sup> en supposant la forme sphérique conservée, c'est-à-dire en négligeant la déformation de l'indenteur (approximation tout à fait valable pour le diamant ou le carbure de tungstène sur la silice). On écrit l'aire de contact (cf. Figure 38) en fonction de  $x$  et l'on obtient pour  $P$  :

$$P = H_s 2\pi R x \quad 3-38$$

Dans la réf. 74, l'expression 3-38 est directement intégrée suivant  $x$  pour fournir l'énergie, qui varie alors en  $x^2$  ou en  $P^2$ . Ceci est une approximation, légitime dans le cas des métaux, où la déformation élastique est négligeable. En revanche, l'intégration directe suivant  $x$  est inadéquate dans le cas de la silice, où l'on ne peut négliger le déplacement élastique. Le déplacement vertical de la silice en bordure du contact, en  $r=a$ , sera écrit  $\delta-x$  (cf. Figure 38) : il ne dépend que du rayon de contact et du poids<sup>74</sup> et peut donc s'exprimer en fonction de  $P$  ou de  $x$  :

$$\delta - x = \frac{4H_s}{\pi E^*} \sqrt{2Rx} \quad 3-39$$

$$\delta(P) = \frac{P}{2\pi R H_s} + \frac{4}{\pi E^*} \sqrt{\frac{H_s P}{\pi}}$$



**Figure 38 : schéma de l'enfoncement lors du contact sphère-plan**

Dans le cas hertzien  $\delta$  vaut exactement  $a^2/R$  alors que lors du contact plastique  $x \approx a^2/2R$ .

On peut alors écrire  $\varepsilon$  en fonction de  $P$ , et, plus intéressant pour nous, la dérivée de l'énergie par rapport au poids.

$$\begin{aligned} \frac{d\varepsilon}{dP} &= \frac{d\left[\int Pd\delta(P)\right]}{dP} \\ \frac{d\varepsilon}{dP}\Big|_{\text{plastique}} &= \frac{P}{2\pi RH_s} + \frac{2}{\pi E^*} \sqrt{\frac{H_s P}{\pi}} \end{aligned} \quad 3-40$$

Au départ, lorsque la pression de contact est inférieure à  $H_s$ , le contact est élastique et nous appliquons simplement l'équation 3-27 d'où l'on tire :

$$\frac{d\varepsilon}{dP}\Big|_{\text{élastique}} = \frac{2}{3} \left( \frac{3}{4E^*} \right)^{2/3} \frac{P^{2/3}}{R^{1/3}} \quad 3-41$$

Lorsque  $a < a_d$ ,  $\varepsilon(P)$  est intégrée à partir de 3-41 ; dès que  $a > a_d$ , l'intégration de  $\varepsilon$  se fait à l'aide de 3-42. L'enfoncement  $\delta$  total est déduit à partir d' $\varepsilon(P)$ . C'est ainsi qu'a été calculée la Figure 36, qui illustre l'effet d'un changement de la dureté sur l'enfoncement total et sur la force équivalente, pour une énergie d'impact donnée. Le calcul de la force permet l'application de la loi d'échelle de croissance 3-26 dans un cas où l'énergie est connue, dans l'hypothèse quasi statique. Nous pouvons également exprimer l'énergie mécanique minimale pour amorcer une fracture conique, d'après la discussion du §3.4.1.3. Nous obtenons :

$$\varepsilon_h = \frac{P_h^2}{4\pi RH_s} + \frac{4}{3\pi E^*} \sqrt{\frac{H_s P_h^3}{\pi}} \quad 3-42$$

qui vaut  $1.43 \cdot 10^{-7}$  J pour le cas  $R=10\mu\text{m}$ . Dans l'équation 3-42,  $\varepsilon$  augmente lorsque  $R$  diminue. Or, dans la gamme de réponse élastique du matériau, l'énergie au seuil de fracturation diminue avec  $R$  suivant la forme 3-27 qui varie en  $R^{4/3}$ .

$$\varepsilon = \frac{2}{5} \left( \frac{3}{4E^*} \right)^{2/3} \left[ \frac{P}{R} \right]^{5/3} R^{4/3} = \frac{2}{5} \left( \frac{3}{4E^*} \right)^{2/3} A^{5/3} R^{4/3} \quad 3-43$$

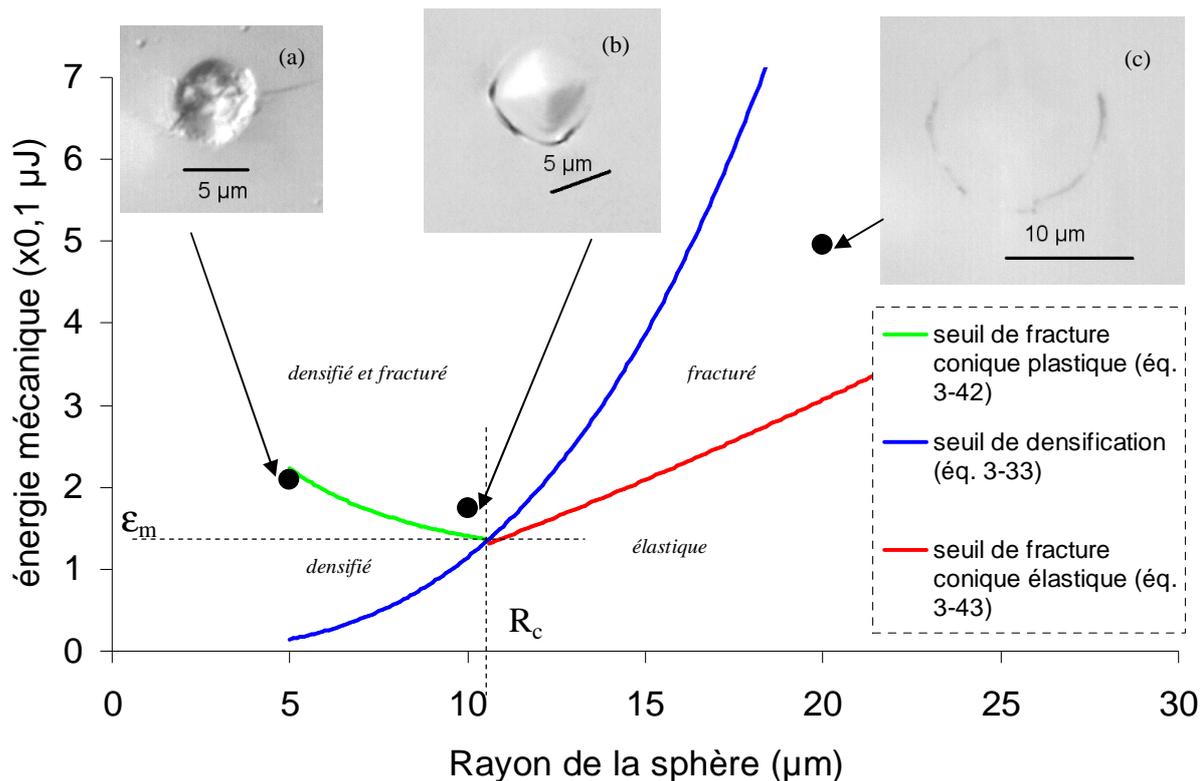
Le minimum d'énergie pour fracturer est obtenu pour  $R \approx R_c$ , pour lequel  $a_d = a_h$ ,

$$\varepsilon_m = \frac{2}{5} \left( \frac{3}{4E^*} \right)^{2/3} \frac{P_h^{5/3}}{R_c^{1/3}} = \frac{3}{10E^*} \frac{\pi^2}{(1,18k_{\text{max}})^6} \frac{K_I^6}{H_s^4} \quad 3-44$$

et vaut  $\varepsilon_m \approx 1.36 \cdot 10^{-7}$  J, pour  $K_I = K_{Ic}$ , et une sphère en diamant, comme nous pouvons le visualiser sur la Figure 39. Un minimum absolu (pour  $K_I = K_{Ic}$ ) est atteint lorsque la sphère est indéformable ( $E^* = E/(1-\nu^2)$ ) : il vaut  $1.27 \cdot 10^{-7}$  J.

Dans le cas d'un impact dynamique, selon l'analyse ci-dessus, il faudrait considérer un  $K_I$  plus élevé pour l'amorçage.  $R_c$  varie en  $\frac{K_I^2}{H_s^3}$  et  $\varepsilon_m$  en  $\frac{K_I^6}{H_s^4}$ . Pour un  $K_I$  valant  $2K_{Ic}$  le rayon critique est

multiplié 4 et l'énergie minimum par 64. Mais, lors d'un impact dynamique, la dureté  $H$  devrait également varier. Sa dépendance étant incertaine, il est difficile de quantifier l'évolution des grandeurs définies en fonction de la vitesse de chargement.



**Figure 39 : seuils de densification et de fracturation conique en fonction du rayon de sphère**

Calcul de l'énergie mécanique nécessaire pour densifier ou fracturer en fonction du rayon  $R$  de l'indenteur, pour  $K_I=K_{IC}$ .

Pour la fracturation un minimum  $\epsilon_m$  est atteint en  $R=R_c$ . Pour  $R < R_c$ , la densification précède la fracturation.

Trois photos, prises en microscopie Nomarski à contraste interférentiel, d'empreintes : (a) faite avec 300 mN et  $R=5 \mu\text{m}$ , (b) faite avec 350 mN et  $R=10 \mu\text{m}$ , (c) réalisée avec 800 mN et  $R=20 \mu\text{m}$ .

L'indent (a) ne présente pas de trace de fracture conique. Noter que l'état de surface dans l'empreinte n'est pas bon. Un démarrage de fracture radiale signale une traction orthoradiale : cet évènement n'est pas traité dans notre hypothèse. Des modélisations par éléments finis reproduisent une tension orthoradiale importante après déchargement, dans le cas d'un contact sans frottement<sup>77</sup>.

L'indent (b) a été réalisé près du minimum d'énergie. L'indent (c) ne présente pas de trace évidente de densification. Les fractures semi-circulaires de (b) et (c) sont positionnées à un rayon  $r$  valant environ 1.2 fois le rayon de contact, rayon plastique mesuré pour (b) et rayon élastique calculé pour (c).

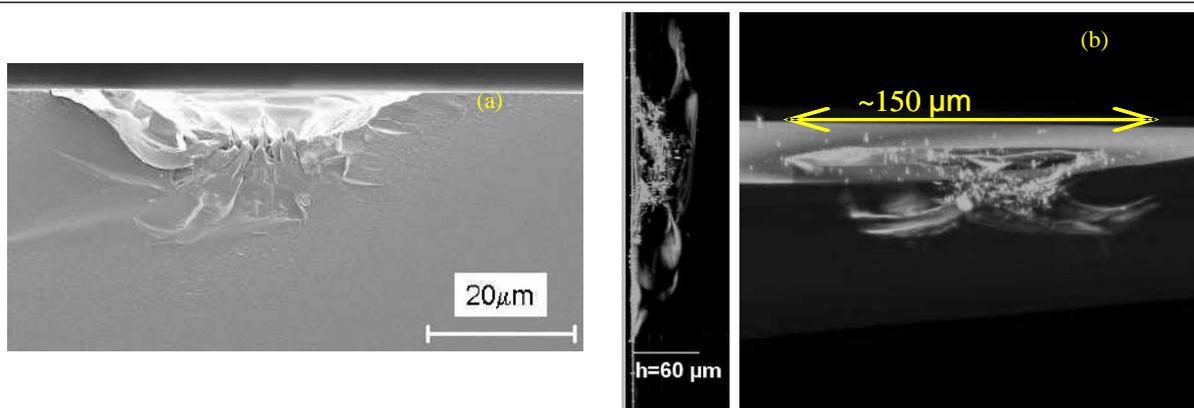
### 3.4.2 "Impact" laser

Commençons par détailler les différences entre un dommage laser en surface et un impact quasi statique. Dans le cas d'un dépôt d'énergie laser, en face arrière, l'absorption démarre sur un défaut de taille sub-micrométrique ou micrométrique. Au cours de l'irradiation, la zone de dépôt d'énergie laser s'étend, comme nous le verrons au §4. L'énergie mécanique est transférée acoustiquement, ou par chocs, à une vitesse de l'ordre de 5 km/s ; et se dépose sur une zone variable, qui grandit proportionnellement à la durée d'impulsion  $\tau$ . La dimension du site va donc varier avec  $\tau$  : Carr *et al.* ont mesuré une relation approximativement linéaire entre le diamètre des dommages et  $\tau$ <sup>81</sup>.

<sup>81</sup> Carr, C. W., Matthews, M. J., Bude, J. D., Spaeth, M. L., "The effect of laser pulse duration on laser-induced damage in KDP and SiO<sub>2</sub>", *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2006, Proc. of SPIE* Vol. 6403, 0K, (2006)

Par ailleurs le dépôt se fait à l'intérieur du matériau, et non sur la surface. Dès que les ondes de choc créées atteignent la surface, elles se réfléchissent en onde de détente, susceptible de créer un effet de spallation, ou de modifier la direction des fractures créées par la phase de compression<sup>82</sup>.

Cependant, les observations des sites d'amorçage de dommages en face arrière indiquent la présence de fissures qui pourraient être interprétées comme "hertziennes" (cf. Figure 40). Les structures sous-jacentes au cratère ont pu être parfois identifiées à des fractures médianes<sup>83</sup>. Compte tenu des autres observations disponibles, cela ne semble pas l'interprétation la plus directe ; il semble d'ailleurs que les auteurs de la réf. 83 excluent l'occurrence de cônes de Hertz en utilisant un dessin issu de la réf. 25 représentant l'indentation plastique de verres "normaux". Cela paraît une erreur, eu égard aux résultats que nous venons de discuter. La Figure 40a indiquerait plutôt que plusieurs structures coniques sont "emboîtées" sous le dommage. Sur la Figure 40b, on peut voir une fissure approximativement symétrique par rapport à la normale à la surface. Il semble que la fissure parte comme une fracture circulaire, puis évolue en cône, avant de retourner vers la surface en passant par une position (radiale) où elle lui est parallèle. Remarquons que cette fracture pourrait être appelée fracture latérale, si elle ne démarrait pas en se dirigeant vers la profondeur du matériau. La géométrie de ces fractures pourrait être expliquée de la façon suivante : la compression locale amorce une fracture conique, qui commence à se propager. Après quelques  $\mu\text{m}$  (quelques ns) de propagation, vient la détente qui a deux conséquences : d'une part la tension principale devient parallèle à la surface, occasionnant la rotation de la fissure ; d'autre part, l'onde de détente expulse une partie de la matière qui a été comprimée dans un premier temps. Nous reviendrons sur ce point au prochain chapitre.



**Figure 40 : fractures dues à l'amorçage de dommages laser à  $3\omega$  en face arrière.**

(a) coupe en microscopie électronique à balayage ( $30 \text{ J/cm}^2$ ,  $10 \text{ ns}$ )<sup>81</sup>.

(b) image en microscopie confocale ( $28 \text{ J/cm}^2$ ,  $12 \text{ ns}$ )<sup>84</sup>. Vues latérale et 3D.

Durant l'irradiation, le site est totalement hors d'équilibre mécanique. Il ne peut être question d'appliquer directement et sans nuances aux conditions dynamiques les lois déterminées ci-dessus pour le cas quasi-statique. Cependant, les principes physiques et les ordres de grandeur peuvent nous servir de référence. Il est concevable que l'on ait dans le cas dynamique une densité d'énergie minimale pour

<sup>82</sup> Feit, M. D., Rubenchik, A. M., "Importance of free surface for damage crater formation", *Laser-induced damage to optical materials 2006*, Proc. of SPIE 6403, p.64030A (2006).

<sup>83</sup> Wong, J. *et al.*, "Morphology and microstructure in fused silica induced by high fluence ultraviolet  $3\omega$  (355 nm) laser pulses", *J. Non Crystalline Solids*, **352** (2006) 255–272

<sup>84</sup> Bertussi, B., Cormont, P., Palmier, S., Legros, P., Rullier, J.-L., "Initiation of laser-induced damage sites in fused silica optical components", *Opt. Exp.* **17** 11469 (2009)

fracturer, et que le même genre de transition existe entre une déformation essentiellement plastique du site, et une fracturation de type hertzien. Le minimum d'énergie est associé à une dimension minimale de la zone endommagée, le cœur de la zone étant déformé de façon plastique. Nous posons qu'il existe une dimension de dommage minimum  $a_{\text{laser}}$  et une énergie minimale  $\epsilon_{\text{laser}}$ , au-dessous desquelles la transformation est uniquement plastique. Par analogie avec le cas traité ci-dessus, nous prendrons  $a_{\text{laser}}$  de l'ordre de 3 à 10  $\mu\text{m}$ , et  $\epsilon_{\text{laser}}$  de l'ordre de  $10^{-7}$  à  $10^{-6}$  J, et donc une densité d'énergie mécanique déposée de l'ordre de 1 J/cm<sup>2</sup>. Pour les petites durées d'impulsion, qui créent de petits dommages, la densité d'énergie nécessaire devrait donc être plus grande, si nous poussons l'analogie avec les conditions quasi-statiques.

Pour mieux connaître ce seuil de fracturation conique en régime nanoseconde, il serait intéressant d'effectuer des calculs dynamiques d'impacts mécaniques, indépendamment des calculs d'interaction avec le laser dont nous parlerons plus loin. Quelques essais préliminaires entrepris avec HESIONE, un code 2D de dynamique rapide, ont porté sur des mobiles cylindriques de silice de taille micrométrique impactant une surface de silice avec une vitesse de l'ordre de 500 m.s<sup>-1</sup>. Dans ces conditions, la compression du matériau dure quelques nanosecondes et atteint une pression de l'ordre de 10 GPa. Une onde de traction se propage à la surface, en s'éloignant du point d'impact. Pour dépasser cette description qualitative, il faudrait modifier profondément la loi de comportement de la silice utilisée, et effectuer des calculs très résolus spatialement. Nous pourrions alors aborder la question de l'ouverture de fractures nanométriques, comme nous l'avons fait plus haut dans le cas statique.

Revenons à l'analogie entre l'indentation statique et le dommage laser. Alexander Rubenchik et Mike Feit ont déjà développé des arguments semblables, reliant dimensionnellement l'endommagement laser de la silice et la déformation du matériau due au dépôt d'énergie<sup>85</sup>. Leur analyse ne s'appliquait pas spécifiquement aux surfaces, et utilisait une valeur faible de la dureté (1.1 GPa). Malgré cette valeur faible apparaissant au dénominateur des grandeurs critiques, Rubenchik et Feit arrivent à des valeurs très faibles pour la taille du dommage et l'énergie, de l'ordre d'une fraction de micromètre et du nanojoule. Ce décalage par rapport à notre dimensionnement provient de l'égalisation brutale de l'énergie mécanique avec l'énergie de surface de fracturation. Or, dans le cas du seuil d'Auerbach qui est celui de notre discussion, ou dans le cas de la croissance des fractures discuté par ailleurs<sup>78,80</sup>, ce n'est qu'une petite fraction de l'énergie mécanique qui est utilisée pour créer la fracture. L'essentiel de cette énergie sert à déformer le matériau, élastiquement ou plastiquement.

---

<sup>85</sup> Feit, M. D., Rubenchik, A. M., "Influence of subsurface cracks on laser induced surface damage", *Laser-induced damage to optical materials 2003*, Proc. of SPIE 5273, p. 264-272 (2004).

### 3.5 Conclusion de la troisième partie

La fracturation conique de la silice, décrite par Hertz il y a plus de cent ans (en 1880), se produit au-dessus d'une densité d'énergie mécanique en surface de l'ordre du  $\text{J}/\text{cm}^2$ , seuil découvert empiriquement par Auerbach en 1891. Les fissures circulaires s'amorcent à partir de microfissures surfaciques dans le champ élastique de tension à fort gradient présent à proximité de la zone de contact. Au premier ordre, les calculs linéaires réalisés à l'aide du champ élastique hertzien permettent de rendre compte des expériences d'indentation sphériques réalisées au CEA/CESTA, et d'estimer la longueur et la densité des microfissures présentes avant l'indentation.

Cependant, lors des indentations, la silice montre également une évolution plastique : elle se densifie quand la pression et le cisaillement dépassent un seuil donné. Le phénomène de densification a été observé dans des configurations très diverses, mais il reste encore mal modélisé.

Le cône de Hertz est la fissure prédominante dans la plupart des expériences de contact, que l'indenteur soit aigu ou sphérique, que la silice se densifie ou non. L'amorçage de la fracture conique apparaît pour une densité d'énergie donnée dans le domaine élastique, mais seulement au-dessus d'un rayon de contact,  $a_h$ , et d'un seuil d'énergie élastique déposée  $\epsilon_m$ . Au-dessous de cette énergie (ou dimension), seule la densification est observée.  $a_h$  varie comme  $\frac{K_I^2}{H_s^2}$  et  $\epsilon_m$  comme  $\frac{K_I^6}{H_s^4}$ . Ce seuil

dépend de la durée de la contrainte : plus celle-ci est courte, moins la fissure a de temps pour se propager, et plus elle doit subir des  $K_I$  élevés pour avancer. Mais, la dépendance de la dureté  $H_s$  restant mal connue, la variation de ces rapports ne peut être discutée quantitativement.

Dans ces conditions quasi-statiques,  $a_h$  vaut environ  $3 \mu\text{m}$  et  $\epsilon_m$   $1.3 \cdot 10^{-7} \text{ J}$ . Par analogie avec le cas quasi-statique, nous conjecturons l'existence d'une transition ductile-fragile pour les dépôts d'énergie mécanique dus à l'absorption laser. Au-dessous d'une dimension  $a_{\text{laser}}$  et d'une énergie déposée  $\epsilon_{\text{laser}}$ , la déformation du matériau consiste essentiellement en une densification. Au-delà de ces seuils, le matériau peut se fracturer en profondeur, similairement à un cône de Hertz. Il est nécessaire de déposer une densité d'énergie mécanique minimum dans le matériau pour passer en mode d'endommagement fragile : l'ordre de grandeur de ce minimum est  $1 \text{ J}/\text{cm}^2$ .

La propagation d'un cône de Hertz suit une loi d'échelle, éq. 3-26, reliant son rayon de base à la force exercée au sommet. Un coefficient de proportionnalité pour cette loi ( $\chi_0$ ) a pu être extrait de diverses expériences publiées, et semble convenir pour les indentations statiques comme pour les impacts de billes pouvant être considérés comme quasi-statiques.

## 4 Modèle théorique et expériences d'interaction laser-fracture

Si la silice ne comporte pas de défaut, et si l'énergie laser est répartie de façon uniforme, aucun dommage n'apparaît dans les conditions d'utilisation nominale des optiques en silice du LMJ. D'ailleurs, l'essentiel des surfaces polies que nous approvisionnons aujourd'hui résiste à un flux de 14 J/cm<sup>2</sup>, 3 ns, 3 $\omega$  [18]. Mais quelques sites s'endommagent à des fluences plus faibles. Ce comportement statistique irréversible impose une métrologie très particulière (cf. §2 et [VIII]). Comme nous l'avons établi au §2, un effort de compréhension physique est nécessaire pour interpréter et consolider cette métrologie.

Au commencement de nos études, ignorants de la nature des défauts critiques, nous avons fait le choix de travailler expérimentalement et théoriquement avec des défauts modèles. Il est apparu tout d'abord que nous n'avions rien à craindre de défauts à l'échelle atomique (défauts dits ponctuels : lacunes, atomes interstitiels, ...) isolés, l'énergie déposée étant insuffisante pour créer un effet macroscopique sur le matériau. Notons que cette conclusion provient du relativement faible nombre de tirs potentiellement subis par une optique LIL ou LMJ : l'ordre de grandeur maximal de ce nombre est 1000. Le raisonnement serait différent pour une installation laser devant réaliser des millions de tirs, comme les bancs de gravure de la microélectronique par exemple : dans ce cas-là, l'évolution et l'accumulation des défauts ponctuels peuvent se révéler dommageables.

Recherchant des défauts de taille largement supérieure à l'atome, mais suffisamment petits pour rester invisibles optiquement, nous nous sommes donc tournés vers les deux types génériques de défauts potentiels :

- Une accumulation d'espèces (atomique, moléculaire) absorbantes, mise en œuvre sous la forme de nanoparticules<sup>86</sup> (cf. [I]-[VI]).
- Une rupture géométrique du milieu susceptible d'exalter le champ laser par interférence, que nous avons obtenue par des fractures, en général réalisées par micro-indentation.

Dans une certaine gamme de fluences, la densité de dommages laser est liée quantitativement à la concentration d'impuretés absorbantes présentes en surface de la silice polie [VII]. Mais, sur les pièces de bonne tenue au flux, les dommages qui se produisent aux fluences de travail LIL/LMJ sont décorrélés de la quantité de contaminants présents [IX]. Les impuretés absorbantes sont insuffisantes par elles-mêmes pour expliquer les dommages. Nous ne reviendrons pas ici sur ces travaux ([I]-[VII]).

D'un autre côté, reprenant l'idée de nos collègues de Livermore<sup>87</sup>, nous avons montré que les fractures obtenues par indentation constituent des points faibles [BDS-27]. Les fractures sont donc les sites incriminés. Ces sites de taille micrométrique, également appelés ailleurs fissures, microfissures, ont donc été l'objet de notre exploration physique durant ces dernières années.

La présence de fractures à la surface de la silice polie a été maintes fois mise en évidence ; récemment, cette question a été de nouveau explorée dans le contexte NIF<sup>34</sup> et LMJ<sup>88,89</sup>. Nous avons

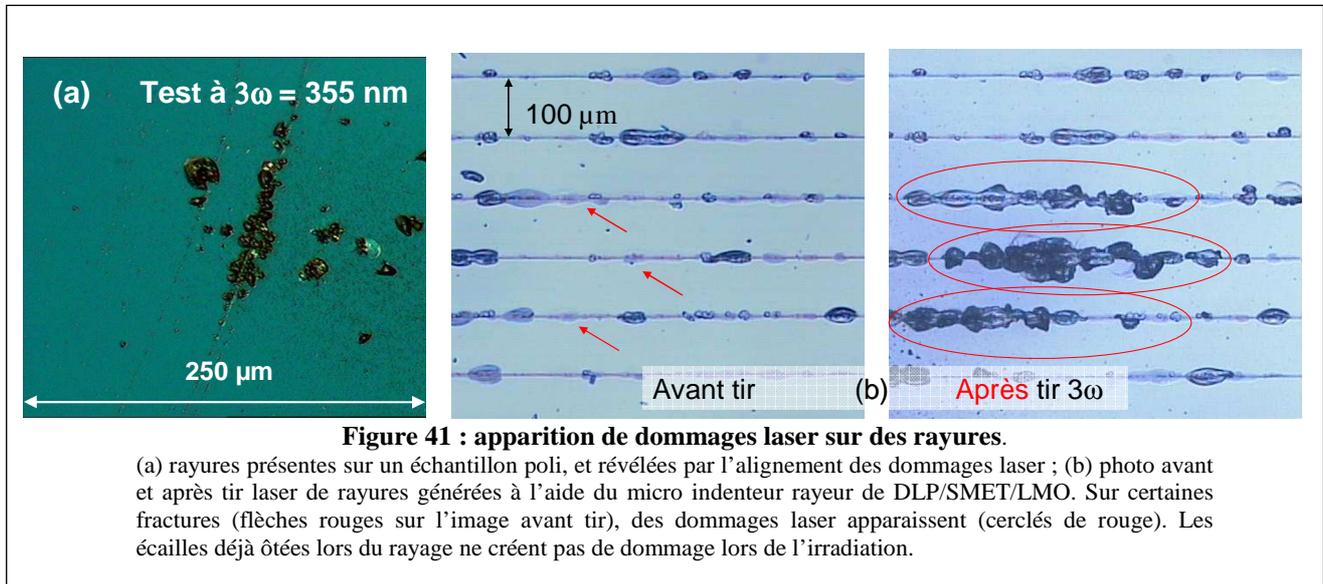
<sup>86</sup> Bercegol H., "Bilan des études d'endommagement laser et perspectives de R&D pour le LMJ", rapport CEA LMJ-10060-F70-INT-MOS02238A, CEA/CESTA/DLP DO 63 du 15/05/06

<sup>87</sup> Salleo, A., Génin, F.Y., Yoshiyama, J.M., Stolz, C.J., Kozlowski, M.R., "Laser-induced damage of fused silica at 355 nm initiated at scratches", *Laser-Induced Damage in Optical Materials : 1997, Proc. of SPIE* Vol. **3244** (1998) 341.

<sup>88</sup> Iordanoff, I., Battentier A., Néauport J., Charles J.-L., "A discrete elements model to investigate sub-surface damage due to surface polishing", *Tribology International*, **41** 957 (2008)

<sup>89</sup> Néauport, J., Cormont, P., Legros, P., Ambard, C., Destribat, J., "Imaging subsurface damage of grinded fused silica optics by confocal fluorescence microscopy", *Opt. Exp.*, **17**, 3554 (2009)

vu au §3.1.2.4 que les indentations hertziennes réalisées sur nos échantillons permettaient de mettre en évidence ces fissures. Lors des tests de tenue au flux sur échantillons, des rayures sont apparues régulièrement comme des sites privilégiés d'endommagement (Figure 41a). Les essais préliminaires de rayage réalisés sur l'indenteur-rayeur CSM instruments ont montré que l'endommagement laser était associé aux fractures générées sous la surface [BDS-20] (Figure 41b).



Les fractures constituent une zone d'amplification du champ laser<sup>90,91</sup>. Mais, à l'exclusion des cas d'autofocalisation, traités au §1, une exaltation de l'éclairement est insuffisante à elle seule pour amorcer un dommage dans les conditions LIL/LMJ. En revanche, si l'on suppose une absorption initiale suffisante dans la fracture, il est possible de comprendre le lien de ce défaut avec l'endommagement laser.

#### 4.1 Modèle physique d'interaction laser fracture

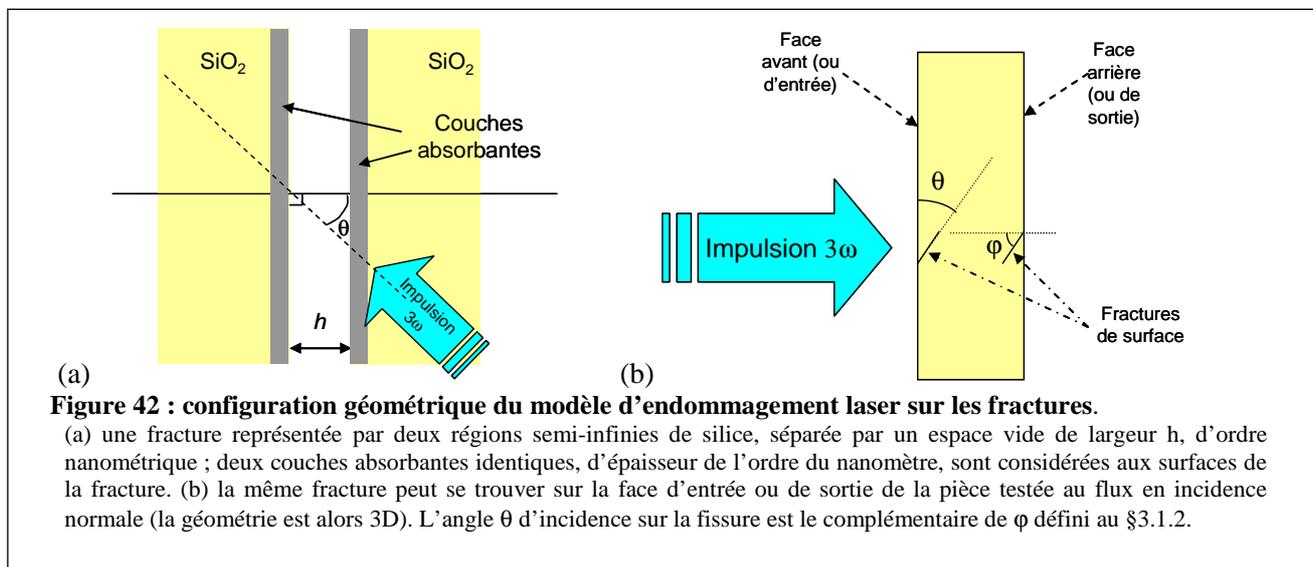
Nous avons construit un modèle permettant de prédire les conditions physiques dans et autour d'une fracture lors du passage de l'impulsion [BDS-29],[BDS-31]. La géométrie, illustrée sur la Figure 42a, est monodimensionnelle : la fissure est constituée de deux plans infinis parallèles. Les phénomènes physiques traités sont l'interaction de la structure atomique avec le champ laser (qui lui est tridimensionnel) en tenant compte des propriétés optiques du site et le comportement thermomécanique. Le couplage entre électromagnétisme et thermomécanique permet de relier directement un éventuel effet du défaut sur le champ laser aux conséquences précises pour le matériau, liaison qui pour l'instant n'a pas été faite dans le cas d'une fissure<sup>90,91</sup>. Le modèle est fonctionnellement très semblable au code ESTHER<sup>92</sup>, développé au CEA/DIF et utilisé en particulier pour les études sur nanoparticules [I]. Afin de rendre l'utilisation du modèle plus accessible, il est prévu que les ingrédients physiques spécifiques des fractures dans la silice soient implantés dans ESTHER, qui est diffusé et utilisé dans plusieurs laboratoires CEA,.

<sup>90</sup> Bloembergen N., "Role of cracks, pores, and absorbing inclusions on laser induced damage threshold at surfaces of transparent dielectrics," *Appl. Opt.* **12**, 661-664 (1973).

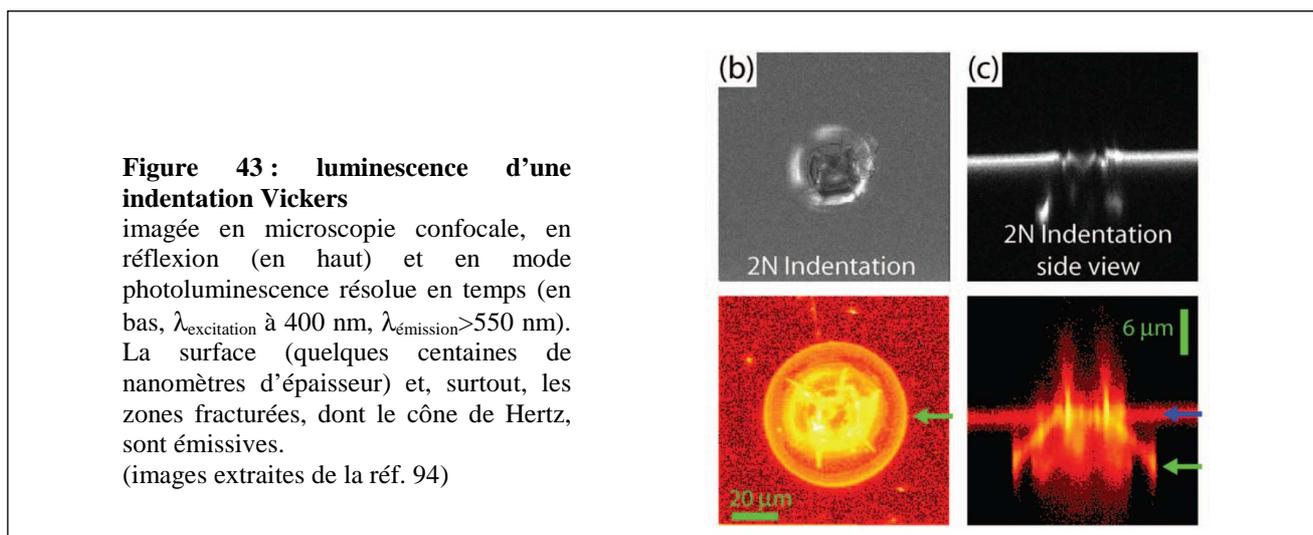
<sup>91</sup> Génin, F.Y., Salleo, A., Pistor T. V., Chase L. L., "Role of light intensification by cracks in optical breakdown on surfaces", *J. Opt. Soc. Am. A* **18** 2607-2616 (2001).

<sup>92</sup> Combis P., Debonnel C. "Notice d'utilisation du code ESTHER, Version 2007", CEA/DIF/DPTA/SPPE DO121, du 12/11/07

À côté de ces simulations 1D, nous avons aussi développé un modèle continu simplifié<sup>93</sup>, qui se révèle pratique pour décrire les phénomènes et quantifier les ordres de grandeurs. Il permet de montrer que le comportement dynamique de la silice dans l'endommagement laser est déterminé par des grandeurs assez simples, comme la pression dans la fissure.



L'interaction irréversible démarre sur les sites atomiques (ou espèces) absorbants que l'on suppose présents en surface de la fracture. La nature de ces espèces est encore incertaine. Des pistes ont été discutées précédemment [BDS-29], en particulier la présence d'état de liaison particulier entre Si et O. Mais un travail de fond, jugé nécessaire, fait l'objet d'une thèse en cours (Jessica Fournier, CEA/CESTA et ICMCB). La connaissance des propriétés spectroscopiques des fractures est également importante pour leur détection<sup>89</sup>, dans le but de mieux les compter et d'en réduire le nombre lors des étapes du polissage. La publication récente de Laurence *et al.*<sup>94</sup> tend à renforcer notre hypothèse : ces expériences mettent en évidence une photoluminescence de durée de vie nanoseconde sous excitation à 400 nm, provenant essentiellement des zones fracturées autour d'une indentation (Figure 43).



<sup>93</sup> Grua P., Laignère L., Morreeuw J.-P., Palmier S., J.-L. Rullier, Bertussi B., Bercegol H., "Amorçage de l'endommagement de la silice à  $3\omega$  à partir de fractures : pression d'endommagement et loi d'échelle temporelle", rapport CEA/CESTA/DLP/SCAL/LSL DO22 du 26/05/09

<sup>94</sup> Laurence, T. A., Bude, J. D., Shen, N., Feldman, T., Miller, P. E., Steele, W. A., Suratwala, T., "Metallic-like photoluminescence and absorption in fused silica surface flaws", *App. Phys. Lett.*, **94**, 151114 (2009)

L'absorption, mesurée sur une excitation à 400 nm, implique probablement une absorption à  $3\omega$  (351 nm). Les auteurs de la réf. 94 montrent par ailleurs la propension à l'endommagement laser  $3\omega$  des zones se signalant par cette photoluminescence. En sus de l'absorption par la silice aux surfaces de fracture, la présence de contaminants organiques peut également aggraver l'endommagement, comme l'a démontré la thèse récemment soutenue par Karell Bien-Aimé<sup>95</sup>. Nous n'approfondirons pas cette question ici.

Une équation d'état a été spécifiquement développée [BDS-29] pour la silice afin de couvrir l'éventail des températures et pressions exploré, allant du solide comprimé à basse température à la vapeur à haute température et pression. Avant d'aborder le modèle en détail, nous allons nous arrêter quelques instants sur ce point, à la fois important pour nos travaux, et relativement mal connu.

#### 4.1.1 Équation(s) d'état de la silice

Le dépôt d'énergie laser dans le matériau occasionne une modification de la température, de la pression et de la densité moyenne. Lors du calcul, le code numérique détermine l'état du matériau dans une maille, supposée à l'équilibre thermodynamique local, en appliquant une équation d'état (EOS pour "Equation Of State"), qui lie énergie interne, température, pression et densité. La donnée de deux de ces quatre grandeurs suffit à déterminer les deux autres. Il n'existe pas aujourd'hui dans la littérature de telle relation validée pour la silice dans toute la gamme nécessaire à notre calcul. Cet état de fait nous a obligés à un effort spécifique pour produire une EOS adaptée, d'abord portée par Jean-Pierre Morreeuw puis continué par David Hébert. Cette tâche a été rendue particulièrement délicate par les propriétés thermodynamiques inhabituelles<sup>1</sup> de la silice amorphe [qui n'est d'ailleurs pas la phase d'équilibre thermodynamique à température et pression ambiante, mais c'est ici un point de détail...]. Une version d'EOS a été publiée récemment pour la simulation des impacts météoritiques<sup>96</sup> avec une partie basse température et haute densité censée reproduire les propriétés de la silice cristalline sous sa forme "quartz  $\alpha$ ". Cependant, comme l'auteur le signale lui-même, l'EOS de la réf. 96 ne permet pas de retrouver les propriétés de choc du quartz en dessous de 15 GPa, et a fortiori ne pourrait pas décrire la silice amorphe dans ces conditions (cf. §3.2).

L'EOS que nous utilisons dans le modèle 1D (notée DH dans la suite de ce §) permet de reproduire les propriétés sous choc jusqu'à l'HEL mais ne traite pas encore la densification de façon précise. Concernant la gamme de plus haute température, dans la zone de coexistence liquide-vapeur, l'EOS a été travaillée dans le but premier de rendre compte du démarrage de l'absorption, aux alentours de 3000 K, dans des conditions où la vapeur est sous forme de SiO. Afin de l'utiliser à des températures plus importantes où le gaz est monoatomique, voire ionisé, la masse molaire moyenne du gaz a été prise égale à 0.020 kg/mole, qui est celle d'une vapeur d'atomes Si + 2 O dissociés. Cependant l'énergie de cohésion Q a été fixée à  $1.7 \times 10^7$  J/kg<sup>97</sup>, correspondant à la dissociation du solide en gaz SiO +  $\frac{1}{2}$  O<sub>2</sub>. Des travaux sont en cours pour inclure dans une EOS la dissociation complète en Si + 2 O qui demande  $3.05 \times 10^7$  J/kg<sup>97</sup>.

Il y a malheureusement peu de données expérimentales pour "caler" l'EOS à haute température. Des mesures existent pour l'équilibre liquide-vapeur (LV) entre 1500 et 2500 K<sup>1</sup>. La température d'ébullition, pour laquelle la pression de coexistence  $P_1$  vaut 1 atmosphère soit environ  $10^5$  Pa, a été calculée (cf. réf. 1 et 96) en tenant compte de toutes les réactions chimiques potentielles, et de toutes les

<sup>95</sup> Bien-Aimé, K., *Impact de l'environnement sur l'endommagement laser des optiques de silice du Laser MégaJoule*, thèse de l'Université Bordeaux 1, novembre 2009

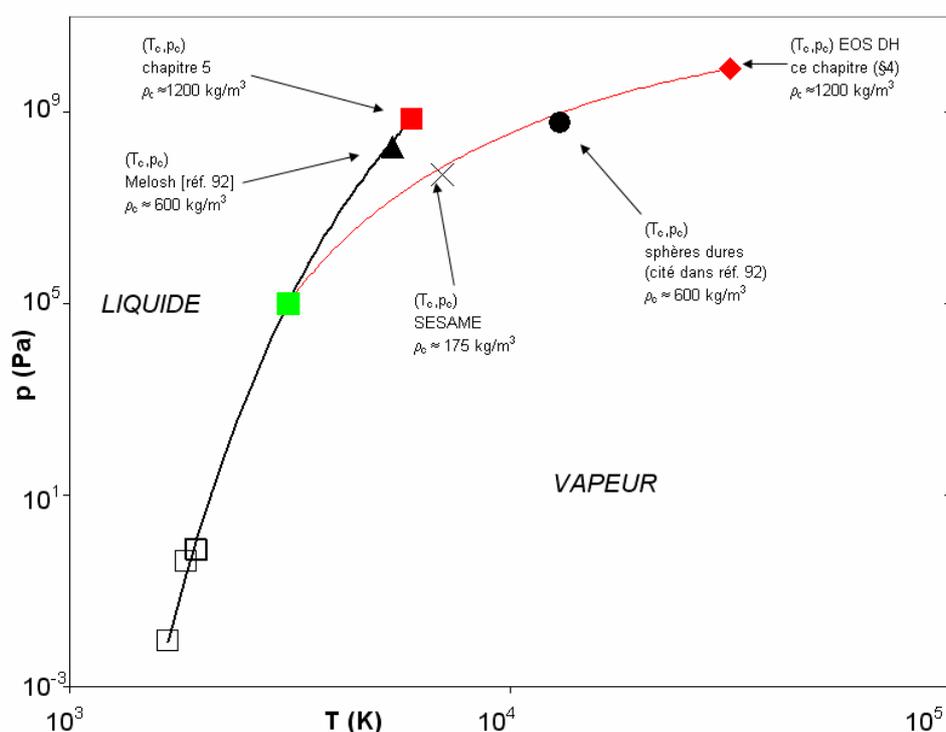
<sup>96</sup> Melosh, H. J., "A hydrocode equation of state for SiO<sub>2</sub>", *Meteoritics & Planetary Science* **42**, 2079 (2007)

<sup>97</sup> *CRC Handbook of Chemistry and Physics, 74<sup>th</sup> edition*, David R. Lide éditeur en chef, Chemical Rubber Company Press (1993)

espèces présentes dans le gaz : nous prendrons  $T_1=3070$  K. Les données expérimentales ( $T_{LV}; p_{LV}$ ) et le point d'ébullition calculé peuvent être ajustés par une loi de Clausius Clapeyron :

$$p_{LV}(T) = p_1 \exp\left[\frac{\Delta H_{LV}}{R} \left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T}\right)\right] \quad 4-1$$

où  $\Delta H_{LV}$  vaut environ 484 kJ/mole<sup>96</sup>. En dessous de 6000 K, sur la courbe de coexistence, la vapeur est essentiellement constituée de SiO et de O<sub>2</sub> mais de 10 à 20 % de SiO<sub>2</sub> n'est pas dissocié, et une partie de l'oxygène est sous forme atomique. La masse molaire moyenne du gaz  $M$  vaut 2/3 de celle de SiO<sub>2</sub>, soit 0.040 kg/mole. Si le point critique de la silice avait été mesuré, voire seulement encadré à un facteur 2 près, cela serait d'un grand secours pour l'établissement d'une EOS fiable. En l'absence de mesure de ce point ( $T_c; p_c$ ), les diverses EOS disponibles prédisent des points très variables dont certains sont représentés sur la Figure 44, la fluctuation allant jusqu'à un facteur 5 en température et 1000 en pression. Ces variations sont dues à des hypothèses très diverses, et souvent difficiles à étayer, sur le potentiel d'interaction entre les espèces constituant la vapeur.



**Figure 44 : équilibre liquide vapeur (courbe de saturation) et point critique de la silice**

- Mesures de pression de vapeur ; ■ point d'ébullition (calcul cf. réf. 1 ou 96) ;
- Ajustement avec l'éq. 4-1 ;
- Calculs selon EOS DH utilisé dans ce chapitre pour le modèle 1D d'interaction laser fracture.
- Différentes estimations théoriques du point critique figurent également :
- ◆ EOS DH (ce chapitre) ; ■ modèle de croissance (§5.2.2)
- ▲ Melosh (réf. 96) ; ● autre EOS citée par réf 96 ; × EOS SESAME

Le potentiel d'interaction influence directement sur deux paramètres caractérisant le point critique : la densité de matière  $\rho_c$  et le taux de compression  $\frac{p_c M}{RT_c \rho_c}$  où  $M$  est la masse molaire de la vapeur. Pour

nos calculs,  $\rho_c$  vaut  $1200 \text{ kg/m}^3$  c'est-à-dire qu'il est un facteur 2 au-dessus des hypothèses de la réf. 96. Le taux de compression au point critique est 0.5 : cette valeur est également plus élevée que celle des autres EOS, en général prise à 0.3. L'utilisation de l'énergie de cohésion correspondant à la formation de SiO et de la masse molaire de vapeur totalement dissociée occasionne le décalage de pente de la courbe de saturation de l'EOS DH par rapport à l'éq. 4-1. La correction de cet écart est en cours : elle demande un travail de fond qui prendra plusieurs mois.

Nous avons heureusement constaté que les grandes lignes des résultats sur l'amorçage de l'endommagement laser sont peu dépendantes de l'EOS utilisée. Notre EOS de base (notée DH sur la Figure 44) et SESAME, diffusée par Los Alamos (cf. [t1web.lanl.gov/doc/SESAME\\_3Ddatabase\\_1992.html](http://t1web.lanl.gov/doc/SESAME_3Ddatabase_1992.html)) et disponible dans le code ESTHER<sup>92</sup>, ont donné des résultats très proches en terme de pression générée lors de tests croisés. Pourtant, leurs estimations du point critique sont très différentes.

Les données de  $(T_c; p_c)$  et de la courbe de saturation sont formellement importantes pour le modèle de croissance, discuté au chapitre suivant (§5). Pour ces calculs, nous avons donc corrigé la position du point critique par rapport à l'éq. 4-1. Le point critique que nous avons retenu pour le §5 (■ sur la Figure 44) retient néanmoins les mêmes valeurs de  $\rho_c$  et de taux de compression que l'EOS DH. Nous en reparlerons.

Revenons maintenant au tout début de l'interaction entre le laser et la fracture, alors que le matériau est encore partout à la température ambiante et à la pression atmosphérique.

#### 4.1.2 Amorçage de l'absorption

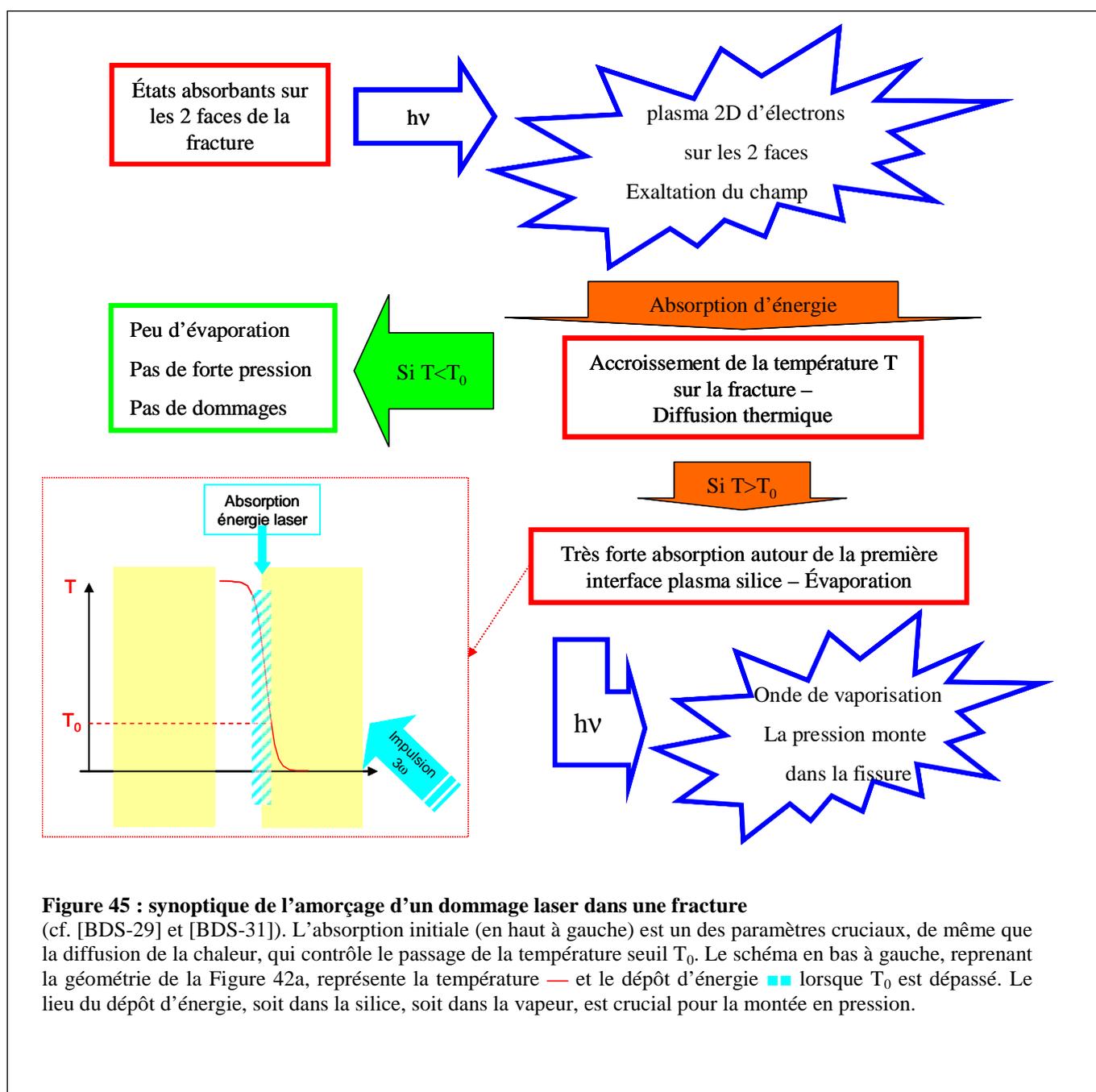
Si la démonstration expérimentale récente<sup>94</sup> affermit l'hypothèse d'absorption initiale dans les fractures, nous ne connaissons toujours pas le niveau ni le mécanisme d'absorption. Pour l'instant, cette absorption est donc traitée de manière *ad hoc*. Le niveau de l'absorption initiale est dans l'absolu un paramètre libre ; cependant, sa valeur est bornée par excès par les mesures sur les sites endommagés<sup>98</sup> à faible puissance laser (intensité de l'ordre du  $\text{kW/cm}^2$ ). L'absorption mesurée est alors inférieure à  $10^{-4}$  : c'est notre valeur de référence, notée  $\alpha_0$ , pour l'absorption initiale. La donnée de l'absorption n'est pas suffisante pour réaliser les calculs : il faut connaître la densité d'espèces absorbantes, et leur section efficace, le produit des deux conduisant à l'absorption. Nous avons attribué aux états absorbants une section efficace d'absorption de l'ordre de  $0.5 \times 10^{-18} \text{ cm}^2$ , ce qui correspond par exemple au cas du dioxasilirane, groupement Si-O-O-Si qui pourrait être présent en surface de fracture [BDS-29]. Pour une absorption  $\alpha_0$ , la densité d'électrons injectés dans la bande de conduction est alors d'environ  $10^{22} \text{ cm}^{-3}$ , répartie sur une épaisseur de 1 nm. En termes de structure du matériau, ceci correspond environ à un centre absorbant pour trois unités SiO<sub>2</sub>, l'épaisseur de la couche représentant deux mailles élémentaires (0.5 nm pour une structure cristalline du type quartz). Nous avons supposé possible la transition à un photon depuis les états de surface vers la bande de conduction, ce qui dans un premier temps permet son peuplement par le flux laser. Si l'on considère que tous les centres absorbants ont réalisé cette transition et se comportent comme des électrons libres dans la bande de conduction, sur la base du modèle de Drude avec un taux de collisions de  $10^{15} \text{ s}^{-1}$ , qui est usuellement adopté dans le cadre des études sur les matériaux fortement excités, on obtient un niveau d'absorption induite environ 10 fois supérieur à  $\alpha_0$ . Lorsqu'un plasma électronique 2D s'est formé, il est susceptible de créer une amplification du champ électrique local, suivant un mécanisme très dépendant de l'angle d'incidence et de la polarisation [BDS-29]. Cette amplification a un maximum pour une polarisation parallèle et un angle proche de la réflexion totale sur un dioptre silice/air, soit  $\theta=43^\circ$  (ou  $\varphi = 47^\circ$ ). Cet effet est dit

<sup>98</sup> Negres, R. A., Burke, M. W., Sutton, S. B., DeMange, P., Feit, M. D., and Demos, S. G., "Evaluation of UV absorption coefficient in laser-modified fused silica, *App. Phys. Lett.*, **90**, 061115 (2007)

“induit”, i.e. il se produit uniquement lorsqu’un plasma électronique a été créé, au contraire de l’effet exploré par Génin *et al.*<sup>91</sup>. L’effet induit peut être plus intense et opère à l’endroit où a lieu l’absorption d’énergie.

La largeur  $h$  de la fissure a peu d’impact sur le démarrage de l’endommagement laser, tant que  $h$  reste petit devant la longueur d’onde (351 nm). Les effets électroniques sont alors inchangés. Une largeur  $h$  de 10 nm a été prise en général pour les calculs d’amorçage d’endommagement laser.

À partir de l’absorption du rayonnement laser, une suite de phénomènes s’enchaîne pour conduire à un dommage si une certaine température seuil pour la silice  $T_0$  est dépassée (Figure 45). La gravité du dommage est déterminée par le comportement de la silice sous sollicitation dynamique rapide. Il faut alors tenir compte des caractéristiques de transport de la chaleur, des propriétés optiques de la silice chaude et comprimée et du comportement dynamique du matériau. Les grandeurs utilisées ont été calées sur des données publiées.



La valeur de  $T_0$  est de l'ordre de 2500-3000 K, en cohérence avec les mesures d'endommagement laser  $3\omega$  en présence d'une forte élévation de température<sup>99</sup>, et les expériences de choc laser<sup>100</sup>. L'accroissement brutal de l'absorption à  $3\omega$  qui apparaît à cette température peut être interprété comme le signe de la formation de liaisons Si-Si. De même que dans le matériau SiO, la présence de ces liaisons donne une absorption plus forte à 351 nm qu'à 532 ou 1053 nm.

Le passage au-dessus de  $T_0$  est le premier critère pour déterminer si un dommage peut avoir lieu. Si la température reste inférieure à cette limite, la silice ne subit aucune évolution notable : la proportion totale d'énergie absorbée reste de l'ordre de  $10^{-4}$  à  $10^{-3}$ , l'énergie absorbée est insuffisante pour échauffer une zone d'importance macroscopique. Qui plus est, la zone échauffée redescend à température ambiante avec des évolutions minimales de ses propriétés optiques et mécaniques. Mais lorsque l'on dépasse  $T_0$ , le matériau peut absorber une quantité importante de l'énergie disponible dans le faisceau, ce qui est suffisant pour créer un dégât visible.

Dès lors, le faisceau ne parvient plus jusqu'à la face de la fracture opposée au laser mais est totalement arrêté par la silice chauffée. L'absorption d'énergie crée un échauffement très important : dans les calculs du modèle monodimensionnel, la température monte au-delà de  $10^4$  K (1eV), en cohérence avec les mesures publiées<sup>101</sup>. La silice se vaporise : la fissure se remplit d'un gaz à haute température, partiellement ionisé, que nous appellerons en général vapeur ou plasma. Pour mieux appréhender les événements physiques, nous allons présenter le modèle simplifié traitant le dépôt d'énergie et les chocs. Ce modèle suppose un régime permanent de vaporisation, qui est effectivement observé dans les modélisations complètes.

### 4.1.3 Évaporation, montée en température

Considérons donc uniquement la zone de dépôt de l'énergie du laser (Figure 46). Pour le modèle simplifié, le coefficient d'absorption pour  $T > T_0$  est pris constant et nommé  $\alpha_m$ . Posons  $v_p$  la vitesse de vaporisation. En régime permanent, à  $I = I_0$  constant avec une incidence normale ( $\varphi = 90^\circ$ ), le point  $x_0$  de température  $T_0$  avance à une vitesse  $v_p$  dans le matériau. L'intensité décroît exponentiellement sur une distance caractéristique  $1/\alpha_m$ , pendant que la température augmente suivant une loi inverse jusqu'à  $T_{max}$ . Quelque part entre  $T_0$  et  $T_{max}$ , la silice est vaporisée. L'écriture de l'équation de la chaleur dans cette zone<sup>93,102</sup> permet d'établir une relation entre  $v_p$ ,  $T_0$  et  $I_0$ . Soient  $C_p$  la capacité calorifique de la silice et  $D_T$  la conductivité thermique. L'intégration de l'équation de la chaleur donne donc :

$$v_p \approx \sqrt{I_0 \frac{\alpha_m D_T}{C_p T_0}} \quad 4-2$$

Les simulations 1D ont permis de relever une vitesse de vaporisation de  $100 \text{ ms}^{-1}$  à  $1 \text{ GW/cm}^2$ . On en déduit donc que  $v_p$  vaut environ  $100\sqrt{I}$  en  $\text{ms}^{-1}$  avec  $I$  en  $\text{GW/cm}^2$ . Cette valeur permet de fixer les paramètres du tableau 5 (cf. § 4.1.5).

<sup>99</sup> Bude, J., Guss, G., Matthews, M. and Spaeth, M. L., "The effect of lattice temperature on surface damage in fused silica optics", *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2007, Proc. of SPIE* Vol. **6720**, 672009 (2008).

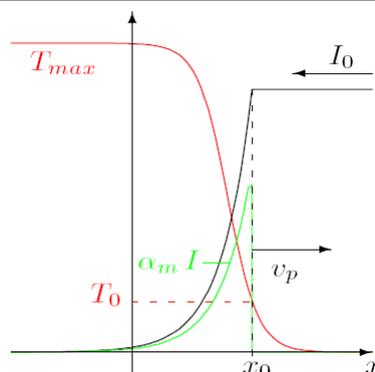
<sup>100</sup> Hicks, D. G., Boehly, T. R., Eggert, J. H., Miller, J. E., Celliers, P. M. and Collins, G.W., "Dissociation of Liquid Silica at High Pressures and Temperatures", *Phys. Rev. Lett.*, Vol. **97**, 025502 (2006).

<sup>101</sup> Carr, W. C., Radousky, H. B., Rubenchik, A. M., Feit, M. D., Demos, S. G., "Localized Dynamics during Laser-Induced Damage in Optical Materials", *Phys. Rev. Lett.*, **92**, 087401 (2004)

<sup>102</sup> Grua P., Bercegol H., Palmier S., J.-L. Rullier, Lamaignère L., D. Hébert, Bertussi B., Morreeuw J.-P., "Temporal scaling for laser damage initiation in fused silica", soumis à *EPL*

**Figure 46 : Mécanisme de vaporisation**

associé à l'absorption du flux laser  $I_0$  pour  $x < x_0$  :  $v_p$  est la vitesse du front de vaporisation,  $T_0$  est la température seuil au-delà de laquelle le coefficient d'absorption prend une valeur  $\alpha_m$ . Cas d'une fissure ou d'une face arrière dans l'hypothèse de régime permanent.

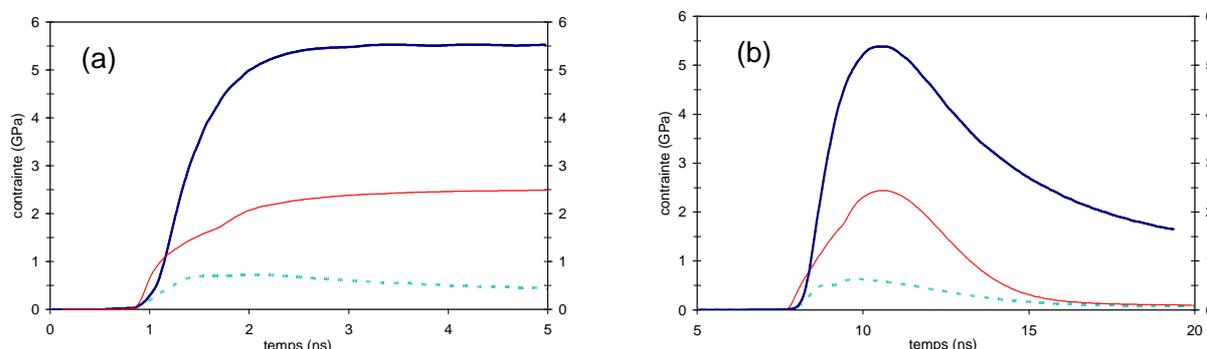


Comme nous l'avons vu au §4.1.1, la silice chauffée au-delà de 3000 K peut s'évaporer de façon appréciable. Ce qui est déterminant pour les effets mécaniques, c'est la pression atteinte par la vapeur.

#### 4.1.4 Comparaison avec une surface libre

L'effet amplificateur de la fracture est mis en lumière par la comparaison avec une surface libre qui aurait les mêmes propriétés d'absorption. Sur la surface libre, ce sont les résultats des simulations 1D qui seront présentés. Dans la fissure, nous utiliserons le modèle simplifié, par anticipation puisque nous achèverons de le présenter au §4.1.5.

En surface libre, le gaz se détend. Considérons tout d'abord une face arrière. Pour obtenir la même pression que dans une fissure, une intensité plus élevée est nécessaire. Au-delà de 0.5 GW/cm<sup>2</sup>, les simulations 1D montrent que l'on atteint également un régime quasi permanent dans ce cas (Figure 47a), régime qui correspond approximativement à une détente sonique du plasma, dont la pression chute très rapidement lorsqu'il s'éloigne de la surface (Figure 48). L'énergie déposée dans le plasma est principalement consommée pour pousser et comprimer la silice et pour accélérer le gaz. À haute intensité, la contrainte dans la silice est environ deux fois moindre que dans le cas d'une fissure (Figure 48). Notons bien que nous parlons ici de la valeur absolue de la contrainte longitudinale  $\sigma_x$ .



**Figure 47 : pression en fonction du temps en surface libre ou dans une fissure.**

Deux cas où l'intensité crête vaut 2 GW/cm<sup>2</sup> à 3 $\omega$ .

— fissure, — face arrière, - - - face avant.

(a) Impulsion crête d'intensité constante, (b) impulsion gaussienne de durée équivalente 5 ns. Amorçage sur une absorption initiale correspondant à  $T_0$  afin d'exclure la phase de chauffage.

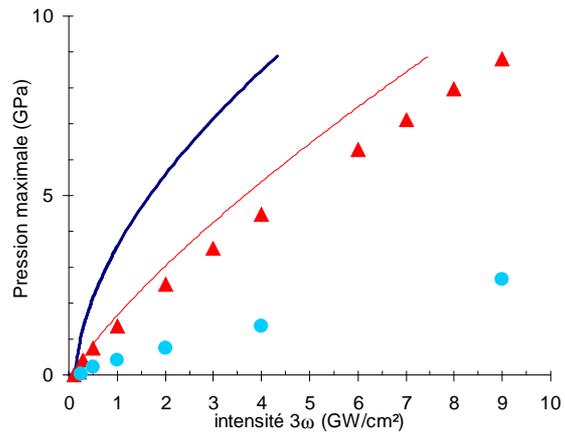
En face avant, le cas est très différent. Le régime permanent n'est jamais atteint, car l'énergie laser se dépose à une distance croissante de la surface solide. Lorsqu'une intensité constante frappe une surface préalablement chauffée à  $T_0$ , la pression monte tout d'abord. Puis, il se forme une vapeur opaque au faisceau. Comme cette vapeur se détend, la densité chute, si bien que la pression baisse (cf. Figure 47) malgré une augmentation de la température. La pression vaut alors une fraction de GPa en face avant, quand elle atteint de l'ordre de 2.5 GPa en face arrière et 5.5 GPa dans une fissure, comme les résultats des simulations 1D le mettent en évidence (Figure 47).

**Figure 48 : Pression maximale en surface libre ou dans une fissure.**

Pression maximale atteinte lors d'une irradiation à  $I_0$  constant, similaire au cas de la Figure 47 Amorçage sur une absorption initiale correspondant à  $T_0$  pour exclure la phase de chauffage

— fissure (§4.1.5), ▲ face arrière, ● face avant.

La pression face arrière est proche de celle d'une détente sonique — (§4.1.5 formule 4-6)..



#### 4.1.5 Montée en pression dans la fissure

Dans l'hypothèse du régime permanent de vaporisation, l'écriture des relations de Rankine Hugoniot <sup>62,63</sup> permet d'exprimer la pression  $p$  dans la fissure ainsi que la vitesse matière  $u_x$  (et donc la contrainte longitudinale  $\sigma_x$ ) dans la silice en fonction des paramètres du modèle <sup>93</sup>. Ce modèle simple a naturellement quelques restrictions ou approximations. L'épaisseur de la zone d'absorption laser - de l'ordre de 100 nm entre l'ambiante et  $T_0$  - est négligée devant les autres dimensions du problème. La contrainte dans le matériau reste inférieure à la limite élastique d'Hugoniot, notée HEL (cf. §3.2). Le gaz dans la fissure est supposé se comporter comme un gaz parfait. Compte tenu des hautes températures calculées, cette dernière hypothèse est raisonnable. Le faisceau d'intensité  $I_0$  arrive avec un angle d'incidence  $\theta$  complémentaire de  $\varphi$  sur la fissure. À l'ordre 0 dans le paramètre  $v_p$ ,  $p = \sigma_x$  et les deux faces subissent la même pression :

$$u_x \approx \sqrt{\frac{\gamma-1}{2\gamma} \frac{I_0 \sin \varphi}{\rho_0 D}} \quad (4-3)$$

$$\sigma_x \approx \sqrt{\frac{\gamma-1}{2\gamma} \rho_0 D I_0 \sin \varphi}$$

où  $D$ , la célérité du choc, vaut 5 km/s environ pour une pression inférieure à l'HEL et où  $\gamma$  est le rapport des chaleurs spécifiques  $C_p/C_v$  du gaz dans la fissure.  $\gamma$  vaut 5/3 dans le cas du gaz parfait monoatomique, pour lequel toutes les applications numériques seront faites : la température est suffisante pour que la plus grande partie des liaisons moléculaires soient rompues.  $\frac{\gamma-1}{2\gamma}$  vaut donc  $\frac{1}{5}$ .

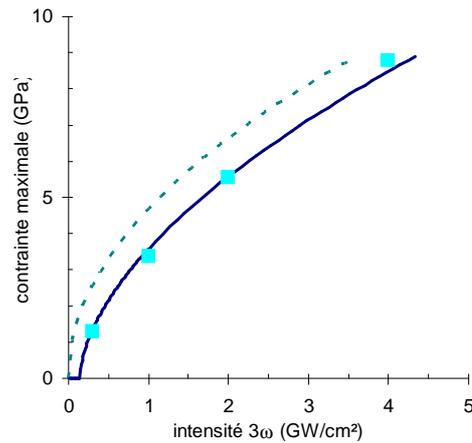
**Figure 49 : comparaison des différents calculs de la pression maximum**

dans la fissure (cas  $\varphi = 90^\circ$ ) :

--- formule 4-2 (ordre 0 en  $v_p$ ),  
— modèle simplifié (ordre  $>1$  en  $v_p$ ),

■ simulations 1D.

L'HEL est atteinte à  $I_0 \approx 4 \text{ GW/cm}^2$ .



Il convient de remarquer que la formule 4-3 est indépendante de la façon de déposer l'énergie. En particulier, elle est identique quelle que soit la longueur d'onde. Un effet de longueur d'onde (non étudié ici) devrait donc être imputé essentiellement à la phase initiale de montée en température, et peut-être également à une variation d'absorption de la silice chaude.

L'éq. 4-3 est extrêmement pratique car elle ne dépend pas non plus des paramètres thermodynamiques de la silice. Nous l'utiliserons car elle est assez proche des simulations 1D à forte intensité, lorsque la contrainte approche l'HEL (Figure 49). Mais elle n'est pas utilisable sur toute la gamme d'intensités. Pour une intensité faible, la vitesse de vaporisation  $v_p$  ne peut pas être négligée : il faut tenir compte de l'énergie nécessaire pour chauffer la silice avant sa transformation en vapeur.

Nous définissons  $Q$  l'énergie de cohésion du solide par unité de masse ( $Q\rho$  l'énergie par unité de volume).  $Q$  apparaît dans l'équation d'état du gaz dans la fissure : l'énergie totale est la somme de  $Q$  et du terme  $nRT/(\gamma-1)$  du gaz parfait. La pression ne monte dans la fissure que lorsque l'intensité dépasse un seuil  $I_s$  telle que l'intensité permette au minimum la vaporisation en régime permanent.

$$I_s = Q\rho v_p = Q\rho \sqrt{I_s \frac{\alpha_m D_T}{C_p T_0}} \quad 4-4$$

$$I_s = (Q\rho)^2 \frac{\alpha_m D_T}{C_p T_0}$$

Avec les paramètres du tableau 5, on obtient une valeur de  $I_s = 0.15 \text{ GW/cm}^2$ , cohérente avec les simulations 1D (Figure 49). On distingue bien ce seuil sur la courbe du modèle simplifié, obtenue en exprimant  $u_x$  et  $\sigma_x$  à un ordre  $>1$  en  $v_p$ . Les points de simulation 1D sont très bien rendus par cette courbe du modèle simplifié. La différence relative entre les deux faces est d'ordre 1 en  $v_p$  :

$$\frac{\Delta u_x}{u_x} = \frac{\Delta \sigma_x}{\sigma_x} \approx \frac{2v_p}{D - u_x} \quad 4-5$$

La silice subit presque la même contrainte de chaque côté. Lorsque  $\sigma_x$  vaut 8.8 GPa, la différence est de l'ordre de 10 %.

Le seuil de vaporisation est également retrouvé dans les calculs en surface libre, comme on peut le voir sur la Figure 48.

Les paramètres du modèle simplifié, réunis dans le tableau 5, ne sont pas à proprement parler des paramètres libres car leur niveau est connu. Cependant, ils doivent être ajustés pour que  $v_p$  et  $I_s$  soient rendus correctement. Comme seul le rapport  $\frac{\alpha_m D_T}{C_p T}$  a un rôle, l'ajustement d'un seul paramètre est suffisant. C'est  $\alpha_m$  qui a été ainsi fixé.

**Tableau 5 : Paramètres du modèle simplifié, à  $3\omega$**

Paramètre	Notation	Valeur	Commentaire
Capacité calorifique silice ( $J.m^{-3}K^{-1}$ )	$C_p$	$2.6 \cdot 10^6$	à $T_0$
Conductivité thermique ( $m^2.s^{-1}$ )	$D_T$	$0.84 \cdot 10^{-6}$	à température ambiante
Coefficient d'absorption ( $m^{-1}$ )	$\alpha_m$	$10^7$	Absorption au-dessus de $T_0$ ,
Température seuil d'absorption (K)	$T_0$	3000	Absorption nulle sous $T_0$
Énergie de cohésion (J/kg)	$Q$	$1.7 \cdot 10^7$	
$I_s = (Q\rho)^2 \frac{\alpha_m D_T}{C_p T}$ (GW/cm <sup>2</sup> )	$I_s$	0.15	

Comme nous l'avons dit plus haut, la valeur de  $Q$  a été remise en cause pour les hautes pressions et températures. L'hypothèse d'un gaz monoatomique est cohérente avec un  $Q$  de  $3.05 \cdot 10^7$  MJ/kg. L'équation d'état des simulations 1D et le modèle simplifié seront donc à terme corrigés.

La donnée de l'intensité seuil  $I_s$  permet également d'exprimer la loi de pression en face arrière dans le modèle d'une détente sonique. Dans ce cas, on écrit que la pression dans le plasma est nulle, que l'énergie laser est convertie d'une part en énergie cinétique du fluide et en énergie de choc dans la silice. On obtient :

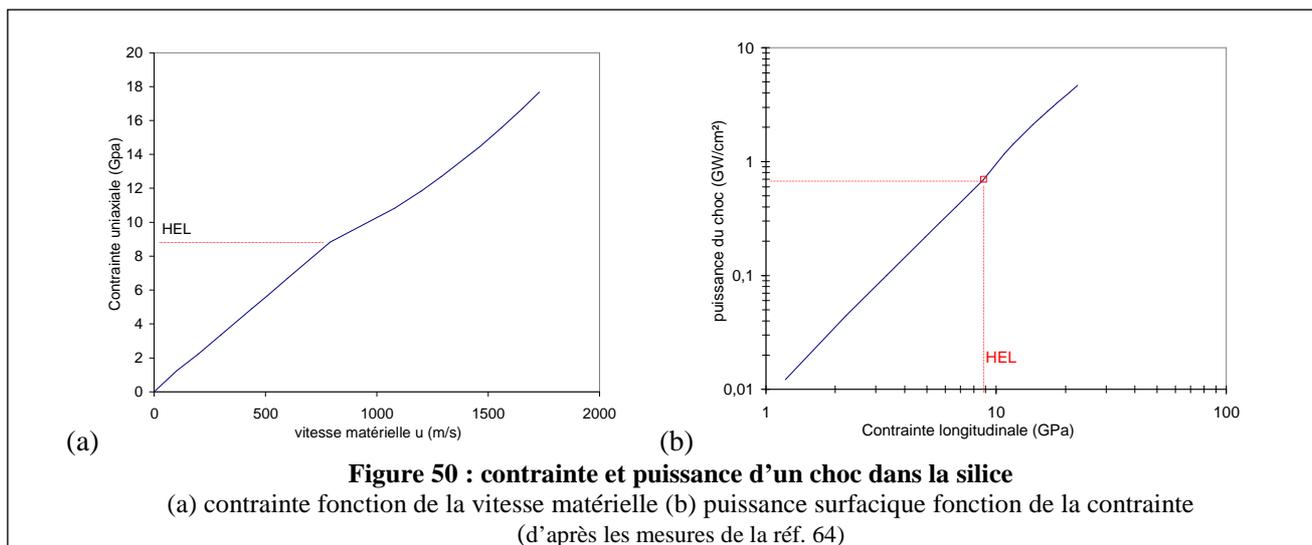
$$P_{facearriere} = \rho v_p \sqrt{2 \left[ \frac{I}{\rho v_p} - Q \right]} = \sqrt{2 \frac{I_s I}{Q} \left[ \sqrt{\frac{I}{I_s}} - 1 \right]} \quad 4-6$$

fonction représentée en rouge sur la Figure 48. L'écart avec les simulations 1D face arrière est faible. Il est cependant plus important que l'écart observé pour la fissure. Il est peut-être dû à l'écart observé dans les simulations 1D face arrière entre la vitesse de vaporisation et la formule simplifiée 4-2.

Les résultats du modèle simplifié ont été validés par les simulations 1D (Figure 49). Elles sont valables en régime permanent, ou bien, après la phase d'échauffement, lorsque l'intensité varie lentement. Cette seconde condition peut s'écrire comme une contrainte sur  $\tau$  : la variation de l'intensité ( $I/\tau$ ) doit être petite devant la variation temporelle de l'intensité due à l'absorption et liée au régime permanent. On en tire que  $\tau \gg (v_p \alpha_m)^{-1} \sim 0.5$  ns. Ceci est vérifié dès que  $\tau$  fait plusieurs nanosecondes.

Dans les simulations 1D, la silice choquée reste transparente au faisceau  $3\omega$  : l'énergie laser est absorbée dans la zone chauffée, qui ne se propage pas comme un choc, mais progresse dans le matériau à la vitesse de vaporisation  $v_p$ , de l'ordre de quelques centaines de m/s. Le modèle est donc différent du concept d'onde de détonation supportée par laser (LSDW pour laser supported detonation wave). Les LSDW ont été mises en évidence dans les gaz, où le choc, créé par l'expansion du gaz chauffé, ionise les molécules et engendre donc lui-même un plasma dans lequel le faisceau peut être absorbé. Dans

notre cas, l'éventualité d'une LSDW a pu être évoquée par certains auteurs <sup>103</sup> pour expliquer l'extension des dommages et plus particulièrement la croissance. Le modèle d'amorçage présenté ici exclut ce phénomène. Même lorsque la silice est densifiée sous choc, notre modèle ne fait pas intervenir d'absorption importante du faisceau  $3\omega$  : nous avons pu constater lors des expériences sur indentation que les empreintes plastiques sans fissure n'étaient pas des sites d'endommagement et n'avaient pas d'absorption conséquente. Par ailleurs nous verrons au §5 que la croissance des dommages ne met pas non plus en œuvre une LSDW.



L'extension des dommages est alors déterminée par le comportement mécanique du matériau. L'onde de choc créée à partir de la fracture entraîne une grande partie de l'énergie absorbée. La puissance par unité de surface consommée par le choc est un des éléments importants de cette modélisation. À l'HEL, la puissance surfacique consommée par le choc vaut environ 0.7 GW/cm<sup>2</sup>, soit une densité de puissance comparable à l'intensité de nos faisceaux laser.

$\sigma_x$  vaut environ 3.4 GPa lorsque  $I(3\omega)$  vaut 1 GW/cm<sup>2</sup>. Sur la Figure 50b, on peut lire que pour cette valeur de contrainte, le choc consomme une puissance surfacique mécanique de 0.1 GW/cm<sup>2</sup>. Environ 10 % de la puissance laser est convertie en puissance de choc. Avec la formule 4-3 à l'ordre 0 en  $v_p$ , la puissance surfacique du choc  $\frac{\sigma_x^2}{\rho_0 D}$  est proportionnelle à  $I$  : la conversion en énergie mécanique est de  $\frac{\gamma-1}{2\gamma} = 20\%$ , quelle que soit  $I$ . Avec la formule 4-3 toujours, l'énergie totale emportée par le choc est proportionnelle au premier ordre à l'intégrale de  $I$  sur le temps, donc à la fluence  $F$ .

## 4.2 Critère(s) d'endommagement laser

Le dépassement de la température seuil donne le type standard de critère d'endommagement. Dans la géométrie plane de la fissure, l'élévation de température est limitée par la diffusion de la

<sup>103</sup> Salleo, A., Sands, T., Génin, F.Y., "Machining of transparent materials using an IR and UV nanosecond pulsed laser", *Appl. Phys. A* Vol. **71**, 601-608 (2000)

chaleur. L'échauffement est d'autant plus fort que l'énergie déposée est élevée. Mais l'atteinte de  $T_0$  est d'autant plus rapide que l'intensité est forte : on retrouve ainsi une loi d'échelle où le produit  $I \cdot F \equiv \frac{F^2}{\tau}$  est constant lors de l'atteinte du critère. C'est la loi bien connue où la fluence d'endommagement varie en  $\tau^{1/2}$  [BDS-29]. Cette phase d'échauffement est toujours nécessaire pour amorcer un dommage laser. Le niveau d'éclairement qui permet d'atteindre  $T_0$  dépend quasi linéairement de la densité d'espèces absorbantes initiales. Mais, l'interaction électromagnétique est également extrêmement sensible à l'angle et à la polarisation. Environ 15 J/cm<sup>2</sup> sont nécessaires à 3 ns à l'optimum de l'interaction ( $\theta=43^\circ$ ) en partant des conditions d'absorption initiale de référence ( $\alpha_0$  avec les hypothèses du §4.1.2).

Mais le modèle physique permet de comprendre ce qui se passe lorsque la température seuil  $T_0$  est dépassée. La silice est modifiée de façon appréciable sur la zone chauffée et dans la matière éventuellement évaporée et recondensée. Cette modification irréversible reste cependant limitée. Comme nous venons de le voir (§4.1.3), l'épaisseur de matériau affectée par le chauffage est de l'ordre de quelques centaines de nanomètres par nanoseconde (environ 200 nm/ns). L'augmentation de la pression dans la fissure a un effet plus étendu. C'est la pression dans la fissure, où la contrainte propagée par le choc, qui modifie notablement le matériau.

Nous allons pouvoir distinguer trois niveaux de dommages mécaniques.

#### 4.2.1 1<sup>er</sup> critère : passage de l'HEL

En restant dans le cadre monodimensionnel du modèle, des modifications irréversibles sont causées si l'HEL est dépassée : la compression irréversible de la silice constitue une modification majeure du matériau. L'onde de choc parcourt 5  $\mu\text{m}$  par ns. En quelques ns, une zone visible du matériau est transformée en silice densifiée, change de géométrie, d'indice optique. Le modèle permet de calculer les conditions pour réaliser l'HEL : si l'on néglige la phase d'échauffement au-dessus de  $T_0$ , l'intensité nécessaire ne dépend que de l'angle  $\varphi$  de la fissure avec la normale. En supposant que la température  $T_0$  est atteinte avec le maximum de l'intensité, on calcule l'intensité nécessaire pour densifier la silice :

$$I_{HEL}(\varphi) \approx \frac{2\gamma}{\gamma-1} \cdot \frac{\sigma_{xHEL}^2}{\rho_0 D \sin \varphi} \quad 4-6$$

en utilisant la relation simplifiée 4-3.  $I_{HEL}(\varphi = 90^\circ)$  vaut 3.5 GW/cm<sup>2</sup> dans la formule 4-6, et 4 GW/cm<sup>2</sup> dans les simulations 1D (Figure 49). Il est intéressant de noter que la fluence pour atteindre le critère d'HEL varie linéairement avec  $\tau$  dans ce cas,  $F_{HEL} \approx I_{HEL} \tau$ . Pour une durée de 10 ns, la fluence  $3\omega F_{HEL}(\varphi = 90^\circ)$  vaut environ 40 J/cm<sup>2</sup>.

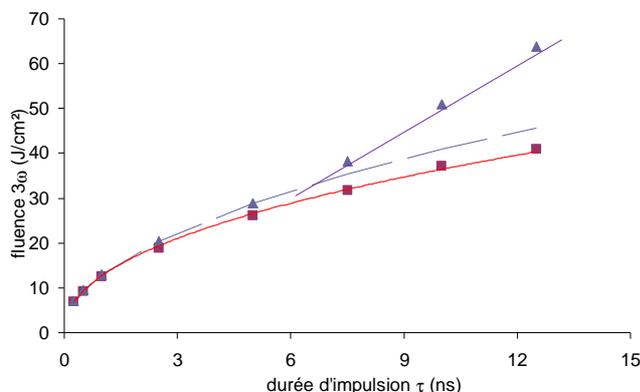
La Figure 51 illustre la loi d'échelle associé au critère de passage de l'HEL. Il y a un changement de régime entre les durées d'impulsion de quelques nanosecondes où l'échauffement domine, et les durées plus longues, où la montée en pression pilote l'endommagement. Pour les durées supérieures à 7 ns, une loi linéaire, d'intensité constante, ajuste correctement les points : la droite en trait plein de la Figure 51 correspond à  $I_{HEL}(\varphi = 52^\circ) \approx 5 \text{ GW/cm}^2$ . Lorsque la durée d'impulsion est plus courte, la phase de préchauffage prend plus d'importance. Remarquons que la position en fluence du changement de régime est très dépendante de l'absorption initiale et de l'angle. Lorsque le critère de pression suit une loi en  $\tau^{1/2}$ , la pression augmente brutalement dès que la température  $T_0$  est atteinte : à faible  $\tau$ , les courbes pour les deux pressions sont quasiment confondues.

**Figure 51 : critère d'endommagement par atteinte d'une pression seuil :**

▲ 8.8 GPa = HEL ; ■ 4 GPa

Pour le critère de forte pression, on retrouve environ la loi 4-6 ( $F \sim \tau$ ) pour  $\tau > 7$  ns (trait plein). Aux faibles durées  $\tau$  pour 8.8 GPa, et sur toute la gamme pour 4 GPa, la loi en  $\tau^{1/2}$  est retrouvée (pointillés)

Fissure à  $\varphi = 52^\circ$ . L'absorption initiale vaut  $\alpha_0/3$ . Formes temporelles gaussiennes. Simulations 1D.



Des zones présumées densifiées ont été observées et étudiées sur des sites d'endommagement laser<sup>83,104</sup>. Ces sites avaient été produits par des tirs à forte fluence (typiquement 35 J/cm<sup>2</sup> à 7 ns de  $3\omega$ ). Le modèle est compatible de ces observations. En particulier, l'observation de silice densifiée sur les sites de dommages  $3\omega$  en face arrière exclut le mécanisme de LSDW : si la silice choquée devenait absorbante (au-delà d'une certaine contrainte), l'absorption de l'énergie laser conduirait à la vaporisation immédiate du matériau transformé. C'est incompatible avec son observation après tir.

Comme des changements irréversibles apparaissent à des fluences beaucoup plus faibles, en particulier l'expulsion d'écaillés (cf. §4.3), il est légitime de s'intéresser à d'autres critères d'évolution des sites fracturées.

#### 4.2.2 2<sup>ème</sup> critère : propagation de la fissure

Avant de provoquer une onde de choc dépassant l'HEL de la silice, la pression gazeuse agit dans la fracture pour l'ouvrir et la propager. Pour aborder ce point, nous quittons le cadre monodimensionnel et considérons une fissure tridimensionnelle schématisée par un vide de section elliptique, symétrique de révolution (Figure 16 au §.3.1.1). Si la fissure est très plate ( $L \gg \rho$ ), il est possible d'identifier l'effet d'une pression  $p$  dans la fissure à celui d'une tension uniaxiale de même valeur agissant perpendiculairement à sa grande dimension<sup>26</sup>. Nous pouvons appliquer le raisonnement de Griffith à l'ouverture d'une fracture par la pression interne. Le chargement dynamique est suivi d'une détente, après réflexion du choc à la surface, qui créera également des tensions de l'ordre de  $p$ . Le calcul est donc identique, que l'on considère l'effet de la pression interne ou des ondes de tension.

Le facteur d'intensité des contraintes à prendre en compte est mal connu. Nous prendrons soit la ténacité de la silice ( $K_{Ic} = 0.76 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ) soit une valeur plus élevée correspondant à une vitesse de propagation des fractures proche de  $v_1$  ( $1.7 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ). Nous allons évaluer la pression nécessaire pour L

<sup>104</sup> Salleo, A., Taylor, S. T., Martin, M. C., Panero, W. R., Jeanloz, R., Sands, T., Génin, F.Y., "Laser-driven formation of a high-pressure phase in amorphous silica", *Nature Materials*, Vol. 2, 796-800 (2003).

valant de 25 à 50 nm, la taille de fissure initiale mise en évidence par les expériences d'indentation, ou  $L$  valant 1  $\mu\text{m}$ , une dimension typique résultant d'une indentation. D'après l'éq. 3-2,  $p$  vaudrait environ de 3 à 10 GPa pour les plus petites fissures, et serait de l'ordre de 1 GPa pour les fissures micrométriques.

**Tableau 6 : ouverture d'une fissure par une pression interne due à la vaporisation laser.**

Attention,  $L$  est le rayon de la fissure supposée en forme de disque.

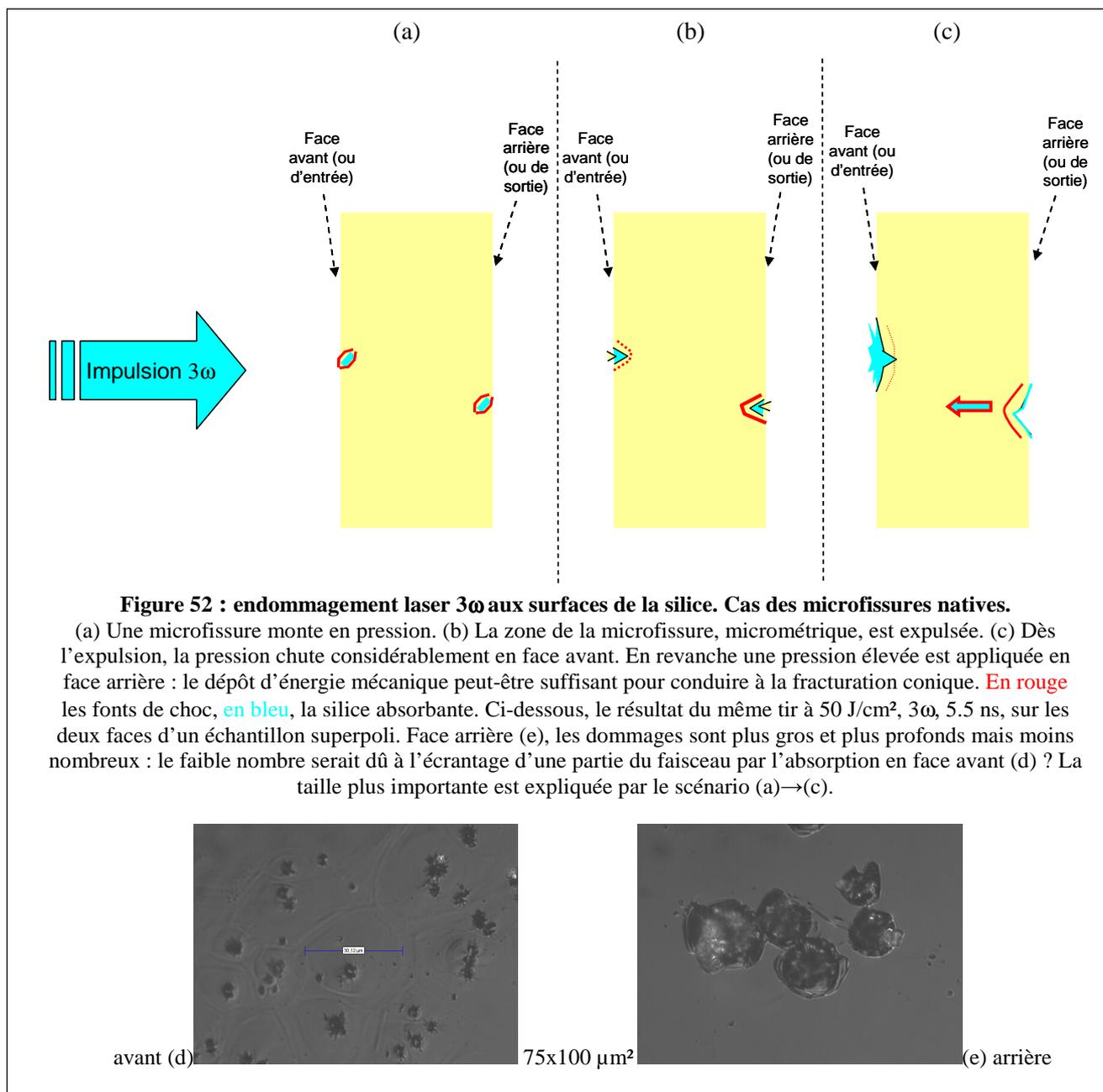
L (nm)	Pression (GPa) Avec $K_I = K_{Ic}$	Pression (GPa) Avec $K_I = 1.7 \text{ MPa.m}^{1/2}$
40	3.4	8
300	1.3	3.5
1000	0.7	2

Pour les fissures de taille nanométrique, une pression de l'ordre de l'HEL est nécessaire si l'on prend un  $K_I$  permettant une propagation rapide. Nous sommes donc ramenés au critère précédent (§4.2.1). Quant aux plus grandes fractures, elles s'ouvrent pour des pressions largement inférieures à l'HEL, l'atteinte de ce critère sera piloté par la phase d'échauffement : nous aurons donc une loi  $F \sim \tau^{1/2}$ .

Pour voir sa pression monter rapidement, une petite fissure doit être fermée, suivant la Figure 16. Si la fissure est ouverte, la pression monte de la même façon que sur une face arrière. Comme l'impulsion est brève, une grande fissure peut voir sa pression monter même si elle est ouverte à un bout. La pression sera maintenue durant un temps qui est de l'ordre de la durée caractéristique de décroissance, soit  $L/v_s$  ou  $v_s$  est la vitesse du son dans le gaz. Cette vitesse est de l'ordre de la vitesse thermique : aux températures considérées (quelques  $10^4$  K),  $v_s \sim 2$  km/s. Pour  $L=5$   $\mu\text{m}$ , le temps caractéristique est de l'ordre de quelques nanosecondes. Ce n'est que pour une fissure de dimension millimétrique que le temps de maintien de la pression deviendra grand devant la durée d'impulsion. Nous en discuterons à propos de la croissance des dommages.

### 4.2.3 3<sup>eme</sup> critère : création de fissures profondes

La généralité de la fracturation conique pour la silice, présentée au §3, nous conduit à définir un autre type de critère, inspiré par la loi d'Auerbach, et déjà discuté au §3.4.2. Nous postulons qu'il existe un seuil de densité d'énergie mécanique déposée en surface au-delà duquel une ou plusieurs fissures "hertziennes" peuvent se propager à partir des microfissures présentes en surface. Nous postulons également qu'au dessous d'une énergie absorbée et d'une taille critiques, seuls des dégâts plastiques seraient observés. Le seuil d'énergie mécanique déposée peut se traduire en seuil de fluence. Alors que le passage au-dessus de  $T_0$  ne dépend que de la fissure et pas de la face du substrat considérée et que l'atteinte de l'HEL est également identique à l'avant et à l'arrière, le critère de dépôt d'énergie mécanique introduit une dissymétrie très importante entre les deux faces de l'échantillon.



Pour discuter de ce scénario, il faut envisager ce qu'il advient du site d'amorçage après la propagation de la microfissure initiale jusqu'à la surface. Nous allons distinguer plusieurs cas. Tout d'abord, nous considérerons une microfissure nanométrique amorçant un dommage. Ce cas se présente pour l'endommagement à haute fluence en un point quelconque d'une pièce polie, puisque la présence de ces microfissures à forte densité est attestée par le test hertzien (cf. Figure 52). Puis nous envisagerons le cas d'une fissure de grande taille, de l'ordre de la dizaine de  $\mu\text{m}$ , telles qu'elles ont été réalisées par indentation. Plus précisément, nous considérerons le cas parallèle à la surface, qui est celui des fissures latérales (cf. §4.3.1).

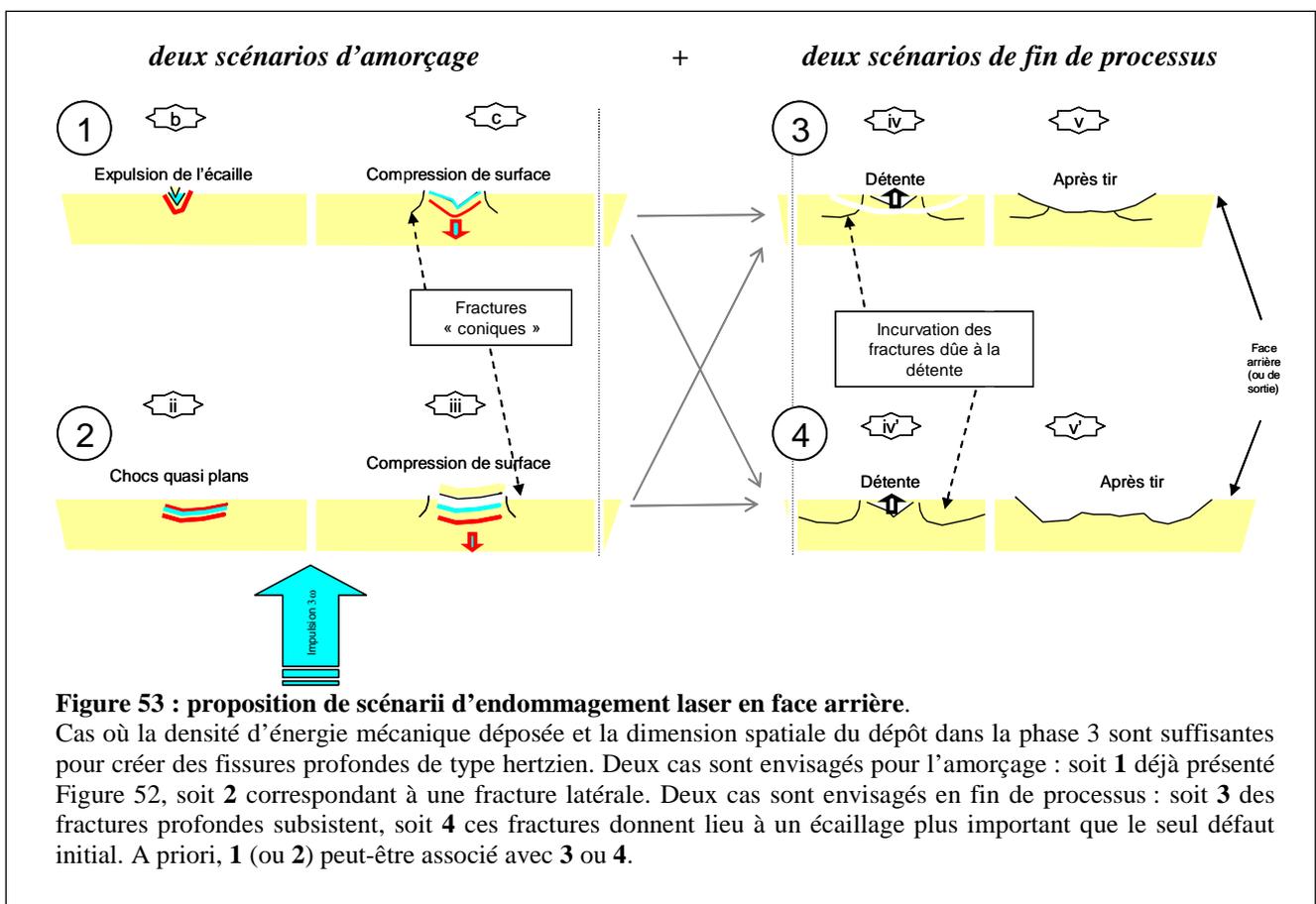
Lorsque la pression est suffisante, le morceau contenant la microfissure se détache. Durant cette phase (Figure 52a), la zone comprimée a une taille micrométrique : le dépôt d'énergie ne peut pas encore conduire à la fracturation hertzienne car la dimension minimale n'est pas atteinte. Lorsque le morceau est parti (b), le gaz chaud se répartit "librement" près de la surface. Nous sommes alors ramenés au problème de vaporisation en surface libre discuté au §4.1.3. En face avant, après la phase d'amorçage, l'énergie ne se dépose pratiquement pas dans le matériau. Pour une intensité de  $2 \text{ GW/cm}^2$ ,

la contrainte dans la silice est inférieure à 0.75 GPa. En face arrière, la pression atteint 2.5 GPa. La densité de puissance mécanique déposée, variant comme le carré de la pression, est 11 fois plus importante sur la face arrière.

La Figure 52(d) montre le résultat d'un tir du banc BLANCO, à 50 J/cm<sup>2</sup>, 5.5 ns, sur la face avant d'un échantillon superpoli (sans indentations). De très nombreux défauts, des microfissures suivant notre hypothèse, sont transformés en cratères, dont le rayon mesure quelques μm. Autour de chaque cratère, une zone de l'ordre de quelques dizaines de μm est vaporisée. Le site face arrière correspondant, Figure 52(e), montre beaucoup moins de dommages (5 fois moins) : l'interprétation la plus simple, mais probablement pas la seule, est que la fluence moyenne est moindre à cause de l'écrantage par l'absorption du gaz en face avant. Cet écrantage est certainement hétérogène : certaines zones sont sans doute très peu éclairées.

Il est possible également qu'un cratère en face arrière recouvre plusieurs sites initiateurs. En effet, là où les dommages se sont amorcés, ils provoquent un cratère beaucoup plus grand qu'en face avant. Si l'on fait abstraction de l'écrantage, on peut estimer la contrainte maximale atteinte dans la silice après l'expulsion de la zone échauffée autour de la microfissure : en face avant, les 9 GW/cm<sup>2</sup> donnent 2.7 GPa, alors que l'HEL est atteint en face arrière. Le dépôt d'énergie mécanique est 10 fois plus intense sur la face de sortie.

Pour une fissure parallèle à la surface, dont la longueur est de l'ordre de quelques μm à la dizaine de μm, le cas est qualitativement identique mais sensiblement différent quantitativement. La grande taille de la zone de fissure implique que la poussée laser va se produire principalement dans le milieu confiné : la pression sera beaucoup plus élevée. Le dépôt d'énergie sera beaucoup plus important que dans le cas d'une microfissure.



Nous proposons le scénario décrit dans la Figure 53, qui reprend les étapes b et c déjà décrites dans la Figure 52, et envisage les étapes ultérieures. Si une énergie mécanique suffisante est déposée, au-delà d'une densité d'énergie mécanique donnée (de l'ordre de 1 J/cm<sup>2</sup>), alors des fractures hertziennes sont générées. La détente provoque une incurvation de la direction de propagation vers la surface, jusqu'à la création d'une écaille qui finit par être explosée, ce qui fait disparaître le lieu d'amorçage des fissures coniques.

Ce scénario est compatible avec l'observation des fissures sous les dommages (cf. Figure 40). Pour une restitution correcte des phénomènes de la Figure 53, une modélisation 2D axisymétrique de l'interaction laser silice serait nécessaire, avec les mêmes ingrédients que le code 1D que nous avons utilisé. Un tel programme est en cours de développement, par Patrick Combis au CEA/DIF/DPTA.

En attendant ces calculs 2D, nous pouvons tout de même évaluer la loi d'échelle temporelle caractéristique de la création de fissures profondes. Pour cela nous utilisons les données de pression en fonction de l'intensité en face arrière ou dans une fissure (cf. Figure 48 et suivantes). Pour simplifier les calculs, nous allons supposer que le dépôt d'énergie commence dès que l'intensité est supérieure à  $I_s$ . Cette hypothèse prise pour des raisons pratiques correspond au cas réel d'un site assez absorbant au départ, pour lequel la phase de montée à la température  $T_0$  est suffisamment courte devant la durée d'impulsion laser pour être négligée. C'est aussi le cas de la croissance des dommages (cf. §5.2). Une autre hypothèse simplificatrice serait que le dépôt d'énergie commence au sommet de l'impulsion : en pratique, pour un site très peu absorbant au départ, les calculs effectués à fluence modérée montrent bien que la température ne dépasse  $T_0$  que près du maximum d'intensité. Dans ce cas, ce n'est donc que la moitié de l'impulsion, autrement dit la moitié de l'énergie laser, qui va contribuer à la puissance mécanique déposée : si l'on s'intéresse à ce cas, il suffit de diviser par 2 la valeur de l'énergie totale déposée.

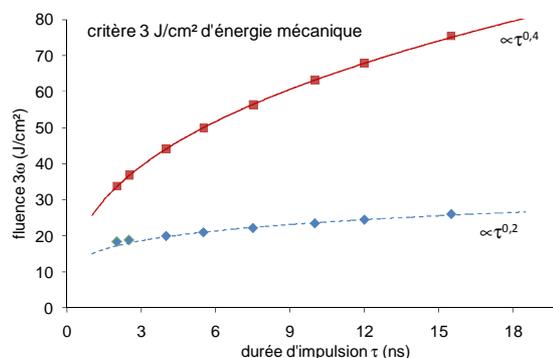
Dans le cadre de l'approximation 4-3 pour le cas de la fissure ( $\sigma \propto \sqrt{I}$ ), l'énergie déposée  $\epsilon$  est proportionnelle à l'énergie laser. Un critère de densité d'énergie mécanique  $\psi$  est donc équivalent à un critère de fluence. Mais si l'on prend la forme qui approche le mieux les résultats de calcul (Figure 49), cette proportionnalité cesse. Cependant, comme la forme 4-3 est assez bonne à haute intensité, plus l'énergie déposée est importante, et moins la durée d'impulsion a d'effet. Pour  $\psi=3$  J/cm<sup>2</sup>, nous trouvons une fluence laser qui varie en  $\tau^{0.2}$  pour le scénario 2 (grande fissure) et en  $\tau^{0.4}$  pour le scénario 1 (microfissure). Dans le cas de la grande fissure, un seuil en fluence apparaît aux courtes durées d'impulsions : les points s'écartent de l'ajustement en loi de puissance. Notons cependant qu'aux courtes durées d'impulsion, à haute intensité, la pression qui dépasse largement l'HEL est dans une zone où l'équation d'état utilisée est moins fiable.

**Figure 54 : loi d'échelle pour atteindre une densité d'énergie mécanique  $\psi$  donnée** (création de fissures "hertziennes").

■ scénario 1 : amorçage dans une microfissure (cf. Figure 53).

◆ scénario 2 : amorçage dans une grande fissure (cf. Figure 53).

Impulsions gaussiennes. Le dépôt d'énergie mécanique est supposé démarrer au maximum d'intensité, et suivre ensuite les lois de dépôts d'énergie en face arrière pour le scénario 1, et dans la fissure pour le 2 (cf. **Figure 48**). Les lignes sont des ajustements en  $\tau^\alpha$ .



Il est probable qu'un site quelconque d'une pièce polie se comporte de manière intermédiaire entre les deux scénarii. Nous pourrions donc interpréter la Figure 54 comme un encadrement des fluences provoquant des fractures profondes sur la face arrière. Si l'on fait varier la durée d'impulsion, on peut s'attendre à amorcer des dommages mécaniques avec fracture "hertziennne" à partir d'une limite basse suivant le scénario 2, et jusqu'à une limite haute conforme au scénario 1. La limite de  $3 \text{ J/cm}^2$  pour le dépôt d'énergie mécanique est cohérente avec les expériences (cf. §4.3.1). Elle correspond alors à un endommagement systématique. Comme nous l'avons vu au §3.1.2, si des microfissures critiques sont présentes, une énergie mécanique plus faible peut suffire. Par ailleurs, plusieurs tirs à plus faible fluence se cumulant peuvent finir par transformer une microfissure en fracture macroscopique. C'est donc la tendance de la figure qui mérite d'être retenue.

Pour une taille de défaut initial donné, l'augmentation de  $\tau$  fait naturellement passer du scénario 2 au scénario 1. En effet, d'une part la dimension latérale du plasma augmente avec  $\tau$  : la zone d'interaction dépasse la fissure initiale. D'autre part, l'expulsion du "fragment" initial prend une plus petite proportion de l'impulsion quand  $\tau$  augmente.

Nous verrons au §5 l'importance que revêt la génération de ces fractures en profondeur.

### 4.3 Étude expérimentale de l'amorçage sur les fractures

L'indenteur-rayeur de SMET/LMO a été utilisé pour "fabriquer" des fractures modèles. Après les premières études de rayage [BDS-20], il est apparu préférable de fracturer la silice par indentation, en utilisant le même instrument sans déplacement latéral de la pointe. Cela a permis d'éviter un effet de dérive de l'instrument qui avait été attribué à l'usure des pointes en diamant lors du rayage. Mais cela a surtout rendu possible la production de très nombreux sites d'amorçage de l'endommagement laser, indépendants et répétables.

Dans le §4.3.1, nous allons résumer la fructueuse comparaison modèle-expérience obtenue lors de l'étude de la loi d'échelle temporelle sur indentations<sup>93,102</sup>. Les sites irradiés étaient des empreintes fracturées réalisées avec une pointe pyramidale de type Berkovich<sup>105</sup>. Sur la silice, ce type d'indenteur conduit essentiellement à des fractures latérales, de forme conchoïdale, que nous nommons également écailles ; ces fractures sont un des événements qui participent à l'enlèvement de matière recherché dans le polissage. Les fractures profondes, dont l'exemple type est la fracture hertzienne, sont des événements plus dommageables apparaissant également lors du surfaçage. Nous avons donc préféré par la suite utiliser des pointes diamant de forme sphérique, susceptibles de générer des fractures profondes, suivant un mécanisme bien quantifié exposé au §3.1. Cette seconde étude sera exposée au §4.3.2. Comme nous l'avons vu, les pointes Vickers, plus aiguës que les pointes Berkovich, permettent également la génération de cônes de Hertz. Cependant, elles produisent en même temps un cisaillement très fort au niveau de la pointe : il n'est pas sûr que l'on puisse distinguer l'effet de ce cisaillement de celui de la fracture conique.

Qu'il s'agisse des empreintes Berkovich ou hertziennes, l'expérience fut un travail de longue haleine qui a nécessité l'observation en microscopie interférentielle de chaque site (en tout, environ 3000 sites pour chacune des deux études), avant et après tir laser, et bien souvent un effort collectif pour comprendre et classer les géométries engendrées par l'indentation. Suite à cela, le travail d'interprétation et de compréhension fut non moins long, et somme toute n'est pas achevé.

#### 4.3.1 Séries d'indentations testées à une durée d'impulsion variable

L'expérience a été réalisée sur deux échantillons de silice S2, de 25 mm de diamètre, superpolis par SESO. Un échantillon a été testé à 355 nm ( $3\omega$  de lasers Nd:YAG) au CESTA sur LUTIN ( $\tau=2.5$  ns), BLANCO ( $\tau=5.5$  ns) et ELAN ( $\tau=7.5$  ns). Le second a été étudié au centre du Ripault sur le banc SOCRATE, doté d'un laser excimère Xe-F à 351 nm ( $\tau=16$  ns).

L'indenteur Berkovich est une pyramide à trois faces. Une force d'indentation de 80 mN a été utilisée, qui a conduit à 85 % d'empreintes avec fractures latérales (décrites Figure 33) visibles sur au moins une des trois faces du triangle (cf. Figure 55b ou c). Aux trois coins de l'empreinte triangulaire, des fractures radiales sont également apparues : aucune corrélation n'a été trouvée entre ces fractures et l'endommagement laser. Ce résultat est attendu car ces fissures sont parallèles à la propagation du faisceau ; le couplage avec le champ électromagnétique est très faible.

De l'ordre de 500 indentations ont été testées sur chaque banc, positionnées en face arrière, comme. Avant le tir, les fractures latérales (écailles) ont pu dans certains cas se propager jusqu'à former une fracture conchoïdale (la Figure 55c avant tir a deux écailles qui ont disparu). Si les trois faces de l'empreinte montraient ces fractures conchoïdales avant tir, le site n'était pas considéré pour

<sup>105</sup> Palmier S., Laignère L., Rullier J.-L., *Étude du rôle des micro fractures dans l'endommagement laser de la silice*, 2007. CEA/CESTA/DLP/SEM/LMO

l'expérience puisqu'alors il n'y avait pas de fractures. Parfois, l'écaïlle a disparu lors du tir : cet évènement a été nommé nettoyage.

**Figure 55 : empreintes Berkovich avec fractures latérales**

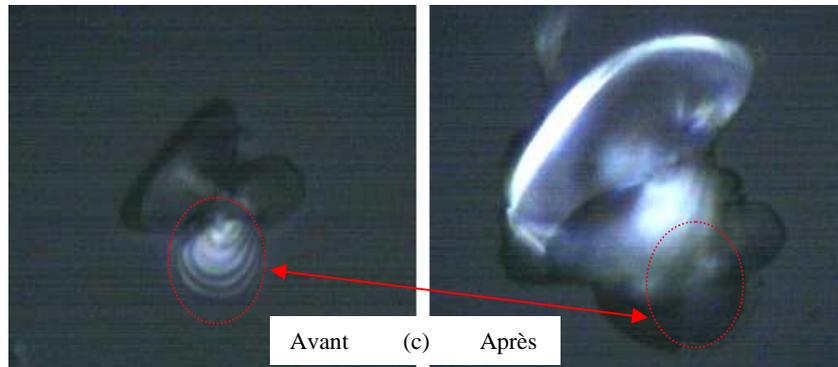
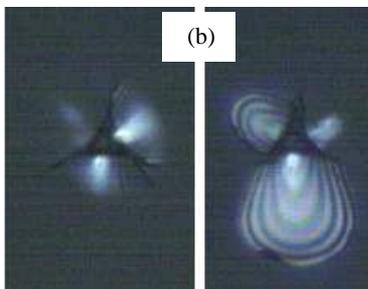
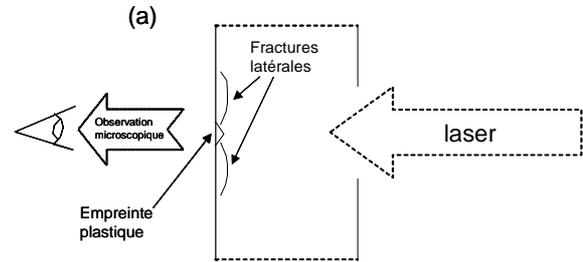
(a) schéma de l'irradiation et de l'observation avant et après tir laser

(b) deux indentations typiques avant tir vues de dessus en microscopie à contraste de phase.

(c) résultat d'un tir laser ayant produit un dommage. Cerclé de rouge le lieu probable de l'amorçage de l'absorption.

Les fractures latérales sont visibles par les interférences.

Échelle : 1 cm = 5  $\mu\text{m}$ .

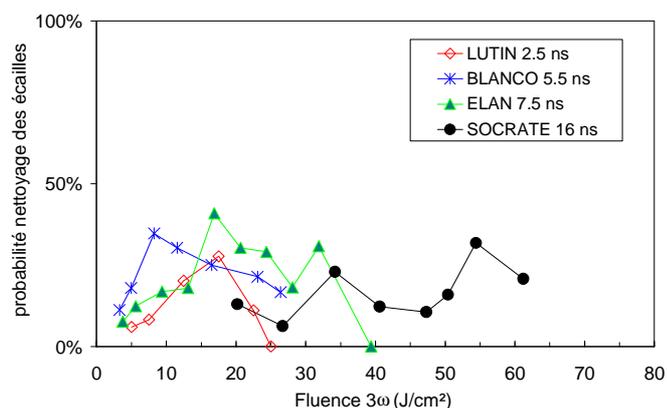


Le nettoyage, c'est-à-dire l'expulsion d'une écaïlle, s'est produit dès les plus faibles fluences : la probabilité, calculée sur le nombre totale d'indentations fracturées irradiées dans la tranche de fluence, est alors de quelques %. La probabilité augmente avec la fluence puis chute. Ce comportement sera également retrouvé et discuté pour les indentations hertziennes. La baisse de la probabilité à forte fluence correspond à l'augmentation de la probabilité d'endommagement laser (cf. Figure 57).

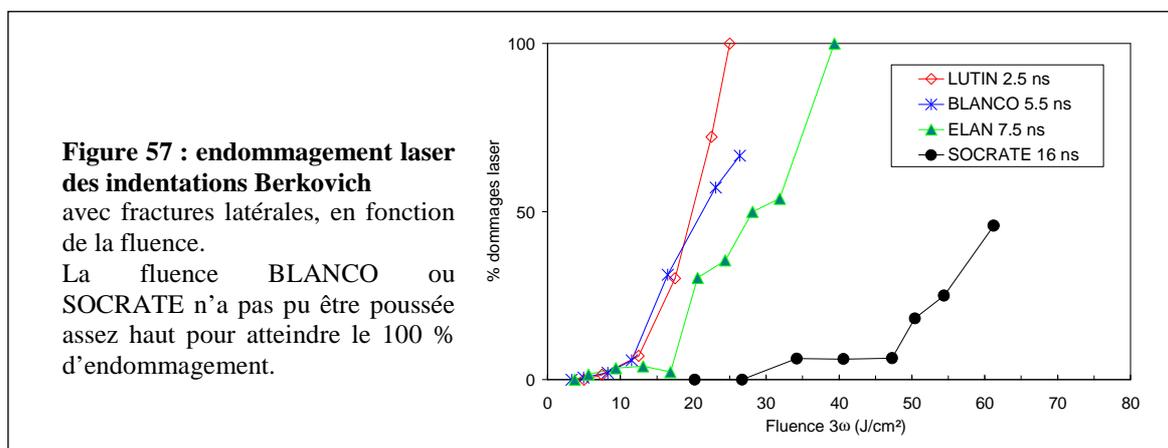
L'expulsion des écaïlles à faible fluence ( $\sim 5$  à  $10 \text{ J/cm}^2$ ) montre que de faibles éclaircissements sont suffisants pour déclencher un plasma, évènement qui suppose que la température  $T_0$  est dépassée. La tendance observée en fonction de la durée d'impulsion s'analyse de la même façon que les dommages laser, que nous allons maintenant considérer.

**Figure 56 : nettoyage des fractures latérales des indentations Berkovich**

à 355 nm (banc YAG triplés LUTIN, BLANCO ou ELAN) ou 351 nm (banc excimère SOCRATE). Pour ce graphe, comme pour les deux figures suivantes, les évènements sont réunis dans des classes de fluences d'environ  $5 \text{ J/cm}^2$ .

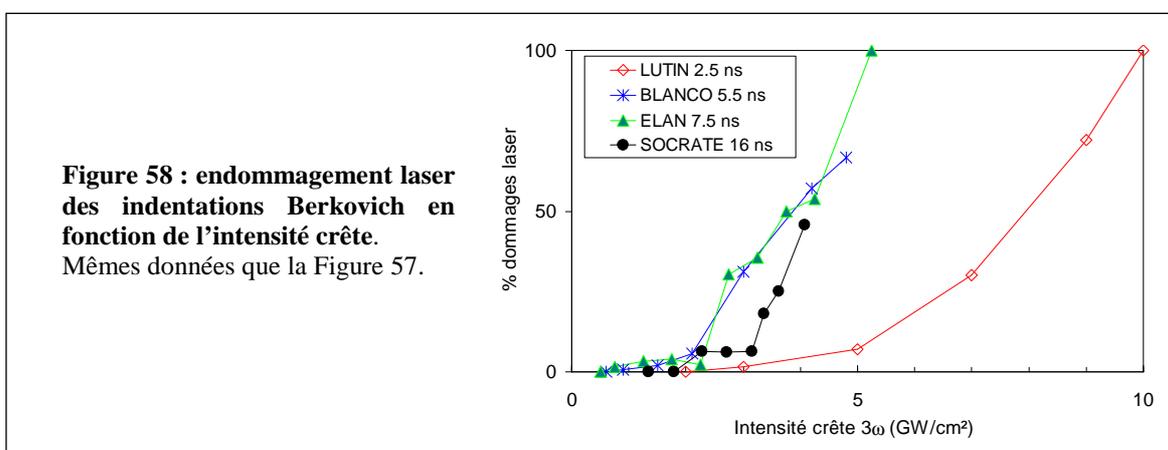


Ce que nous avons nommé ici endommagement laser (évènement représenté Figure 55c) consiste dans la création de nouvelles fractures, qui ressemblent aux fractures latérales générées par l'indentation Berkovich, et qui occupent une surface beaucoup plus vaste. Les scénarii de la Figure 53 semblent bien convenir à cette observation. L'endommagement laser apparaît pour des fluences supérieures à 10 J/cm<sup>2</sup> environ, comme le montre la figure ci-dessous.



Sur la Figure 57, on remarque que les deux plus courtes durées d'impulsion donnent la même courbe jusqu'à environ 50 % de probabilité. Au départ, cette constatation nous a surpris car nous nous attendions à trouver une loi en  $\tau^{1/2}$ , signe du critère de température  $T_0$ , qui aurait produit un rapport  $\sqrt{5,5/2,5} \approx 1,5$  entre les deux courbes. Mais l'analyse du phénomène de nettoyage nous a conduits depuis à conclure que  $T_0$  pouvait être dépassée à des fluences plus faibles, pour le pourcentage de fractures "nettoyées" tout au moins. Suite à la discussion précédente, nous pourrions interpréter maintenant cette constance de la fluence suivant le critère du § 4.2.3 de création de fractures profondes.

Cependant, ce critère n'est pas le seul à pouvoir jouer. La représentation de la probabilité d'endommagement en fonction de l'intensité crête donne un éclairage intéressant (Figure 58).



Représentées en fonction de l'intensité, les courbes des bancs LUTIN et BLANCO (à 2.5 et 5.5 ns) sont séparées d'un facteur de l'ordre de 2. Mais les trois résultats aux durées les plus longues sont en revanche très proches : il apparaît donc qu'un critère d'intensité atteinte pourrait expliquer cette observation. Comme cela a été discuté au §4.2.1, un critère de pression équivaut à un critère d'intensité pour une durée d'impulsion assez longue. En particulier, si l'on prend comme pression limite l'HEL, l'intensité nécessaire est d'environ 4 GW/cm<sup>2</sup> en section droite. Pour cette intensité, sur BLANCO, ELAN et SOCRATE, la probabilité d'endommager est d'environ 50 %. Les fractures latérales présentent souvent un angle d'incidence nul vis-à-vis du faisceau ( $\varphi=90^\circ$ ) : nous interprétons donc le point à 50 % de dommages comme l'atteinte de l'HEL sur les fractures perpendiculaires au faisceau. Toutes les fractures ne s'endommagent pas à cette intensité. De nombreux facteurs peuvent contribuer à ce décalage. Mais la variation de l'angle d'incidence semble particulièrement efficace. Le 100% d'endommagement du banc ELAN (seul ayant atteint ce niveau) vaut 5.25 GW/cm<sup>2</sup>. Cela correspondrait au critère de  $I_{HEL}$  appliqué à un angle  $\varphi$  de  $53^\circ$  ( $\theta = 37^\circ$ ). À cet angle-là, la montée à  $T_0$  est facilitée par une exaltation importante du champ électromagnétique [BDS-29]. Cela expliquerait l'endommagement systématique à ce niveau d'intensité. Quant aux sites qui s'endommagent pour des intensités inférieures à 4 GW/cm<sup>2</sup>, cela peut être imputé soit à des erreurs de mesures, soit à une géométrie particulière du site qui rend le calcul 1D non applicable, soit à un endommagement pour une contrainte inférieure à l'HEL sur certains sites plus fragiles.

En fonction de l'intensité, la probabilité d'endommagement sur SOCRATE est légèrement moindre que sur ELAN ou BLANCO. Il est possible que cela soit dû simplement au petit nombre d'évènements en jeu. Le tracé des barres d'erreur (non représenté sur le graphe), suivant une statistique de Poisson, comble l'écart entre les trois courbes. L'intensité à 50 % de probabilité est d'ailleurs très proche pour les trois durées d'impulsion, de l'ordre de 4 GW/cm<sup>2</sup>.

Sur LUTIN, à 2.5 ns, une intensité deux fois plus importante est nécessaire pour obtenir la même probabilité d'endommagement. À 20 % de probabilité, l'écart en intensité de LUTIN avec BLANCO est de 2.2 environ. Comme nous l'avons dit plus haut, ce décalage LUTIN/BLANCO n'est pas non plus compatible avec la loi en  $\tau^{1/2}$ . Dans ce cas, nous obtiendrions un facteur 1.5 entre les deux courbes. Un dépôt d'énergie mécanique minimum est nécessaire pour fracturer en profondeur, suivant la discussion du §4.2.3. Si nous reprenons l'interprétation de la courbe de probabilité en fonction de l'angle  $\varphi$  de la fissure, nous déduisons que le dépôt d'énergie mécanique minimum est atteint à une fluence laser de 19 J/cm<sup>2</sup> sur LUTIN pour  $\varphi=90^\circ$ . Cette fluence de correspond à un dépôt d'énergie mécanique de 1.5 J/cm<sup>2</sup> (cf. § 4.2.3).

Lorsque  $\varphi \neq 90^\circ$ ,  $I_{HEL}(\varphi) \propto 1/\sin\varphi$  mais le dépôt d'énergie n'est pas affecté par l'angle, car pour l'ouverture des fissures profondes, c'est la fluence projetée sur la surface du matériau qui va jouer. Donc la loi de probabilité doit monter plus rapidement à 2.5 ns, où le critère d'énergie pilote l'endommagement, qu'aux durées plus importantes, où le critère de pression est déterminant. En effet, nous constatons une réduction de l'écart entre LUTIN et ELAN, entre 70 et 100 % d'endommagement.

Au final, le critère d'atteinte de l'HEL et le critère d'énergie mécanique déposée sont tous les deux nécessaires pour conduire à l'endommagement à partir des fractures latérales. Une explication possible est que la déformation permanente liée à la densification est nécessaire pour exercer une traction durant assez longtemps. Par ailleurs une contrainte dépassant l'HEL est insuffisante à elle seule ; une énergie minimum doit être déposée. Comme nous l'avons déjà évoqué (§3.4.2), des calculs 2D de dynamique des matériaux sont en cours pour mieux comprendre ce seuil d'"Auerbach dynamique", et son évolution avec la dimension du "contact".

L'analyse théorique opérée sur ces expériences a été étendue à deux autres séries de tests d'endommagement à une durée d'impulsion variable, effectuées sur des échantillons de silice superpolie (sans indentations) <sup>93</sup>. Dans le cas de l'étude d'inter-comparaison des bancs pilotée par

Laurent Lamaignère <sup>24</sup> pour  $\tau$  variant entre 2.5 et 16 ns, le meilleur ajustement des fluences d'endommagement est en  $\tau^{0.6}$ . Là encore, la loi traditionnelle n'est pas retrouvée. Le modèle présentée ici peut-il expliquer cet exposant ?

La population de défauts présente sur une pièce polie est beaucoup plus diverse que celle obtenue par indentation : l'angle  $\phi$  de la fissure avec la surface extérieure est variable ; plusieurs fissures peuvent se trouver très près l'une de l'autre. Ainsi, dans certains cas, l'intensité minimum pour densifier peut être plus forte que 4 GW/cm<sup>2</sup> ; mais dans d'autre cas, les chocs provenant de plusieurs fissures peuvent se conjuguer pour créer une pression plus élevée pour une même intensité, voire un phénomène d'onde de Mach <sup>62</sup>, que nous rediscuterons au §5.5. D'un autre côté, la quantité d'énergie mécanique déposée dépend de la concentration initiale d'absorbeur, qui contrôle le temps mis pour atteindre la température  $T_0$ . L'ensemble de ces facteurs rend compatibles le modèle et ce résultat expérimental <sup>24</sup>. En effet, une loi en  $\tau^{0.6}$  peut sans conteste être obtenue avec une population de dommages bien choisie, qui combinent des processus en  $\tau$  et d'autres en  $\tau^{0.2}$ . Mais des observations et une discussion plus fines sont nécessaires : cela sort du cadre de ce document.

### 4.3.2 Endommagement laser des indentations hertziennes

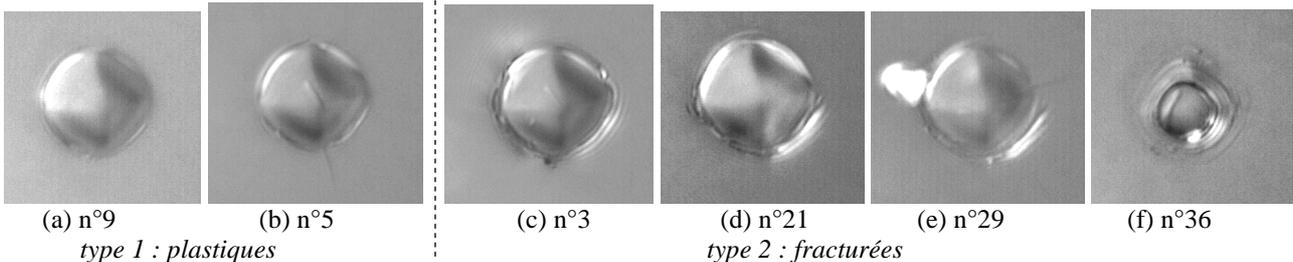
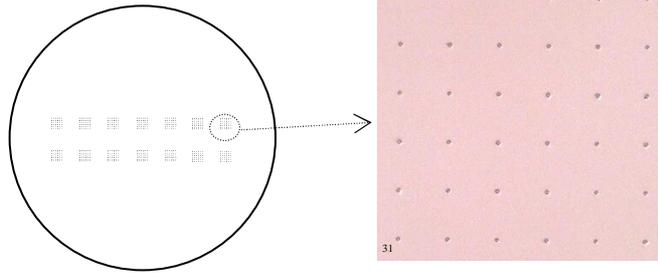
La totalité des résultats sera exposée prochainement dans la thèse de Karell Bien-Aimé, en particulier l'aspect lié à la contamination moléculaire. Nous ferons ici un résumé des expériences en dehors du paramètre pollution : nous nous contenterons donc d'exploiter les échantillons 06-0116 (1<sup>ère</sup> série d'indentations) et 08-0024. Ces deux échantillons (disques de diamètre 50 mm et d'épaisseur 5 mm en silice S312 superpolie par SESO) avaient subi un nettoyage avant indentation. Après le passage sur l'indenteur et l'observation des sites, le 08-0024 a été étuvé à 80°C pendant 24 heures, pour servir de référence aux échantillons contaminés en étuve (cf. thèse de Karell Bien-Aimé). Après l'étuvage, une nouvelle observation a été effectuée, qui a repéré quelques événements s'étant produits pendant le traitement, surtout la propagation de fractures latérales. Puis le test d'endommagement laser a été opéré. Enfin, les sites irradiés ont été observés. Pour les comparaisons, nous utiliserons la désignation "propre" pour le 06-0116 et "étuvé" pour le 08-0024. Le résultat de ces deux échantillons est suffisamment proche pour qu'ils puissent être présentés ensemble pour de nombreux points.

Pour obtenir une statistique suffisante d'endommagement laser, des centaines de sites ont été indentés sur chaque échantillon (cf. Figure 59), exactement 14 fois 36, soit 504 indentations.

**Figure 59 : réalisation des indentations sphériques pour étude à  $3\omega$ .**

14 matrices de 36 sites, séparés de 100  $\mu\text{m}$ , ont été réalisées sur chaque échantillon.

(photo : matrice 10 de l'éch. 08-0024)



**Figure 60 : différents types d'indentations sphériques (avant tir laser) :**

Plastiques, sans fracture (a) ou avec fracture radiale (b) ; fracturées avec fracture circulaire/conique seule (c-d), avec écaille (e). Dans la plupart des cas la fracture circulaire a démarré à un rayon  $r$  de l'ordre de  $1.1$  à  $1.3 \times a$ , où  $a$  est le rayon de l'empreinte. Occasionnellement (1 fois sur 20 environ), la fracture a démarré loin de l'empreinte, comme pour la Figure 18 (§3.1.2). Très rarement (1 fois sur 100 environ), elle a démarré à un rayon plus faible de moitié, comme sur (f). Les sites font tous partie de la matrice de la Figure 59. L'échelle est la même pour chaque photo (environ 6  $\mu\text{m}$  pour 1 cm).

Toutes les indentations ont été réalisées avec les paramètres de la Figure 18 (§3.1.2), soit  $R=10$   $\mu\text{m}$  et  $P=0.5$  N, qui conduisent assez régulièrement à des fractures circulaires évoluant en cône, comme nous l'avons vu au §3.1. Les vitesses d'approche, de chargement et de déchargement sont aussi restées constantes. Malgré la constance des paramètres instrumentaux, les différents échantillons n'ont pas donné exactement la même répartition d'évènements. Une partie de ces fluctuations est peut-être liée à

des problèmes récurrents avec l'indenteur : pannes, impossibilités d'accéder à certaines mesures. Mais le facteur déterminant est probablement la variation de la densité de microfissures en surface [avant indentation].

Lors de l'indentation, deux types de sites ont été produits :

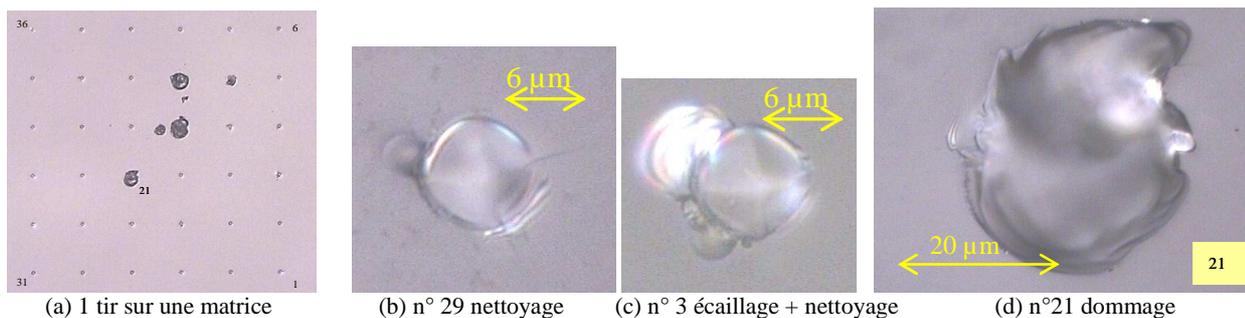
1. Empreinte plastique sans fracture circulaire/conique visible
2. Empreinte plastique avec fracture circulaire/conique visible.

Les deux types sont illustrés sur la Figure 60. Le type 2 s'est signalé soit par un cercle marqué à une distance appréciable ( $>0.5 \mu\text{m}$ ) du bord de l'empreinte plastique, soit par des interférences témoignant de la présence de la fracture conique. Les fractures circulaires/coniques peuvent également être associées à des fractures latérales (écailles). Les deux types d'indentation ont pu dans certains cas également montrer des fractures radiales. Les milliers d'empreintes produites ont été classées suivant les deux types, et suivant l'occurrence de fractures radiales ou d'écailles. Les deux échantillons concernés ici ont montré une proportion inverse de types 1 et 2. Sur le 06-0116 (propre), 2/3 des sites avaient un aspect plastique, alors que sur le 08-0024 (étuvé), près de 85 % montraient une fracture circulaire/conique.

Les tirs laser ont été effectués sur le banc LUTIN avec les indentations placées en face arrière. Un tir laser, dont la durée équivalente est  $\tau \approx 2.5 \text{ ns}$ , a été fait sur chaque matrice d'indentation. La fluence pic mesurée fut de 20 à 25  $\text{J}/\text{cm}^2$ . La répartition spatiale de la fluence étant gaussienne de diamètre 300  $\mu\text{m}$  à  $1/e$ , chaque indentation d'une matrice a vu une fluence différente, entre 1  $\text{J}/\text{cm}^2$  et le maximum. L'image de faisceau prise pour chaque impulsion permet le positionnement de chaque indentation dans le champ de fluence après tir. La précision obtenue au final est suffisante pour que cette incertitude puisse être négligée devant les autres sources de méconnaissance de la fluence, liées à la métrologie laser elle-même.

**Figure 61 : évolution des indentations sphériques après tir  $3\omega$  sur les sites des figures précédentes.**

(a) résultat d'un tir sur la matrice de la Figure 59 ; une fluence maximum de 21  $\text{J}/\text{cm}^2$ , sur l'indentation n°16, a créé 4 dommages sur les indentations, et 2 en dehors, sur des défauts préexistants. (b) Le site n°29 a vu 11  $\text{J}/\text{cm}^2$  qui ont "nettoyé" l'écaille. (c) Le site n°3 a été nettoyé, et a subi une nouvelle écaille, à 11  $\text{J}/\text{cm}^2$ . (d) à 17  $\text{J}/\text{cm}^2$ , le site 21 n'est plus qu'un cratère conchoïdal de plusieurs dizaines de  $\mu\text{m}$  (cf. également Figure 64).

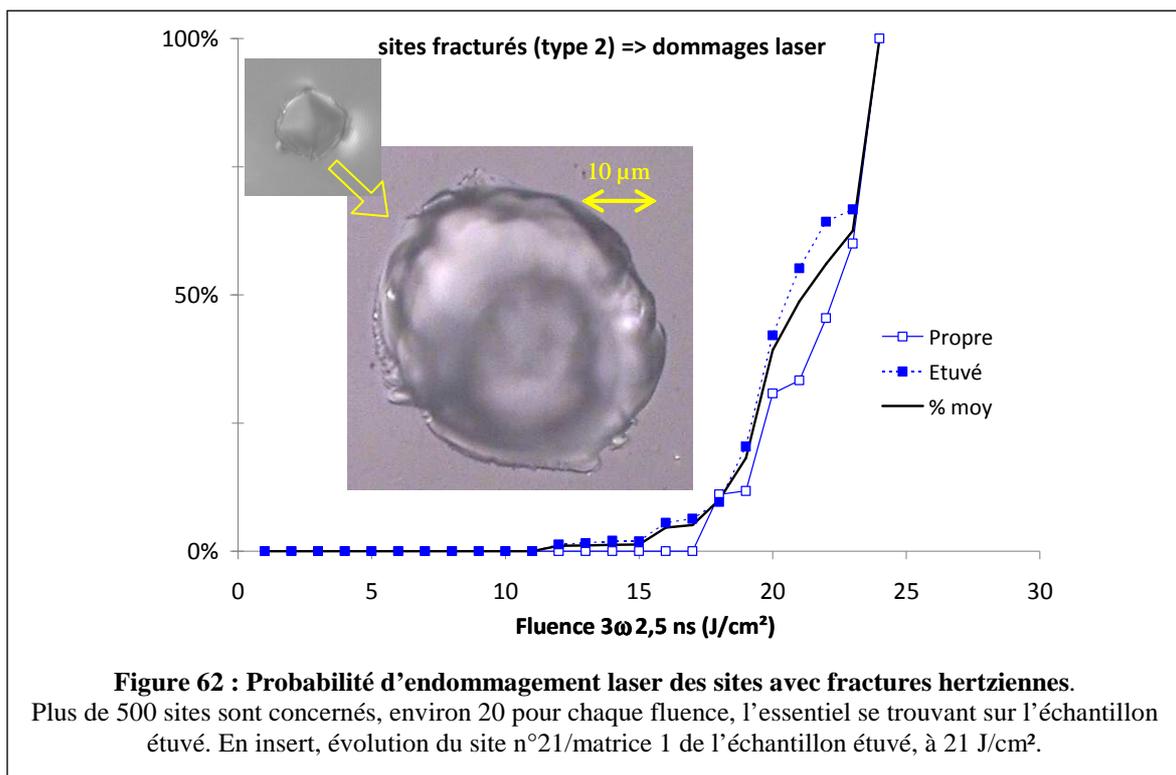


L'observation après tir permet de déterminer l'évolution de chaque site (cf. Figure 61). Nous avons dénommé "dommage laser" l'apparition d'un cratère de taille beaucoup plus grande que l'indentation initiale, en général plus de 5 fois plus grand en diamètre. En focalisant le microscope à la surface de l'échantillon, on observe une fracture conchoïdale de l'ordre de quelques dizaines de  $\mu\text{m}$  de diamètre ; nous décrirons ce cratère en détail plus loin. Des événements moins importants ont également été observés : disparition d'une écaille ou "nettoyage" (même terminologie qu'au § précédent), propagation d'une écaille ou "écaillage", apparition de fractures radiales.

Après le dépouillement, nous disposons donc d'une base de données, avec les caractéristiques initiales de chaque site, la fluence qu'il a reçue, et son évolution. Cette base permet de tracer la probabilité d'endommagement en fonction du type de site et du genre de dégradation.

Le dommage laser (Figure 61 (d)) est le seul évènement qui soit uniquement lié à l'éclairement laser, et qui apparaisse seulement au-dessus d'un seuil de fluence. Sur les échantillons propres, c'est-à-dire non volontairement contaminés, l'évènement "dommage laser" n'est pas apparu sur les indentations plastiques, quelle que fût la fluence. Le dommage n'apparaît que sur les sites de type 2, comportant une fracture circulaire/conique. Les indentations plastiques associées à une fracturation radiale n'ont pas montré de dommage non plus, sauf dans le cas contaminé. Les indentations propres et fracturées (type 2) évoluent en dommages laser à partir de 15 J/cm<sup>2</sup> environ (cf. Figure 62). L'évolution est identique pour tous les sites de type 2, qu'ils soient ou non associés à une écaille, ou à une fracture radiale. La moitié des sites à fracture hertzienne sont endommagés à 21 J/cm<sup>2</sup>, et la totalité à 24 J/cm<sup>2</sup>.

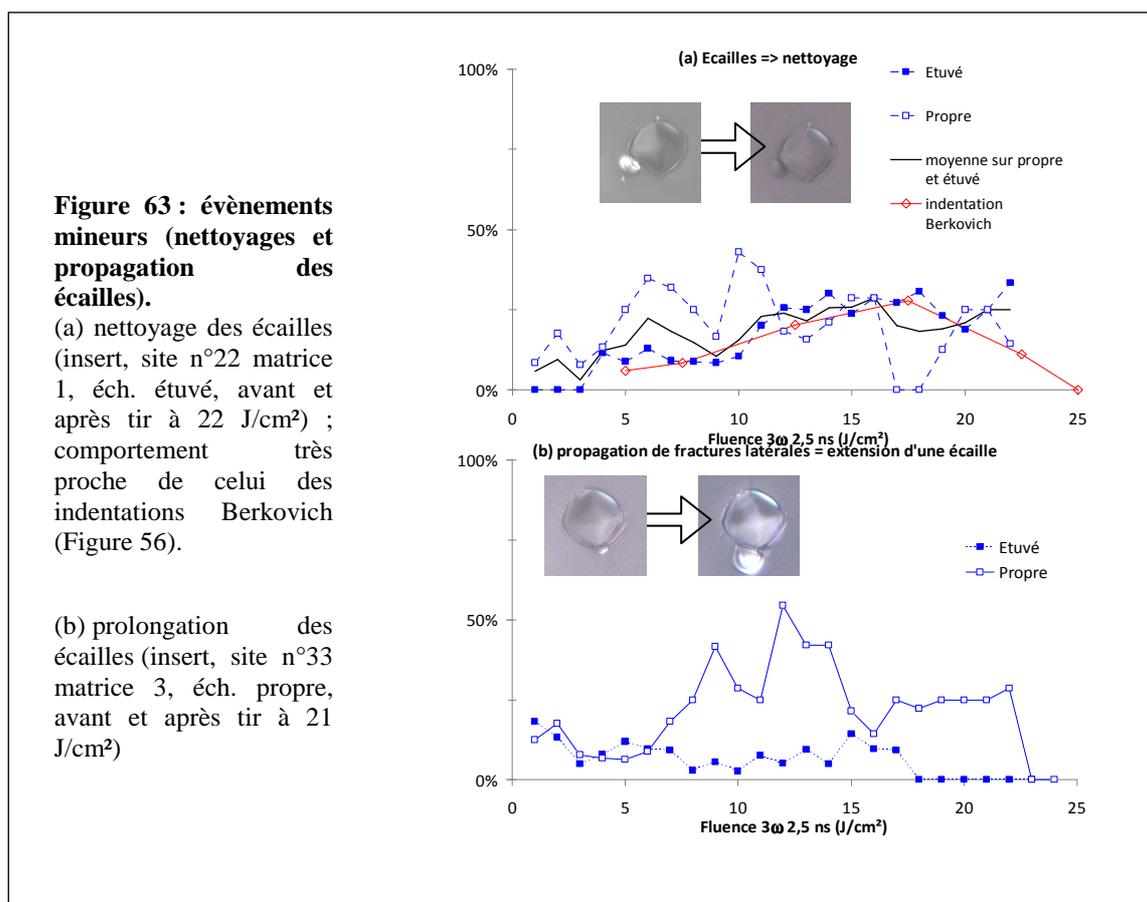
Notons un détail pratique : pour éviter une forte dispersion des résultats liés à un faible nombre de sites dans certaines classes de fluence, la probabilité affectée à une fluence  $F$  a été calculée sur une classe de 3 J/cm<sup>2</sup> centrée sur  $F$ , soit sur l'ensemble des sites ayant vu  $F$  ou  $F \pm 1$  J/cm<sup>2</sup>. De même que pour l'étude des indentations Berkovich, cet effet de moyenne introduit une incertitude sur l'éclairement, et dans le cas présent un décalage de l'ordre de 1 J/cm<sup>2</sup> vers les fortes valeurs si la grandeur mesurée varie fortement avec la fluence (c'est le cas de la probabilité d'endommagement).



La loi de probabilité d'endommagement est semblable à celle des indentations Berkovich irradiées à 2.5 ns. La Figure 57 montre que 50 % de celles-ci sont endommagées vers 19 J/cm<sup>2</sup>, alors que nous avons trouvé 21 J/cm<sup>2</sup> pour les indentations hertziennes. Les explications physiques discutées au § précédent sont donc probablement valables ici. Pour les dommages apparus sur le banc LUTIN, nous avons retenu un critère de dépôt d'énergie mécanique qui n'est donc pas infirmé par le niveau de fluence d'endommagement des indentations hertziennes. Cependant, nous ne pouvons pas pousser la comparaison plus avant, compte tenu de l'effet de la pollution sur l'endommagement laser (thèse de Karell Bien-Aimé), le niveau de pollution n'étant probablement pas le même d'une étude à l'autre.

Les évènements mineurs, nettoyage et propagation des fractures latérales, apparaissent pour des fluences laser très faibles. Le nettoyage concerne les indentations avec fracture latérale, soit 109 sites pour le “propre” et 183 pour l’“étuvé” : la fréquence du phénomène augmente lentement avec l’éclairement, dès les basses fluences, pour se stabiliser à environ 25 %, à partir de 5-10 J/cm<sup>2</sup> (Figure 63 a). La courbe moyenne obtenue est très proche du nettoyage des indentations Berkovich. Précisons que la pollution n’a pas eu d’effet mesurable sur la probabilité de nettoyage (cf. thèse de Karel Bien-Aimé<sup>95</sup>), ce qui autorise une comparaison directe dans ce cas entre les deux études.

Pour ce qui est de la formation de nouvelles écailles (fractures latérales), les deux échantillons ont montré un comportement très différent en fonction de la fluence. Pour l’“étuvé”, la fluence laser n’a aucun effet sur ce phénomène : les écailles apparaissent parfois après tir, mais aucune corrélation n’est constatée avec le niveau d’énergie du faisceau. La propagation des écailles s’est peut-être produite en dehors du tir. Pour l’échantillon propre en revanche, si le nettoyage a lieu à très basse fluence pour certains sites, plus de 25 % de nouvelles écailles apparaissent entre 5 et 20 J/cm<sup>2</sup>, contre environ 5% au-dessous de 5 J/cm<sup>2</sup> (Figure 63 b). L’absence d’évolution de l’échantillon étuvé plaide pour une contribution des contraintes résiduelles dans l’évolution lors du tir laser. On peut supposer que ces contraintes ont déjà agi durant l’étuvage et ne jouent plus de rôle durant le tir pour l’échantillon 08-0024. Par contre, pour l’échantillon non étuvé, ces contraintes statiques peuvent achever le travail des contraintes dynamiques créées durant l’irradiation.



L’apparition de fractures radiales n’est pas due au tir laser lui-même, mais à une évolution naturelle du site indenté, entre l’observation initiale et l’observation après tir. En effet, elle a été observée sans corrélation avec le niveau de fluence vue par le site ; les fractures radiales sont apparues sur les deux types de sites, à une fréquence de l’ordre de 7 %. Il est logique d’interpréter cette fracturation radiale comme une évolution due aux contraintes persistantes dans les empreintes. Lors de

l'observation des sites indentés avant tir, la proportion de sites fracturés radialement était d'environ 14 % du nombre de type 2, pour l'un ou l'autre échantillon. Après la phase de tir, la proportion de fissures radiales monte à 20 % : la cause d'ensemble de cette évolution reste les contraintes présentes dans l'empreinte.

Le bilan de cette étude expérimentale est donc le suivant :

1. Les indentations plastiques ne créent pas d'endommagement laser
2. Les fissures hertziennes sont des sites d'amorçage de l'endommagement laser. Dans les conditions de réalisation des fissures ( $R=10\ \mu\text{m} - 500\ \text{mN}$ ) les dommages apparaissent entre 15 et 24 J/cm<sup>2</sup>.
3. La fissuration radiale n'est pas une cause de dommage laser
4. La fissuration radiale n'est pas non plus une conséquence de l'éclairement laser.
5. Les fractures latérales interagissent avec le champ laser. L'éclairement laser contribue à l'expulsion des écailles, et à la propagation des fissures latérales, dès les basses fluences. Cependant ces fissures évoluent aussi fréquemment sans l'aide du champ laser, en particulier lors d'un étuvage.

L'observation n°1 est une constante de toutes les études sur les défauts modèles, y compris le § précédent sur les indentations Berkovich.

L'observation n°2 s'explique de la même façon que le comportement des indentations Berkovich. Il est d'ailleurs remarquable que les deux types d'indentations produisent des dommages pour la même fluence sur le même banc. Ce point sera mieux compris quand l'état physico-chimique des surfaces de fracture sera mieux relié à l'amorçage de l'endommagement.

La déduction n°3 confirme également l'observation faite sur les fissures Berkovich. Le fait n°4 est nouveau : il indique que l'éclairement ne crée pas de tension orthoradiale.

L'observation n°5 implique une évolution mécanique des fissures à bas flux (quelques J/cm<sup>2</sup>). Un faible éclairement est suffisant pour porter la température au-dessus de  $T_0$  et pour créer les pressions nécessaires à la propagation de ces fissures, pressions qui sont inférieures au GPa pour les fissures de taille supérieure au  $\mu\text{m}$ . Le résultat est très proche de l'étude des indentations Berkovich.

Certains dommages laser ont été observés en détail en microscopie à contraste interférentiel. Les principales caractéristiques sont visibles sur la Figure 64. Par bien des aspects, ces sites ressemblent aux dommages créés sur les surfaces polies en l'absence d'indentations<sup>81,84,85</sup>. Les dommages que nous avons observés sont approximativement symétriques de révolution, conservant donc la symétrie initiale du site. Comme les indentations plastiques ne montrent pas d'endommagement laser, il est légitime d'attribuer l'amorçage à la fracture hertzienne. Lorsque le passage au-dessus de  $T_0$  se fait sur l'ensemble de la fissure, le dommage créé doit donc être à symétrie de révolution. Nous avons mesuré un fond de dommage à  $3\pm 1\ \mu\text{m}$  de la surface. La partie supérieure du cône de Hertz est vaporisée, avec une écaille de plusieurs dizaines de  $\mu\text{m}$  de diamètre. Cette vaporisation révèle la partie inférieure du cône, dénudée jusqu'à  $5\pm 1\ \mu\text{m}$ . Il est probable que la pression exercée par le plasma ait propagé le cône au-delà de la longueur atteinte durant l'indentation. Cela n'était pas observable au microscope Nomarski, et n'a pas été mesuré sur un autre moyen pour l'instant.

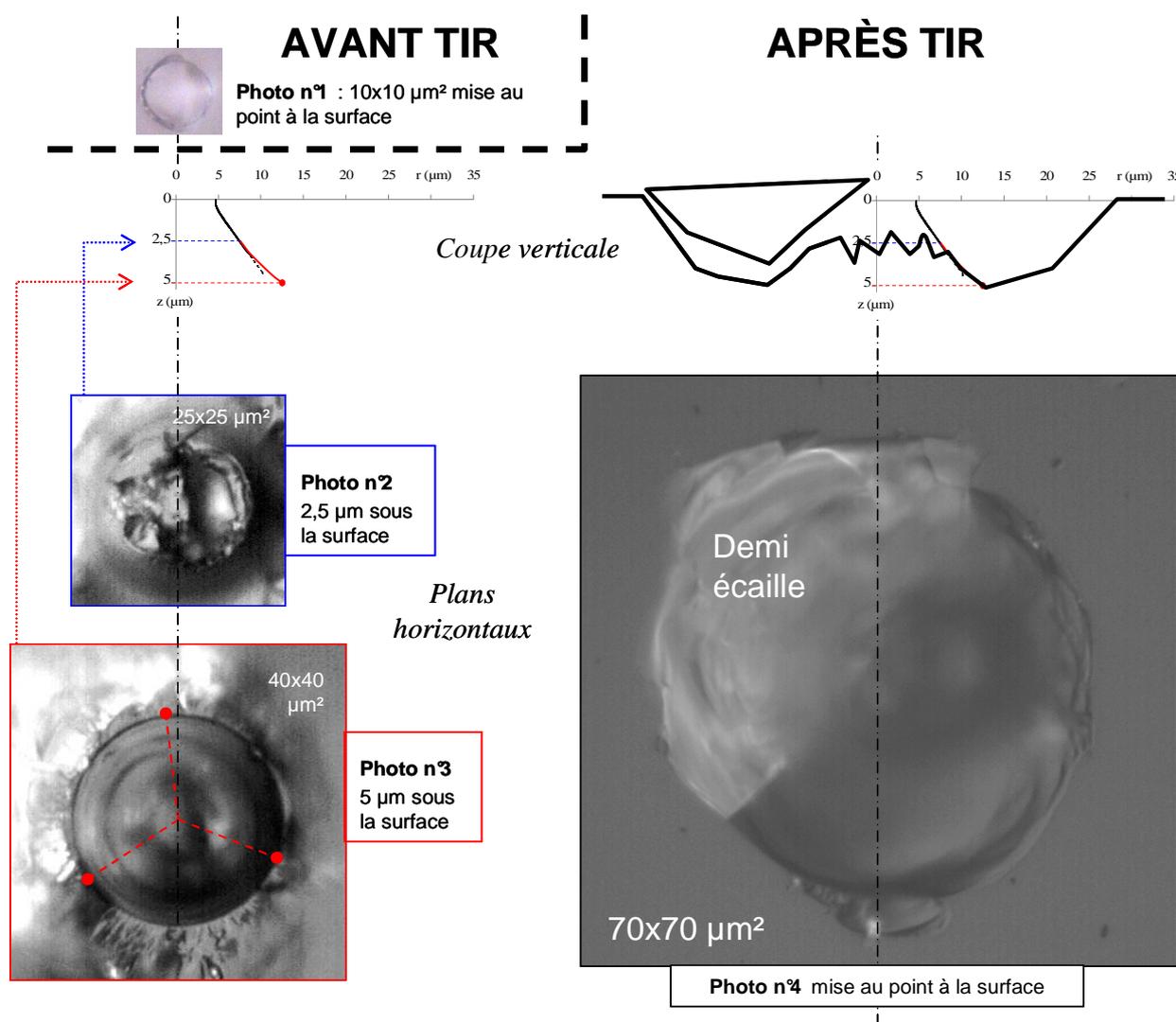
Lorsqu'un code bidimensionnel sera disponible pour l'interaction laser matériau, nous pourrons utiliser tout le potentiel des sites hertiens pour encore mieux comprendre et quantifier les processus d'endommagement. La Figure 64 témoigne de ce potentiel pour une comparaison expériences-calcul. Pour l'instant, seule une simulation 1D a pu être faite.

**Figure 64 : observation d'un dommage laser sur un site d'indentation hertzienne.**

Éch. 08-0025, matrice 8, site n°22. 23 J/cm<sup>2</sup>.

Cette planche illustre la capacité d'observation de la microscopie optique (ici microscopie Nomarski (mode contraste interférentiel) avec objectif  $\times 100$  : la profondeur de champ est de l'ordre de 1  $\mu\text{m}$ ). Elle met également en évidence la symétrie axiale du dommage obtenu à partir des indentations hertziennes.

D'après le modèle, l'absorption a démarré dans la fissure hertzienne, représentée sur le graphique (—), qui s'est propagée jusqu'à environ 3  $\mu\text{m}$  de profondeur lors de l'indentation (cf. §3.1.2.4 et Figure 28). Cette zone a disparu, comme cela est décrit dans les scénarii de la Figure 53, laissant un fond de cratère très accidenté (2.5  $\mu\text{m}$  sous la surface, photo n°2). Une fissure médiane, très probablement apparue lors de l'indentation, peut être vue comme une fente noire, verticale sur la photo, de 10  $\mu\text{m}$  par quelque  $\mu\text{m}$  : cette fissure n'est pas incriminée dans l'interaction avec le faisceau ni d'ailleurs dans une croissance ultérieure éventuelle car parallèle à la propagation du laser. Une écaille, de 60  $\mu\text{m}$  de diamètre, s'est décollée : une moitié de l'écaille reste présente sur le site (photo n°4). On peut remarquer que l'écaille ne dégrade pas la résolution ni le contraste de l'image obtenue 5  $\mu\text{m}$  en dessous (photo n°3). Comme cela sera discuté dans le §5, le cône s'est probablement propagé par la pression exercée dans la fissure et en face arrière. Il est directement visible jusqu'à 5  $\mu\text{m}$  (photo n°3) et probablement présent au-delà. La position radiale du cône à la profondeur de 5  $\mu\text{m}$  (---●) est légèrement plus éloignée que le calcul (---) : l'angle  $\phi$  réel est plus grand. Ce point a été discuté au §3.1.2.2 ; alternativement cela pourrait provenir dans ce cas d'une imprécision sur le rayon initial de la fracture.



#### 4.4 Conclusion de la quatrième partie

Un modèle monodimensionnel d'interaction laser matériau et de thermomécanique a été développé : il permet de bien comprendre qualitativement et quantitativement les événements de l'interaction laser-fracture et laser-surface lors d'irradiation à  $3\omega$ . L'atteinte d'une température critique  $T_0$ , où la silice devient absorbante, est un critère d'endommagement opérationnel dans certains cas : il sous-tend la loi d'échelle fréquemment citée où la fluence d'endommagement varie avec  $\tau^{1/2}$ . Mais l'évènement déterminant pour la création de dégâts mécaniques est le passage de la limite élastique d'Hugoniot (HEL) dans les chocs engendrés lors du remplissage violent de la fissure par un plasma. C'est l'intensité laser qui contrôle ce critère : la fluence d'endommagement suit donc une loi linéaire en  $\tau$ . Pour  $\tau$  variant de 5 à 16 ns, l'endommagement des défauts modèles réalisés par indentation Berkovich a été observé à une intensité d'environ 4 GW/cm<sup>2</sup> correspondant à l'HEL dans le modèle.

À courte durée d'impulsion, une intensité plus forte est nécessaire pour provoquer l'endommagement laser. Nous avons expliqué ce changement de régime par un critère de densité d'énergie mécanique minimum pour créer de nouvelles fractures. Pour l'instant ce critère reste qualitatif, car des calculs 2D (voire 3D) s'imposent pour l'explorer.

Le modèle d'amorçage nous a servi à quantifier les différences entre l'interaction face avant et face arrière. Si l'absorption du laser démarre en face arrière, par atteinte du critère  $T_0$ , l'évaporation de la silice conduit à des effets similaires à ceux qui se produisent dans une fissure, mais avec une pression 2 ou 3 fois moindre. En face arrière et en l'absence de fissure, la densification induite par laser a lieu à une intensité de l'ordre de 10 GW/cm<sup>2</sup> : cela représente une fluence de 50 J/cm<sup>2</sup> à  $\tau = 5$  ns. Lorsque la température critique de déclenchement du dépôt laser,  $T_0$ , est atteinte en face avant, dans une zone sans fissure, la pression reste environ 10 fois moins importante que dans une fissure [et 3 à 4 fois moindre qu'en face arrière], le matériau étant protégé par une vapeur absorbante qui se détend et écrante le laser.

D'après le modèle, l'amorçage sur une fissure a lieu de la même façon en face avant qu'en face arrière : la différence entre les deux faces se fait jour une fois que la zone d'absorption dépasse la dimension de la fissure initiale. Le système se rapproche ensuite d'un cas monodimensionnel traité en l'absence de fissure. Alors, la pression 3 ou 4 fois plus grande en face arrière qu'en face avant contribue à créer des dommages beaucoup plus profonds, avec densification et fracturation.

Le modèle permet également de comprendre qualitativement les observations et les mesures d'endommagement laser faites sur les indentations hertziennes. La symétrie de ces sites occasionne un dommage pratiquement symétrique de révolution qui devrait très bien se prêter à la comparaison avec le modèle bidimensionnel en cours de développement au CEA/DIF. Des simulations 2D permettront d'interpréter quantitativement des expériences sur des géométries de fractures diverses et de mieux confronter ainsi les observations aux hypothèses physiques de seuil de dommage (pression d'HEL, densité d'énergie mécanique).

Les deux études expérimentales, sur indentations Berkovich et hertziennes, ont comme conclusion commune plusieurs autres confirmations du modèle d'interaction laser-fracture. Les fissures radiales ne créent pas d'amorçage des dommages. Les fissures latérales engendrent des écailles dont un certain pourcentage est expulsé par l'irradiation, à partir de faibles éclaircissements. Cette observation démontre que la température  $T_0$  peut être atteinte à des intensités modérées, de l'ordre de 1 GW/cm<sup>2</sup>.

L'observation des dommages laser amorcés sur les cônes de Hertz nous conduit à considérer maintenant l'interaction de ces structures avec des tirs répétés, donc à aborder la dernière partie.

## 5 Croissance des dommages laser

Les dommages laser sont des zones de faibles tenues au flux. Cela se comprend aisément car ils sont constitués de matière fracturée, comprimée, parfois désoxydée et excitée électroniquement<sup>83</sup>. Le développement du NIF et du LMJ a donc rendu nécessaire l'étude du comportement sous flux laser des dommages de surface de la silice<sup>106</sup>. Les premières études, réalisées avec des faisceaux millimétriques de forme spatiale gaussienne, ont permis de montrer la généralité de la croissance des surfaces endommagées (à  $3\omega$  comme à  $1\omega$ ) ainsi que le caractère plus prononcé en face arrière qu'en face avant. Mais, le cas d'un faisceau très large vis-à-vis du dommage est différent. Ce sont les observations sur le BEAMLET<sup>107</sup>, et les premières expériences sur l'installation OSL<sup>108</sup>, à Livermore, qui ont mis en évidence l'élément crucial du point de vue opérationnel : la croissance exponentielle des dommages lors d'une série de tirs.

Nous allons tout d'abord exposer la phénoménologie de la croissance, puis nous présenterons le modèle physique développé à partir de l'interaction laser-fracture explorée au chapitre précédent. Ce modèle permet d'établir un lien entre la croissance des dommages laser et la propagation des fractures coniques (cf. §3.3.1). Il est fondé sur une interprétation "quasi-statique" du dépôt d'énergie laser. Il permet de retrouver les données expérimentales (§5.3) et d'établir des prédictions vérifiables ou réfutables expérimentalement. Le modèle physique donne des indications pour apporter une solution au problème de croissance des dommages par un changement du matériau (§5.4).

### 5.1 Phénoménologie

Nous allons tout d'abord décrire de manière phénoménologique la propagation des dommages, c'est-à-dire que nous allons nous intéresser à leur étendue spatiale, sans s'arrêter sur les détails physiques. Cette restriction est légitime, compte tenu d'une constance manifeste des caractéristiques physico-chimiques et de l'aspect des sites<sup>83</sup>.

En face avant, le rythme de croissance reste limité et compatible avec les besoins NIF/LMJ ; il est linéaire en fonction du nombre de tirs, pour l'ultraviolet<sup>109</sup> comme pour l'infrarouge<sup>110</sup>. Ce point est particulièrement important et nous y reviendrons au moment de discuter d'une explication physique.

En face arrière, certains dommages subissent une croissance exponentielle, illustrée sur la Figure 65. Le phénomène a été observé sur de très nombreux sites, mais certains dommages restent stables jusqu'à de fortes fluences. La croissance exponentielle concerne surtout les cratères qui sont profonds (plusieurs  $\mu\text{m}$ ), larges (plusieurs dizaines de  $\mu\text{m}$ ) et réalisés à haute fluence.

<sup>106</sup> Salleo, A., Chinsio, R., Génin, F. Y., "Crack propagation in fused silica during UV and IR nanosecond-laser illumination", *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 1998, Proc. of SPIE* Vol. **3578**, p. 456 (1999)

<sup>107</sup> Kozlowski, M. R., Mouser, R. P., Maricle, S. M., Wegner, P. J., Weiland, T. L., "Laser damage performance of fused silica optical components measured on the Beamlet laser at 351 nm" *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 1998, Proc. of SPIE* **3578**, 436 (1999)

<sup>108</sup> Norton, M. A., Hrubesh, L. W., Wu, Z., Donohue, E. E., Feit, M. D., Kozlowski, M. R., Milam, D., Neeb, P. C., Molander, W. A., Rubenchik, A. M., Sell, W. D., Wegner, P. J., "Growth of laser initiated damage in fused silica at 351 nm," in *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2000, Proc. SPIE* **4347**, 468 (2001).

<sup>109</sup> Norton, M.A., Donohue, E.E., Feit, M.D., Hackel, R.P., Hollingsworth, W.G., Rubenchik, A.M. and Spaeth, M.L., "Growth of Laser Damage on the Input Surface of SiO<sub>2</sub> at 351 nm", *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2006, Proc. of SPIE* Vol. **403** 64030L (2007)

<sup>110</sup> Norton, M.A., Hollingsworth, W.G., Donohue, E.E., Feit, M.D., Rubenchik, A.M., Hackel, R.P., "Growth of Laser Initiated Damage in Fused Silica at 1053 nm", *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2004, Proc. of SPIE* Vol. **5647** 197 (2005)

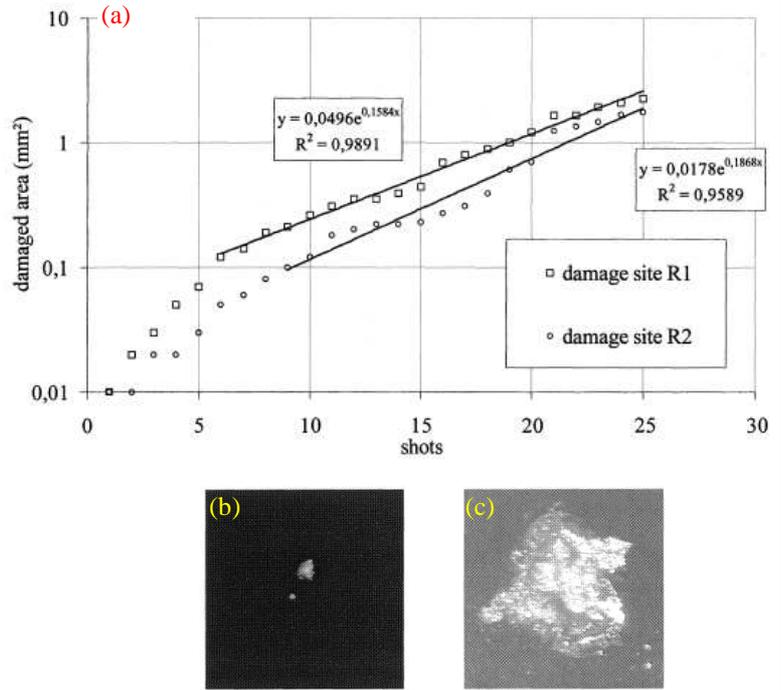
**Figure 65 : croissance de dommages en face arrière d'une lame de silice à  $1\omega$**

Deux sites sont apparus lors d'un premier tir. Après le cinquième tir, une croissance exponentielle de la surface est mesurée (a). Le dommage R1 passe de  $10^{-2}$  mm<sup>2</sup> au premier tir (b) à près de 1 mm<sup>2</sup> au 18<sup>ème</sup> (c).

Échelle des images  $\sim 1 \times 1$  mm<sup>2</sup>

Expérience à 1053 nm, sur le laser LULI-6F,  $F \sim 16$  J/cm<sup>2</sup>,  $\tau \sim 4$  ns.

Extrait de [BDS-10]



Le phénomène a été observé à  $3\omega$  tout d'abord <sup>108</sup>, puis également à  $1\omega$  [BDS-10, BDS-17] (cf. Figure 65). Son caractère exponentiel incite à le représenter par un coefficient logarithmique de croissance noté  $k$ . Nous avons choisi de définir ce taux par rapport à l'aire du dommage à la surface :

$$k_{\text{aire}} = \ln\left(\frac{\text{Aire}(n+1)}{\text{Aire}(n)}\right) \quad 5-1$$

que nous mesurons en analysant les images, alors que nos collègues d'outre-Atlantique représentent la croissance du diamètre moyen, et note  $\alpha$  le taux de croissance :

$$\alpha_{\text{diamètre}} = \ln\left(\frac{\text{Diamètre}(n+1)}{\text{Diamètre}(n)}\right) \quad 5-2$$

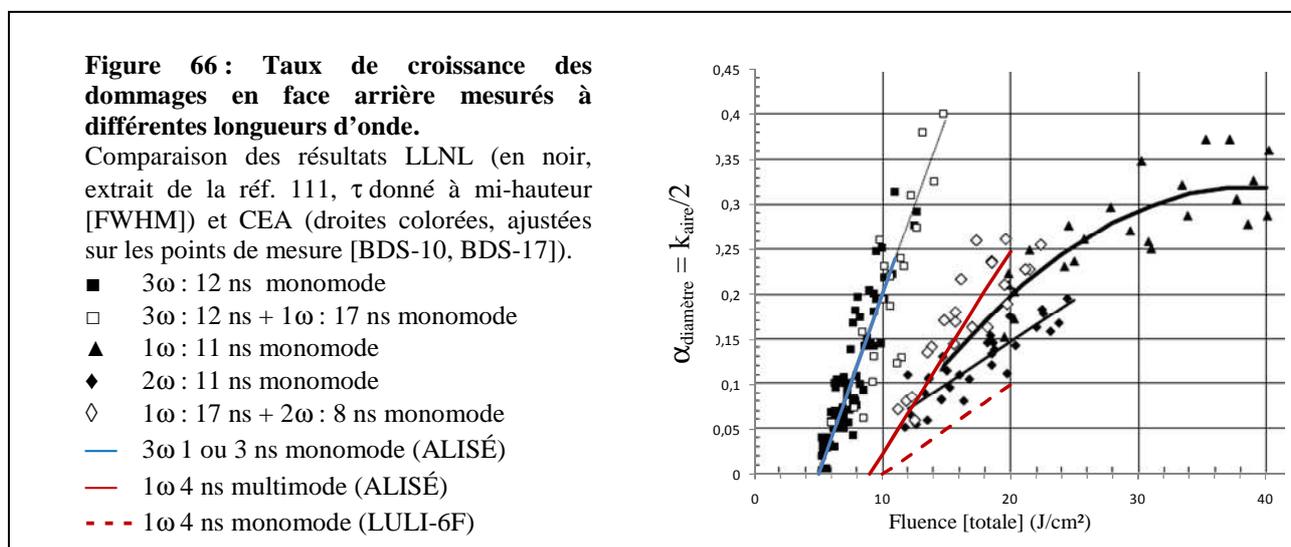
Pour les comparaisons, nous appliquerons simplement l'égalité  $k_{\text{aire}} \equiv 2 \alpha_{\text{diamètre}}$ , exact pour un disque, et vrai en moyenne pour n'importe quelle forme. Une série de  $N$  tirs produit un accroissement de taille d'un facteur  $e^{Nk}$ , fonction illustrée Figure 65a.

De très nombreux résultats expérimentaux sont disponibles pour la face arrière, principalement établis par Norton *et al.* au laboratoire de Livermore.

1. Le phénomène est très peu dépendant de  $\tau$ , à  $3\omega$  tout du moins, pour  $\tau$  variant entre 1 et 15 ns environ. Il dépend de la fluence uniquement. Selon une étude de l'effet de l'angle d'incidence [BDS-10], il apparaît que la fluence en section droite dans le matériau est le paramètre clé.
2. Des différences ont été constatées entre les formes temporelles gaussiennes (monomode) et les impulsions multimode.
3. Au-dessus d'un seuil en fluence, noté  $F_s$ , la croissance de certains sites est exponentielle. Aucun signe n'existe pour l'instant d'une taille limite pour les dommages, en dehors de la limitation liée au faisceau lui-même ou à l'échantillon. Les mesures publiées portent sur des diamètres de dommage de quelques millimètres au plus.

4. Certains sites restent stables. Parfois la croissance démarre après un certain nombre de tirs : il y a alors une période de latence. Si la croissance démarre, elle est généralement exponentielle. Le coefficient  $k$  prend alors une valeur assez reproductible.
5.  $k(F)$  suit une loi approximativement affine à partir de  $F_s$ .
6. D'un tir à l'autre,  $k$  peut fluctuer d'un facteur important. La détermination de  $k$  sur une longue série de tir donne une évaluation moins bruitée. Cette mesure demande d'utiliser un laser stable en fluence. Cependant, d'un dommage à l'autre, des écarts importants subsistent, jusqu'à un facteur 2.
7.  $F_s$  et  $k$  dépendent de la longueur d'onde. La croissance est beaucoup plus rapide à  $3\omega$  qu'à  $1\omega$ , ou  $2\omega$ <sup>111</sup>.
8. Lorsque du faisceau  $1\omega$  est associé à du  $3\omega$ , le coefficient  $k$  mesuré est pratiquement identique à celui que donnerait une fluence  $3\omega$  égale à la somme  $1\omega+3\omega$ <sup>111</sup>. C'est un cas pratique très important, représentant le mélange du faisceau principal  $3\omega$  NIF/LMJ et de l'infrarouge résiduel.
9. Le délai temporel entre l'impulsion  $1\omega$  et le faisceau  $3\omega$  est un paramètre important. Si l'infrarouge arrive quelques ns avant, il ne produit pratiquement pas d'effet. S'il arrive quelques ns après, il s'ajoute presque en totalité à la fluence ultraviolette [BDS-30].
10. L'efficacité du  $1\omega$  sur la croissance est moindre lorsque la fluence  $3\omega$  est faible ; le couplage du  $1\omega$  n'est efficace qu'au-delà du pic d'intensité  $3\omega$ <sup>112</sup>.

Les données de taux de croissance à différentes longueurs d'onde sont rappelées sur la Figure 66. À  $3\omega$ ,  $F_s$  vaut  $5 \pm 0.5$  J/cm<sup>2</sup>. C'est également le cas lorsqu'une longueur d'onde résiduelle est mélangée au  $3\omega$ . En revanche, les mesures à  $1\omega$  n'ont pas donné de résultats aussi simples à dépouiller. Elles n'ont pas non plus été autant poussées, étant donné la moindre importance opérationnelle.



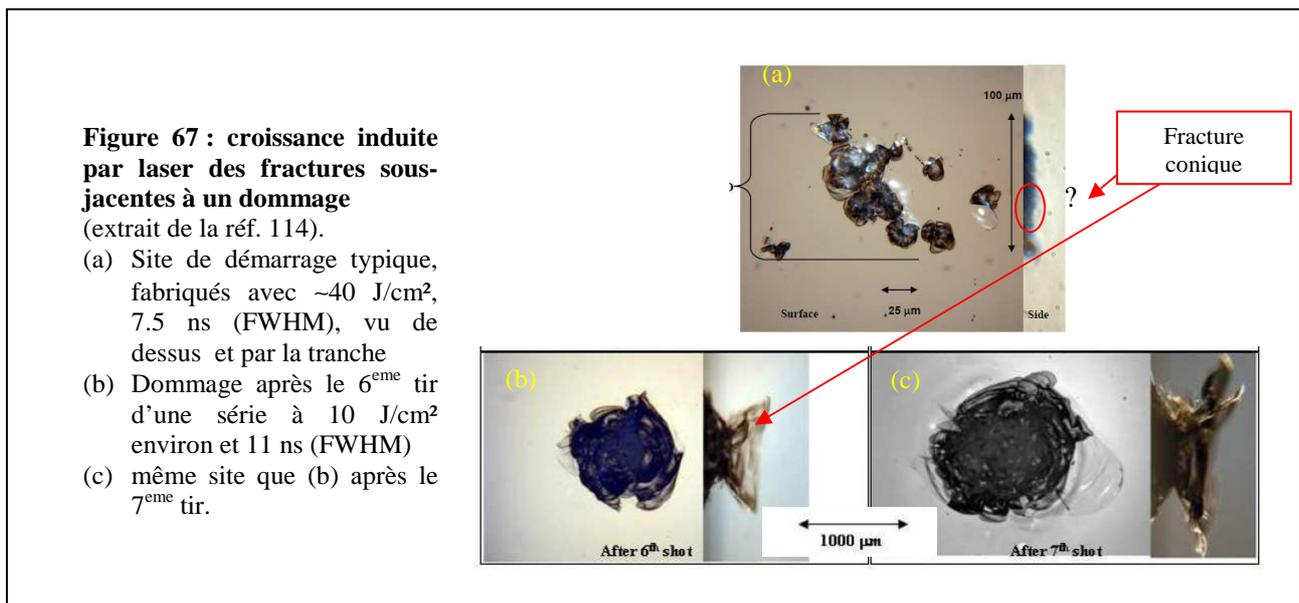
Jusqu'aujourd'hui, le niveau de compréhension physique du problème est resté faible devant l'effort métrologique. Cependant, deux types d'observation se révèlent très importants pour notre

<sup>111</sup> Norton, M.A., Donohue, E.E., Feit, M.D., Hackel, R.P., Hollingsworth, W.G., Rubenchik, A.M. and Spaeth, M.L., "Growth of Laser Damage in SiO<sub>2</sub> under Multiple Wavelength Irradiation", *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2005, Proc. of SPIE* Vol. **5991** 599108-1 (2006)

<sup>112</sup> Norton, M.A., Carr, A. V., Carr, C. W., Donohue, E.E., Feit, M.D., Hollingsworth, Liao, Z., W.G., Negres, R. A., Rubenchik, A.M. and Spaeth, M.L., "Laser damage growth in fused silica with simultaneous 351 nm and 1053 nm irradiation", *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2008, Proc. of SPIE* Vol. **7132** 71321H (2008)

modèle. Demos *et al.* ont montré que les dommages laser produisaient des plasmas lorsqu'ils étaient éclairés à  $3\omega$ , dès  $2 \text{ J/cm}^2$  environ <sup>113</sup>, soit  $0.6 \text{ GW/cm}^2$  crête avec les impulsions de 3 ns utilisées. Ces plasmas ont été créés aussi bien dans la silice modifiée au fond du cratère, que dans les fractures engendrées autour. Des plasmas ont également été détectés lors de faibles éclairagements sur des fissures créées mécaniquement. Aux environs de  $5 \text{ J/cm}^2$ , soit  $F_s$ , l'émission du plasma est devenue beaucoup plus intense ; vers  $7 \text{ J/cm}^2$ , fluence pour laquelle une croissance fut mesurée, l'ensemble du dommage laser émettait du plasma. Les intensités pour lesquelles Demos *et al.* ont observé des plasmas sont tout à fait compatibles avec le modèle discuté plus haut, qui implique une intensité seuil de vaporisation de  $I_s=0.15 \text{ GW/cm}^2$ . Leur observation est cohérente avec l'effet de nettoyage des écailles mis en évidence à faible intensité ( $\sim 1$  à  $2 \text{ GW/cm}^2$ ) sur les fractures latérales.

Norton *et al.* ont observé la croissance en profondeur des fractures sous-jacentes à des dommages laser de face arrière <sup>114</sup>. Ils ont montré que la profondeur des fractures croît également suivant un rythme exponentiel. Le dommage s'étend essentiellement comme une fracture conique, ressemblant aux fractures hertziennes (Figure 67), avec quelques fractures qui s'incurvent en direction de la surface. Norton *et al.* ont constaté que le taux de croissance de la profondeur fracturée était plus important de 50% que le taux de croissance du diamètre des dommages. Notre analyse montre que cette constatation est liée à l'intégration dans la croissance d'une dizaine de dommages indépendants au départ, comme sur la Figure 67a. Après quelques tirs, il n'y a plus qu'un seul cratère (Figure 67b), avec une structure sous-jacente dominante en forme de cône (cf. §3). Avec les données de la réf. 114, si l'on ne prend qu'un seul dommage au départ, la loi de croissance est alors la même pour le diamètre et pour la profondeur du dommage.



Nous allons maintenant tenter de donner une explication physique à la croissance des dommages.

<sup>113</sup> Demos, S. G., Staggs, M., and Kozlowski, M. R., "Investigation of processes leading to damage growth in optical materials for large aperture lasers", *Appl. Opt.* **41**, 3628-3633 (2002)

<sup>114</sup> Norton, M.A., Adams, J. J., Carr, C. W., Donohue, E.E., Feit, M.D., Hackel, R.P., Hollingsworth, W.G., Jarboe, J. A., Matthews, M. J., Rubenchik, A.M. and Spaeth, M.L., "Growth of laser damage in fused silica: diameter to depth ratio", *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2007, Proc. of SPIE* Vol. **6720** 67200H (2007)

## 5.2 Modèle de croissance

La caractéristique de ce phénomène la plus problématique et la plus parlante physiquement est la proportionnalité de l'aire dégradée entre le tir  $n$  et le tir  $n+1$ . Cela impose d'imaginer un processus d'absorption qui a lieu sur une zone proportionnelle au dommage constaté. La plus simple hypothèse, et d'ailleurs la seule défendable, est de poser que l'absorption va démarrer sur toute la surface du dommage. Cela est cohérent avec les observations de Demos *et al.* <sup>113</sup>, discutées au paragraphe précédent. Dans un premier temps, nous allons utiliser les éléments du §4 sur l'amorçage pour quantifier le phénomène d'absorption et le dépôt d'énergie.

Cette proportionnalité impose également un type de dégradation bien particulier. En effet, seule une destruction d'ordre "surfacique" peut conserver une proportionnalité avec un dépôt d'énergie surfacique. La fracturation fournit cette dimensionnalité. Que ce soit en surface avec des fractures latérales (bien visibles) ou en profondeur avec des fractures "hertziennes" <sup>114</sup>, la fracturation va donc jouer le rôle pivot de ce processus de croissance exponentielle : elle est à la fois cause et conséquence du phénomène. Notre but est d'extraire le comportement physique qui conduit à la loi d'échelle sous-jacente à la croissance exponentielle. Nous allons adopter une méthode de "démonstration par récurrence".

Un second point très important est l'indépendance du phénomène vis-à-vis de la durée d'impulsion, à  $3\omega$  tout au moins. Nous allons pouvoir éliminer parmi les mécanismes possibles ceux qui manifestement ne peuvent pas rendre compte de cette indépendance. En particulier, le mécanisme de dégradation, indépendant de  $\tau$  se déroule probablement sur un temps très long devant  $\tau$ .

La création d'un plasma est l'élément déclencheur de l'absorption d'énergie. De même que dans le modèle d'amorçage, le plasma se constitue à partir de la silice elle-même : en effet, la constance du phénomène, pour des tailles variant de quelques dizaines de  $\mu\text{m}$  à quelques mm, n'est pas compatible d'une source d'absorption extérieure à  $\text{SiO}_2$ .

### 5.2.1 Recherche de la cause

La matière susceptible d'absorber a été formée par l'évènement d'endommagement précédent. L'absorption provient aussi bien du fond du cratère, fortement chauffé par l'interaction avec le faisceau, que des éventuelles fractures pénétrant dans le matériau. En l'absence de faisceau intense <sup>98</sup>, l'absorption est modérée, de l'ordre de  $\alpha_0 = 10^{-4}$ , comme nous l'avons discuté déjà au §4.1.2. Nous interprétons l'indépendance du phénomène de croissance vis-à-vis de la durée d'impulsion comme le signe que la phase temporelle de montée à la température seuil d'absorption  $T_0$  est négligeable. Les observations de plasmas <sup>113</sup> et les études sur les fractures latérales (§4.3) montrent que  $T_0$  est atteinte pour une intensité faible. Le seuil minimal d'intensité pour créer une vaporisation notable est  $I_s$  défini au 4.1.5. Cette intensité est petite par rapport à l'intensité crête, dans toutes les conditions où la croissance a été observée (cf. Figure 66). Au-delà de  $T_0$ , le site absorbe toute l'énergie laser, sur toute sa surface.

Le dépôt laser exerce une pression  $p$  sur la silice, pression qui varie suivant la géométrie du site. L'énergie mécanique déposée est l'intégrale de  $\frac{p^2}{\rho D}$  sur l'impulsion. Nous allons distinguer trois niveaux distincts d'effets mécaniques pour ne retenir à la fin que la configuration responsable de la croissance exponentielle.

Supposons que le dommage consiste uniquement en une face arrière absorbante, résultant de l'échauffement et de la trempe violente du matériau au centre et de la fracturation latérale. Durant

l'impulsion, l'échauffement de la silice vaporisée exerce une pression qui varie environ comme  $(I-I_s)^{3/4}$  (Figure 48). La densité d'énergie mécanique déposée  $\psi$  varie suivant  $\tau^{0.4}$  pour une forte valeur (Figure 54), qui correspondrait à la création de nouvelles fractures, et en  $\tau^{0.5}$  pour une valeur de l'ordre de 0.1 J/cm<sup>2</sup>, qui correspondrait à un plasma chaud s'étendant à partir du dommage et capable d'"activer" pour le tir n+1 une zone non absorbante au tir n. Les fluences laser élevées nécessaires pour créer de nouvelles fractures excluent le premier cas. Le second est rejeté également à cause de la loi d'échelle inadaptée qu'il implique ; il faudrait également l'exclure en considérant que l'extension du plasma ne peut pas produire une loi exponentielle. En effet, dans des conditions d'éclairement données, l'extension a lieu à une vitesse donnée de l'ordre de la vitesse thermique. L'effet ne dépend pas de la dimension du dommage au tir n.

Nous sommes donc conduits à supposer maintenant que le phénomène crucial se déroule dans la fissure. Dans un premier temps, nous allons appliquer le même raisonnement qu'au §4, avec la même hypothèse d'une largeur h de fissure négligeable. Dans ce cas, le dépôt d'énergie dans la fissure suit une loi en  $\tau^{0.2}$  pour une forte valeur de  $\psi$  (Figure 54) qui correspondrait à la création de nouvelles fractures et en  $\tau^{0.5}$  pour une valeur de l'ordre de 0.1 J/cm<sup>2</sup>. De même que pour la face arrière, le premier cas est exclu par les fortes fluences requises, et le second par la loi d'échelle inadéquate. Par ailleurs, dans ce scénario, la poussée n'a lieu que pendant l'éclairement. C'est incompatible avec la propagation de fractures sur plusieurs millimètres, qui nécessitent des centaines de nanosecondes pour se produire.

L'extension millimétrique du phénomène montre qu'une poussée est maintenue très longtemps après l'impulsion. Ceci est compatible d'un traitement quasi-statique. Nous allons considérer maintenant la dernière possibilité : l'extension du dommage par la propagation des fissures sous l'effet d'une pression interne.

## 5.2.2 Modèle quasi-statique simplifié d'une fissure chaude

L'hypothèse quasi-statique s'applique à des fissures de demi-longueur L grande devant  $D\tau$ , qui vaut au moins 10  $\mu\text{m}$  dans nos conditions expérimentales. Nous allons supposer qu'à l'issue de l'irradiation, une quantité d'énergie donnée a été déposée dans une fissure fermée. Une partie de l'énergie a été ou sera perdue par des ondes acoustiques et par la diffusion thermique ; nous l'estimerons ultérieurement. Nous appellerons  $\Phi$  la densité surfacique moyenne d'énergie restant dans la zone de la fissure : l'énergie totale est donc  $\Phi\pi L^2$ . Elle se décompose en énergie interne du gaz et énergie élastique du solide. L'énergie utilisée pour chauffer le solide fait partie des pertes dans notre convention.

### Glossaire et liste des grandeurs du modèle de croissance :

$\Phi$	densité d'énergie totale dans la fissure, par unité de surface (surface réelle de la fissure)
$E, \nu$	module d'Young et coefficient de Poisson, apparaissant sous la forme $\frac{E}{1-\nu^2}$ qui vaut 74 GPa pour la silice
$K_{Ic}$	ténacité, valant 0.76 MPa.m <sup>1/2</sup>
$\Gamma_{Ic}$	énergie de fracturation de surface, $\Gamma_{Ic} = \frac{K_{Ic}^2 [1-\nu^2]}{E}$
L	longueur caractéristique d'une fissure, diamètre pour une fissure en forme de disque ellipsoïde
h	écartement maximal des deux faces d'une fissure
T ; p ; V	température, pression (p minuscule) et volume de la vapeur dans la fissure

M	masse molaire moyenne de la phase vapeur ; M = 0.040 kg/mole
V <sub>m</sub>	volume d'une mole de vapeur
ρ	densité de la matière. La densité à pression ambiante de la silice amorphe est notée ρ <sub>0</sub> = 2200 kg/m <sup>3</sup>
T <sub>1</sub> ; p <sub>1</sub>	point d'“ébullition” de la courbe de coexistence vapeur/phase condensée ; p <sub>1</sub> =10 <sup>5</sup> Pa et T <sub>1</sub> =3070 K
T <sub>c</sub> ; p <sub>c</sub> ; ρ <sub>c</sub>	point critique de la coexistence vapeur/phase condensée ; p <sub>c</sub> =0.75 GPa, T <sub>c</sub> =5800 K et ρ <sub>c</sub> ≈1200 kg/m <sup>3</sup>
ΔH <sub>LV</sub>	enthalpie de vaporisation de la silice, exprimée par mole moyenne de la phase vapeur.
v <sub>s</sub>	vitesse du son dans la vapeur. Vaut de l'ordre de 1 km/s à T≈5000 K
D <sub>T</sub>	conductivité thermique (m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> ). D <sub>T</sub> = 8.4 10 <sup>-7</sup> m <sup>2</sup> /s
P	pois équivalent pour la propagation d'une fissure conique (P majuscule)
χ <sub>0</sub>	coefficient de propagation d'un cône de Hertz, sous l'effet d'une indentation ; dans la silice = 0.05 (éq. 3-26)
β	coefficient d'adaptation géométrique pour la croissance d'un cône sous l'effet d'une pression interne ; β = 2
k <sub>aire</sub>	coefficient logarithmique de croissance de l'aire des dommages laser (éq. 5-1)
α <sub>diamètre</sub>	coefficient logarithmique de croissance du diamètre des dommages laser (éq. 5-2)

### 5.2.2.1 Pression d'équilibre dans la fissure

Le seul déséquilibre persistant est celui de la température, lorsque l'on s'éloigne de la fissure. À l'échelle de la centaine de nanosecondes, la fissure est en équilibre mécanique avec le matériau autour, dont nous négligeons dans un premier temps la dilatation thermique. Cet équilibre s'exprime comme une relation entre la pression interne uniforme p et la forme et la largeur de la fissure (cf. ch.3.6 de la réf. 27). Celle-ci est un ellipsoïde de révolution de grand rayon ~ L et de petit rayon h<sub>f</sub>/2 (cf. Figure 16). La largeur initiale est négligée mais lorsqu'une partie de la silice s'est évaporée, la largeur de “repos mécanique” h est non négligeable. La largeur finale h<sub>f</sub> s'exprime comme la somme de h et d'un terme élastique linéaire en p. La largeur h<sub>f</sub> s'écrit

$$h_f = 2 \frac{4p}{\pi E^*} L + h \quad 5-3$$

et le volume dans la fissure est

$$V = \frac{4}{3} \pi L^2 \frac{h_f}{2} = \frac{4}{3} \pi L^3 \frac{4p}{\pi} \frac{1-\nu^2}{E} + V_0 \quad 5-4$$

où V<sub>0</sub> est le volume résiduel laissé par le matériau qui s'est évaporé ; V<sub>0</sub> sera calculé ultérieurement. L'intégration du travail des forces de pression lors d'une montée en pression lente permet d'obtenir l'énergie élastique du matériau :

$$U_{\text{élast}} = \frac{pV}{2} \quad 5-5$$

La silice évaporée est également en équilibre avec la phase condensée : la température de surface du liquide (le solide est fondu en surface) et celle du gaz sont identiques, et égales à la température de coexistence. T et p sont liés par l'éq. 4-1. Notons dès maintenant que la pression et la température sont limitées par leurs valeurs au point critique p<sub>c</sub> et T<sub>c</sub>.

Nous allons maintenant exprimer l'énergie interne de la phase gazeuse. En l'absence d'une équation d'état constitué pour notre cas (cf. §4.1.1), nous allons donner une expression utilisable le long de la courbe de coexistence liquide/vapeur. Elle comprend un terme lié à la dissociation qui vaut

$n \Delta H_{LV}$ , où  $n$  est le nombre de moles (de gaz), et un terme d'énergie thermique  $\frac{nRT}{\gamma-1}$ . Le terme  $\gamma$  est ici

le rapport  $C_p/C_v$  d'un gaz diatomique, dans une gamme de température où les niveaux d'énergie vibrationnels sont activés (réf. 63 pp.178-184), soit 9/7. Le nombre de moles  $n$  est obtenu par le rapport  $V/V_m$  où  $V_m$  est le volume molaire. On peut donc le calculer à partir de  $p$ ,  $V$ ,  $T$  et du taux de compression  $pV_m/RT$  : ce taux vaut 1 pour un gaz parfait, c'est-à-dire loin du point critique, et 0.5 au point critique d'après nos hypothèses (cf. §4.1.1). Nous prendrons pour le taux de compression une variation linéaire en fonction de la pression sous la forme  $1 - 0.5 \frac{p}{p_c}$ .

À l'équilibre recherché, l'énergie interne du gaz s'écrit donc

$$U_{\text{int}} = n \left[ \Delta H_{LV} + \frac{RT}{\gamma-1} \right] = \frac{pV}{\left[ 1 - 0.5 \frac{p}{p_c} \right]} \left[ \frac{\Delta H_{LV}}{RT} + \frac{1}{\gamma-1} \right] \quad 5-6$$

La connaissance du nombre de moles gazeuses permet de calculer  $V_0$ , comme le volume correspondant à la masse évaporée :

$$V_0 = \frac{nM}{\rho_0} = \frac{pV}{\left[ 1 - 0.5 \frac{p}{p_c} \right]} \frac{M}{RT \rho_0} \quad 5-7$$

où  $M$  est la masse molaire moyenne du gaz (cf. §4.1.1). La relation 5-7 permet de réécrire 5-4 sous la forme :

$$V = \frac{4}{3} \pi \mathcal{L}^3 \frac{4p}{\pi} \frac{1-\nu^2}{E} \frac{1}{1 - \frac{p}{RT \left[ 1 - 0.5 \frac{p}{p_c} \right]} \frac{M}{\rho_0}} = \frac{4}{3} \pi \mathcal{L}^3 \frac{4p}{\pi} \frac{1-\nu^2}{E} f(p) \quad 5-8$$

où  $f(p)$  est une fonction sans dimension variant de façon monotone entre 1 à pression nulle et 2.3 à  $p=p_c$ .

Suite au dépôt d'énergie, le système atteint donc un point d'équilibre ( $p, V, T, n$ ) unique déterminé par les équations 5-5, 5-6 et 5-8 qui se combinent pour donner une équation liant  $p$  et l'énergie totale :

$$\Phi \pi \mathcal{L}^2 = U_{\text{elast}} + U_{\text{int}} = \frac{pV}{\left[ 1 - 0.5 \frac{p}{p_c} \right]} \left[ \frac{\Delta H_{LV}}{RT} + \frac{1}{\gamma-1} \right] + \frac{pV}{2} = pV \left( \frac{1}{\left[ 1 - 0.5 \frac{p}{p_c} \right]} \left[ \frac{\Delta H_{LV}}{RT} + \frac{1}{\gamma-1} \right] + \frac{1}{2} \right)$$

$$\Phi \pi \mathcal{L}^2 = \frac{4}{3} \pi \mathcal{L}^3 \frac{4p^2}{\pi} \frac{1-\nu^2}{E} f(p) \left( \frac{1}{\left[ 1 - 0.5 \frac{p}{p_c} \right]} \left[ \frac{\Delta H_{LV}}{RT} + \frac{1}{\gamma-1} \right] + \frac{1}{2} \right) \quad 5-9$$

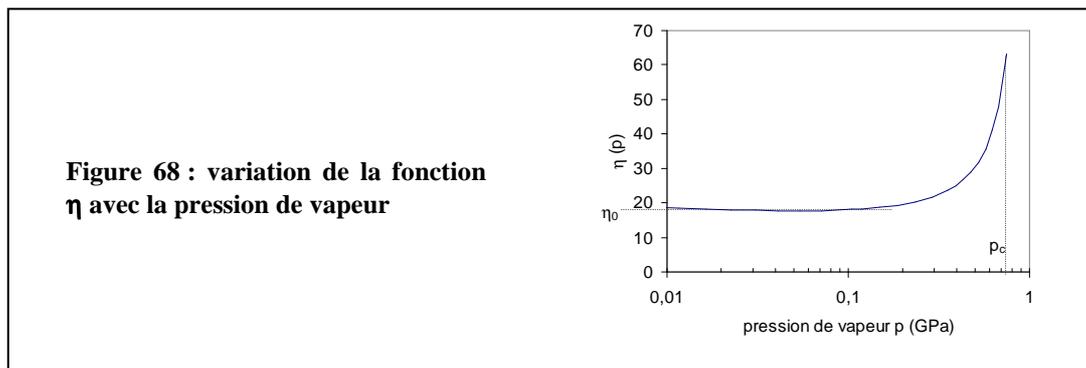
La densité d'énergie  $\Phi$  s'écrit

$$\Phi = p^2 L \frac{16\eta(p)}{3\pi} \frac{1-\nu^2}{E} \quad 5-10$$

avec  $\eta(p)$  une fonction de la pression  $p$  définie par

$$\eta(p) = \frac{1}{1 - \frac{p}{RT \left[ 1 - 0.5 \frac{p}{p_c} \right]} \frac{M}{\rho_0}} \left( \frac{1}{\left[ 1 - 0.5 \frac{p}{p_c} \right]} \left[ \frac{\Delta H_{LV}}{RT} + \frac{1}{\gamma-1} \right] + \frac{1}{2} \right) \quad 5-11$$

$\Phi$  est à peu près proportionnelle à  $p^2 L$ , sachant que  $\eta$  varie d'un facteur 3 au maximum lorsque la pression passe de 0 à  $p_c$  comme nous pouvons le voir sur la figure ci-dessous. Dans la fonction  $\eta$  c'est le terme  $\frac{\Delta H_{LV}}{RT}$  qui est déterminant :  $\eta$  est essentiellement le rapport sans dimension entre l'enthalpie de vaporisation et l'énergie élastique  $pV$ . Dès que  $p$  est sensiblement inférieur à  $p_c$ ,  $\eta$  est à peu près égal au minimum  $\eta_0$  valant 17.7.



Prenons une longueur de fissure  $L=100\mu\text{m}$  pour faire quelques applications numériques avec les éq. 5-10 et 5-11. Pour  $p=0.1$  GPa,  $T\approx 4850$  K,  $\eta\approx 18$  et la densité d'énergie  $\Phi$  vaut  $5.10^{-2}$  J/cm<sup>2</sup>. Lorsque  $\Phi$  vaut  $10^{-2}$  J/cm<sup>2</sup> (resp. 5 J/cm<sup>2</sup>), la pression vaut 0.05 GPa, la température 4600 K et  $\eta\approx 17.7$  (resp.  $p=0.67$  GPa,  $T=5740$  K et  $\eta\approx 47$ ).

Pour  $p=0.1$  GPa, et  $L=100\mu\text{m}$ , la largeur  $h_f$  vaut  $0.4\mu\text{m}$ , et l'épaisseur totale de silice transformée en gaz est de  $0.04\mu\text{m}$ . La fissure chaude reste donc très raisonnablement bidimensionnelle. La forme de l'équation 5-10 de l'énergie de la fissure chaude va nous permettre une discussion aisée de la fissuration.

### 5.2.2.2 Fissuration induite par chauffage laser

À l'équilibre par rapport à la propagation, la pression dans la fissure vérifie l'équation 3-2, qui s'écrit ici :

$$2p\sqrt{\frac{L}{\pi}} = 2\sqrt{\frac{\Phi}{L} \frac{3\pi E}{16\eta(1-\nu^2)} \frac{L}{\pi}} = K_{Ic} \quad 5-12$$

Lorsque  $p \ll p_c$ ,  $\eta \approx \eta_0 = 17.7$ . L'équation d'équilibre de propagation de la fissure est alors une proportionnalité entre la densité d'énergie dans la fissure et l'énergie de surface de fracturation :

$$\Phi_{lc} = \frac{4\eta_0}{3} \frac{1-\nu^2}{E} K_{lc}^2 = \frac{4\eta_0}{3} \Gamma_{lc} \quad 5-13$$

ce qui donne une valeur de  $\Phi_{lc}$  de  $1.9 \cdot 10^{-2}$  J/cm<sup>2</sup>, valable pour les faibles pressions et donc pour les grandes fissures.  $4\eta/3$ , qui vaut au minimum  $4\eta_0/3 \approx 24$ , est en quelque sorte un coefficient de partage d'énergie. Pour propager la fissure, il faut déposer une densité surfacique d'énergie d'au moins  $24 \times \Gamma_{lc}$ .

Pour chaque  $p$ , nous définissons  $L(p)$  la longueur telle que  $2p\sqrt{\frac{L}{\pi}} = K_{lc}$ .  $\eta$  peut s'écrire comme  $\eta(L)$  (changement de variable sans difficulté). Au-dessous d'une longueur critique  $L_c = L(p_c) \approx 800$  nm, le mécanisme quasi-statique ne peut pas ouvrir une fissure. Pour une longueur  $L > L_c$ , l'équilibre s'écrit :

$$\Phi_{lc}(L) = \frac{4\eta(L)}{3} \Gamma_{lc} \quad 5-14$$

Rappelons que, pour  $L \approx L_c$ , nous sortons du cadre d'application fixé en préambule, qui exclut les valeurs de  $L$  inférieures à 10  $\mu$ m. Par conséquent, soit l'équation d'équilibre est 5-13, soit nous sommes ramenés à la discussion du §4.2.2 qui traitait le cas des fissures de taille micrométrique.

La densité d'énergie critique  $\Phi_{lc}$  pour l'extension d'une fissure chaude est faible. Plusieurs points doivent être notés à propos de cette valeur de seuil, et de l'éq. 5-13 en général :

1. la très faible valeur  $\Phi_{lc}$  peut expliquer que des évolutions soient observées à très faible fluence laser, l'expulsion d'écaillés en particulier. Ces événements peuvent avoir lieu bien après le dépôt d'énergie laser.
2. l'équation 5-13 implique la croissance exponentielle, comme nous l'étudierons au §5.2.3.
3. lorsqu'il s'agit d'une fissure située près de la surface, deux cas vont se produire. Soit elle est parallèle à la surface et va la rejoindre tôt ou tard : ici 5-13 s'applique. Soit elle pénètre dans le matériau, comme une fissure hertzienne. On doit alors appliquer la loi 3-16 plutôt que 3-2. Nous traiterons ce cas au §5.2.3.
4. l'échauffement du matériau peut produire également une contrainte d'origine thermique. Il se trouve que ce terme est négligeable pour la silice, dont le coefficient de dilatation thermique est inférieur à  $10^{-6}$  K<sup>-1</sup>, tant qu'elle se comporte comme un solide.
5. l'échauffement de la phase condensée produit cependant une dilatation quand la silice est au-dessus du point de ramollissement (1600 K). Ce terme d'accroissement de volume, que nous estimerons au § suivant, est négligeable.
6. pour une fissure de  $L=100$   $\mu$ m, la pression est de l'ordre de 70 MPa. La température doit être d'environ 4800 K. Il convient d'estimer les pertes thermiques subies par la fissure.

### 5.2.2.3 Évaluation des termes de perte d'énergie

#### 5.2.2.3.1 Pertes thermiques

Lorsqu'une température de l'ordre de  $T_2=5000$  K se maintient dans la fissure, la diffusion thermique conduit à une perte proportionnelle à la surface et à la racine carrée du temps. Pour

l'estimation de cette perte, nous nous plaçons à  $T_2$ , température maximale pour un équilibre, et considérons que l'équilibre doit être maintenu au minimum pendant un aller-retour des ondes sonores dans le gaz. À cette température, cette vitesse est  $v_s$  de l'ordre de 1 km/s. Comme la vitesse du son est cinq fois plus importante dans la silice, ce temps est suffisant également pour que la pression interne soit en équilibre avec la matrice froide. La perte thermique  $\Delta_{th}$  par unité de surface dépendra donc de la longueur de la fissure :

$$\Delta_{th}(L) = 2C_p T_2 \sqrt{\frac{2LD_T}{\pi v_s}} \quad 5-15$$

qui est représentée sur la Figure 69, et comparée à  $\Phi_{ic}(L)$ . Pour  $L$  supérieur à 1  $\mu\text{m}$ , les pertes sont plus importantes que l'énergie nécessaire pour casser. Il est également pertinent de s'interroger sur les pertes par radiation : que l'on considère une température  $T_2$  pendant le temps  $2L/v_s$  ou une température de  $3.10^4$  K, typique du dépôt laser, durant environ 10 ns, ce terme est inférieur à  $10^{-1}$  J/cm<sup>2</sup>. Les pertes par radiation thermique sont donc négligeables.

### 5.2.2.3.2 Dilatation thermique de la phase condensée

De façon cohérente avec l'estimation précédente, nous pouvons estimer la dilatation du liquide chauffé. Une épaisseur de l'ordre de  $\sqrt{\frac{2LD_T}{\pi v_s}}$  est chauffée à  $T_2=5000$  K. Au-dessus de 1600 K environ, nous prenons un coefficient de dilatation de  $\frac{\delta L}{L\delta T}=2.10^{-4}$  K<sup>-1</sup> (cf. réf. 1) ; au-dessous de 1600 K, la dilatation thermique est quasiment nulle. L'accroissement de volume est donc  $\frac{\delta L}{L\delta T} \sqrt{\frac{2LD_T}{\pi v_s}}$  ( $T_1=1600$ ), qui est très petit devant  $L$  et devant  $h_f$  quelles que soient les conditions. L'effet thermique sur la matrice est donc négligeable.

### 5.2.2.3.3 Pertes acoustiques

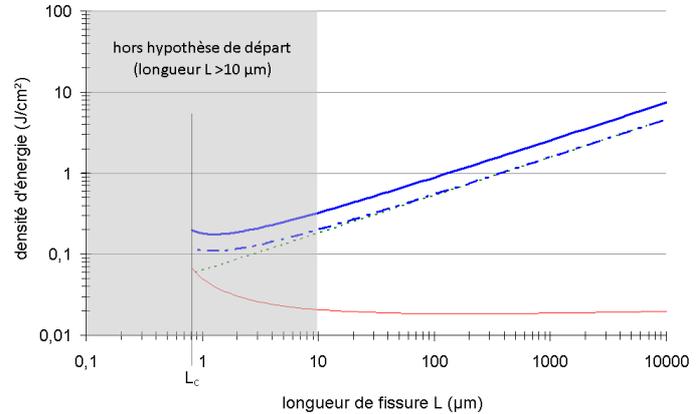
Il est difficile d'estimer les pertes acoustiques, car cela nous entraîne à nouveau dans le processus hors d'équilibre thermodynamique de dépôt d'énergie laser. Cependant le modèle simplifié de l'amorçage (cf. § 4.1.5) permet de donner un majorant pour ces pertes. La puissance de l'onde de choc lancée de chaque côté de la fissure est au maximum de 1/5 de la puissance laser déposée. Donc, nous déduisons que la densité d'énergie nécessaire pour casser doit être multipliée par  $\frac{5}{3}$  (au maximum) pour tenir compte des pertes acoustiques. C'est le parti pris de la Figure 69. Sur la figure, la zone grisée correspond aux longueurs inférieures à 10  $\mu\text{m}$ , pour lesquelles l'approximation quasi-statique paraît inappropriée.

Les pertes thermiques (en trait pointillé vert sur la Figure 69) et acoustiques sont les termes dominants de ce bilan énergétique. En particulier, pour  $L > 10$   $\mu\text{m}$ , les pertes sont 10 à 100 fois plus importantes que l'énergie nécessaire pour fracturer (trait rouge sur la Figure 69). Cependant, comme la densité d'énergie critique  $\Phi_{ic}$  est très faible, une fissure de taille inférieure au millimètre se propage si l'on dépose une densité d'énergie de l'ordre de 1 J/cm<sup>2</sup>. Pour une fissure de l'ordre de 10  $\mu\text{m}$ , telle que les fissures réalisées par indentation, une fraction de J/cm<sup>2</sup> est suffisante.

**Figure 69 : seuil de propagation quasi-statique d'une fissure ellipsoïdale chaude.**

comparaison de la densité d'énergie de rupture et des différents termes de pertes.

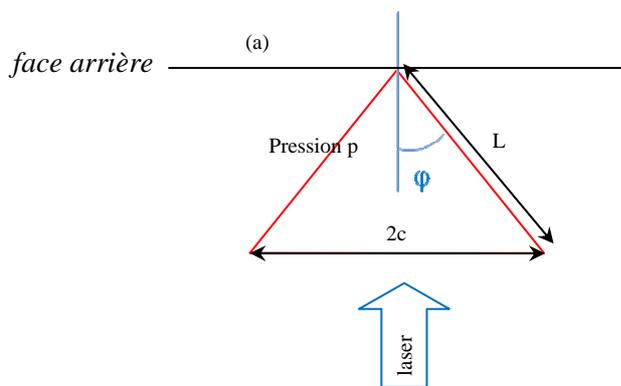
- $\Phi_{Ic}(L)$  éq. 5-14
- - -  $\Delta_{th}(L)$  éq. 5-15
- - -  $\Phi_{Ic} + \Delta_{th}$
- dépôt total d'énergie laser nécessaire pour propager la fissure (y compris pertes acoustiques majorées).



Mais si ces fractures sont en surface, elles ne peuvent pas pénétrer dans le matériau avec la densité d'énergie  $\Phi_{Ic}$  : pour cela, une force plus grande – une densité d'énergie déposée plus importante – est nécessaire, selon la loi d'échelle 3-26. Ces considérations vont nous permettre de rapprocher la discussion physique du seuil de 5 J/cm<sup>2</sup>, et de mieux comprendre l'origine de la croissance exponentielle.

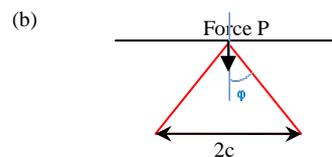
### 5.2.3 Propagation d'une fissure hertzienne sous l'effet d'une pression "thermique" interne.

Nous appliquons maintenant le raisonnement quasi-statique à une fracture hertzienne, c'est-à-dire un cône de rayon de base c et de demi-angle au sommet  $\phi$ , positionné en face de sortie par rapport au faisceau. La fracture résulte d'un processus précédent d'amorçage, et éventuellement de croissance. L'angle  $\phi$  est imposé par les conditions d'amorçage, et nous supposons qu'il n'évolue pas lors de la propagation. Dans cette géométrie, la densité d'énergie déposée dépend de l'angle  $\phi$ .



**Figure 70 : cône de Hertz positionné en face arrière**

(a) Une pression  $p$  est créée dans la fissure. La résultante des forces de pression sur la partie intérieure du cône est une force  $P$ , dirigée perpendiculairement à la surface (b).



Notons tout de suite que la Figure 70 représente de façon très schématique un dommage en profondeur. Une différence importante avec la réalité (cf. Figure 67) est que dans le dommage réel la surface externe du matériau est également creusée : le cône réel est tronqué. Un corollaire en est que plus le dommage grandit, plus le cône est ouvert vers l'extérieur, offrant la possibilité à la vapeur qu'il contient de s'échapper. Ce terme de perte ne sera pas estimé ici. En première estimation, nous poserons que cette fuite ne devient importante qu'après l'équilibrage des forces de pression entre la fissure et le matériau autour, la fuite ayant lieu à une vitesse comparable à la vitesse du son  $v_s$  dans la vapeur.

Le cône, représenté Figure 70, subit les forces de pression liées au dépôt d'énergie. La résultante verticale  $P$  exercée sur l'intérieur du cône s'exprime en fonction de la pression  $p$  et de  $\varphi$  :

$$P = \pi [L \sin \varphi]^2 p \quad 5-16$$

Pour appliquer la loi d'échelle 3-26, nous allons traiter comme un effet mineur le changement de géométrie par rapport à l'indentation statique. D'une part, la force est ici exercée sur toute la surface, jusqu'au fond de fissure, d'autre part, une force s'exerce également parallèlement à la surface (horizontalement sur la Figure 70b). Par symétrie axiale, l'intégrale de cette force est nulle, mais elle tend à propager également la fissure. Ces deux effets géométriques sont intégrés dans un facteur  $\beta$  que nous n'essayerons pas de calculer, mais qui est probablement de l'ordre de 2. En effet, un coefficient valant exactement 2 intervient dans le calcul du facteur d'intensité des contraintes pour une fracture ellipsoïdale (Figure 16), lorsque l'on passe d'une force agissant au centre à une pression équirépartie (cf. réf. 26, pp. 346-348). Nous nous rapportons à la loi d'échelle 3-26, qui est donc réécrite :

$$L \approx \frac{c}{\sin \varphi} = \left[ \beta \chi_0 \frac{P}{K_{Ic}} \right]^{2/3} \quad 5-17$$

### 5.2.3.1 Seuil de propagation de la fissure hertzienne

En combinant cette loi d'échelle avec 5-16, la pression d'équilibre peut donc être reliée à la longueur  $L$  :

$$L = \left[ \frac{K_{Ic}}{p \beta \chi_0 \pi \sin^2 \varphi} \right]^2 = \pi \left( \frac{K_{Ic}}{2p} \right)^2 \frac{4}{\beta^2 \chi_0^2 \pi^3 \sin^4 \varphi} \quad 5-18$$

De même que pour la fissure ellipsoïdale, nous définissons  $L_c'$ , longueur d'équilibre lorsque  $p=p_c$  dans la fissure conique. Pour une longueur inférieure à  $L_c'$ , le mécanisme quasi-statique ne peut pas ouvrir la fissure. Il est parlant d'exprimer  $L_c'$  en fonction de  $L_c$  défini plus haut :

$$L_c' = \frac{4}{\beta^2 \chi_0^2 \pi^3 \sin^4 \varphi} L_c \quad 5-19$$

Avec les valeurs de paramètres rappelées dans le tableau 7, en particulier un angle  $\varphi$  de  $45^\circ$ ,  $L_c'$  vaut  $42 \mu\text{m}$ , soit environ 50 fois plus que la longueur critique  $L_c$  pour la fissure ellipsoïdale.

Le point crucial est la loi liant  $\Phi$  à la pression  $p$ . Nous allons considérer l'éq. 5-4 comme applicable pour la fissure conique. Le calcul exact présenterait la même difficulté que celui réalisé par Roesler (cf. §3.3.1) pour calculer le coefficient  $\chi$ . Nous ne parcourons pas ce chemin : il semble raisonnable de tenir 5-4 pour valide. De même, nous prendrons 5-5 comme expression de l'énergie élastique : l'exactitude de ce point n'a pas d'importance, car cette énergie est négligeable devant l'énergie interne de la vapeur qui est  $\eta$  fois plus grande.

**Tableau 7 : valeur des paramètres pour l'estimation de la densité d'énergie seuil de croissance**

Grandeur	$\varphi$	$\chi_0$	$\beta$	$\Gamma_{lc}$ (J/m <sup>2</sup> )	$p_c$ (GPa)	$\eta$
Valeur	45°	0.05	2	7.8	0.75	17 < $\eta$ < 65
Commentaire	D'après observations diverses	cf. §3.3.1	coefficient d'adaptation géométrique pour remplacer une force par une pression dans la loi 3-26			cf. §5.2.2.1

Comme l'équilibre liquide-vapeur dans la fissure s'exprime de la même façon que pour le cas ellipsoïdal, l'éq. 5-10 est par conséquent utilisable pour la fissure conique. En appliquant 5-16, nous déduisons donc une relation entre la force P et la densité d'énergie  $\Phi$  :

$$\Phi = \frac{P^2}{L^3} \frac{16\eta(p)}{3\pi^3 \sin^4 \varphi} \frac{1-\nu^2}{E} \quad 5-20$$

La loi d'échelle 3-26 fournit la relation d'équilibre donnant le seuil de propagation :

$$\begin{aligned} \Phi_{seuil} &= \frac{1}{\sin^4 \varphi} \left[ \frac{K_{lc}}{\beta \chi_0} \right]^2 \frac{16\eta}{3\pi^3} \frac{1-\nu^2}{E} \\ &= \frac{4}{\beta^2 \chi_0^2 \pi^3 \sin^4 \varphi} \frac{4\eta}{3} \Gamma_{lc} \end{aligned} \quad 5-21$$

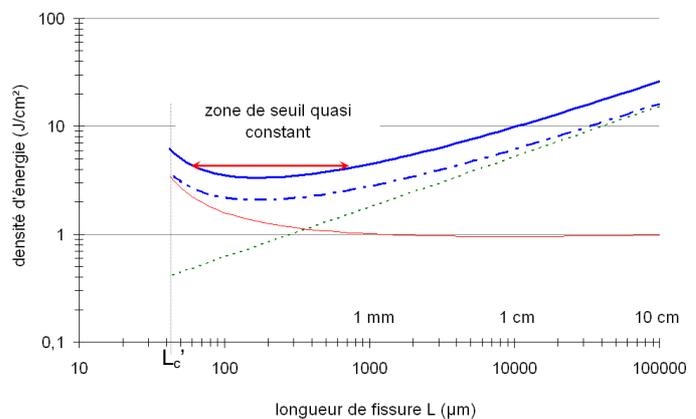
À ce stade, une application numérique s'impose :  $\Phi_{seuil}$  est un facteur  $\frac{4}{\beta^2 \chi_0^2 \pi^3 \sin^4 \varphi} \approx 50$  fois plus grand que  $\Phi_{lc}$  c'est-à-dire qu'il vaut environ 1 J/cm<sup>2</sup> pour les longueurs  $L \gg L_c$ , ou les pressions  $p \ll p_c$ . La dépendance en L de  $\Phi_{seuil}$  est représentée sur la figure suivante (Figure 71).

Sur la Figure 71, la densité d'énergie  $\Phi_{seuil}$  (—) et les pertes thermiques  $\Delta_{th}(L)$  (---) sont des énergies rapportées à la surface totale de la fissure. Au contraire, le dépôt total d'énergie (—) est défini par unité de surface du matériau, afin de permettre une comparaison directe avec la fluence laser. Pour les courbes bleues,  $\Phi_{seuil}$  et  $\Delta_{th}$  ont donc été divisées par  $\sin\varphi$ .

**Figure 71 : seuil de propagation quasi-statique d'une fissure hertzienne chaude.**

comparaison de la densité d'énergie de propagation et des différents termes de pertes.

- $\Phi_{seuil}(L)$  éq. 5-21
- $\Delta_{th}(L)$  éq. 5-15
- - - -  $(\Phi_{lc} + \Delta_{th})/\sin\varphi$
- dépôt total d'énergie laser nécessaire pour propager la fissure (y compris pertes acoustiques majorées).



La Figure 71 diffère de sa semblable la Figure 69 essentiellement par l'ordre de grandeur de  $\Phi$ , ainsi que par la valeur du seuil de longueur  $L_c'$ . Les deux effets sont essentiellement dus au paramètre  $\chi_0$ . Pour une longueur supérieure à 100  $\mu\text{m}$ , le seuil de propagation de la fracture hertzienne se situe à une valeur de densité d'énergie de l'ordre de 1  $\text{J}/\text{cm}^2$ . Remarquons que le paramètre géométrique  $\beta$  a un effet important puisqu'il apparaît au carré, apportant un facteur  $\frac{1}{4}$  dans l'équation 5-21. Cependant, il n'a pas plus d'importance que  $\sin\varphi$  dont la puissance quatrième introduit un facteur 4 ; or  $\varphi$  est également mal connu. Ces précautions étant notées, il nous paraît remarquable d'avoir ici reproduit l'ordre de grandeur des fluences posant problème lors de la croissance des dommages.

Lorsque les pertes thermiques et acoustiques sont ajoutées, et que les densités d'énergie sont rapportées à la surface extérieure du matériau, le seuil de propagation des fractures hertziennes apparaît à environ 4  $\text{J}/\text{cm}^2$  ; cette valeur de 4  $\text{J}/\text{cm}^2$  est une approximation en raison de l'incertitude sur les paramètres et sur les pertes acoustiques. Les calculs de pertes thermiques sont également des estimations : on ne doit pas tirer de conclusions hâtives des valeurs numériques. Cependant, il apparaît clairement que la constance du seuil vers 4  $\text{J}/\text{cm}^2$  environ ne se maintient pas en dehors de la gamme de longueur 100  $\mu\text{m}$  à 1mm.

Pour les fissures plus courtes que 100  $\mu\text{m}$ , il faut plus d'énergie car  $\eta$  augmente lorsque  $p$  approche de  $p_c$  (cf. Figure 68). Cette caractéristique du modèle et l'existence du seuil  $L_c'$  semblent intéressantes. En effet, il a été remarqué expérimentalement que les dommages de 100  $\mu\text{m}$  (de diamètre) environ avaient une plus forte probabilité de croissance exponentielle que ceux de quelques dizaines de  $\mu\text{m}$ . Mais cette observation pourrait être due à d'autres facteurs, comme l'existence ou non d'une fracture conique sous le dommage. Par ailleurs, la prédiction du modèle est liée à la forme de  $\eta$ , et à la position du point critique, très dépendantes de l'équation d'état, qui elle-même n'est pas très sûre. Nous ne commenterons pas plus ce point ici. À l'autre extrémité de l'échelle de longueur, pour les fissures plus longues que 1 mm, les pertes thermiques deviennent très importantes : nous en reparlerons plus loin.

### 5.2.3.2 Loi de croissance

Plaçons-nous maintenant dans la gamme de longueur entre 100  $\mu\text{m}$  et 1 mm, dans laquelle  $\Phi_{lc} + \Delta_{th}$  est quasi constante. Cherchons à exprimer la relation liant  $L_{n+1}$  et  $L_n$ , longueurs obtenues après le  $n+1^{\text{ième}}$  et  $n^{\text{ième}}$  tirs.

Nous pouvons récrire l'équation 5-20, pour la densité d'énergie  $\Phi$  et la force  $P$  lors du  $n+1^{\text{ième}}$  tir :

$$\Phi_{n+1} \approx \frac{1}{\sin^4 \varphi} \frac{P_{n+1}^2}{L_n^3} \frac{16\eta}{3\pi^3} \frac{1-\nu^2}{E}$$

ou 5-22

$$P_{n+1}^2 \approx \Phi_{n+1} \frac{3\pi^3 \sin^4 \varphi}{16\eta} L_n^3 \frac{E}{1-\nu^2}$$

Si  $\Phi$  est supérieur au seuil, la longueur de la fissure  $L_{n+1}$  après le tir s'obtient en appliquant la loi d'échelle :

$$L_{n+1}^3 \approx \left[ \beta \chi_0 \frac{P_{n+1}}{K_{lc}} \right]^2 \approx \frac{3}{4\eta} \frac{\beta^2 \chi_0^2 \pi^3 \sin^4 \varphi}{4} \frac{\Phi_{n+1}}{\Gamma_{lc}} L_n^3 \quad 5-23$$

L'équation 5-23 décrit une croissance exponentielle de  $L^3$ , qui apparaît dès que le facteur devant  $L_n^3$  dépasse 1, soit dès que  $\Phi$  est supérieur à  $\Phi_{\text{seuil}}$ . La surface de fracture est absorbante. Nous supposons que l'énergie déposée  $\Phi$  est proportionnelle à  $F \cdot \sin\varphi$ . Le coefficient de proportionnalité contient à la fois le coefficient d'absorption et les pertes. Nous pouvons alors écrire :

$$L_{n+1}^3 \approx \zeta \frac{F_{n+1}}{\Gamma_{lc}} L_n^3 \quad 5-24$$

loi exponentielle liant la longueur de fissure et la fluence, où le coefficient  $\zeta$  est proportionnel à  $\frac{3}{4\eta} \frac{\beta^2 \chi_0^2 \pi^3 \sin^4 \varphi}{4}$  et est de l'ordre de  $10^{-4}$ .

Il est remarquable d'avoir retrouvé l'ordre de grandeur du seuil de croissance : cependant, les différentes incertitudes et approximations ne permettent pas d'affiner la valeur numérique prédite. En revanche, la forme de l'équation 5-24 rend possible, comme nous allons le voir, une comparaison directe avec les résultats expérimentaux.

### 5.3 Confrontation modèle-expériences

La comparaison entre le modèle et l'expérience peut se faire en considérant  $\zeta$  comme un paramètre ajustable, comme cela est réalisé sur la Figure 72. Cela revient à prendre un rapport de proportionnalité fixe entre la fluence  $F$  et la densité d'énergie  $\Phi$  déposée dans la fissure. Nous allons considérer la valeur moyenne de  $\zeta$  associée à un ensemble de dommages.

De 5-24, on tire le coefficient de croissance

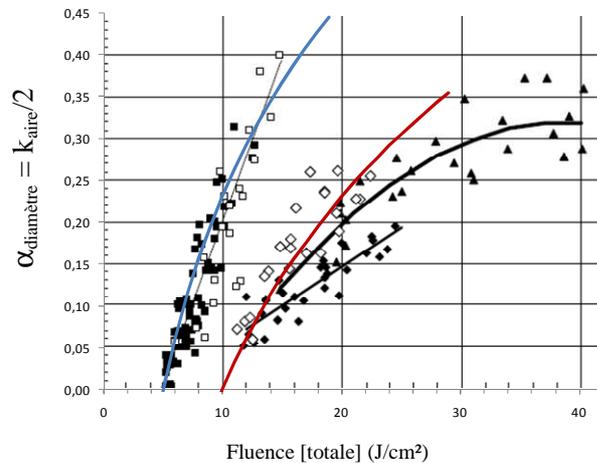
$$\alpha_{\text{diamètre}} = \frac{k_{\text{aire}}}{2} = \ln\left(\frac{L_{n+1}}{L_n}\right) \approx \frac{1}{3} \ln\left[\zeta \frac{F}{\Gamma_{lc}}\right] \quad 5-25$$

Il est équivalent d'ajuster  $\zeta$  ou la fluence seuil  $\frac{\Gamma_{lc}}{\zeta}$ . Une fois que ce paramètre est fixé, la loi de croissance 5-25 est complètement déterminée.

**Figure 72 : comparaison expérience-modèle pour la croissance des dommages.**

Les mesures sont les résultats de LLNL déjà représentés Figure 66.

- $3\omega$  : 12 ns monomode
  - $3\omega$  : 12 ns +  $1\omega$  : 17 ns monomode
  - ▲  $1\omega$  : 11 ns monomode
  - ◆  $2\omega$  : 11 ns monomode
  - ◇  $1\omega$  : 17 ns +  $2\omega$  : 8 ns monomode
- L'équation 5-25 est représentée en trait plein. Pour l'ajustement du  $3\omega$  (en bleu),  $\zeta = 1.6 \cdot 10^{-4}$ ; pour le  $1\omega$  (en rouge)  $\zeta = 0.8 \cdot 10^{-4}$ .



L'ajustement est remarquable, compte tenu de l'utilisation d'un seul paramètre libre. La différence entre le  $1\omega$  et le  $3\omega$  peut être expliquée par une absorption d'énergie deux fois moins efficace dans l'infrarouge. Le coefficient  $\zeta$  dépend linéairement du coefficient d'absorption qui peut varier lors du changement de longueur d'onde.

Contrairement à l'ajustement linéaire réalisé en général pour le taux de croissance en fonction de la fluence, le modèle est représenté par une ligne courbe, qui ne semble pas en contradiction avec l'expérience. Cependant, expérimentalement, un facteur important pourrait être la variation de la fraction d'énergie absorbée en fonction de la fluence. À  $1\omega$  l'interaction dépend également de l'intensité (ou plutôt de la forme d'impulsion comme le suggèrent les résultats de la Figure 66).

L'effet d'addition des fluences ( $1\omega + 3\omega$ ) se comprend très bien si le  $3\omega$  crée les espèces moléculaires ou ioniques qui absorbent le rayonnement à  $1\omega$ . Les différentes expériences <sup>111</sup>[BDS-30]<sup>112</sup> indiquent que le taux de croissance ne dépend pas que de la fluence totale mais également de la fluence  $3\omega$  : pour les faibles fluences représentées Figure 66, les points  $1\omega+3\omega$  s'écarteraient du modèle car le coefficient d'absorption ne serait pas constant.

Les données à  $2\omega$  ne peuvent pas être ajustées avec un coefficient  $\zeta$  indépendant de la fluence. En revanche, lorsque le  $1\omega$  est combiné au  $2\omega$ , l'absorption semble à nouveau pratiquement indépendante de la fluence ; les mesures se rapprochent alors du  $1\omega$  seul.

Le présent modèle est à notre connaissance la première tentative d'explication physique quantitative de la croissance exponentielle des dommages. Le modèle traite de la croissance d'une fracture hertzienne, représentative d'un dommage en profondeur. La croissance exponentielle, son seuil et son rythme de croissance est expliquée, à condition de supposer que la fracture absorbe l'énergie laser sur toute sa surface. Il est temps de régler ce point que nous avons pour l'instant passé sous silence. La fissure contient un gaz sous pression à une température de l'ordre de 5000 K. Après la propagation de la fissure, ce gaz se refroidit et se condense extrêmement rapidement (en une durée de l'ordre de la microseconde), laissant de nombreuses liaisons moléculaires dans un état excité, créant des lacunes, voire des vides, en grand nombre. Ce matériau, une fois trempé à température ambiante, est probablement très absorbant. La propagation de la fissure assure l'extension de la zone absorbante. Il semble très intéressant de prévoir une expérience spécifiquement dédiée à la visualisation de la propagation de la fissure, et mesurer par pyrométrie la température de la fissure au moment où elle croît. Le modèle nécessite que la fissure soit chaude. La température (ou la pression) d'équilibre dépend de la longueur de la fissure et de la densité d'énergie ; la propagation a lieu pour une température seuil dépendant de  $L$ . L'utilisation des fissures hertziennes réalisées par indentation apparaît comme la solution naturelle pour démarrer proprement la croissance. Pour l'instant, nous n'avons pas réalisé de vraie mesure de l'extension des cônes, ni fait de série de tirs sur un même site. C'est donc un champ qui reste à explorer...

Dans la plupart des mesures de taux de croissance, c'est l'augmentation de l'aire du dommage en surface qui a été observée. Le modèle peut également expliquer ces observations. La dégradation de la surface est due en partie à l'effet dynamique de dépôt d'énergie dans la fissure profonde : l'onde de choc, et la détente qui la suit, provoque l'écaillage de la face arrière <sup>82</sup>, sur une aire comparable à la projection de celle de la fissure.

Rubenchik et Feit <sup>115</sup> ont déjà associé la croissance des dommages aux fractures coniques. Cependant, ils ont expliqué le phénomène par la génération de nouvelles fractures. Or, comme nous l'avons vu aux §4.2.3, l'apparition de nouvelles fissures hertziennes demandent des fluences plus élevées que le seuil de croissance observé. Rubenchik et Feit tirent d'ailleurs de leur hypothèse une loi

<sup>115</sup> Rubenchik, A. M., Feit M. D., "Initiation, Growth and Mitigation of UV Laser Induced Damage in Fused Silica", *Laser-induced damage to optical materials 2001*, Proc. of SPIE 4679, p. 79-95 (2002). cf. p. 89.

de puissance mais pas une loi exponentielle, contrairement à l'éq. 5-25. Leur explication physique de la croissance <sup>115</sup> évoque l'effet d'une tension orthoradiale ("hoop stress") due à l'absorption d'énergie et à la dilatation de la zone endommagée. Ce phénomène peut contribuer certainement à l'écaillage en surface : mais, il n'explique pas l'agrandissement de la zone absorbante ni la croissance continue.

La plupart des propriétés de la croissance des dommages (points 1 à 10 du §5.1) sont reproduites ou aisément explicables avec le modèle. En particulier, l'existence de sites "dormants" est due à la nécessité d'une fracture profonde, "hertzienne" pour démarrer la croissance. S'il n'y a pas de fracture "hertzienne", il n'y a pas de croissance exponentielle. Comme discuté au §4.2.3, une fluence élevée est nécessaire pour amorcer une telle fissure. Expérimentalement, il a également été remarqué que la croissance exponentielle ne démarrerait parfois qu'après un nombre élevé de tirs de fluence modérée : nous en déduisons qu'une fracture profonde "moteur de la croissance" peut apparaître suite à une telle série de tirs.

Le paramètre  $\phi$  peut expliquer la dispersion des coefficients de croissance, d'un dommage à l'autre. La variation du rythme de croissance en surface du matériau serait liée à la variation de l'angle  $\phi$ . Cette prédiction pourrait fournir un autre test du modèle, en mesurant simultanément croissance en surface et en profondeur.

La faible croissance des dommages en face avant est bien comprise dans le cadre du modèle. Dans le cas où les dommages naissent sur la face d'entrée, puis subissent une série de tirs sans changer la position du faisceau, nous avons montré au §4.2 que les fissures hertziennes n'apparaissent que pour des éclaircissements très forts. L'absence de fracture implique la non croissance, évidemment. Mais Norton *et al.* ont également montré <sup>109</sup> que des dommages nés en face arrière, puis placés en face avant, croissaient à un rythme faible, et de façon linéaire. Dans ce cas, nous pouvons supposer l'existence de fractures hertziennes, sous-jacentes au dommage. Mais, au contraire du cas face arrière pur, le faisceau n'arrive pas jusqu'à la fracture car il interagit tout d'abord avec la surface externe du matériau, sur laquelle une vapeur chaude de silice absorbe l'énergie laser. La propagation de la fracture hertzienne n'a pas lieu, faute de dépôt d'énergie dans la fracture.

Le modèle permet également d'émettre une prédiction quant aux tailles des dommages croissant exponentiellement. D'après la Figure 71, le seuil de propagation des fissures augmente lorsque  $L$  dépasse un millimètre, à cause des pertes thermiques. Nous avons noté plus haut (propriété 3 du §5.1) que la croissance exponentielle ne semblait pas avoir de limite en taille. Mais les expériences ont porté sur des cratères de quelques dizaines de microns à quelques millimètres. En revanche, certaines observations effectuées sur la LIL semblent indiquer que les dommages ne s'étendent plus après un centimètre. Cette prédiction est intéressante d'un point de vue opérationnel car elle introduit une limite au désagrément causé par un dommage. Il conviendrait de programmer une observation plus précise sur chaîne pour la valider ou la réfuter.

## 5.4 Pistes pour une solution matériau du problème de croissance

Une première solution à la croissance consiste à supprimer le matériau dégradé, par vaporisation et fusion : la méthode dite de “stabilisation” [ou “mitigation” en anglais] par laser CO<sub>2</sub> réalise cette opération <sup>116</sup>. Selon le modèle, il serait suffisant de refermer les fractures profondes pour éviter la croissance. Compte tenu du mode de chauffage par l'extérieur réalisé par le faisceau laser CO<sub>2</sub>, il apparaît que ces fractures profondes sont les plus difficiles à traiter avec cette méthode! Des reprises de croissance sont parfois observées en périphérie des sites traités. Ce pourrait être lié à des fissures de type hertzien, qui n'aurait pas été fondues en profondeur. Notons que le traitement par laser CO<sub>2</sub> doublé en fréquence, proposé par Guss *et al.* <sup>117</sup>, permet de mieux corriger les fractures profondes car l'absorption est moindre à cette longueur d'onde (4.6 µm). Ce traitement est cependant beaucoup trop long pour être opérationnel.

À plus long terme, il serait utile de supprimer la croissance exponentielle plutôt que de tenter de guérir les sites. Le seul moyen semble être de trouver un meilleur matériau que la silice. L'amorçage des fractures profondes, de type hertzien, est le premier facteur sur lequel il serait utile de jouer. Dans l'idéal, il suffirait de supprimer toutes les fractures superficielles, pour éliminer tout amorçage de dommage, et tout démarrage de fracture hertzienne. On pourrait dire que le polissage en mode ductile des cristaux de KDP est un exemple de cette solution. Mais, les faibles caractéristiques mécaniques et les problèmes d'endommagement en volume de ce cristal non linéaire l'excluent comme candidat pour remplacer la silice ! De plus, pour autant que l'on puisse atteindre cet objectif ambitieux sur un matériau adéquat par ailleurs, il faudrait également diminuer les causes de dommages liées au faisceau lui-même, et donc choisir un matériau d'indice non linéaire faible. Si l'on ne peut pas supprimer les microfissures en surface, on peut cependant essayer de retarder l'apparition de cônes de Hertz. Comme discuté au §3.1.2, c'est le coefficient de Poisson  $\nu$  qui a le plus d'influence sur ce seuil de fracturation hertzienne : plus  $\nu$  est élevé, plus la fluence seuil sera forte, toutes choses égales par ailleurs.

Une fois qu'une fracture profonde a été créée, on peut également tenter de limiter sa croissance. En excluant le terme d'absorption de l'énergie laser, les deux grandeurs qui ont le plus d'influence sur le seuil de croissance sont la diffusivité thermique et l'énergie de surface de fracturation. Plus la diffusivité thermique sera grande, plus la taille atteinte par les dommages sera limitée. Plus l'énergie de surface de fracturation sera élevée, plus le seuil de croissance sera décalé vers les hautes fluences.

D'autres facteurs interviennent dans le seuil, comme l'énergie de cohésion du matériau, le coefficient  $\chi$  de propagation des cônes de Hertz, .... Une prédiction a priori du seuil devrait donc être délicate ; une démarche expérimentale s'avère indispensable pour chercher un meilleur matériau que la silice vis-à-vis de ce problème. L'importance du phénomène de croissance exponentielle des dommages est une forte incitation pour mener cette recherche.

<sup>116</sup> Brusasco R. M., Penetrante B. M., Butler J. A. and Hrubesh L. W., “Localized CO<sub>2</sub> laser treatment for mitigation of 351 nm damage growth on fused silica”, *Laser-induced damage to optical materials 2001*, Proc. of SPIE 4679, p. 40 (2002).

<sup>117</sup> Guss G., Bass I., Draggoo V., Hackel R., Payne S., Lancaster M., Mak P. “Mitigation of growth of laser initiated surface damage in fused silica using a 4.6µm wavelength laser”, *Laser-induced damage to optical materials 2006*, Proc. of SPIE 6403, p. 0M (2006).

## 5.5 Amélioration du modèle de croissance

En parallèle de ces études matériaux, il serait intéressant d'approfondir la modélisation physique de la croissance. Le modèle présenté est simple car il fait abstraction des conditions dynamiques et s'intéresse uniquement à l'équilibre quasi-statique. Cette simplicité est une force, car elle fait apparaître la croissance des dommages comme une propriété de quasi-équilibre. Mais le caractère simpliste empêche de dépasser le stade de l'ordre de grandeur dans la correspondance modèle/expérience.

Dans un premier temps, on pourrait chercher à améliorer les calculs dans le cadre de l'hypothèse quasi-statique. Le coefficient  $\beta$  introduit de façon *ad hoc* recouvre notre incapacité à faire le calcul de l'action d'une pression interne sur l'équilibre et la propagation d'une fissure hertzienne. Cette ignorance pourrait être levée par une modélisation aux éléments finis, dans des conditions similaires à celle du travail de Kocer *et al.*<sup>44</sup> décrit au §3.1.2.

Dans un deuxième temps, il faudrait aborder la réalité dynamique complexe de l'endommagement. Si le dépôt a bien lieu dans la fracture tel que le modèle le suppose, la propagation de celle-ci commence dès que la pression monte, au cours de la phase d'amorçage (cf. §4.2.2). La vitesse matière imposée par le chargement dynamique contribue elle aussi à l'ouverture de la fissure. Ces points sont évidemment négligés dans le modèle quasi-statique. Ils pourraient être abordés dans une modélisation dynamique avec un code thermomécanique tridimensionnel permettant de traiter la fissuration. Pour traiter la fissuration, l'équation d'état (EOS) de la silice doit admettre des valeurs de traction très importantes, jusqu'à une dizaine de GPa, sans que le matériau ne casse : ce n'est pas le cas des EOS disponibles pour l'instant. Cette nécessité s'ajoute aux difficultés sur l'EOS déjà notées au §4.1.1. Un travail de fond paraît ici indispensable.

Un autre point mérite une certaine attention. La géométrie des cônes de Hertz favorise la rencontre sur l'axe de symétrie (normal à la surface du matériau) des ondes de choc créées par la montée en pression dans la fissure. Suivant l'angle  $\varphi$  et suivant le profil de pression créé, des effets de surpression pourraient être induits sur l'axe. Éventuellement, un phénomène d'onde de Mach (réf. 62 chapitre 10) pourrait être engendré. Des calculs préliminaires en ce sens ont été réalisés avec le code HESIONE par David Hébert. Pour une pression dans la fissure hertzienne de 2 GPa, maintenue pendant une dizaine de nanosecondes (conditions de la Figure 67), les ondes engendrées produisent une contrainte de l'ordre de 10 GPa sur l'axe, créant ainsi la possibilité d'une densification irréversible de la silice. Pour mieux étudier ce phénomène, des travaux plus approfondis s'imposent.

## 5.6 Conclusion de la cinquième partie

De nombreuses expériences ont montré que les dommages laser apparus sur la face arrière de la silice croissent exponentiellement en surface et en profondeur au-delà d'un seuil de fluence de l'ordre de  $5 \text{ J/cm}^2$  à  $3\omega$ . Nous sommes partis du constat de l'indépendance de ce phénomène vis-à-vis de la durée  $\tau$ , et de son maintien lorsque la propagation se fait sur des centaines de  $\mu\text{m}$ , donc pendant au moins une centaine de nanoseconde, durée très supérieure à  $\tau$ , pour construire un modèle quasi-statique de la croissance des fractures.

Dans ce modèle, le matériau activé thermiquement lors du tir précédent absorbe l'énergie laser sur toute la surface de la fracture. Après cette phase de dépôt d'énergie, le système constitué par la fissure de longueur  $L$  et le solide alentour se met en équilibre, en un temps proportionnel à la longueur de la fissure. Le nombre de moles de vapeur et le volume de la fissure évoluent pour que la fissure soit en équilibre mécanique avec le matériau, la température et la pression  $p$  suivant la courbe de coexistence liquide-vapeur. Le produit  $p^2L$  est proportionnel à la densité d'énergie déposée dans la fissure.

Suivant le raisonnement de Griffith, il y a donc une densité d'énergie seuil au-delà de laquelle la fissure se propage, qui est proportionnelle à  $\Gamma_c$ , l'énergie de surface de fracturation. Pour une fissure isolée dans le matériau, ce seuil est très faible, de l'ordre de  $2.10^{-2} \text{ J/cm}^2$ . Dans ce cas, les pertes thermiques sont toujours un terme dominant. La faiblesse du seuil explique cependant la facilité avec laquelle des écailles sont expulsées par un tir laser. En tenant compte des pertes, thermiques et acoustiques, nous avons pu estimer qu'une densité d'énergie inférieure à  $1 \text{ J/cm}^2$  était suffisante pour propager une fracture de  $10 \mu\text{m}$  de longueur initiale.

Lorsque l'on considère une fissure hertzienne, la densité d'énergie seuil est alors de l'ordre de  $4 \text{ J/cm}^2$ , y compris les termes de pertes : cette estimation est très proche des mesures. Compte tenu de nombreuses approximations et incertitudes du modèle, il n'est pas possible de pousser la comparaison numérique du seuil au-delà de l'ordre de grandeur. En revanche, le modèle prédit une loi de croissance qui décrit convenablement les mesures, avec un seul paramètre libre  $\zeta$ , proportionnel à  $\frac{1}{\chi_0^2}$ , où  $\chi_0$  est le coefficient de croissance des cônes de Hertz dans la silice. Lors d'une série de  $N$  tirs, l'aire  $A$  des dommages suit une loi :

$$A(N) = A(0) \exp[k_{\text{aire}} N] \quad \text{avec } k_{\text{aire}} \approx \frac{2}{3} \ln \left[ \zeta \frac{F}{\Gamma_c} \right]$$

Une élévation du seuil de croissance est prédite lorsque la taille du dommage est largement supérieure au millimètre, les pertes thermiques prenant alors de plus en plus d'importance.

Des propositions sont faites pour les suites à donner à cette recherche, qui sont de trois types. D'une part, le modèle doit susciter des expériences visant à le valider ou le réfuter. D'autre part, la compréhension physique donne des pistes pour trouver une solution technique au problème de la croissance des dommages. Enfin, le caractère analytique et approximatif du modèle incite à un travail plus approfondi de modélisation qui inclurait les étapes thermomécaniques précédant la mise à l'équilibre. Il s'agit d'un effort de longue haleine, touchant en particulier l'équation d'état et les lois de comportements de la silice.

Dans le cadre du modèle, la croissance exponentielle est associée à la présence de fractures hertziennes. Cela conduit à considérer la création de telles fissures comme l'évènement déterminant de l'amorçage des dommages.



## 6 Conclusion et perspectives

Les limites de tenue au flux des composants en silice du laser mégajoule sont maintenant mieux mesurées et mieux comprises physiquement. Ce travail permet également de révéler les zones d'inconnu persistantes, où l'effort devrait maintenant être porté.

D'après notre analyse, l'évènement déterminant de l'interaction laser silice est la génération de fractures profondes sur le site du dommage. Des dommages sans fracture résiduelle sont parfois engendrés : ils ne posent pas de problème car ils croissent lentement sous flux. Par exemple, ils peuvent apparaître en face avant du composant : l'évaporation de la silice la protège alors de trop fortes pressions. Le phénomène le plus destructeur est la croissance exponentielle des dommages de face arrière, représenté par une limite en fluence dans la Figure 1. Il a été expliqué par la propagation des fractures dans lesquelles l'énergie laser est absorbée. Le modèle quasi-statique du §5 indique que la croissance a lieu durant plusieurs centaines de nanosecondes après le passage de l'impulsion laser. La fissure est remplie d'une vapeur de silice en équilibre local avec la matière plus dense ; au seuil de croissance, la pression de la vapeur est suffisante pour propager la fissure. Les prédictions du modèle devraient faire l'objet d'expériences afin de les valider ou les réfuter.

Une autre barrière rencontrée sur la Figure 1 est celle de l'autofocalisation. Les mesures effectuées à  $1\omega$  et  $3\omega$  s'interprètent de la même façon. Pour des durées d'impulsion de l'ordre de 3 ns, lorsque la phase non linéaire cumulée vaut environ 1.3 radian, des filaments sont observés. Des dommages de face arrière, susceptibles de croître exponentiellement, apparaissent dès que cette grandeur vaut 1 radian. À  $3\omega$  cela correspond à un produit intensité×longueur de 16 GW/cm pour le sommet du point chaud : autrement dit, une intensité de 4 GW/cm<sup>2</sup> pour une épaisseur de composant de 4 cm. Selon la théorie non linéaire standard, une distance d'autofocalisation deux fois supérieure serait attendue. L'explication physique de cet écart reste incertaine ; elle fait l'objet d'un travail de thèse en cours au CEA/DIF. Dans l'attente d'un modèle validé, il n'est pas possible aujourd'hui d'extrapoler ce résultat à des durées d'impulsion différentes de 3 ns.

En l'absence de points chauds laser et d'autofocalisation, des dommages apparaissent sur des défauts du matériau. Le polissage de la silice laisse des microfissures nanométriques près de la surface. D'une part, l'étude expérimentale de l'indentation hertzienne a mis en évidence la présence à forte densité de ces microfissures (de l'ordre de  $10^7$  /cm<sup>2</sup>). D'autre part, un modèle physique a été construit pour expliquer l'endommagement laser amorcé à partir de ces défauts. Le modèle a été testé avec succès sur des fissures, fabriquées par indentation, qui ont ensuite subi une irradiation à  $3\omega$ . Il a permis d'identifier que l'endommagement massif de la silice était corrélé avec la génération, à partir de la fissure, de chocs dépassant la limite élastique d'Hugoniot (HEL). De tels chocs conduisent à la densification irréversible du matériau, qui crée un champ mécanique de tension se maintenant pendant une durée très longue devant celle de l'impulsion.

Une analyse théorique de l'amorçage quasi-statique des cônes de Hertz a permis de dégager deux éléments utiles à la compréhension de l'endommagement laser. La génération de fractures hertziennes demande une dimension latérale minimale d'application de la pression et une densité surfacique d'énergie mécanique minimale. Pour l'instant, cette approche reste qualitative. Pour autant elle permet de comprendre que le critère de dépassement de l'HEL ne soit pas suffisant pour endommager la silice en profondeur. Les expériences sur sites indentés semblent montrer que, pour les courtes durées d'impulsion, une intensité plus forte que celle produisant la pression d'HEL est nécessaire : cela est interprété comme la nécessité d'un dépôt surfacique d'énergie minimum. Pour rendre ces considérations quantitatives, un travail important est nécessaire sur la dynamique des chocs et des impacts dans la silice. Cette recherche nécessite des développements sur l'équation d'état de la silice et sur la loi de comportement du solide.

C'est la combinaison des critères d'amorçage (pression et énergie mécanique minimale) qui conduit à la génération de dommages critiques susceptibles de croître. La relation entre intensité et fluence laser d'un côté, et pression et énergie déposée de l'autre, dépendent de la géométrie des défauts. Comme la distribution de défauts des pièces polies reste inconnue, il n'est pas possible pour l'instant de prédire une loi d'échelle d'endommagement sur les défauts à partir du modèle d'amorçage. La ligne bleue de la Figure 1 représentait la loi usuelle où la fluence varie en  $\tau^{1/2}$ . L'explication traditionnelle de cette loi est exclue par les observations faites sur les sites indentés. Cependant, des résultats récents indiquent qu'entre 2.5 et 16 ns les défauts présents sur les surfaces polies s'endommagent approximativement suivant une loi en  $\tau^{0.6}$  assez proche de  $\tau^{1/2}$ . Cet exposant différent peut être obtenu à partir du modèle mais de nombreuses questions demeurent.

Pour mieux comprendre les lois d'échelle temporelles d'endommagement, il convient de dépasser le cadre d'un modèle monodimensionnel d'amorçage des dommages. Un code bidimensionnel axisymétrique d'interaction laser matériau est en cours de développement au CEA/DIF : il nous permettra de mieux comprendre et quantifier les différents phénomènes. Il sera particulièrement bien adapté à la modélisation de l'interaction du faisceau avec une indentation hertzienne qui a une symétrie axiale. Les expériences gagneraient à être plus instrumentées : observation du dommage sur la tranche, mesure dynamique de la température par pyrométrie, mesure d'absorption résolue en temps par technique pompe-sonde...

En parallèle de ce travail de confrontation entre théorie et expérience sur défaut modèle, il faudrait continuer une observation détaillée de la nature des dommages créés sur les surfaces polies. Nous avons tenté d'éclairer dans ce document les caractéristiques d'un dommage critique, susceptible de croissance exponentielle. Encore faudrait-il décliner cette analyse dans les cas concrets, en dehors du cadre des fractures modèles.

Un des mystères persistants est la nature des sites d'absorption du faisceau présents en surface des microfissures initiales. Ce point fait l'objet d'une thèse en cours. Les résultats de cette thèse permettront de mieux fonder les calculs du modèle d'amorçage. Les effets de la longueur d'onde sur l'amorçage, qui restent pour l'instant mal compris, en seront sans doute éclairés. Cette étude sera également profitable si l'on souhaite corriger l'absorption à  $3\omega$ , afin d'éviter un démarrage de l'endommagement.

En dehors d'une suppression totale des fissures, qui paraît très improbable, ou d'une extinction de leur absorption, que l'on ne sait pas imaginer pour l'instant, il serait intéressant de jouer sur les termes physiques de la croissance des dommages. D'autres matériaux, conduisant mieux la chaleur, ou résistant mieux à la fissuration pourraient montrer une propagation plus modérée de l'endommagement : ils auraient donc en définitive une meilleure tenue au flux laser pour notre application, à condition que la probabilité d'amorçage des dommages par des points chauds du faisceau ou sur des défauts du matériau soit aussi bonne ou même meilleure que celle de la silice.

## Liste des figures

Figure 1 : Causes de dommages sur la face arrière d'une optique (surface de sortie du laser) .....	7
Figure 2 : Schéma des mesures d'autofocalisation .....	13
Figure 3: Produit $IZ_f$ dans la silice à $3\omega$ et Intégrale B pour un milieu quelconque.....	15
Figure 4: théorie du point focal mobile.....	15
Figure 5 : ensemble des résultats de filamentation à 1064 nm.....	17
Figure 6 : sous-ensemble des mesures de filamentation à 355 nm.....	19
Figure 7 : statistiques R/1 d'endommagement $1\omega$ face arrière pour deux épaisseurs différentes .....	21
Figure 8 : étude paramétrique de la densité de dommages à $3\omega$ .....	22
Figure 9 : densités de dommages face arrière sur épaisseur variable .....	23
Figure 10 : Pourcentage de tirs ayant filamenté et nombre de filaments .....	24
Figure 11 : Comparaison des prédictions disponibles avec les expériences de filamentation.....	25
Figure 12 : hypothèse d'égalité de l'intensité des points chauds et de l'intensité moyenne. ....	26
Figure 13 : Test rasterscan .....	30
Figure 14 : résultats d'un raster-scan .....	31
Figure 15: Répétabilité du test raster-scan. ....	32
Figure 16 : fissure, schématisée par un disque ellipsoïde .....	35
Figure 17 : vitesse de fissuration $v$ pour le verre sodocalcique.....	37
Figure 18 : indentation sphérique et fracture hertzienne sur silice.....	38
Figure 19 : valeur du champ élastique hertzien – schéma du repère utilisé .....	39
Figure 20 : contraintes principales du champ élastique hertzien.....	40
Figure 21 : trajectoire calculée pour un cône hertzien .....	42
Figure 22 : facteur d'intensité des contraintes pour différentes profondeurs initiales de fissure $L_i$ .....	45
Figure 23 : facteur d'intensité des contraintes en fonction de la longueur de fissure $L$ .....	45
Figure 24 : facteur d'intensité des contraintes maximal et longueur critique de fissure. ....	46
Figure 25 : résultats du calcul linéarisé pour $k_{i\max}^*$ et $L_c^*$ .....	46
Figure 26 : schéma des microfissures en surface. ....	47
Figure 27 : $k_I$ pour différentes profondeurs de microfissures initiales, .....	49
Figure 28 : propagation de fissures avec différents rayons initiaux. ....	50
Figure 29 : Mesure de la pression de contact des empreintes complètement plastiques. ....	56
Figure 30 : contraintes lors d'un choc dans la silice, en fonction l'accroissement de densité $\Delta\rho/\rho_0$ . ....	57
Figure 31 : densification irréversible de la silice dans un espace p,q.....	57
Figure 32 : propagation de fractures coniques dans la silice.....	59
Figure 33 : processus de fracturation sous indentation .....	61
Figure 34 : coupe d'indentations Vickers sur silice .....	62
Figure 35 : impact sur silice d'une sphère de carbure de tungstène .....	63
Figure 36 : courbes d'enfoncement théorique d'une bille de WC dans la silice .....	64
Figure 37 : indentations à 180 mN, 250 mN et 290 mN .....	68

Figure 38 : schéma de l'enfoncement lors du contact sphère-plan.....	69
Figure 39 : seuils de densification et de fracturation conique en fonction du rayon de sphère .....	71
Figure 40 : fractures dues à l'amorçage de dommages laser à $3\omega$ en face arrière.....	72
Figure 41 : apparition de dommages laser sur des rayures.....	76
Figure 42 : configuration géométrique du modèle d'endommagement laser sur les fractures. ....	77
Figure 43 : luminescence d'une indentation Vickers .....	77
Figure 44 : équilibre liquide vapeur (courbe de saturation) et point critique de la silice .....	79
Figure 45 : synoptique de l'amorçage d'un dommage laser dans une fracture .....	81
Figure 46 : Mécanisme de vaporisation .....	83
Figure 47 : pression en fonction du temps en surface libre ou dans une fissure. ....	83
Figure 48 : Pression maximale en surface libre ou dans une fissure.....	84
Figure 49 : comparaison des différents calculs de la pression maximum .....	85
Figure 50 : contrainte et puissance d'un choc dans la silice.....	87
Figure 51 : critère d'endommagement par atteinte d'une pression seuil :.....	89
Figure 52 : endommagement laser $3\omega$ aux surfaces de la silice. Cas des microfissures natives.....	91
Figure 53 : proposition de scénarii d'endommagement laser en face arrière .....	92
Figure 54 : loi d'échelle pour atteindre une densité d'énergie mécanique $\psi$ donnée.....	93
Figure 55 : empreintes Berkovich avec fractures latérales.....	96
Figure 56 : nettoyage des fractures latérales des indentations Berkovich.....	96
Figure 57 : endommagement laser des indentations Berkovich.....	97
Figure 58 : endommagement laser des indentations Berkovich en fonction de l'intensité crête.....	97
Figure 59 : réalisation des indentations sphériques pour étude à $3\omega$ .....	100
Figure 60 : différents types d'indentations sphériques (avant tir laser) : .....	100
Figure 61 : évolution des indentations sphériques après tir $3\omega$ sur les sites des figures précédentes. ....	101
Figure 62 : Probabilité d'endommagement laser des sites avec fractures hertziennes.....	102
Figure 63 : évènements mineurs (nettoyages et propagation des écailles).....	103
Figure 64 : observation d'un dommage laser sur un site d'indentation hertzienne. ....	105
Figure 65 : croissance de dommages en face arrière d'une lame de silice à $1\omega$ .....	108
Figure 66 : Taux de croissance des dommages en face arrière mesurés à différentes longueurs d'onde. ....	109
Figure 67 : croissance induite par laser des fractures sous-jacentes à un dommage .....	110
Figure 68 : variation de la fonction $\eta$ avec la pression de vapeur.....	115
Figure 69 : seuil de propagation quasi-statique d'une fissure ellipsoïdale chaude.....	118
Figure 70 : cône de Hertz positionné en face arrière.....	118
Figure 71 : seuil de propagation quasi-statique d'une fissure hertzienne chaude. ....	120
Figure 72 : comparaison expérience-modèle pour la croissance des dommages. ....	122

## Références bibliographiques

Les citations de travaux de l'auteur, publiés dans la littérature ouverte, sont faites entre crochets [x], x étant un chiffre romain pour les journaux à comité de lecture et la mention BDS-n° pour les articles des actes de la conférence annuelle « Boulder Damage Symposium ». Les références citées se trouvent ci-dessous. La liste complète des publications est donnée dans la notice biographique.

Les autres références, ouvrages ou articles de la littérature, documents de diffusion ouverte du CEA ou textes de l'auteur non encore parus, sont citées en exposant <sup>y</sup> ou par la mention réf. y, numérotées dans l'ordre d'apparition. Elles sont positionnées en bas de page lors de la première apparition puis reprises dans une liste complète ci-dessous, à la fin de ce volume.

### **Publications de l'auteur citées dans ce texte**

- [I] Study of UV laser interaction with gold nanoparticles embedded in silica  
Bonneau F., Combis P., Vierne J., Pellin M., Savina M., Broyer M., Cottancin E., Tuailon J., Pellarin M., Gallais L., Natoli J-Y., Perra M., Bercegol H., Lamaignère L., Loiseau M., Donohue J. T., *Applied-Physics-B:-Lasers-and-Optics*. 75 n°8 December 2002, p 803-815
  - [II] Physico-chemical environment of Al impurity atoms in amorphous silica  
Jonnard P., Morreeuw J-P., Bercegol H. *EPJ-Applied-Physics*. 21 n 2 February 2003, p 147-149
  - [III] Electron kinetics and emission for metal nanoparticles exposed to intense laser pulses  
Grua P., Morreeuw J-P., Bercegol H., Jonusauskas G., Vallée F. *Physical Review B*, 68, 035424 (2003)
  - [IV] Integrated photothermal microscope and laser damage test facility for in-situ investigation of nanodefekt induced damage; During, A, Commandré, M, Fossati, C, Bertussi, B, Natoli, JY, Rullier, JL, Bercegol, H, Bouchut, P., *Opt Express* Vol. 11: (20) 2497-2501 OCT 6 2003
  - [V] Interaction of an intense laser field with a dielectric containing metallic nanoparticles  
Quére F., Grua P., Bercegol H., Martin P., Morreeuw J-P., Rullier J-L. *Applied-Physics-B:-Lasers-and-Optics*. v 78 n°7-8 May 2004, p 825-828
  - [VI] X-ray spectroscopy study of electronic structure of laser-irradiated Au nanoparticles in a silica film  
Jonnard P., Bercegol H., Lamaignère L., Morreeuw J-P., Rullier J-L., Cottancin E., Pellarin M. *Journal of Applied Physics* 97, 064306 (2005)
  - [VII] Polishing-induced contamination of fused silica optics and laser induced damage density at 351 nm,  
Néauport J., Lamaignère L., Bercegol H., Pilon F., Birolleau J.-C., *Opt Express* Vol.13, n°25, 12 dec. 2005.
  - [VIII] An accurate, repeatable and well characterized measurement of laser damage density of optical materials,  
Lamaignère L., Bouillet S., Courchinoux R., Donval T., Josse M., Poncetta J-C., Bercegol H. *Rev. Sci. Instrum.* 78, 103105 (2007)
  - [IX] Concerning the impact of polishing induced contamination of fused silica optics on the laser-induced damage density at 351 nm, Néauport J., Cormont P., Lamaignère L., Ambard C., Pilon F., Bercegol H. *Optics Communication*, 281 (2008) 3802–3805
  - [X] Laser damage phenomena relevant to the design and operation of an ICF laser driver,  
Bercegol H., Boscheron A., Di-Nicola J.-M., Journot E., Lamaignère L., Néauport J., Razé G., *Journal of Physics: Conference Series* 112 (2008) 032013
- Laser-Induced Damage in Optical Materials 2002 (SPIE vol. 4932)*
- [BDS-10] p. 127 Parametric study of the growth of damage sites on the rear surface of fused silica windows  
Razé G., Morchain J.-M., Loiseau M., Lamaignère L., Josse M., Bercegol H.
  - [BDS-11] p. 276 Self-focusing and rear surface damage in a fused silica window at 1064 nm and 355 nm  
Bercegol H., Lamaignère L., Le Garrec B., Loiseau M., Volto P.

*Laser-Induced Damage in Optical Materials 2003 (SPIE vol. 5273)*

[BDS-17] p. 99 Laser-induced damage growth with small and large beams comparison between laboratory experiments and LIL data

Courchinoux R., Razé G., Sudre C., Josse M. A., Boscheron A. C. L., Lepage C., Bordenave E., Di Nicola J-M., Lamaignère L., Loiseau M., Donval T., Bercegol H.

[BDS-18] p. 136 Self-focusing and surface damage in fused silica windows of variable thickness with UV nanosecond pulses

Bercegol H., Boscheron A. C. L., Lepage C., Donval T., Lamaignère L., Loiseau M., Razé G., Sudre C.

[BDS-19] p. 312 The impact of laser damage on the lifetime of optical components in fusion lasers

Bercegol H., Bouchut P. R., Lamaignère L., Le Garrec B., Razé G.

*Laser-Induced Damage in Optical Materials 2004 (SPIE vol. 5647)*

[BDS-20] p. 78 Observation of laser-induced surface damage initiated by scratches

Josse M., Rullier J-L., Courchinoux R., Sesques M., Bercegol H.

[BDS-23] p. 355 Measurement and prediction of rear surface damage in fused silica windows caused by UV nanosecond pulses

Bercegol H., Donval T., Forestier B., Lamaignère L., Loiseau M., Razé G.

*Laser-Induced Damage in Optical Materials 2005 (SPIE vol. 5991)*

[BDS-26] p. 1Z Filamentation and surface damage in fused silica with single-mode and multi-mode pulses

Bercegol H., Lamaignère L., Cavaro V., Loiseau M.

*Laser-Induced Damage in Optical Materials 2007 (SPIE vol. 6720)*

[BDS-29] p.03 Progress in the understanding of fracture related damage of fused silica

Bercegol H., Grua P., Hébert D., Morreeuw J-P.

[BDS-30] p.0F Effects of wavelengths combination on initiation and growth of laser-induced surface damage in SiO<sub>2</sub>

Lamaignère L., Reyné S., Loiseau M., Poncetta J.-C., Bercegol H.

*Laser-Induced Damage in Optical Materials 2008 (SPIE vol. 7132)*

[BDS-31] p.1B Fracture related initiation and growth of surface laser damage in fused silica

Bercegol H., Grua P.

## **Rappel des références données en notes de bas de page**

- 1 Morreeuw J-P., "Silices cristallines et amorphes", CEA/CESTA/DEV DO85 du 8/10/2001
- 2 Bepalov V.I., V.I. Talanov: "Filamentary structure of light beams in nonlinear liquids", JETP Lett. **3**, 307 (1966)
- 3 Fleck J.A., J.R. Morris, E.S. Bliss: « Small-scale self-focusing effects in high power glass laser amplifier », IEEE J. of Quant. Electron. **QE14**, 5 may 78 p 353-363
- 4 Roche S., C. Sauteret, C. Gouédard, J-L. Bruneau, "Autofocalisation à petite échelle – Comparaison Théorie Expérience sur le laser Phébus", DAM/CEL-V/DLPP/EME DO 367 du 01.07.1993
- 5 Loy M. M. T. & Y. R. Shen, "Study of Self-Focusing and Small-scale Filaments of Light in Nonlinear Media", IEEE J. of Quant. Elec., Vol. **QE4-099**, pp 409-422 (1973)
- 6 Haynam C. A., *et al.*, "National Ignition Facility laser performance status", *App. Opt.* **46**, pp 3276-3305 (2007)
- 7 Morice O., "Miro : Complete modeling and software for pulse amplification and propagation in high-power laser systems", *Opt. Eng.*, **42** pp.1530–1541 (2003)
- 8 Henesian M.A., *et al.*: "The use of beam propagation modeling of Beamlet and Nova to ensure a "safe" National Ignition Facility laser system design", Second Annual International Conference on Solid state Lasers for Application to Inertial Confinement fusion, *SPIE* **3047** (1997) p 84
- 9 Van Wonterghem B. M., *et al.*, "Performance of a prototype for a large-aperture multipass Nd:glass laser for inertial confinement fusion", *App. Opt.* **36**, pp 4932-4953 (1997)
- 10 Dawes L., & J. H. Marburger, "Computer studies of Self-focusing", *Phys. Rev.* **179**, pp. 862-868 (1969)
- 11 Marburger J. H., "Self-focusing : Theory", *Prog. Quant. Electr.*, **4**, pp. 35-110 (1975)

- 12 Milam D., "Review and assessment of measured values of the nonlinear refractive-index coefficient of fused silica", *Applied Optics*, **37**, pp. 546-550 (1998)
- 13 Sajer J.-M., "Stimulated Brillouin Scattering and Front Surface Damage", *Laser-induced damage to optical materials 2003*, Proc. of SPIE 5273, p. 129 (2004)
- 14 Bourgeade A., "Étude numérique de l'autofocalisation des ondes laser", CEA/CESTA/DLP/SCAL/LSL DO 134 (2008)
- 15 Stuart B. C., M. D. Feit, S. Herman, A. M. Rubenchik, B. W. Shore, and M. D. Perry, "Nanosecond-to-femtosecond laser-induced breakdown in dielectrics", *Phys. Rev.* **B 53**, 1749 (1996)
- 16 Bergé L., "Filamentation d'impulsions laser nanosecondes dans les verres : comparaisons entre expériences et simulations numériques 3D", CEA/DIF/DPTA DO 352 du 4/12/2008.
- 17 Milam D., J. T. Hunt, K. R. Manes & W. H. Williams, "Modeling of filamentation damage induced in silica by 351 nm laser pulses", *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 1996*, Proceedings of SPIE Vol. 2966 (1997) pp. 425-428
- 18 ISO Standard No. 11254-1:2000; ISO Standard No. 11254-2:2001
- 19 Bloembergen N., "Laser-induced electric breakdown in solids", *IEEE J. Quantum Electron.* **10**, 375 (1974).
- 20 Quéré, F., Guizard, S., Martin, P., "Time-resolved study of laser-induced breakdown in dielectrics", *Europhysics Lett.*, **56** 138-144 (2001)
- 21 Bonneau, F, Combis, P, Rullier, JL, Commandré, M, During, A, Natoli, JY, Pellin, MJ, Savina, MR, Cottancin, E, Pellarin, M., "Observation by photothermal microscopy of increased silica absorption in laser damage induced by gold nanoparticles" *App. Phys. Lett.*, **83** 3855-3857 (2003)
- 22 Natoli J.-Y., L. Gallais, H. Akhouayri, and C. Amra, "Laser-induced damage of materials in bulk, thin-film, and liquid forms" *Appl. Opt.* **41**, 3156-3166 (2002)
- 23 Schwartz S., M. D. Feit, M. R. Kozlowski, and R. P. Mouser: "Current 3 $\omega$  Large Optic Test Procedures and Data Analysis for the Quality Assurance of National Ignition Facility Optics", *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 1998*, Proc. of SPIE Vol. **3578**, (1999)
- 24 Lamaignère L., Balas M., Courchinoux R., Donval T., Poncetta J.-C., Reyné S., Bertussi B., & Bercegol H., "Parametric study of laser-induced surface damage density measurements: towards reproducibility", *soumis à publication*
- 25 Lawn, B. R., *Fracture of Brittle Solids – 2<sup>nd</sup> edition*, Cambridge University Press, Cambridge, U.K., (1993)
- 26 Menčík, J., *Glass Science and Technology Vol. 12 : Strength and Fracture of Glass and Ceramics*, Elsevier, Amsterdam, (1992)
- 27 Maugis, D., *Contact, Adhesion and Rupture of Elastic Solids*, Springer, Berlin (2000)
- 28 Taylor, E. W., "Plastic Deformation of Optical Glass" *Nature* **163**, 323-323 (1949)
- 29 Célerié, F., Prades, S., Bonamy, D., Ferrero, L., Bouchaud, E., Guillot, C., Marlière, C., "Glass Breaks like Metal, but at the Nanometer Scale", *Phys. Rev. Lett.* **90**, 075504-1 (2003)
- 30 Fett, T., Rizzi, G., Creek, D., Wagner, J.P., Guin, J. P., Lopez-Cepero, J. M., Wiederhorn, S. M., "Finite element analysis of a crack tip in silicate glass: No evidence for a plastic zone", *Phys. Rev.* **B 77**, 174110 (2008)
- 31 Koike, A., Tomozawa, M., "Fictive temperature dependence of subcritical crack growth rate of normal glass and anomalous glass" *Journal of Non-Crystalline Solids* **352** 5522–5530 (2006)
- 32 Chaudhri, M. M., Brophy, P. A., "Single particle impact damage of fused silica", *J. Mater. Sci.*, **15**, 345 (1980)
- 33 Ravi-Chandar, K., *Dynamic Fracture*, Elsevier, Oxford, (2004)
- 34 Swain, M. V., Williams, J. S., Lawn, B. R., Beek, J.J.H., "A comparative study of the fracture of various silica modifications using the Hertzian test", *J. Mat. Sci.* **8** 1153-1164 (1973)
- 35 Suratwala, T. *et al.*, "Sub-surface mechanical damage distributions during grinding of fused silica" *J. Non-Cryst. Solids* **352** (2006) 5601
- 36 Lawn, B. R., "Indentation of Ceramics with Spheres: A Century after Hertz", *J. Am. Ceram. Soc.*, **81** [8] 1977–94 (1998)
- 37 Frank, F. C., Lawn, B. R., "On the theory of Hertzian fracture", *Proc. Roy. Soc.*, **A299** 291–306 (1967)
- 38 Roesler, F. C., "Indentation Hardness of Glass as an Energy Scaling Law", *Proc. Phys. Soc. London*, **B69** 55–60 (1956).
- 39 Roesler, F. C., "Brittle Fractures near Equilibrium", *Proc. Phys. Soc. London*, **B69** 981–992 (1956).

- 40 Wilshaw, T. R., "The Hertzian fracture test", *J. Phys. D: App. Phys.*, vol. **4**, pp. 1567-1583 (1971)
- 41 Warren, R. "Measurement of the Fracture Properties of Brittle Solids by Hertzian Indentation", *Acta Metall.*, **26**, 1759-69 (1978)
- 42 Mouginot, R., Maugis, D., "Fracture Indentation Beneath Flat and Spherical Punches" *J. Mater. Sci.*, **20**, 4354 (1985)
- 43 Fischer-Cripps, A.C., "Predicting Hertzian Fracture", *J. Mater. Sci.*, **32**, 1277 (1997)
- 44 Kocer, C., Collins, R. E., "Angle of Hertzian Cone Cracks", *J. Am. Ceram. Soc.*, **81** [7] 1736-42 (1998)
- 45 Kocer, C., "Using the Hertzian fracture system to measure crack growth data : A review", *International Journal of Fracture* **121**: 111-132 (2003)
- 46 Warren, P. D., "Statistical Determination of Surface Flaw Distributions in Brittle Materials", *J. Eur. Ceram. Soc.* **15** 385-394 (1995)
- 47 Warren, P. D., "Determining the Fracture Toughness of Brittle Materials by Hertzian Indentation", *J. Eur. Ceram. Soc.* **15** 201-207 (1995)
- 48 Dai, D. N., Hills D. A., Warren, P. D., Nowell, D., "The propulsion of surface flaws by elastic indentation testing", *Acta Metall. Mater.* **43** 985-991 (1995)
- 49 Lin, S., Warren, P. D., Hills D. A., "Contact fracture of brittle materials : a comparison of 2D and 3D fracture mechanics solutions", *J. Eur. Ceram. Soc.* **18** 445-450 (1998)
- 50 Yingzhi, L., Hills D. A., "The Hertzian cone crack", *Trans. ASME* **58** 120-127 (1991)
- 51 Benbow, J. J., "Cone Cracks in Fused Silica", *Proc. Phys. Soc.* **75** 697 (1960)
- 52 Langitan, F. B., Lawn, B. R., "Hertzian fracture experiments on abraded glass surfaces as definitive evidence for an energy balance explanation of Auerbach's law", *J. App. Phys.*, **40** 4009-4017 (1969)
- 53 Bridgman, P. W., Simon, I., "Effects of Very High Pressures on Glass" *J. Appl. Phys.* **24**, 405 (1953)
- 54 Zha, C.-S., *et al.*, "Acoustic Velocity and refractive index of SiO<sub>2</sub> glass to 57,5 GPa by Brillouin scattering", *Phys. Rev. B* **50** 13105 (1994)
- 55 Rouxel T., Ji H., Hammouda T., Moreac A., "Poisson's Ratio and the Densification of Glass under High Pressure" *Phys. Rev. Lett.* **100**, 225501 (2008),
- 56 Champagnon B., C. Martinet, M. Boudeulle, D. Vouagner, C. Coussa, T. Deschamps, L. Grosvalet "High pressure elastic and plastic deformations of silica: In situ diamond anvil cell Raman experiments" *Journal of Non-Crystalline Solids* **354** 569-573 (2008)
- 57 Davila, L. P., *et al.* "Transformations in the Medium-Range Order of Fused Silica under High Pressure", *Phys. Rev. Lett.*, **20** 205501 (2003)
- 58 Barmes, F., Soulard, L., Mareschal, M., "Molecular dynamics of shock-wave induced structural changes in silica glasses", *Phys. Rev. B* **73** 224108 (2006)
- 59 Perriot A., D. Vandembroucq, E. Barthel, V. Martinez, L. Grosvalet, Ch. Martinet, B. Champagnon, "Raman Microspectroscopic Characterization of Amorphous Silica Plastic Behavior", *J. Am. Ceram. Soc.* **89** 596 (2006)
- 60 Shorey A., K. Xin, K. H. Chen, and J. C. Lambropoulos, "Deformation of Fused Silica: Nanoindentation and Densification," Proc. SPIE, 3424, 72-81(1998)
- 61 Kermouche G., E. Barthel, D. Vandembroucq, Ph. Dubujet "Mechanical modeling of indentation-induced densification in amorphous silica" *Acta Materialia* **56** 3222-3228 (2008)
- 62 Thouvenin, J., *Détonique*, Eyrolles, Paris (1997)
- 63 Zel'dovich, Ya. B., & Raizer, Yu. P., *Physics of shock waves and high temperature hydrodynamic phenomena*, Academic Press, New York (1966).
- 64 Sugiura, H., Kondo, K., Sawaoka, A., "Dynamic response of fused quartz in the permanent densification region", *J. Appl. Phys.*, Vol. **52**, 3375-3382 (1981).
- 65 Malaise F., J.-M. Chevalier, I. Bertron, F. Malka "Investigation of fused silica dynamic behavior", *J. Phys. IV France* **134** 929-934 (2006) – cf. également références citées dans ce texte.
- 66 Chevalier J.-M., et collègues "Mesure de la LEH de la silice fondue - Poursuite des travaux de modélisation", rapport CEA/CESTA/DEV/SDET/LDDT DO 361 du 20/09/05
- 67 Sugiura, H., Ikeda, R., Kondo, K., Yamadaya, T. "Densified silica glass after shock compression", *J. Appl. Phys.* **81** (1997)
- 68 Lawn, B. R., Fuller, E. R., "Equilibrium penny-like cracks in indentation fracture", *J. Mater. Sci.*, **10** 1016-2024 (1975)

- 69 Swain, M V, Hagan, J T, “Indentation plasticity and the ensuing fracture of glass”, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **9**, 2201 (1976)
- 70 Hagan J. T., “Cone cracks around Vickers indentations in fused silica glass”, *J. Mater. Sci.* **14** 462 (1979)
- 71 Michel, M.D., Serbena, F.C., Lepienski, C.M. “Effect of temperature on hardness and indentation cracking of fused silica”, *Journal of Non-Crystalline Solids* **352** 3550–3555 (2006)
- 72 Sglavo, V. M., Green, D. J., “Fatigue limit of fused silica”, *J. Euro. Ceram. Soc.* **21** 561 (2001)
- 73 Knight, C. G., Swain, M. V., Chaudhri, M. M., “Impact of small steel spheres on glass surfaces”, *J. Mater. Sci.* **12** 1573-1586 (1977)
- 74 Johnson, K. L., “*Contact Mechanics*”, Cambridge University Press, Cambridge, U.K., (2004)
- 75 Tillett, J. P. A., “Fracture of Glass by Spherical Indenters”, *Proc. Phys. Soc B*, **69**, 47-54 (1956)
- 76 Bonneau, F., Combis, P., Rullier, J.-L., Vierende, J., Bertron, I., Chevalier, J.-M., Favier, J.-M., Malaise, F., “Endommagement de la silice dans l’environnement du laser mégajoule”, *revue Chocs*, 154-164 (2005)
- 77 Kermouche, G., communication personnelle.
- 78 Lawn, B. R., Marshall, D. B., “Hardness, Toughness, and Brittleness; an indentation analysis”, *J. Am. Ceram. Soc.* **62** 347-350 (1979)
- 79 Puttick, K. E., “The correlation of fracture transitions”, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **13** 2249 (1980)
- 80 Mouginot, R., “Blunt or sharp indenters : a size transition analysis”, *J. Am. Ceram. Soc.* **71** 658-61 (1988)
- 81 Carr, C. W., *et al.* “The effect of laser pulse duration on laser-induced damage in KDP and SiO<sub>2</sub>”, *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2006, Proc. of SPIE* Vol. 6403, 0K, (2006)
- 82 Feit, M. D., Rubenchik, A. M., “Importance of free surface for damage crater formation”, *Laser-induced damage to optical materials 2006, Proc. of SPIE* 6403, p.64030A (2006).
- 83 Wong, J. *et al.*, “Morphology and microstructure in fused silica induced by high fluence ultraviolet 3 $\omega$  (355 nm) laser pulses”, *J. Non Crystalline Solids*, **352** (2006) 255–272
- 84 Bertussi, B., Cormont, P., Palmier, S., Legros, P., Rullier, J.-L., “Initiation of laser-induced damage sites in fused silica optical components”, *Opt. Exp.* **17** 11469 (2009)
- 85 Feit, M. D., Rubenchik, A. M., “Influence of subsurface cracks on laser induced surface damage”, *Laser-induced damage to optical materials 2003, Proc. of SPIE* 5273, p. 264-272 (2004).
- 86 Bercegol H., “Bilan des études d’endommagement laser et perspectives de R&D pour le LMJ”, rapport CEA LMJ-10060-F70-1NT-MOS02238A, CEA/CESTA/DLP DO 63 du 15/05/06
- 87 Salleo, A., Génin, F.Y., Yoshiyama, J.M., Stolz, C.J., Kozlowski, M.R., “Laser-induced damage of fused silica at 355 nm initiated at scratches”, *Laser-Induced Damage in Optical Materials : 1997, Proc. of SPIE* Vol. **3244** (1998) 341.
- 88 Iordanoff, I., Battentier A., Néauport J., Charles J.-L., “A discrete elements model to investigate subsurface damage due to surface polishing”, *Tribology International*, **41** 957 (2008)
- 89 Néauport, J., Cormont, P., Legros, P., Ambard, C., Destribat, J., “Imaging subsurface damage of grinded fused silica optics by confocal fluorescence microscopy”, *Opt. Exp.*, **17**, 3554 (2009)
- 90 Bloembergen N., “Role of cracks, pores, and absorbing inclusions on laser induced damage threshold at surfaces of transparent dielectrics,” *Appl. Opt.* **12**, 661–664 (1973).
- 91 Génin, F.Y., Salleo, A., Pistor T. V., Chase L. L., “Role of light intensification by cracks in optical breakdown on surfaces”, *J. Opt. Soc. Am. A* **18** 2607-2616 (2001).
- 92 Combis P., Debonnel C. “Notice d’utilisation du code ESTHER, Version 2007”, CEA/DIF/DPTA/SPPE DO121, du 12/11/07
- 93 *CRC Handbook of Chemistry and Physics, 74<sup>th</sup> edition*, David R. Lide éditeur en chef, Chemical Rubber Company Press (1993)
- 94 Grua P., Lamaignère L., Morreeuw J.-P., Palmier S., J.-L. Rullier, Bertussi B., Bercegol H., “Amorçage de l’endommagement de la silice à 3 $\omega$  à partir de fractures : pression d’endommagement et loi d’échelle temporelle”, rapport CEA/CESTA/DLP/SCAL/LSL DO22 du 26/05/09
- 95 Bien-Aimé, K., *Impact de l’environnement sur l’endommagement laser des optiques de silice du Laser MégaJoule*, thèse de l’Université Bordeaux 1, novembre 2009
- 96 Melosh, H. J., “A hydrocode equation of state for SiO<sub>2</sub>”, *Meteoritics & Planetary Science* **42**, 2079 (2007)
- 97 Laurence, T. A., Bude, J. D., Shen, N., Feldman, T., Miller, P. E., Steele, W. A., Suratwala, T., “Metallic-like photoluminescence and absorption in fused silica surface flaws”, *App. Phys. Lett.*, **94**, 151114 (2009)

- 98 Negres, R. A., Burke, M. W., Sutton, S. B., DeMange, P., Feit, M. D., and Demos, S. G., "Evaluation of UV absorption coefficient in laser-modified fused silica", *App. Phys. Lett.*, **90**, 061115 (2007)
- 99 Bude, J., Guss, G., Matthews, M. and Spaeth, M. L., et al "The effect of lattice temperature on surface damage in fused silica optics", *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2007, Proc. of SPIE Vol. 6720*, 672009 (2008).
- 100 Hicks, D. G., Boehly, T. R., Eggert, J. H., Miller, J. E., Celliers, P. M. and Collins, G.W., "Dissociation of Liquid Silica at High Pressures and Temperatures", *Phys. Rev. Lett.*, Vol. **97**, 025502 (2006).
- 101 Carr, W. C., Radousky, H. B., Rubenchik, A. M., Feit, M. D., Demos, S. G., "Localized Dynamics during Laser-Induced Damage in Optical Materials", *Phys. Rev. Lett.*, **92**, 087401 (2004)
- 102 Grua P., Bercegol H., Palmier S., J.-L. Rullier, Lamaignère L., D. Hébert, Bertussi B., Morreeuw J.-P., "Temporal scaling for laser damage initiation in fused silica Pressure field and temporal scaling for laser damage initiation on indented fused silica", soumis à *Phys. Rev. Lett.EPL*.
- 103 Salleo, A., Sands, T., Génin, F.Y., "Machining of transparent materials using an IR and UV nanosecond pulsed laser", *Appl. Phys. A* Vol. **71**, 601-608 (2000)
- 104 Salleo, A., Taylor, S. T., Martin, M. C., Panero, W. R., Jeanloz, R., Sands, T., Génin, F.Y., "Laser-driven formation of a high-pressure phase in amorphous silica", *Nature Materials*, Vol. **2**, 796-800 (2003).
- 105 Palmier S., Lamaignère L., Rullier J.-L., *Étude du rôle des micro fractures dans l'endommagement laser de la silice*, 2007. CEA/CESTA/DLP/SEM/LMO
- 106 Salleo, A., Chinsio, R., Génin, F. Y., "Crack propagation in fused silica during UV and IR nanosecond-laser illumination", *Laser-Induced Damage in Opt. Matls: 1998, Proc. of SPIE Vol. 3578*, p. 456 (1999)
- 107 Kozlowski, M. R., Mouser, R. P., Maricle, S. M., Wegner, P. J., Weiland, T. L., "Laser damage performance of fused silica optical components measured on the Beamlet laser at 351 nm" *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 1998, Proc. of SPIE 3578*, 436 (1999)
- 108 Norton, M. A., Hrubesh, L. W., Wu, Z., Donohue, E. E., Feit, M. D., Kozlowski, M. R., Milam, D., Neeb, P. C., Molander, W. A., Rubenchik, A. M., Sell, W. D., Wegner, P. J., "Growth of laser initiated damage in fused silica at 351 nm," in *Laser-Induced Damage in Opt. Matls: 2000, Proc. SPIE 4347*, 468 (2001).
- 109 Norton, M.A., Donohue, E.E., Feit, M.D., Hackel, R.P., Hollingsworth, W.G., Rubenchik, A.M. and Spaeth, M.L., "Growth of Laser Damage on the Input Surface of SiO<sub>2</sub> at 351 nm", *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2006, Proc. of SPIE Vol. 403* 64030L (2007)
- 110 Norton, M.A., Hollingsworth, W.G., Donohue, E.E., Feit, M.D., Rubenchik, A.M., Hackel, R.P., "Growth of Laser Initiated Damage in Fused Silica at 1053 nm", *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2004, Proc. of SPIE Vol. 5647* 197 (2005)
- 111 Norton, M.A., Donohue, E.E., Feit, M.D., Hackel, R.P., Hollingsworth, W.G., Rubenchik, A.M. and Spaeth, M.L., "Growth of Laser Damage in SiO<sub>2</sub> under Multiple Wavelength Irradiation", *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2005, Proc. of SPIE Vol. 5991* 599108-1 (2006)
- 112 Norton, M.A., Carr, A. V., Carr, C. W., Donohue, E.E., Feit, M.D., Hollingsworth, W.G., Liao, Z., W.G., Negres, R. A., Rubenchik, A.M. and Spaeth, M.L., "Laser damage growth in fused silica with simultaneous 351 nm and 1053 nm irradiation", *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2008, Proc. of SPIE Vol. 7132* 71321H (2008)
- 113 Demos, S. G., Staggs, M., and Kozlowski, M. R., "Investigation of processes leading to damage growth in optical materials for large aperture lasers", *Appl. Opt.* **41**, 3628-3633 (2002)
- 114 Norton, M.A., Adams, J. J., Carr, C. W., Donohue, E.E., Feit, M.D., Hackel, R.P., Hollingsworth, W.G., Jarboe, J. A., Matthews, M. J., Rubenchik, A.M. and Spaeth, M.L., "Growth of laser damage in fused silica: diameter to depth ratio", *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2007, Proc. of SPIE Vol. 6720* 67200H (2007)
- 115 Rubenchik, A. M., Feit M. D., "Initiation, Growth and Mitigation of UV Laser Induced Damage in Fused Silica", *Laser-induced damage to optical materials 2001*, Proc. of SPIE 4679, p. 79-95 (2002). cf. p. 89.
- 116 Brusasco R. M., Penetrante B. M., Butler J. A. and Hrubesh L. W., "Localized CO<sub>2</sub> laser treatment for mitigation of 351 nm damage growth on fused silica", *Laser-induced damage to optical materials 2001*, Proc. of SPIE 4679, p. 40 (2002).
- 117 Guss G., Bass I., Draggoo V., Hackel R., Payne S., Lancaster M., Mak P. "Mitigation of growth of laser initiated surface damage in fused silica using a 4.6µm wavelength laser", *Laser-induced damage to optical materials 2006*, Proc. of SPIE 6403, p. 0M (2006).