



MÉMOIRE DE MASTER

Domaine des Sciences de la matière
Filière de Physique
Spécialité : Physique des matériaux

Réf. : Entrez la référence du document

Présenté et soutenu par :

Khammar khouloud

Zoubiri Radja

Le : 20 -09-2020

Etude Et Caractérisation Structurale Du Matériau Niobate Strontium Baryum (SBN) Dopé par L'ytterbium Trivalent (Yb^{3+})

Jury :

BENRAMACHE Said	PROF	Université Mohamed khider Biskra	Président
BOUDOUR Bariza	MCB	Université Mohamed khider Biskra	Rapporteur
LATTRACH Farid	M.A	Université Mohamed khider Biskra	Examineur

Année universitaire : 2019-2020

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

A mes parents. Aucun hommage ne pourrait être à la hauteur de l'amour dont ils ne cessent de me combler.

A celui que j'aime beaucoup et qui m'a soutenu tout au long de ce projet : mon fiancé et bien sûr à mes frères et sœurs.

A toute ma famille, et mes amis. Et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour que ce travail soit possible, je vous dis merci.

Remerciements

Nous tenons tout d'abord à remercier Dieu le tout Puissant et Miséricordieux, qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce modeste travail.

En second lieu, nous tenons à remercier vivement notre encadreur Dr **BOUDOUR BARIZA**, pour ses précieux conseils, son aide durant toute la période du travail.

Nos remerciements vont également aux membres du jury pour avoir accepté d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs propositions.

Nous tenons également à remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Je veux également remercier tous les membres de ma famille pour leurs encouragements.

Enfin, je remercie tous mes amis.

Table de matières

REMERCIEMENTS	iii
Table des matières	iv
Table de figures.....	vii
IV Liste des tableaux.....	.viii
Introduction	1
Chapitre I : GENERALITES SUR LES FIBRES OPTIQUES	3
I.1 Introduction	3
I.2 Les différents types de fibres	3
I .2.1 La fibre optique de verre	3
I.2.1.1 Matières premières	4
I.2.1.2 Procédé de fabrication.....	4
I. 2.1.3 Applications.....	5
I.2.1.4 Les avantages.....	5
I. 2.2 fibre optique plastique	5
I. 2.2.1 Caractéristiques	5
I..2.2.2 Les avantage	6
I.2.3 Les fibres à cristaux photoniques	7
I.2.3.1 historique de la fibre à cristal photonique	7
I.2.3. 2 Fabrication du FCP	9
I.2.3.3 Le processus de fabrication des FCP	9
I.3 Les avantages de la fibre optique	11
I.4 Inconvénients de la fibre optique	12
Chapitre II : ETUDE DU MATERIAU NIOBATE STRONTIUM BARYUM	14
II. 1 Introduction	14
II.2 Niobate de strontium et baryum (Sr, Ba) N ₂ O ₆	14
II.2.1 Structure cristalline	14
II.2.2 Croissance Cristalline	18
II.2.3 Propriétés ferroélectriques de SBN	22
II.2.4 Propriétés de ces matériaux dopés pas des ions terre rare .	23

II.2.4.1 Influence sur la structure	23
II.2.4.2 Utilisation en tant que matrice laser	24
II.3 Les matériaux dopés à l'ytterbium	25
II.3.1 L'Intérêt de l'ion ytterbium Yb^{3+}	25
II.3.2 Structure électronique de l'ion libre Yb^{3+}	27
II.3.3 L'ion Yb^{3+} dans le solide : champ cristallin	28
II.3.4 Graphe de barycentres	30
II. 4 Détermination des niveaux d'énergie	31
Chapitre III : METHODE DE PREPARATION ET DE TIRAGE PAR LA TECHNIQUE	
MICROPALLING DOWN	32
III.1 Introduction	32
III.2 Croissance cristalline par la technique μ -PD	33
III 3. Dispositifs de caractérisation	39
III 3.1 Microscopie optique	39
III 3.2 Diffraction de rayons X	39
III 3.3 Micro spectroscopie Raman	39
Chapitre IV : ANALYSES ET RESULTATS DU MATERIAU SBN	41
IV. 1 Introduction	41
IV.2 Application de la fibre optique cristalline dans le domaine télécommunication	42
IV.3 Vue générale d'une fibre du SBN	42
IV.4 Caractérisation des fibres broyées	42
IV.4.1 Analyse des fibres SBN par microscopie optique	42
IV.4.2 Analyse par DRX	43
IV.4.3 Analyse par spectroscopie Raman	44
IV.5 Discussions.....	44
Conclusion	44
Bibliographie	45
Résumé	47

Table des figures

Fig. I.1 : fibre optique de verre.....	3
Fig. I.2 : fibre optique plastique	5
Fig. I.3 : section transverse d'une fibre à cristal photonique à arrangement triangul8	
Fig. I.4 : arrangement de la préforme primaire.....	9
Fig. I.5 : Canne microstructure, préforme secondaire et FCP.....	10
Fig. I.6 : exemple d'image de la section transverse d'une fibre réalisée	11
Fig. II.1 : la structure cristalline du SBN.....	15
Fig. II.2 : Variation des paramètres de maille en fonction de la composition	16
Fig. II.3 : Domaine d'existence des phases solides appartenant au système SrO-BaO- Nb ₂ O ₅	19
Fig. II.4 : Diagramme d' équilibres solide-liquide entre phases pseudo-binaire BaNb ₂ O ₆ - SrNb ₂ O ₆	20
Fig. II.5 : Cristal SBN tirés par Czochralski suivant la direction [001]	21
Fig. II.6 : Schéma de niveaux d'énergie des matériaux laser dopés par l'ion Yb ³⁺	26
Fig. II.7 : Schéma de fonctionnement à 4niveaux et quasi 4niveaux.....	27
Fig. II.8 : Probabilité de présence radiale des électrons en fonction de leur distance au noyau pour les orbitales 4f, 5d, 5s, 5p et 6s.....	28
Fig. II.9 : Eclatement de la configuration 4f ¹³ de l'ion Yb ³⁺ sous l'effet des différents termes de l'Hamiltonien.....	29
Fig. II.10 : Diagramme des barycentres.....	31
Fig. II.11 : Transitions électroniques de l'ion Yb ³⁺ observé à basse température...	31
Fig. III.1 : méthodes de préparation de la poudre.....	33

Fig. III.2 : Vue de l'intérieur de la technique μ PD	34
Fig. III.3 : Vue générale du dispositif μ PD.....	35
Fig. III.4 : Procédure de tirage d'une fibre monocristalline de composition <u> </u> $\text{Sr}_{1-x}\text{Ba}_x\text{Nb}_2\text{O}_6$ par μ -PD (Visualisation direct du procédé de tirage)	38
Fig. III.5 : Schématisation de l'effet Raman et des transitions mises en jeu.....	40
Figure IV.1 : Observation par l'œil humain la fibre de la silice	42
Fig. IV.2 : la fibre optique SBN non dopé de longueur 10 cm.....	42
Fig. IV.3 : Une vue de la fibre SBN dopé après le polissage	42
Fig. IV.4 : Vue de l'intérieur de la fibre SBN après le polissage.....	43
Fig. IV.5 : Analyse par DRX du matériau SBN dopé et non dopé.....	44
Fig. IV.6 : Analyse par spectroscopie Raman du SBN 5 %.....	45

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Principaux verres	4
Tableau II.1 : Distances interatomiques dans le niobate de strontium de composition $\text{Sr}_{0.75}\text{Ba}_{0.27}\text{Nb}_2\text{O}_{5.78}$ à température ambiante.....	17
Tableau II.2 : Indice de réfraction du SBN selon les axes et en fonction de la longueur d'onde	23

Introduction

La fibre optique, une technologie exploitée depuis les années 1970, a beaucoup contribué à l'explosion des télécommunications à l'échelle planétaire, en autorisant des communications à très longue distance et à des débits jusqu'alors impossibles. Dans le domaine de la téléphonie ou d'Internet, la toile d'araignée mondiale est tissée en fil de verre. Les nouvelles technologies d'information ont des exigences plus strictes, notamment en ce qui concerne la vitesse de transmission des paquets de données. Si nous ajoutons à cela la numérisation des services vidéo, intégrant la haute définition, la vitesse de transmission et le multiplexage de données qui sont les caractéristiques définissant les tendances de la création de l'électronique de communication. La fibre optique s'adapte parfaitement à ces besoins en raison de ses faibles pertes et de sa largeur de bande, c'est le support de transmission idéal pour atteindre des taux de transmission élevés. Il en résulte un bouleversement des réseaux de télécommunications précédents et un besoin de mettre en place de nouvelles structures. Les techniques de croissance et de tirage des fibres monocristallines par les méthodes classiques (Bridgman et Czochralski) présentent une complexité des systèmes et un coût élevé des appareils à mettre en œuvre et nécessitent un travail additionnel comme la découpe, le polissage, etc.

Pour la dernière raison, nous avons opté pour la technique Micro Pulling Down (μ -P.D) dans la concrétisation de notre objectif de travail qui consiste en l'étude à réalisation et la l'analyse de la fibre niobates de strontium baryum par μ -P.D. Le protocole mis en œuvre peut être décrit schématiquement comme suit :

1. Faire fondre la matière première dans un four résistif classique ou à induction.
2. Tirage du matériau à partir d'un germe orienté afin d'obtenir une mono structure de bonne qualité cristalline transparente dans le domaine du visible. Cette étape est la plus complexe, elle consiste en la finition du matériau selon l'application voulue, par des découpes bien appropriées et suivant l'axe cristallographique c prédéfini et des polissages de haute précision afin d'éliminer toute perte dans la propagation du signal (onde). Toutes ces étapes nécessitent des moyens et du matériel de haute technicité et confèrent au produit fini une forte valeur ajoutée.

Notre mémoire est organisé en quatre chapitres comme suit :

Chapitre I, afin de bien comprendre le contexte dans lequel notre étude s'inscrit, ce chapitre fait office des notions fondamentales sur les caractéristiques de la fibre optique. La présentation de ces

notions a pour but d'apporter les éléments de base, essentiels pour faciliter la lecture et la compréhension du travail.

Chapitre II, traite de l'étude du matériau strontium niobates baryum SBN

Chapitre III, est dédié à la compréhension de la préparation et du tirage par la technique micro pulling down.

Chapitre IV, s'intéresse à la caractérisation par : DRX, Microscopie optique, Spectroscopie infrarouge.

Une conclusion achève ce mémoire.

Chapitre I :

GENERALITES SUR LES FIBRES OPTIQUES

I.1 Introduction

Le potentiel des fibres optiques dans le domaine de l'optique non linéaire et l'oscillation paramétrique optique ainsi que l'émission stimulée, est lié principalement à leurs structures cristallines et à la qualité des cristaux.

L'objectif de ce chapitre est de définir les notions nécessaires des fibres optiques cristallines, les différents types et les caractéristiques, mode de propagation...

La présentation de ces notions a pour but de comprendre les éléments de base essentiels dans notre étude

I.2 Les différents types de fibres

I .2.1 La fibre optique de verre

La fibre optique est ce que l'on appelle un guide d'onde optique circulaire. C'est donc un cylindre de verre possédant des caractéristiques guidances, possédant la faculté de guider la lumière en son cœur (voir figure I.1).

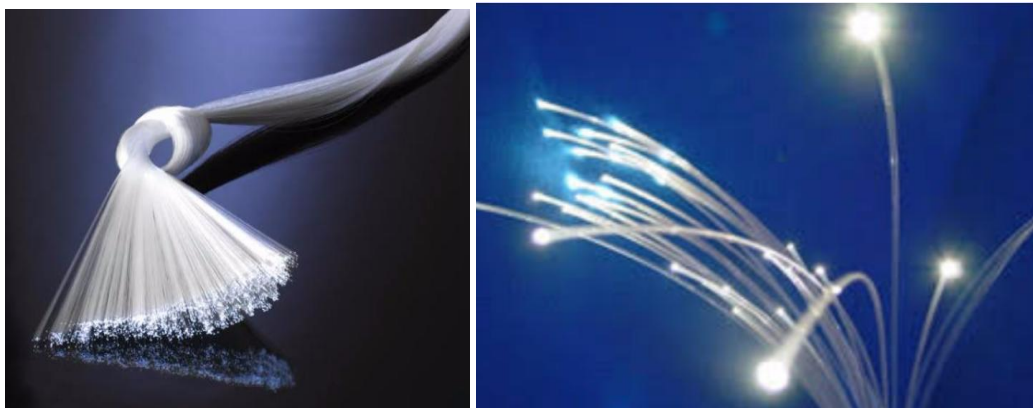


Fig. I.1 : Fibre optique de verre.

I.2.1.1 Matières premières

Plusieurs types de compositions d'une fibre optique sont utilisés comme matières premières, en fonction de l'usage spécifique qu'il sera fait de la fibre. Pour les fibres de renforcement, les principaux verres utilisés sont les suivants. Exemples de compositions verrières, montrés dans le tableau I.1 ci-dessous :

	Verre de Type E	Verre de type C	Verre de Type AR
SiO ₂	53-55 %	60-65 %	61 %
Al ₂ O ₃	14-15 %	3,5- 6 %	/
CaO	17-23 %	14 %	5 %
MgO	1 %	3 %	/
Na ₂ CO ₃	0,8 %	10 %	17 %
B ₂ O ₃	0-8 %	5 %	/
Fe ₂ O ₃	0,3 %	0,5 %	0,3 %
TiO ₂	0,5 %	/	/
ZrO ₂	/	/	10 %

Tableau I.1 : Principaux verres

On utilise le bore pour abaisser la température de fusion et la fluidité du mélange (ce qui améliore le filage)

I.2.1.2 Procédé de fabrication :

Ce procédé se déroule en cinq étapes principales :

- **Affinage à 1 500 °C** : la composition est chauffée ; elle devient visqueuse (vers 800 °C), puis liquide, et finalement se vitrifie. A 1 500 °C, elle est homogène, et les dernières bulles et impuretés disparaissent.

- **Filage par étirement** : le verre en fusion se transforme en filament en étant étiré à grande vitesse ; la filature des filaments s'apparente en fait à la filature textile classique pour produire un fil. Ce fil de verre se bobine ensuite autour d'une broche.
- **Ensimage** : l'étirage et le bobinage n'ont pas suffisamment d'effet pour rassembler durablement les centaines de filaments en un fil (le verre est trop lisse pour s'agglomérer). L'ensimage consiste à ajouter un revêtement protecteur pour permettre l'agglomération des filaments et faciliter l'intégration dans les polymères.
- **Finition** : les fils sont ensuite bobinés ou coupés selon les finalités.
- **Séchage** : les fils sont finalement séchés à des températures de 700 à 800 °C.

I.2.1.3 Applications :

En télécommunication, on peut utiliser les fibres optiques en traduisant le signal utile sans impulsions électriques, mais avec des impulsions lumineuses. Mais les grandes distances exigent une pureté et une résistance mécanique parfaites, sans quoi une trop grande dispersion de la lumière conduit à une perte du message

I.2.1.4 Avantages

La fibre de verre est considérée comme non dangereuse pour la santé (les poumons) une fois qu'elle est peinte (dans le cas de la toile de verre), ou confinée, ou lorsque la taille des poussières de fibre de verre est suffisamment grosse pour ne pas être inhalée.

I. 2.2 Fibre optique plastique

Une fibre optique plastique est une fibre qui est faite de plastique Traditionnellement, le poly méthacrylate de méthyle (acrylique ; souvent abrégé en PMMA de l'anglais poly (méthyl méthacrylate)) est le matériau du cœur de la fibre et les polymères fluorés sont les matériaux de gainage. Depuis la fin des années 1990, des fibres plastiques plus performantes, à base de polymères per fluorés (principalement le poly-per-fluoro-butyle-vinyl-éther) ont commencé à apparaître sur le marché.

I. 2.2.1 Caractéristiques

Dans les fibres de grand diamètre, 96 % de la section transversale de la fibre est occupée par le cœur qui permet la transmission de la lumière. Comme la fibre de verre traditionnelle, la fibre optique plastique transmet la lumière (ou les données) à travers le cœur de la fibre. La taille du cœur de la fibre optique plastique est, dans certains cas, 100 fois plus grande que celle de la fibre de verre (Voir la figure I.2).



Fig. I.2 : Fibre optique plastique

La fibre optique plastique a été appelée la fibre optique du consommateur parce que cette fibre, ses connecteurs et son installation sont peu coûteux. En raison de ses caractéristiques d'atténuation et de distorsion, cette fibre est utilisée pour les débits faibles et les courtes distances (jusqu'à 100 mètres) dans des appareils numériques domestiques, des réseaux domestiques, des réseaux industriels et des réseaux de véhicules automobiles.

Les fibres polymères per fluorées sont couramment utilisées pour des applications beaucoup plus rapides comme le câblage de centre de données et les réseaux locaux d'immeubles. Les fibres optiques polymères peuvent être utilisées pour la télédétection et le multiplexage en raison de leur faible coût et de leur grande résistance [1].

Il y a un intérêt croissant pour la fibre optique plastique comme une option possible pour la prochaine génération de réseau domestique offrant un débit de l'ordre du gigabit/seconde. Plusieurs projets européens de recherche s'intéressent à ce sujet, tels que le projet POF-ALL [2] et POF-PLUS [3].

Les communications Ethernet à 1 gigabit/seconde pour la fibre optique plastique ont été normalisées par l'IEEE sous la référence 802.3bv [4].

I. 2.2.3 Avantages :

En télécommunications, la fibre optique de verre, plus difficile à utiliser, est plus fréquente à cause de ses coefficients plus faibles de distorsion et d'atténuation. La fibre optique de verre comporte un cœur en silice dopé de germanium. Bien que le coût de la fibre de verre multi mode

soit similaire à celui de la fibre plastique, son coût d'installation est beaucoup plus élevé en raison des techniques de manipulation et d'installation particulières requises [1].

I.2.3 Fibres à cristaux photoniques :

Fibres micro-structurées, fibres à trous, fibres à cristal photonique ou à bandes interdites photoniques autant d'appellations qui désignent cette jeune branche pourtant vaste de la famille des fibres optiques, qui a vu en 1996 et qui s'est depuis imposée comme une technologie incontournable en photonique. L'originalité de ces guides d'onde provient de leurs mécanismes de confinement de la lumière qui reposent sur la périodicité de leur structure d'indice. Cette dernière va permettre, d'utiliser l'air pour propager la lumière dans un cœur de verre ou d'air.

Aujourd'hui, ces fibres optiques permettent d'envisager une amélioration significative des composants existants comme ceux qui sont utilisés pour le transport de données jusqu'à l'abonné ou pour la métrologie optique.

Elles sont également des candidates sérieuses au développement de sources de puissance pour l'industrie ou de sources fibrées de lumière blanche pour les applications médicales. En 1996, le groupe d'Optoélectronique de l'Université de Bath publiait la première fabrication d'un nouveau type de fibre optique basé sur la réalisation d'un agencement périodique de trous d'air autour d'un cœur de silice.

Ces nouveaux composants optiques, Fibres à Cristal Photonique (PCF : Photonics Crystal Fibers) en référence à la modulation périodique à l'échelle de la longueur d'onde de leur indice de réfraction, faisaient apparaître des propriétés de propagation singulières, inaccessibles aux fibres conventionnelles.

Ainsi, le hasard a permis que la première réalisation présente une géométrie de structure adaptée à l'obtention d'une propagation monomode sur un domaine spectral s'étendant de 450 à 1550 nm. La propagation monomode se caractérise par un faisceau quasi-gaussien, ce qui facilite grandement son utilisation. Le principe de confinement de la lumière dans le cœur de silice restait, quant à lui, très similaire à celui des fibres conventionnelles, à savoir un mécanisme de réflexion totale interne entre un cœur de haut indice et une gaine micro-structurée d'indice moyen compris entre celui du verre et de l'air baptisés trou d'air de la structure.

I.2.3.1. Historique de la fibre à cristal photonique :

Les Fibres à cristaux photoniques (FCP) sont une classe de fibres optiques constituées d'un arrangement de trous d'air parallèles à l'axe de propagation dans une matrice de silice, dont les toutes premières ont été proposées par Kaiser et al. Aux Bell Labs en 1974.

L'objectif était à obtenir un fort guidage dans un cœur de silice entouré d'une gaine optique à très forte proportion d'air. Mais ces fibres, très multimodes, n'ont pas provoqué d'intérêt particulier dans la communauté scientifique car elles n'apportaient pas de progrès sensible en terme de propagation [5].

Les travaux sur les FCP ont été relancés dans les années 90, en vue de réaliser des structures à bande interdite photonique (BIP). Ils ont très rapidement conduit à mettre en lumière des propriétés inattendues dans les FCP, même en l'absence d'effet BIP. C'est l'étude de ces propriétés et leur exploitation qui est à l'origine de l'extraordinaire enthousiasme dont les FCP font l'objet depuis une dizaine d'années. Ces FCP sont divisé en deux genres différents de fibres :

- Le premier, FCP à guidage par l'indice, guide la lumière par une réflexion

Interne totale entre le cœur plein et la gaine avec des trous d'air multiples.

- Le second emploie une structure parfaitement périodique montrant un effet de bande interdite photonique (BIP) à la longueur d'onde de travail pour guider la lumière dans un cœur à faible indice. La figure 1.3 représente la section transverse d'une fibre à cristal photonique

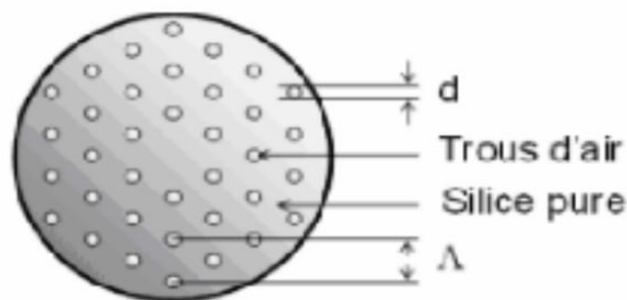


Fig. 1.3 : Section transverse d'une fibre à cristal photonique à arrangement triangulaire

La FCP à guidage par l'indice, également appelé fibres à trous ou fibres optiques à microstructures, possèdent une propriété particulièrement attrayante de la grande contrôlabilité de la dispersion chromatique en variant le diamètre de trous et leurs espacements [6].

I.2.3. 2 Fabrication du FCP :

La fibre à cristal photonique a été fabriquée dans les laboratoires de l'Université de Bath en 1996, avec la technique de l'assemblage étirage qui consiste à étirer à haute température un arrangement de capillaires et de barreaux de silice.

I.2.3.3 Processus de fabrication des FCP se fait en plusieurs étapes :

- La première consiste à réaliser un arrangement de tubes capillaires à l'intérieur d'un tube de maintien, comme le montre la figure I.4. Ces capillaires sont sélectionnés en fonction de leurs diamètres intérieur et extérieur. Ils proviennent soit du commerce soit d'étirages effectués au laboratoire à partir de tubes de grande section. Un ou plusieurs capillaires au centre sont remplacés par des barreaux de silice afin de former le cœur. On s'attend à ce que le nombre de trous et leur disposition dans cet arrangement soient conservés dans la fibre étirée. Cependant les conditions d'étirage (température, pressions interne et externe) peuvent modifier la taille et la forme de ces trous.

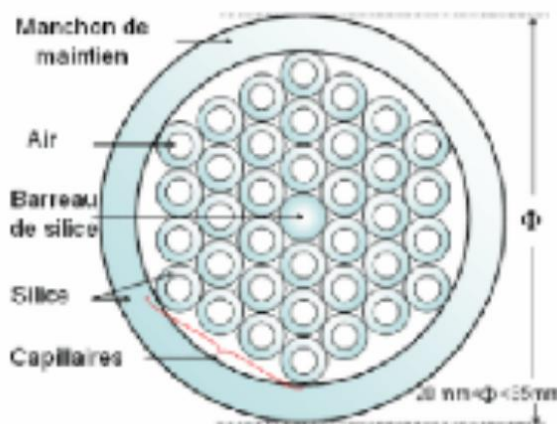


Fig. I.4 : Arrangement de la préforme primaire

Bien que la régularité de l'arrangement ne soit pas indispensable à l'obtention d'un guidage RTI, elle est recherchée pour deux raisons :

- Les premiers est que dans une distribution aléatoire de trous apparaissent des zones de silice plus larges susceptibles de se comporter comme autant de "cœurs" dans lesquels la lumière peut se coupler. D'autre part, il est hautement improbable qu'une

fibre comportant un arrangement de trous quelconque présente des caractéristiques de propagation pouvant répondre à un cahier des charges initialement fixé. Autrement dit, la fibre doit ressembler le plus fidèlement possible aux structures régulières sur lesquelles sont basées les simulations numériques qui permettent, connaissant les caractéristiques de propagation visées, de définir les paramètres géométriques à atteindre. Les trous interstitiels entre les capillaires présents dans l'arrangement initial devront être rebouchés lors de l'étirage. Pour cela, on chauffe une extrémité de cet arrangement afin de rendre solidaires les capillaires mais aussi de les reboucher.

- On réalise ensuite une opération de verrerie qui consiste à enfermer une extrémité du manchon de maintien dans une ampoule de silice afin de pouvoir contrôler ultérieurement la pression différentielle entre l'intérieur des capillaires et les interstices lors du fibrage. L'ensemble constitue la préforme primaire à partir de laquelle vont être étirées des cannes microstructures aux dimensions extérieures millimétriques (voir figure 1.5(a)). Cette première réduction d'échelle homothétique est effectuée grâce à une tour de fibrage équipée d'un système d'entraînement par galets et d'un dispositif de coupe de capillaires. Le contrôle des dimensions (diamètre extérieur des cannes, pas et diamètre des trous de la structure interne) repose sur la maîtrise de la rhéologie de la silice pendant l'étirage. Les vitesses de descente de la préforme et de fibrage, la température du four et les différences de pression dans la préforme sont autant de paramètres qui doivent être maîtrisés avec précision pour obtenir une Canne microstructures de qualité requise.

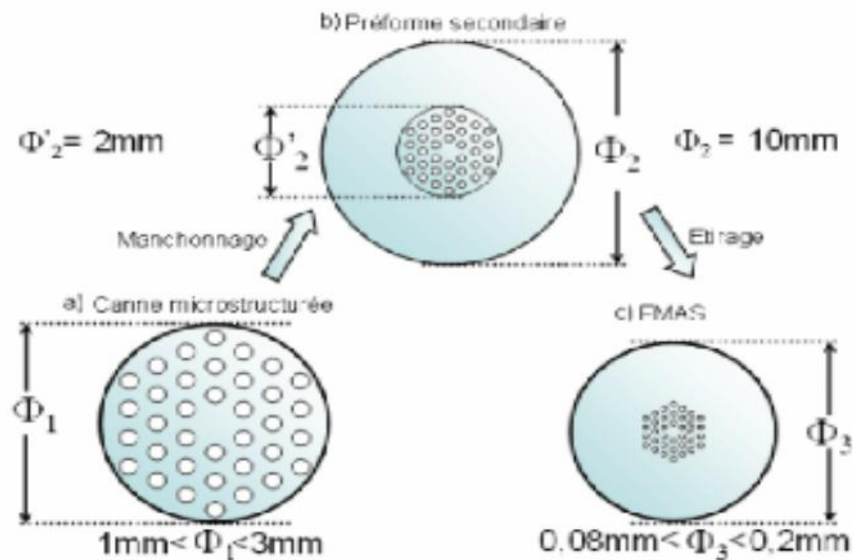


Fig. I.5 : Canne microstructures, préforme secondaire et FCP

- L'étape suivante consiste à manchonner la canne microstructures dans un tube à bord épais pour constituer la "préforme secondaire" d'environ dix millimètres de diamètre (voir figure I.5).

- Finalement celle-ci est étirée sur une seconde tour de fibrage qui dispose d'un tambour d'enroulement et d'un système d'enduction qui permet de protéger la fibre par une gaine polymère. La fibre obtenue mesure typiquement 125 μm de diamètre extérieur.

Ce fibrage en deux étapes est indispensable pour obtenir un rapport d'échelle important entre les motifs de la préforme primaire et ceux de la fibre.

Concernant la longueur d'onde de transparence de la silice, la taille des trous dans la gaine doit être de l'ordre du micron, voire submicronique, pour obtenir les caractéristiques de propagation voulues. Cela signifie que le rapport d'échelle entre les trous des capillaires de la préforme primaire et ceux de la fibre doit être très grand (supérieur à 1000).

C'est pourquoi le fibrage en deux étapes avec manchonnage de la canne à microstructure intermédiaire est une opération indispensable [7].

- Au cours de la seconde étape de fibrage, la température apparaît comme un paramètre très critique, qui doit être parfaitement maîtrisé. En effet, à température trop basse, la trop forte viscosité de la silice peut conduire à la rupture de la fibre. A mesure que la température augmente, la viscosité de la silice diminue et la pression des canaux d'air augmente, ce qui a une forte influence sur la dimension des trous dans la fibre finale.

La figure I.6 représente la section transverse d'une des fibres réalisées. Ses paramètres géométriques sont le diamètre intérieur, $d=2\ \mu\text{m}$ et le diamètre extérieur de la fibre est de $125\ \mu\text{m}$. Elle comporte 4 couronnes de trous dans la gaine.

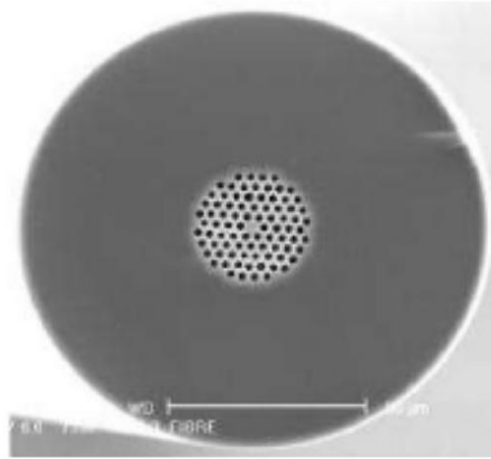


Fig. I.6 : Exemple d'image de la section transverse d'une fibre réalisée

La réalisation des FCP demande donc la maîtrise de paramètres physiques (température, pression) qui sont interdépendants [5].

I.3 Avantages de la fibre optique

Malgré sa vitesse et sa bande passante, par-rapport à celle du câble en cuivre, la fibre optique présente également certains inconvénients. Voici donc quelques avantages et inconvénients de la fibre optique.

- Une plus grande bande passante et une vitesse plus élevée. Le câble à fibre optique prend en charge une bande passante et une vitesse extrêmement élevée ; jusqu'à $10\ \text{Gb/s}$.
- La quantité d'informations qui peut être transmise par unité de câble à fibre optique est son avantage le plus significatif
- Contrairement à ce que l'on pourrait croire, la fibre optique est bon marché, plusieurs kilomètres de câble à fibre optique peuvent être fabriqués pour moins cher ; que des longueurs équivalentes en fil de cuivre.
- Les fibres optiques sont aussi plus minces et plus légères ainsi, cela leur permet d'offrir un meilleur ajustement.

- Une capacité de charge plus élevée, les fibres optiques étant beaucoup plus minces que les fils de cuivre, davantage de fibres peuvent être regroupées dans un câble d'un même diamètre. Cela permet à plus de lignes téléphoniques de passer par le même câble.
- La fibre optique offre moins de dégradation du signal. En effet, la perte de signal dans la fibre optique est inférieure à celle du fil de cuivre.
- Les données sont transportées par des signaux lumineux. Contrairement aux signaux électriques transmis dans les fils de cuivre, les signaux lumineux d'une fibre n'interfèrent pas avec ceux d'autres fibres du même câble. Ainsi, cela signifie par exemple que les conversations téléphoniques sont plus claires.
- La fibre optique a une meilleure durée de vie. Les fibres optiques ont généralement un cycle de vie plus long, plus de 100 ans.

I.4. Inconvénients de la fibre optique :

- **L'utilisation de la fibre optique est limitée.**

Le câble à fibre optique ne peut être utilisé qu'au sol, exception faite dans certaines utilisations aériennes sur des poteaux.

Les sources d'émission de faible puissance, lumière sont limitées à une faible puissance, bien que des émetteurs de forte puissance soient disponibles pour améliorer l'alimentation électrique, mais cela implique aussi un coût supplémentaire.

- **Fragilité** : la fibre optique est plutôt fragile et plus vulnérable aux dommages par rapport aux fils de cuivre. Vous feriez mieux de ne pas tordre ou plier les câbles à fibres optiques ; à vos risques et périls. Attention, ça n'est pas le cas du câble qui est beaucoup plus résistant.

- **Distance** : la distance entre l'émetteur et le récepteur doit rester courte, ou alors des répéteurs sont nécessaires pour amplifier le signal [1].

Après avoir présenté les différentes notions de base sur la fibre optique, nous allons considérer dans le chapitre II un matériau particulier Niobate strontium et baryum (SBN).

Chapitre II :

ETUDE DU MATERIAU

NIOBATE STRONTIUM BARYUM

II.1 Introduction :

Les fibres monocristallines à base de terres rares sont à l'heure actuelle peu employées en raison des difficultés d'élaboration, alors que l'on rencontre des monocristaux massifs dans la plupart des technologies de pointe, telles que la fabrication de substrat en silicium pour la réalisation des cellules photovoltaïques avec un diamètre dépassant les 22 cm.

Les fibres monocristallines offrent néanmoins de nombreuses perspectives dans le domaine de la photonique, de l'optoélectronique mais également comme cristaux laser, cristaux non linéaires purs ou dopés pour l'auto doublage et la conversion de fréquences

Le niobate de strontium baryum (SBN) présente un déficit en lithium et ce déficit est à l'origine de la présence de défauts intrinsèques dans le réseau cristallin. La variation de la composition chimique ainsi que l'ajout de dopants ont une grande influence sur les propriétés physiques du matériau. La connaissance de la structure des défauts est donc nécessaire pour la compréhension des mécanismes de ses propriétés physiques.

II.2 Niobate de strontium et baryum (Sr, Ba) N₂O₆

II.2.1 Structure cristalline

Le niobate de strontium baryum de composition $\text{Sr}_{1-x}\text{Ba}_x\text{Nb}_2$ pour X variant de 0.2 à 0.8 [8] est un autre membre de la famille des matériaux de bronze de tungstène quadratique et nommée SBN [9]. Dans ce cas, les sites A1 de coordinance 12 et les sites A2 de coordinance 15 sont occupés par les ions Sr^{2+} et Ba^{2+} , les sites C de coordinance 9 restent vides. Dans cette structure les ions Ba^{2+} occupent partiellement ou totalement les sites (A2) alors que les ions strontium peuvent se placer aussi bien dans les sites (A2) que (A1)

Cette répartition des cations est due à la différence de rayons ioniques entre le Ba^{2+} ($r= 1.34 \text{ \AA}$) et le Sr^{2+} ($r= 1.27 \text{ \AA}$). Néanmoins, pour la composition X = 0.8, une substitution partielle des ions Ba^{2+} par des ions Sr^{2+} est observée sur les sites A1 [8]. Comme le montre la figure II.1.

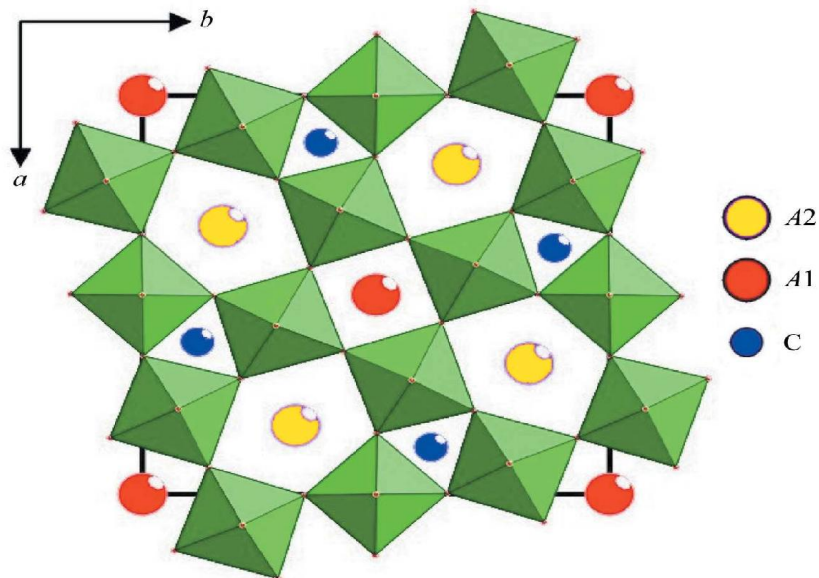


Fig. II.1 : La structure cristalline du SBN

Lorsque X est supérieur à 0.55, il y a une quantité suffisante d'ions Ba^{2+} sur les sites pentagonaux et les ions Sr^{2+} restent dans les sites carrés, la maille reste alors pratiquement inchangée.

Lorsque X varie entre 0.45 et 0.55 les sites A1 sont occupés par des ions Sr^{2+} et l'occupation des sites A2 est assurée par la même quantité d'ions Sr^{2+} et Ba^{2+} .

L'augmentation de la concentration en strontium entraîne alors la libération de sites A2 par le baryum et donc une diminution du volume la maille [10]. La figure II.2 montre les paramètres de maille. Ils ne peuvent donc être donnés que de manière générale en raison du large domaine d'existence de la phase et sont d'environ 12.5 Å pour a et b et de 4 Å pour c. Ces valeurs

dépendent du ratio entre le strontium et le baryum et augmentent régulièrement avec le taux de baryum.

Cependant, il n'est possible de déterminer précisément les distances inter atomiques que pour une composition définie. Nous pouvons tout de même à titre d'exemple donner pour le composé $\text{Sr}_{0.75}\text{Nb}_2\text{O}_6$:

$$a = b = 12.43 \text{ \AA} \quad c = 3.941 \text{ \AA} \quad v = 604.66 \text{ \AA}$$

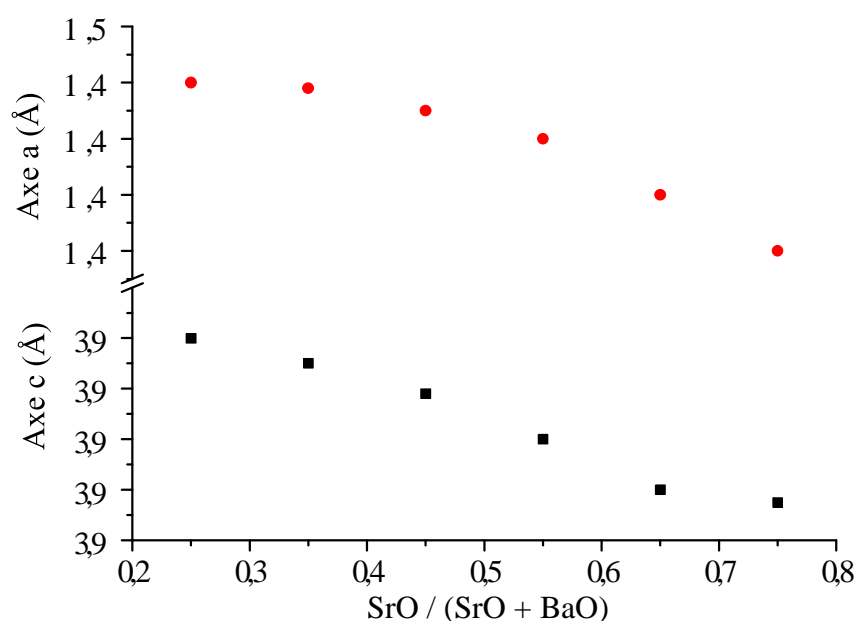


Fig. II.2 : Variation des paramètres de maille en fonction de la composition [9]

Le tableau suivant donne les positions atomiques dans la structure du **SBN**

Liaison chimique	Distance (Å)	Liaison chimique	Distance (Å)
Nb(1)-O(1)	1.951	Ba/Sr- O(1)	2.707
Nb(1)-O(1) (4a)	1.92	Ba/Sr- O(1) x	3.035
Nb(1)-O(1) (4a)	2.03	Ba/Sr- O(3)	2.604
Nb(2)-O(1)	1.949	Ba/Sr -O(3)z	2.844
Nb(2)-O(3)	2.004	Ba/Sr- O(4a)	2.758

Nb(2)-O(2)	1.958	Ba/Sr- O (5a)	2.87
Nb(2)-O(2) x	2.013		
Nb(2)-O (5a)	1.88	Nb(1) -Ba/Sr	3.572
Nb(2)-O (5b)	1.93	Nb(2)- Ba/Sr	3.643
Nb(2)-O (5a) z	2.11	Nb(1)- Sr	3.687
Nb(2)-O (5b) z	2.00	Nb(2)- Sr	3.426
Sr-O(2)	2.547		
Sr-O(2) z	2.919		
Sr-O(2) (5a)	2.67		
Sr-O(2) (5b)	2.85		

Tableau .II.1 : Distances interatomiques dans le niobates de strontium de composition $Sr_{0.75}Ba_{0.27}Nb_2O_{5.78}$ à température ambiante [9].

A température ambiante, il existe une orientation de la polarité du SBN en raison du décalage entre la position des ions niobium et le plan des atomes dans les sites (B2). Cette phase ferroélectrique du SBN appartient à la classe 4 mm polaire avec un groupe d'espace $P4bm(C^{2}_{4v})$. L'augmentation de la quantité du Nb_2O_6 a pour effet de diminuer l'axe a et d'augmenter l'axe c [9].

Il a également été constaté par Megumi et al. Que les paramètres de maille sont largement affectés par la vitesse de refroidissement des matériaux [11].

Aux niveaux de la température de Curie la différence entre les sites (B1) et (B2) disparaît car l'agitation thermique permet le passage des ions niobium des sites (B2) de part et d'autre des plans d'oxygène. Le matériau subit une transition du groupe d'espace $P4bm$ (basse température) vers le groupe d'espace non polaire $P4b2(D^{7}_{2d})$ (haute température) de symétrie $42m$ [12]. Cette phase quadratique est métastable au-dessus de $850^{\circ}C$; car au-delà, apparaît une phase monoclinique très proche de la phase quadratique qui appartient au groupe d'espace : $P2_1/a$ [13]

et avec laquelle elle coexiste. Les paramètres de maille de cette phase monoclinique sont les suivants :

$$a = 10.997 \text{ \AA} \quad b = 7.751 \text{ \AA} \quad c = 5.666 \text{ \AA} \quad \alpha = 90.30^\circ$$

La phase monoclinique est la plus stable au-delà de cette température [16]. La transition polymorphique étant très lente (entre 950°C et 1400°C), il est donc nécessaire de faire un refroidissement du matériau pour ne pas figer la phase monoclinique et obtenir la phase quadratique polaire au passage de la température de curie.

II.2.2. Croissance Cristalline :

Le SBN appartient au système ternaire BaO-SrO-Nb₂O₅ [8]. La figure II.3 décrit les différents domaines d'existence des phases de structure bronze de tungstène. Le domaine I correspond à la solution solide Sr_{1-x}Ba_xNb₂O₆ et le domaine II correspond à la phase orthorhombique de ce composé. Le domaine III correspond à une solution solide (BaO)₃(Nb₂O₅) et les phases du domaine IV (solution solide (SrO)₂(Nb₂O₅)₅-BaO(Nb₂O₅)₃) sont issues d'un liquide péritectique. La coupe pseudo binaire BaNb₂O₆-SrNb₂O₆ présentée en figure II.4 permet de déterminer le domaine d'existence en fonction de la température du composé Sr_{1-x}Ba_xNb₂O₆ pour x appartenant à l'intervalle 0.2 < x < 0.75. Ce diagramme pseudo binaire permet de visualiser la possibilité de cristalliser des cristaux SBN à partir d'une phase liquide.

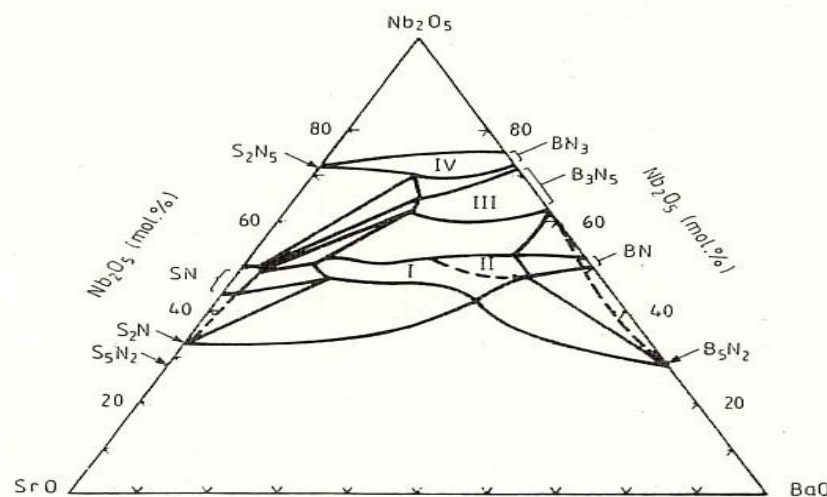


Fig. II.3 : Domaine d'existence des phases solides appartenant au système SrO-BaO-Nb₂O₅ [8]

Les premiers cristaux élaborés par la méthode Bridgman à partir de la solution solide SBN I montrent que la composition des cristaux évolue d'une région à l'autre. L'augmentation de la concentration en Ba dans la solution solide facilite les conditions de croissance. Le changement de composition des cristaux le long de l'axe de croissance et perpendiculairement est indésirable en raison de la dégradation des propriétés optiques d'une distribution inhomogène de la température de Curie et de l'indice de réfraction.

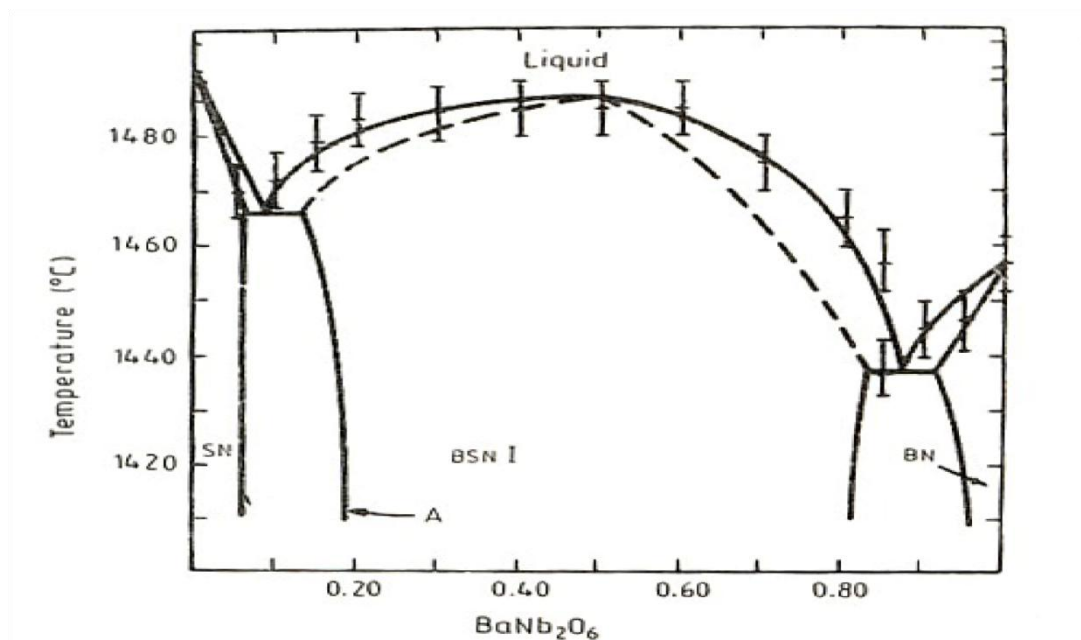


Fig. II.4 : Diagramme d'équilibres solide-liquide entre phases pseudo-binaire BaNb₂O₆-SrNb₂O₆[8]

Des cristaux ont été déjà tirés par la technique Czochralski en utilisant un creuset en platine. L'utilisation des creusets en iridium provoque l'apparition d'une coloration noire qui disparaît après un long recuit sous oxygène. La croissance cristalline du SBN est réalisée à partir d'un chargement initial dans le creuset de BaCO₃, SrCO₃ et Nb₂O₅.

La croissance du SBN provoque l'apparition de domaines sous forme de stries de croissance même dans le composé congruent [11]. Ces stries sont dues à la fluctuation de la composition du liquide au cours du procédé de croissance et sont généralement accompagnées par la précipitation d'une phase secondaire. Elles provoquent également des inhomogénéités optiques dans les cristaux. L'introduction de terre rare (2% en poids) peut jouer sur la morphologie des

cristaux en stabilisant la composition des domaines et améliorant ainsi les conditions de croissance [15].

Pour obtenir la phase quadratique, il est indispensable de faire des synthèses à haute température au-dessus de 1400°C. Il est impératif d'augmenter la durée du bain liquide avant de commencer la croissance. L'existence d'une phase monoclinique au-dessus de 850°C conduit à l'apparition de défauts au cours du refroidissement [16]. A cette température le passage vers la structure quadratique doit être lent pour ne pas figer les défauts de la forme haute température.

Les premiers cristaux obtenus à partir de la solution solide SBN montrent plusieurs facettes suivant les plans $\{1\ 1\ 0\}$, $\{1\ 2\ 0\}$, $\{1\ 0\ 0\}$ et $\{1\ 3\ 0\}$ [18]. Ces cristaux tirés par la technique Czochralski correspondent aux conditions suivantes : vitesse de tirage = 0.130 mm/h et la vitesse de rotation de 250 tr/mn. Le tirage du SBN pour une composition donnée nécessite un contrôle continu de la température du liquide pour éviter toute déconnexion avec le liquide. Pour chaque diamètre du cristal, il existe une valeur optimale de la vitesse de tirage, la vitesse de rotation et les gradients thermiques afin d'obtenir une boule homogène. La figure II.5 montre un cristal SBN tiré suivant la direction [001].

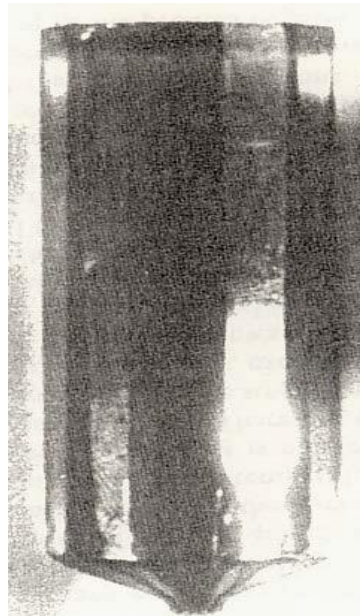


Fig. II.5 : Cristal SBN tiré par Czochralski suivant la direction [001] [18]

La croissance du SBN provoquant l'apparition de facettes, le tirage suivant l'axe C permet d'avoir 24 facettes de quatre prismes $(1\ 0\ 0)$, $(1\ 1\ 0)$, $(1\ 2\ 0)$ et $(1\ 3\ 0)$. Pour la composition $X=0.25$, toutes les facettes sont de taille égale. Le tirage des monocristaux facettés peut être instable en raison

d'anisotropie des vitesses de croissance des différentes facettes. Elles sont très sensibles à radiale inhomogène.

II.2.3. Propriétés ferroélectriques de SBN

La température de Curie du SBN est très faible par rapport aux matériaux BNN et le LiNbO₃. Elle varie de l'ambiante pour une composition riche en strontium à 80°C pour les compositions riches en baryum [19].

La polarité du niobate de strontium et de baryum s'effectue selon l'axe C lors du passage de la température de Curie. A cette température la polarisabilité est quasiment nulle, ce qui la rend dépendante de tous les paramètres extérieurs. Nous pouvons ainsi observer la formation de domaines ferroélectriques circulaires qui sont sujets à des contraintes extérieures équivalentes au moment de la transition para-ferroélectrique. Ces domaines sont de taille très variable et sont séparés par des parois qui peuvent aller de 2 à 10 microns. Au niveau de cette interface la polarité effectue une rotation de 180°, et l'axe C est inversé. La présence de ces micro-domaines ferroélectriques peut être observée grâce à une attaque acide avec un mélange (HF/ HNO₃). En optimisant l'élaboration du matériau, la structure des domaines ferroélectriques prend la forme de lamelles régulières le long de l'axe c. Ces domaines accompagnent généralement la formation de stries de croissance visibles macroscopiquement ; ces stries sont même devenues caractéristiques de la croissance de ce type de matériau.

Il a été remarqué [16] que les indices de réfraction sont très sensibles à la composition et plus particulièrement l'indice extraordinaire n_e . Cette grande sensibilité permet de supposer que les propriétés électro-optiques seront également modifiées. IL sera ainsi possible de changer la longueur d'onde d'accord de phase en changeant simplement la composition. La génération du second harmonique pourra donc être obtenue sur une grande plage de longueur d'onde. Le tableau II.2 montre que l'accord de phase sera obtenu pour une composition de Sr 0.75 Ba 0.25 Nb₂O₆ à la longueur d'onde d'excitation 1046 nm.

Composition	Lambda=1046nm		Lambda=532nm	
	n_o	n_e	n_o	n_e
X=0.75	2.249	2.236	2.356	2.343
X=0.61	2.250	2.222	2.354	2.324
X=0.46	2.251	2.214	2.355	2.311
X=0.33	2.252	2.210	2.357	2.303

Tableau. II.2 : Indice de réfraction du SBN selon les axes et en fonction de la longueur d'onde [20]

II.2.4 Propriétés de ces matériaux dopés pas des ions terre rare

Les niobates de type bronze de tungstène sont des oxydes avec une structure comprenant plusieurs types de sites de tailles compatibles avec celle des ions lanthanides (Autour de 1 \AA). Ils sont donc des candidats naturels pour être dopés par des ions activateurs terres rares. De nombreuses études ont donc été entreprises pour déterminer l'effet d'un ion sur la structure et les possibilités de substitution des cations alcalino-terreux. L'une des propriétés les plus intéressantes serait d'obtenir l'effet laser dans cette matrice en le dopant par un ion terre rare.

II.2.4.1. Influence sur la structure

Tout d'abord, avant de voir les propriétés de l'ion activateur dans la matrice, il est important de regarder l'effet de cette impureté sur la structure bronze de tungstène et ces conséquences sur les propriétés intrinsèques du matériau. Comme nous l'avons dit précédemment la structure bronze de tungstène est une structure polaire à température ambiante. La substitution ne pourra se faire qu'à la place des ions alcalins ou alcalino-terreux car la différence de taille entre un ion terre rare et un ion niobium est trop grande. De plus, les octaèdres NbO_6 formant l'ossature de la structure, tout défaut à ce niveau entraînera la formation d'une phase secondaire. La substitution se fera donc avec les ions baryum et strontium dans le SBN. La différence de valences entre les ions substitués et les ions dopants entraînera inévitablement la formation de lacunes pour équilibrer les charges. De plus, la taille des ions dopants étant en général plus petite que celle des ions alcalino-terreux, la structure sera donc plus "souple". Les octaèdres de NbO_6 seront

donc moins compressés. Cet assouplissement de la structure lui donnera une plus grande déformabilité, ce qui permettra au matériau de mieux résister aux contraintes thermiques et mécaniques. L'inconvénient de cette souplesse est que les octaèdres NbO_6 étant moins compressés, ils pourront plus facilement perdre leur polarité. La température de Curie sera donc plus basse, ce qui peut être fort dommageable pour le SBN qui possède une température de transition déjà très basse. Il est donc important d'étudier la localisation des ions dopants dans la structure afin de pouvoir prévoir les effets de ceux-ci sur les propriétés du matériau.

II.2.4.2. Utilisation en tant que matrice laser

Ce matériau possédant de très bonnes propriétés électro-optiques et non linéaires, son utilisation en tant que matrice laser semble donc être un excellent moyen d'obtenir un laser tout solide doublé en fréquence. Le doublage ayant déjà été observé par accord de phase et par quasi-accord de phase dans le SBN périodiquement polarisé, ce type de matériau permettrait en effet d'obtenir une émission laser dans le visible sans pour autant ajouter un autre matériau doubleur de fréquence.

Dans cette optique, Romero et al. [21] ont étudié la spectroscopie et les propriétés laser de l'ion Nd^{3+} dans une matrice SBN. Le matériau étant fortement désordonné d'un point de vue microscopique (positionnement aléatoire des baryums et de strontium dans les sites A2), il est difficile d'obtenir un spectre de raies fines permettant de situer l'ion activateur dans la matrice. Cette multitude de voisinage possible pour l'ion activateur entraîne l'obtention de spectre de bande, qui reste inchangé quelle que soit la polarité du faisceau pompe. Cependant l'émission obtenue n'est pas décalée par rapport à celle du fameux YAG : Nd utilisé pour obtenir une émission laser 1064 nm. Les paramètres des Judd et Offelt ont été calculés à température ambiante. Les valeurs obtenues sont de : $\Omega_2=1.036 \cdot 10^{-20} \text{ cm}^2$, $\Omega_4=1.44 \cdot 10^{-20} \text{ cm}^2$ et $\Omega_6=2.06 \cdot 10^{-20} \text{ cm}^2$

La durée de vie radiative du niveau $^4\text{F}_{3/2}$ a aussi été mesurée et $\text{Tr} = 257 \mu\text{s}$.

Il est à noter que cette durée de vie radiative varie de 255 μs à 12K jusqu'à 215 μs à température ambiante. Cette diminution de la durée de vie radiative est attribuée à certains processus de relaxation multi-phonons dans la structure. L'efficacité quantique de ce système a été estimée à 0.84 en fonction de ces durées de vie.

L'émission Starck a été observée sous excitation à 800 nm et est constituée de large bande situées autour de 530, 600 et 670 nm qui correspondent aux transitions entre le niveau $^4F_{3/2}$ et les niveaux $^4I_{9/2}$, $^4I_{11/2}$, et $^4I_{13/2}$. Cette émission est due à un phénomène d'up conversion à partir du niveau $^4F_{3/2}$ excité.

Enfin des tests laser ont été faits sur ce matériau dans une cavité, afin d'observer l'émission laser dans IR ainsi que celle doublée dans le vert. En réglant le miroir de transmission de la cavité à 6% (pour une longueur d'onde de 1064 nm), l'émission laser est obtenue avec un rendement de 37% et un seuil de pompage à 65 mW.

Si l'on veut à présent regarder l'émission doublée, il faut diminuer le taux de transmission de la lumière infrarouge. En mettant un miroir ne laissant passer que 0.36% du faisceau infrarouge l'efficacité du doublage augmente. On obtient une courbe qui se comporte de façon quadratique avec la puissance de pompage ce qui correspond tout à fait au phénomène de doublage de la fréquence par génération du second harmonique.

II.3. Les matériaux dopés à l'ytterbium

II.3.1. L'Intérêt de l'ion ytterbium Yb^{3+}

- L'ion Yb^{3+} fournit une émission laser autour de 1030 nm, de longueur d'onde proche de l'émission du Nd^{3+} à environ 1060 nm. Les recherches concernant l'ion Yb^{3+} ont ciblé le remplacement de l'ion Nd^{3+} pour des applications favorisant la performance. Ainsi un gain d'intérêt à de nouvelles matrices dopées par l'ion Yb^{3+} se fait sentir surtout après la découverte de diodes laser InGaAs émettant autour de 950 nm au commencement des années 90. L'excitation de l'ytterbium semble pleinement adaptée à ces nouvelles sources de pompage. L'ytterbium se distingue par une plage d'absorption localisée entre 900 – 980 nm. Comparé à, Nd^{3+} cet ion Yb^{3+} apporte :

- Une structure électronique simpliste (figure II.6), formée de deux niveaux d'énergie engendrant une absorption nulle à partir de l'état excité, car il n'y a pas d'accessibilité à des énergies raisonnables (λ dépassant 260 nm) et des processus de transfert d'énergie par relaxation croisée qui réduisent les performances laser en rendant la section efficace stimulée effective petite.

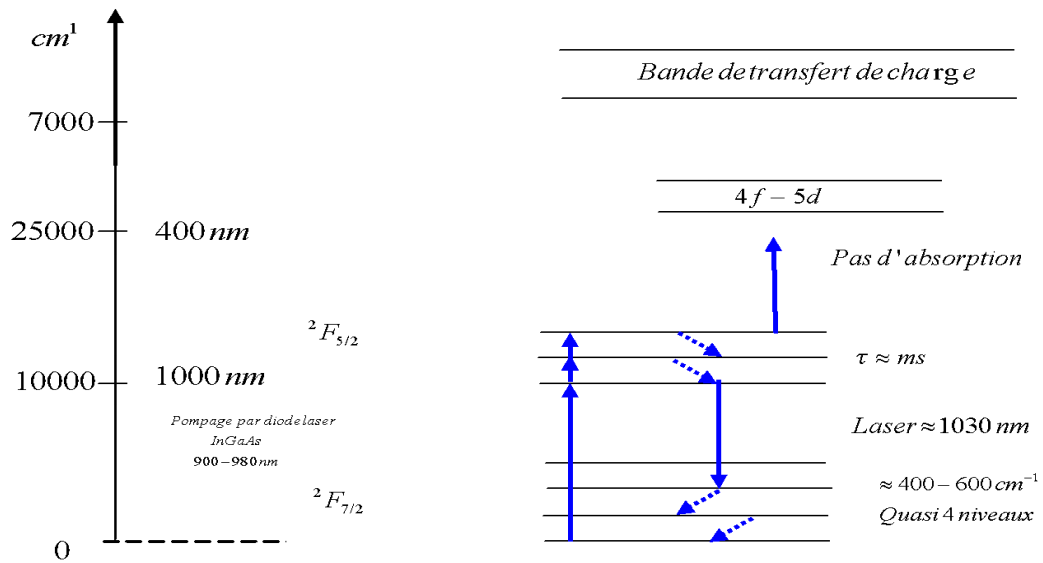


Fig. II.6 : Schéma de niveaux d'énergie des matériaux laser dopés par l'ion Yb^{3+} .

- Un stockage de l'énergie plus efficace, résultant d'une durée de vie de l'état excité quatre fois plus longue pour l'ytterbium.
- Une diminution de la charge thermique et des effets de lentille du barreau laser en fonctionnement dû à un défaut quantique plus faible (moins de 10 %, contre 20 à 25% pour les lasers au néodyme). Mais l'ytterbium présente l'inconvénient suivant :
 - Le niveau terminal de l'émission laser se situe dans le multiplet fondamental dont la position du niveau d'énergie ne dépasse pas quelques centaines de cm^{-1} et donc peuplé thermiquement, la réabsorption de l'émission augmente ainsi le seuil laser, le choix de la matrice est donc particulièrement important dans le cas à 4 niveaux puisque c'est le champ cristallin qui détermine l'écart en énergie entre le niveau fondamental et le niveau terminal de la transition laser (figure II.7). A cet effet, l'éclatement du multiplet fondamental sous l'effet du champ cristallin doit être maximal.

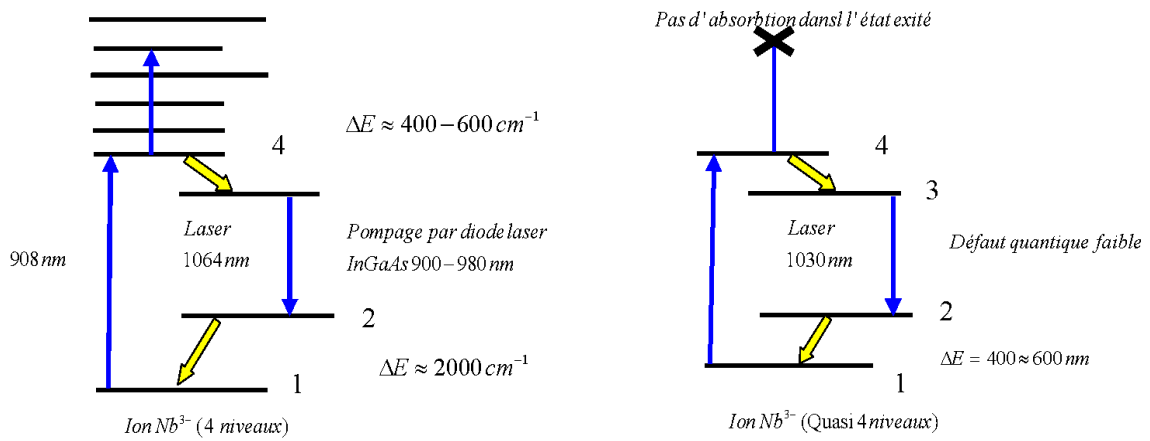
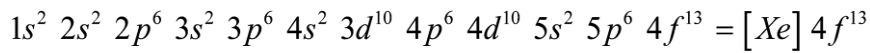


Fig. II.7 : Schéma de fonctionnement à 4 niveaux et quasi 4 niveaux

II.3.2 Structure électronique de l'ion libre Yb^{3+}

L'ytterbium de nombre atomique ($Z=70$), est un élément qui appartient comme le reste des lanthanides à la famille des terres rares. Ces éléments se caractérisent par le remplissage progressif de la sous couche 4f alors que les sous-couches $5s^2$ et $5p^6$ sont déjà complètes. La structure électronique sous forme trivalente est :



La couche électronique 4f incomplète est responsable des propriétés optiques et magnétiques de l'ion. Cette couche a une caractéristique intéressante : son extension spatiale est moins importante que celles des couches pleines $5s^2 5p^6$ (voir figure II.8). Ce confinement de l'orbital est d'autant plus important que l'on avance dans la série des lanthanides (contraction lanthanidique). Les électrons de la couche 4f vont ainsi protéger l'écran que constituent les couches $5s^2$ et $5p^6$. Pour cette raison, les transitions intra-configuration subissent peu les effets de l'environnement.

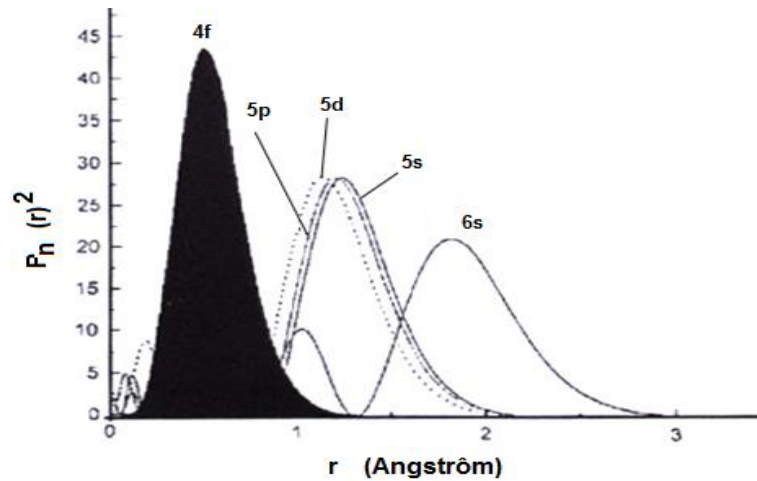


Fig. II.8 : Probabilité de présence radiale des électrons en fonction de leur distance au noyau pour les orbitales 4f, 5d, 5s, 5p et 6s

Les 67 électrons de l'ion Yb^{3+} sont placés dans un potentiel résultant de la somme de l'attraction du noyau et la répulsion coulombienne (équation 2.1). Ce potentiel ne suffit pas à lever la dégénérescence des états des 13 électrons $4f$, qui se trouvent dans un terme noté $2f$ ($L=3$ et $S = 1/2$) dégénéré 14 fois. Sous l'effet d'un fort couplage spin orbite, le terme $2F$ éclate en deux multiplets notés $2S+1 L_J$: ${}^2F_{7/2}$ (Fondamental) et ${}^2F_{5/2}$ (excité), séparés par une énergie de $\sim 10000 \text{ cm}^{-1}$. Pour l'ion libre, seulement les transitions dipolaires magnétiques sont possibles entre les niveaux ${}^2F_{7/2}$ et ${}^2F_{5/2}$ ($L = 0, J = 1, S = 0$), les transitions dipolaires électriques n'étant pas permises entre deux états représentés par une fonction d'onde de même parité $\Delta=0$.

II.3.3 L'ion Yb^{3+} dans le solide : champ cristallin et éclatement Stark

Lorsque l'ion l'ytterbium se trouve placé au sein d'un solide, les ions qui l'entourent exercent sur chacun des électrons $4F$ un potentiel électrostatique $U_C(ri)$. L'action de ce potentiel a pour effet de lever partiellement la dégénérescence ${}^2f_{7/2}$ et ${}^2f_{5/2}$. Les multiplets sont décomposés en

niveaux Stark doublement dégénérés $g = J + 1/2$ (doublets de Kramer) en raison du caractère demi entier de J . Pour l'ytterbium, le niveau supérieur est donc éclaté au maximum en 3 sous niveaux et le niveau inférieur au maximum en 4 sous niveaux (figure II.9).

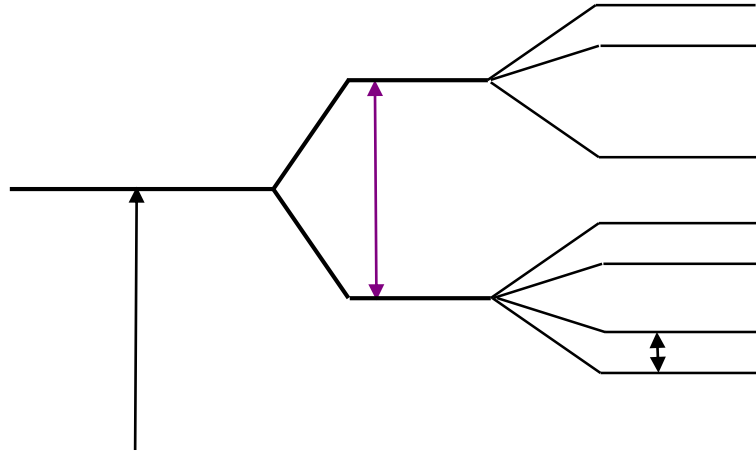


Fig. II.9 : Eclatement de la configuration $4f^{13}$ de l'ion Yb^{3+} sous l'effet des différents termes de l'Hamiltonien.

L'énergie totale de l'ion dans une matrice hôte s'obtient en considérant le Hamiltonien :

$$H = \left(\frac{-\hbar^2}{2m} \sum_i \nabla_i^2 - \frac{Ze^2}{r_i} \right) + \sum_{i>j} \frac{e^2}{r_{ij}} + \sum_i LS + \sum_{ij}^N eU(r_i, \theta_i, \varphi_i) \quad \text{II. 8}$$

$$H_0 = \left(\frac{-\hbar^2}{2m} \sum_i \nabla_i^2 - \frac{Ze^2}{r_i} \right), \text{ décrit l'attraction coulombienne de chaque électron}$$

avec le noyau.

$H_e = \sum_{i>j} \frac{e^2}{r_{ij}}$, la répulsion électrostatique entre électron qui conduit aux termes $2s+1$, L dégénérés. $(2S+1)(2L+1)$

$H_{SO} = \sum_i LS$, le couplage spin-orbite 10^2 cm^{-1} qui résulte de l'interaction entre le moment magnétique de spin de l'électron et le champ magnétique créé par le mouvement de l'électron dans le potentiel attractif des protons. Ce couplage décompose les termes de l'ion libre en états $^{2s+1}L_j$.

$\sum_{ij}^N eU(r_i, \theta_i, \varphi_i)$, l'interaction entre les N électrons et le champ cristallin ($\approx 10^2 \text{ cm}^{-1}$).

Le potentiel U_c peut se décomposer sur la base Y_q^k des harmoniques sphériques (base de la représentation des orbitales atomiques) :

$$U_c = \sum_{k,q,j} \sqrt{\frac{4\pi}{2K+1}} B_q^k Y_q^k(\theta_i, \varphi_i) \quad \text{II. 9}$$

$-k \leq q \leq k$ et $k \leq 2l$ ($2l = 6$) pour les lanthanides

Pour les lanthanides, les transitions dipolaires électriques sont interdites puisqu'il s'agit de transition entre niveaux de même parité ($\Delta L = 0$).

L'existence des transitions intra-configurationnelles entre niveau $4F$, s'explique par une interaction de configuration, favorisée par le champ cristallin, qui a pour effet d'introduire dans la fonction d'onde représentant l'état de l'ion ($^2f_{7/2}$ et $^2f_{5/2}$) des contributions d'autres états de parité opposée et en particulier de l'état $5d$. En particulier, plus la symétrie du site d'accueil est basse, plus ce mélange est important. Les niveaux $4f$ ne sont donc pas tout à fait purs et les transitions dipolaires électriques dites forcées, ne sont plus strictement par les règles de sélection sur la parité.

Il est possible que les fluctuations du champ cristallin dues à l'agitation thermique permettent un tel mélange (couplage électron-phonon) qu'on considèrera ensuite plus en détail. Les transitions dipolaires magnétiques sont permises à l'intérieur d'une même configuration ou entre configuration de même parité mais sont en général moins intenses que les transitions dipolaires électriques (d'un facteur 10^2 environ).

II.3.4. Graphe de barycentres

La méthode graphe de barycentre introduite par E. Antic-Fidanvec permet d'introduire une relation entre la position des barycentres de $^2F_{5/2}$ et $^2F_{7/2}$. Dans le cas de l'ion ytterbium, l'énergie de séparation entre ces deux multiplets, de l'ordre de 10200 cm^{-1} , est suffisamment grande pour négliger le mélange en J du mélange d'états issus des termes ($^2f_{7/2}$ et $^2f_{5/2}$), ce qui signifie que l'écart d'énergie entre ces deux termes reste constant d'une matrice à l'autre et égal à celui observé pour l'ion libre. Pour les matrices dopées Ytterbium, cet écart correspond à la différence d'énergie entre barycentres des deux termes éclatés sous l'effet du champ cristallin. Ainsi, si l'on prend comme origine des énergies, le niveau fondamental de $^2F_{7/2}$ et que l'on reporte dans un graphe le barycentre du terme $^2F_{5/2}$ en fonction de celui du terme, la présentation des points des différentes matrices décrivent une droite de pente unité nommée graphe de barycentres ($2F_{5/2} = 1080 + 0.95 2F_{7/2}$ (figure II.10).

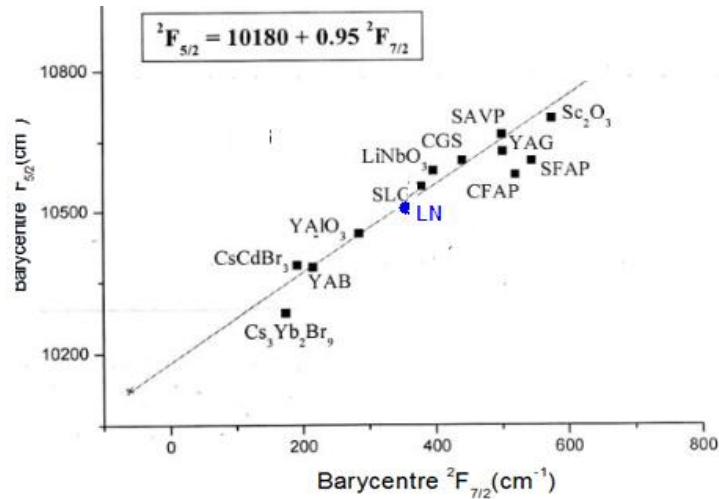


Fig. II.10 : Diagramme des barycentres

II .4 Détermination des niveaux d'énergie

La décomposition par le champ cristallin des niveaux électroniques des ions terre rare est accessible à partir des spectres d'absorption et d'émission enregistrés à basse température, seuls les sous niveaux Stark de plus basse température de chaque multiplet sont peuplés. Le spectre d'absorption traduit alors les transitions possibles à partir du premier sous fondamental i vers les différents niveaux Stark du niveau excité j . Le spectre d'émission permet de déterminer la position des sous niveaux du multiplet fondamental.

La Figure II.11 présente les transitions observées à basse température dans le cas de l'ion ytterbium quatre sous niveaux Stark du fondamental noté 1, 2,3 et 4s et les trois sous niveaux de l'état excité ${}^2f_{5/2}$ notés 5,6,7s. Ainsi nous attendons de trouver trois raies en absorption et quatre raies en émission [8].

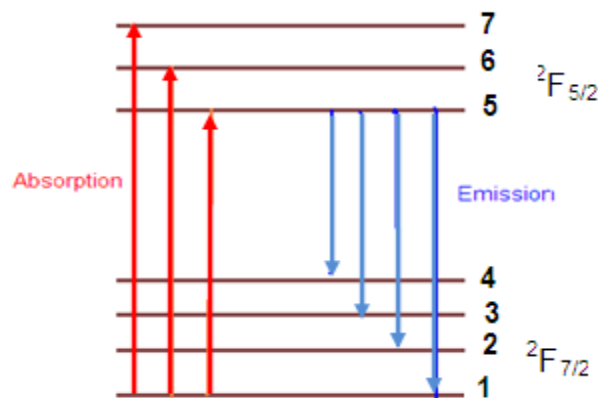


Fig. II.11 : Transitions électroniques de l'ion Yb^{3+} observé à basse température

Après avoir étudié les propriétés physiques et chimiques du matériau ainsi que le diagramme de phase, nous allons aborder la préparation des échantillons et le tirage par la technique micro pulling down dans le chapitre III.

Chapitre III :

METHODE DE PREPARATION ET DE TIRAGE PAR LA TECHNIQUE MICROPALLING DOWN

III.1 Introduction

Comme nous l'avons vu précédemment, le SBN est un matériau qui possède de très bonnes propriétés électro-optiques. Cependant, il reste difficile à obtenir sous forme monocristalline en raison de ces défauts ainsi que sa transition et tendance à former des stries au cours de la croissance. Cette étude a donc pour but de sonder les conditions de croissance nécessaires à l'obtention d'un cristal de SBN de qualité optique pour pouvoir être utilisé dans un système Optique. Pour cela, nous nous sommes aussi bien intéressés à la chimie du composé en optimisant sa composition qu'à l'ingénierie de la procédure de tirage.

Dans ce chapitre nous présentons la méthode de préparation de la poudre, puis la technique de croissance des fibres optiques cristallines qui est la microgoutte pendante utilisée dans ce travail. Ensuite, les méthodes de caractérisations les propriétés physiques du matériau.

Pour élaborer un monocristal, nous devons tout d'abord préparer le matériau sous forme poudre c'est à dire la phase pure du matériau à faire croître.

Voici les différentes étapes indispensables avant d'envisager le tirage :

- 1 - Calcul de masse du précurseur du matériau à synthétiser.
- 2 - Pesée le précurseur dans des proportions adéquates pour avoir la bonne stœchiométrie du constituant dans le matériau.

3 - Mélange du précurseur et broyage de la poudre obtenue afin de faciliter la réaction à l'état solide.

4 - Compactage de la poudre obtenue sous forme de pastille cylindrique ou parallélépipédique sous 6000 kg/cm² à l'aide d'une presse hydraulique.

5 - Traitement thermique pour faire réagir les précurseurs et obtenir la phase voulue.

Les précurseurs employés sont bicarbonate strontium, bicarbonate baryum, oxyde niobium et oxyde ytterbium. Le traitement thermique choisi dans le cadre de ce protocole comporte deux paliers : Le premier (autour de 1000°C pendant une dizaine d'heures) permet de décomposer les précurseurs et amorcer les réactions de formation des phases, le second (quelques centaines de degrés au-dessous du point de fusion du matériau ~2000°C, pendant une vingtaine d'heures) permet de compléter la réaction et de former la phase voulue. En raison des cinétiques de formation très rapide des différentes phases choisies dans le cadre de ce mémoire, un seul traitement thermique suffit pour avoir des phases pures. La figure III-1 donne un exemple : méthodes de préparation utilisées pour la formation d'une phase pure de composition Sr BaNb₂O₆

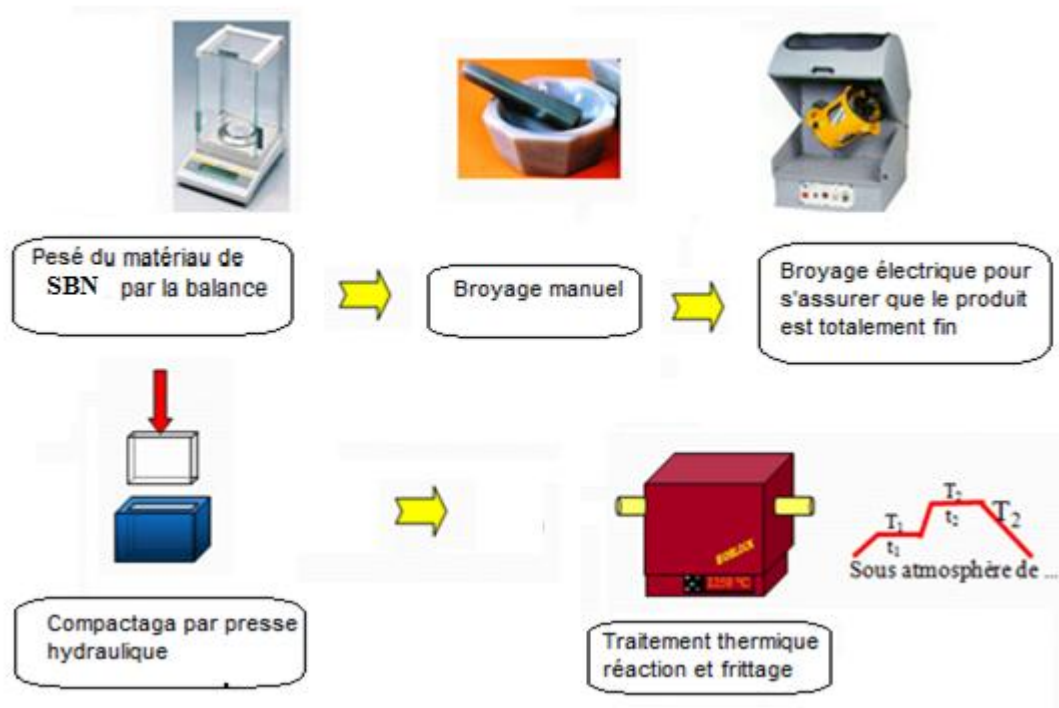


Fig. III.1 : Méthodes de préparation de la poudre

III.2 Croissance cristalline par la technique μ -PD

La technique micro pulling down dérive de la goutte pendante développée [21] à fin des années 60. Cette méthode, reprise et améliorée par [22] consiste à faire croître une fibre monocristalline à travers un capillaire. Le matériau est fondu par chauffage résistif (ou inductif) puis est tiré vers le bas à travers le capillaire à partir d'un germe qui donne l'orientation au cristal formé, la forme de la section de la fibre étant celle du capillaire. Le descriptif de base de la machine μ -PD utilisée au Japon nécessite différents équipements qui sont représentés dans les figures III.2 et III.3.

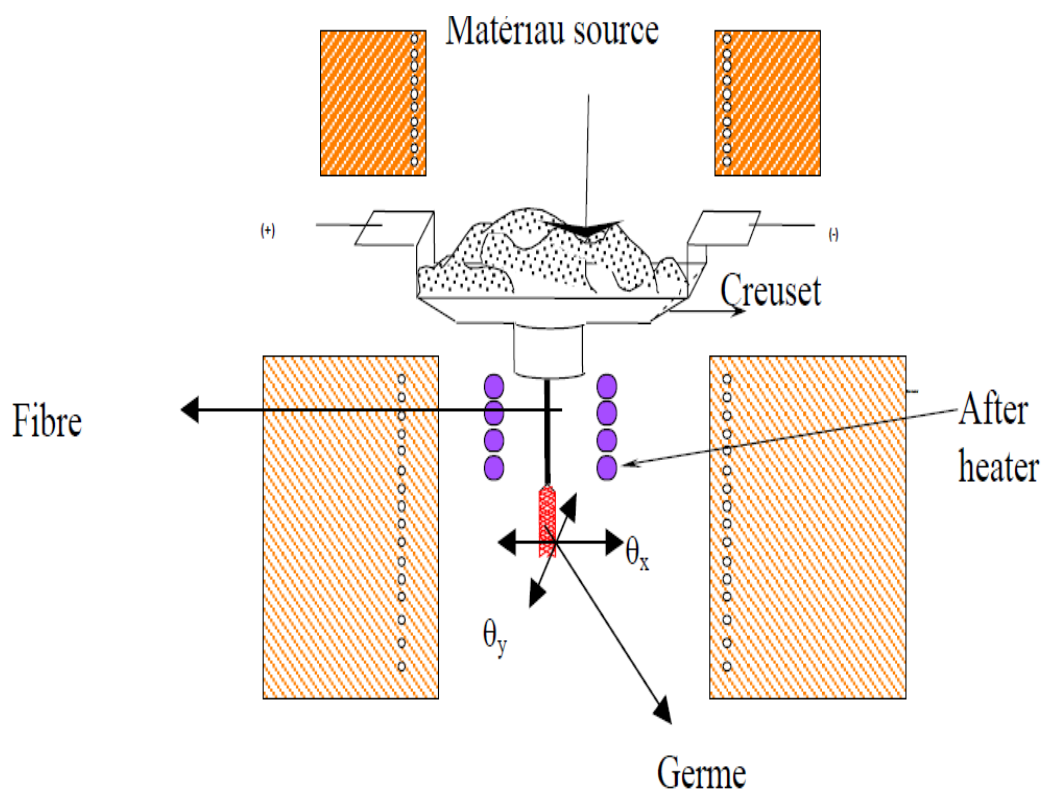


Fig. III.2 : Vue de l'intérieur de la technique μ -PD

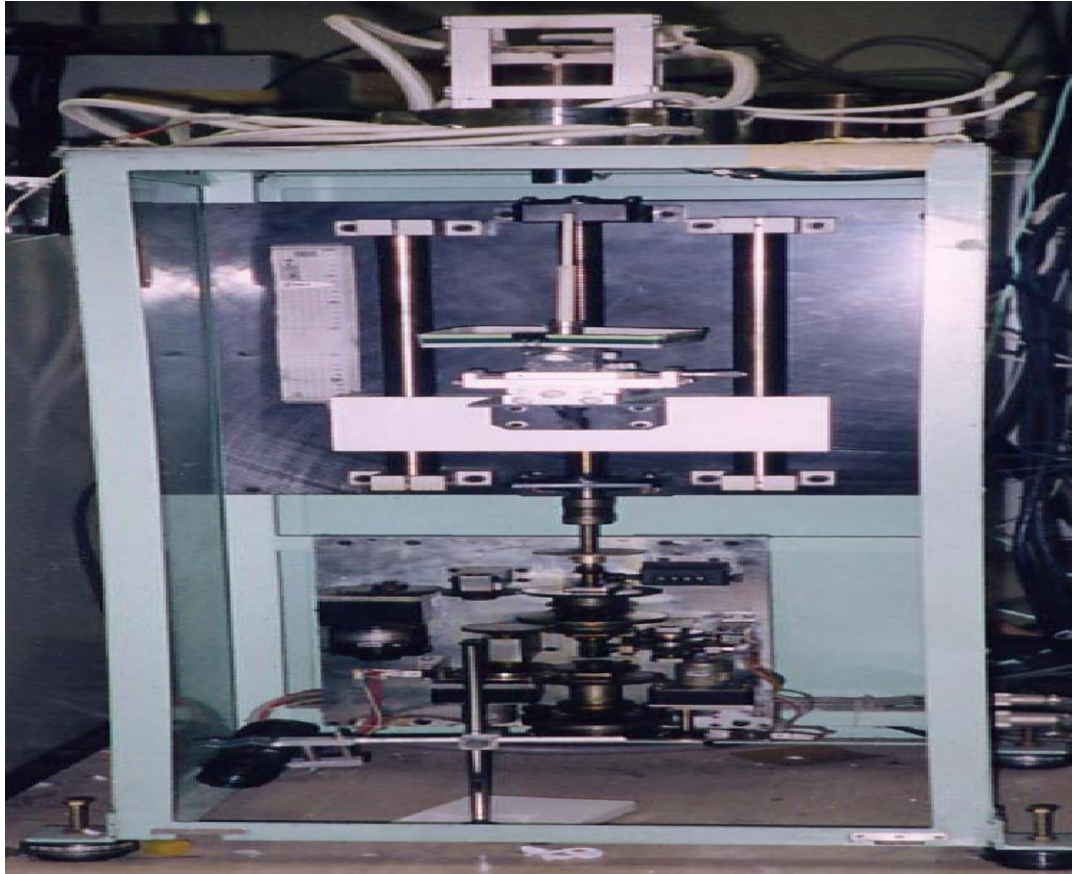


Fig. III.3 : Vue générale du dispositif μ PD

L'installation de croissance proprement dite comprend :

- Un ensemble de creusets et capillaires (Pt, Rh, Ir),
- Un dispositif de chauffage résistif pour la fusion du matériau source
- Un micro four localisé ou " after heater " servant à contrôler les gradients de température durant le tirage à la sortie du capillaire
- Un four de recuit afin d'homogénéiser progressivement les températures.

A ces dispositifs thermiques de base s'ajoutent les équipements de contrôle et d'optimisation de tirage :

- Contrôle thermique et régulation des températures et gradients thermiques.
- Positionnement géométrique et vitesse de tirage (contrôle mécanique éventuel des forces de tirage).
- Atmosphère, dispositifs de pompage et alimentation en gaz.

Pour obtenir un tirage de bonne qualité, il est nécessaire de suivre une procédure très stricte. Tout d'abord, il est important d'instaurer dans l'enceinte de tirage une température la plus proche possible de la fusion du matériau à faire croître. En effet l'utilisation d'un four de recuit (after - heater) et d'un four de préchauffage (sub00-heater) aura pour effet de diminuer les gradients thermiques que va subir la fibre cristalline au cours du tirage. Le matériau source est fondu dans un creuset en platine, chauffé à l'aide d'un courant électrique alternatif. L'intensité du courant est stabilisée de manière que la température soit juste au-dessus du point de fusion du matériau. Une goutte pendante de liquide apparaît à la sortie du capillaire. Le contact entre le germe et le liquide qui se trouve dans le creuset peut alors être réalisé (voir figure III.3).

Cette étape est la plus délicate car il s'agit de la seule étape manuelle et la température est très élevée ; une fausse manœuvre peut engendrer un mauvais contact germe-liquide, altérer la qualité du cristal et désorienter la direction de tirage. Une fois l'interface solide – liquide établie, la croissance du cristal s'effectue alors vers le bas avec des vitesses contrôlées. L'alignement du germe avec le capillaire est contrôlé par des micro-déplacements X-Y ainsi que des inclinaisons $\theta_x - \theta_y$. La procédure de tirage est suivie directement par une caméra CCD.

La forme et la nature du creuset dépendent de la température de fusion du matériau.

Pour les composés qui ont des températures de fusion voisines de 1500°C, la croissance est effectuée dans un creuset en platine. Pour les matériaux ayant une température de fusion comprise entre 1500°C et 1700°C (température de fusion du platine), le tirage s'effectue dans un creuset Pt-Rh (5%). Enfin les fibres peuvent être tirées sous atmosphère contrôlée car le dispositif est placé dans une enceinte fermée.

Des matériaux ayant des températures de fusion supérieures peuvent également être tirés, Mais le creuset devrait être alors constitué d'un matériau beaucoup plus réfractaire comme l'Iridium, le Rhénium ... et l'atmosphère devra être neutre ou réductrice.

Durant le tirage, la géométrie de l'interface liquide-solide et l'épaisseur de la zone fondue peuvent être contrôlées manuellement.

Dans le cas d'une désorientation de la fibre cristalline par rapport à l'axe de croissance, cette dernière peut être ajustée vers sa position initiale par inclinaison du germe.

Son diamètre dépend de celui du capillaire micrométrique (100 μm à 1 mm) ainsi que de la vitesse utilisée.

Sa longueur dépend de la quantité initiale de matière que contient le creuset (quelques cm^3) et du diamètre de la fibre.

L'une des caractéristiques importantes de cette technique est la possibilité de jouer grandement sur la vitesse de croissance. En effet le rapport très important entre la surface du cristal et son volume permet une meilleure évacuation des défauts et donc un tirage beaucoup plus rapide que dans les techniques de croissance de matériaux massifs.

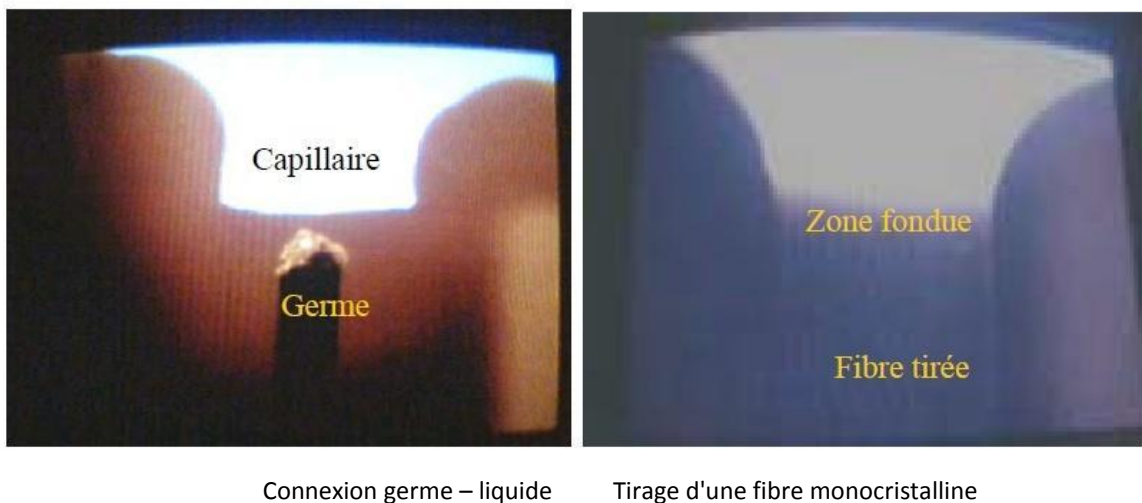


Fig. III.4 : Procédure de tirage d'une fibre monocristalline de composition $\text{Sr}_{1-x}\text{BaNb}_2\text{O}_6$ par $\mu\text{-PD}$ (Visualisation directe du procédé de tirage)

Les principaux avantages de la technique $\mu\text{-PD}$ sont les suivants :

- Les gradients de température sont contrôlés au niveau de l'interface solide-liquide ce qui réduit la formation de défauts,
- Contrôle de la forme de l'interface liquide-solide
- Les coefficients de ségrégation sont pratiquement égaux à l'unité si les vitesses de tirage sont suffisamment élevées.
- Possibilité d'utiliser des concentrations en dopants très élevées dans le cristal. Les cations peuvent être figés dans le solide en raison des vitesses de tirage élevées et l'absence de seconde phase, ce qui permet d'élaborer des cristaux non congruents.
- La forme des fibres est contrôlée, ce qui n'est pas le cas pour d'autres techniques.

- Fabrication manuelle des creusets (voir figure II.7), ce qui réduit considérablement le coût du matériel et nous permet de lui donner une forme spéciale en fonction des caractéristiques du liquide (mouillabilité, viscosité ...)
- Possibilité de faire croître des fibres de grande longueur de l'ordre du mètre
- Rapidité de la croissance, ce qui réduit le coût des cristaux par rapport à d'autres techniques.
- Grande stabilité du diamètre des fibres

III 3. Dispositifs de caractérisation

III 3.1 Microscopie optique

La morphologie interne et externe des cristaux est examinée en microscopie optique en réflexion et en transmission avec un microscope LEICA DMR-XRE. Les grossissements typiquement employés sont compris entre 250 et 1000 et permettent une exploitation à une échelle de l'ordre du micromètre. Nous pouvons ainsi nous assurer que les cristaux formés sont bien transparents et ne contiennent ni inclusion, ni crack, ni tout autre défaut macroscopique.

L'examen en lumière polarisée a permis en outre une première appréciation des extinctions systématiques du cristal donnant un résultat préliminaire de la qualité de l'échantillon.

III. 3.2 Diffraction de rayons X

La diffraction des rayons X sur monocristal nous a permis de vérifier les structures, déterminer les paramètres de maille et orienter les germes afin de contrôler l'axe de croissance des fibres. Ces mesures ont été réalisées au Centre Commun de Diffractométrie H. LONGCHAMBON de l'Université Claude BERNARD Lyon1 et le diffractomètre utilisé est un ENRAF-NONIUS CAD4, les radiations employées sont K_{α} du Molybdène et K_{α} de Cuivre.

Les fibres ont été directement montées sur le diffractomètre. Les paramètres de maille et les matrices d'orientation ont été trouvées à partir de la méthode des moindres carrés après recherche aléatoire sur 25 réflexions complètes aux grands angles, en utilisant les raies K_{α} du Molybdène. Comme les fibres sont des monocristaux très stables, le temps de mesure a été de 90 secondes après le balayage préliminaire de $8^{\circ}/\text{min}$. Des contrôles d'intensité ont été faits toutes les 100 réflexions et toutes les heures. Les calculs ont été réalisés sur VAX 3100. Les corrections

d'absorption ont été réalisées à l'aide des programmes PSI et EAC du logiciel SDP développé par un ENRAF NONIUS.

III 3.3. Micro spectroscopie Raman

La spectroscopie Raman détecte les interactions élastiques entre les atomes dans la structure. Chaque pic correspond à un mode de vibration entre deux atomes de la structure. L'étalonnage puis l'étude de ces pics nous permet de détecter aussi bien les défauts ponctuels.

L'interaction entre un réseau cristallin et une excitation par un photon d'énergie E , peut se schématiser par l'introduction d'un état virtuel par lequel les atomes transiteraient, avant de retourner vers l'état fondamental ou vers un état vibronique. Le premier processus correspond à la diffusion élastique ou diffusion Rayleigh alors que le second, beaucoup moins intense, correspond à la diffusion Raman (voir figure III.5). La diffusion Raman révèle donc les différents modes vibratoires actifs du réseau.

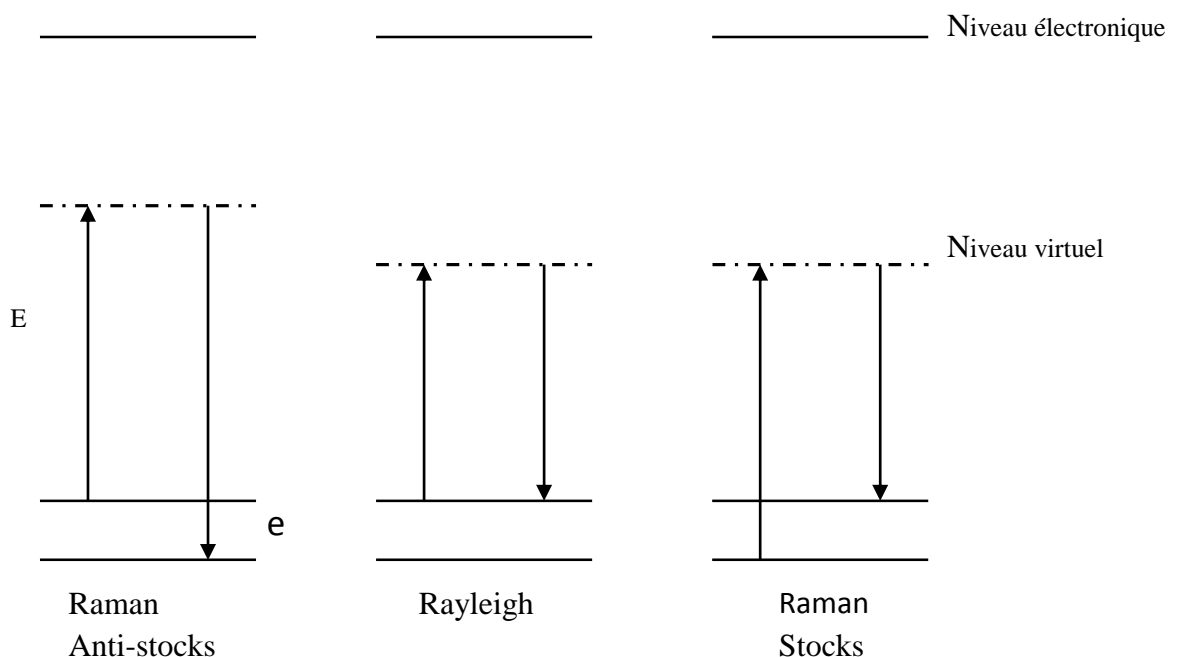


Fig. III. 5 : Schématisation de l'effet Raman et des transitions mises en jeu

Pendant cette étape de l'élaboration et de tirage par la technique (μ PD) utilisée, les substrats de SBN fibrés sont prêts pour la caractérisation par les trois dispositifs considérés. Dans le chapitre IV, nous allons procéder à l'analyse, l'interprétation et la comparaison des résultats.

Chapitre IV :

ANALYSES ET RESULTATS

DU MATERIAU SBN

IV.1 Introduction

Dans ce chapitre, notre but de travail, arriver à comprendre la préparation et le tirage des fibres optiques du SBN pur et dopé par la technique micro pulling down L'ion utilisé est l'ytterbium, car il a le gros avantage de posséder une spectroscopie relativement simple et un rayon ionique (R de l' $\text{Yb}^{3+} = 0.868 \text{ \AA}$) inférieur à ceux des ions Ba^{2+} et Sr^{2+} qu'il pourra donc substituer dans la structure SBN. Les monocristaux ont été tirés par la technique micro-pulling down. Cette technique a permis d'obtenir des fibres de petit diamètre. Ces fibres n'ont pas été faciles à obtenir et toute une stratégie de tirage a dû être mise au point.

- Ensuite, Vérification de la fibre monomode ou multimode par analyse :
- DRX,
- Microscope optique,
- Spectroscopie infrarouge

IV.2 Application de la fibre optique cristalline dans le domaine de télécommunication.

Les résultats expérimentaux de notre travail ainsi que les interprétations possibles choisies concernant les caractérisations structurales et optiques des cristaux fibrés du SBN pur et dopés élaborés par la technique.

Le monophasée de la fibre est vérifié par l'analyse des rayons X (DRX), les défauts sont observés par microscopie optique et l'homogénéité des fibres par spectroscopie Raman.

IV.3 Vue générale d'une fibre du SBN

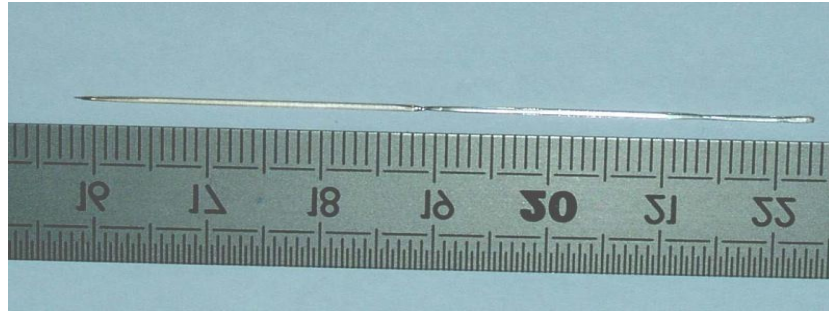


Figure IV.1 : Observation par l'œil humain de la fibre de la silice

IV.4 Caractérisation des fibres broyées

IV.4.1 Analyse des fibres SBN par microscopie optique

Une analyse est faite pour voir la qualité (régularité du diamètre, absence de cracks et de Macles, ...) des fibres produites. On constate au niveau de la figure IV.2 :

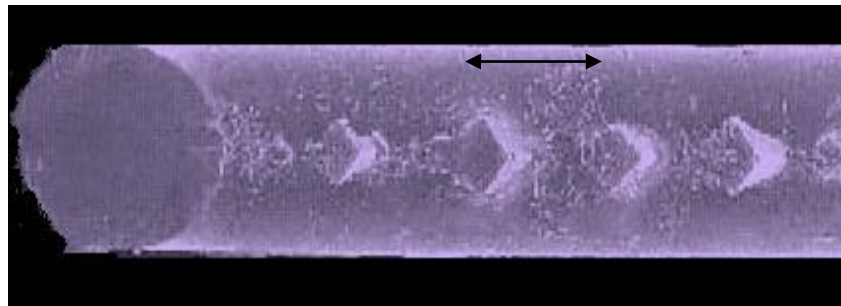


Fig. IV .2 : Fibre optique SBN non dopée de longueur 10 cm

La présence des défauts après un polissage devient transparente (voir figure IV.3).

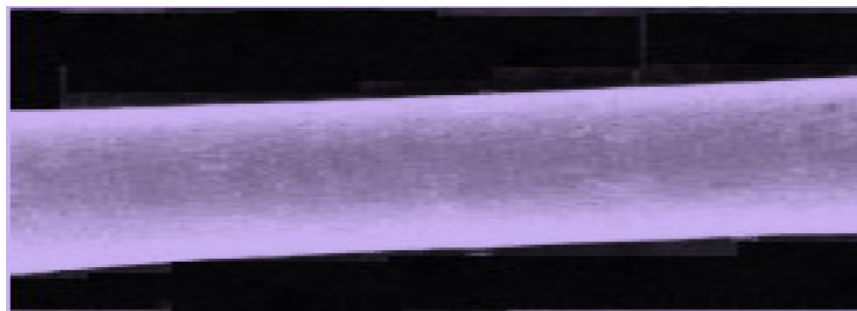


Fig. IV.3 : Une vue de la fibre SBN dopée après le polissage

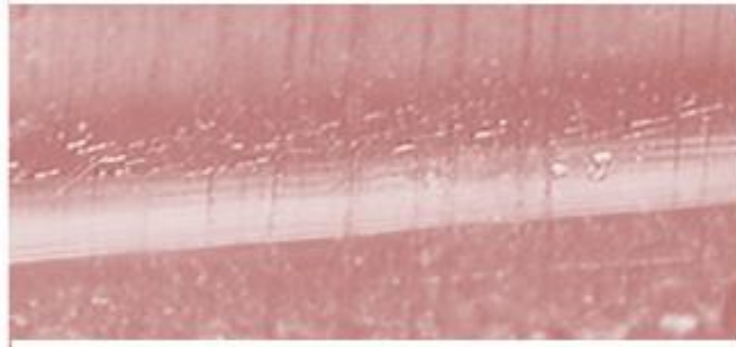


Fig. IV.4 : Vue de l'intérieur de la fibre SBN après le polissage

Cette figure IV.4 : représente l'homogénéité de la fibre avec un diamètre constant.

IV.4.2 Analyse par DRX

Nous avons également vérifié que nos monocristaux possédaient bien la phase du SBN en effectuant une analyse par diffraction des rayons X sur des fibres monocristallines broyées. En comparant nos diffractogrammes indexés avec les spectres de la littérature (fiche JCPDS 39-0265) nous pouvons nous assurer que la phase cristallisée correspondait bien à la phase SBN de structure quadratique.

Les diffractogrammes suivants (voir Figure IV.5) montrent bien le caractère monophasique des cristaux et en le comparant au diffractogramme de référence, nous pouvons conclure que nos cristaux sont bien de la phase SBN .en (Illustration faite en Figure IV.6)

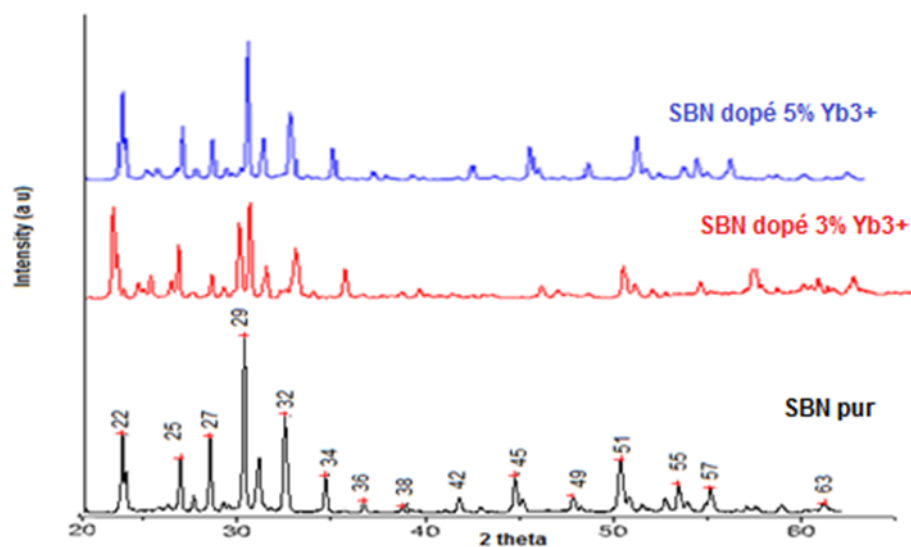


Figure IV.5 : Analyse par DRX du matériau SBN dopé et non dopé

IV.4.3 Analyse par spectroscopie Raman

Afin de vérifier l'homogénéité de la structure le long de la fibre, une analyse micro Raman a été faite sur des fibres polies des deux faces. Les résultats sont donnés sous la forme d'un spectre dont les pics sont caractéristiques des constantes de force entre chaque atome et donc de la disposition des atomes dans le réseau. Elle nous permet donc de détecter la présence de défauts structuraux qui se manifesterait par l'apparition de nouveau pic ou l'élargissement du spectre

Notre spectre Raman se présente comme un ensemble de raies d'intensité variable dont les positions correspondent aux fréquences de vibrations existantes sur le solide et dont l'observation permet de dire que le spectre montre l'homogénéité de la structure le long de la fibre. (Voir figure IV.6).

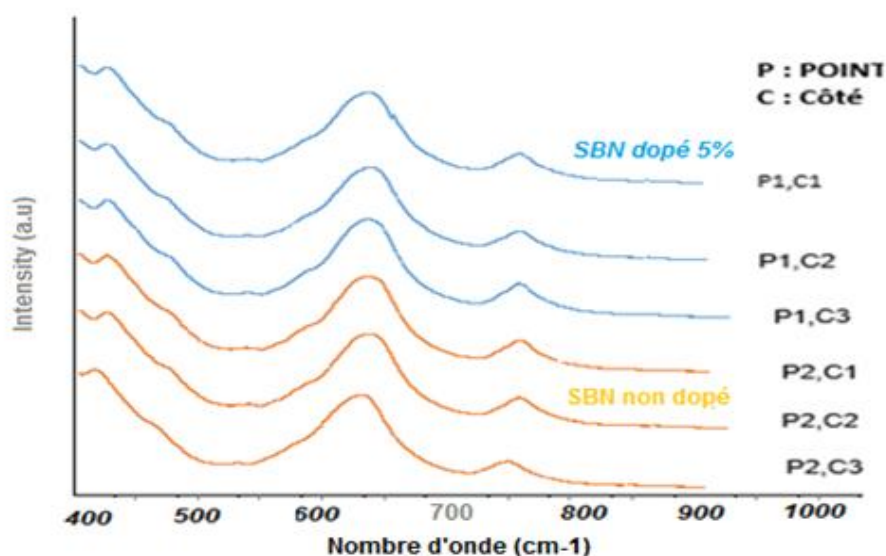


Fig. IV.6 : Analyse par spectroscopie Raman du SBN 5 %

IV.5 Discussions

L'observation au microscope optique nous montre des stries comme on le voit sur la Figure IV.2 mais avec un polissage ils vont disparaître.

La figure IV.5 illustre l'évolution du spectre des rayons X du SBN dopé et obtenu après une analyse par DRX. Nous constatons que le mono matériau fibré obtenu est avec une seule structure donc la fibre du SBN est bien monophasée.

Les spectres Raman confirment la présence des bandes de vibration correspondant à la formation de phases SBN donc les spectres du SBN semblent homogènes et transparentes. Ces résultats sont comparés à la littérature [25]

Comme synthèse du chapitre, nous affirmons que les trois dispositifs de microscopie optique, DRX et microscopie Raman ont montré que la fibre obtenue est bien monomode donc on peut continuer notre étude sur les propriétés optiques pour arriver à un matériau optique doubleur de fréquence appliqué en télécommunication.

Conclusion

Dans ce mémoire, nous nous sommes intéressées à l'étude des fibres optiques cristallines du matériau SBN. Son intérêt réside dans l'identification et la distinction entre les différents types de fibres utilisées en télécommunication en théorie comme en pratique. Pour y arriver, cette étude a consisté d'abord à élaborer des mono structures fibrées par la technique micro palling down (M(D), homogènes, transparentes et monophasées puis leur analyse par les trois techniques de caractérisation : Microscopie optique, DRX et spectroscopie Raman.

La réalisation s'est déroulée au laboratoire (Leam) à l'université Badji Mokhtar Annaba.

Nous remarquons que la croissance par (μ -PD) s'est avérée assez difficile mais les analyses de microscopie optique, DRX et microscopie de Raman ont montré une grande homogénéité du diamètre, l'absence de fissures, de macles ou de lignes de dislocation et la structure semble monophasée, très homogène sur toute la longueur de la fibre.

Cette étude structurale a été préconisée pour permettre le passage à l'étude spectroscopique afin d'obtenir des fibres optiques doublant la fréquence.

Bibliographie

- [1] **Pierre. Lecoy** (collection réseaux système et télécoms), communication sur fibres optiques (4ème édition), 366 pages, parution le 06/11/2014.
- [2] **Jean-Michel Mur** (COLLECTION EPSILON), les fibres optiques, notion fondamentales (câbles connectique, composants, protocoles, réseaux ...), (3ème édition), 472 pages, parution le 10/07/2019.
- [3] **Jacques. Bures**, optique guidée, fibres optiques et composants passifs tout –fibre, 394 PAGES, PARUTION LE 20/05/2009.
- [4] **Jacques. Bures**, Optique Guidée, Fibres Optiques Et Composants Passifs Tout – Fibre, 394 PAGES, PARUTION LE 20/05/2009
- [5] **Canning J, Buckley E, Lyttikainen K, Ryan T.**, "Wavelength Dependent Leakage in A Fresnel-Based Air-Silica Structured Optical Fibre ", Optics Communication, Vol.205,2002, P.95-99.
- [6] **Russel P.St.J** , "Photonic -Crystal fibers" journal of light wave technology, vol. 24, N°12, PP 4729-4749, 2006.
- [7] **Coulombier Q.et al.**, "casting method for producing low loss chalcogenide micro structured fibers", Optics Express, VOL .18, pp 9107-9112, 2010.
- [8] Carruthers J. R., Crasso M., Solid State Sci 117 (1970) 1426

M. Cochez, M. Ferriol, L. Poppl, K. Polgar, A. Peter, J. Alloys and comp., à paraître 2004.
- [9] Jamieson P. B., Abrahams S.C., Bernestein J.L., J.Chem.Phys 48 (1968) 5048.
- [10] Smolensky G.A, Isupov V.A, Agranoskaya AI Fiz.Tverd.tele 1 (1959) 170.
- [11] Megumi K., Nagastuma K., Kishiwada Y., J. Mat. Sci 48 (1976)

1583.

- [12] Displanches G., Berrand J.L., Lazennec Y., J. Cry .Growth 23, (1974) 149.
- [13] Whipps P. W., J.Solide State Chem 4 (1972) 281.
- [14] Abrahams S.C., Marsh P., ActaCryst., B 42 (1986) 61 .
- [15] Maciolek R. B0, Liu S. T., J. Electron Mater. 4 (1975) 517.
- [16] Boniort J., Brehm C., Displanches G., J.Cryst.Growth 30 (1975) 357.
- [17] Abrahams S.C, Marsh P, ActaCryst , B42 (1986) 61 .
- [18] Abrahams S. C, Reddy J. M., Bernstein J. L. J. Phys . Chem. Solids 27 (1969) 999.
- [19] Glass A.M. Applied Physics letters 13 (1968) 147.
- [20] Andreichuk A.E., Dorozhkin L.V., Kuz'minov Yu. et al. 20 Kristallografiya (1984) 1094.
- [21] Romero J. J, Brenier A, Bausá L. E., Boulon G, García Solé J. and
- [22] Ricard J. Brevet invention n° 2 321 326 (1975).
- [23] Yoon D.-H. and T. Fukuda, Journal of Crystal Growth, Volume 144, 3-4, 2 (1994),201
- [24] Venturini E.L., Spencer E.G., Lrnzo P.V., et al. J. Appl. Phys. 39 (1968) 343.
- [25] A.K.AroraT. R. Ravindran, S.Ganesamoorth, K. Kitamura, S. Takekawa, Raman spectroscopic study of structural transition in Sr_{1-x}Bax Nb₂O₆ single, vibrationnel Spectroscopie, 62 (2012) 273–278.

ملخص

ركز العمل الذي تمت مناقشته في هذه الرسالة على دراسة الألياف الضوئية البلورية وخاصة الألياف البلورية لمادة السترونتيوم الباريوم النيوبات (SBN) للسماح بالتعرف والتمييز بين الأنواع المختلفة من الألياف الضوئية المستخدمة في الاتصالات. للقيام بذلك، تتكون هذه الدراسة أولاً من تطوير هياكل أحادية الألياف بواسطة تقنية السحب الدقيق (M μ D)، متجانسة وشفافة وأحادية الطور. تم التحقيق في مختبر (Leam) في جامعة باجي مختار عنابة. لتحليل الهيكل أنه أحادي الطور لجأنا إلى حيود الأشعة السينية على الألياف المكسرة ثم إلى التحليل البصري لثبات القطر على طول الألياف وأخيراً إلى تحليل رامان الطيفي لاستنتاج خلوها من العيوب. وبالتالي، فإن الألياف التي تم الحصول عليها تكون شفافة ومتجانسة وحيدة الطور. الغرض من هذه الدراسة هو الوصول إلى ألياف ضوئية ذات تردد مضاعف. الكلمات المفتاحية: SBN، وضع فردي، سحب دقيق لأسفل، مرحلة واحدة، ألياف بصرية

Résumé

Le travail abordé dans ce mémoire, a porté sur l'étude des fibres optiques cristallines et en particulier la fibre cristalline du matériau niobate strontium baryum (SBN) pour permettre l'identification et la distinction entre les différents types de fibres optiques utilisées en télécommunication. Pour ce faire, cette étude a consisté d'abord à élaborer des mono structures fibrées par la technique micro pulling down (M μ D), homogènes, transparentes et monophasées. La réalisation s'est déroulée au laboratoire (LEAM) à l'université Badji Mokhtar Annaba.

Pour montrer par l'analyse de la structure qu'elle est monophasée, nous avons recouru à la diffraction des RX sur les fibres broyées puis par l'analyse optique pour la constance du diamètre le long de la fibre et enfin par l'analyse spectroscopique de Raman pour conclure qu'elle est exempte de défauts. Ainsi, les fibres obtenues sont transparentes, homogènes et monophasées.

La finalité de cette étude est d'arriver à des fibres optiques ayant une fréquence doublée.

Mots clés : SBN, monomode, micro Pulling down, monophasé, fibre optique.

Abstract

The work discussed in this dissertation focused on the study of crystalline optical fibers and in particular the crystalline fiber of the strontium barium niobate (SBN) material to allow the identification and distinction between the different types of optical fibers used in telecommunications. To do this, this study consisted first of developing mono structures fibered by the micro pulling down (M μ D) technique, homogeneous, transparent and single-phase. The realization took place in the laboratory (Leam) at Badji Mokhtar Annaba University.

For the analysis of the structure that it is single-phase, we have resorted to the X-ray diffraction on the crushed fibers then to the optical analysis for the constancy of the diameter along the fiber and finally to the Raman spectroscopic analysis to conclude that it is free from defects. Thus, the fibers obtained are transparent, homogeneous and single-phase.

The purpose of this study is to arrive at optical fibers with doubled frequency.

Key words: SBN, single mode, micro Pulling down, single phase, optical fiber.