



Journées thématiques: « Défauts dans les cristaux »



« Qualification de cristaux laser et méthodes de caractérisation des défauts»

Les 2 et 3 Septembre 2021 à Lyon

<u>Gurvan BRASSE</u>

CIMAP, Centre de recherches sur les Ions, les MAtériaux et la Photonique UMR 6252 CEA-CNRS-ENSICAEN-Université de Caen



Plan de l'exposé

- Contexte et problématique
- Méthodes de caractérisation usuelles des défauts
- L'ombroscopie
- La strioscopie
- Analyse quantitative de la qualité optique des cristaux
- Conclusion

Centre de Recherche sur les lons, les Matériaux et la Photonique

cea

Challenge international pour le développement de lasers de puissance

Laser Méga-Joule (LMJ) et PETAL (PW) au CEA CESTA

Impulsions laser ultra-courtes et de hautes énergie



Milieu à gain actuellement utilisé: Verres de phosphates dopés Nd³⁺: LHG-8 (Hoya) et LG-770 (Schott)

Objectif: Les substituer par des cristaux ayant de **meilleures propriétés thermo-mécaniques** et des **propriétés spectroscopiques optimisées**.



Présentation de Cédric Maunier (CEA-CESTA)

2

* (iMap

Challenge international pour le développement de lasers de puissance

POLARIS: Oscillateur Yb³⁺:KGW pompé diode + Amplificateurs à verres phosphate dopés Yb³⁺



Objectif : accroitre le taux de répétition avec des amplificateurs Yb:YAG/Yb:CaF₂

université de Caen

cea

ENSICAEN

3

Cimap

Centre de Recherche sur les lons, les Matériaux et la Photonique

> Challenge international pour le développement de lasers de puissance

ILE-APOLLON 10P : Schéma général



Centre de Recherche sur les lons, les Matériaux et la Photonique

université de Caen

cea

ENSICAEN

4

Challenge international pour le développement de lasers de puissance

ILE-APOLLON 10P : Front End



<u>Objectif</u> : fournir des impulsions ultra courtes (100 mJ) avec le plus haut taux de répétition possible

Centre de Recherche sur les lons, les Matériaux et la Photonique

université de Caen

cea

ENSICAEN

5

Puissance laser très élevées in Conditions extrêmes pour les cristaux

Influence critique des défauts sur les performances laser:

- Impératif de contrôler et caractériser ces défauts rigoureusement;
- Mieux comprendre la cause et l'origine de ces défauts pour les éliminer;
- Impératif de définir des critères quantitatifs fiables pour sélectionner les cristaux et assurer une certaine reproductibilité des performances laser;
- Mieux comprendre le rôle de ces défauts sur les propriétés optiques et les mécanismes d'endommagement;

Brasse Gurvan

Cez

Types de défauts rencontrés:

- Défauts de surface liés à la préparation/au polissage;
- Inclusions, bulles, impuretés chimiques, centres colorés;
- Variations locales de l'indice de réfraction, macles;
- Contraintes internes;

Centre de Recherche sur les lons, les Matériaux et la Photonique

Défaut d'orientation cristalline – défaut lié à la préparation;

Défauts dans le volume

cea

7

Types de défauts rencontrés:

- Défauts de surface liés à la préparation/au polissage;
- Inclusions, bulles, impuretés chimiques, centres colorés;
- Variations locales de l'indice de réfraction, macles;
- Contraintes internes;
- Défaut d'orientation cristalline défaut lié à la préparation;

Les conséquences de ces défauts:

Centre de Recherche sur les lons, les Matériaux et la Photonique

- Endommagement / destruction du cristal;
- Dépolarisation du faisceau;
- Déformation du front d'onde;
- Pertes optiques;
- Echauffement anormal / biréfringence thermique (cristaux cubiques);



Cez

7

Brasse Gurvan

CITS ENSICAEN

cea

8

La spectroscopie d'absorption UV-Vis



Signature spectroscopique (en absorption) de nombreux centres colorés ou impuretés dans le domaine UV-Vis



Détermination de la concentration en ions [Yb²⁺] dans Ca F_2 :Yb³⁺ par exemple;

"Additive colouring of CaF₂:Yb crystals: Determination of Yb²⁺ concentration in CaF₂:Yb crystals and ceramics", (prochainement publié dans Applied Physics B) A.S. Shcheulin, A.E. Angervaks, T.S. Semenova, L.F. Koryakina, M.A. Petrova, P.P. Fedorov, V.M. Reiterov, E.A. Garibin, A.I. Ryskin

cea



Spectrophotomètre Perkin-Elmer (Transmission / Réflexion / Sphère intégrante)

Brasse Gurvan

université de Caen



Fluorescence UV-Vis pour la mise en évidence d'impuretés chimiques

*CiMap

Brasse Gurvan



Journées thématiques « Défauts dans les cristaux », Lyon 2-3 Septembre 2021

Analyse de la dépolarisation induite en conoscopie





Centre de Recherche sur les lons, les Matériaux et la Photonique

Dépolarisation insignifiante

Mise en évidence de contraintes et de macles au sein des cristaux de CaF₂



Légère dépolarisation



Cimap



Dépolarisation non négligeable

cea

mon



La microscopie optique polarisée en réflexion



- Mise en évidence des défauts liés à la préparation des cristaux <u>(découpe / polissage):</u>
- Rayures;

et la Photonique

Centre de Recherche sur les lons, les Matériaux

- Cratères arrachement de matière; Fissures Fractures;
- Limitations: Observation d'une portion de cristal et non du cristal dans son ensemble en considérant le grossissement requis;

Mesure des profils de surface et de rugosité en microscopie interférométrique



(Microscope confocal / interférométrique Sensofar S-Neox)

CiMap

ENSICAEN

université de Caen



Journées thématiques « Défauts dans les cristaux », Lyon 2-3 Septembre 2021

Centre de Recherche sur les lons, les Matériaux et la Photonique

Méthodes de caractérisations mises en oeuvre

Caractérisation de la planéité des faces polies par interférométrie



Planéité typiquement obtenue « en routine » sur le polissage de cristaux de fluorures:

≻ λ/10 en PV (@546 nm) ≻ λ/30 RMS (@546 nm)

Record à $\lambda/22$ en PV (@546 nm) sur du CaF₂

Schéma de principe

Pièce à contrôler

cea

14

Cimap

Journées thématiques « Défauts dans les cristaux », Lyon 2-3 Septembre 2021

université de Caen

Caractérisation de la planéité des faces polies par interférométrie



Substrat de CaF_2 – diamètre du champ d'observation 26 mm

Results

Cimap

Sommaire rapport IntelliWave			
Paramètre	Valeur	Unités	QC
PV 99.70%	0.5765	Ondes	1
RMS	0.1292	Ondes	
4) Focus	-0.1870	Ondes	
5) Astigmatism	-0.0356	Ondes	
6) XY Astigm	-0.0229	Ondes	
7) X Coma	0.0218	Ondes	
8) Y Coma	-0.0086	Ondes	
9) Spherical	-0.1469	Ondes	
Sag	-0.8667	fr	
IRR 99.70%	0.8522	fr	
RSI	0.6392	fr	
RMSt	0.2993	fr	
RMSI	0.1646	fr	
RMSa	0.0522	fr	
Date(measured): Tue Jul 20 11:53:15 2021			
Supprimes: X Inclin., Y Inclin.			
Traitement: [5A,M,CVG]			
fr @ E4Com			

fr @ 546nm

mon

- λ/2 en PV (@546 nm) - λ/8 RMS (@546 nm)

CRTS ENSICAEN

cea

15

Caractérisation de la planéité des faces polies par interférométrie

2D View

Cross Section X / Y

Results

CiMap

mon



Caractérisation du défaut de parallélisme entre les faces polies

Dispositif de contrôle « maison»

Centre de Recherche sur les Ions, les Matériaux et la Photonique



Journées thématiques « Défauts dans les cristaux », Lyon 2-3 Septembre 2021

Lunette autocollimatrice

* (iMap

université de Caen

Centre de Recherche sur les lons, les Matériaux et la Photonique

Méthodes de caractérisations mises en oeuvre

Caractérisation de l'orientation cristalline par DRX en Laue



Diffractomètre à Rayons X de type Laue en réflexion pour orienter les cristaux



Cristal de LiYF₄:Tb³⁺ en cours d'orientation au Laue



Cliché DRX Laue d'un cristal de CaF₂ orienté [100]

Découpe orientée des cristaux

- Vérification de la désorientation cristallographique de certains cristaux (précision de l'ordre du degré)
- Mise en évidence de macles



18

cea

Cristal de CaF₂ orienté [100] en cours de découpe à la scie à fil

Cimap

université de Caen

Cimap

cea

Centre de Recherche sur les lons, les Matériaux et la Photonique

L'ombroscopie / La diascopie

Principe de la méthode:

Observation sur un écran (ombroscopie) ou sur une caméra (diascopie) de l'ombre portée d'un objet transparent placé dans un faisceau de lumière parallèle statique.

Schéma du dispositif expérimental:



université de Caen

Ci Map

cea

ENSICAEN

Centre de Recherche sur les lons, les Matériaux et la Photonique

L'ombroscopie / La diascopie

Principe de la méthode:

Observation sur un écran (ombroscopie) ou sur une caméra (diascopie) de l'ombre portée d'un objet transparent placé dans un faisceau de lumière parallèle statique.

Schéma du dispositif expérimental:



Observation expérimentale:

Les défauts apparaissent en champ sombre sur un fond clair:

→ Visualisation des variations locales d'éclairement.

université de Caen

* Cimap

Principes et explications physiques:

Perception d'un phénomène optique = Observation d'un objet d'amplitude

Méthode de visualisation basée sur le phénomène de **déviation** ou **d'obstruction** des faisceaux lumineux.

Objet parfaitement transparent = objet de phase

Journées thématiques « Défauts dans les cristaux », Lyon 2-3 Septembre 2021

cea

21

Principes et explications physiques:

Perception d'un phénomène optique = Observation d'un objet d'amplitude

Méthode de visualisation basée sur le phénomène de **déviation** ou **d'obstruction** des faisceaux lumineux.

Objet parfaitement transparent = objet de phase



Limitations de la mesure:

- -La résolution du système de mesure est définie par celle du détecteur;
- -La transition de l'ombre à la lumière n'est pas franche à cause de la diffraction;
- -Parallélisme du faisceau favorisé par une source lumineuse ponctuelle;
- -La répartition angulaire de l'intensité suivra une courbe d'Airy dans la cas d'une source ponctuelle;



université de Caen

cea

22

Exemple de clichés ombroscopiques:

Photonique

sur les lons, les Matériaux et la

Centre de Recherche



Journées thématiques « Défauts dans les cristaux », Lyon 2-3 Septembre 2021

cea

Avantages de cette méthode:



- -Méthode non intrusive et non destructrice;
- -Méthode très lumineuse;
- -Bonne visualisation des défauts diffusants et des objets de phase; -Bonne méthode qualitative pour déterminer spatialement la position des défauts;

Inconvénients de cette méthode:



- -Par essence une ombre est toujours plus ou moins floue; -Difficile à quantifier;
- -Intégration de l'information sur toute l'épaisseur analysée;

cea

24

Brasse Gurvan

CITS ENSICAEN UN AEN UNIVERSILÉ de Caen Base-Normandie

Cimap

Journées thématiques « Défauts dans les cristaux », Lyon 2-3 Septembre 2021

25

cea

Centre de Recherche sur les Ions, les Matériaux et la Photonique

La strioscopie

Principe de la méthode:

- Méthode basée sur la déviation des faisceaux lumineux et le filtrage spatial des fréquences émergentes de l'objet.

→ Observation sur un écran des faisceaux déviés par les inhomogénéités présentes dans l'objet analysé, les faisceaux non déviés à la sortie de l'objet étant stoppés.

Schéma du dispositif expérimental:



Observation expérimentale:

Les défauts apparaissent en champ clair sur un champ sombre:

- Visualisation des inhomogénéités d'indice de réfraction dans la masse,
- Visualisation des défauts de surface (rayures, cratères, microfissures, rugosité).

université de Caen

26

cea

Principes et explications physiques:

En l'absence de défaut:

→Pas de déviation du faisceau, qui est entièrement intercepté par le stoppeur;

→Champ observé uniformément sombre;



En présence de défaut:

Variation du chemin optique \rightarrow Déviation du faisceau d'un angle α ;

$$\alpha = \frac{e}{n} \left(\frac{\delta n}{\delta x} \right)$$





iniversité de Caen

Cimap

 \rightarrow Déviation d'une partie du faisceau d'une quantité (*n.a.f*), qui n'est pas intercepté par le stoppeur et qui éclaire l'écran;

 \rightarrow Observation de tâche claire sur champ sombre, dont la variation d'éclairement est:

 $\delta E _ n.\alpha.f$ \boldsymbol{E} a Défauts, inhomogénéïtés **Contraste de phase**



Journées thématiques « Défauts dans les cristaux », Lyon 2-3 Septembre 2021

Centre de Recherche sur les Ions, les Matériaux et la Photonique

La strioscopie

Explications physiques du contraste de phase:



Onde initiale de front Ω et d'expression:

Cimap



(Objet éclairé en lumière cohérente et la face de sortie de AB est ⊥ aux rayons incidents
→ Egalité des phases dans ce plan)

- Différence de phase φ entre les plans de fronts conjugués AB et A'B': $\Box > V'_0 = A \sin(\omega t - \varphi)$

université de Caen

cea

ENSICAEN

Centre de Recherche sur les lons, les Matériaux et la Photonique

La strioscopie

Explications physiques du contraste de phase:



Onde initiale de front Ω et d'expression:



(Objet éclairé en lumière cohérente et la face de sortie de AB est ⊥ aux rayons incidents
→ Egalité des phases dans ce plan)

- Différence de phase φ entre les plans de fronts conjugués AB et A'B': $\Box > V'_0 = A \sin(\omega t - \varphi)$

- Objet AB n'est plus d'épaisseur optique rigoureusement constante: (variations locales d'épaisseur (△e) et d'indice de réfraction (△n))

- Onde au regard de la **cavité** de diamètre **d** et d'épaisseur δe présente une **avance de phase** sur le front d'onde référence de phase $\varphi 1$ tel que:

- Onde au regard de la **bosse** de diamètre **d** et d'épaisseur δ **e** présente un **retard de phase** sur le front d'onde référence de phase φ **1** tel que:

$$\delta = (n-1).\Delta e$$

$$\Rightarrow \varphi 2 - \varphi 1 = \frac{2\pi\delta}{\lambda}$$

 $\varphi 3 < 0$

cea

Centre de Recherche sur les Ions, les Matériaux et la Photonique

La strioscopie

Explications physiques du contraste de phase:



Onde initiale de front Ω et d'expression:



(Objet éclairé en lumière cohérente et la face de sortie de AB est ⊥ aux rayons incidents
→ Egalité des phases dans ce plan)

- Différence de phase φ entre les plans de fronts conjugués AB et A'B': $\Rightarrow V'_0 = A.\sin(\omega t - \varphi)$

- Objet AB n'est plus d'épaisseur optique rigoureusement constante: (variations locales d'épaisseur (Δe) et d'indice de réfraction (Δn))

- Onde au regard de la **cavité** de diamètre **d** et d'épaisseur δe présente une **avance de phase** sur le front d'onde référence de phase $\varphi 1$ tel que:

- Onde au regard de la **bosse** de diamètre **d** et d'épaisseur δe présente un **retard de phase** sur le front d'onde référence de phase $\varphi 1$ tel que:

- Expression de l'onde dans le plan conjugué: $\implies V' = A \cdot \sin(\omega t - \varphi + \varphi_i)$

(Seule la phase subit des modifications locales, l'amplitude de vibration reste constante)

$$\Rightarrow \varphi 2 - \varphi 1 = \frac{2\pi\delta}{\lambda}$$

 $\phi 3 < 0$

🕽 🗢 🔹 🐨 👘

La strioscopie

Explications physique de la transformation d'un objet de phase en un objet d'amplitude:

Intensité de l'éclairement d'un point du plan image ∞ au carré de l'amplitude de l'onde

(plan image uniformément éclairé, l'œil n'étant pas sensible aux phénomènes de phase)

$$V' = A.\sin(\omega t - \varphi + \varphi_i) \iff V' = A.\cos(\varphi_i)\sin(\omega t - \varphi) + A\sin(\varphi_i)\cos(\omega t - \varphi + \frac{\pi}{2})$$

Brasse Gurvan

université de Caen

Cimap

cea

ENSICAEN

Explications physique de la transformation d'un objet de phase en un objet d'amplitude:

Intensité de l'éclairement d'un point du plan image ∞ au carré de l'amplitude de l'onde

(plan image uniformément éclairé, l'œil n'étant pas sensible aux phénomènes de phase)

$$V' = A.\sin(\omega t - \varphi + \varphi_i) \quad \Longleftrightarrow \quad V' = A.\cos(\varphi_i)\sin(\omega t - \varphi) + A\sin(\varphi_i)\cos(\omega t - \varphi + \frac{\pi}{2})$$

<u>**Hypothèse:**</u> les fluctuations locales de chemin optique introduite par l'objet restent petites par rapport à la longueur d'onde λ de la lumière.

$$V' = A.\sin(\omega t - \varphi) + A\varphi_i \cos(\omega t - \varphi + \frac{\pi}{2})$$

cea

 $\varphi_i \ll \frac{\pi}{2}$

Cimap

 $\cos(\varphi_i) \approx 1$ $\sin(\varphi_i) \approx \varphi_i$

Brasse Gurvan

université de Caen

Explications physique de la transformation d'un objet de phase en un objet d'amplitude:

Intensité de l'éclairement d'un point du plan image ∞ au carré de l'amplitude de l'onde

(plan image uniformément éclairé, l'œil n'étant pas sensible aux phénomènes de phase)

$$V' = A.\sin(\omega t - \varphi + \varphi_i) \quad \Longleftrightarrow \quad V' = A.\cos(\varphi_i)\sin(\omega t - \varphi) + A\sin(\varphi_i)\cos(\omega t - \varphi + \frac{\pi}{2})$$

<u>**Hypothèse:**</u> les fluctuations locales de chemin optique introduite par l'objet restent petites par rapport à la longueur d'onde λ de la lumière.

$$\Rightarrow \varphi_i \ll \frac{\pi}{2} \qquad \cos(\varphi_i) \approx 1 \qquad \sin(\varphi_i) \approx \varphi_i$$

cea

29

XCiMap

$$V' = A.\sin(\omega t - \varphi) + A\varphi_i \cos(\omega t - \varphi + \frac{\pi}{2})$$

Onde V' = Superposition de 2 ondes V'_0 et V'_i .

 $V'_0 = A.\sin(\omega t - \varphi)$ (Onde principale stoppée en grande partie et non affectée par la variation de chemin optique)

 \Rightarrow $V'_i = A.\varphi_i \cos(\omega t - \varphi + \frac{\pi}{2})$ (Onde secondaire, pouvant être décomposée en ondelette partielles locales d'amplitude sensiblement constante et en quadrature avec l'onde principale)

Intensité observée $\propto (A_{\phi_i})^2$ et aux variations de chemin optique

Explications physiques du filtrage spatial:



Onde principale V₀ stoppée

Tâche de diffraction très fine en S' de diamètre angulaire (2 x 1.22/D), D étant le diamètre de la lentille.

Cimap

Brasse Gurvan

université de Caen

Onde secondaire V'_i

 Tâche de diffraction plus étendue en S' de diamètre angulaire (2 x 1.22/d), d étant le diamètre de l'inhomogénéité.

cea

CINIS

ENSICAEN

Explications physiques du filtrage spatial:



Onde principale V₀ stoppée

Tâche de diffraction très fine en S' de diamètre angulaire (2 x 1.22/D), D étant le diamètre de la lentille.

Onde secondaire V'_i

Tâche de diffraction plus étendue en S' de diamètre angulaire (2 x 1.22/d), d étant le diamètre de l'inhomogénéité.

Ondelettes secondaires provenant des vibrations lumineuses « diffractées » par les irrégularités de l'objet.

(1) Fonction de diffraction de l'onde principale

Centre de Recherche sur les lons, les Matériaux et la Photonique



Séparation spatiale des ondes V₀ et V'_i

- Recouvrement de la tache centrale et des premiers anneaux de diffraction de l'onde principale par le stoppeur
- Léger voile sur le plan image, surtout sensible sur les bords de l'image (résidu de l'onde principale)

30

cea

université de Caen

. . . .

Centre de Recherche sur les lons, les Matériaux et la Photonique

La strioscopie

Explications physiques du filtrage spatial:



Onde principale V₀ stoppée

Tâche de diffraction très fine en S' de diamètre angulaire (2 x 1.22/D), D étant le diamètre de la lentille.

Onde secondaire V'_i

Tâche de diffraction plus étendue en S' de diamètre angulaire (2 x 1.22/d), d étant le diamètre de l'inhomogénéité.

Ondelettes secondaires provenant des vibrations lumineuses « diffractées » par les irrégularités de l'objet.



Séparation spatiale des ondes V₀ et V'₁

- Recouvrement de la tache centrale et des premiers anneaux de diffraction de l'onde principale par le stoppeur
- Léger voile sur le plan image, surtout sensible sur les bords de l'image (résidu de l'onde principale)

cea

université de Caen

Analyse des cristaux en strioscopie

Approche qualitative rapide et efficace: donne une information sur l'état des surfaces et sur le volume (voir petit film).



Cristal poli qualité laser « CaF₂:Yb³⁺ »



Cristal « CaF₂:Yb³⁺ » poli qualité spectro dont les faces n'ont pas la même taille



Cimap

Brasse Gurvan

université de Caen

Visualisation des défauts présents dans la masse (Voir film)

cea

ENSICAEN

Analyse des cristaux en strioscopie

Approche qualitative rapide et efficace: donne une information sur l'état des surfaces et sur le volume (voir petit film).



Cristal poli qualité laser « CaF₂:Yb³⁺ »



Cristal « CaF₂:Yb³⁺ » poli qualité spectro dont les faces n'ont pas la même taille



Visualisation des défauts présents dans la masse (Voir film)

Nécessité de mettre en place des critères quantitatifs pertinents et fiables pour comparer la qualité des cristaux étudiés

Une tentative de quantification basée sur le **traitement de l'image** et une **approche statistique** est proposée;

cea

Approche statistique pour le traitement quantitatif des résultats en strioscopie

Réaliser un histogramme des valeurs d'intensité des clichés obtenus en strioscopie



Possible d'appliquer des outils statistiques fiables aux histogrammes ainsi définis et de définir des critères de comparaison pertinents;

32

Centre de Recherche sur les lons, les Matériaux et la Photonique

Sensibilité des résultats obtenus en strioscopie

Corrélation entre clichés obtenus en strioscopie et observation en microscopie optique

Révélation de défauts de 10-20 μm de diamètre / largeur en strioscopie;



Centre de Recherche sur les lons, les Matériaux et la Photonique

Observation d'une portion de cristal en microscopie optique

Brasse Gurvan

université de Caen

CiMap

cea

Analyse des cristaux en strioscopie

Limitations des ces méthodes:

Avantages des ces méthodes:

- Nécessaire de travailler avec des paramètres d'acquisition de la caméra constants;
- Méthode de traitement limiter par la forme et les dimensions du cristal (parrallélépipèdes, disques);
- Les cristaux taillés à l'incidence de Brewster ne peuvent pas être analysés dans cette configuration expérimentale;

- Relativement simple à mettre en œuvre et peu coûteux;

- Méthodes non destructrices et non intrusives sur l'échantillon;
- Possibilité d'observer aisément les défauts de surface;
- Bonne sensibilité permettant de visualiser des défauts de surface de quelques microns;
- Possibilité de déterminer des critères qualité quantitatifs pertinents;



34



Merci pour votre attention!



I fait aussi beau en Normandie: La preuve !

Organisation d'une journée « Plateforme matériaux pour l'optique » au CIMAP à Caen en Novembre 2021



Centre de Recherche sur les Ions, les Matériaux et la Photonique





gurvan.brasse@ensicaen.fr Abdelmjid.benayad@ensicaen.fr Patrice.camy@ensicaen.fr



Journées thématiques « Défauts dans les cristaux », Lyon 2-3 Septembre 2021