



HAL
open science

Fibres optiques nanostructurées : contrôle de la taille des nanoparticules d'oxyde

Valérie Mauroy, Wilfried Blanc, Michèle Ude, Stanislaw Trzesien, Luan Nguyen, Bernard Dussardier

► **To cite this version:**

Valérie Mauroy, Wilfried Blanc, Michèle Ude, Stanislaw Trzesien, Luan Nguyen, et al.. Fibres optiques nanostructurées : contrôle de la taille des nanoparticules d'oxyde. 29^{èmes} Journées Nationales de l'Optique Guidée, Oct 2010, Besançon, France. hal-00535679

HAL Id: hal-00535679

<https://hal.science/hal-00535679>

Submitted on 12 Nov 2010

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.

FIBRES OPTIQUES NANOSTRUCTURÉES : CONTRÔLE DE LA TAILLE DES NANOPARTICULES D'OXYDE

Valérie Mauroy¹, Wilfried Blanc¹, Michèle Ude¹, Stanislaw Trzesien¹, Luan Nguyen², et Bernard Dussardier¹

¹ Laboratoire de Physique de la Matière Condensée, Université de Nice-Sophia Antipolis, CNRS UMR 6622, Parc Valrose, 06108 Nice, Cedex 2, France

² Centre de Recherche sur l'Hétéro-Epitaxie et ses Applications, CNRS UPR 10, rue Bernard Gregory, Les Lucioles 1, 06560 Valbonne Sophia Antipolis, France

valerie.mauroy@unice.fr

RÉSUMÉ

Le développement de nouvelles fibres optiques amplificatrices nécessite de s'affranchir des limitations spectroscopiques imposées par la silice. Pour cela, nous avons choisi d'encapsuler les ions luminescents dans des nano-particules d'oxyde. Elles sont obtenues par séparation de phase déclenchée par des cycles thermiques nécessaires à la réalisation d'une préforme par le procédé MCVD. Les résultats obtenus montrent que les conditions de fabrication, en particulier la porosité de la couche de coeur de la préforme, modifient la taille moyenne et la distribution de taille des nano-particules.

MOTS-CLEFS : *fibres optiques ; nano-particules ; séparation de phase ; erbium.*

1. INTRODUCTION

Les recherches sur les fibres optiques amplificatrices dopées aux terres rares sont orientées vers la réduction de la taille de ces composants et/ou sur une meilleure efficacité en terme de puissance extraite. La silice est utilisée comme matériau de base, cependant, malgré sa fiabilité, sa compatibilité avec les applications et son faible coût, elle a certaines limitations. La première est la forte énergie de phonons par rapport à d'autres verres, la seconde concerne les propriétés spectroscopiques des terres rares (telles que la forme, la largeur, l'énergie moyenne, la durée de vie de la courbe spectrale de gain) qui sont imposées par la composition et la structure de la silice.

Le champ d'investigation choisi ici s'adresse au second problème : il consiste à modifier et contrôler l'environnement proche des ions luminescents dans les fibres optiques. La solution étudiée est l'isolement des ions luminescents dans des zones vitreuses ou cristallines (des nano-particules) dans le but d'offrir de nouvelles propriétés spectroscopiques. Ces particules devront être de petites dimensions afin de limiter les pertes optiques [1]. Nous cherchons plus particulièrement à développer une méthode de nanostructuration du coeur de la fibre par le procédé MCVD (Modified Chemical Vapor Deposition) qui est celui employé pour la production des fibres commerciales. Pour obtenir cette nanostructuration, de faibles concentrations de terres alcalines sont ajoutées à la silice. Cet ajout permet de déclencher une séparation de phase dans le coeur des fibres optiques. Des particules sphériques riches en modificateur (terre alcaline) sont alors formées dans une matrice riche en silice. On parle alors de démixtion par nucléation / croissance [2].

Dans un premier temps, nous avons étudié l'influence de la terre alcaline (Ca, Mg, Sr) sur la formation des nano-particules. Nous avons montré que l'ajout de calcium conduit à des particules dont le diamètre moyen est de l'ordre de 100 nm, limitant fortement la propagation de la lumière dans la fibre [3]. L'incorporation de magnésium s'est révélée plus prometteuse puisque les diamètres des nano-particules sont inférieurs à 50 nm, conduisant à une atténuation de 0,4 dB/m à 1300 nm [4], compatible avec les applications visées. De plus, quelle que soit la terre alcaline incorporée, nous avons observé des modifications des propriétés spectroscopiques des ions luminescents. Er^{3+} . Notre intérêt se porte maintenant sur l'influence des conditions de fabrication sur la formation des nano-particules. Nous choisissons

d'utiliser comme ions luminescents des ions erbium qui serviront de sonde spectroscopique. Dans cette présentation, nous nous focaliserons plus particulièrement sur un paramètre de fabrication : les conditions de synthèse du coeur.

2. PRÉPARATION DES FIBRES

Les préformes et les fibres sont préparées au LPMC par la technique MCVD. Les ions magnésium et erbium sont incorporés par une imprégnation de la couche de coeur déposée poreuse [5]. Du germanium et du phosphore sont aussi ajoutés à la couche de coeur. Les préformes sont ensuite séchées à chaud sous atmosphère sèche. Les couches poreuses sont densifiées pour obtenir des couches de verre homogènes. Enfin, les tubes de silice sont rétreints en préformes. Les différents cycles thermiques appliqués permettent de déclencher les mécanismes de séparation de phase et d'obtenir des nano-particules. Les concentrations typiques en Er^{3+} est d'environ 90 ppm atomique et de 300 ppm atomique pour le magnésium. Afin de faire varier la porosité de la couche de coeur, quatre températures de dépôt ont été choisies. Elles sont exprimées comme les écarts de température entre les échantillons (ΔT de 0 à 310 °C) en prenant comme référence la température la plus basse. La partie amont de chaque préforme n'est pas imbibée par la solution ni rétreinte afin de pouvoir analyser la porosité de la couche.

3. IMAGERIES DES NANO-PARTICULES ET DES POROSITÉS

L'imagerie est réalisée à l'aide d'un Microscope Électronique à Balayage (MEB) du Centre de Recherches en Hétéro-Epitaxie et ses Applications (CNRS, UPR 10). Les échantillons de couches poreuses sont découpés à l'aide d'une pointe diamantée afin de ne pas abimer le dépôt par une scie. Ils sont observés par dessus et suivant la tranche. Les fibres sont observées suivant une face clivée. Tous ces échantillons ont été métallisés avec du carbone. L'analyse des couches poreuses est réalisée avec les électrons secondaires, plus sensibles à la topographie de surface, tandis que les fibres sont analysées avec les électrons rétro-diffusés qui permettent essentiellement de voir le contraste en composition. La différence de gris correspond alors à une différence de composition.

Sur la figure 1 sont représentées les images des couches poreuses et des fibres correspondantes en fonction du paramètre ΔT . La température de dépôt modifie la porosité ainsi que la formation des nano-particules. Lorsque le dépôt est réalisé pour de fortes températures ($\Delta T = 0$), il n'y a pas ou presque pas de porosité et donc aucune nanostructuration. Dans les trois autres échantillons, on observe une variation de la porosité en fonction de la température de dépôt. Des nano-particules sont observables dans le coeur de la fibre optique. Elles restent fines et homogènes pour les échantillons 2 et 4 avec des rayons moyens respectivement de 21 nm et 25 nm, avec une forte concentration de particule inférieure à 20 nm pour l'échantillon 2 et à 30 nm pour l'échantillon 4 (figure 2). Pour la préforme numéro 3, le rayon moyen des nano-particules présentes dans le coeur de la fibre est de 62 nm. De plus, l'échantillon 3 a une distribution inhomogène dans le coeur de la fibre ce qui engendre une forte diffusion de la lumière. Sa distribution est plus étroite par rapport à l'échantillon 4, ce qui constitue le meilleur résultat sur cette série. La théorie de la diffusion de la lumière montre que les échantillons 2 et 4 présentent des transparences acceptables (pertes inférieures à 0,1 dB/m) pour des applications. De manière générale, on remarque que les diamètres des nano-particules n'évoluent pas avec la porosité de la couche. La porosité du dépôt a alors un rôle important. Cependant des analyses en cours montrent que d'autres phases du procédé de fabrication sont toutes aussi importantes.

Au cours de la présentation, nous discuterons de ces différences entre ces nano-particules en fonction des différentes phases de fabrication. Nous présenterons aussi les propriétés spectroscopiques de Er^{3+} induites par ces différentes conditions de fabrication.

CONCLUSION

L'introduction par dopage ionique de magnésium et d'erbium dans le coeur d'une fibre optique permet de déclencher une séparation de phase lors de la fabrication de la préforme par le procédé MCVD. La taille des nano-particules ainsi créées dépend des conditions de fabrication, notamment de la porosité

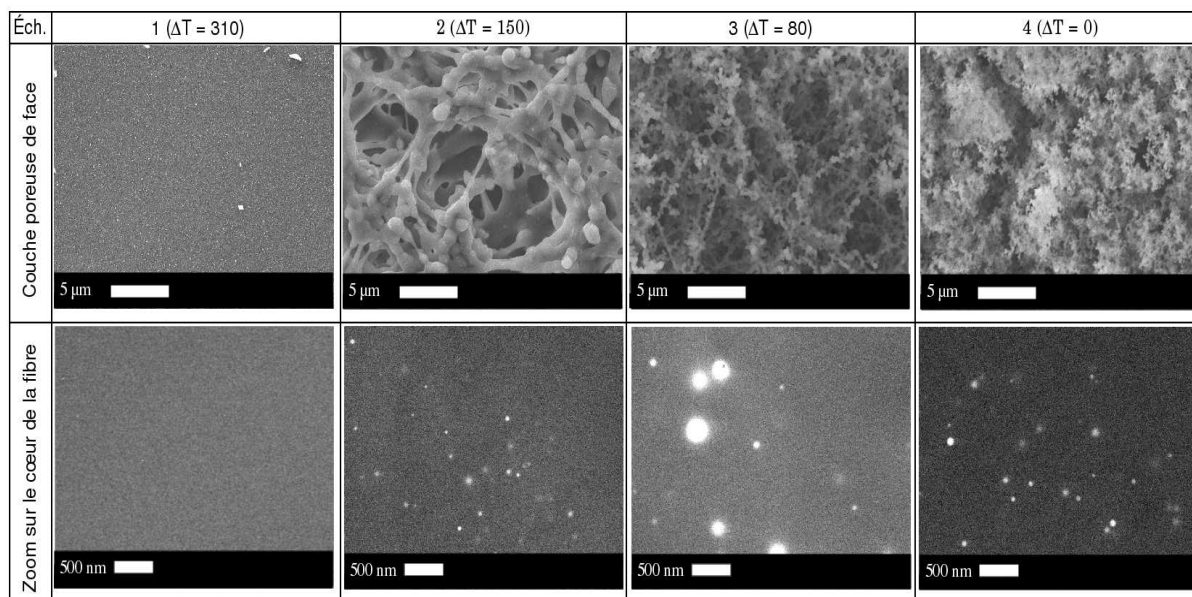


FIG. 1 : Images MEB des dépôts poreux (en haut) et des fibres optiques (en bas).

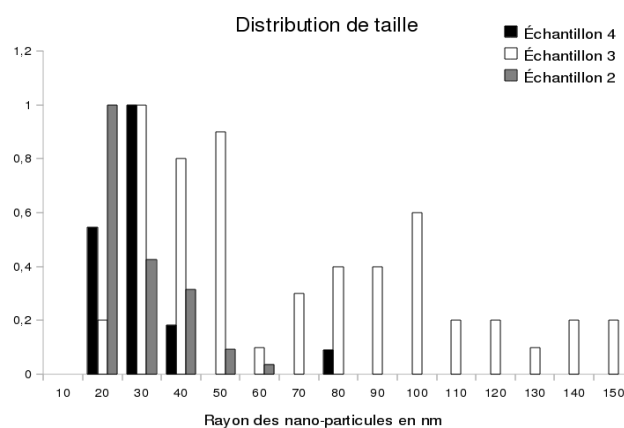


FIG. 2 : Distribution de taille des nano-particules.

de la couche de la préforme. Cette étude est une étape vers le contrôle de la taille des nano-particules d'oxyde dans les fibres optiques en silice.

Le LPMC est membre du Groupe d'Intérêt Scientifique GRIFFON (WWW.unice.fr/GIS)

RÉFÉRENCES

- [1] B. N. Samson, L. R. Pinckney, J. Wang, G. H. Beall, and N. F. Borrelli, "Nickel-doped nanocrystalline glass-ceramic fiber," *Opt. Lett.*, vol. 27, p. 1309, 2002.
- [2] J. Zarzycki, *Glasses and the vitreous state*, C. university Press, Ed., 1994.
- [3] W. Blanc, B. Dussardier, and M. Paul, "Er-doped oxide nanoparticles in silica-based optical fibers," *Glass Technol. : Eur. J. Glass Sci. Technol. A*, vol. 50, p. 79, 2009.
- [4] W. Blanc, M. Ude, S. Trzesien, M. Taherly, L. Nguyen, and B. Dussardier, "Transmission des fibres optiques nanostructurées en silice," *Optique Lille 2009 (28ièmes Journées Nationales d'Optique Guidée et Horizons de l'Optique)*, (poster A8.2).
- [5] J. T. anf S.B. Poole and D. Payne, "Solution doping technique for fabrication of rare earth," *Electron. Lett.*, vol. 23, no. 7, pp. 329–331, 1987.