

退火对熔石英表面损伤修复点损伤增长的影响

蒋勇 袁晓东 王海军 廖威 刘春明 向霞 邱荣 周强 高翔 杨永佳 郑万国 祖小涛 苗心向

Effect of thermal annealing on damage growth of mitigated site on fused silica

Jiang Yong Yuan Xiao-Dong Wang Hai-Jun Liao Wei Liu Chun-Ming Xiang Xia Qiu Rong Zhou Qiang Gao Xiang Yang Yong-Jia Zheng Wan-Guo Zu Xiao-Tao Miao Xin-Xiang

引用信息 Citation: [Acta Physica Sinica](#), 65, 044209 (2016) DOI: 10.7498/aps.65.044209

在线阅读 View online: <http://dx.doi.org/10.7498/aps.65.044209>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2016/V65/I4>

---

## 您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

强脉冲电子束辐照材料表面形貌演化的模拟

[Simulation on surface morphology evolution of metal targets irradiated by intense pulsed electron beam](#)

物理学报.2015, 64(21): 216102 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.216102>

基于 1/f 噪声的 NPN 晶体管辐照生电荷的定量分离

[Quantitative separation of radiation induced charges for NPN bipolar junction transistors based on 1/f noise model](#)

物理学报.2015, 64(13): 136104 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.136104>

0.18  $\mu\text{m}$  部分耗尽绝缘体上硅互补金属氧化物半导体电路单粒子瞬态特性研究

[Single event transients in a 0.18  \$\mu\text{m}\$  partially-depleted silicon-on-insulator complementary metal oxide semiconductor circuit](#)

物理学报.2015, 64(13): 136102 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.136102>

应用于精密振荡器的石英晶体温度特性研究

[Study of quartz temperature characteristics for precise oscillator applications](#)

物理学报.2013, 62(1): 014205 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.62.014205>

1064 nm 激光对中性密度滤光片的损伤机理研究

[Investigation of 1064-nm laser damage mechanism of neutral density filter](#)

物理学报.2012, 61(7): 076102 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.61.076102>

# 退火对熔石英表面损伤修复点损伤增长的影响\*

蒋勇<sup>1)</sup> 袁晓东<sup>2)</sup> 王海军<sup>2)</sup> 廖威<sup>2)</sup> 刘春明<sup>3)</sup> 向霞<sup>3)</sup> 邱荣<sup>1)</sup> 周强<sup>1)</sup>  
高翔<sup>1)</sup> 杨永佳<sup>1)</sup> 郑万国<sup>2)</sup> 祖小涛<sup>3)</sup> 苗心向<sup>2)†</sup>

1)(西南科技大学-中国工程物理研究院激光聚变研究中心极端条件物质特性联合实验室, 绵阳 621010)

2)(中国工程物理研究院激光聚变研究中心, 绵阳 621900)

3)(电子科技大学物理电子学院, 成都 610054)

(2015年9月13日收到; 2015年11月3日收到修改稿)

研究不同参数退火处理的熔石英表面损伤修复点再次损伤及损伤增长时的形貌和损伤增长率的差异, 同时与未退火的基底及修复点的损伤增长行为对比。结果表明: 未退火的修复点再次损伤后, 损伤点周围的裂纹会在应力的作用下继续扩展, 导致更加严重、尺寸更大的损伤点; 当退火处理将修复点周围应力导致的光程差控制在 25 nm 左右时, 虽损伤增长速率较快, 但可有效抑制裂纹扩展。同时研究结果也表明只要退火过程能将修复点周围应力导致的光程差控制在 10 nm 以下, 其损伤增长率与基底的损伤增长率没有明显差异, 从而可以有效控制修复点的损伤增长速率。研究结果可为分析应力对修复点损伤增长的影响、指导退火参数的优化提供参考。

**关键词:** 熔石英, 损伤增长, 裂纹扩展, 退火

**PACS:** 42.70.Ce, 61.80.Ba, 61.80.-x, 61.72.Cc

**DOI:** 10.7498/aps.65.044209

## 1 引言

熔石英光学元件是高功率固体激光装置, 如美国的国家点火装置、法国的兆焦耳装置和中国的神光-III 中的重要组成部分<sup>[1]</sup>。目前先进的制造和抛光工艺(如磁流变抛光<sup>[2]</sup>)以及后处理工艺(如氢氟酸刻蚀<sup>[3]</sup>)在很大程度上提升了元件的抗激光损伤能力。但装置在运行过程中仍然会出现激光诱导元件损伤的现象。在后续激光辐照中, 如果这些损伤点不增长, 则可以认为元件的一些光学特性(如透过率、激光损伤阈值等)是可以接受的。但如果损伤点在后续激光作用下发生损伤增长, 元件的光学性能会随损伤点尺寸的增大而降低(目前广泛认为损伤点尺寸随辐照发次成指数形式增长<sup>[4,5]</sup>), 直至元件的不可用。就目前而言, 元件的损伤已严重影响

了元件的使用寿命、制约了装置通量的进一步提升。一直以来, 对于熔石英元件的损伤机理及抑制措施的研究从未停止过。

目前, 抑制初始损伤点损伤增长最有效的方法是采用 CO<sub>2</sub> 激光高温熔融的方式修复横向尺寸小于 400 μm, 深度小于 200 μm 的损伤点<sup>[6–9]</sup>。最终将不规则分布且含有大量杂质和裂纹的损伤点熔融成一个光滑的高斯分布的坑洞<sup>[10]</sup>。由于修复结束后材料在空气自然冷却, 温度的骤降过程最终会在修复点周围形成一定大小的应力<sup>[11,12]</sup>。研究表明修复点的抗激光损伤阈值可以达到甚至超过基底的损伤阈值<sup>[13]</sup>, 从而有效地抑制初始损伤点的损伤增长, 延长了元件的使用寿命。

然而, 由于激光能量波动、修复参数等因素的影响, 修复过程很可能导致损伤修复的不完整<sup>[10]</sup>, 会在修复点上形成气泡<sup>[14,15]</sup>、修复导致材料气化

\* 国家自然科学基金青年科学基金(批准号: 61505170, 61505171)、国家自然科学基金委员会-中国工程物理研究院联合基金(批准号: U1530109) 和西南科技大学自然科学基金(批准号: 13zx7120) 资助的课题。

† 通信作者。E-mail: miaoxinxiang.714@163.com

而最终在修复点周围形成烧蚀沉淀物<sup>[16,17]</sup>以及搬运和清洗过程中附上的痕量离子<sup>[18]</sup>和有机物<sup>[19]</sup>, 这些因素可诱导修复点再次损伤以及在后续激光辐照下的损伤增长。因修复点周围存在应力, 会加剧损伤点上的裂纹在激光辐照后的扩展速度, 导致更严重的损伤事件。为抑制应力可能导致的裂纹扩展, 目前采用高温退火方式可以有效控制或消除修复点周围的应力<sup>[11]</sup>。美国劳伦斯利弗莫尔国家实验室 Raman 曾利用高温退火来消除基底元件损伤后形成的应力, 结果表明消除初始损伤点上形成的应力, 可以在一定程度上减小初始损伤点的损伤增长速率<sup>[20]</sup>, 但他们并未针对修复点的损伤增长进行相应研究。目前仅见国内刘红捷等<sup>[21]</sup>和 Xu 等<sup>[22]</sup>对此问题的研究, 但是都未对退火后修复点的损伤增长性能进行相关研究。

本文正是基于此问题, 综合研究经不同退火参数处理的修复点损伤增长的行为, 同时与基底和未退火修复点的损伤增长形貌及行为进行全面对比, 探讨和分析退火对修复点损伤增长的具体影响。研究结果可以进一步分析应力对修复点损伤增长的影响, 指导对退火参数的优化。

## 2 实验过程

样品为 Corning 7980 远紫外熔石英光学玻璃, 尺寸为  $60\text{ mm} \times 40\text{ mm} \times 5\text{ mm}$ 。首先采用一定浓度的氢氟酸(HF)溶液对样品进行刻蚀处理, 充分消除样品表面的抛光重沉积层及暴露样品亚表面缺陷。为保证测试数据的可对比性, 所有样品均来自于同一批样品, 并进行 R-on-1 损伤阈值测试, 确保所有样品基底的损伤阈值基本一致。

采用波长为  $355\text{ nm}$ , 脉宽为  $6.3\text{ ns}$  的 Nd:YAG 激光器在样品上制造至少 20 个损伤点, Spiricon 光斑分析仪测得辐照至样品后表面的光斑面积为  $0.23\text{ mm}^2(1/e^2)$ 。损伤点的尺寸范围为  $200\text{--}300\text{ }\mu\text{m}$ 。为保证修复后应力不互相影响, 损伤点相邻间隔为  $4\text{ mm}$ 。采用波长  $10.6\text{ }\mu\text{m}$ 、峰值功率为  $100\text{ W}$ 、出口光斑尺寸为  $3.8\text{ mm} \pm 0.3\text{ mm}$ 、光束发散角为  $3\text{ mrad}$ 、光斑为空间高斯分布的 CO<sub>2</sub> 激光器(GEM-100 L)对损伤点进行非蒸发式修复。修复过程中 CO<sub>2</sub> 激光通过焦距为  $10\text{ cm}$  的 ZnSe 透镜进行聚焦, 并采用刀口法确保辐照在样品上的激光光斑直径为  $3\text{ mm}$ 。损伤修复的具体参数及详细

过程可见参考文献[6]。

实验中采用上海意丰电炉有限公司生产的箱式退火炉来控制修复点周围的残余应力, 其温控精度为  $\leq \pm 1.5\text{ }^\circ\text{C}$ 。退火包括升温、保温和降温三个过程。退火过程中以  $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  的升温速度加热样品至设定温度, 然后保温一定时间, 保温结束后则以  $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  的降温速度将样品冷却至室温。为控制退火对元件面形的影响, 考虑到康宁熔石英元件的应变温度点为  $893\text{ }^\circ\text{C}$ 。实验中主要选取  $650$ ,  $750$  和  $850\text{ }^\circ\text{C}$  三个低于应变点的温度段, 并以  $750\text{ }^\circ\text{C}$  为主要研究对象, 其退火时间分别为  $6$ ,  $8$ ,  $10$  和  $12\text{ h}$ 。而  $650$  和  $850\text{ }^\circ\text{C}$  处理的样品均只保温  $10\text{ h}$ , 每个样品只采用一个参数进行处理。

为进一步减少退火环境对元件表面产生的污染, 保障元件的抗损伤能力, 整个退火过程样品都置于石英保护盒中。退火后将样品置于质量分数为  $1\%$  的 HF 溶液中刻蚀  $15\text{ min}$ , 样品的整体抗激光损伤能力可恢复, 同时刻蚀处理不会影响元件的透射波前和表面粗糙度。

经退火及 HF 处理后的样品再进行损伤增长研究, 采用的紫外激光参数如上所述。为保证实验结果更具对比性, 实验中也对未退火的修复点和样品基底进行损伤阈值测试。退火处理前后的样品均采用 PTC-702 应力仪(精度为  $\pm 1.5\text{ nm}$ )拍摄其应力分布以及测量应力导致的光程差。因目前无法定量测试退火后应力值的具体大小, 实验中均采用光程差来反映应力值的大小。对于同一 CO<sub>2</sub> 激光光斑辐照得到的修复点, 如果导致的光程差越大, 说明其形成的应力越大。

为监测修复点的损伤增长过程, 采用科学级电荷耦合器件在线监测各发次诱导损伤增长后的形貌; 采用光学显微镜和应力仪离线观察损伤点的最终形貌及裂纹发展以及对应力的影响。

## 3 实验结果与讨论

### 3.1 初始损伤点尺寸与初始损伤增长能量的关系

对修复点而言, 虽然存在一定的残余应力有助于提升修复点的抗激光损伤能力, 但如果修复点再次损伤且在后续的激光辐照中会导致损伤增长。实验观察结果表明, 修复点的损伤增长速率与基底材料的增长速率行为存在一定差异。通常情况下, 增

长速率的快慢与初始损伤点尺寸及辐照激光能量有关。在相同辐照激光能量下，初始损伤点尺寸极大程度上影响了损伤增长速率。因此，损伤研究初始点的尺寸与初始损伤增长能量的关系也是考核修复点损伤能力的因素之一。

以 $850^{\circ}\text{C}$ , 10 h 处理后的样品作为与基底对比的对象，经此参数处理后的修复点在应力仪下已观察不到应力。实验中首先以 R-on-1 的方式在基底或修复点上制造损伤点，测量每个损伤点的尺寸，然后再采用 R-on-1 的方式，逐渐提升激光能量辐照损伤点，当观察到损伤增长时，即认为此辐照能量为损伤增长阈值。图 1 为损伤初始尺寸与损伤增长阈值的关系。可以看出，无论是基底还是修复点，其初始损伤尺寸与损伤增长阈值皆呈递减形式，即初始损伤点尺寸越大，其损伤增长阈值越低。另外，从图 1 可以看出，在相同的辐照通量下，修复点上的初始损伤点总体上比基底更容易诱导损伤增长。

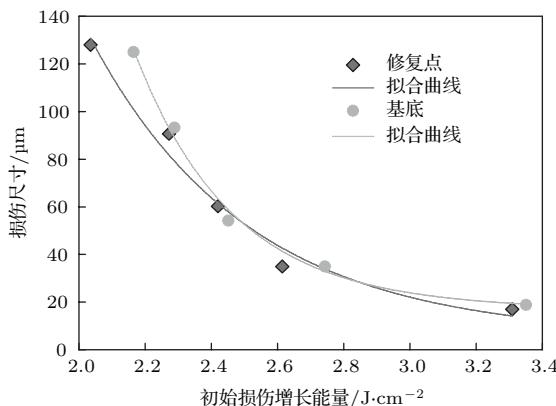


图 1 (网刊彩色) 初始损伤点尺寸与损伤增长阈值的关系  
Fig. 1. (color online) Correlation between initiation size of damage site and damage growth threshold.

### 3.2 损伤增长对比研究

虽然完全退火的修复点比基底更容易诱导损伤增长，但图 1 表明在 $20\text{--}60\text{ }\mu\text{m}$ 范围内的初始损伤点所对应的初始损伤增长能量差异幅度并不大，不能完全决定修复点的损伤增长速度，因此有必要综合分析不同应力状态下损伤增长速率的差异。图 2 为实验中不同参数处理后修复点导致的平均光程差分布，每种类型的修复点至少 20 个。可以看出，修复点在经 $850^{\circ}\text{C}$ , 10 h 处理后，应力已完全消除；而经 $750^{\circ}\text{C}$ , 12 h 处理后，应力值也已接近

零。如第 2 部分实验过程中所述，光程差越大，修复点周围的残余应力值越大。这意味着退火温度越远离熔石英材料的应变温度，退火消除应力的效果也就越差。

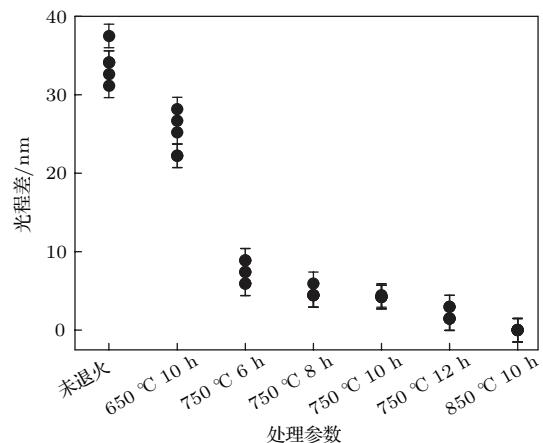
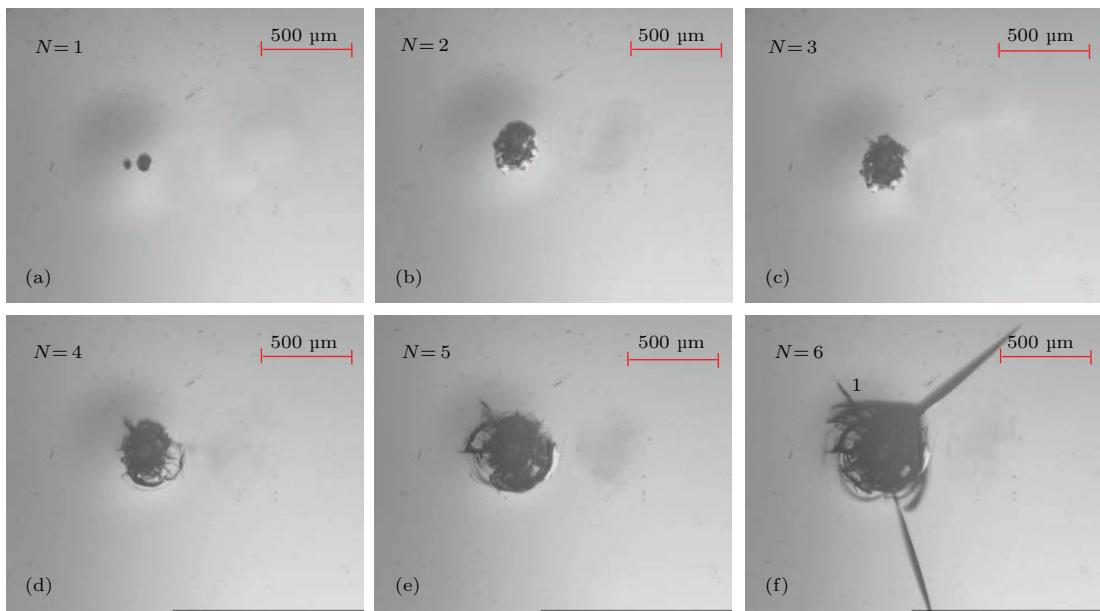
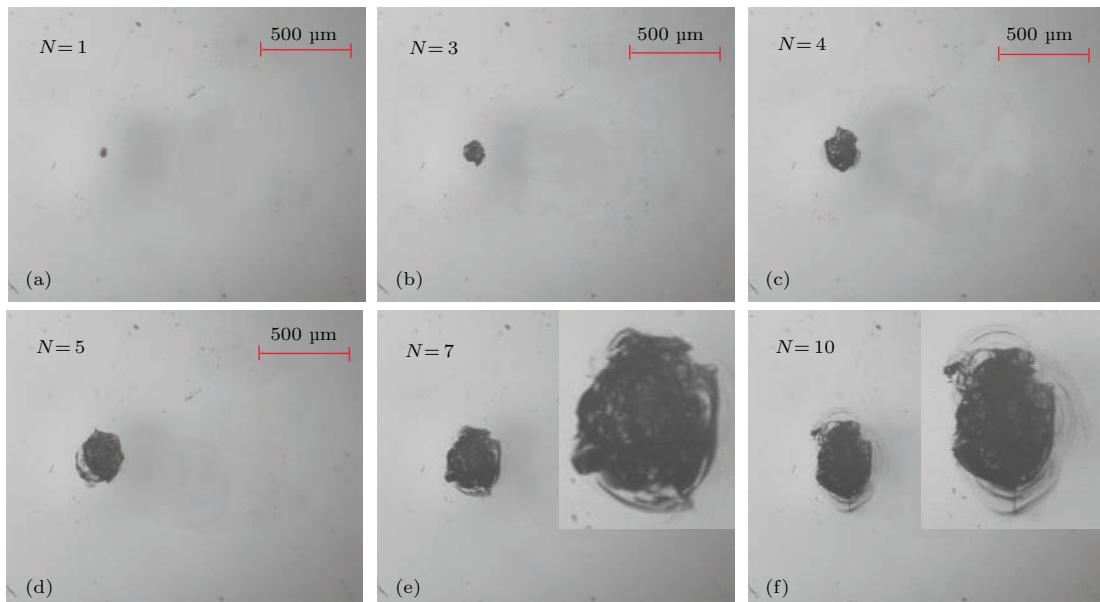


图 2 不同参数处理后修复点导致的光程差  
Fig. 2. Retardation of mitigated site treated by different parameters.

基于上述结果，实验过程中首先采用 R-on-1 的方式在不同样品上获得范围在 $20\text{ }\mu\text{m}$ 至 $60\text{ }\mu\text{m}$ 的初始损伤点，然后以 $2\text{ J/cm}^2$ 能量为基准，再以 $0.5\text{ J/cm}^2$ 的能量逐渐递增，直至 $3.5\text{ J/cm}^2$ 为止，即测量修复点在 4 个不同能量点时所对应的损伤增长行为。测量过程中能量有微小波动，以实际的检测能量为准。损伤点损伤增长的尺寸控制在 $500\text{ }\mu\text{m}$ 左右，一旦达到该尺寸时，则停止辐照。

图 3 和图 4 分别给出了未经退火处理和经退火将应力完全消除后修复点损伤增长过程中典型的形貌分布图。可以看出，未经退火处理的修复点的损伤增长速率明显高于经退火处理后的样品。未经退火处理的样品在辐照 6 发次后的尺寸就已经达到 $500\text{ }\mu\text{m}$ ，而经退火处理的样品在辐照 10 发次后才达到这个尺寸。最为明显的是，虽然随着损伤点尺寸的增长，两种类型损伤点周围都会出现裂纹。但是未经退火处理的修复点损伤后，损伤点周围的裂纹会在应力的作用下扩展，形成一个更大、更严重的损伤点。更为严重的是，离线观察发现图 3(f) 中标识为 1 的较长裂纹在应力作用下继续扩展，形成新的裂纹。而其他裂纹也有一定扩展，最终形成图 5(a) 所示的损伤点，损伤点周围已包含三条较大尺度的扩展裂纹，损伤变得更为严重。

图3 未退火修复点损伤增长变化图, 图中左上角  $N$  为辐照发次Fig. 3. Damage growth image of unannealed mitigated site.  $N$  is irradiation number in the top left corner.图4 850 °C, 10 h 退火后修复点损伤增长变化图, 图中左上角  $N$  为辐照发次Fig. 4. Damage growth images of mitigated site treated at 850 °C for 10 h.  $N$  is irradiation number in top left corner.

从图5中也可以看到一个非常明显的现象。三条长裂纹的扩展均未超出图5(a)中虚线标识的激光影响区域。从图5(b)可以看出, 激光影响区域刚好是修复点周围形成的应力区域, 即在最大应力区域就停止扩展。产生这样的原因应与应力在修复点周围的分布特点有关。应力在此处于最大值状态, 裂纹的出现导致应力的释放, 使得修复点周围的应力明显减小, 进而阻止裂纹的进一步扩展。

值得注意的是, 实验中对比各参数处理后样

品的损伤演化结果表明, 仅仅只有未经退火处理的修复点在损伤增长过程中会出现裂纹的扩展现象。虽然如图2所示的经650 °C, 10 h退火处理后的样品仍有较大的残余应力(平均光程差为25 nm), 但没有观察到任何损伤点在增长过程中有裂纹扩展的现象, 唯一的差异只是体现在损伤增长速率上。图6是修复点经650, 750和850 °C 10 h退火处理后在不同激光辐照通量下的损伤增长结果。

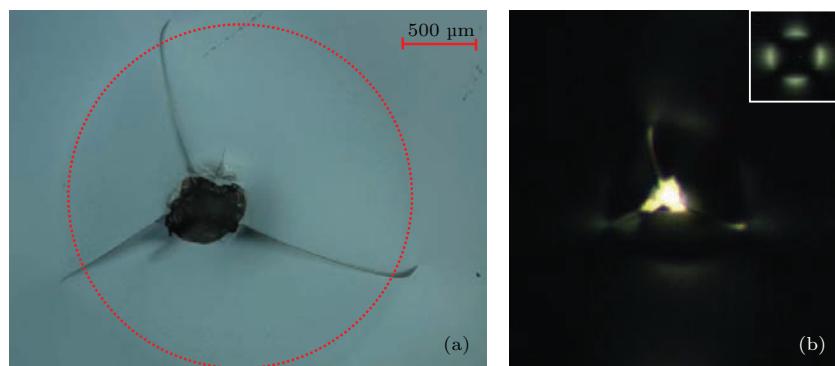


图 5 图 3(f) 损伤点离线观察的 (a) 光学显微图和 (b) 应力分布图, 其中 (b) 中右上角应力图为修复点损伤测试前的应力分布图

Fig. 5. (a) Off-line optical microscope image and (b) stress distribution image corresponding to fig. 3(f). The stress distribution in the top right corner of (b) is the stress before the damage test.

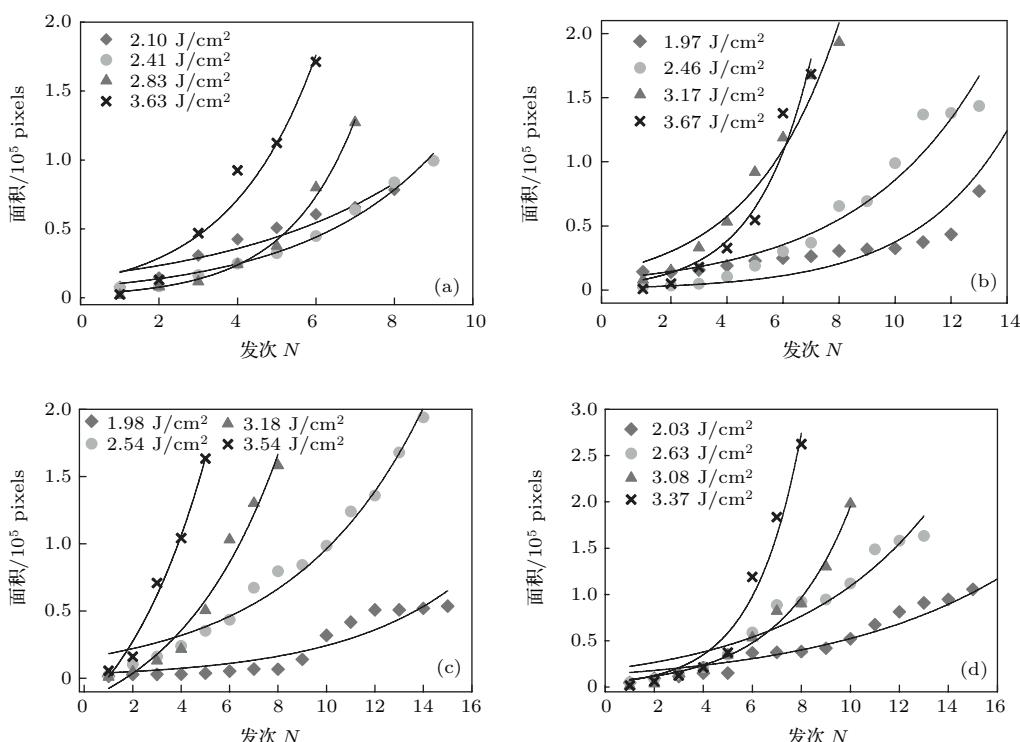


图 6 (网刊彩色) 样品分别经 (a) 650 °C, (b) 750 °C 和 (c) 850 °C, 10 h 退火以及 (d) 750 °C, 12 h 退火处理后在不同辐照通量下的损伤增长曲线

Fig. 6. (color online) Damage growth curves of sample annealed at (a) 650 °C, (b) 750 °C and (c) 850 °C for 10 h, and (d) 750 °C for 12 h irradiated with different laser fluence.

图 7 给出了未经退火处理的基底和修复点在不同激光辐照通量下的损伤增长结果。实验中为更准确地研究损伤点随辐照发次的变化规律, 通过测量采集损伤点的像素来反映损伤点的面积。可以看出, 随着修复点周围应力的不断减小, 损伤点增长达到一定面积所对应的激光发次也在逐渐增加。以辐照能量大约为 3.5 J/cm<sup>2</sup>, 损伤点面积达到  $1 \times 10^5$  pixel 为例, 未经退火处理的基底和修复点需要大于 5 发和小于 4 发次激光辐照, 而经 650,

750 和 850 °C, 10 h 退火处理后的样品则分别需要 4 发、大于 5 发和 4 发次的激光辐照。值得注意的是, 辐照发次的微小波动可能受到激光能量的波动和初始损伤点的尺寸的影响。损伤增长过程中, 如果辐照激光能量越高, 初始损伤点的尺寸越大, 会导致损伤增长速率的增加, 达到一定损伤面积时对应的辐照发次则相应减小, 但其服从指数增长这个总体规律没有改变。

为研究不同处理样品在不同激光辐照通量

下的具体损伤增长规律, 根据损伤增长规律表达式<sup>[23]</sup>:

$$L = L_0 e^{\alpha N}, \quad (1)$$

其中  $L_0$  初始损伤点的横向尺寸,  $N$  为辐照发次,  $\alpha$  为损伤增长系数, 可将其损伤增长系数进行对比。从图 8 所示的损伤增长系数演化图可以看出, 未退火和经  $650^\circ\text{C}$ ,  $10\text{ h}$  退火处理后的修复点的损伤增长系数明显高于其他样品, 而其他几类样品的损伤增长系数变化差异不大。导致这一段情况的原因之一应与修复点周围材料的致密化程度有关。Feit 等<sup>[24]</sup>指出,  $\text{CO}_2$  激光修复损伤点后, 修复点周围处于高度致密化的状态, 通过退火可以改变修复点的形貌分布, 从而可以改变其致密化程度。致密化程度的改变在一定程度上也影响了修复点的抗激光损伤能力, 从而也影响损伤增长的速度。但具体的原因还有待进一步的研究。

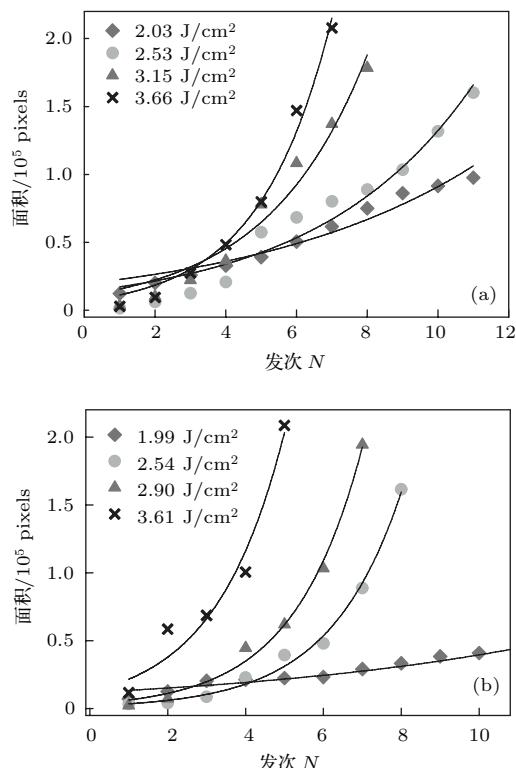


图 7 (网刊彩色) (a) 未退火基底和 (b) 修复点样品在不同激光辐照通量下的损伤增长曲线

Fig. 7. (color online) Damage growth curves of (a) unannealed substrate and (b) mitigated site irradiated with different laser fluence.

基于不同参数下得到的损伤增长规律, 同时结合图 2 所示的光程差分布图可以得出, 为避免修复点再次损伤时导致的快速损伤增长, 可将修复点周

围的应力所导致的光程差控制在  $10\text{ nm}$  以下。又根据 Cormont 等<sup>[25]</sup>的研究结果, 修复点周围存在一定的应力, 可在一定程度上提升修复点的抗激光损伤能力。因此, 这样控制的结果具有一举两得的效果。

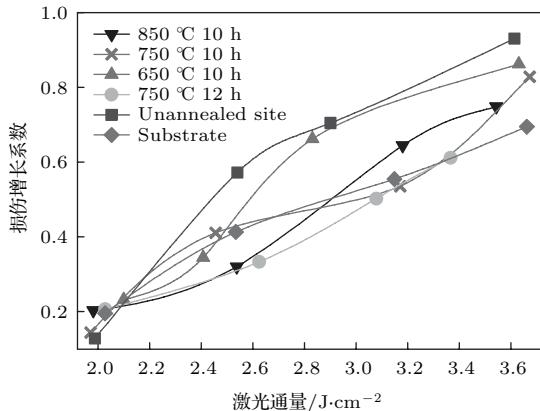


图 8 (网刊彩色) 不同样品在不同激光辐照通量下损伤增长系数的变化

Fig. 8. (color online) Damage growth coefficient of different sample irradiated with different laser fluence.

## 4 结 论

对损伤修复点再次损伤时的初始损伤点尺寸与损伤增长阈值、损伤演化形貌及不同能量下损伤面积的演化和增长系数的研究表明, 未经退火处理的修复点一旦发生损伤增长, 应力会导致损伤点周围裂纹扩展这样更严重的损伤行为。当修复点经过  $650$ ,  $750$  和  $850^\circ\text{C}$  等不同退火温度, 保温时间由至少  $6\text{ h}$  到最多  $12\text{ h}$  的不同参数退火处理后, 虽损伤增长速率有较大差异, 但裂纹扩展现象可得到有效控制。如果将修复点周围应力导致的光程差控制在  $10\text{ nm}$  以下, 可以既保证损伤增长系数与基底的损伤增长无较大差异, 又可在一定程度上提升修复点的抗激光损伤能力, 修复点再次损伤且造成加快损伤增长的概率可进一步降低。研究结果表明, 对修复点的退火处理是一项一举两得的工作。因此, 本文研究结果对于指导修复点的进一步退火处理研究具有指导意义。

## 参考文献

- [1] Zhang C C, Zhang L J, Liao W, Yan Z H, Chen J, Jiang Y L, Wang H J, Luan X Y, Ye Y Y, Zheng W G 2015 *Chin. Phys. B* **24** 024220

- [2] Catrin R, Neupert J, Taroux D, Cormont P, Maunier C, Lambert S 2014 *Opt. Eng.* **53** 092010
- [3] Suratwala T I, Miller P E, Bude J D, Steele W A, Shen N, Monticelli M V, Feit M D, Laurence T A, Norton M A, Carr C W 2011 *J. Am. Ceram. Soc.* **94** 416
- [4] Lemaignère L, Dupuy G, Bourgeade A, Benoist A, Roques A, Courchinoux R 2014 *Appl. Phys. B* **114** 517
- [5] Ma B, Ma H P, Jiao H F, Cheng X B, Wang Z S 2014 *Opt. Laser Technol.* **57** 136
- [6] Jiang Y, Xiang X, Liu C M, Luo C S, Wang H J, Yuan X D, He S B, Ren W, Lü H B, Zheng W G 2012 *Chin. Phys. B* **21** 064219
- [7] Jiang Y, He S B, Yuan X D, Wang H J, Liao W, Lü H B, Liu C M, Xiang X, Qiu R, Yang Y J 2014 *Acta Phys. Sin.* **63** 068105 (in Chinese) [蒋勇, 贺少勃, 袁晓东, 王海军, 廖威, 吕海兵, 刘春明, 向霞, 邱荣, 杨永佳 2014 物理学报 **63** 068105]
- [8] Elhadj S, Matthews M J, Guss G M, Bass I L 2013 *Appl. Phys. B* **113** 307
- [9] Matthews M J, Yang S T, Shen N, Elhadj S, Raman R N, Guss G, Bass I L, Nostrand M C, Wegner P J 2015 *Adv. Eng. Mater.* **17** 247
- [10] Jiang Y, Liu C M, Luo C S, Yuan X D, Xiang X, Wang H J, He S B, Lü H B, Ren W, Zheng W G 2012 *Chin. Phys. B* **21** 054216
- [11] Jiang Y, Xiang X, Liu C M, Wang H J, Liao W, Lü H B, Yuan X D, Qiu R, Yang Y J, Zheng W G 2015 *J. Non-Cryst. Solids* **410** 88
- [12] Gallais L, Cormont P, Rullier J L 2009 *Opt. Express* **17** 23488
- [13] Jiang Y, Xiang X, Yuan X D, Liu C M, Wang H J, Luo C S, He S B, Lü H B, Zheng W G, Zu X T 2013 *Laser Phys.* **23** 026001
- [14] Jiang Y, Qiu R, Yang Y J, Liao W, Wang H J, Yuan X D, Liu C M, Xiang X, Zu X T 2014 *J. Optoelectron. Laser* **7** 1326 (in Chinese) [蒋勇, 邱荣, 杨永佳, 廖威, 王海军, 袁晓东, 刘春明, 向霞, 祖小涛 2014 光电子·激光 **7** 1326]
- [15] Guss G, Bass I, Dragoo V, Hackel R, Payne S, Lancaster M, Mak P 2006 *Proc. SPIE* **6403** 64030M
- [16] During A, Bouchut P, Coutard J G, Leymarie C, Bercegol H 2006 *Proc. SPIE* **6403** 640323
- [17] Jiang Y, Xiang X, Liu C M, Yuan X D, Yang L, Yan Z H, Wang H J, Liao W, Lü H B, Zheng W G 2012 *Chin. J. Lasers* **39** 61 (in Chinese) [蒋勇, 向霞, 刘春明, 袁晓东, 杨亮, 晏中华, 王海军, 廖威, 吕海兵, 郑万国 2012 中国激光 **39** 61]
- [18] Bude J, Miller P, Baxamusa S, Shen N, Laurence T, Steele W, Suratwala T, Wong L, Carr W, Cross D 2014 *Opt. Express* **22** 5839
- [19] Baxamusa S, Miller P E, Wong L, Steele R, Shen N, Bude J 2014 *Opt. Express* **22** 29568
- [20] Raman R N, Negres R A, Matthews M J, Carr C W 2013 *Opt. Mater. Express* **3** 765
- [21] Liu H J, Huang J, Wang F R, Zhou X D, Jiang X D, Wu W D 2010 *Acta Phys. Sin.* **59** 1308 (in Chinese) [刘红婕, 黄进, 王凤蕊, 周信达, 蒋晓东, 吴卫东 2010 物理学报 **59** 1308]
- [22] Xu S Z, Zu X T, Yuan X D 2011 *Chin. Opt. Lett.* **9** 061405
- [23] Negres R A, Norton M A, Cross D A, Carr C W 2010 *Opt. Express* **18** 19966
- [24] Feit M D, Matthews M J, Soules T F, Stolken J S, Vignes R M, Yang S T, Cooke J D 2010 *Proc. SPIE* **7842** 78420O
- [25] Cormont P, Gallais L, Lemaignère L, Rullier J L, Combis P, Hebert D 2010 *Opt. Express* **18** 26068

# Effect of thermal annealing on damage growth of mitigated site on fused silica<sup>\*</sup>

Jiang Yong<sup>1)</sup> Yuan Xiao-Dong<sup>2)</sup> Wang Hai-Jun<sup>2)</sup> Liao Wei<sup>2)</sup> Liu Chun-Ming<sup>3)</sup>  
Xiang Xia<sup>3)</sup> Qiu Rong<sup>1)</sup> Zhou Qiang<sup>1)</sup> Gao Xiang<sup>1)</sup> Yang Yong-Jia<sup>1)</sup>  
Zheng Wan-Guo<sup>2)</sup> Zu Xiao-Tao<sup>3)</sup> Miao Xin-Xiang<sup>2)</sup><sup>†</sup>

1) (Joint Laboratory for Extreme Conditions Matter Properties, Southwest University of Science and Technology and Research Center of Laser Fusion, China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621010, China)

2) (Research Center of Laser Fusion, China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621900, China)

3) (School of Physical Electronics, University of Electronic Science and Technology of China, Chengdu 610054, China)

(Received 13 September 2015; revised manuscript received 3 November 2015)

## Abstract

Residual stresses will be formed around the mitigated site after the damaged site is irradiated by 10.6 μm CO<sub>2</sub> laser. Using those mitigated sites can improve the damage resistance ability in optics, and once the reinitiating damage occurs, the damaged site will grow under the subsequent irradiation and large fracture may form around the mitigated site. In this study, the annealing temperatures 650, 750 and 850 °C, and time durations 6, 8, 10 and 12 h are used to anneal the samples. The sample annealed at 750 °C is the main research object of this study, while the sample annealed at 650 °C or 850 °C is only treated for 10 h. The differences of damage growth morphology and velocity of mitigated site on fused silica treated under those annealing conditions are investigated when it is damaged once again. Results are also compared with the damage growth behaviors of the unannealed substrate and mitigated site. It is indicated that the damage growth data still fit to an exponential curve even for the unannealed mitigated site. However, for the unannealed mitigated site, a more serious and larger size of damage site will be formed when the reinitiating damage occurs. It is mainly attributed to the fast propagation of crack under the effect of residual stress around the mitigated site. This behavior can be effectively controlled by the annealing treatment. Results show that the crack propagation behavior can be avoided when the retardation of mitigated sites is controlled in the range of 25 nm; moreover, the damage growth velocity and coefficient will gradually decrease with the increase of the annealing duration and annealing temperatures. A notable result indicates that there is no difference between the mitigated site and substrate when the retardation of mitigated sites is controlled below 10 nm, especially for the samples treated at 750 °C for 12 h and 850 °C for 10 h. Moreover, the reported investigation indicates that the stresses can still improve the damage resistance ability in optics. This is the most desirable outcome of the annealing treatment. Thus, the investigation results can provide a reference on how to analyze the effect of stress on damage growth of mitigated site and optimize the annealing parameters.

**Keywords:** fused silica, damage growth, crack propagation, annealing

**PACS:** 42.70.Ce, 61.80.Ba, 61.80.-x, 61.72.Cc

**DOI:** 10.7498/aps.65.044209

\* Project supported by the Young Scientists Fund of the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 61505170, 61505171), the Joint Fund of the National Natural Science Foundation of China and the China Academy of Engineering Physics (Grant No. U1530109), and the National Natural Science Foundation of Southwest University of Science and Technology, China (Grant No. 13zx7120).

† Corresponding author. E-mail: miaoxinxiang.714@163.com