

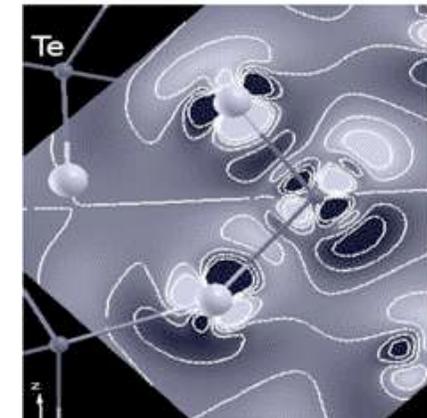
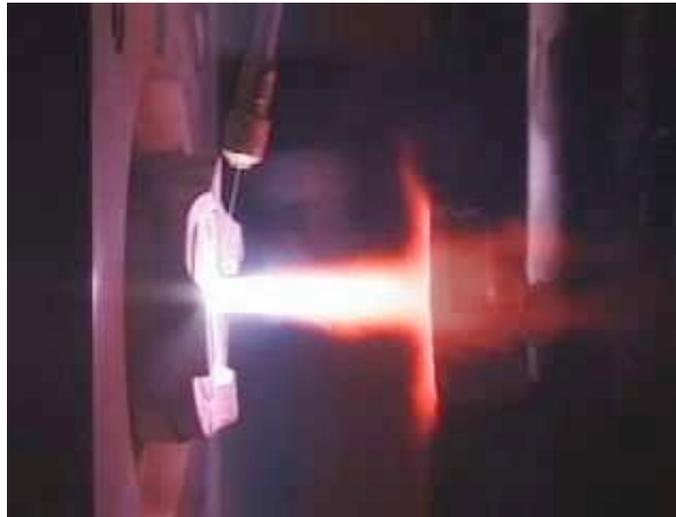
# Applications et Technologies autour du Verre

Jean-Louis Auguste<sup>1</sup>, Stéphanie Leparmentier<sup>1</sup>, Georges Humbert<sup>1</sup>, Gaëlle Delaizir<sup>2</sup>, Maryna Kudinova<sup>1</sup>, Inna Savelii<sup>1, 2</sup>, Armand Passelergue<sup>1</sup>, Pierre-Olivier Martin<sup>1</sup>.

1. Xlim, 123 av. A.Thomas 87060 Limoges Cedex
2. SPCTS, 12 rue Atlantis 87068 Limoges Cedex

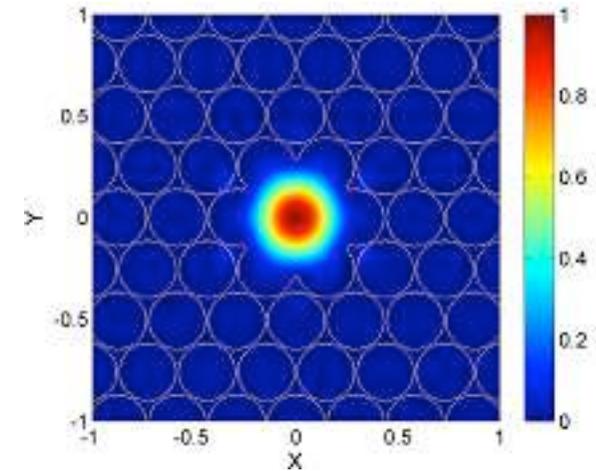
# Le SPCTS : Un laboratoire attractif

1. Conception de matériaux
2. Fabrication de matériaux
3. Caractérisation de matériaux



# Xlim : un de ses domaines de recherche : les fibres optiques

1. Conception de Fibres Optiques
2. Fabrication de Fibres Optiques
3. Caractérisation de Fibres Optiques



## Un point d'accroche : Le VERRE

**Au sein du département *Photonique / Fibre*, nous développons depuis 2005 un thème autour des fibres multimatériaux appliquées aux sources, capteurs ...**

### **Objectifs :**

- 1. S'affranchir des limites de la silice par l'utilisation de matrice vitreuse aux propriétés physiques différentes**
- 2. Limiter la quantité de verre 'noble' à utiliser et donc à synthétiser**

## La mise en forme ...

### Les matériaux utilisés :

Verres de silice ou autres, métaux,  
diélectriques ...

### Provenant du :

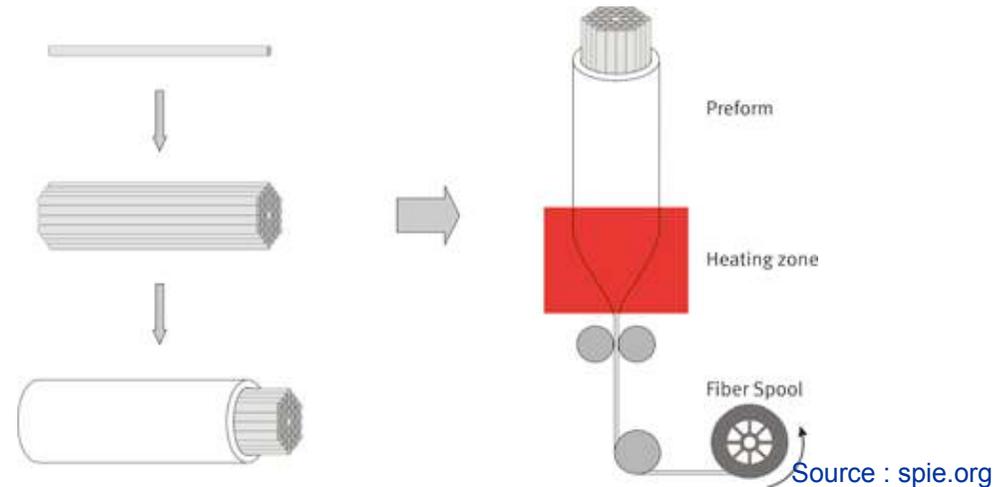
Commerce (ACROS, Alpha Aesar, Fisher ...)  
Coll. Scientifiques : IPHT, IAP ...  
et SPCTS !

**L'un des défis consiste à passer d'un matériau massif à une fibre optique !**

- 1. Quel procédé utiliser ?**
- 2. Quelles contraintes à appréhender ?**
- 3. Quel intérêt / résultat attendu ?**

# Fibres : Techniques 'classiques' de Fabrication – cf W.Blanc

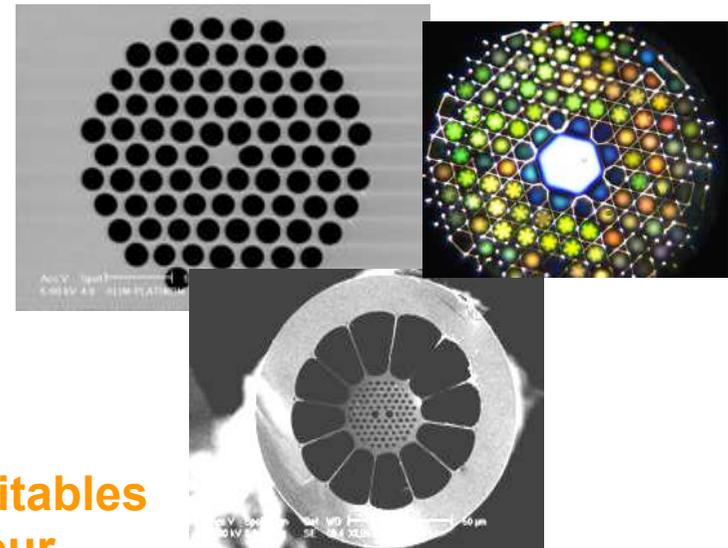
Technologie Stack and Draw (fin 90')



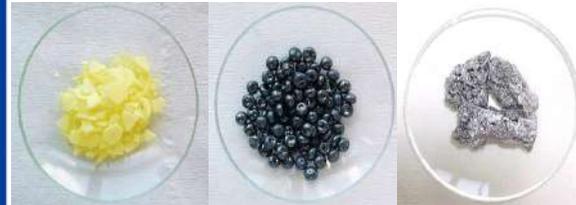
... équivalence pour les fibres microstructurées en silice pure.

Système de guidage optique RTI ou Band Gap

**Peu de matériaux exploitables sous cette forme à ce jour**



# Fibres : Vers d'autres matériaux

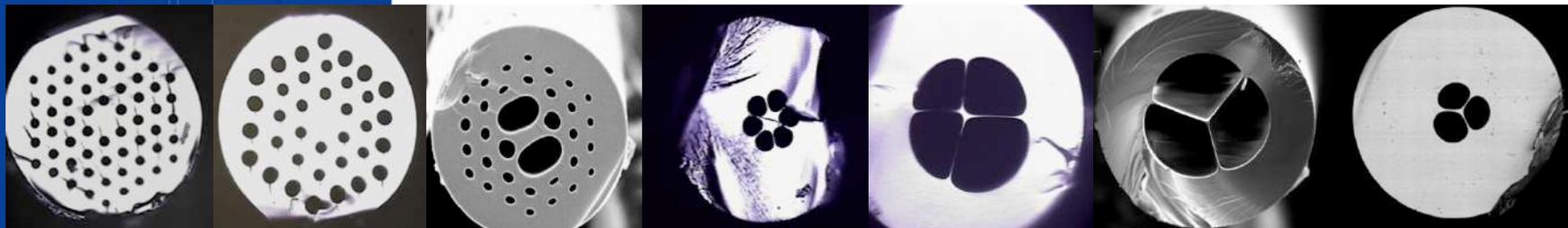
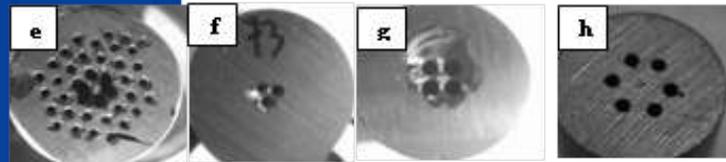
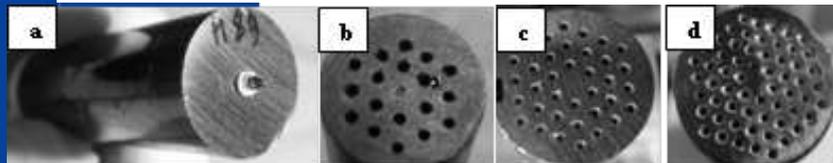


S Se As

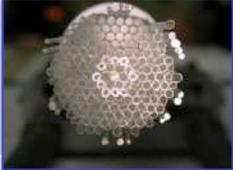
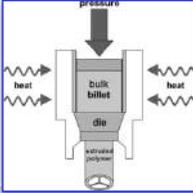


Te O

Photos de préformes (sources : Dijon SLCO, ICB F.Smektala).



# Résumé de procédés 'classiques'

MCVD, OVD Sol-Gel		Pureté de dépôt Faible pertes optiques Faible niveaux de dopage
Stack and Draw		Liberté de conception importante Grande différence d'indice possible Choix des matériaux limité
Extrusion		Adapté aux verres à faible Tg Procédé complexe Épaisseur de matière entre les canaux
Rod in Tube		Possibilité d'utiliser des matériaux différents ... s'ils existent Problèmes aux interfaces
Perçage		Longueur de préforme courte Espacement entre les trous POF

## La mise en forme ...

**L'un des défis consiste à passer d'un matériau massif à une fibre optique !**

- 1. Quel procédé utiliser ?**
- 2. Quelles contraintes à appréhender ?**
- 3. Quel intérêt / résultat attendu ?**

**Existe-t-il un procédé  
ne nécessitant que de faible quantité de verre ??**

**...et sous une forme autre que tube ou barreau ?**

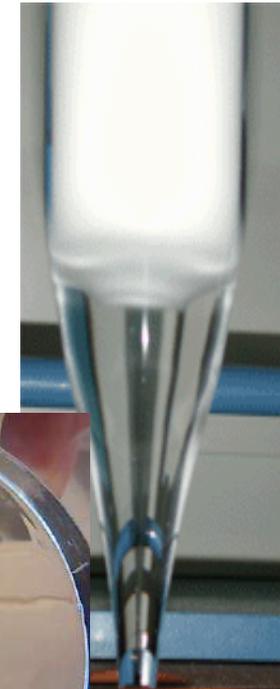
# Fibres : Technique 'originale' de Fabrication

Procédé POUDRE



1973	L.G.Van Uitert and Al. Bell Laboratories OFT IEEE	Coeur en silice pure, gaine en $\text{SiO}_2 + \text{B}_2\text{O}_3$
Depuis 1995	J.Ballato and Al. Nature Photonics 6, 634 (2012)	Powder in tube technique Coeur en matériaux cristallins et autres
2005	C. Pedrido, Brevet WO102947, 2005. Brevet Silitec Fibers SA	Préforme MCVD insérée dans un tube rempli de poudre de silice.  Coll. Xlim - PCF

Poudre  
 $\text{SiO}_2$



L'ensemble de la gaine est  
composée de  $\text{SiO}_2$  pure



**Existe t'il un procédé  
ne nécessitant que de faible quantité de verre ?? : OUI  
...et sous une forme autre que tube ou barreau ? : OUI**

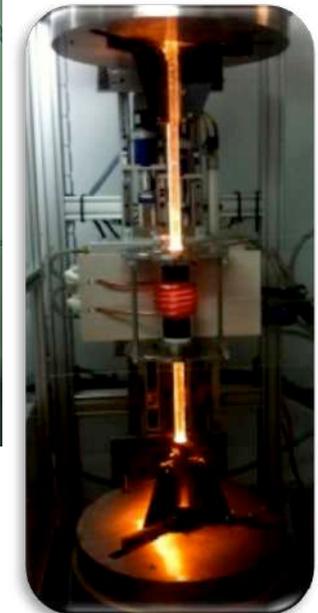
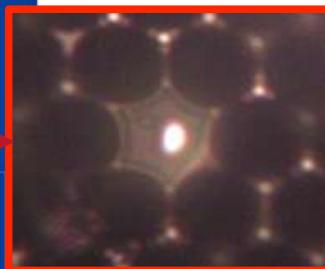
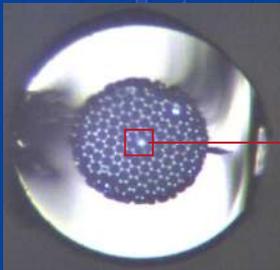
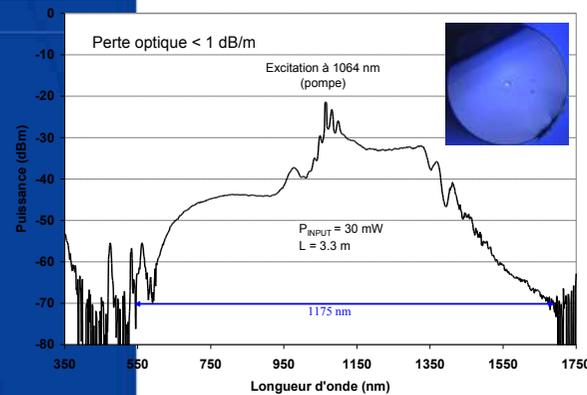
# Fibres : Technique 'originale' de Fabrication

Octobre 2007

- Développement d'un procédé de fabrication de fibre optique à base d'un procédé 'poudre'. Thèse 12/2010
- Développement des fibres optiques avec le cœur de verre  $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-La}_2\text{O}_3$  (SAL) *(en collaboration avec l'IPHT de Jena)*

Décembre 2010

- 2011 - 2012 : Développement et mise au point d'un Banc de Consolidation
- 2012 : Synthèse de verres à base de silice au sein d'XLIM



# Cela donne naissance à des projets (liste non exhaustive !)

## RECHERCHES

### VERRE + PROCEDES = PROJETS

Projet EASYFIBER – Verre de Tellurite - SPCTS

Projet H2SENS – Capteur H2 – Andra et Areva + ANR déposée

Projet SEP – PHA – inclusion de nanoparticules MgO – Nice et Angers

ANR déposée entre SPCTS / CEHMTI / XLIM

**Maryna Kudinova** – Thèse 2012 / 2015 (Etude de matrice vitreuse SPG pour application capteur) et en charge du Projet SEP-PHA

Master au Mans (chimie des verres)

**Inna Savelli** – Post Doc 2013 – en charge du Projet EASYFIBRE

Doctorat Dijon (Fibre optique et Verres)

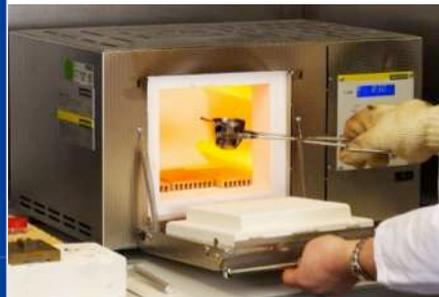
**Stéphanie Leparmentier** – IR CDD

Doctorat en 2010 – Xlim – en charge Projet H2SENS

# Matériaux : Verres de Tellure EASYFIBRE

## Méthode fusion / trempe

- Présence de bulles
- Solubilité des ions dopants limitée
- Pollution par le matériau du creuset (Pt ou Au  $\approx$  50-90 ppm wt)



**Fabrication du verre par la méthode de fusion :  
C'est un savoir-faire du SPCTS**

# Matériaux : Verres de Tellure EASYFIBRE



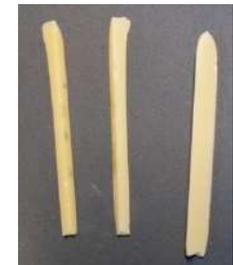
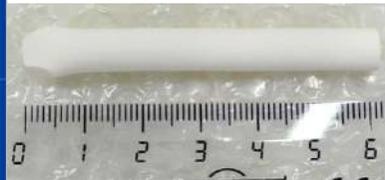
$\text{TeO}_2$   
 $\text{WO}_3$   
 $\text{La}_2\text{O}_3$

Précurseurs



Verre

Poudre du verre compactée et puis pré-frittée

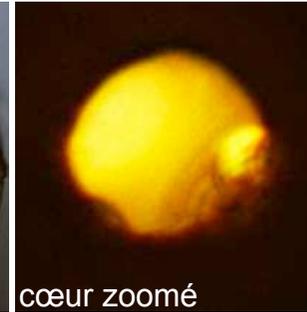
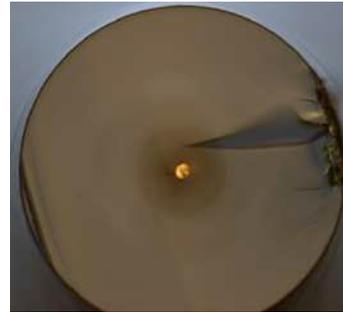


Préforme

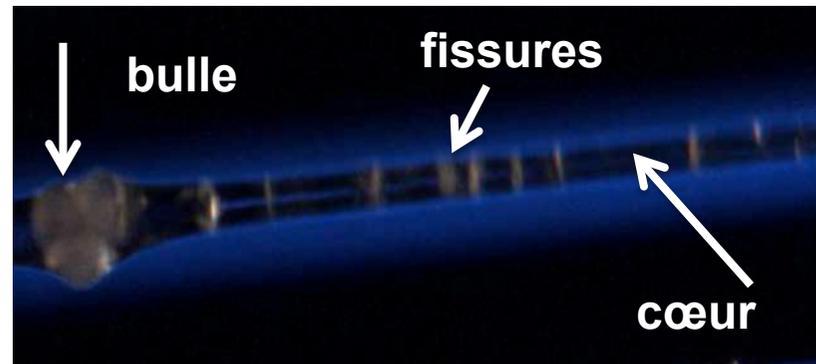


## Quelques résultats

Fibres



Problématique



Intégration des particularités de synthèse de verre en oxyde de tellure dans le fibrage :

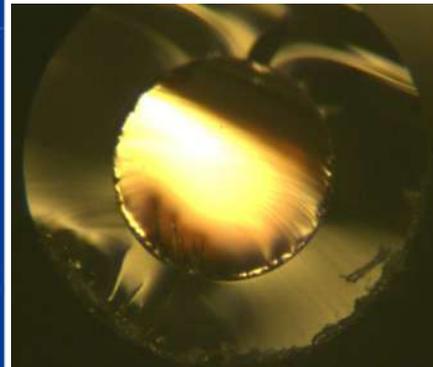
- $T_{\text{fibrage cœur}} < T_{\text{fibrage gaine}}$
- $T_{\text{fibrage}} < T_{\text{évaporation}}$   
du verre dans le cœur
- Coefficient de dilatation  
 $\alpha_{\text{gaine}} < \alpha_{\text{cœur}}$

1. Design du four de fibrage pour gérer un refroidissement 'lent' des fibres optiques
2. Modification de la composition du verre pour ajuster ses propriétés thermiques aux particularités de fibrage
3. Fabrication des fibres optiques à petit cœur

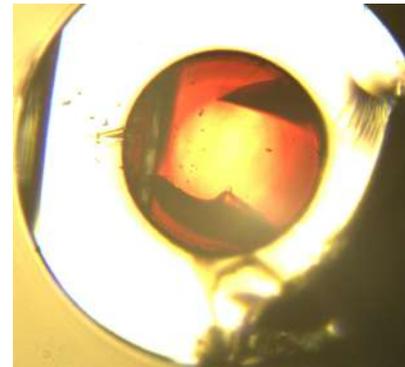
## Quelques résultats

- Modification de la composition du verre pour ajuster ses propriétés thermiques aux particularités de fibrage

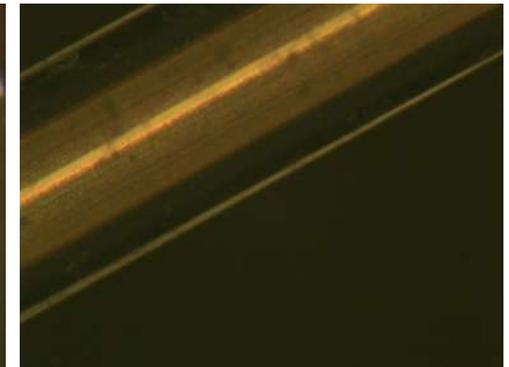
Composition	$\text{TeO}_2\text{-WO}_3\text{-La}_2\text{O}_3$	$\text{TeO}_2\text{-WO}_3\text{-Li}_2\text{O}$	$\text{TeO}_2\text{-ZnO-Na}_2\text{O}$
Tg	450°C	350°C	275°C
Longueur	Echelle millimétrique	Echelle centimétrique	Echelle décimétrique



En réflexion



En transmission



transversalement

Etude lancée en début d'année (PostDoc) ANR déposée

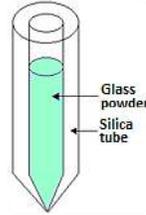
**Procédé poudre : intérêt technologique (quantité)**

# Verre SPG – Application Capteur

M.Kudinova (T+1)

Formation Xlim  
Fibrage  
Mesures sur fo

Formation SPCTS  
MEB / EDAX  
Dilatométrie  
Spectro ...



- Synthèse de verre (de silice)

- Analyse chimique de verre
- Broyage de verre

SPCTS



- Préparation de préforme

- Vitrification

- Fibrage

- Caractérisation optique et chimique de fibre
- Mesure des pertes optiques



SPCTS

Modification de la composition et/ou adaptation du process de synthèse

< 1 dB/m

non

oui

Métrie sur fo / test capteur

**Procédé poudre : intérêt scientifique (Hors silice)**



# Projet SEP-PHA – Fibre Vitrocéramique

En collab. LPMC  
Projet INSIS – GIS GRIFON

1

Synthèse du « verre » 90%SiO<sub>2</sub>-10%MgO



Poudre compactée blanche

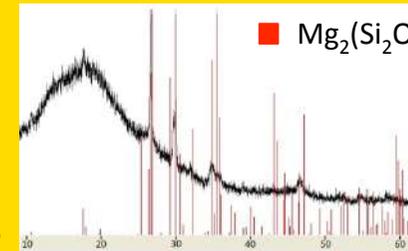
2

Fabrication de préforme par Procédé

Poudre



Vitrocéramique blanche

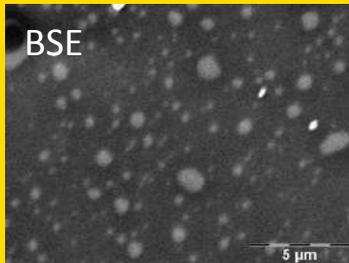


3

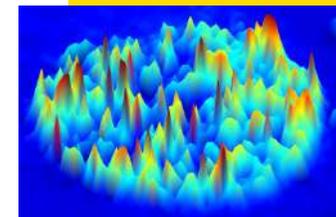
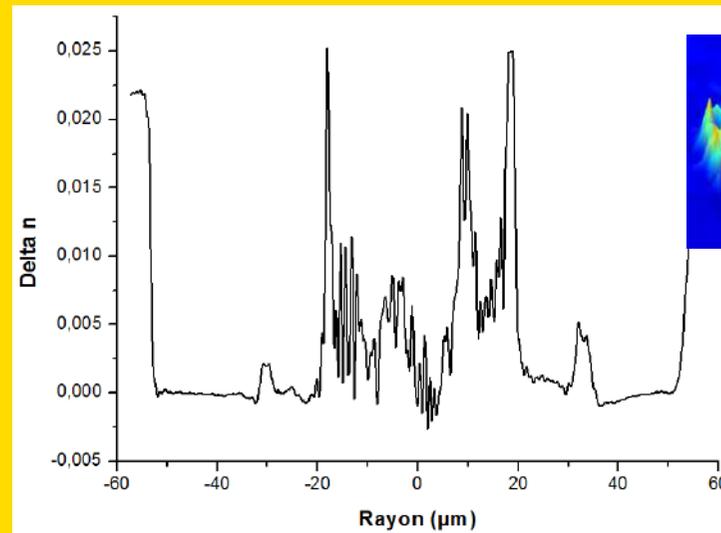
Fibre optique



$\varnothing_{\text{cœur}} \approx 38 \times 35 \mu\text{m}$   
 $\varnothing_{\text{fibre}} \approx 112 \mu\text{m}$



Taille des  
particules est  
 $\approx 0,1-1 \mu\text{m}$



$\Delta n_{\text{max}} \approx 25 \cdot 10^{-3}$   
 $\Delta n_{\text{moyen}} \approx 5-7 \cdot 10^{-3}$

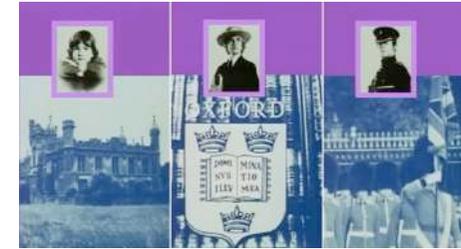
## Conclusion



1. Conception de Fibres Optiques

2. Fabrication de Fibres Optiques

3. Caractérisation de Fibres Optiques



1. Conception de matériaux

2. Fabrication de matériaux

3. Caractérisation de matériaux

Mutualisation de compétences :

**Matériau + Optique = LABEX !!!**

Un grand merci à **Philippe Thomas** et son équipe pour cette collaboration agréable bien au delà des aspects purement scientifiques ainsi qu'au **GDR/USTV** qui m'a accueilli fort sympathiquement il y a quelques années ...