

POLITECNICO DI TORINO

Collegio di Ingegneria Chimica e dei Materiali

**Corso di Laurea Magistrale
in Ingegneria dei Materiali**

Tesi di Laurea Magistrale

Realizzazione e caratterizzazione di un amplificatore ottico per sensoristica remota



Relatori

Prof. Milanese Daniel (DISAT)

Prof. Janner Davide Luca (DISAT)

Dott. Boetti Nadia Giovanna (ISMB)

Candidato

Leone Federico

Settembre 2018

Sommario

Introduzione	3
Capitolo 1 Inquadramento del lavoro di tesi	5
1.1 <i>Il progetto CALIBER</i>	5
1.2 <i>Funzionamento LIDAR</i>	7
1.3 <i>Funzionamento di un LASER e configurazione MOPA</i>	8
Capitolo 2 Caratteristiche dei vetri fosfati	13
2.1 <i>Proprietà strutturali dei vetri</i>	13
2.2 <i>Proprietà termodinamiche dei vetri</i>	20
2.3 <i>Vetri fosfati</i>	22
2.4 <i>Vetri fosfati attivi otticamente</i>	24
2.5 <i>Fenomeni di 'Quenching'</i>	26
2.6 <i>Stato dell'arte di amplificatori ottici a base di vetro fosfato</i>	29
Capitolo 3 Fibre ottiche	31
3.1 <i>Indice di rifrazione e riflessione interna totale</i>	31
3.2 <i>Struttura generica di una fibra ottica</i>	32
3.3 <i>Propagazione della luce lungo una fibra ottica</i>	33
3.4 <i>Tipi di fibre ottiche</i>	37
3.5 <i>Attenuazione in una fibra ottica</i>	38
3.6 <i>Produzione di fibre</i>	40
Capitolo 4 Produzione e caratterizzazione dei vetri	43
4.1 <i>Produzione dei campioni di vetro</i>	43
4.2 <i>Densità</i>	46
4.3 <i>Calorimetria differenziale a scansione (DSC)</i>	48
4.4 <i>Dilatometria riscaldante</i>	52
4.5 <i>Indice di rifrazione</i>	55
4.6 <i>Cross section di assorbimento degli ioni Er3 +</i>	57
4.7 <i>Cross section di assorbimento degli ioni Yb3 +</i>	60
4.8 <i>Concentrazione di acqua nella struttura del vetro</i>	62
4.9 <i>Spettro di emissione degli ioni Er3 +</i>	63
4.10 <i>Tempo di vita degli stati eccitati degli ioni Er3 +</i>	65
Capitolo 5 Implementazione dell'amplificatore e inserimento in un sistema ottico	69
5.1 <i>Design e produzione dei vetri di Cladding</i>	69
5.2 <i>Filatura della preforma</i>	71
5.3 <i>Cleaving</i>	73

5.4 <i>Splicing</i>	77
Conclusioni	83
Bibliografia	85
Ringraziamenti	91

Introduzione

La tesi corrente ha come obiettivo originale la realizzazione e caratterizzazione di un amplificatore ottico in fibra di vetro. Il presente lavoro si inserisce all'interno di un progetto di ricerca più ampio il quale prevede la realizzazione di una sorgente laser e la sua implementazione nella prospettiva di una sua installazione all'interno di un sistema LIDAR (Light Detection and Ranging) per il monitoraggio di ambienti sensibili. La sorgente laser è stata progettata come combinazione di due componenti separati: una sorgente laser (detta "master oscillator" o anche "seed laser"), che fornisce un segnale impulsato a bassa potenza, e un amplificatore ottico di potenza (detto "power amplifier"). Essi formano un dispositivo chiamato "Master Oscillator Power Amplifier" (MOPA). Il dispositivo così ottenuto sarà successivamente installato su un Aeromobile a Pilotaggio Remoto (APR), noto comunemente con il nome di drone, quindi gli obiettivi principali del progetto consistono nell'ottenimento di un dispositivo in grado di combinare elevata potenza di uscita ed il minimo ingombro.

In particolare, l'obiettivo della ricerca presentata è la progettazione, fabbricazione e caratterizzazione ottica di un amplificatore ottico basato su vetri speciali a base fosfata opportunamente studiati e realizzati. Il principale vantaggio di usare i vetri fosfati consiste nella capacità di tali vetri di incorporare elevate quantità di ioni di terre rare, permettendo così di ottenere una sezione di amplificazione ottica molto compatta.

L'utilizzo di terre rare, in particolare erbio (*Er*) ed itterbio (*Yb*), come ioni droganti permette di sviluppare un dispositivo in grado di operare a lunghezze d'onda intorno ai 1550 nm, nella cosiddetta terza finestra delle telecomunicazioni, un intervallo di lunghezze d'onda considerato eye-safe. Infatti, l'acqua contenuta nei tessuti interni all'occhio e nel liquido interoculare riesce a bloccare le lunghezze d'onda superiori ai 1400 nm evitando che raggiungano la retina, la parte dell'occhio più sensibile ai danni da radiazione laser [1]. Inoltre, rende più semplice l'integrazione del laser in un sistema più complesso grazie alla possibilità di impiego di una grande varietà di componenti disponibili commercialmente a prezzi ragionevoli.

La tesi è strutturata in capitoli, dei quali il primo è dedicato alla presentazione del progetto CALIBER, analizzando in particolare il funzionamento dei sistemi LIDAR e di una configurazione MOPA. Nel secondo capitolo vengono presentate le caratteristiche principali di un materiale vetroso, focalizzando l'analisi sui vetri fosfati attivi otticamente. Il terzo capitolo tratta delle caratteristiche e proprietà ottiche delle fibre di vetro. Nel quarto capitolo vengono riportate le composizioni dei vetri, il metodo di fabbricazione e le misure di caratterizzazione effettuate sui campioni. Il quinto capitolo tratta dei processi di implementazione del vetro per l'integrazione in un sistema più complesso.

Capitolo 1 Inquadramento del lavoro di tesi

Il lavoro di tesi di seguito riportato è inserito all'interno del progetto *CALIBER* (*CompAct eye-safe LIDAR source for AirBorne lasER scanning*). Il progetto è seguito da differenti enti di ricerca, presenti in diversi paesi, ognuno con un preciso ambito di ricerca. L'obiettivo specifico del lavoro svolto in questa tesi è quello di produrre e caratterizzare un vetro fosfato attivo otticamente capace di essere utilizzato in un sistema di amplificazione ottica nell'intervallo eye-safe. In questo capitolo sono riportati inizialmente alcuni dati riguardo il progetto generale, analizzando anche il funzionamento di un sistema LIDAR. Successivamente viene presentata una struttura MOPA e sinteticamente definite le caratteristiche e funzionalità di un amplificatore ottico.

1.1 Il progetto CALIBER

Come già anticipato il lavoro di ricerca affrontato è inserito nel progetto *CALIBER*. Si tratta di un progetto finanziato dalla NATO nell'ambito del programma *Science For Peace and Security* [2]. Il progetto ha come obiettivo la realizzazione di una sorgente laser efficiente e compatta di nuova concezione per sistemi di telerilevamento LIDAR. Le caratteristiche finali del sistema, soprattutto il ridotto peso e volume, lo rendono particolarmente adatto ad essere montato a bordo di droni che potranno essere utilizzati per il monitoraggio aereo di zone sensibili, ad esempio: centrali elettriche, zone terremotate, coste e terreni impervi.



Figura 1.1: Immagine di presentazione del progetto CALIBER [2].

CALIBER è un progetto svolto grazie a una collaborazione internazionale coordinato dall'Istituto Superiore Mario Boella (ISMB) e che ha come partner il Politecnico di Torino, la Ben Gurion University (Israele) e il Tampere University of Technology (Finlandia), come riassunto nella Figura 1.2. Il sito web del progetto è: <https://caliber-project.eu/>.



Figura 1.2: Presentazione dei vari partner del progetto CALIBER [2].

Il progetto si propone di sviluppare una versione miniaturizzata di una sorgente di segnale laser per LIDAR, partendo dalla realizzazione in parallelo di un nuovo seed laser e di un amplificatore ottico in guida d'onda in una configurazione detta *Master Oscillator Power Amplifier* (MOPA), capace di combinare una elevata potenza di output con una elevata qualità di segnale di uscita [3].

Il LIDAR è un sistema di sensoristica remoto che funziona con lo stesso principio del RADAR, nel quale però le onde radio sono sostituite da luce laser per ottenere informazioni dall'ambiente circostante. Una tipica struttura LIDAR è composta da quattro sotto moduli: un emettitore di luce, una componente ottica per il processo di scansione, un rivelatore di onde elettromagnetiche e la corrispondente elettronica di ricezione, come rappresentato nella **Errore. L'origine riferimento non è stata trovata**.3. Il sistema viene completato da un sistema di posizionamento e navigazione (generalmente un sistema di *global positioning system* o GPS).

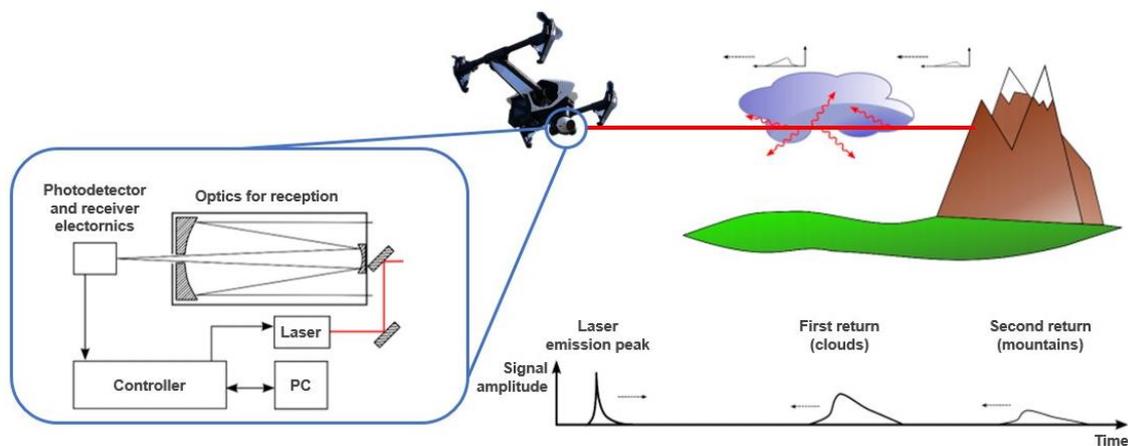


Figura 1.3: Rappresentazione schematica di un sistema LIDAR montato su un drone [3].

L'emettitore laser è un componente chiave nel sistema. Data l'elevata qualità e potenza del fascio laser richieste, è stato in passato necessario ricorrere ad una configurazione voluminosa e quindi di peso notevole. Lo scopo del progetto CALIBER è lo sviluppo di una versione miniaturizzata della sorgente laser capace di combinare elevata potenza di uscita con un'ottima qualità del fascio laser. Inoltre, la sorgente è progettata in modo da emettere fotoni nella zona dello spettro elettromagnetico di segnale detta *eye-safe*, ovvero con una lunghezza d'onda di circa 1550 nm , per mantenere una relativa sicurezza per la retina dell'occhio umano. Questi aspetti permetteranno di sviluppare un dispositivo in grado di operare a maggiore distanza grazie all'elevata potenza e alla caratteristica di essere *eye-safe*.

Le specifiche del progetto CALIBER vengono riportate di seguito:

- Sviluppare un microchip laser *eye-safe*, che caratterizza il master oscillator, con elevate prestazioni in termini di potenza di picco e potenza media;
- Studiare e sviluppare una nuova composizione di vetri fosfati per produrre un amplificatore ottico compatto operante alla lunghezza d'onda di circa 1550 nm ;
- Integrare il seed laser e l'amplificatore di potenza in una sorgente MOPA compatta che offra elevata potenza in un range *eye-safe* e con un prezzo competitivo.

Il lavoro richiesto all'Istituto Superiore Mario Boella e al Politecnico di Torino, di cui questa tesi è parte, è quello di sviluppare, caratterizzare e successivamente filare una nuova composizione di vetro fosfato per la produzione di un amplificatore ottico capace di lavorare nella regione eye-safe.

1.2 Funzionamento LIDAR

La tecnologia LIDAR è una tecnologia basata sulla misurazione attiva delle distanze da un punto selezionato e la sorgente di segnale. Il principio su cui si basa è molto simile a quello del RADAR e del SONAR, ma utilizza la luce invece delle onde radio o delle onde sonore per ottenere informazioni sull'ambiente circostante. Il vantaggio dell'utilizzo del LIDAR rispetto ai precedenti sistemi consiste nell'utilizzo di radiazioni elettromagnetiche aventi lunghezze d'onda inferiori al centesimo di millimetro, le quali permettono una maggiore precisione di scanning. Nonostante il termine sia stato coniato nel 1953 per studi sulla meteorologia [4], fu solo dopo l'invenzione del laser negli anni '60 che la tecnologia LIDAR conobbe un notevole incremento.

La struttura base di un sistema LIDAR è stata già anticipata nella Figura 1.3. In maniera molto riassuntiva un sistema LIDAR è composto da quattro parti fondamentali:

1. Una sorgente di luce laser,
2. Una serie di componenti ottici capaci di operare il processo di scansione della luce,
3. Un sistema di rilevazione delle onde elettromagnetiche riflesse e relativa elettronica di ricezione,
4. Un sistema di navigazione e posizionamento (solo per strumentazione usata su mezzi mobili).

Il principio di funzionamento è riportato di seguito. Inizialmente un fascio di luce impulsata emessa dalla sorgente laser viene inviato in una certa direzione. Durante il suo percorso la luce incontra gli oggetti presenti nell'ambiente, i quali producono la diffusione (*scattering*) del fascio luminoso secondo la loro specifica natura. La porzione di radiazione elettromagnetica riflessa indietro verso lo strumento è raccolta da un sistema ottico collegato a un rivelatore in grado di registrare i fotoni incidenti. Poiché gli impulsi viaggiano alla velocità della luce, conoscendo il tempo di ritorno dell'impulso allo strumento è possibile ottenere la distanza di quel punto dallo strumento nella direzione selezionata. La distanza R di un oggetto dalla fonte luminosa è data dall'Equazione 1.1:

$$R = \frac{c(t - t_p)}{2} \quad (1.1)$$

Dove c è la velocità della luce, t_p è il tempo in cui viene emesso l'impulso, t è il tempo in cui l'impulso di ritorno è rilevato e il fattore 2 considera i due viaggi di andata e ritorno dell'impulso luminoso. La differenza $t - t_p$ viene definita come *tempo di volo*. Dall'Equazione 1.1 si può dedurre che la risoluzione del LIDAR, detta ΔR , dipende interamente dalla minima differenza Δt che il sistema è in grado di discriminare.

Oggi giorno è possibile ottenere dei sistemi LIDAR di vario tipo a seconda della necessità. Grazie a differenti processi fisici è possibile ottenere per esempio LIDAR in grado di controllare la densità, temperatura e umidità relativa dell'atmosfera, come studiare le proprietà delle nuvole, delle turbolenze oppure ottenere informazioni sulla topografia dell'ambiente circostante. Il LIDAR richiesto da questo progetto appartiene a quest'ultima categoria.

L'idea alla base del LIDAR da topografia è di avere un flusso controllato di raggi laser in una determinata direzione capace di scannerizzare una specifica area di spazio di un ambiente (detto *field-of-view*). Elaborando l'angolo di emissione del fascio laser e la distanza di ciascun punto del target è possibile creare una mappa topografica dell'ambiente o un'immagine 3D di un oggetto. La rappresentazione è definita da un grande numero di punti la cui posizione è nota con elevata precisione. Per sistemi LIDAR dotati di emissione pulsata il movimento di scansione è sincronizzato con l'emissione di ogni impulso.

La potenza di uscita del laser e l'elettronica di ricezione determinano la massima distanza che può essere raggiunta dal segnale. La qualità del fascio inoltre limita la massima distanza misurabile e la qualità del segnale. Teoricamente dunque la migliore risoluzione possibile di segnale è ottenibile con fibre a singolo modo, le quali permettono di avere fasci molto ridotti di illuminazione, limitando così la degradazione del segnale di ritorno.

Tra le applicazioni del LIDAR topografico si può citare il suo successo in agricoltura per ottimizzare i fertilizzanti, in archeologia per mappare scavi, in alcuni tipi di guida stradale autonoma, nelle stazioni ferroviarie e in strutture aeree (airborne) [5].

1.3 Funzionamento di un LASER e configurazione MOPA

Un LASER (*Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*) viene definito come un dispositivo capace di emettere un fascio di luce coerente [6]. In ottica viene definita coerenza la proprietà di un'onda elettromagnetica di mantenere una certa relazione di fase con se stessa durante la propria propagazione. Una sorgente laser permette di ottenere un fascio con due fondamentali caratteristiche di coerenza: temporale e spaziale. La coerenza temporale permette di emettere fasci di radiazione in un intervallo spettrale molto ristretto, rendendo il segnale monocromatico. La coerenza spaziale invece permette di ottenere fasci luminosi unidirezionali e collimati, ovvero paralleli anche su lunghe distanze. L'emissione unidirezionale e coerente permette la possibilità di raggiungere una densità di potenza luminosa elevatissima se paragonata con le sorgenti luminose tradizionali.

L'interazione elementare che avviene tra un flusso di fotoni e gli elettroni di un atomo è stata descritta da Albert Einstein nel 1917 [7]. Nei suoi studi egli propose tre principali tipi di interazione: **assorbimento**, **emissione spontanea** ed **emissione stimolata**.

Inizialmente è necessario assumere che gli elettroni di un atomo possono essere presenti in diversi stati o livelli energetici. L'interazione tra fotoni ed elettroni può essere spiegata in maniera più semplice utilizzando soltanto due livelli energetici, uno a minore energia e uno a maggiore energia. Il livello ad energia minore è detto livello $\langle 1 \rangle$ e gli elettroni al suo interno posseggono energia pari a E_1 , mentre il livello a energia maggiore è detto $\langle 2 \rangle$ e i suoi elettroni hanno energia E_2 . Il numero totale di elettroni per unità di volume disponibili a effettuare interazioni con la luce sono denotati dalla lettera N . Di conseguenza vengono denominate N_1 ed N_2 le densità di elettroni rispettivamente appartenenti ai livelli energetici $\langle 1 \rangle$ e $\langle 2 \rangle$. Di seguito la densità totale di elettroni disponibili ad effettuare interazioni con la luce può essere espressa come $N = N_1 + N_2$. In Figura 1.4 è riportata una rappresentazione grafica dei tre possibili processi causati dall'interazione di un flusso di fotoni Φ , caratterizzato da un'energia pari a $E = h\nu = E_2 - E_1$, che interagisce con gli elettroni di un materiale.

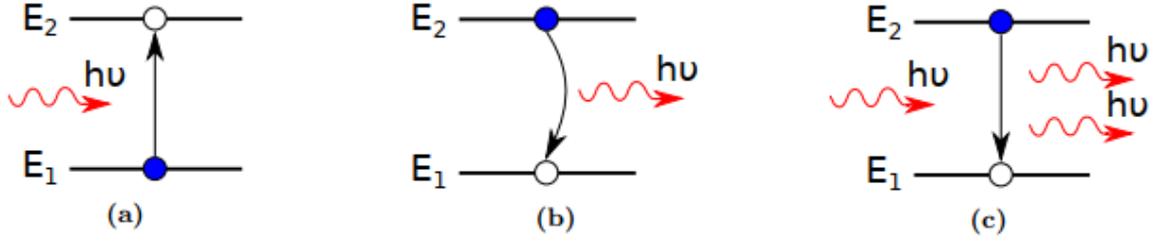


Figura 1.4: Rappresentazione dei tre possibili fenomeni di interazione tra un flusso di fotoni (rappresentato in rosso) e gli elettroni di un materiale (in blu). (a) Assorbimento, (b) Emissione spontanea e (c) Emissione stimolata.

I tre fenomeni di interazione tra luce ed elettroni vengono studiati in un materiale tramite l'analisi della probabilità di occorrenza del fenomeno, p , la quale è differente per ogni processo indicato. Il calcolo della probabilità di occorrenza permette di identificare la velocità alla quale viene popolato un determinato livello energetico tramite una serie di equazioni definite *dynamic rate equations* caratterizzate da una forma generale dN/dt . Questo processo è di fondamentale importanza per comprendere il funzionamento del fenomeno di amplificazione ottica e i parametri del materiale da cui dipende. I tre fenomeni fondamentali di interazione tra luce e materia sono di seguito analizzati.

Il fenomeno di **assorbimento** avviene quando un fotone incidente di energia pari almeno a $E = h\nu = E_2 - E_1$ cede energia a un elettrone in un livello a bassa energia, ad esempio appartenente al livello energetico $\langle 1 \rangle$. Come risultato l'elettrone viene eccitato in un livello ad energia superiore, ad esempio $\langle 2 \rangle$, creando una vacanza nel livello inferiore $\langle 1 \rangle$. La probabilità di occorrenza di questo fenomeno è proporzionale al flusso di fotoni Φ , la cross section di assorbimento σ_a e la popolazione di elettroni N_1 presenti nel livello energetico $\langle 1 \rangle$. La cross section di assorbimento è un parametro del sistema che tiene conto dell'area di impatto tra fotone ed elettrone, si misura in m^2 e dipende dai materiali considerati e dal sistema analizzato. La probabilità di occorrenza di questo fenomeno è calcolata come segue:

$$p_{abs} = -\left(\frac{dN_1}{dt}\right)_{abs} = \left(\frac{dN_2}{dt}\right)_{abs} = W_a N_1 = \sigma_a \Phi N_1 \quad (1.2)$$

Il fenomeno di assorbimento porta a un aumento di densità di elettroni nel livello energetico superiore a scapito della densità di elettroni nel livello inferiore. Quando la popolazione di elettroni eccitati N_2 supera la popolazione di elettroni a minore energia N_1 si parla di *inversione di popolazione*. Il fenomeno di inversione di popolazione è fondamentale per permettere i fenomeni di amplificazione laser.

Il fenomeno di **emissione spontanea** avviene quando un elettrone eccitato in uno stato energetico superiore, ad esempio $\langle 2 \rangle$, decade, senza avere interazioni con i fotoni esterni, a un livello energetico inferiore, ad esempio $\langle 1 \rangle$. Come risultato l'energia dell'elettrone può essere convertita in un fotone, il quale però non ha nessuna relazione con il flusso di fotoni incidenti sul materiale. L'elettrone coinvolto in questo modo riempie una vacanza posta nel livello inferiore $\langle 1 \rangle$. La probabilità di occorrenza di questo fenomeno è proporzionale alla densità di popolazione di elettroni nel livello energetico superiore N_2 e inversamente proporzionale al tempo di vita medio (*lifetime*) di un elettrone nel livello energetico superiore $\langle 2 \rangle$ indicato con τ_{21} . La probabilità di occorrenza di questo fenomeno è calcolata come segue:

$$p_{st} = \left(\frac{dN_1}{dt}\right)_{st} = -\left(\frac{dN_2}{dt}\right)_{st} = A_{21} N_2 = \frac{1}{\tau_{21}} N_2 \quad (1.3)$$

È inoltre necessario specificare che esistono due tipi fondamentali di emissione spontanea: un decadimento radiativo e uno non-radiativo. Nel primo caso il decadimento di un elettrone da un livello energetico superiore a uno inferiore avviene tramite l'emissione di un fotone avente energia pari alla differenza di energia tra i livelli atomici. Nel secondo caso invece il decadimento di un elettrone avviene tramite l'emissione di un fonone, ovvero principalmente energia vibrazionale che viene trasformata in calore.

Il fenomeno di **emissione stimolata** avviene quando un fotone del flusso incidente interagisce con un elettrone posto in un livello energetico superiore, ad esempio $\langle 2 \rangle$. Successivamente all'interazione l'elettrone può decadere a un livello energetico inferiore, ad esempio $\langle 1 \rangle$, emettendo un fotone con le stesse caratteristiche di frequenza, direzione, fase e polarizzazione del fotone stimolante. Anche in questo caso l'elettrone decadendo riempie una vacanza presente nel livello inferiore $\langle 1 \rangle$. La probabilità di occorrenza di questo fenomeno è proporzionale alla cross section di emissione σ_e , il flusso di fotoni incidenti Φ e la densità di elettroni del livello superiore N_2 . La cross section di emissione, similmente alla cross section di assorbimento, viene definita in m^2 ed è una grandezza fondamentale per lo studio dell'emissione luminosa da parte di un materiale. La probabilità di occorrenza di questo fenomeno è calcolata come segue:

$$p_{em} = \left(\frac{dN_1}{dt} \right)_{em} = - \left(\frac{dN_2}{dt} \right)_{em} = W_e N_2 = \sigma_e \Phi N_2 \quad (1.4)$$

È importante far notare che il fotone originale di stimolazione non viene assorbito dall'atomo, quindi il risultato complessivo del fenomeno è la generazione di due fotoni di identiche proprietà ottiche.

Durante il processo di amplificazione laser avvengono tutti e tre i processi precedentemente descritti. Inizialmente gli atomi del materiale al *ground state*, ovvero lo stato a minore energia possibile, vengono portati a uno stato eccitato tramite un processo detto 'di pompaggio', che avviene sostanzialmente fornendo energia agli atomi del materiale. Alcuni elettroni eccitati dell'atomo decadono in maniera radiativa o non, dando vita a fenomeni di emissione spontanea. L'interazione dei fotoni così emessi con gli elettroni presenti nel livello eccitato può portare a fenomeni di decadimento radiativo tramite emissione stimolata, generando un ulteriore fotone identico a quello di eccitazione e contribuendo in questo modo all'amplificazione ottica.

Quando un laser necessita di elevata potenza di output combinata con una qualità ottica di segnale ottimale è spesso necessario utilizzare una specifica configurazione dell'emettitore laser detta *Master Oscillator Power Amplifier* (MOPA). Come già espresso dal nome, il dispositivo così prodotto si compone di due parti: un laser di *seed* (detto anche *master oscillator*) ed un amplificatore di potenza. La prima parte è incaricata di generare un segnale con desiderate caratteristiche spettrali e ottiche, pur offrendo solo una limitata potenza di output. Il segnale così prodotto viene dunque convogliato nella seconda parte del dispositivo, ovvero l'amplificatore ottico, il quale, grazie all'energia ottica fornita da una serie di laser di pompa, permette di ottenere un segnale di elevata potenza, pur mantenendo le proprietà spettrali e spaziali del fascio laser entrante. In Figura 1.5 è riportata una rappresentazione schematica dei componenti solitamente utilizzati per la costruzione di una struttura MOPA.

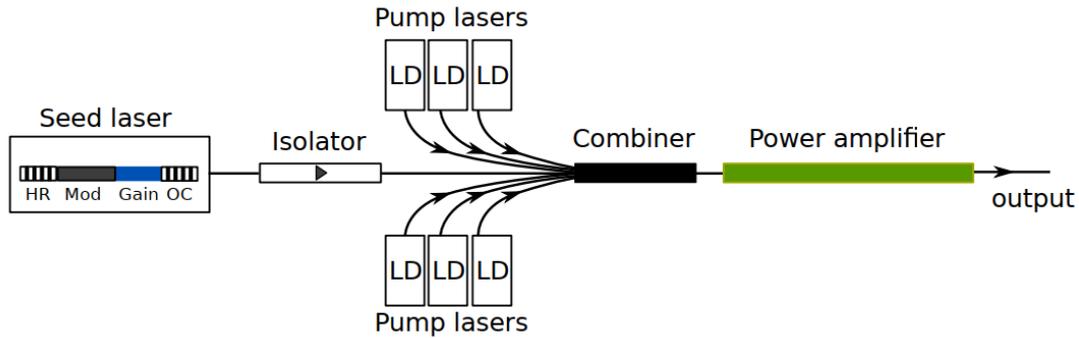


Figura 1.5: Rappresentazione di una generica struttura di laser in configurazione MOPA.

Il laser di seed può essere composto per esempio da un materiale otticamente attivo, detto *gain* (mostrato in blu) affiancato da due reticoli di Bragg ai fini della creazione di una cavità di risonanza (in figura mostrati con geometria a bande bianche e nere). Un modulatore (*Mod*) è tipicamente utilizzato per controllare la generazione di impulsi laser. Il segnale di output del seed laser passa dunque attraverso un isolatore che opera una protezione del laser rispetto a qualsiasi fonte di potenza residua che può arrivare dalla parte finale del sistema (ad esempio potenza residua delle pompe laser o del segnale amplificato), potenzialmente dannosi per il seed laser. L'energia richiesta per operare l'inversione di popolazione è fornita da un set di pompe laser (nell'immagine un totale di sei LD). La potenza di output di queste pompe è combinata con il segnale di seed e convogliata nell'amplificatore (mostrato in figura come una barretta verde) tramite un combinatorio ottico.

Come già accennato i primi amplificatori ottici furono sviluppati intorno agli anni '60. In Figura 1.6 è rappresentata una struttura schematica di un amplificatore ottico che può essere utile per definirne i principali processi di funzionamento. Un amplificatore ottico può essere definito come un dispositivo capace di amplificare la potenza di un segnale ottico in entrata attraverso forti fenomeni di interazione tra il materiale e i fotoni. Gli ioni attivi capaci di interagire con la luce presenti in un materiale appositamente drogato formano infatti dei sistemi atomici con cui la luce può interagire e produrre effetti di assorbimento ed emissione stimolata che possibilmente possono portare a fenomeni di amplificazione ottica.

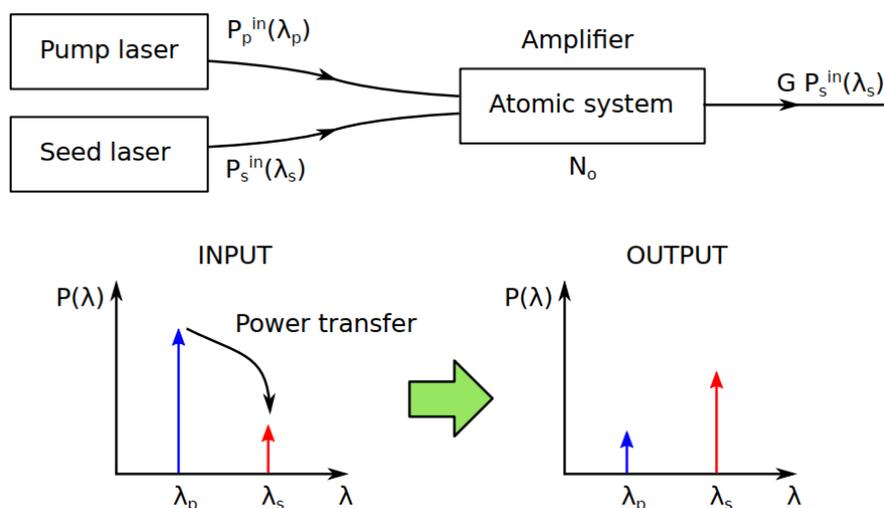


Figura 1.6: Rappresentazione schematica della struttura e principio di funzionamento di un amplificatore ottico.

Per operare un'amplificazione di un segnale ottico il sistema deve ricevere contemporaneamente una data quantità di potenza di pompa P_p^{in} a una determinata lunghezza d'onda λ_p e una data potenza di seed P_s^{in} a una lunghezza d'onda λ_s . Tipicamente $P_p \gg P_s$ e $\lambda_p < \lambda_s$. Il sistema atomico interno all'amplificatore è capace di convertire la potenza di pompa in potenza di segnale in output, mantenendo le caratteristiche ottiche del segnale di seed. Nel caso di un sistema ideale la potenza di output è quindi una copia esatta, amplificata, del segnale di input. Il segnale di output può quindi essere scritto come di seguito riportato:

$$P_s^{out}(\lambda_s) = G * P_s^{in}(\lambda_s) \quad (1.5)$$

Dove G è un fattore di amplificazione del segnale ottico.

Il sistema atomico otticamente attivo considerato in questo lavoro di ricerca è composto da ioni di terre rare, in particolare ioni di erbio (Er^{3+}) e itterbio (Yb^{3+}). L'accoppiamento di questi due specifici ioni all'interno di un materiale co-drogato crea una struttura atomica con caratteristiche interessanti di amplificazione ottica. Gli ioni Er^{3+} infatti permettono di generare un segnale di output con lunghezze d'onda centrate intorno ai 1535 nm , generando dunque un segnale compreso nell'intervallo richiesto di eye-safe. Inoltre, questa lunghezza d'onda permette di lavorare nella terza finestra delle telecomunicazioni, un intervallo di lunghezze d'onda per cui si ottengono le minori perdite di segnale all'interno delle fibre ottiche commerciali in silice. È dunque possibile utilizzare e implementare l'amplificatore considerato con fibre e apparecchiature già presenti sul mercato. Gli ioni Yb^{3+} invece presentano un importante picco di assorbimento a 976 nm , che permette di ottenere ottime proprietà di assorbimento dei laser di pompa utilizzati a questa lunghezza d'onda. Inoltre, gli ioni di itterbio sono capaci di trasferire energia in maniera molto efficiente agli ioni erbio. I processi qui accennati ed inclusi nel meccanismo di amplificazione ottica sono trattati con maggiore precisione nel Paragrafo 2.4.

Per ottenere un dispositivo reale il sistema di ioni Er^{3+} e Yb^{3+} deve essere incorporato in una struttura fisica, ovvero in un materiale. Le fibre ottiche in vetro sono un'interessante soluzione in quanto permettono di guidare il segnale all'interno del materiale, mantenendo una qualità ottica elevata e dissipando in maniera efficiente il calore prodotto. Per di più le fibre considerate sono prodotte in vetro, un materiale considerato relativamente a basso prezzo, e capace di incorporare una elevata quantità di terre rare [5]. In questo lavoro di ricerca il sistema atomico di ioni attivi è stato incorporato in un vetro fosfato di composizione innovativa, che presenta innumerevoli vantaggi rispetto ai tradizionali vetri in silice, come riportato nel capitolo seguente.

Capitolo 2 Caratteristiche dei vetri fosfati

In fotonica i materiali vetrosi giocano un ruolo importante grazie alle peculiari proprietà termiche e strutturali tra cui: stabilità chimica, omogeneità, buone proprietà termo-meccaniche e una relazione viscosità-temperatura che ne permette la filatura in fibre. In più il vetro permette una notevole flessibilità in termini di composizione chimica e drogaggio, consentendone l'ingegnerizzazione in maniera controllata. Nel capitolo seguente sono riportate le principali caratteristiche strutturali e termodinamiche che definiscono un materiale vetroso. Una particolare attenzione verrà successivamente rivolta alla trattazione delle caratteristiche dei vetri fosfati, unitamente a una spiegazione dei principali motivi per i quali sono stati considerati ottimali per questo lavoro di ricerca. Successivamente, vengono analizzate maggiormente nel dettaglio i fenomeni di interazione tra fotoni e materia responsabili del fenomeno di amplificazione ottica. A conclusione del capitolo viene riportato lo stato dell'arte degli amplificatori ottici a base vetro fosfato.

2.1 Proprietà strutturali dei vetri

Un materiale vetroso è definito come un solido non cristallino o amorfo, ottenuto tramite solidificazione dallo stato liquido prevenendone la cristallizzazione [8]. La struttura atomica di un vetro è caratterizzata dalla mancanza di ordine a lungo raggio, caratteristica tipica dei solidi cristallini. Viene mantenuta in ogni caso una struttura ordinata a corto e medio raggio, derivante dai legami chimici tra gli atomi. La microstruttura di un solido vetroso assomiglia quindi all'arrangiamento atomico di un liquido. In Figura 2.1 è riportata una rappresentazione della struttura atomica ordinata di un cristallo di quarzo a sinistra e una struttura atomica di un vetro di silice a destra. Nonostante l'elemento costituente i due materiali sia lo stesso (il tetraedro di silice [SiO_4^{-4}]) nella struttura atomica del materiale vetroso è possibile osservare una mancanza di ordine a lungo raggio.

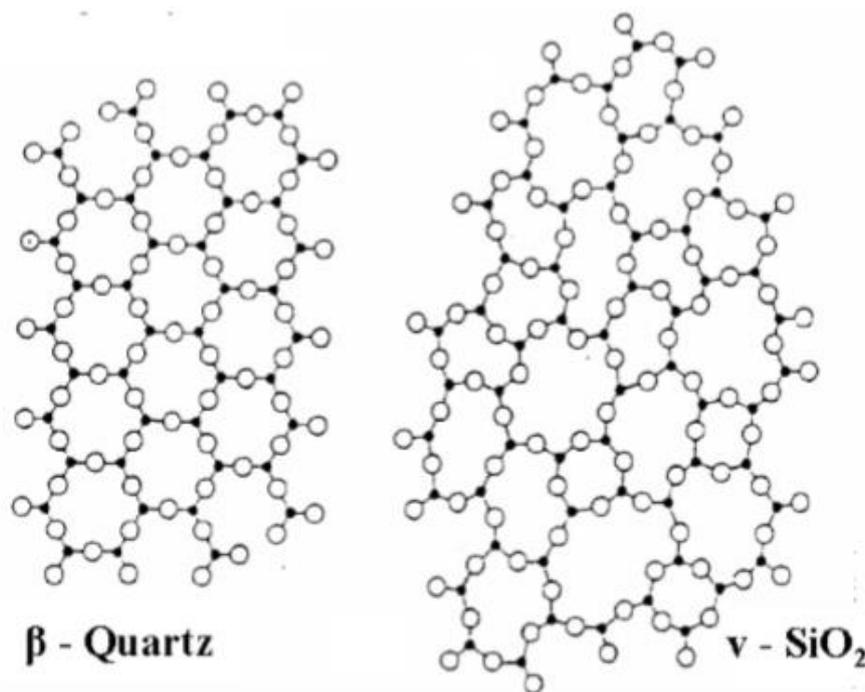


Figura 2.1: Struttura 2D di silice (SiO_2) in (a) un reticolo cristallino e (b) un network vetroso [8].

Nonostante teoricamente ogni materiale possa formare un vetro, in pratica la formazione di strutture vetrose è limitata, nel caso di materiali inorganici, a un numero relativamente ristretto di sostanze appartenenti al gruppo degli ossidi, alidi e calcogenuri.

Le sostanze che generano il reticolo randomico 3D del vetro sono chiamati *formatori di reticolo*. Alcuni esempi di tali sostanze sono la silice (SiO_2), ossido di fosforo (P_2O_5), la germania (GeO_2), l'ossido di boro (B_2O_3) e l'ossido di tellurio (TeO_2). Altre sostanze, dette *modificatori di reticolo*, partecipano alla formazione del vetro causando la rottura del reticolo e modificandone così le proprietà. In generale sono caratterizzate da legami più deboli e possono diffondere facilmente all'interno del materiale. Il loro principale scopo è quello di modificare le proprietà fisiche e chimiche del vetro, ad esempio: temperature caratteristiche di fusione e lavorazione, indice di rifrazione, fluorescenza, viscosità, tendenza a devetrificare, resistenza chimica. Alcuni composti modificatori di reticolo possono essere ossidi di elementi alcalini (Na_2O , K_2O , Li_2O), ossidi di alcalino terrosi (MgO , CaO , BaO) e l'ossido di zinco (ZnO). In una struttura vetrosa a base ossidi gli ioni di ossigeno che fungono da ponti di legame unendo la struttura del reticolo del vetro sono chiamati *bridging oxygens (BO)*. L'introduzione di modificatori di reticolo produce la rottura di alcuni legami creando ioni di non legame con una parziale carica negativa e legati al reticolo solo da una parte come riportato in Figura 2.2.

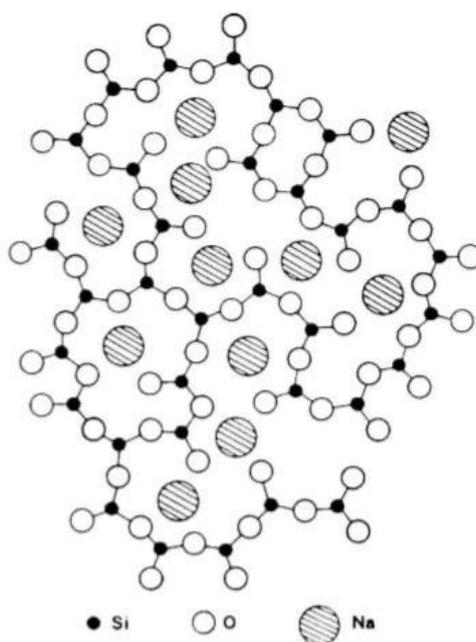


Figura 2.2:Struttura 2D del reticolo di un vetro contenente un elemento appartenente ai modificatori di reticolo (Na) [8].

Altre sostanze inoltre, dette *intermediari*, non formano la struttura vetrosa da sole, ma in quantità limitata prendono parte alla formazione del network amorfo del vetro. Alcuni esempi sono l'allumina (Al_2O_3), ossido di titanio (TiO_2) e la zirconia (ZrO_2).

Grazie a queste caratteristiche uniche i vetri hanno una grande flessibilità per quanto riguarda la propria composizione chimica. Infatti, a differenza dei materiali cristallini, non è richiesta una determinata stechiometria tra i costituenti, necessaria a garantire che la neutralità di carica in tutta la struttura del vetro sia mantenuta. Teoricamente è possibile creare un materiale vetroso

da qualsiasi composizione di elementi che contenga una sufficiente quantità di elementi formatori di reticolo. È in questo modo possibile progettare e produrre un materiale con determinate caratteristiche richieste. La relativamente elevata flessibilità di composizione di un materiale vetroso ne permette una maggiore semplicità di drogaggio con materiali attivi come terre rare o metalli di transizione.

Per quanto riguarda le proprietà meccaniche, un materiale vetroso è caratterizzato da un comportamento a frattura fragile. A temperature ben inferiori rispetto alla temperatura di transizione vetrosa i vetri possono essere considerati come solidi elastici lineari che rispettano la legge di Hooke [9]. A seguito dell'applicazione di uno sforzo, indicato generalmente con la lettera greca σ e definito come una forza per unità di area, il materiale risponde con una deformazione istantanea, generalmente indicata con la lettera greca ϵ , la quale dipende dal modulo elastico del materiale E . La deformazione lineare elastica istantanea è causata dall'allungamento dei legami atomici nel materiale e dipende dalla forza di tali legami. Nei materiali metallici alla deformazione elastica istantanea segue una deformazione plastica generata dal moto delle dislocazioni e dalla loro generazione all'interno del reticolo cristallino. Nei materiali vetrosi, non essendo presente una struttura cristallina ordinata a lungo raggio, non è possibile la presenza di dislocazioni. Nei vetri dunque non si verificano fenomeni di deformazione plastica macroscopica del materiale. I materiali vetrosi subiscono la frattura rimanendo nella zona di deformazione elastica.

Analizzando il fenomeno di frattura a un livello puramente atomico, si può dimostrare che la forza di coesione tra atomi di un generico materiale è approssimativamente pari a E/π [9]. Il risultato teorico così ottenuto però non coincide coi risultati sperimentalmente ottenuti, in quanto esso sovrastima la resistenza di un materiale. Per la prima volta nel 1913 venne proposta l'esistenza di una correlazione tra la geometria di un difetto presente in un materiale e lo stato di sforzo presente da Charles E. Inglis. Egli propose di analizzare lo sforzo presente all'apice di una cricca ellittica presente in un piano infinito posto a trazione longitudinale. Una rappresentazione del sistema considerato è rappresentata in Figura 2.3.

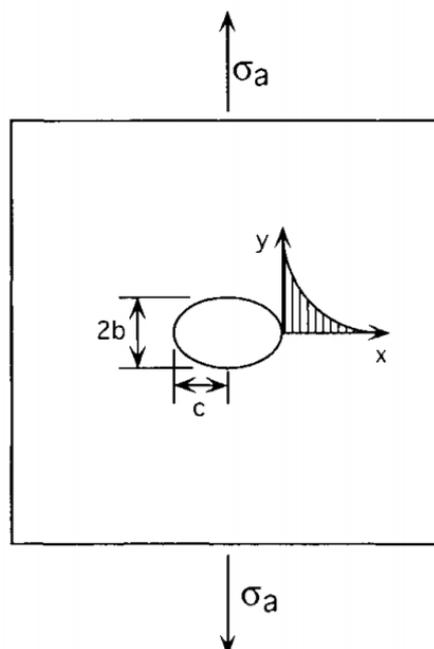


Figura 2.3: Rappresentazione grafica del modello proposto da Inglis per considerare la concentrazione di sforzi all'apice di un difetto ellittico [9].

Nella sua teoria viene definito *raggio di curvatura* dell'apice della cricca come il rapporto $\rho = b^2/c$ come indice della geometria del difetto nel materiale. Lo sforzo di trazione presente dunque all'apice della cricca può essere calcolato tramite l'equazione seguente:

$$\sigma_y = \sigma * \left(1 + 2 \sqrt{\frac{a}{\rho}} \right) \quad (2.1)$$

Dove σ è lo sforzo di trazione in assenza della cricca e a e ρ sono i due parametri che tengono in considerazione la geometria della cricca. Si osserva dall'Equazione 2.1 che lo sforzo presente all'apice della cricca aumenta al diminuire della curvatura della cricca stessa. Per un valore di curvatura nullo, ovvero per una cricca infinitamente acuta ($\rho = 0$), l'equazione di Inglis prevede infatti un valore di tensione locale infinito, indipendentemente dal valore di tensione applicata σ .

Nel 1920 Alan A. Griffith propose un approccio energetico al problema del calcolo della frattura. Secondo questa seconda teoria la cricca presente in un corpo propaga quando la variazione di energia potenziale disponibile G uguaglia o supera la variazione di energia per creare nuove superfici R . L'eventuale surplus di energia viene successivamente trasformata in variazione di energia cinetica della cricca stessa. A seguito di questa teoria è stato possibile risolvere matematicamente il campo degli sforzi nell'intorno di un difetto. Il parametro che governa questa analisi è il *fattore di intensificazione degli sforzi* K , il quale dipende dalla sollecitazione applicata al corpo e dal modo di carico al quale la cricca è soggetta. A tal proposito sono stati definiti tre modi di carico, rappresentati in Figura 2.4.

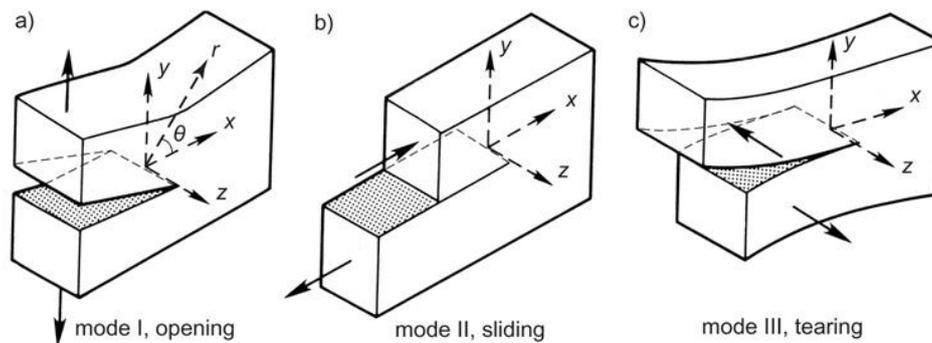


Figura 2.4: Rappresentazione grafica dei tre modi di frattura.

Il primo modo è chiamato modo di apertura in tensione e il carico è applicato in direzione ortogonale alla lunghezza della cricca. Il secondo è chiamato modo di scorrimento o taglio e viene applicato uno sforzo di taglio nel piano e direzione della cricca. Il terzo e ultimo modo è detto modo di lacerazione o strappo e lo sforzo di taglio viene applicato nel piano della cricca ma in direzione ortogonale a essa. Definito un particolare modo di carico della cricca il fattore di intensificazione degli sforzi K racchiude sia l'effetto della geometria del corpo e del difetto, sia l'effetto delle sollecitazioni applicate. Il fattore K identifica quindi completamente gli sforzi all'apice della cricca, e si può derivare dalla formula seguente:

$$K_{(I,II \text{ o } III)} = Y * \sigma * \sqrt{\pi a} \quad (2.2)$$

Dove σ è il carico nominale applicato sul materiale mentre Y è una costante adimensionale dipendente dalla geometria del corpo e del difetto. Il fenomeno di propagazione di una cricca, che può poi portare a un fenomeno di frattura del materiale, avviene quando gli sforzi all'apice della cricca stessa raggiungono un valore critico, ovvero quando $K > K_C$. Il valore di intensificazione degli sforzi critico è una misura della tenacità a frattura del materiale e ne è una proprietà intrinseca.

Il comportamento a frattura di un materiale vetroso è dunque fortemente dipendente dalla concentrazione, geometria e dimensione dei difetti presenti all'interno della sua struttura. È inoltre necessario ricordare che tutti i materiali fabbricati presentano dei difetti al loro interno, sia generati durante i processi produttivi, sia durante la propria vita utile. La caratterizzazione di tali difetti all'interno di un componente non è sempre semplice o possibile, perciò è necessaria la definizione di un metodo per ipotizzare preventivamente le probabilità di frattura di un materiale ceramico. Lo studio della statistica di Weibull si propone proprio questo obiettivo [10]. La teoria di Weibull si basa sull'ipotesi che una catena sia resistente quanto il suo anello più debole. La probabilità di sopravvivenza di una catena di lunghezza L sarà dunque pari a $P_S(L) < 1$. Prendendo in considerazione una catena di lunghezza doppia rispetto alla prima, la probabilità di sopravvivenza di questa catena sarà pari a $P_S(2L) = P_S(L) * P_S(L)$. La probabilità di sopravvivenza della catena più lunga non è pari alla somma delle probabilità delle due catene più corte, ma ne è il prodotto. Per questa ragione la probabilità di sopravvivenza di una catena più lunga sarà inferiore rispetto alla probabilità di sopravvivenza di una catena più corta: $P_S(2L) < P_S(L)$. Applicando questo ragionamento ai materiali ceramici è possibile valutare la probabilità di sopravvivenza alla frattura di un campione sostituendo al valore di lunghezza della catena un volume e inserendo nella formula un fattore che tiene conto dello sforzo applicato. Da questa analisi è possibile ottenere una formula per il calcolo della probabilità di frattura dei materiali ceramici:

$$P_f = 1 - \exp\left(-\left(\frac{\sigma - \sigma_c}{\sigma_0}\right)^m * \frac{V}{V_0}\right) \quad (2.3)$$

Dove σ è il valore di carico applicato, σ_c è il valore di carico critico al di sotto del quale non avviene frattura, σ_0 è la resistenza caratteristica allo stress del materiale, m è un parametro detto modulo di Weibull e V è il volume di materiale preso in considerazione. Il modulo di Weibull m descrive la forma della curva di probabilità di frattura. Per $m = 0$ la probabilità di frattura è indipendente dallo stress applicato. Per $m = 1$ la probabilità di frattura assume la forma di una curva esponenziale asintotica con asintoto pari a $P_f = 1$. Con $m = \infty$ la funzione di probabilità di frattura assume una forma a gradini dove la probabilità di frattura è nulla se il carico applicato è inferiore al valore di σ_0 mentre la frattura diventa certa (probabilità di frattura pari a 1) quando il carico applicato supera il valore di σ_0 . È questo il caso di previsione ideale, ovvero una curva a gradini nella quale è possibile sapere con esattezza il comportamento di un materiale a frattura in base al carico applicato. I grafici ottenuti dai valori di m considerati sono riportati in Figura 2.5.

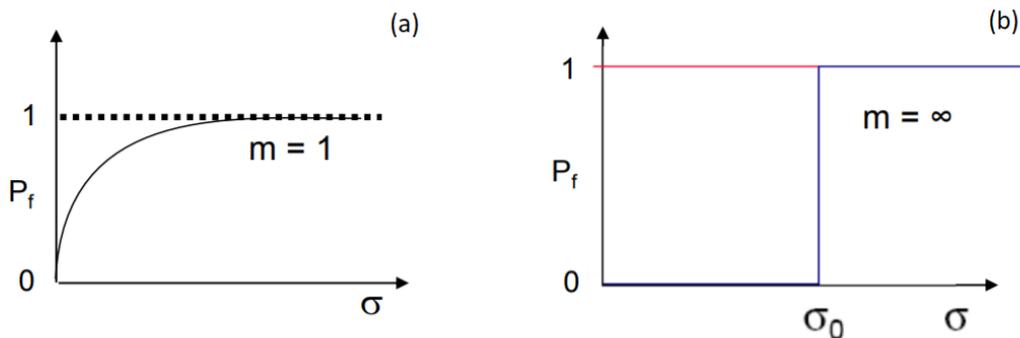


Figura 2.5: Grafici ottenuti dal calcolo delle probabilità di frattura di un materiale ceramico rispettivamente con valori di (a) $m = 1$ e di (b) $m = \infty$ [10].

Un valore relativamente grande di m (intorno ai 10 - 40) porta a una distribuzione piuttosto ristretta di valori di stress per cui avviene la frattura del materiale. È questo il caso di materiali ceramici considerati ‘affidabili’. Un valore relativamente basso di m (1 - 10) invece porta a una distribuzione molto ampia di stress a cui avviene la frattura, in questo caso i materiali sono considerati ‘non affidabili’. Per un vetro a base silice il coefficiente m può essere considerato pari circa a 5, di fatto considerandolo un materiale non affidabile [11]. L’affidabilità di un materiale ceramico così considerata si basa solamente sull’intervallo di valori di carico per cui ottengo una probabilità di frattura del materiale, non sul tipo di frattura, che rimarrà sempre fragile e improvvisa. Le forme dell’equazione di probabilità di frattura di un materiale ceramico in relazione al valore del coefficiente m sono presentate nei due grafici di Figura 2.6.

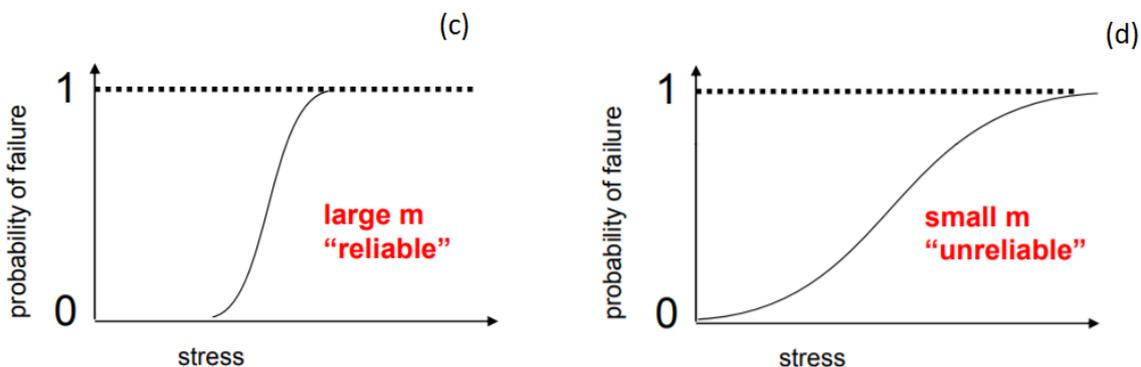


Figura 2.6: Differenti forme della probabilità di frattura di un materiale ceramico in base al coefficiente m [10].

Per un determinato materiale è possibile calcolare il coefficiente m e il valore di σ_0 , considerando un valore di volume definito, ad esempio utilizzando un provino normato. Partendo dall’Equazione 2.4 è possibile modificare la formula della probabilità di frattura per ottenere una forma lineare e così ricavare il valore di m come segue:

$$\ln \left(\ln \left(\frac{1}{1 - P_f} \right) \right) = m * \ln \sigma - m * \ln \sigma_0 \quad (2.4)$$

La formula nell’Equazione 2.4 può essere riscritta secondo la formula generica di una retta: $y = m * x + q$ e riportata in un grafico come rappresentato in Figura 2.7.

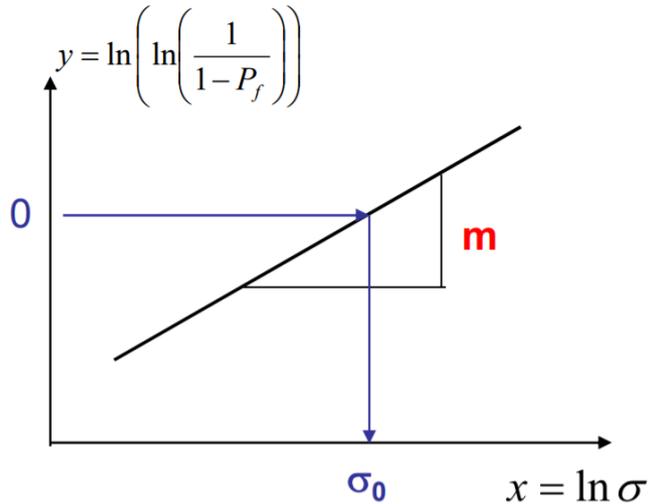


Figura 2.7: Grafico lineare della statistica di Weibull per un definito volume e calcolo di m e σ_0 [10].

Dal grafico riportato è possibile ricavare il valore di m come coefficiente angolare della retta ottenuta e il valore di σ_0 come valore di carico applicato al provino tale da ottenere un valore di $y = 0$, corrispondente a un valore di probabilità di frattura $P_f = 0.632$. Per ottenere dei valori scientificamente apprezzabili di coefficiente m e σ_0 sono necessarie almeno 30 misure di frattura.

Il volume del campione testato influenza notevolmente la probabilità di frattura del provino. Per uno stesso materiale (ovvero stesso coefficiente m) infatti la relazione che si instaura tra stress massimo applicabile e volume del provino è pari a:

$$\frac{\sigma_1}{\sigma_2} = \left(\frac{V_2}{V_1}\right)^{\frac{1}{m}} \quad (2.5)$$

Come riportato dall'Equazione 2.5 la resistenza a uno stress di un materiale ceramico è tanto inferiore quanto il suo volume aumenta. Una rappresentazione grafica di un esempio di tale proprietà, considerando un valore di m pari a 10 è riportato in Figura 2.8.

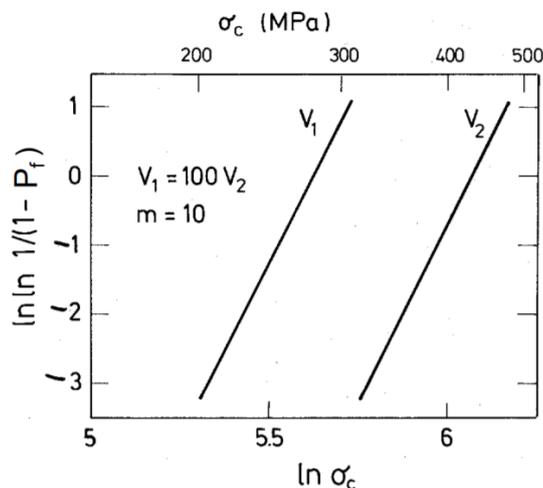


Figura 2.8: Rappresentazione grafica dell'influenza del volume nel calcolo della resistenza a frattura di materiali ceramici [10].

Come è possibile osservare nel grafico uno stesso valore di probabilità di frattura (asse delle y) corrisponde a due diversi valori di carico applicato sul materiale (asse delle x): il valore di carico critico del provino più voluminoso è decisamente inferiore rispetto al carico critico del provino meno voluminoso. La dipendenza del valore di carico critico a rottura del vetro in funzione del volume dell'oggetto è fondamentale per cercare di comprendere i differenti comportamenti a frattura durante il processo di clivaggio tra una fibra di vetro e un rod più voluminoso. Tale differenza di comportamento sarà analizzata in seguito nel Paragrafo 5.2.

2.2 Proprietà termodinamiche dei vetri

Un materiale vetroso può essere definito termodinamicamente come un materiale amorfo che mostra una temperatura di transizione vetrosa T_g al di sotto della quale il materiale è in uno stato solido e fragile, mentre aumentando la temperatura fino a superare la T_g si presenta in uno stato fuso o gommoso. Il grafico di Figura 2.9 illustra cosa accade al volume specifico di un materiale vetroso e uno cristallino al variare della temperatura. Se il raffreddamento dallo stato fuso è rapido, in relazione al tempo di cristallizzazione, si può prevenire la formazione di un reticolo cristallino ordinato e mantenere una configurazione atomica disordinata in una struttura di liquido sottoraffreddato in stato solido alla T_g .

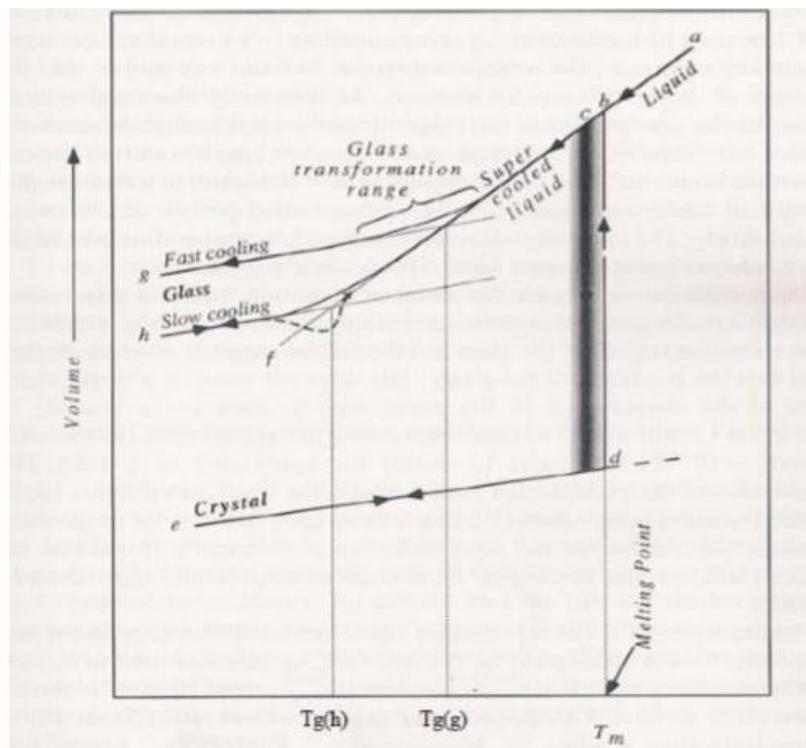


Figura 2.9: Grafico dimostrante la dipendenza dalla temperatura del volume di un materiale vetroso rispetto a uno cristallino [9].

A differenza della temperatura di fusione T_m che rappresenta una transizione termodinamica di primo ordine accompagnata da una discontinuità nel volume specifico del materiale, la T_g non è una temperatura ben definita, ma piuttosto un intervallo di temperature. Per questa ragione la T_g non dipende solo dal materiale, ma anche dalla velocità di raffreddamento applicata. Infatti,

un raffreddamento lento permette una migliore riorganizzazione degli atomi volta a raggiungere il minimo di energia libera, che porta a una T_g inferiore.

Un importante parametro legato alla formazione del vetro è la sua viscosità. La viscosità η di un vetro allo stato fuso è in forte dipendenza dalla temperatura, come riportato in Figura 2.1010. La variazione della viscosità di un vetro fuso varia con la temperatura seguendo la legge di Arrhenius:

$$\eta = \eta_0 * \exp\left\{\frac{E_\eta}{RT}\right\} \quad (2.6)$$

dove T è la temperatura, R la costante molare dei gas, E_η l'energia di attivazione per il flusso viscoso in kJ/mol e η_0 è costante.

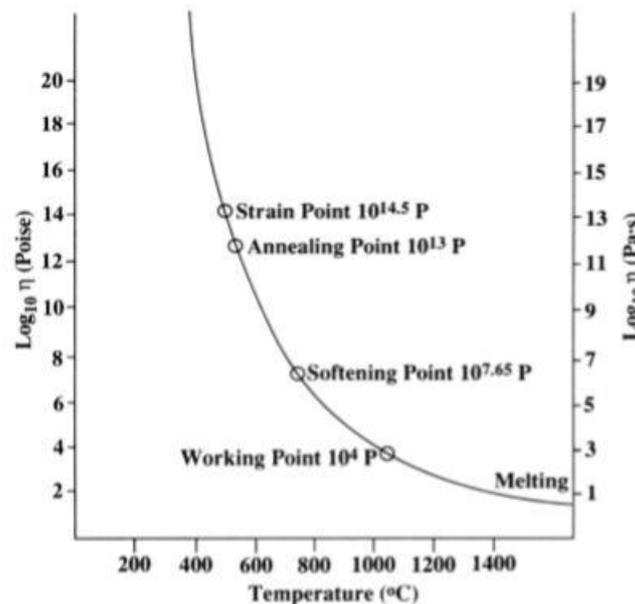


Figura 2.10: Grafico rappresentante la dipendenza della viscosità dalla temperatura per un vetro standard di silice soda lime [9].

Data l'importanza della viscosità nella tecnologia di formatura dei vetri sono stati definiti in letteratura cinque intervalli di temperatura:

1. Melting point ($\eta = 10 \text{ Pa} \cdot \text{s}$): il vetro è abbastanza fluido da poter essere considerato un liquido;
2. Working point ($\eta = 10^4 \text{ Pa} \cdot \text{s}$): il vetro è in una viscosità ottimale per la lavorazione o formatura;
3. Softening point ($\eta = 10^7 \text{ Pa} \cdot \text{s}$): temperatura per la quale il vetro si deforma sotto il proprio stesso peso;
4. Annealing point ($\eta = 10^{13} \text{ Pa} \cdot \text{s}$): massima temperatura per la quale le tensioni interne del vetro vengono eliminate;
5. Strain point ($\eta = 10^{15} \text{ Pa} \cdot \text{s}$): temperatura più bassa dell'intervallo di annealing alla quale il flusso viscoso è bloccato. A questa temperatura il moto degli atomi grazie alla temperatura è bloccato, la struttura è ghiacciata.

La maggior parte delle operazioni di produzione del vetro avvengono nell'intervallo di lavorazione ovvero tra la temperatura di working e softening. La particolare relazione tra

viscosità e temperatura ha permesso lo sviluppo di tecniche di produzione di fibre ottiche in materiale vetroso. In generale la temperatura di attivazione del flusso viscoso per un vetro a base silice è nel range di 1100-1400°C mentre per un vetro a base fosfato è nel range di 545-655°C [9].

2.3 Vetri fosfati

I vetri fosfati appartengono alla famiglia dei così detti *soft glasses*. Sin dal loro primo sviluppo, circa 100 anni fa, hanno raccolto molto meno interesse rispetto ai vetri a base silice, a causa delle loro inferiori proprietà meccaniche e chimiche [12]. Negli anni '60 invece grazie all'avvento dei laser a stato solido iniziò una nuova era di ricerca sui vetri fosfati, mirata soprattutto alla produzione di dispositivi laser compatti. Uno dei motivi legati all'interesse verso questa tipologia di vetri risiede nell'elevata solubilità di ioni di terre rare nella sua struttura, circa 10 volte superiore rispetto alla solubilità nei vetri a base silice [5]. Questa caratteristica permette una maggiore concentrazione di ioni attivi di terre rare in un dispositivo in vetro fosfato, e quindi in principio, dimensioni inferiori a parità di drogaggio. Due ulteriori caratteristiche peculiari dei vetri fosfati sono la possibilità di ottenere un'elevata cross-section di emissione delle terre rare al suo interno e un'elevata stabilità dell'indice di rifrazione al variare della temperatura. Entrambe queste peculiarità ne implementarono l'utilizzo specialmente in dispositivi ad alta potenza [13].

Per quanto riguarda le proprietà termiche i vetri fosfati presentano una temperatura di fusione intorno ai 1000-1200°C, inferiore dunque rispetto alla temperatura di fusione dei vetri a base silice (1600-1800°C). Similmente anche la temperatura di transizione vetrosa e le temperature caratteristiche del vetro sono inferiori, permettendo temperature di processo inferiori e maggiore semplicità di produzione.

La struttura atomica dei vetri fosfati si compone di un formatore di reticolo, l'ossido di fosforo P_2O_5 , il quale permette la formazione dell'unità strutturale fondamentale: il tetraedro $[PO_4]$, risultante dalla formazione di orbitali ibridi sp^3 generati dagli elettroni esterni dell'atomo di fosforo. I tetraedri sono legati tra loro da legami covalenti degli atomi di ossigeno. I tetraedri possono essere classificati usando la terminologia Q^i [14] dove i rappresenta il numero di ossigeni legati per tetraedro, come rappresentato in Figura 2.1111.

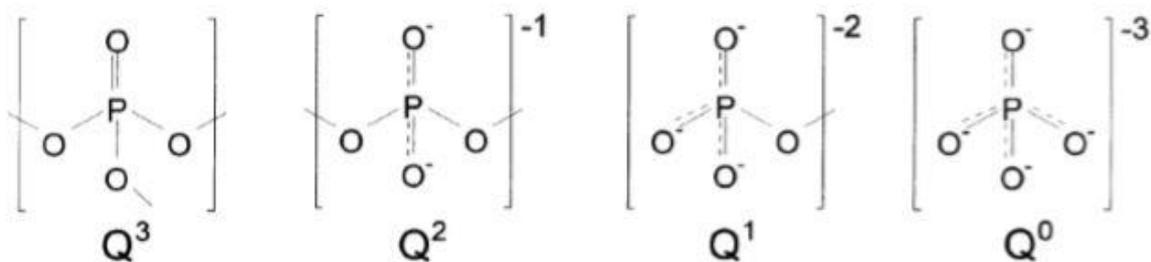


Figura 2.11: Diverse tipologie esistenti del tetraedro alla base della struttura del vetro fosfato [13].

L'ossido formatore di reticolo è l'ossido di fosforo P_2O_5 , ma il vetro puro che ne deriva è estremamente reattivo e igroscopico (ovvero assorbe facilmente acqua all'interno della sua struttura) per poterne consentire un utilizzo pratico. La stabilità e durabilità del vetro possono essere incrementate aggiungendo dei modificatori di reticolo come elementi alcalini, alcalino-terrosi o metalli di transizione per rompere i legami P-O-P e formare ulteriori ossigeni cosiddetti

non-bridging, cioè non legati ad altri atomi di fosforo (NBO, acronimo di ‘*Non Bridging Oxygen*’). L’acqua presente all’interno del vetro fosfato si comporta come modificatore di reticolo, recidendo i legami P-O-P e formando così gruppi P-OH.

Oltre a influire negativamente sulle caratteristiche meccaniche del vetro, una quantità elevata di acqua all’interno del vetro ha un impatto negativo anche sulle performance ottiche dell’amplificatore ottenuto. I gruppi idrossilici OH possono fungere infatti da centri di spegnimento degli stati eccitati, come spiegato in maniera più dettagliata nel Paragrafo 2.5. Per queste ragioni la quantità di acqua presente all’interno della struttura vetrosa deve essere adeguatamente controllata e ridotta al minimo possibile.

Nella tabella di Figura 2.1212 sono raccolte le principali proprietà dei vetri ottici comunemente utilizzati raggruppati per famiglie. I valori possono variare in base alla composizione del vetro.

Glass property	Silica	Phosphate	Tellurite	Fluoride ZBLAN	Chalcogenide
Transmission range [μm]	0.2 + 2.5	0.2 + 4	0.4 + 5.0	0.2 + 6	0.8+ 20
Maximum phonon energy [cm^{-1}]	1100	1200	800	600	350
Glass transition temperature [$^{\circ}\text{C}$]	1000	461	300	260	300
Thermal conductivity [W/(mK)]	1.38	0.57	1.25	0.628	0.2
Expansion coefficient [$10^{-6}/\text{K}$]	0.55	13.4	12 + 17	17.2	14
Density [g/cm^3]	2.2	2.59	5.5	4.33	4.51
Young's modulus [GPa]	70	47	33.6	58.3	21.5
Refractive index	1.458 @ 0.589 μm	1.507 @ 0.587 μm	2 @ 1.55 μm	1.499 @ 0.589 μm	2.9 @ 10.6 μm
Abbe number	68	68	10 + 20	76	NA
Nonlinear index [m^2/W]	10^{-20}	10^{-20}	$2.5 * 10^{-19}$	10^{-21}	10^{-18}
Thermo-optic coefficient [$10^{-6}/\text{K}$]	12 @ 1.06 μm	-4.7	-16.4	-14.75 @ 1.06 μm	10 @ 10.6 μm
Fiber loss [dB/Km]	0.2 @ 1.5 μm	$1.5 * 10^3$ @ 1.05 μm	50 @ 1.2 μm	0.65 @ 2.59 μm	12 @ 3 μm
RE solubility	10^{19} ions/ cm^3	10^{21} ions/ cm^3	10^{21} ions/ cm^3	10^{21} ions/ cm^3	0.1 mol%

Figura 2.12: In tabella è rappresentata una raccolta di alcune delle principali proprietà delle varie famiglie di vetri ottici attualmente utilizzati [15].

Come è possibile notare in tabella, la solubilità di terre rare all’interno della struttura di un vetro fosfato è notevolmente superiore rispetto a quella di un vetro di silice. La temperatura di transizione vetrosa è inoltre notevolmente inferiore, permettendone una lavorazione a temperature inferiori. Le fibre ottenute in vetro fosfato, però, sono notevolmente più fragili e necessitano una maggiore attenzione quando manipolate, come si può dedurre da un inferiore modulo di Young. Le differenze per quanto riguarda i valori di conducibilità termica e dilatazione termica verranno successivamente analizzati trattando del processo di saldatura di fibre ottiche di diversa composizione, detto *splicing*, affrontato nel Paragrafo 5.3. Nel paragrafo

seguinte verranno invece analizzati i processi di interazione tra fotoni e materia che possono generare fenomeni di amplificazione ottica in un vetro drogato con ioni attivi.

2.4 Vetri fosfati attivi otticamente

Il processo di amplificazione di un segnale luminoso in una fibra ottica richiede la presenza di una certa concentrazione di materiale capace di avere una forte interazione con la luce. Il presente lavoro è basato sull'utilizzo di ioni attivi di Er^{3+} e Yb^{3+} come elementi droganti, due elementi appartenenti alle terre rare anche detti lantanidi. Quando posti in un materiale amorfo che funge da *host*, ovvero da ospite per gli ioni attivi, gli atomi di terre rare si presentano tipicamente sotto forma di ioni trivalenti $3+$ e raramente bivalenti $2+$. Si è osservato che gli ioni trivalenti derivati da atomi di elementi appartenenti al gruppo dei lantanidi presentano dei forti fenomeni di interazione con la luce quando posti all'interno di un materiale vetroso [16].

Gli ioni derivati da atomi di terre rare hanno infatti una particolare struttura elettronica caratterizzata da un orbitale $4f$ parzialmente completato, protetto da due orbitali più esterni $5s^2$ e $5p^6$ [17]. I livelli energetici degli orbitali $4f$ sono dunque minormente influenzati dall'ambiente circostante, permettendo un tempo di vita dei fenomeni luminescenti piuttosto lunghi (dell'ordine dei millisecondi) e bande di emissione piuttosto strette. Entrambe queste caratteristiche sono di fondamentale importanza per la produzione di un amplificatore ottico performante. Grazie alla protezione offerta dagli strati energetici più esterni, i processi spettroscopici degli ioni attivi in un materiale *host* vetroso sono molto simili ai fenomeni osservati negli ioni liberi.

Nella Figura 2.13 è riportato il sistema di terre rare trattato in questa ricerca, rappresentando i livelli energetici degli ioni Er^{3+} e Yb^{3+} e considerando inoltre i processi spettroscopici più rappresentativi del sistema.

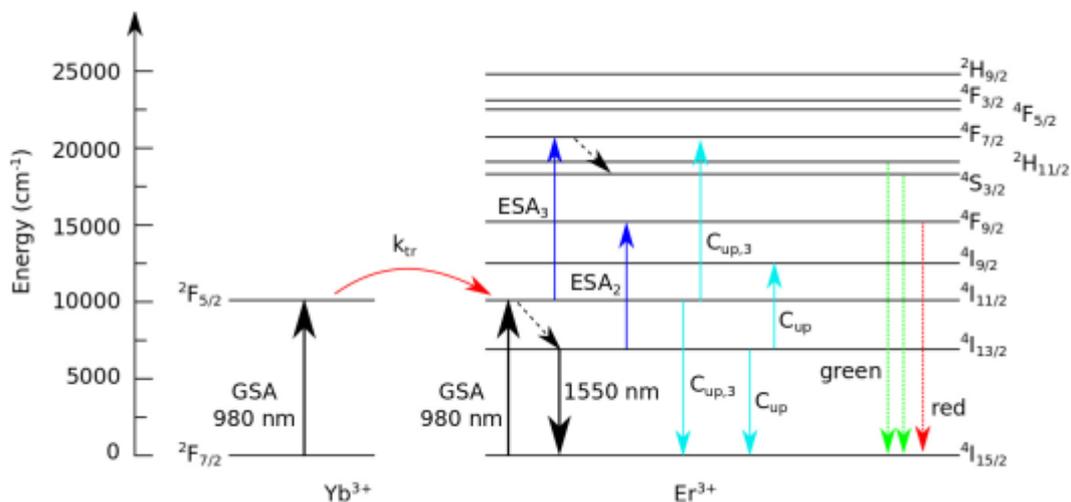


Figura 2.13: Rappresentazione dei livelli energetici degli ioni Yb^{3+} e Er^{3+} e relativi processi spettroscopici [18].

Nel sistema rappresentato le linee orizzontali rappresentano i livelli energetici rispettivamente appartenenti agli ioni Yb^{3+} e agli ioni Er^{3+} . Le frecce verso l'alto rappresentano fenomeni di assorbimento di energia ed eccitazione degli elettroni presenti nel livello di partenza. Le frecce

verso il basso invece rappresentano fenomeni di emissione energetica con cedimento di energia da parte degli elettroni eccitati presenti nel livello di partenza.

In figura il fenomeno di assorbimento di energia che interessa gli elettroni al *ground state* è mostrato con una freccia nera con linea continua verso l'alto per entrambi gli ioni. Nel sistema rappresentato gli unici fenomeni relativi allo ione Yb^{3+} sono l'assorbimento di energia tra i livelli ${}^2F_{7/2} \rightarrow {}^2F_{5/2}$ e il trasferimento di energia a uno ione Er^{3+} adiacente che avviene tra i livelli ${}^2F_{5/2} \rightarrow {}^4I_{11/2}$. Il processo di trasferimento di energia è evidenziato da una freccia rossa con linea continua.

Lo ione Er^{3+} invece presenta più livelli energetici e varie transizioni tra di essi. La transazione radiativa principale avviene tra i livelli ${}^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ ed è indicata da una freccia nera verso il basso. Tale transizione porta alla decadenza degli elettroni eccitati al *ground state* che avviene emettendo un fotone di energia di pari alla differenza di energia tra i livelli. Le transizioni non-radiative tra i vari livelli energetici sono mostrate da linee tratteggiate nere, mentre le possibili transizioni di assorbimento degli stati eccitati (ESA) sono identificate da frecce blu scuro. I possibili fenomeni di up-conversion tra due ioni Er^{3+} sono identificati da frecce azzurre. Possibili emissioni nel verde e nel rosso visibile sono identificate da frecce tratteggiate del colore di riferimento.

Il sistema rappresentato in Figura 2.13 può essere ulteriormente semplificato considerando solo i fenomeni maggiormente influenti nel caso di fenomeni di amplificazione ottica nei vetri fosfati. A tal proposito sono suggerite da letteratura due principali semplificazioni:

1. La transizione energetica che avviene tra i livelli ${}^4I_{11/2} \rightarrow {}^4I_{13/2}$ degli ioni Er^{3+} ha un decadimento estremamente rapido e non-radiativo. Questa caratteristica porta a una depopolazione rapida del terzo livello energetico (${}^4I_{11/2}$) portando la maggior parte degli elettroni al secondo livello (${}^4I_{13/2}$) [19]. Come conseguenza principale si osserva che l'assorbimento degli stati eccitati ESA_3 e i processi di up-conversion $C_{up,3}$ sono ampiamente evitati, riducendo di conseguenza anche l'emissione di fotoni nel verde e rosso dello spettro visibile.
2. Il processo di assorbimento degli stati eccitati ESA_2 è ininfluenza per laser operanti a basse potenze, e si ipotizza sia ininfluenza anche per laser operanti a potenze più elevate ([20], [21]).

In Figura 2.14 è riportato uno schema dettagliato del modello ottenuto applicando le dovute semplificazioni al modello precedente. In questo caso sono riportati solo i livelli energetici principali e i processi maggiormente coinvolti nel fenomeno di amplificazione ottica. Sono inoltre riportate le caratteristiche principali degli ioni da cui dipendono i diversi fenomeni ottici: la cross section di assorbimento (σ_a) relativa ai fenomeni di assorbimento dei fotoni, la cross section di emissione (σ_e) relativa ai fenomeni di emissione di fotoni, e il lifetime (τ_{21}) relativa tempo di vita degli stati eccitati. Sono inoltre specificati i coefficienti di trasferimento energetico (k_{tr}) e di up-conversion (C_{up}). Tutti questi parametri definiscono i principali fenomeni che avvengono nel sistema di co-drogaggio e dipendono dal sistema in cui sono misurati. Una misura specifica di alcuni dei precedenti parametri è stata effettuata sui campioni di vetro prodotti e riportata nel Capitolo 4.

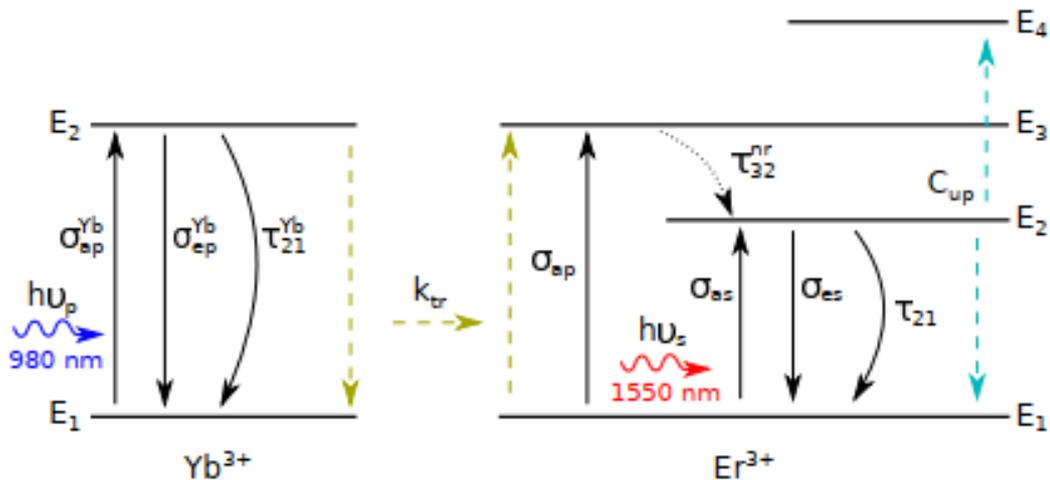


Figura 2.14: In figura è rappresentato il modello semplificato del sistema ottico comprendente ioni Er^{3+} e Yb^{3+} in un materiale amorfo [5].

Anche in questo caso i livelli energetici considerati sono rappresentati da linee orizzontali, i fenomeni radiativi da frecce con linee continue, i fenomeni non-radiativi da frecce con linee discontinue e i tempi di vita dei relativi fenomeni con linee curve. Sono inoltre indicati sia il segnale di pompa a 980 nm (in blu), sia il segnale di output a 1550 nm (in rosso).

Come già anticipato il sistema generato dal co-drogaggio di ioni Yb^{3+} e ioni Er^{3+} sfrutta una lunghezza d'onda di pompa intorno ai 980 nm , tale da favorire la maggiore capacità di assorbimento degli ioni Yb^{3+} (data da un picco nel valore di cross section di assorbimento σ_a^{Yb}). L'energia viene successivamente trasferita in maniera non-radiativa a uno ione Er^{3+} adiacente grazie al fenomeno di trasferimento di energia, nel grafico rappresentato da linee verdi tratteggiate, per poi essere emessa a seguito di un fenomeno di decadimento radiativo evidenziato in figura con una linea continua nera, come segnale luminoso a una lunghezza d'onda superiore, pari a circa 1550 nm (come riportato in rosso nella figura). Lo spettro di emissione dell'erbio verrà infatti identificato da un picco alla lunghezza d'onda di 1535 nm .

Nel modello dei livelli energetici degli ioni Er^{3+} considerato in figura è possibile osservare due principali decadimenti differenti: un primo processo, identificato in figura con la sigla τ_{32}^{nr} , avviene dal livello energetico $\langle 3 \rangle$ al livello energetico $\langle 2 \rangle$, e un secondo processo identificato da τ_{21} che avviene dal livello energetico $\langle 2 \rangle$ al livello energetico $\langle 1 \rangle$. Il primo processo è fortemente non-radiativo, mentre il secondo processo è tipicamente altamente radiativo. I processi radiativi presenti all'interno del sistema considerato sono fortemente influenzati da vari fenomeni, detti comunemente 'fenomeni di *quenching*', o spegnimento degli stati eccitati. Il paragrafo successivo analizzerà in maggiore dettaglio le differenti tipologie, cause ed effetti di questi fenomeni sul processo di amplificazione ottica.

2.5 Fenomeni di 'Quenching'

In spettroscopia il fenomeno di quenching è normalmente un fenomeno indesiderato che causa la riduzione o limitazione di una particolare popolazione di elettroni in uno stato energetico eccitato. Il fenomeno di quenching infatti compete per una stessa popolazione di elettroni con il fenomeno di emissione radiativa. Il meccanismo alla base di questo fenomeno considera l'interazione tra due ioni durante la quale un elettrone appartenente a uno stato eccitato di uno

ione che funge da donatore decade in maniera non-radiativa trasferendo energia al secondo ione che funge da accettore. Questo meccanismo è fortemente influenzato e potenziato dalla vicinanza tra i due ioni, in quanto l'interazione tra dipoli è inversamente proporzionale alla distanza alla sesta tra donatore ed accettore. Di conseguenza il fenomeno è molto sensibile anche a piccole variazioni di distanze, e quindi a un aumento di concentrazione degli ioni.

Una classica manifestazione macroscopica del fenomeno di quenching risiede nel crollo del tempo di vita dei livelli energetici eccitati appartenenti allo ione donatore, associata a una notevole riduzione di popolazione nel livello energetico eccitato.

Il fenomeno di quenching può essere ulteriormente suddiviso in vari tipi in base al tipo di dipoli considerato:

1. **Concentration quenching:** anche definito come *self-quenching*, il concentration quenching è un fenomeno che porta alla diminuzione dell'energia luminosa, causato dalla concentrazione stessa di elementi attivi otticamente [16]. Elevate concentrazioni di terre rare portano a fenomeni di quenching causati dalla formazione di agglomerati detti *clusters*, nei quali avviene un decadimento non-radiativo dell'energia fornita al sistema, con conseguente diminuzione dell'energia disponibile per ottenere l'amplificazione ottica. Nel sistema ottico considerato in questa ricerca il concentration quenching che avviene tra ioni Er^{3+} è considerato più influente rispetto all'effetto degli ioni Yb^{3+} . Come spiegato precedentemente il lifetime degli stati eccitati è fortemente influenzato dai fenomeni di quenching. La relazione tra lifetime degli stati eccitati degli ioni Er^{3+} e la loro concentrazione è data dall'Equazione 2.10:

$$\tau(N^{Er}) = \frac{\tau_w}{1 + \frac{9}{2\pi} \left(\frac{N^{Er}}{N_Q}\right)^2} \quad (2.10)$$

Dove τ è il tempo di vita a una determinata concentrazione di ioni N^{Er} , τ_w è il tempo di vita misurato per una concentrazione ridotta di ioni e N_Q è la concentrazione critica di quenching. Utilizzando una serie di campioni con differente concentrazione di ioni Er^{3+} è possibile calcolare il valore critico di quenching per un determinato materiale. Il valore critico N_Q^{Er} ricavato da letteratura della concentrazione di ioni Er^{3+} all'interno di un vetro fosfato è considerato in un intervallo di valori dai 2.5 ai $4 * 10^{20}$ ioni/cm³ a seconda della composizione del vetro considerato ([22],[23]).

2. **Quenching causato da gruppi idrossilici (OH):** i gruppi idrossilici presenti in un vetro sono spesso causa di un severo fenomeno di quenching. Anche in questo caso il fenomeno alla base della diminuzione della radiazione luminosa è un trasferimento non-radiativo che avviene tra gli stati eccitati degli ioni di terre rare e i gruppi idrossilici OH, che agiscono in questo caso come centri di quenching. La differenza di energia presente tra gli stati eccitati ${}^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ degli ioni Er^{3+} è di approssimativamente 1534 nm (6500 cm^{-1}), mentre la frequenza di vibrazione dei gruppi OH è di circa 3333 nm (3000 cm^{-1}) nei vetri fosfati [23]. Sono quindi necessari due soli fononi vibrazionali dei gruppi OH per permettere un trasferimento non-radiativo dai livelli eccitati degli ioni Er^{3+} . Similmente al concentration quenching è possibile trovare una relazione tra il tempo di vita degli ioni erbio a una determinata concentrazione e la concentrazione di gruppi OH nel vetro, secondo l'Equazione 2.11:

$$\tau(N^{Er}) = \frac{\tau_w}{1 + \frac{9}{2\pi} \frac{N^{Er} * \alpha * N^{OH}}{N_Q^2}} \quad (2.11)$$

Il tempo di vita è inversamente proporzionale alla concentrazione di gruppi OH nel vetro. Inoltre, α è un fattore corrispondente alla frazione di ioni Er^{3+} accoppiati con gruppi OH. I vetri fosfati a causa della loro elevata igroscopicità tendono ad inglobare facilmente molecole d'acqua e formare gruppi OH all'interno della struttura del vetro. A causa di questa particolare caratteristica i vetri fosfati sono particolarmente condizionati dal fenomeno di quenching da gruppi OH. L'unico modo per limitare questo meccanismo è di prestare particolarmente attenzione nel marginare l'assorbimento di acqua all'interno della struttura del vetro in fase di produzione.

3. **Trasferimento di energia:** il fenomeno di trasferimento di energia tra uno ione Yb^{3+} e uno ione Er^{3+} avviene quando un elettrone in un livello energetico superiore $\langle 2 \rangle$ ($^2F_{5/2}$) di uno ione Yb^{3+} decade in maniera non-radiativa trasferendo la sua energia a un elettrone localizzato in un livello energetico inferiore $\langle 1 \rangle$ ($^4I_{15/2}$) di un adiacente ione Er^{3+} che viene quindi eccitato a un livello energetico superiore $\langle 2 \rangle$ ($^4I_{13/2}$). In questo modo lo ione di itterbio funge da donatore e lo ione di erbio funge da accettore. Lo svolgersi di questo fenomeno è possibile grazie al fatto che i livelli energetici dei due ioni Yb^{3+} e Er^{3+} presentano una risonanza naturale, ovvero hanno energie simili [24]. L'intero processo è governato da un coefficiente di trasferimento detto k_{tr} il quale permette di calcolare l'efficienza del processo. Il trasferimento di energia tra ioni essendo un processo non-radiativo può essere considerato come un fenomeno di quenching, in questo particolare caso favorevole alla produzione dell'amplificatore ottico richiesto. La cross section di assorbimento alla lunghezza d'onda di pompa utilizzata (976 nm) degli ioni Yb^{3+} infatti è molto maggiore rispetto alla cross section degli ioni Er^{3+} alla stessa lunghezza d'onda. Il trasferimento di energia agli ioni Er^{3+} permette inoltre di emettere fotoni alla frequenza di circa 1550 nm, come specificato nei requisiti della ricerca. Il motivo principale per cui si opera un co-drogaggio dei vetri con entrambi ioni Er^{3+} e ioni Yb^{3+} risiede nella notevole efficienza energetica di questo fenomeno. Gli ioni di Yb^{3+} fungono in questo caso da sensibilizzanti del processo di amplificazione ottica, virtualmente amplificando la cross section di assorbimento degli ioni Er^{3+} alla frequenza di pompa. Il coefficiente di trasferimento k_{tr} incrementa linearmente con la concentrazione di ioni Yb^{3+} , mentre è praticamente indipendente dalla concentrazione di ioni Er^{3+} ([23], [25], [26]).
4. **Omogeneous up-conversion:** il fenomeno di up-conversion prevede il trasferimento di energia in maniera non-radiativa tra due ioni Er^{3+} . Un elettrone presente nel livello energetico superiore $\langle 2 \rangle$ ($^4I_{13/2}$) decade in maniera non-radiativa al livello inferiore $\langle 1 \rangle$ ($^4I_{15/2}$), trasferendo la sua energia a un secondo elettrone presente al livello $\langle 2 \rangle$ di uno ione Er^{3+} adiacente. Il secondo elettrone così eccitato può passare al livello energetico $\langle 4 \rangle$ ($^4I_{9/2}$). Questo elettrone può di conseguenza decadere al livello $\langle 1 \rangle$ in maniera non-radiativa, aiutando ad eliminare il livello $\langle 4 \rangle$ dal sistema. A conclusione di questo processo due vacanze sono state riempite da elettroni nel livello $\langle 1 \rangle$, mentre due vacanze si sono formate nel livello $\langle 2 \rangle$. Questo fenomeno dunque è concorrenziale con il meccanismo di amplificazione ottica. L'intero processo è governato dal coefficiente di up-conversion C_{up} e anch'esso può essere considerato un fenomeno di quenching. Da letteratura è riportato che i vetri fosfati hanno valori di up-conversion inferiori rispetto ai vetri silicati [27]. In antitesi per quanto riguarda il coefficiente di trasferimento energetico, il coefficiente di up-conversion dipende linearmente dalla concentrazione di ioni Er^{3+} ma è indipendente dalla concentrazione di ioni Yb^{3+} ([23], [25], [26]).

2.6 Stato dell'arte di amplificatori ottici a base di vetro fosfato

In questo capitolo sono riportati alcuni esempi di amplificatori ottici o laser trovati in letteratura che attualmente compongono lo stato dell'arte della tecnologia a base vetro fosfato drogato con ioni di terre rare. In Figura 2.15 è riportata una tabella che riporta le principali caratteristiche dei dispositivi considerati, incluso la lunghezza della fibra, il tipo di geometria, il tipo di operazione (se pulsata o continua), la potenza di pompa utilizzata negli esperimenti e se si tratta di dispositivi laser o amplificatori. Nonostante la ricerca sia basata su dispositivi con caratteristiche uniche, in riassunto la tabella mostra dei valori abbastanza omogenei.

Sebbene la maggior parte dei dispositivi considerati sia considerata come struttura laser, le caratteristiche generali del dispositivo sono comunque interessanti come riferimento per lo studio di un amplificatore ottico, in quanto anche le strutture laser utilizzano un materiale capace di amplificare i segnali ottici come *gain*.

Dev.	L cm	Doping conc.	P_{out} or G_{max}	P_p W	Gain/Unit L.	Type	Year
1	7	1% Er - 8% Yb	9.3 W	37.0	1.33 W / cm	DC - CW - laser	2004
2	23	0.9% Er - 15% Yb	5.5 W	17.0	0.23 W / cm	DC - CW - laser	2006
3	12	3% Er - 15% Yb	4.08 kW (peak) 3.26 W (avg)	32.0	0.94 dB/cm	SC - LC - MOPA	2008
4	5	1 mol% Er - 2 mol% Yb	16.5 dB @ Pin=-30dBm	0.297	3.3 dB/cm	SC - amp	2008
5	4	3 mol% Er - 5 mol% Yb	20.8 dB @ Pin=-30dBm	0.33	5.2 dB/cm	SC - amp	2010
6	2	3 mol% Er - 5 mol% Yb	0.3 W	1.0	0.15 / cm	SC - CW - laser	2010
7	3.5	1.5% Er - 8% Yb	4.7 W	21.0	1.34 W / cm	MOF - CW - laser	2006
8	1.5	Yb: highly doped	0.2 W (976 nm-1064 nm)	0.66	0.13 W / cm	SC - CW/P - laser	2004
9	86.4	12% Yb	20 W (940 nm-1064 nm)	80.0	0.23 W / cm	DC - CW - laser	2006
10	71.6	12% Yb	56.9 W (977 nm-1030 nm)	116.7	0.79 W / cm	DC - CW - laser	2009
11	74.5	12% Yb	16.3 W (977 nm-1030 nm)	76.0	0.22 W / cm	DC - CW - amp	2009
12	2.0	6% Yb	0.031 W (977 nm-1064 nm)	0.185	0.015 W / cm	SC - P - laser	2007
13	200.0	1% Yb	6.8 W (975 nm-1060 nm)	11.0	0.03 W / cm	MOF - CW - laser	2008
14	0.8	15.2% Yb	0.408 W (976 nm-1064 nm)	0.57	0.51 W / cm	SC - CW/P - laser	2011

Figura 2.15: Tabella raffigurante lo stato dell'arte di amplificatori ottici e laser a base fosfato utilizzando un drogaggio di ioni itterbio o co-drogaggio itterbio-erbio per applicazioni ad alta potenza. Le sigle riportate stanno per: SC – single cladding, DC – double cladding, P – pulsed, MOF – microstructured fiber, amp – amplificatore [18].

Per quanto riguarda il gruppo dei dispositivi co-drogati erbio e itterbio il primo dispositivo considerato è un ottimo esempio di laser *double cladding*, ovvero doppio strato esterno, che lavora in continuo. Tale dispositivo mostra il maggiore rapporto tra potenza per unità di lunghezza, mantenendo anche una modesta efficienza. Il secondo laser invece offre la migliore efficienza, al prezzo di una lunghezza superiore rispetto agli altri [28]. Il terzo laser riportato nella tabella è particolarmente significativo, in quanto riporta una potenza media elevata in una fibra lunga 12 cm utilizzando una configurazione MOPA [29]. Gli ultimi dispositivi considerati sono inclusi per il loro elevato valore di guadagno per unità di lunghezza, ma sono stati testati solo per bassi segnali [30]. L'ultimo dispositivo invece presenta il valore maggiore di potenza per unità di lunghezza ottenuta tramite una fibra ottica *microstructured* (MOF) [31].

Una ulteriore tabella comprendente i dispositivi prodotti con un drogaggio di soli ioni itterbio è inserita per paragone. Dei sette esempi riportati in questo caso solo uno è un amplificatore, il

resto sono laser. Similarmente al caso dei dispositivi co-drogati, le strutture MOF e double cladding presentano un rapporto potenza su lunghezza maggiore delle single cladding. In questo tipo di dispositivo la potenza di output supera la potenza di output ottenuta tramite co-drogaggio, ma le fibre utilizzate sono in generale più lunghe e il rapporto tra potenza e unità di lunghezza rimane comunque inferiore rispetto al caso dei dispositivi co-drogati.

Una delle caratteristiche fondamentali richieste dal progetto CALIBER è proprio la ridotta dimensione del dispositivo. Per questo motivo in sede di discussione è stato deciso di studiare un nuovo vetro capace di accogliere un co-drogaggio di ioni Er^{3+} e di Yb^{3+} ai fini di massimizzare il rapporto di potenza su lunghezza.

Come si può osservare dalla tabella i valori di concentrazione degli ioni droganti sono simili. In particolare, è possibile notare che la concentrazione di ioni Yb^{3+} è sempre superiore rispetto alla concentrazione di ioni Er^{3+} . Il rapporto tra queste due concentrazioni varia generalmente in un intervallo dato da 1:2 fino a raggiungere 1:15. Entrambe queste considerazioni sono state valutate al momento della progettazione dei vetri e per lo studio dei fenomeni di interazione tra fotoni e materia.

Parallelamente al lavoro di produzione e caratterizzazione del vetro fosfato co-drogato infatti all'interno del team di lavoro è stata effettuata un'attenta analisi dei parametri fondamentali relativi al processo di amplificazione ottica e uno studio delle formule che gestiscono tali fenomeni. Grazie a questo lavoro di analisi matematica è stato possibile definire tre concentrazioni interessanti di co-drogaggio del vetro da sottoporre a produzione e analisi, come verrà riportato nel Paragrafo 4.1.

Come si può notare dai dati riportati nella tabella in Figura 2.16 una particolare importanza nella definizione del dispositivo considerato viene rivolta alla geometria della fibra ottica. Nel capitolo successivo verranno definite le principali caratteristiche che definiscono una fibra ottica, i fenomeni grazie ai quali riesce a guidare la luce al suo interno e le diverse tipologie di fabbricazione.

Capitolo 3 Fibre ottiche

In questo capitolo verranno presentate le principali caratteristiche del funzionamento di una fibra ottica, le ragioni per cui la luce rimane confinata al suo interno e come essa viene fabbricata. Verrà prestata particolare attenzione in seguito al design e produzione di una fibra drogata con ioni Er^{3+} e Yb^{3+} utilizzata per lo sviluppo dell'amplificatore ottico.

3.1 Indice di rifrazione e riflessione interna totale

Un'onda elettromagnetica che viaggia in un mezzo dielettrico polarizza, attraverso le oscillazioni del campo elettrico, le molecole del materiale alla frequenza dell'onda. Di conseguenza la velocità della luce in un materiale è inferiore rispetto a quella del vuoto, in cui non sono presenti dipoli con cui il campo possa interagire. Il rapporto tra la velocità della luce nel vuoto c e la velocità della luce in un determinato materiale v è detta *indice di rifrazione* n del materiale:

$$n = \frac{c}{v} \quad (3.1)$$

La velocità della luce nel materiale dielettrico può essere espressa come:

$$v = \frac{1}{\sqrt{\epsilon_r \epsilon_0 \mu_0}} \quad (3.2)$$

Con ϵ_r definita come la *permittività elettrica relativa* tipica del materiale, mentre con ϵ_0 e μ_0 si indicano la *permittività elettrica e magnetica nel vuoto*. La permittività relativa del materiale dipende dalla frequenza dell'onda elettromagnetica considerata. Differenti meccanismi di polarizzazione si instaurano nel materiale infatti ad alte e basse frequenze. L'indice di rifrazione del materiale è dunque dipendente dalla lunghezza d'onda. La dipendenza dell'indice di rifrazione dalla frequenza (lunghezza d'onda) di un materiale è detta *dispersione* e può essere espressa tramite il numero di Abbe, definito come:

$$v_d = \frac{n_d - 1}{n_F - n_C} \quad (3.3)$$

Dove n_d, n_F, n_C sono definiti come la d-line dell'elio He (587.56 nm), la F-line dell'idrogeno H (486.13 nm) e la C-line dell'idrogeno H (656.27 nm). Un numero di Abbe ridotto significa una grande dispersione del materiale.

Quando un raggio di luce incontra il confine tra due materiali trasparenti diversi, con indice di rifrazione n_1 e n_2 diversi, parte del raggio è riflesso indietro verso il primo materiale, mentre parte è rifratta attraverso il secondo materiale, come mostrato in Figura 3.1. Il raggio riflesso segue la legge della riflessione, la quale esplicita che l'angolo di incidenza θ_1 sia uguale all'angolo di riflessione.

La relazione che lega l'indice di rifrazione dei materiali e i raggi di incidenza e rifrazione è a legge di Snell:

$$n_1 \sin \theta_1 = n_2 \sin \theta_2 \quad (3.4)$$

Dove θ_1 è l'angolo di incidenza e θ_2 è l'angolo di rifrazione. In generale se un raggio luminoso passa da un materiale meno denso a uno più denso viene piegato verso il vettore normale all'interfaccia, e l'angolo di rifrazione sarà minore dell'angolo di incidenza. Nel caso opposto

la luce passando da un materiale più denso a uno meno denso viene allontanata dal vettore normale e l'angolo di rifrazione sarà maggiore dell'angolo di incidenza.

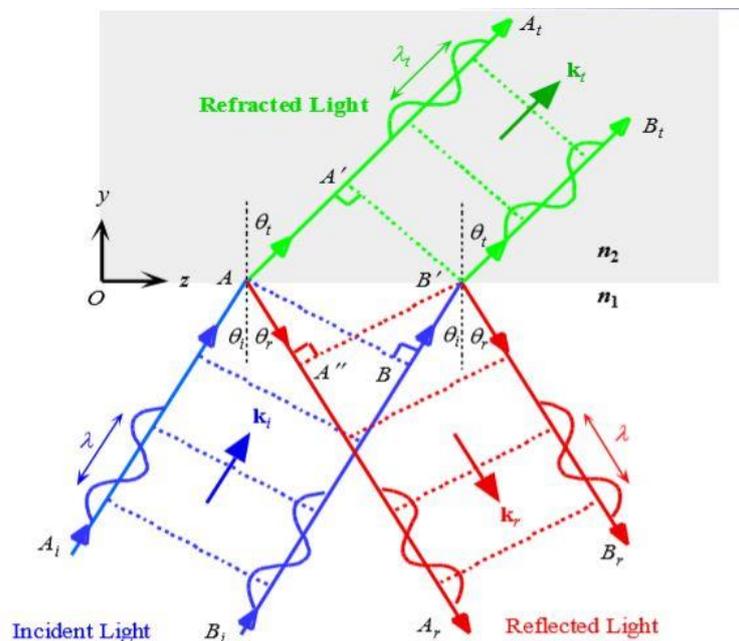


Figura 3.1: Immagine dei raggi incidente, riflesso e rifratto al confine tra due materiali diversi [32].

All'aumentare dell'angolo di incidenza θ_1 , l'angolo di rifrazione θ_2 si avvicina al valore di 90° , fino a raggiungere un punto in cui la rifrazione non è più possibile. Il raggio di luce è dunque totalmente riflesso indietro nel primo materiale e la luce non può scappare. Questa condizione è detta *total internal reflection* (TIR) o riflessione interna totale e l'angolo θ_c a cui avviene è detto *angolo critico*.

Il valore dell'angolo critico si può ricavare tramite la legge di Snell come:

$$\sin\theta_c = \frac{n_2}{n_1} \quad (3.5)$$

La condizione di riflessione interna totale è una situazione ideale, in realtà vi è sempre della luce che riesce a penetrare il confine tra i materiali [32]. Nel caso di una fibra ottica in vetro il fenomeno di riflessione interna totale permette di confinare la luce all'interno del materiale vetroso, limitando il più possibile la fuoriuscita della luce verso l'aria. Questo processo è implementato da un corretto design della struttura della fibra e lo studio degli indici di rifrazione delle varie parti che la compongono.

3.2 Struttura generica di una fibra ottica

La struttura generica di una fibra ottica può essere semplificata alla forma di un cilindro sottile fatto di materiale dielettrico trasparente nel visibile, il quale si comporta come una guida d'onda capace di portare la luce da un suo capo all'altro. La struttura base di una fibra ottica si può suddividere in tre parti principali: il *core* (cuore), il *cladding* (mantello) e il *coating* (rivestimento o buffer) come mostrato in Figura 3.2.

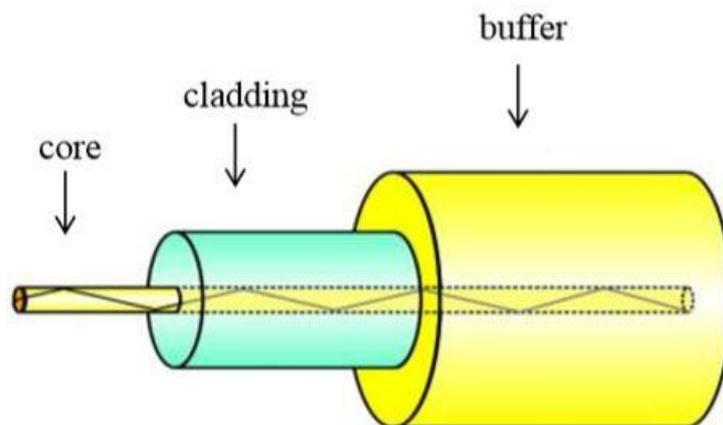


Figura 3.2: Esempio di struttura base di una fibra ottica con la divisione dei tre materiali diversi.

Il core è la parte più interna della fibra ed è la zona all'interno della quale la luce viene confinata e si propaga. Il core è circondato da un materiale dielettrico detto cladding con indice di rifrazione inferiore rispetto al core. Questa condizione è necessaria per confinare la luce all'interno del core della fibra. Lo strato di cladding inoltre riduce le perdite di luce dal core verso l'aria e alla superficie del core, oltre a proteggerlo dai contaminanti e aggiungere proprietà meccaniche alla fibra. Lo strato più esterno tipicamente è composto da materiale polimerico ed è detto buffer o rivestimento (coating). Il suo principale ruolo è di protezione degli strati più interni da umidità e agenti ambientali, oltre a migliorare le proprietà meccaniche e ridurre le perdite per scattering causate da micro-curvature della fibra.

3.3 Propagazione della luce lungo una fibra ottica

La trasmissione della luce lungo una fibra ottica può essere descritta da due teorie. La prima è la *teoria a raggi*, o ottica geometrica, che descrive la luce come un semplice raggio. Questo approccio permette una rappresentazione chiara della propagazione della luce lungo una fibra ed è tipicamente usata per approssimare i fenomeni di accettazione della luce e proprietà guida delle fibre ottiche. La seconda è la *teoria dei modi*, o rappresentazione d'onda, la quale descrive invece la luce come un'onda elettromagnetica. La teoria dei modi descrive bene il comportamento della luce all'interno di una fibra ottica e serve per spiegare fenomeni quali l'assorbimento, attenuazione e dispersione.

Di seguito verrà presentata la teoria della trasmissione della luce secondo la **teoria a raggi**. All'interno di una fibra ottica i raggi possono propagare sia lungo l'asse di simmetria della fibra, e sono detti raggi meridiani, sia seguendo un sentiero elicoidale, e sono detti raggi obliqui. I primi sono tipicamente utilizzati per illustrare le proprietà base di trasmissione delle fibre ottiche. I raggi meridiani possono essere contenuti all'interno del core della fibra grazie al fenomeno di riflessione interna totale e propagarsi lungo l'asse della fibra, oppure essere rifratti fuori dal core nel cladding e fuoriuscire dalla fibra.

Per essere guidato attraverso la fibra un raggio di luce incidente alla faccia della fibra deve rientrare all'interno di un volume di forma conica detto *cono di accettazione*. La metà dell'angolo di questo cono è detto angolo d'accettazione (α_{max}), il quale dipende dalle proprietà intrinseche della fibra. Supponiamo che l'angolo di incidenza alla fine di una fibra sia α , e all'interno della fibra il raggio crei un angolo θ con la normale dell'asse della fibra. Se l'angolo θ è inferiore rispetto all'angolo critico θ_c la maggior parte della luce presente nel core

uscirà dal core e attraverserà il cladding della fibra. Al contrario se l'angolo θ è maggiore rispetto all'angolo critico il raggio verrà interamente contenuto e guidato all'interno del core della fibra grazie al fenomeno di riflessione totale interna, come mostrato nella Figura 3.3.

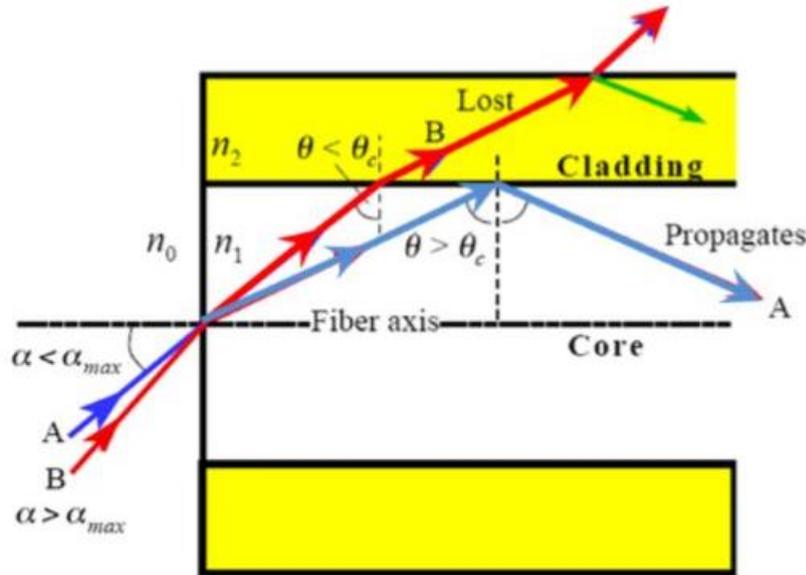


Figura 3.3: Particolare dell'angolo di accettazione di una fibra e riflessione interna totale. Adattata da [32].

Il massimo valore accettato per α è quello per cui $\theta = \theta_c$. All'interfaccia tra due materiali con indice di rifrazione diverso è possibile riscrivere la legge di Snell come segue:

$$n_0 * \sin \alpha_{max} = n_1 * \sin\left(\frac{\pi}{2} - \theta_c\right) \quad (3.6)$$

Allo stesso modo per la TIR:

$$n_1 * \sin \theta_c = n_2 * \sin\left(\frac{\pi}{2}\right) \quad (3.7)$$

Quindi sostituendo la θ_c si ottiene:

$$\sin \alpha_{max} = \frac{(n_1^2 - n_2^2)^{1/2}}{n_0} \quad (3.8)$$

L'*apertura numerica* della fibra, NA, è un parametro caratteristico definito da:

$$NA = (n_1^2 - n_2^2)^{1/2} \quad (3.9)$$

L'angolo $2\alpha_{max}$ è detto l'angolo di totale accettazione e dipende dall'apertura numerica della fibra e dagli indici di rifrazione dei due materiali, infatti sostituendo la NA nell'Equazione 3.8 si ottiene:

$$\sin \alpha_{max} = \frac{NA}{n_0} \quad (3.10)$$

La NA è un parametro utile per misurare l'abilità di catturare la luce di una fibra ottica e può ad esempio essere usata per valutare l'efficienza di accoppiamento tra sorgente e fibra. Valori tipici di NA per una fibra di vetro sono 0.1 a 0.3, mentre le fibre in materiale plastico generalmente hanno un NA superiore, fino a 0.5.

La **teoria dei modi** sfrutta invece il comportamento delle onde elettromagnetiche per descrivere la propagazione della luce lungo la fibra. È particolarmente utile per descrivere alcune proprietà della luce che non si possono spiegare semplicemente tramite la teoria dei raggi.

La luce può essere rappresentata come un'onda piana, descritta dalla sua direzione, ampiezza e lunghezza d'onda di propagazione.

La lunghezza d'onda λ dell'onda planare è definita come:

$$\lambda = \frac{c}{f * n} \quad (3.11)$$

Dove c è la velocità della luce nel vuoto, f è la frequenza della luce e n è l'indice di rifrazione del materiale. Nella Figura 3.4 viene rappresentata la direzione di propagazione e il fronte d'onda di un'onda planare lungo la fibra.

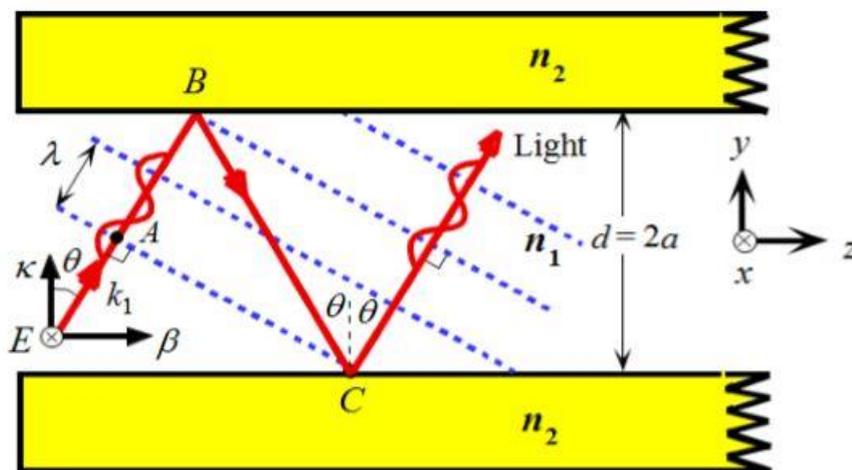


Figura 3.4: Propagazione del fronte d'onda lungo la fibra [32].

I fronti d'onda per poter propagare lungo la fibra devono innanzi tutto essere incidenti sulla fibra con un angolo inferiore o uguale all'angolo di accettazione, ma devono inoltre rimanere in fase. Se i fronti d'onda non fossero in fase infatti potrebbero eliminarsi a causa di interferenze distruttive. Per poter propagare con successo lungo tutta la fibra i fronti d'onda devono interferire tra di loro con interferenze costruttive.

I modi di una fibra sono definibili come un set di onde elettromagnetiche guidate nella fibra ottica. Ogni modo è identificato da un numero $m = 0, 1, 2, \dots$. Nella Figura 3.5 è mostrata la forma del campo elettrico dei primi tre modi ($m = 0, 1, 2$) che viaggiano lungo la fibra. Si può notare che il numero del modo indica il numero di massimi del campo nel core della fibra. Generalmente i modi con più di 5-10 massimi di campo sono detti modi ad alto ordine.

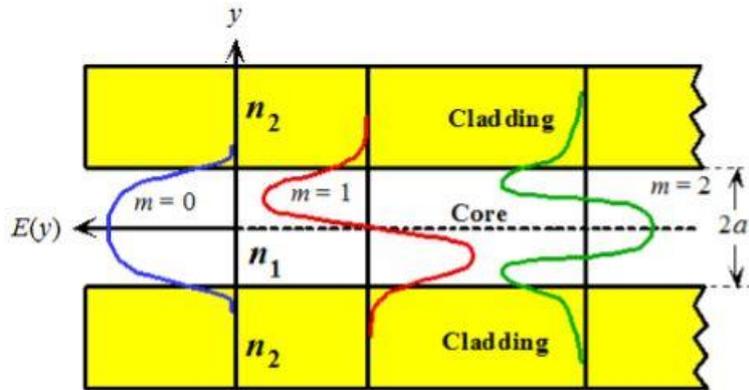


Figura 3.5: Forma del campo elettrico dei primi tre modi ($m = 0, 1, 2$) che viaggiano lungo la fibra [32].

I modi inoltre non sono limitati al core della fibra ma penetrano leggermente nello strato di cladding. Mentre i modi con basso ordine sono concentrati vicino al centro della fibra, i modi ad alto ordine sono distribuiti verso la superficie esterna della fibra, in tal modo una porzione della luce può uscire dal core ed essere intrappolata nello strato di cladding. Questi modi sono detti modi del cladding.

Un impulso di luce che entra in una fibra ottica sarà dunque frammentato in vari modi che propagano con velocità differenti nella fibra (vedi Figura 3.6). Per questo motivo il segnale di output emesso dall'altro capo della fibra sarà più ampio dell'impulso di input.

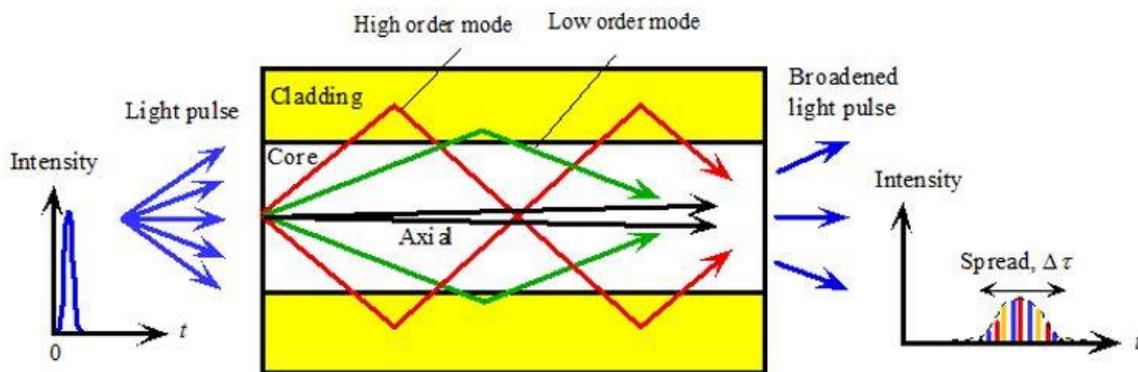


Figura 3.6: Illustrazione schematica di una luce pulsata che si muove lungo una fibra ottica [32].

Un importante parametro che descrive la quantità di modi supportati da una fibra è la *frequenza normalizzata* V , un parametro senza dimensione definito come:

$$V = \frac{2\pi a}{\lambda} * NA = \frac{2\pi a}{\lambda} * (n_1^2 - n_2^2)^{\frac{1}{2}} \quad (3.12)$$

Con n_1 e n_2 indici di rifrazione rispettivamente di core e cladding, a il raggio del core e λ la lunghezza d'onda in aria.

Per una data lunghezza d'onda il numero V dipende dalla geometria della fibra e dai materiali che la costituiscono, quindi è un parametro caratteristico di una determinata fibra.

Può essere dimostrato che per valori di $V \leq 2.405$ solo il modo fondamentale può propagare all'interno della fibra, mentre gli altri modi a ordine maggiore vengono persi nel cladding. Questo tipo di fibra è detta *singolo modo* (SM). Per valori di $V > 2.405$ invece il numero di modi che propagano lungo la fibra aumenta rapidamente, anche superando i 100. Questo tipo di fibre è detta *multi modo* (MM). Le principali caratteristiche e differenze tra questi due tipi di fibre sono analizzati nel Paragrafo successiva.

Per valori troppo bassi di $V \leq 1$ la maggior parte della luce è propagata nel cladding ed è facilmente perso per curvature del materiale. Da questa valutazione risulta che il valore di V dovrebbe rimanere nell'intorno di 2.405.

3.4 Tipi di fibre ottiche

Le fibre ottiche sono caratterizzate dalla struttura e dalle loro proprietà di trasmissione. Possono essere classificate in base al numero di modi che si propagano lungo la fibra in due categorie: fibre a **singolo modo** e a **multi modo**. La differenza strutturale di base tra le due risiede nella dimensione del core, intimamente correlato al numero di modi che possono propagare nella fibra. Le dimensioni del core di una fibra ottica per telecomunicazioni singolo modo sono tipicamente comprese tra 8 e 10 μm . Una fibra con core di queste dimensioni permette la propagazione solo del modo fondamentale intorno ai 1300 nm di lunghezza d'onda della luce.

Le dimensioni del core di una fibra multi modo può variare tra 50 e 100 μm , con un NA tra i 0.2. e 0.29 rispettivamente. Il numero di modi che si propagano in una fibra multimodale dipende dalla dimensione del core e dall'NA. All'aumentare di questi due valori il numero di modi aumenta fino a superare i 100.

Le fibre a singolo modo hanno notevoli vantaggi rispetto alle multimodali:

- Minore attenuazione (0.15 dB/km);
- Elevata ampiezza di banda di trasmissione;
- Ridotta dispersione della fibra.

Nonostante questi vantaggi, a causa della ridotta dimensione del core, l'accoppiamento della luce da una fonte esterna è maggiormente critico rispetto al caso di una fibra multimodale. In caso di luce impulsata comunque è preferibile usare fibre singolo modo a causa della dispersione modale che avviene all'interno di una fibra multimodo con conseguente allargamento dell'impulso durante la sua propagazione.

Le fibre ottiche possono essere anche classificate in base al profilo dell'indice di rifrazione tra core e cladding che determina i modi di propagazione del segnale ottico. Le più comuni sono fibre *step-index* e *graded-index*. Le fibre step-index sono caratterizzate da un indice di rifrazione uniforme nel core e una decrescita ripida dell'indice al passaggio nel cladding (vedi (a) e (b) in Figura 3.7). Il profilo step-index è utilizzato nella maggior parte delle fibre singolo modo, e in alcune multimodali.

In una fibra graded-index invece l'indice di rifrazione decresce all'aumentare della distanza radiale dall'asse ottico della fibra, come riportato in Figura 3.7 (c). Poiché la parte del core più vicina all'asse della fibra ha un indice di rifrazione maggiore rispetto alla parte vicino al cladding, la luce segue un andamento sinusoidale.

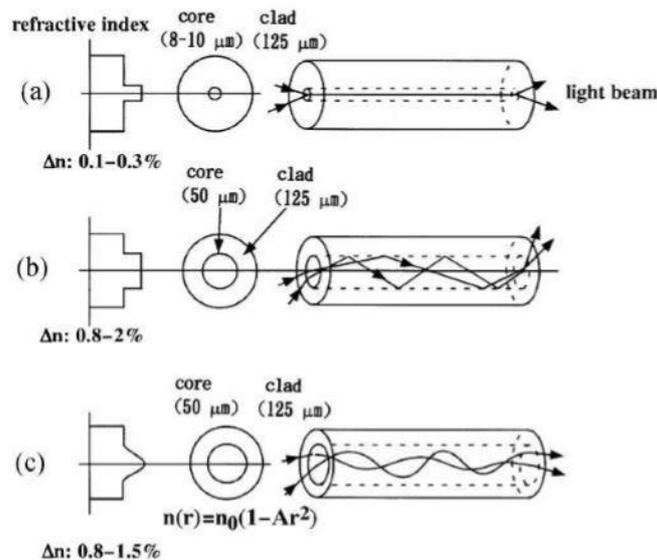


Figura 3.7: Tipica struttura di fibre ottiche per telecomunicazioni: (a) fibra singolo modo, (b) fibra multimodo step-index, (c) fibra multimodo graded-index [8].

Le fibre multimodo possono essere progettate sia in step-index o graded-index, con il vantaggio da parte di queste ultime di una considerevole diminuzione nella dispersione modale. La geometria del profilo di differenza di indice di rifrazione può essere notevolmente variata, fino ad arrivare alle fibre composte da cristalli fotonici.

3.5 Attenuazione in una fibra ottica

L'attenuazione è un fenomeno ottico definito come perdita di potenza di un raggio di luce che si muove lungo una fibra. È principalmente causata da fenomeni di *assorbimento*, *scattering* e *perdite da piegamento*. In una fibra ottica di lunghezza L , una potenza di input P_{in} e una potenza di output P_{out} , l'attenuazione è definita come un'unità di lunghezza dalla seguente equazione:

$$\alpha_{dB} = \frac{1}{L} * 10 * \text{Log}\left(\frac{P_{in}}{P_{out}}\right) \quad (3.13)$$

L'attenuazione è una relazione logaritmica. L'unità di misura dipende dall'unità di misura della lunghezza e può essere espressa come dB/m o dB/km.

L'**assorbimento** rappresenta una delle principali cause di perdita di segnale in una fibra ottica. È definito come riduzione di potenza ottica a causa di conversione in energia interna della struttura assorbente, ad esempio in energia termica. L'assorbimento nelle fibre ottiche è causato da tre fattori:

- Imperfezioni della struttura atomica del materiale;
- Fattori intrinseci causati dalle proprietà della fibra o del materiale;
- Fattori estrinseci a causa di impurezze nella fibra o del materiale.

Le imperfezioni della struttura atomica inducono assorbimento a causa della mancanza di molecole o difetti di ossigeno, i quali interagiscono coi fotoni incidenti causando la trasformazione di energia da ottica a tipicamente termica.

L'assorbimento intrinseco dipende dalle proprietà di base del materiale della fibra e definisce il livello minimo di assorbimento della fibra in assenza di difetti. Le fibre ottiche più largamente

utilizzate in commercio sono composte da silice a causa del loro bassissimo assorbimento intrinseco alle lunghezze d'onda di operazione comune. Un primo meccanismo di assorbimento intrinseco è causato dall'interazione della luce con gli elettroni atomici, il quale presenta un picco nella regione dell'UV. Una seconda interazione intrinseca possibile avviene tra la luce e le vibrazioni molecolari. Il picco di assorbimento per la silice è nell'infrarosso (IR) ma si espande anche nella regione del vicino infrarosso (*Near Infrared*, NIR) ed è causato dalla vibrazione dei legami Si-O [8]. La lunghezza d'onda per cui si ottiene il minimo valore di assorbimento intrinseco varia da vetro a vetro. Nel caso dei vetri a base silice utilizzati per fibre ottiche il minimo valore teorico di perdita, pari a 0.125 dB/km , si ottiene per una lunghezza d'onda di 1550 nm . La scelta di produrre un amplificatore ottico capace di emettere un segnale nell'intorno della lunghezza d'onda proprio di 1550 nm è stata supportata anche dal fatto di avere un minore fenomeno di assorbimento del segnale nelle fibre commerciali in silice usate nel sistema.

Le perdite per assorbimento estrinseco invece sono causate da impurità nella matrice del vetro. Particolarmente dannosi sono gli ioni metallici, quali ad esempio quelli di ferro, nickel e cromo. L'assorbimento estrinseco è causato dalle transizioni elettroniche degli ioni metallici da un livello energetico ad uno superiore. L'assorbimento estrinseco avviene anche a causa dei gruppi idrossili (OH^-) presenti nella fibra. I picchi di assorbimento causati dal legame Si-OH che può generarsi in presenza di acqua hanno portato alla individuazione di regioni spettrali libere da tali picchi. Ciò ha condotto quindi alla definizione delle cosiddette "tre finestre" di operazione delle telecomunicazioni, rispettivamente centrate a: 850 , 1300 e 1550 nm .

Le perdite da diffusione, dette perdite di **scattering**, sono causate dall'interazione della luce con fluttuazioni composizionali generate durante la formazione del vetro. La luce che passa nella fibra interagisce con queste zone come fossero delle piccole particelle di materiale dielettrico, ed è parzialmente dispersa in tutte le direzioni.

Se le dimensioni di queste fluttuazioni composizionali sono inferiori rispetto a un decimo della lunghezza d'onda della luce, avviene lo *scattering di Rayleigh*. Questo tipo di scattering è inversamente proporzionale alla quarta potenza della lunghezza d'onda della luce ($1/\lambda^4$) ed è la principale causa di perdite nella zona tra UV e IR nelle fibre di silice.

Se le dimensioni delle fluttuazioni composizionali sono compatibili con la lunghezza d'onda della luce allora avviene il fenomeno di *scattering di Mie*, il quale è meno dipendente dalla lunghezza d'onda rispetto al precedente.

Lo scattering è parte della struttura intrinseca del materiale e non si può fare nulla per eliminarlo [32].

Le perdite da **piegamento** (*bending*) sono classificate in base al raggio di curvatura del piegamento in micro e macro curvature.

I microbend sono microscopici piegamenti dell'asse della fibra che spesso si presentano quando la fibra viene rivestita dal coating o cablata impropriamente, causando piccole imperfezioni nella fibra. Le perdite da microbend causano attenuazione poiché i modi a basso ordine vengono accoppiati con modi ad alto ordine e possono uscire dunque dalla fibra.

Le perdite da macrobend si osservano invece quando il raggio di piegatura della fibra è grande rispetto al diametro della fibra. Questa piegatura comporta un cambiamento nel campo dei modi, aumentando il diametro del campo che penetra nel cladding, in questo modo parte della radiazione elettromagnetica viene persa verso l'esterno.

3.6 Produzione di fibre

Per ottenere fibre ottiche affidabili è necessaria una buona qualità dei precursori, in quanto, come visto al paragrafo precedente, ogni impurità presente nel materiale degrada le proprietà ottiche della fibra prodotta. Vi sono due principali metodi di produzione delle fibre: filatura da doppio crogiolo o filatura con preforma. La prima produce una fibra direttamente tirando il vetro da due cavità contenenti il vetro di core e di cladding allo stato fuso. Questo metodo è usato per vetri particolari, nei quali non è necessaria una grande purezza e può produrre solo fibre step-index. La maggior parte delle fibre viene prodotta seguendo il secondo metodo, ovvero la filatura della fibra a partire da una preforma. Una preforma in ottica può considerarsi come un cilindro di vetro, una versione scalata in grande della fibra, che presenta la stessa geometria e materiali della fibra ottica finale. Il processo di produzione di una fibra ottica a partire da una preforma si divide in due passaggi principali: *fabbricazione della preforma* e *filatura della fibra*.

Il primo passaggio per la produzione di fibre secondo questa tecnica è la **fabbricazione della preforma**. Molte preforme di fibre, specialmente quelle basate su vetri silicati, sono fabbricate con un processo detto *modified chemical vapour deposition* (MCVD), ovvero una versione modificata della deposizione in fase vapore. Questo metodo è stato sviluppato per le fibre Telecom in silice negli anni 70. Grazie alla produzione da fase vapore è possibile ottenere elevati livelli di purezza e bassissime perdite per propagazione (< 0.2 dB/km) andando a eliminare le contaminazioni del materiale. Una grande sfida nella produzione per CVD è costituita però dall'integrazione di terre rare nella preforma, a causa della loro ridotta volatilità in fase vapore. In caso di preforme basate su ossidi di metalli pesanti e vetri non silicati, i cui precursori non possono essere ottenuti in fase vapore, il metodo di fabbricazione tipicamente utilizzato è il *rod-in-tube* (cilindro nel tubo). Con questa tecnica un cilindro a indice di rifrazione maggiore viene inserito in un cilindro cavo a indice di rifrazione inferiore, ma simile composizione chimica come mostrato in Figura 3.8.

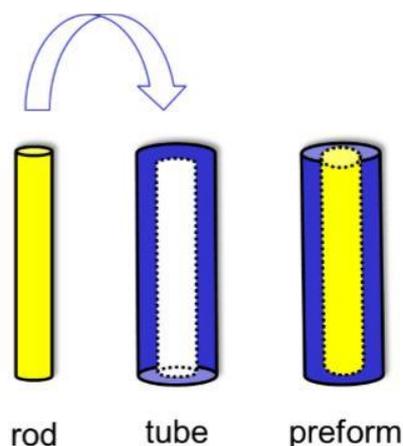


Figura 3.8: Schema base di un metodo di fabbricazione di preforma rod-in-tube [20].

I due vetri verranno successivamente connessi durante il processo di filatura, ma deve essere prestata molta attenzione per evitare la formazione di bolle e difetti all'interfaccia core-cladding che produrrebbero fenomeni di scattering e assorbimento. Per evitare questi problemi la superficie dei vetri viene accuratamente pulita prima di sottoporla al processo di filatura.

Le fibre ottiche sono prodotte dalla preforma attraverso un processo detto **filatura**. Questo processo permette la riduzione del diametro della preforma fino alla dimensione della fibra, senza cambiare le proprietà ottiche e il profilo di indice di rifrazione costruito nella preforma. La riduzione di diametro avviene a una temperatura superiore alla temperatura di rammollimento (softening) in condizioni di filatura verticale. La scelta della temperatura di filatura si basa su numerosi fattori, tra i quali ad esempio il tipo di vetro e di droganti, il diametro della fibra da ottenere, la velocità di filatura e le dimensioni del forno riscaldante.

Controllando la velocità di feed della preforma all'interno della fornace V ($\mu\text{m}/\text{s}$) e la velocità di filatura della fibra v (m/min), conoscendo il diametro della preforma D , è possibile calcolare il diametro stimato per la fibra attraverso l'equazione seguente:

$$D^2 * V = d^2 * v \quad (3.14)$$

La zona in cui il diametro si riduce è chiamata *neck-down* e corrisponde alla zona di maggiore temperatura raggiunta dal materiale.

Una torre di filatura è tipicamente composta da diverse parti, come mostrato in Figura :

- Una struttura rigida verticale a cui sono assicurati tutti gli elementi;
- Un sistema di riscaldamento per elevate temperature;
- Un sistema di misurazione del diametro della fibra;
- Un sistema opzionale di coating;
- Un tamburo di filatura e raccolta della fibra.

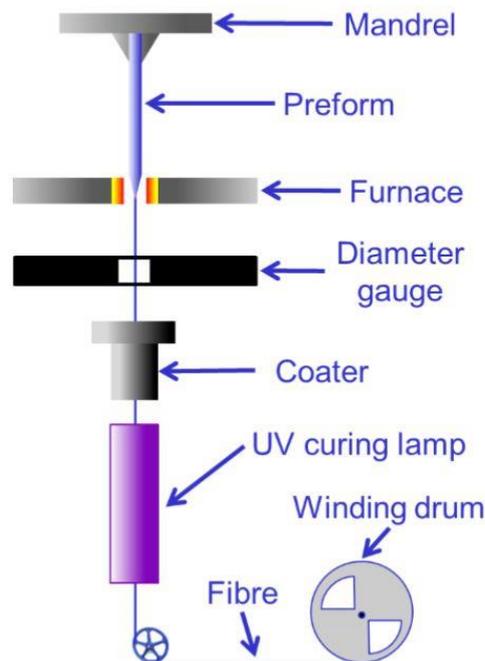


Figura 3.9: Esempio di torre di filatura con i vari componenti evidenziati.

Le dimensioni di una torre di filatura possono variare da pochi metri a più di 20 m di altezza, in base alle caratteristiche della fibra e del materiale. La torre di filatura utilizzata nel gruppo di ricerca del PhotonLab e presente all'Istituto Superiore Mario Boella è l'unico esempio di torre di filatura del vetro a scopo di ricerca e sviluppo in Italia.

Capitolo 4 Produzione e caratterizzazione dei vetri

Il capitolo seguente tratta direttamente la produzione dei vetri fosfati utilizzati in questo lavoro di tesi e le misure effettuate su di essi. Un primo paragrafo tratta in modo esplicativo i passaggi fondamentali riguardanti la progettazione e produzione dei tre tipi di vetri analizzati, mentre i paragrafi successivi sono focalizzati sulle misure effettuate su tali vetri, riportandone la teoria alla base della misura, il metodo e infine i risultati ottenuti. Le misure fisiche (di densità) e ottiche (indice di rifrazione, cross section di assorbimento ed emissione e lifetime) sono state effettuate su tutti e tre i provini di vetro, per identificare le possibili differenze di proprietà causate da un diverso rapporto di concentrazione di terre rare. Le misure termodinamiche (DSC, dilatomatria riscaldante) invece sono state effettuate solamente su uno dei tre vetri, in quanto esistono le basi per ipotizzare che le proprietà calcolate con queste misure siano molto simili per tutti e tre i vetri.

4.1 Produzione dei campioni di vetro

Per la produzione di un amplificatore ottico in fibra di vetro il primo passaggio da effettuare è relativo alla progettazione e produzione di un vetro che funga da materiale di host per gli ioni attivi. Tale vetro deve essere stabile, robusto, capace di incorporare al suo interno una buona quantità di terre rare e di sopportare un processo di filatura. Date le caratteristiche precedentemente analizzate nel Capitolo 2, ai fini della produzione di un amplificatore ottico molto compatto è stato deciso di utilizzare come materiale di host un vetro a base fosfato. I vetri sono prodotti tramite tecnica di fusione e colata, anche detta *melt quenching*. Ai fini di ottenere un vetro con proprietà ottiche ottimali, durante il processo produttivo è stata prestata particolare attenzione all'omogeneità del vetro e alla possibile contaminazione da acqua o umidità atmosferica.

Per questo lavoro di tesi sperimentale sono state formulate appositamente tre diverse composizioni di vetro per valutarne le diverse proprietà. La composizione con proprietà ottimali verrà successivamente utilizzata come core per la produzione dell'amplificatore ottico in fibra di vetro. Tutte e tre le composizioni analizzate sono basate su una composizione precedentemente sviluppata nel Laboratorio Vetri per Fotonica del DISAT. La composizione originale prevede una struttura amorfa composta dall'ossido di fosforo come formatore di reticolo vetroso e vari altri ossidi, riportati successivamente, come modificatori. L'unica terra rara presente nella composizione originale è il gadolinio, il quale però non presenta proprietà ottiche. La concentrazione di gadolinio nel vetro originale è stata identificata come la concentrazione massima di terre rare solubili in questa particolare composizione.

Ai fini di ottenere un sistema otticamente attivo all'interno del materiale è stato deciso in fase di progettazione di sfruttare le proprietà di interazione con la luce di un sistema basato su ioni Er^{3+} e ioni Yb^{3+} . Le proprietà ottiche ed energetiche di questo sistema sono state precedentemente analizzate nel Capitolo 2, insieme con i principali motivi per la scelta di queste due terre rare. Per studiare le proprietà di questo sistema all'interno del sistema vetroso di host selezionato sono state ipotizzate tre diverse composizioni. Le composizioni identificate sono basate su un'attenta analisi delle caratteristiche degli amplificatori e laser a base di vetro fosfato co-drogati con ioni erbio e itterbio presenti in letteratura e riassunti nel Paragrafo 2.6. In particolare, l'attenzione è stata posta sui valori di concentrazione di terre rare nel vetro e sul loro rapporto di concentrazione. Da tale analisi dello stato dell'arte si nota che la concentrazione degli ioni Yb^{3+} è sempre superiore rispetto alla concentrazione degli ioni Er^{3+} . Gli ioni di itterbio nel sistema considerato fungono infatti da accettori, assorbendo energia dai laser di

pompa e successivamente trasferendola agli ioni erbio per l'emissione stimolata. È dunque ipotizzabile che i migliori risultati di amplificazione ottica si siano registrati per concentrazioni maggiori di ioni accettori, permettendo un maggiore assorbimento di energia di pompa. Le concentrazioni di erbio variano dall'1% al 3% in peso del vetro e quelle di itterbio vanno dal 2% all' 8%, con due dispositivi che arrivano fino al 15% in peso. I valori di rapporto tra ioni erbio e ioni itterbio variano inoltre tra l'1:2 all' 1:8.

Le concentrazioni di ioni attivi studiate per i vetri prodotti sono riportate in Tabella 4.1 e sono state calcolate a partire dal rapporto di concentrazione delle terre rare. È stato scelto infatti di produrre tre campioni di vetro con un diverso rapporto di ioni di terre rare. I rapporti scelti tra ioni erbio e itterbio sono rispettivamente: 1:2, 1:4 e 1:6. La differenza in composizione dei tre vetri viene generata mantenendo costante la concentrazione di ioni erbio e aumentando la concentrazione di ioni itterbio. La somma delle concentrazioni di terre rare è limitata comunque dal limite di solubilità del vetro. Mantenendo dunque fissa la concentrazione di ioni erbio, all'aumentare della concentrazione di ioni itterbio corrisponde una conseguente diminuzione di ioni gadolinio. Le tre composizioni di vetro così progettate sono state rinominate riportando il rapporto tra terre rare presenti come: YE 2:1, YE 4:1 e YE 6:1.

Tabella 4.1: Riassunto dei componenti in peso di terre rare teorici per tipo di vetro.

	YE 2:1	YE 4:1	YE 6:1
Er_2O_3 [%w]	1.7	1.7	1.7
Yb_2O_3 [%w]	3.5	7.0	10.5
Gd_2O_3 [%w]	6.5	3.2	0

Per quanto riguarda la produzione effettiva dei provini di vetro, il primo passaggio è stato pesare e mescolare i reagenti utilizzati per la produzione del vetro. I reagenti in questione sono: P_2O_5 , K_2CO_3 , Al_2O_3 , La_2O_3 , B_2O_3 , $BaCO_3$, PbO , Gd_2O_3 , Er_2O_3 , Yb_2O_3 . È possibile distinguere tre classi di reagenti: l'ossido formatore della struttura vetrosa è l'ossido di fosforo. Gli elementi modificatori che seguono sono inseriti nella composizione del vetro per ottenere determinate proprietà termodinamiche, ottiche e meccaniche richieste. Gli ultimi tre ossidi citati sono i precursori degli ioni di terre rare.

I reagenti utilizzati sono tutti ossidi ad elevata purezza (99,9+ %) in forma di polvere. Come già indicato i vetri fosfati hanno un'elevata capacità igroscopica, ovvero tendenza ad inglobare acqua all'interno della propria struttura. La presenza di acqua, e dei gruppi idrossilici OH che ne derivano, portano a un deterioramento delle proprietà meccaniche e ottiche del vetro, in quanto possono fungere da centri di spegnimento, come meglio spiegato nel Paragrafo 2.5. Per evitare il più possibile il contatto delle polveri di reagente con l'umidità atmosferica, l'intero processo di pesata viene effettuato all'interno di una glovebox. All'interno della glovebox inoltre viene insufflata un'atmosfera a base di N_2 . La percentuale relativa di umidità nella glovebox durante la pesata è mantenuta intorno allo 0.1%, mentre nel laboratorio di fotonica nei giorni delle pesate l'umidità si aggirava intorno al 45%. Le polveri dei precursori vengono così pesate secondo le opportune quantità precedentemente calcolate e mescolate all'interno di tre diversi provini di allumina. Per spostare i crogioli dalla glovebox ai forni per il trattamento termico successivo sono stati sigillati utilizzando un film polimerico. Il peso complessivo delle polveri di reagente è di circa 80 g.

I crogioli di allumina carichi vengono dunque posizionati in un forno e portati alla temperatura di 1400°C per 1 ora per portare a fusione le polveri. Un flusso di azoto e ossigeno viene insufflato nel forno durante la fusione per eliminare ogni possibile contaminazione di acqua. A seguito della fusione delle polveri il crogiolo viene estratto dal forno e il vetro fuso viene colato su un piano metallico che ne permette un rapido raffreddamento. Il repentino raffreddamento da fuso porta a un fenomeno di shock termico e cricatura del vetro. Un'immagine dei tre vetri solidificati e frammentati è riportata in Figura 4.1.



Figura 4.1: Fotografia dei tre vetri criccati dopo la prima colata.

Il vetro contenuto nel crogiolo di prima fusione non è in quantità sufficiente per la realizzazione di un componente di preforma (barra o tubo). È pertanto necessario utilizzare il vetro proveniente da più crogioli per effettuare quindi una seconda fusione. Il vetro così rifuso è successivamente colato all'interno di uno stampo cilindrico di ottone per la produzione di barre di vetro. Lo stampo vuoto viene precedentemente riscaldato a 400°C per evitare shock termici durante la colata. Dopo la colata lo stampo viene inserito in un altro forno e mantenuto alla T_g per 5 ore. Questo processo è detto *annealing* e serve a rimuovere le tensioni interne al vetro ed evitare possibili fenomeni di cedimento durante il raffreddamento. In conclusione, il vetro è raffreddato in maniera lenta fino a raggiungere la temperatura ambiente. Le barre cilindriche così ottenute sono successivamente estratte dallo stampo e catalogate.

In Figura 4.2 è riportata una fotografia delle tre barrette di vetro messe a confronto con le dimensioni di una penna (a). Come si può notare le tre barre sono indistinguibili in base al colore, nonostante la composizione differente di terre rare all'interno. Questa particolarità si spiega dal fatto che l'unico ione che è responsabile della colorazione del vetro è lo ione Er^{3+} , il quale è in concentrazione identica nei tre campioni prodotti.

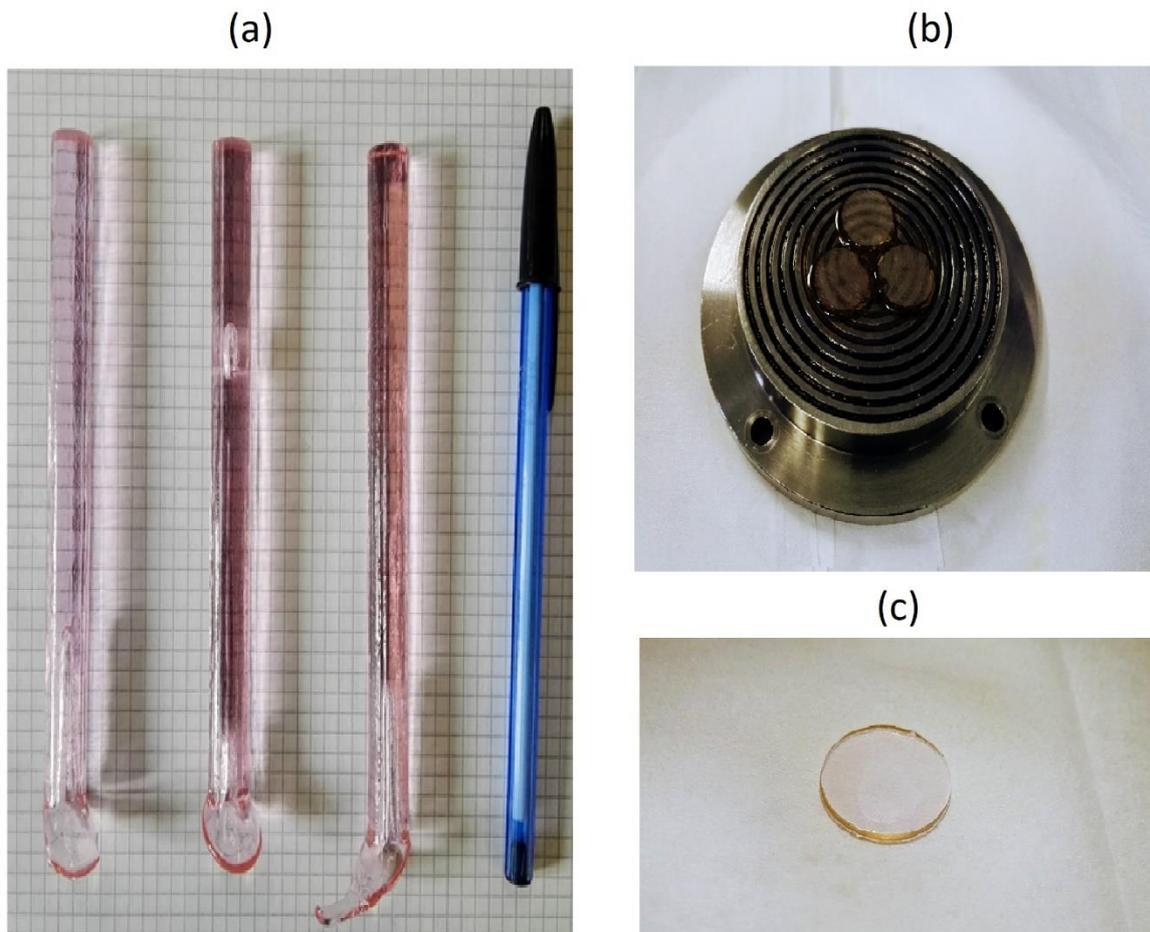


Figura 4.2: Fotografie raffiguranti: (a) le tre barre di diversa composizione di vetro, (b) i tre campioni cilindrici appoggiati sul supporto di lucidatura e bloccati tramite cera fusa e (c) un campione di vetro lucidato.

Le barre di vetro sono state successivamente tagliate tramite un'apposita sega circolare in dotazione al laboratorio di vetri per fotonica per ottenere dei campioni cilindrici di circa 2 mm di spessore ognuno a facce parallele. I provini così ottenuti sono stati successivamente sottoposti a processi di lucidatura, fino ad ottenere un set di provini di circa 1 mm di spessore, con superfici lucidate a qualità ottica. In Figura 4.2 (b) si può notare il sistema di bloccaggio dei tre campioni per le operazioni di lucidatura, mentre nella fotografia (c) è riportato un campione di vetro dopo la lucidatura di entrambe le facce a qualità ottica. I campioni lucidati con qualità ottica sono stati utilizzati per le analisi delle proprietà ottiche. Le analisi termiche invece utilizzano altri tipi di provino, che verranno citati a seconda dell'analisi trattata.

4.2 Densità

La prima misura effettuata sui campioni di vetro prodotti è la misura del valore di densità. La densità di un vetro drogato, oltre a dare informazioni sulle possibili proprietà meccaniche e termodinamiche del materiale, mi permette di calcolare anche la densità degli ioni di terre rare presenti al suo interno. Il valore di densità di ioni è necessario per calcolare i valori di cross section di assorbimento ed emissione delle terre rare in un determinato host. Inoltre, la densità di terre rare mi permette di valutare se la concentrazione di ioni è ottimale o posso incorrere in fenomeni di concentration quenching, come esposto nel Paragrafo 2.5.

Un metodo semplice ed efficace per determinare la densità di un provino vetroso si basa sul principio di Archimede: un corpo immerso parzialmente o completamente in un fluido riceve una spinta verticale dal basso verso l'alto, uguale per intensità al peso del volume del fluido spostato. Le analisi di densità sono state effettuate nei laboratori del dipartimento DISAT utilizzando una bilancia analitica e un beker con acqua distillata. Una rappresentazione schematica del metodo utilizzato per calcolare la densità di un campione sfruttando il principio di Archimede è proposta in Figura 4.3.

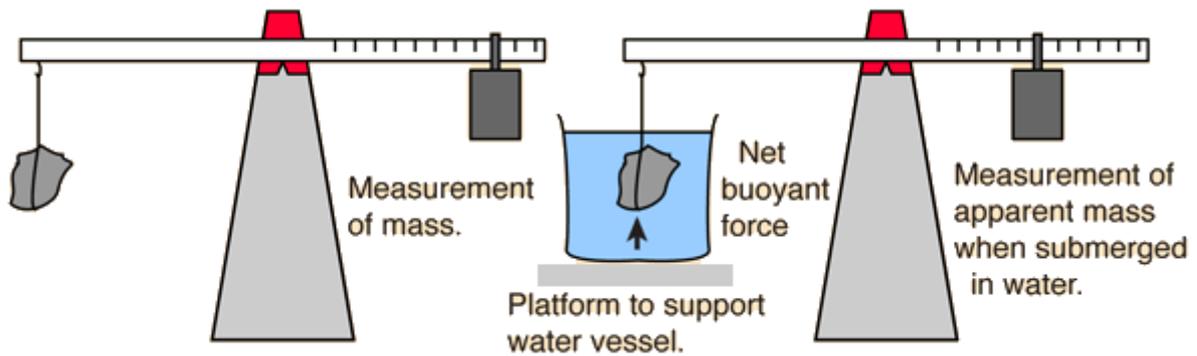


Figura 4.3: Immagine riassuntiva del metodo utilizzato per effettuare le misure di densità sfruttando il principio di Archimede [33].

I campioni di vetro utilizzati sono gli stessi utilizzati per le misure ottiche, di forma cilindrica con spessore di 1 mm e facce parallele. I campioni vengono inizialmente pesati in aria e successivamente pesati in un liquido di densità nota, nel caso preso in questione è stata usata acqua distillata. La differenza di peso misurata tra aria e acqua è pari al peso del volume di fluido spostato. Essendo nota la densità del fluido, è possibile calcolare il volume di fluido spostato come:

$$V = \rho_l * m \quad (4.1)$$

Quindi conoscendo il peso del provino in aria W e il peso del provino sospeso in acqua W_s è possibile calcolare la densità del vetro tramite la formula seguente:

$$\rho = \frac{W * \rho_l}{W - W_s} \quad (4.2)$$

La densità misurata dei tre provini è praticamente identica, come previsto data la composizione molto simile degli elementi costituenti i vetri, ed è pari a 3.40 g/cm^3 . Dal valore di densità finale del vetro e la concentrazione in peso di ossidi di terre rare utilizzati durante la formatura del vetro è possibile ricavare la **densità di concentrazione di ioni** di terre rare $N(\text{ioni/cm}^3)$ nel vetro come segue:

$$N = 2N_A * \rho * \frac{W}{M} \quad (4.3)$$

Dove W è la concentrazione in peso di ossido di terra rara espresso in $[g]$, M il suo relativo peso molecolare (in $[g/mol]$), N_A è il numero di Avogadro (pari a $6.023 * 10^{23} [\text{ioni/mol}]$) e ρ è la densità del vetro (in $[g/cm^3]$).

Tramite l'Equazione 4.3 è possibile ottenere i valori di densità di ioni di terre rare nei diversi provini, i quali sono riportati nella Tabella 4.2. I valori di densità di concentrazione di ioni nel

vetro seguono l'andamento delle percentuali di ossidi di terra rara utilizzati come formatori all'interno dei diversi vetri.

Tabella 4.2: Tabella riassuntiva dei valori di densità di ioni attivi nei tre vetri prodotti.

DENSITÀ IONI	YE 2:1	YE 4:1	YE 6:1
Er^{3+} [$* 10^{20}$ ioni/cm ³]	1.93	1.93	1.93
Yb^{3+} [$* 10^{20}$ ioni/cm ³]	3.86	7.69	11.5

In tabella non sono riportate le densità di concentrazione di ioni di gadolinio in quanto non essendo attivo otticamente non è un parametro fondamentale nello studio del sistema di amplificazione ottica. La densità di concentrazione di ioni Er^{3+} è costante in tutti e tre i campioni, come previsto. La densità di concentrazione di ioni Yb^{3+} invece segue un andamento simile alla concentrazione in peso di ossidi di itterbio utilizzato in fase di produzione del vetro, mantenendo i rapporti di concentrazione di 1:2, 1:4 e 1:6 rispetto alla densità di ioni Er^{3+} come richiesto in fase di progettazione dei vetri.

È inoltre interessante far notare come il valore di densità di concentrazione degli ioni Er^{3+} sia inferiore al limite di concentrazione teorico di attivazione del concentration quenching, identificato nel Paragrafo 2.5. L'inizio del fenomeno di concentration quenching infatti è previsto per concentrazioni di ioni erbio che variano da 2 a 4 $* 10^{20}$ ioni/cm³.

4.3 Calorimetria differenziale a scansione (DSC)

La calorimetria differenziale a scansione (DSC, dall'inglese *differential scanning calorimetry*), è una delle principali tecniche di analisi termica, insieme con l'analisi termica differenziale (DTA), utilizzabile per caratterizzare termicamente un materiale. Il principio alla base di questa tecnica consiste nel ricavare informazioni sul materiale riscaldandolo in maniera controllata e allo stesso momento misurare le differenze di flusso termico che avvengono tra il campione in esame e un campione di riferimento. Durante la misura entrambi i campioni sono vincolati a una temperatura variabile nel tempo e definita da una rampa di riscaldamento prestabilita. Le variazioni di temperatura tra provino e riferimento misurate dallo strumento corrispondono a fenomeni termodinamici che insorgono nel campione. Una analisi del grafico generato dalle variazioni di flusso termico prodotto dallo strumento di misura permette di ottenere varie informazioni sulle caratteristiche termiche del materiale in esame.

I passaggi fondamentali di una misura termica tramite DSC vengono riportati come segue. Inizialmente il porta-campioni viene fatto scendere dalla fornace e i due crogioli di platino vengono posti nelle apposite posizioni di campione e riferimento. Vengono utilizzati crogioli di platino in quanto capaci di resistere alle elevate temperature di misura senza incorrere in reazioni chimiche con il vetro. Il crogiolo del campione viene riempito con circa 30 mg di vetro in frammenti. Il crogiolo di riferimento invece viene lasciato vuoto. I crogioli vengono quindi introdotti all'interno della fornace la quale viene successivamente chiusa ermeticamente, ai fini di isolare la prova dall'ambiente esterno. Tramite un apposito programma al computer vengono inseriti tutti i parametri relativi al provino e alla prova da eseguire. Viene successivamente stabilita la rampa di temperatura da effettuare durante la prova e la temperatura massima di misura. Dopo aver inserito tutti i dati è possibile far partire la prova. Una volta iniziata la misura

nella fornace viene creata un'atmosfera di gas inerte (tipicamente azoto o argon) per evitare fenomeni di reazione del campione con l'aria. Una rappresentazione schematica dei principali elementi costituenti un sistema per analisi DSC è rappresentata in Figura 4.4.

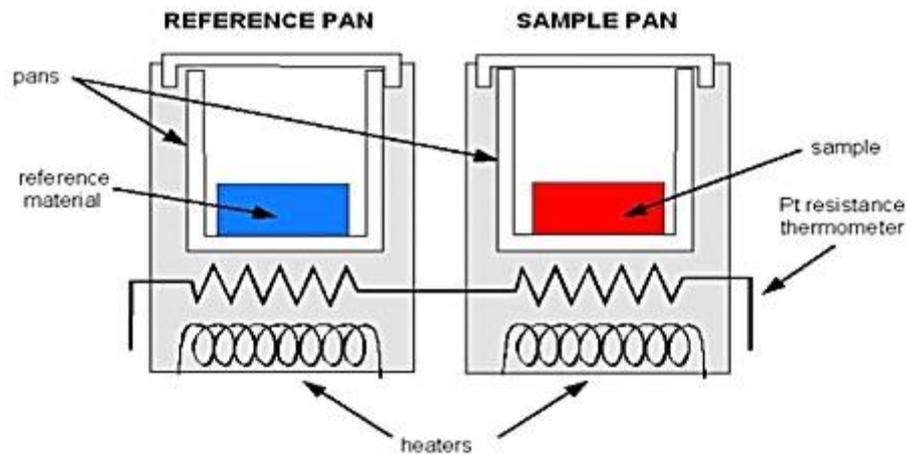


Figura 4.4: Rappresentazione schematica degli elementi costituenti un sistema per analisi DSC [34].

Durante la misura il calore fornito dalla fornace riscalda in egual modo sia il campione di prova sia il campione di riferimento. Ogni variazione di temperatura che viene registrata tra i due campioni è dovuta al verificarsi di fenomeni termodinamici che insorgono nel materiale da analizzare. In particolare, una reazione *esotermica* libera energia, innalzando in tal modo la temperatura del provino; una reazione *endotermica* invece avverrà in maniera opposta acquistando energia, diminuendo la temperatura del provino. Le variazioni di temperatura sono registrate da un sistema di termocoppie che raccoglie i dati relativi alle temperature di campione e riferimento e invia i dati al programma di controllo. Lo stesso programma al computer durante lo svolgimento della prova raccoglie i dati delle termocoppie ed elabora un grafico per l'utente. Il grafico risultante da tale analisi mostra l'intensità dei flussi termici in funzione della temperatura a cui avvengono. Quando la fornace raggiunge la temperatura desiderata il riscaldamento si arresta e la fornace inizia a raffreddarsi. Raggiunta la temperatura ambiente è possibile aprire la fornace e rimuovere i crogioli. Una tipica curva derivante da una misura DSC di un materiale vetroso è riportata in Figura 4.5. L'analisi DSC effettuata su un campione di vetro serve per poter definirne tre delle sue temperature fondamentali: la temperatura di transizione vetrosa (T_g), la temperatura di cristallizzazione (T_x) e la temperatura di fusione (T_m). Tutte queste temperature sono state definite precedentemente nel Paragrafo 2.2 quando si è trattata la natura termodinamiche dei materiali vetrosi.

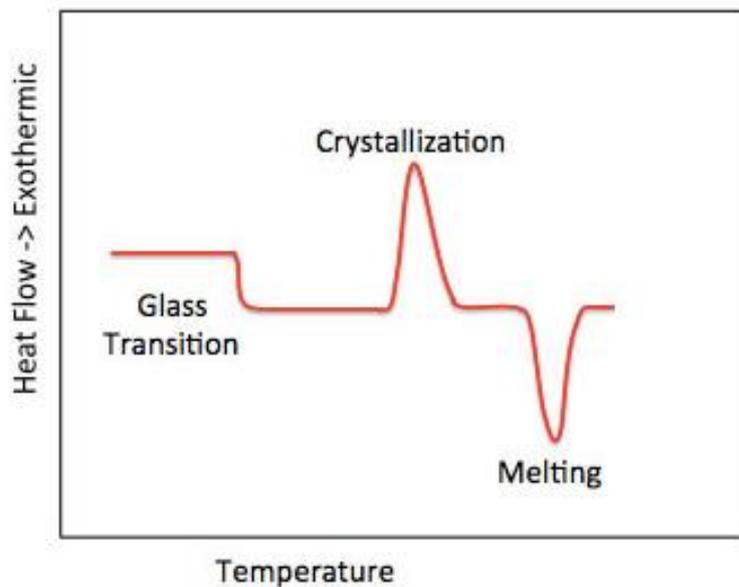


Figura 4.5: Rappresentazione teorica di una analisi DSC su un materiale vetroso (adattata da [35]).

Come si può osservare nel grafico teorico di Figura 4.5, per una misura con flusso di calore esotermico verso l'alto, il fenomeno di transizione vetrosa è definibile come una variazione a gradino, la cristallizzazione come una curva convessa verso l'alto mentre la fusione come una curva convessa verso il basso.

L'analisi termica sui campioni di vetro prodotto è stata effettuata grazie a uno strumento DSC presente nei laboratori del dipartimento DISAT. La misura è stata effettuata su un campione di vetro di composizione YE 4:1 del peso di 24 mg. Le misure termodinamiche sono state effettuate solo sul provino di composizione YE 4:1, ipotizzando che i risultati siano simili anche per le altre due composizioni. La composizione chimica dei tre vetri in analisi è infatti molto simile: sostanzialmente varia soltanto la concentrazione di ioni di itterbio, che sostituiscono gli ioni di gadolinio. Entrambi gli ioni di terre rare hanno comunque proprietà fisiche simili e in generale un diverso tipo di terra rara nella struttura del vetro non ne influenza in maniera notevole le proprietà termodinamiche.

La rampa di temperatura utilizzata prevede un riscaldamento da 20°C a 1300°C con un gradino di temperatura di 5°C/min. L'atmosfera protettiva utilizzata dallo strumento è a base argon. Il grafico ottenuto da questa analisi è riportato in Figura 4.6. Come si può notare dalla freccia posizionata in prossimità dell'asse delle ordinate il grafico è riportato considerando le reazioni esotermiche con curvatura verso l'alto.

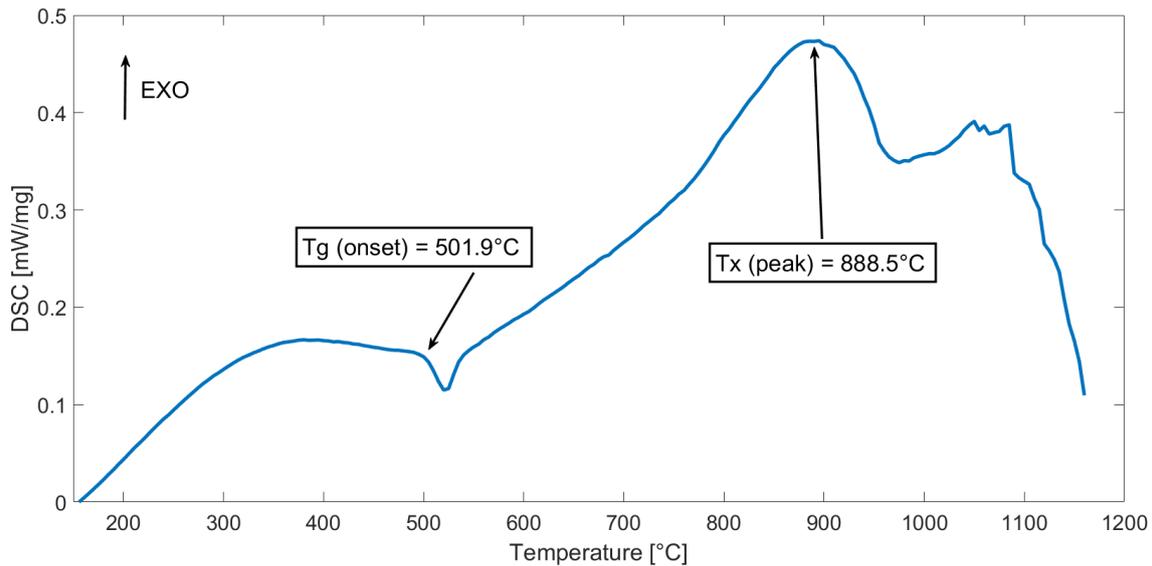


Figura 4.6: Grafico rappresentante i flussi di calore causati dalle reazioni che avvengono nel provino di vetro.

Come precedentemente osservato nel grafico termico teorico le tre principali temperature ricavabili da tale misura sono la T_g , T_x e la T_m .

Partendo dalla **temperatura di transizione vetrosa**, è possibile definire la transizione vetrosa come una transizione di fase del secondo ordine. Non è una propria transizione termodinamica, ma è una transizione cinetica. Per trovare il valore di temperatura alla quale avviene questa trasformazione è necessario dunque considerare un punto del grafico in cui varia la pendenza della curva senza presentare un punto di massimo o minimo. La transizione vetrosa corrisponde dunque a un punto di flesso della curva. La T_g del provino calcolata nel punto di onset è pari a 501.9°C . La temperatura così ottenuta è definita temperatura di transizione vetrosa *calorimetrica*.

La **temperatura di cristallizzazione** invece corrisponde a una transizione di fase del primo ordine, associato dunque a un calore latente. Il processo di cristallizzazione è esotermico: la riorganizzazione della struttura amorfa vetrosa metastabile in un reticolo cristallino avviene liberando energia. La temperatura di cristallizzazione deve quindi essere ricercata in un punto di massimo del grafico. Per quanto riguarda il vetro in esame la T_x è pari a 888.5°C .

Sfortunatamente dal grafico non è possibile riconoscere con precisione una **temperatura di fusione** T_m , poiché la prova presenta un notevole rumore di segnale superata la temperatura di cristallizzazione. È possibile tuttavia ipotizzare una temperatura di fusione intorno ai 1200°C , prendendo a riferimento le analisi effettuate in passato su vetri fosfati di composizione molto simile.

L'intervallo di temperatura tra la temperatura di cristallizzazione e la temperatura di transizione vetrosa $\Delta T = (T_x - T_g)$ è definito come **parametro di stabilità** del vetro, e ne definisce la stabilità durante la lavorazione. Il parametro di stabilità del vetro è un valore particolarmente importante per quanto riguarda i vetri prodotti poiché saranno successivamente sottoposti a processi di filatura in fibra. Il processo di filatura infatti deve prendere luogo a temperature superiori rispetto alla T_g in quanto il vetro deve essere allo stato liquido ed essere capace di assumere la forma di fibra. Un intervallo ΔT di lavorazione ristretto comporta un intervallo di lavorazione ridotto poiché il materiale tende a cristallizzare prima o durante il processo di filatura, e dunque una fabbricazione più difficoltosa. Nel caso del vetro YE 4:1 analizzato

l'intervallo di lavorabilità è di quasi 390°C. Il valore di intervallo di stabilità del vetro ottenuto è particolarmente elevato per un vetro fosfato per applicazioni ottiche. Altri valori di ΔT trovati in letteratura sono 200°C [36] e di circa 120°C [37], entrambi valori notevolmente inferiori rispetto al valore ottenuto per i vetri prodotti.

4.4 Dilatometria riscaldante

La seconda prova termica effettuata sul vetro è un'analisi di dilatomia riscaldante. I risultati di questa prova permettono di ottenere i valori di coefficiente di dilatazione termica, temperatura di transizione vetrosa dilatometrica e di temperatura di softening. Tali valori sono ricavati dall'analisi delle variazioni dimensionali che avvengono nel provino di materiale da analizzare quando sottoposto a una rampa di riscaldamento.

Il meccanismo di funzionamento della misura viene di seguito riportato. Inizialmente un campione di forma cilindrica con facce parallele viene posizionato orizzontalmente all'interno di un porta-campioni cilindrico di allumina. Viene successivamente creato un intimo contatto tra la faccia del campione e una bacchetta, anch'essa in allumina, che servirà durante la prova per valutare le variazioni di volume del provino. Dopo aver posizionato e bloccato il provino il cilindro porta-campioni può essere inserito nella fornace. Il sistema viene quindi chiuso e sigillato. Un'ulteriore controllo sulla pressione applicata inizialmente dalla bacchetta sul campione viene effettuato prima di poter far partire la misura. Una rappresentazione grafica di uno strumento per analisi di dilatomia riscaldante è riportata in Figura 4.7.

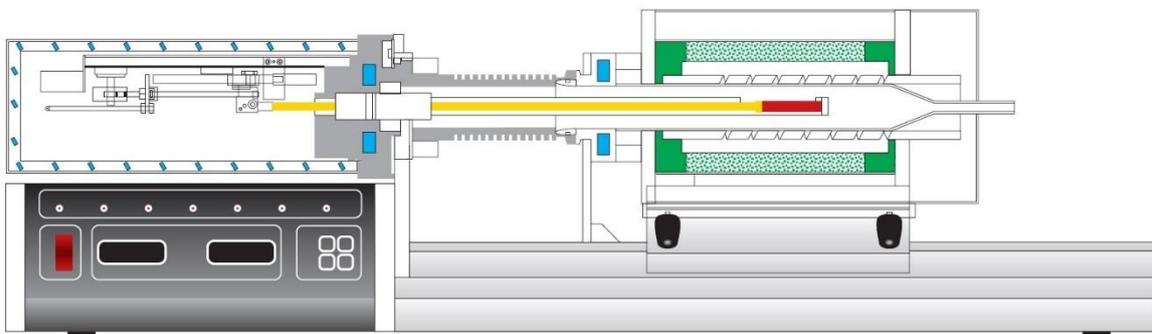


Figura 4.7: Rappresentazione grafica di un sistema per analisi di dilatazione termica. Si può osservare in rosso il campione cilindrico posto all'interno della fornace (in verde). In giallo è evidenziata la bacchetta che permette il trasferimento di segnale dal provino alla macchina [38].

Lo strumento effettua dunque una misura di dilatazione della dimensione del provino in funzione di una rampa di temperatura applicata alla fornace. La dilatazione del materiale viene calcolata tramite un sensore di pressione posto in fondo alla bacchetta che mantiene il contatto con il campione. Ogni variazione di volume del campione viene registrata dalla bacchetta come una variazione di pressione. La prova si conclude al raggiungimento della temperatura impostata dalla rampa di riscaldamento, oppure per un valore specificato di variazione dimensionale, spesso collegato a un fenomeno particolare ricercato nell'analisi del provino.

La misura di dilatazione termica dei vetri fabbricati è stata effettuata utilizzando un dilatometro riscaldante presente nel laboratorio del dipartimento DISAT. Il campione di vetro utilizzato è di composizione YE 4:1 avente una forma di cilindro a facce parallele e di spessore di 5.03 mm. La rampa di temperatura selezionata prevede un riscaldamento da 20°C a 1200°C con un

gradino di temperatura di 5°C/min. Come condizione alternativa per terminare la misura è stata indicata come massima deformazione lineare raggiungibile dal provino un valore di 0.13%. La temperatura per la quale si ottiene un valore di deformazione tale infatti è corrispondente alla temperatura di softening del vetro. Il grafico ottenuto da tale misura è riportato in Figura 4.8.

Le principali caratteristiche termodinamiche del vetro ricavabili da una prova di dilatometria riscaldante sono: il coefficiente di dilatazione termica lineare (α_L), la temperatura di transizione vetrosa, in questo caso detta *dilatometrica*, (T_g) e la temperatura di softening (T_s). Anche queste caratteristiche termodinamiche sono state definite precedentemente nel Paragrafo 2.2.

Partendo dal primo parametro, il **coefficiente di dilatazione termica lineare** (α_L) viene definito come il rapporto tra la variazione di lunghezza del materiale su grado di variazione di temperatura. La formula da cui è possibile ricavare il valore del coefficiente è la seguente:

$$\alpha_L = \frac{1}{L_0} * \frac{\Delta L}{\Delta T} \quad (4.4)$$

Tale coefficiente indica la tendenza alla deformazione di un materiale in funzione della temperatura del materiale stesso. Nel grafico riportato dall'analisi è possibile ottenere il coefficiente α_L come coefficiente angolare della curva di deformazione ottenuta, calcolato nel range di temperatura che va da 200°C a 400°C. Il valore ottenuto da tale misura è: $\alpha_L = 11.87 * 10^{-6} K^{-1}$.

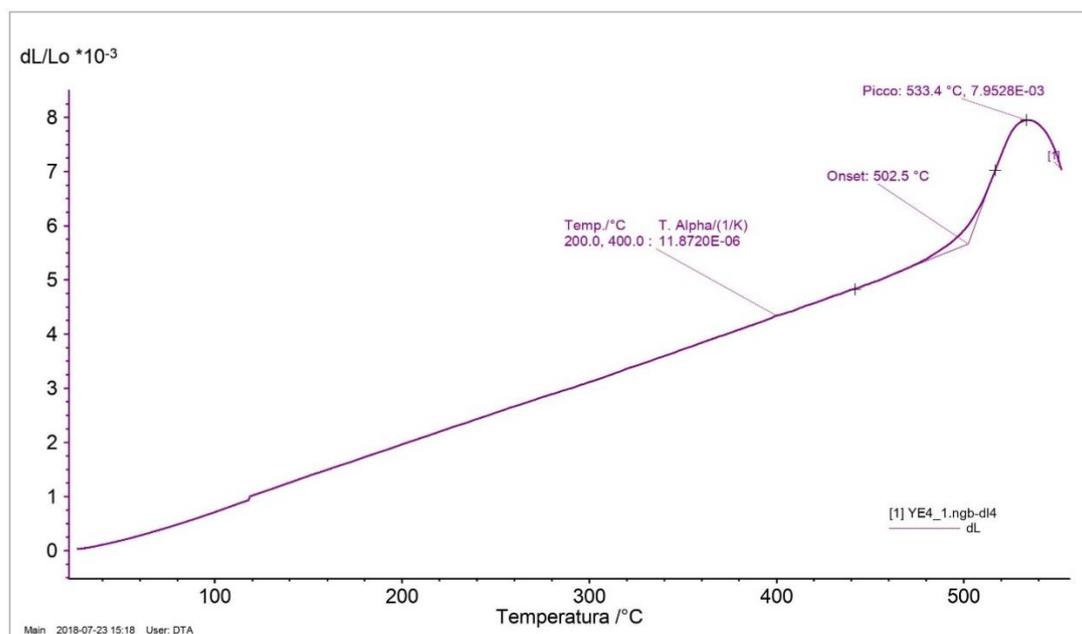


Figura 4.8: Grafico rappresentante la prova di dilatometria riscaldante su un provino di YE 4:1.

Il secondo parametro del vetro ricavabile da tale misura è la **temperatura di transizione vetrosa dilatometrica** (T_g). La temperatura di transizione vetrosa è già stata definita in precedenza e calcolata tramite analisi DSC. Essendo però la transizione vetrosa un fenomeno cinetico, la temperatura a cui avviene è influenzata anche dalla velocità di raffreddamento o riscaldamento e dalla dimensione dei campioni. Per questo motivo è sempre consigliato esplicitare la tecnica con cui tali misure sono state registrate. Anche in questo caso la temperatura di transizione vetrosa viene identificata come la temperatura per cui osservo una variazione nella pendenza della curva, data però da un aumento del volume libero all'interno

del materiale, quindi un allungamento lineare del provino cilindrico. Tramite analisi dilatometrica la T_g misurata è pari a 502.5, calcolata nel punto di onset.

L'ultimo parametro termodinamico ottenibile da una misura di dilatomatria è la **temperatura di softening** (T_s). La temperatura di softening è già stata definita nel Paragrafo 2.2 come la temperatura per la quale il vetro si deforma sotto il proprio stesso peso. In una prova di dilatomatria la temperatura di softening viene calcolata come temperatura per la quale ottengo il valore massimo di deformazione termica del provino. La misura del campione di vetro selezionato offre una chiara lettura del punto di softening a 533.4°C.

A conclusione delle sezioni riguardanti le analisi fisiche e termodinamiche dei vetri prodotti risulta conveniente riassumere in una tabella i principali dati ottenuti dalle misure effettuate, come riportato in Tabella 4.3.

Tabella 4.3: Tabella riassuntiva i principali parametri fisici e termodinamici dei vetri analizzati.

MISURA EFFETTUATA	VALORE MISURA
Densità (ρ)	3.4 g/cm ³
Temperatura di transizione vetrosa (T_g)	502 ± 3 °C
Temperatura di cristallizzazione (T_x)	888 ± 3 °C
Parametro di stabilità del vetro ($\Delta T = T_x - T_g$)	386 ± 6 °C
Temperatura di softening (T_s)	533 ± 3 °C
Coefficiente di espansione termica (α)	12 * 10 ⁻⁶ K ⁻¹

In riassunto, il valore di densità dei vetri prodotti è leggermente superiore rispetto ai vetri fosfati analizzati da letteratura, come riportato anche nella Tabella 2.12, dove è riportato un valore di 2.59 g/cm³. Il valore è comunque in sintonia con i valori di densità misurati per campioni di vetro con composizione simile precedentemente fabbricati.

L'intervallo di lavorazione del vetro è piuttosto ampio e superiore a vari esempi di vetri fosfati per applicazioni ottiche trovati in letteratura ([36], [37]). Questo aspetto presuppone una buona lavorabilità del vetro ed elevata processabilità anche durante la filatura, evitando di incorrere in problemi di cristallizzazione del vetro durante il processo.

Il coefficiente di dilatazione del vetro è simile ad altri valori misurati per i vetri fosfati. Il coefficiente di dilatazione dei vetri fosfati è però di circa un ordine di grandezza superiore rispetto a quello dei vetri silicati, comunemente usati per fabbricare le fibre ottiche. Questa differenza di dilatazione causata dalla temperatura deve essere considerata durante l'implementazione della fibra in vetro fosfato in un sistema comprendente fibre ottiche a base silice. Tale problema è particolarmente importante nel caso si operi una operazione di *splicing* ovvero di saldatura delle fibre di vetro tra una fibra di fosfato e una fibra di silice, come verrà riportato nel Paragrafo 5.3.

4.5 Indice di rifrazione

La prima misurazione di proprietà ottiche effettuata sui campioni di vetro prodotti è la misura dell'indice di rifrazione. La propagazione della luce in una fibra ottica può avvenire soltanto all'instaurarsi del fenomeno di total internal reflection, come spiegato nel Paragrafo 3.1. Per ottenere tale fenomeno nella fibra è necessario che gli indici di rifrazione di core e cladding siano appositamente scelti e definiti. I tre vetri drogati prodotti e analizzati in questo lavoro di ricerca fungeranno da core attivo della fibra ottica. I corrispettivi vetri di cladding, non drogati, invece dovranno essere progettati e prodotti basandosi principalmente sulle misure di indice di rifrazione e sulle proprietà termiche precedentemente analizzate.

L'indice di rifrazione di un materiale in forma massiva, o *bulk*, può essere misurato tramite la tecnica di accoppiamento prismatico. La misura viene effettuata ponendo a stretto contatto un materiale di bulk con indice di rifrazione n e un prisma con indice di rifrazione noto n_p . Il contatto deve essere perfetto, per questo motivo la superficie del provino deve essere lucidata con qualità ottica. Il provino è mantenuto in posizione durante la misura tramite un pistone ad aria compressa. Una rappresentazione grafica del sistema e del segnale prodotto durante la misura è riportata in Figura 4.9. Una volta posizionato il campione accostato alla faccia del prisma viene applicata una pressione da un pistone posizionato lateralmente per creare un contatto intimo tra campione e prisma. In caso di un contatto ottimale è possibile osservare un alone opaco sulla faccia del prisma nel punto di avvenuto contatto. Se la zona di contatto non è facilmente individuabile è consigliabile ripetere il posizionamento del campione o in caso di ripetuto contatto mancante, controllare la qualità della superficie del campione.

Il principio di funzionamento della misura sfrutta le proprietà di riflessione totale date dall'accoppiamento di due materiali trasparenti con indici di rifrazione differente. La luce del laser puntata nel punto di contatto tra materiale e prisma infatti è completamente riflessa alla base del prisma finché l'angolo di incidenza θ del fascio con la retta normale del prisma non diventa superiore al valore di angolo critico θ_c . Il sistema composto da prisma e campione esegue dunque una rotazione durante la misura e un detector posto in posizione opposta rispetto al fascio laser registra l'intensità di luce riflessa. Quando il sistema si posiziona in concomitanza del valore di angolo critico si osserva un crollo nel segnale raccolto dal detector. Per valori di θ superiori a quelli di θ_c infatti la luce incidente inizia a diffondere nel materiale del provino, portando a una diminuzione rapida della luce riflessa e dunque del segnale registrato dal detector. Il valore di angolo critico dipende dal materiale analizzato e la lunghezza d'onda di analisi.

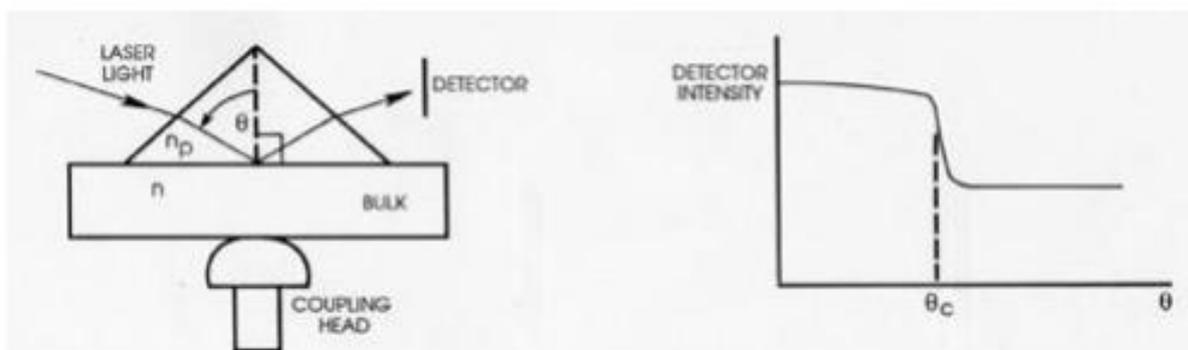


Figura 4.9: Principio di funzionamento della misura dell'indice di rifrazione tramite tecnica di accoppiamento prismatico ed esempio di segnale ottenuto da tale misura.

Una volta ottenuto il valore di angolo critico, l'indice di rifrazione del materiale analizzato può essere dunque calcolato tramite l'equazione seguente:

$$\Theta_c = \arcsin\left(\frac{n}{n_p}\right) \quad (4.5)$$

Essendo n_p noto poiché proprietà del prisma accoppiato e noto il valore di Θ_c poiché corrispondente al punto di crollo del segnale del detector, tramite l'Equazione 4.5 è possibile calcolare l'indice di rifrazione del materiale n . È inoltre necessario ricordare che l'indice di rifrazione di un materiale dipende dalla lunghezza d'onda del fascio di luce incidente, secondo l'Equazione 3.2. La correlazione tra lunghezza d'onda e indice di rifrazione è data dal fenomeno della *dispersione ottica* e può essere calcolata empiricamente tramite le equazioni di Cauchy o di Sellmeier.

In questo lavoro di ricerca la misura dell'indice di rifrazione dei vetri prodotti è stata effettuata tramite l'utilizzo dello strumento Metricon, in dotazione ai laboratori PhotonLab dell'Istituto Superiore Mario Boella. Lo strumento è equipaggiato con 5 laser emettenti a diverse lunghezze d'onda, rispettivamente: 633 nm , 825 nm , 1061 nm , 1312 nm e 1533 nm . È possibile effettuare in questo modo diverse misure di indice utilizzando una diversa frequenza di interazione. Per una maggiore precisione sul valore dell'indice di rifrazione sono state effettuate 5 diverse misure di indice per ognuna delle 5 lunghezze d'onda analizzate. Il valore medio delle 5 misure è stato considerato come valore attendibile di indice di rifrazione. La misura di indice è stata effettuata per tutti e tre i campioni di vetro, in quanto un diverso rapporto di concentrazione tra gli ioni di terre rare porta a una leggera differenza del valore di indice di rifrazione del materiale. I valori così ottenuti di indice in funzione della sorgente laser utilizzata sono successivamente utilizzati per la generazione di una funzione di dispersione in funzione della lunghezza d'onda tramite l'equazione di Cauchy, riportata di seguito:

$$n(\lambda) = B + \frac{C}{\lambda^2} + \frac{D}{\lambda^4} + \dots \quad (4.6)$$

In Figura 4.10 vengono riportati i risultati ottenuti dalla misura dell'indice di rifrazione dei tre vetri fabbricati. I valori di indice misurati direttamente tramite il Metricon sono rappresentati da punti, mentre le funzioni di dispersione ottenute tramite elaborazione delle misure effettuate attraverso l'equazione di Cauchy, terminata al terzo membro, sono rappresentate da linee continue.

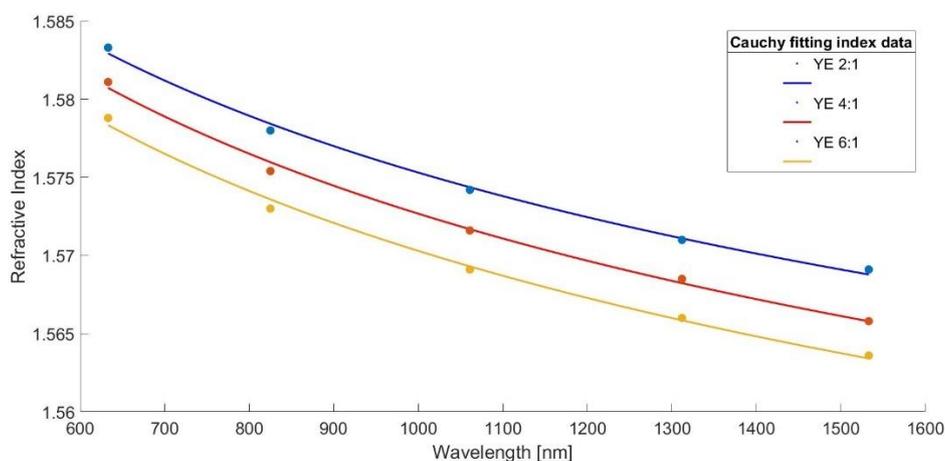


Figura 4.10: Grafico riportante i valori di indice di rifrazione in funzione della lunghezza d'onda per i tre provini di vetro.

I valori di indici di rifrazione per ogni campione si sono dimostrati decrescenti all'aumentare della lunghezza d'onda. Tramite lo studio dei valori ottenuti da questa misura è possibile progettare e produrre una serie di vetri di cladding appositamente studiati per ogni vetro di core prodotto. Le composizioni dei vetri di cladding dovranno infatti essere studiate per ottenere dei valori di indice capaci di generare un fenomeno di total internal reflection con il proprio core.

4.6 Cross section di assorbimento degli ioni Er^{3+}

Le misure relative alle proprietà di assorbimento di radiazione luminosa da parte degli ioni attivi vengono effettuate tramite il calcolo del valore di *assorbanza* dei campioni di vetro a diverse lunghezze d'onda. La proprietà di assorbanza può essere definita come indice della capacità di un materiale di assorbire la luce. In base alla lunghezza d'onda considerata è possibile ottenere informazioni diverse riguardo le proprietà del vetro. In questo lavoro di tesi in particolare sono state effettuate due principali misure spettroscopiche, una tramite un'analisi FTIR e una tramite un'analisi UV-Vis.

Dal valore di assorbanza del campione è possibile ottenere il valore di cross section di assorbimento di uno ione attivo a una determinata lunghezza d'onda. Come già analizzato nel Paragrafo 2.4 la cross section è una caratteristica fondamentale degli ioni attivi che dipende dal materiale di host in cui si trovano e può essere identificata come superficie d'impatto tra un fotone e lo ione considerato. In particolare, il valore di cross section di assorbimento può essere utilizzato per calcolare la probabilità che avvenga un fenomeno di assorbimento della luce. Nel caso riportato di vetro co-drogato con ioni erbio e itterbio sono state misurate entrambe le cross section di assorbimento degli ioni presenti. In configurazione normale infatti l'amplificatore è progettato per lavorare con un pompaggio degli ioni Yb^{3+} e successivo trasferimento di energia agli ioni Er^{3+} . In questo caso la lunghezza d'onda di pompa sarebbe circa pari a 980 nm e la cross section di assorbimento interessata è relativa agli ioni itterbio. Una seconda configurazione possibile presuppone invece un pompaggio direttamente degli ioni Er^{3+} . In questo caso la lunghezza d'onda di pompa sarebbe circa pari a 1550 nm e la cross section interessata è relativa agli ioni erbio. In questo paragrafo in particolare vengono riportati i calcoli e l'analisi della misura relativa alla cross section di assorbimento degli ioni di Er^{3+} .

La tecnica di misura utilizzata per effettuare la misura della cross section di assorbimento degli ioni Er^{3+} è detta FTIR, ovvero Spettroscopia Infrarossa a Trasformata di Fourier. La tecnica permette di ottenere una misura ad elevata risoluzione in un ampio spettro di lunghezze d'onda, comprendente in generale frequenze nell'infrarosso. Il nome del processo ha origine dal fatto che un calcolo matematico di trasformata di Fourier è necessario per convertire i dati grezzi ottenuti dalla macchina in uno spettro effettivo di misura. Una generica misura di assorbimento ottico prevede di ottenere un valore della quantità di luce viene assorbita dal campione per ogni frequenza di indagine. Il metodo più intuitivo di operare tale misura è quello di inviare al campione una serie di impulsi monocromatici e calcolare quanta luce viene assorbita per ogni impulso. Questo metodo di indagine è detto *spettroscopia dispersiva*. La spettroscopia FTIR invece, non investe il campione con una lunghezza d'onda alla volta, ma invia al materiale un fascio di luce contenente diverse frequenze e misura quanta luce viene assorbita dal campione. Successivamente un secondo fascio di luce, con frequenze diverse, procede nello stesso modo, dando un secondo pacchetto di informazioni. Il processo viene ripetuto diverse volte. A misura conclusa i dati vengono elaborati dal computer che restituisce uno spettro calcolando l'assorbimento del campione per ogni lunghezza d'onda.

In una analisi FTIR dunque la sorgente infrarossa emette una serie di fasci luminosi che interagiscono con il campione. Quando un fotone interagisce con una molecola o complesso di atomi può essere assorbito, portando il sistema a uno stato eccitato. La luce che invece passa senza essere assorbita dal materiale viene registrata da un detector posto dietro il campione. Una rappresentazione schematica del sistema di analisi di assorbimento spettroscopico è riportata in Figura 4.11.

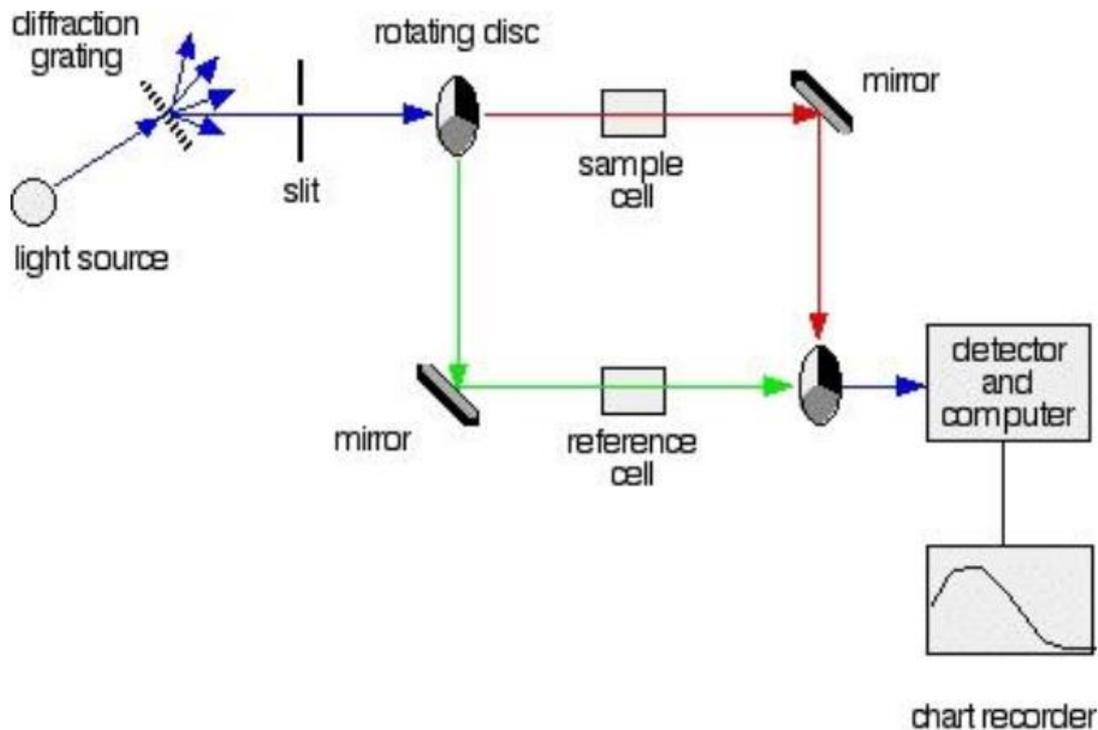


Figura 4.11: Rappresentazione schematica di un sistema per analisi di assorbimento spettroscopico [39].

L'eccitazione dei sistemi atomici o molecolari presenti in un materiale avviene solo a determinate lunghezze d'onda specifiche per ogni sistema. Conoscendo le lunghezze d'onda di eccitazione di un determinato sistema è possibile controllare la sua presenza ed importanza all'interno del materiale analizzato osservando i valori di intensità di segnale del corrispondente picco. Un generico spettro di analisi FTIR si presenta come un grafico avente in ascissa una scala di frequenze espresse come *numero d'onda*, ovvero il numero di oscillazioni di un'onda nell'unità di lunghezza (espresso in cm^{-1}) ed in ordinata il relativo valore di *trasmissione*. La trasmissione può essere definita come il rapporto tra la quantità di luce che attraversa il campione e viene raccolta dal detector (I) e la quantità di luce incidente sul campione (I_0). Se un campione è trasparente alla radiazione incidente il suo spettro di trasmissione si presenterà come una linea completamente piatta parallela all'asse delle ascisse corrispondente al valore di trasmissione massima. Se invece il materiale presenta dei fenomeni di assorbimento della radiazione incidente si possono osservare dei picchi di diminuzione della trasmissione del materiale, causati da vari fenomeni di eccitazione e transizioni tra livelli energetici degli elettroni. In questo caso lo spettro considerato sarà caratterizzato da una serie di picchi in negativo di ampiezza ed intensità variabile a diverse lunghezze d'onda in funzione dei fenomeni presenti nel materiale.

Il segnale di output dello spettrometro FTIR può essere successivamente elaborato per permettere il calcolo delle grandezze cercate. Per questo lavoro di tesi è interessante l'elaborazione di un grafico che rappresenti lo spettro di assorbimento dei tre campioni di vetro considerando i valori di cross section di assorbimento degli ioni Er^{3+} in funzione della lunghezza d'onda. Il primo passaggio dunque è trasformare i valori di numero d'onda in lunghezze d'onda, attraverso la formula seguente:

$$\lambda [nm] = \frac{10'000'000}{Wn [cm^{-1}]} \quad (4.7)$$

Per quanto riguarda il calcolo della cross section di assorbimento, a partire dallo spettro di trasmittanza prodotto dalla misura FTIR, si può operare come segue. Inizialmente il segnale di output dello spettrometro viene convertito in un segnale di assorbanza, definita come:

$$A = \text{Log}_{10} \left(\frac{1}{T} \right) = \text{Log}_{10} \left(\frac{I_0}{I} \right) \quad (4.8)$$

Dove T è il valore di trasmittanza calcolato come rapporto del valore di intensità di luce trasmessa I sull'intensità della luce incidente I_0 . L'assorbanza può essere anche espressa attraverso la legge di Lambert-Beer come una funzione lineare che tiene conto del percorso effettuato dal fascio di luce nell'attraversare il campione. L'equazione che ne deriva è riportata di seguito:

$$A = \epsilon * c * L \quad (4.9)$$

Dove ϵ è il coefficiente di assorbimento molare, c la concentrazione molare di specie che possono effettuare interazioni di assorbimento della luce e L la lunghezza del percorso che effettua la luce all'interno del materiale, ovvero lo spessore del campione.

Sostituendo l'Equazione 4.9 nell'Equazione 4.8 e modificando alcuni termini per evidenziare il valore di luce trasmessa è possibile ottenere la formula seguente:

$$I = I_0 * e^{(-k_\lambda * L)} \quad (4.10)$$

Dove k_λ è detto *coefficiente di attenuazione* ed è un parametro che dipende sia dal materiale che dalla lunghezza d'onda considerata, espresso in cm^{-1} . Dalla precedente equazione si può ricavare la formula per calcolare il valore del coefficiente di attenuazione:

$$k_\lambda = \frac{1}{L} * \ln \left(\frac{I_0}{I} \right) \quad (4.11)$$

La relazione tra assorbanza A e coefficiente di attenuazione k_λ è dunque data dall'equazione seguente:

$$A(\lambda) = \frac{k_\lambda * L}{2.303} \quad (4.12)$$

Dove il fattore 2.303 proviene dalla risoluzione delle precedenti equazioni e deriva dal calcolo di $\ln 10$. A questo punto è possibile definire la cross section di assorbimento di uno ione attivo in un materiale secondo la formula:

$$\sigma_a(\lambda) = \frac{k_\lambda}{N} = \frac{2.303 * A(\lambda)}{N * L} \quad (4.13)$$

Dove N è la concentrazione di ioni calcolati per cm^3 calcolata nel Paragrafo 5.1 e L lo spessore del campione misurato con un calibro in cm . La cross section di assorbimento viene calcolata dunque in cm^2 .

La misura dello spettro di assorbimento dei campioni di vetro prodotto è stata effettuata nei laboratori del Politecnico di Torino tramite uno spettrometro FTIR. In Figura 4.12 è riportato il grafico ottenuto dal calcolo della cross section di assorbimento degli ioni Er^{3+} a partire dai dati ottenuti tramite misura FTIR. Il picco di assorbimento considerato è centrato a una lunghezza d'onda pari a 1534 nm . Il fenomeno di assorbimento ottico degli ioni Er^{3+} considera infatti la transizione di stati energetici ${}^4I_{15/2} \rightarrow {}^4I_{13/2}$ che avviene per un'energia corrispondente a un fotone di lunghezza d'onda pari proprio a 1534 nm .

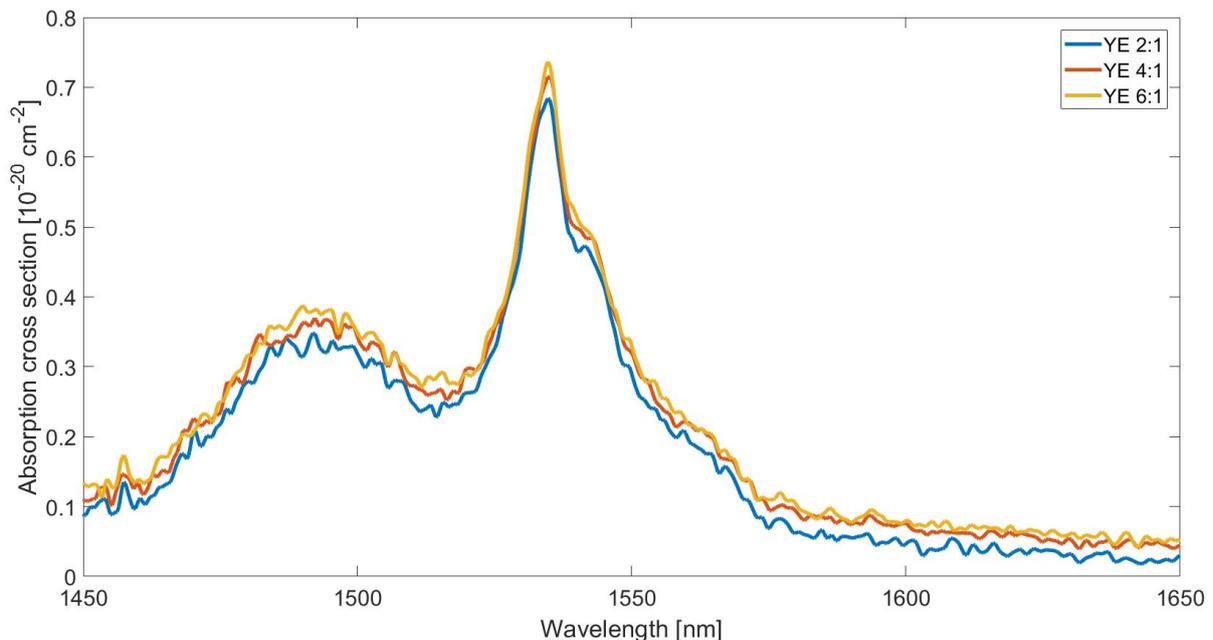


Figura 4.12: Grafico della cross section di assorbimento degli ioni Er^{3+} presenti all'interno dei tre campioni. I valori non sono stati normalizzati.

Si può osservare che sia la forma del picco sia il valore di cross section di assorbimento sono molto simili per quanto riguarda tutti e tre i provini preparati. Una similitudine così marcata delle proprietà di assorbimento degli ioni Er^{3+} è riconducibile al fatto che i tre provini contengono concentrazioni identiche di ioni erbio.

4.7 Cross section di assorbimento degli ioni Yb^{3+}

La misura della cross section di assorbimento degli ioni Yb^{3+} riprende fondamentalmente la teoria già analizzata nel capitolo precedente. La principale differenza rispetto alla misura dell'assorbimento degli ioni Er^{3+} risiede nella lunghezza d'onda utilizzata per analizzare il campione. Nel caso degli ioni Yb^{3+} infatti l'assorbimento della luce avviene attraverso la transizione degli elettroni negli stati eccitati $F_{7/2} \rightarrow F_{5/2}$. Tale transizione, come già spiegato nel Paragrafo 2.4, avviene assorbendo un fotone a lunghezza d'onda di circa 976 nm . Per questo motivo ai fini della misurazione della cross section di assorbimento dell'itterbio è necessario l'utilizzo di un altro strumento di indagine. In questo lavoro di tesi è stato utilizzato uno spettrometro UV-Vis a disposizione del Politecnico di Torino.

La misura dello spettro di assorbimento è stata divisa in due parti. Come prima misura è stata effettuata una scansione ampia e poco precisa dell'intero spettro raggiungibile dallo strumento.

In questo modo il campione è stato analizzato nel range di lunghezze d'onda da 200 nm a 1200 nm , ovvero l'intervallo massimo di scansione offerto dallo strumento. Tramite questa scansione è possibile osservare tutti i picchi di assorbimento del campione di vetro considerato nel massimo range di misura. Successivamente viene effettuata una scansione a maggiore risoluzione limitata all'intervallo di lunghezze d'onda compreso fra 850 e 1100 nm . Lo scopo della seconda misura è quello di ottenere uno spettro dettagliato nell'intorno del picco di assorbimento degli ioni Yb^{3+} , posizionato come già accennato a 976 nm . Il calcolo della cross section di assorbimento a partire dallo spettro di segnale ottenuto tramite la misura viene effettuato nello stesso modo del calcolo effettuato per gli ioni Er^{3+} .

In Figura 4.12 è riportato il grafico ottenuto dal calcolo della cross section di assorbimento degli ioni Yb^{3+} a partire dai dati ottenuti tramite misura UV-Vis.

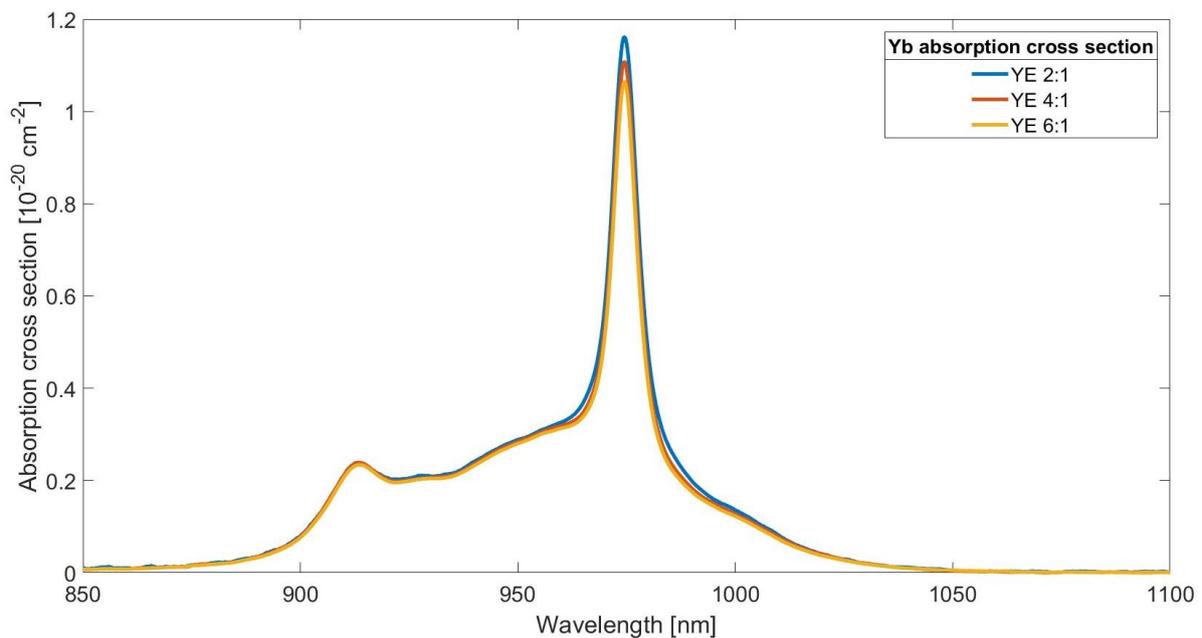


Figura 4.13: Grafico della cross section di assorbimento degli ioni Yb^{3+} presenti all'interno dei tre campioni. I valori non sono stati normati-

È importante ricordare che il picco di assorbimento dei campioni a 976 nm comprende sia il picco di assorbimento degli ioni Yb^{3+} , relativo alla transizione $F_{7/2} \rightarrow F_{5/2}$, che il picco di assorbimento degli ioni Er^{3+} , relativo alla transizione ${}^4I_{15/2} \rightarrow {}^4I_{11/2}$. Entrambi gli spettri di assorbimento si sovrappongono per la stessa lunghezza d'onda, quindi è impossibile discriminarli soltanto tramite questa misura spettroscopica. Da letteratura è possibile però osservare che i valori di cross section di assorbimento degli ioni Er^{3+} a 976 nm sono di circa un ordine di grandezza inferiori rispetto ai valori di cross section per la stessa lunghezza d'onda degli ioni Yb^{3+} ([5], [39]). Ai fini del calcolo della cross section di assorbimento degli ioni itterbio il valore di cross section degli ioni erbio è stato considerato dunque ininfluente.

Come è possibile notare la forma e intensità del picco sono molto simili per quanto riguarda i tre campioni analizzati. I valori di picco di cross section di assorbimento dei tre vetri sembrano comunque lievemente decrescere all'aumentare della concentrazione di ioni itterbio presenti nel vetro. Questo fenomeno può essere spiegato dall'instaurarsi di fenomeni di concentration quenching causati da una maggiore quantità di ioni Yb^{3+} .

4.8 Concentrazione di acqua nella struttura del vetro

La concentrazione di acqua contenuta in un vetro fosfato è un parametro di fondamentale importanza per valutarne le capacità di amplificazione ottica. I gruppi ossidrilici OH generati all'interno della struttura vetrosa infatti si comportano da centri di quenching, diminuendo la popolazione di elettroni eccitati utilizzabili per l'amplificazione ottica. Tale fenomeno è stato analizzato in maniera più dettagliata nel Paragrafo 2.5.

Per calcolare la concentrazione di acqua assorbita dai tre vetri prodotti viene analizzato lo spettro di assorbimento ottenuto tramite la misura FTIR. È possibile infatti valutare la densità di concentrazione dei gruppi OH all'interno di ogni provino misurando l'intensità di attenuazione del segnale per un valore di numero d'onda pari a 3000 cm^{-1} . La banda di vibrazione dei gruppi OH si trova infatti in questo intervallo di numero d'onda. L'intensità di attenuazione del segnale luminoso incidente a tale numero d'onda sarà dunque proporzionale alla densità di concentrazione di gruppi OH nel vetro.

In Figura 4.14 è riportato lo spettro di assorbimento ottenuto dalla misura FTIR, prendendo in considerazione solo l'intervallo di risultati di interesse per tale misura. Il valore di attenuazione a 3000 cm^{-1} è piuttosto simile per i due provini maggiormente drogati. Il provino di vetro YE 2:1 tuttavia mostra un segnale di attenuazione maggiore, indice di una maggiore densità di gruppi OH e quindi di una maggiore quantità di acqua presente nel vetro. La spiegazione di una maggiore quantità di acqua residua in questo vetro non è immediata, in quanto la procedura di produzione e colata del vetro è stata ripetuta esattamente in maniera identica per tutti e tre i campioni di vetro. Una concentrazione superiore di gruppi OH all'interno del vetro YE 2:1 può portare ad avere valori di tempo di vita dei livelli eccitati inferiori.

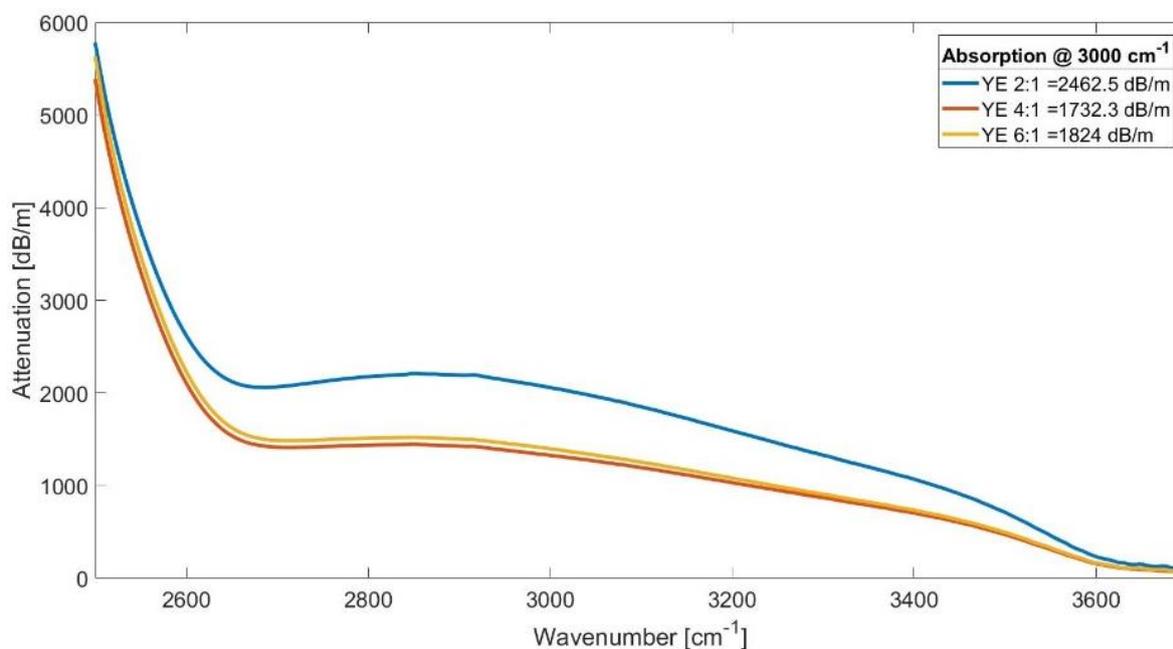


Figura 4.14: Spettro di assorbimento dei campioni nell'intervallo di assorbimento dell'acqua (3000 cm^{-1}).

4.9 Spettro di emissione degli ioni Er^{3+}

L'obiettivo principale del progetto CALIBER è quello di sviluppare una sorgente di luce compatta nell'intervallo di lunghezze d'onda dell'eye-safe. A tale scopo è stato proposto un amplificatore di segnale ottico capace di emettere a una lunghezza d'onda di circa 1550 nm tramite l'utilizzo di ioni Er^{3+} come emettitori. È dunque necessario controllare se le specifiche ottiche di emissione sono rispettate nei vetri prodotti e se ci sono differenze tra le tre composizioni. Tramite l'analisi dello spettro di emissione dei campioni è possibile valutare l'intensità e la forma del picco di emissione e valutarne l'effettiva lunghezza d'onda.

Per valutare le proprietà di emissione dei vetri è stato utilizzato un setup di un banco ottico precedentemente allestito appositamente per la misura di tali grandezze nei laboratori Photonext siti all'interno dell'Istituto Superiore Mario Boella [40]. In Figura 4.15 è riportato uno schema riassuntivo del sistema utilizzato. Il campione (*glass sample*) è eccitato tramite una sorgente laser che lavora in regime continuo (*excitation source*) a una lunghezza definita in base alle caratteristiche di assorbimento del vetro. La luce incidente viene indirizzata sul bordo del campione per evitare fenomeni di riassorbimento della luce emessa da parte del campione stesso. Il segnale luminoso emesso dal campione viene dunque raccolto da una serie di lenti e incanalato all'ingresso di uno spettrometro. Un sistema di eliminazione del rumore composto da un *chopper* e un *lock-in amplifier* sincronizzati a una determinata frequenza permette di eliminare i segnali nell'intorno di una determinata lunghezza d'onda. Il segnale luminoso emesso dal campione è dunque misurato da un detector collegato successivamente al pc. Il segnale così ottenuto può essere risolto in un grafico in funzione della frequenza della luce emessa.

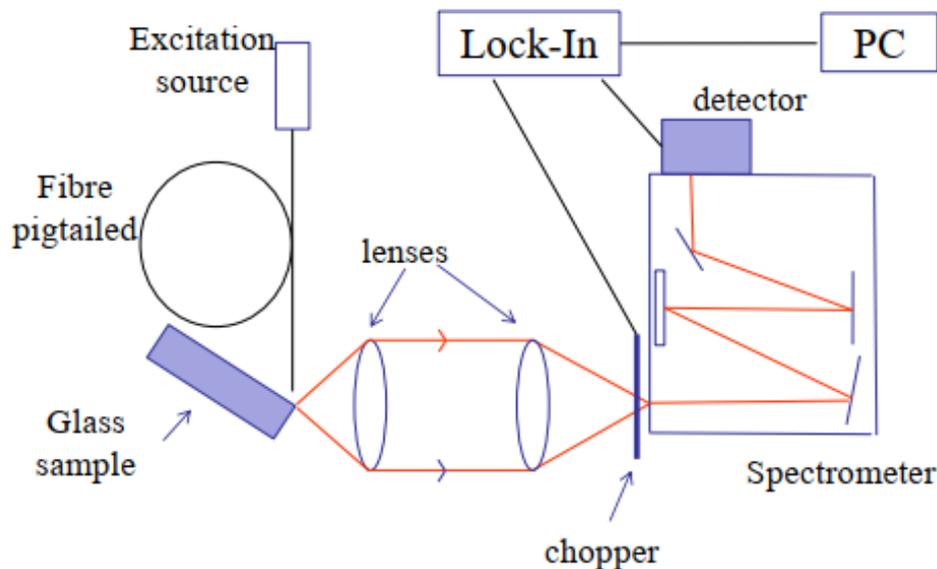


Figura 4.15: Rappresentazione schematica del sistema utilizzato per misurare la spettroscopia di emissione di ioni di terre rare [41].

L'analisi dello spettro di emissione dei vetri prodotti è stata effettuata seguendo le seguenti specifiche di sistema. La sorgente di eccitazione utilizzata è un laser a singolo modo operante a 976 nm . La lunghezza d'onda è stata scelta per sfruttare il picco di assorbimento degli ioni Yb^{3+} . La frequenza del chopper è stata fissata a 1 kHz . Il sistema effettivamente utilizzato è

rappresentato in Figura 4.16. Nell'immagine di destra è riportato il particolare del sistema di eccitazione del provino. È possibile infatti notare in basso la fibra collegata alla sorgente di eccitazione, in centro il campione di vetro fosfato drogato, riconoscibile dal colore rosato, bloccato in posizione e a sinistra il sistema di lenti che permette la raccolta del segnale luminoso emesso dal campione. Durante la misura è stato possibile osservare a occhio nudo, protetti da specifici occhiali, l'emissione di luce verde. L'emissione nel verde da parte degli ioni Er^{3+} è un fenomeno già esposto nel Paragrafo 2.4.

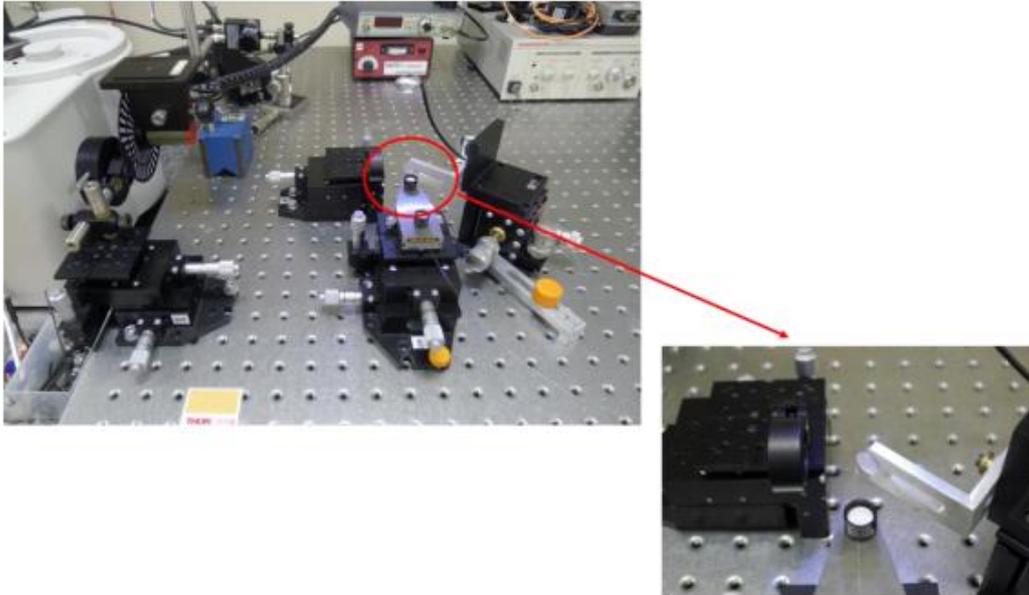


Figura 4.16: Fotografia del setup sperimentale utilizzato per la misura di spettroscopia di terre rare da campioni di vetro.

In Figura 4.17 sono riportati due grafici ottenuti dall'analisi dello spettro di emissione dei campioni. Le misure sono state effettuate nell'intervallo compreso tra 1450 nm e 1680 nm .

In particolare, nel grafico (a) sono riportati i valori di intensità di emissione come ottenuti dallo strumento. Come previsto l'intensità di emissione aumenta all'aumentare della concentrazione di ioni Yb^{3+} . Una maggiore densità di ioni Yb^{3+} , ovvero di ioni accettori, permette infatti un maggiore assorbimento dei fotoni incidenti, quindi una maggiore energia ceduta agli ioni Er^{3+} e disponibile per l'emissione a 1534 nm . Non si osservano a tal proposito diminuzioni di intensità all'aumentare della concentrazione di ioni droganti, causate ad esempio da fenomeni di concentration quenching.

Nel grafico (b) invece è riportato lo spettro di emissione dei tre campioni normalizzato. Questa seconda figura ci permette di valutare la forma dello spettro dei tre campioni. Come è possibile notare la forma dello spettro è identica, quindi non viene influenzata dalla concentrazione di ioni Yb^{3+} presenti nel materiale.

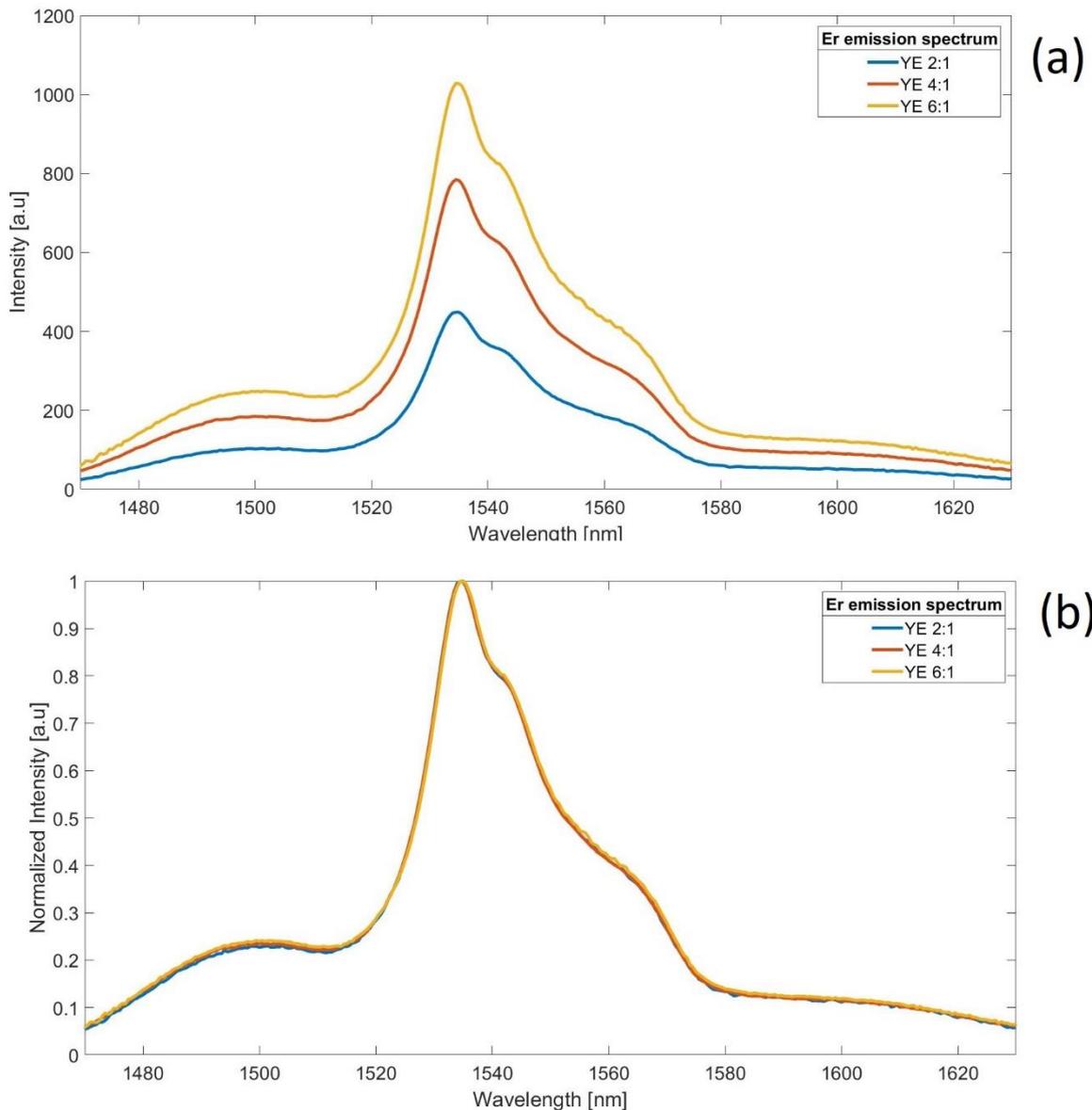


Figura 4.17: Grafici rappresentanti lo spettro di emissione dei tre campioni di vetro prodotti. (a) picchi di emissione diversi, (b) intensità di emissione normalizzata.

4.10 Tempo di vita degli stati eccitati degli ioni Er^{3+}

Ai fini della produzione di un amplificatore ottico, un parametro fondamentale del materiale risulta essere il tempo di vita degli stati eccitati relativi alla transizione radiativa, anche detto *lifetime*. Il lifetime può essere definito come il tempo medio che impiega un elettrone appartenente a uno stato energetico eccitato a tornare a uno stato energetico inferiore emettendo fotoni. In generale il valore di tempo di vita serve per dare un'indicazione accurata della velocità di decadimento radiativo relativo a una particolare transizione. In un vetro co-drogato Yb^{3+} e Er^{3+} il tempo di vita considerato fondamentale per il processo di amplificazione ottica è quello relativo al livello $^4I_{13/2}$ appartenente agli ioni Er^{3+} . Infatti, maggiore è il valore di tempo di vita maggiore è l'inversione di popolazione tra i livelli energetici di tale ione. Una maggiore inversione di popolazione dei livelli dello ione emettitore permette di avere un numero maggiore di elettroni che possono generare un'emissione stimolata. Un tempo di vita maggiore

porta dunque ad ottenere fenomeni di amplificazione ottica superiori. Il parametro di lifetime, come i valori di cross section di assorbimento, è largamente influenzato dal materiale di host che ospita gli ioni attivi. Per questa ragione sono state effettuate prove di lifetime su tutti e tre i campioni prodotti.

Per calcolare il lifetime è stata utilizzata una parte del setup precedentemente descritto per la misura dello spettro di emissione dei campioni. In Figura 4.18 è riportata una rappresentazione schematica del setup utilizzato per la misura del lifetime.

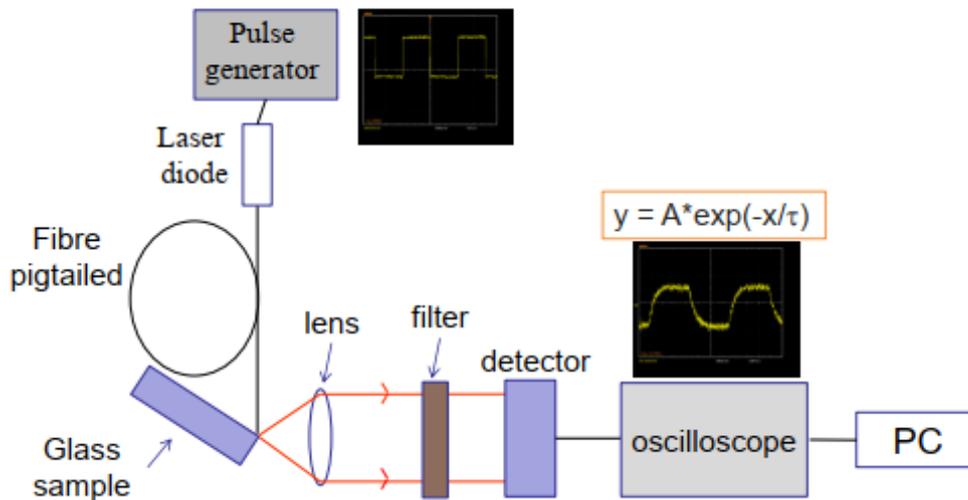


Figura 4.18: Illustrazione schematica del setup sperimentale utilizzato per le misure di lifetime [39].

Le parti che rimangono identiche al setup precedente sono la sorgente di eccitazione (ovvero un diodo laser con lunghezza d'onda di 976 nm), il posizionamento del campione pensato per minimizzare il riassorbimento della luce ed una parte del sistema di lenti ottiche per la raccolta del segnale emesso.

Per quanto riguarda la misura del tempo di vita è necessario però ottenere uno spettro di emissione del campione non più risolto nella frequenza, ma in funzione del tempo. La misura del lifetime si interessa infatti di una variazione di popolazione nel tempo. È necessario dunque inserire una componente temporale nell'analisi del campione. La componente temporale viene aggiunta modificando il segnale di eccitazione del campione: da un segnale continuo a un segnale impulsato nel tempo. Tale segnale si ottiene collegando alla sorgente luminosa un generatore di impulsi, il quale accenderà e spegnerà l'impulso di pompa ad una data frequenza. L'impulso luminoso generato in questo modo si può descrivere come un'onda quadra, come è possibile osservare nel riquadro nero in alto della Figura 4.17. Il campione viene dunque eccitato da un segnale luminoso intermittente. La luce emessa dal campione viene successivamente raccolta da un sistema di lenti, fatta passare attraverso un filtro che ne permette l'analisi in una determinata lunghezza d'onda e raccolta da un detector. Il segnale è dunque processato da un oscilloscopio ed inviato al pc.

In Figura 4.19 è riportata una tipica traccia di decadimento fluorescente ottenuta da una misura di spettroscopia di emissione risolta nel tempo. Nell'immagine è inoltre evidenziato il punto in cui avviene lo spegnimento della pompa di eccitazione. La decadenza del segnale luminoso emesso dal campione non è lineare come quello dell'onda quadra del segnale di pompa, ma

segue un andamento esponenziale. Tale decrescita di segnale luminoso è causata dagli elettroni presenti negli stati energetici eccitati che ritornano a un livello energetico inferiore liberando fotoni. La valutazione della forma di questa decadenza esponenziale definisce il valore di lifetime. Tale valutazione avviene effettuando un'operazione di fitting numerico dei valori ottenuti dalla misura tramite un esponenziale singolo nella forma:

$$A + (B - A) * e^{-t/\tau} \quad (4.14)$$

Dove A e B sono due costanti, mentre t è il tempo e τ è il valore di tempo di vita degli stati eccitati.

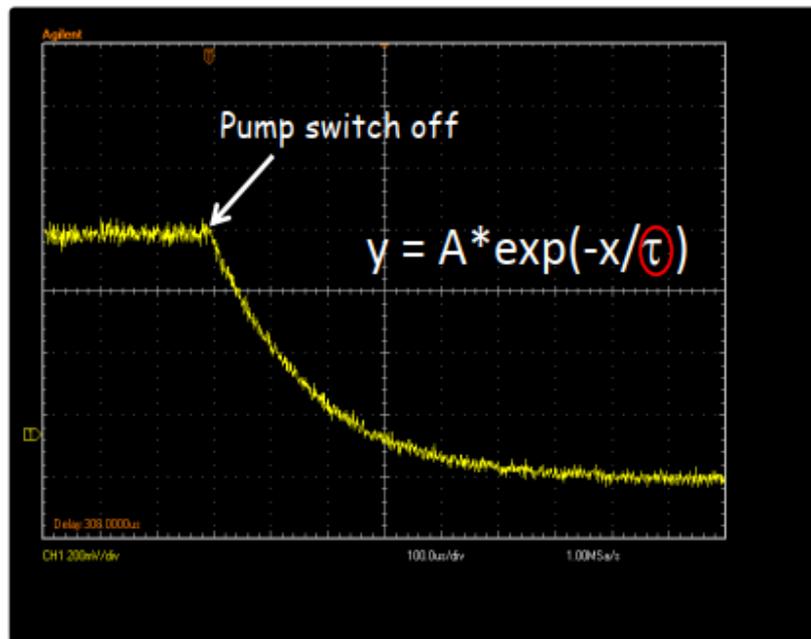


Figura 4.19: Tipica traccia di decadimento fluorescente utilizzata per il calcolo del tempo di vita [41].

Una corretta valutazione della frequenza di applicazione degli impulsi è un fattore determinante per la misura del lifetime. La potenza di pompa è necessaria infatti per eccitare gli elettroni in uno stato energetico superiore, mentre il tempo in cui la pompa è spenta permette il loro decadimento al ground state. La frequenza di impulso della pompa deve quindi essere tale da permettere un completo svuotamento del livello energetico eccitato prima dell'arrivo dell'impulso successivo. Nella misura del tempo di vita dei campioni analizzati è stata utilizzata una frequenza di pompa pari a 6 Hz.

In Figura 4.20 è riportato il grafico ottenuto dal calcolo del tempo di vita dei livelli eccitati degli ioni Er^{3+} . Il fitting è stato operato tramite operazioni effettuate in Matlab basandosi sull'Equazione 4.14 e considerando i valori compresi tra il 10% e il 90% del segnale ottenuto, così da eliminare possibili residui di segnale di pompa ed eliminare inoltre un segnale debole e con elevato rapporto di rumore di fondo. La misura è stata ripetuta 3 volte ed è stato considerato un valore medio delle misure. Come è possibile notare dal grafico e dai valori riportati in legenda, i tempi di vita dei due campioni YE 4:1 e YE 6:1 sono molto simili. Il vetro YE 2:1 presenta invece un tempo di vita inferiore. Tale risultato probabilmente è collegato a una concentrazione maggiore di gruppi OH all'interno del vetro YE 2:1, già analizzata tramite misure FTIR nel Paragrafo 4.8.

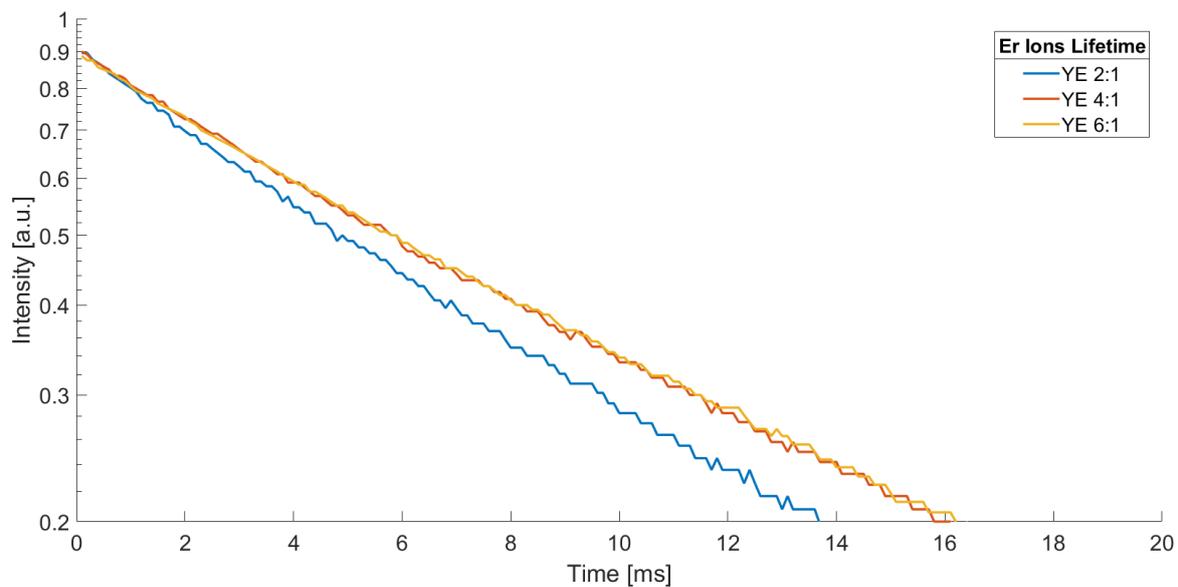


Figura 4.20: Grafico del tempo di vita dei livelli eccitati degli ioni Er^{3+} ricavato da fitting esponenziale.

A conclusione delle misure spettroscopiche e ottiche può essere utile riportare in una tabella i principali risultati ottenuti da tali analisi.

Tabella 4.2: Tabella riassuntiva delle misure ottiche effettuate sui tre campioni di vetro fabbricato.

MISURA	YE 2:1	YE 4:1	YE 6:1
n (975 nm)	1.576	1.573	1.571
n (1535 nm)	1.569	1.566	1.563
σ_a^{Er} (1535 nm) [$10^{-20} cm^2$]	0.6840	0.7144	0.7364
σ_a^{Yb} (975 nm) [$10^{-20} cm^2$]	1.161	1.107	1.065
<i>Conc. OH</i> ($3000 cm^{-1}$) [dB/m]	2057	1326	1396
<i>Er emission</i> (1535 nm) [A. U.]	448	784	1027
<i>Lifetime</i> (1535 nm) [ms]	4.6	5.5	5.5

I due unici valori di indice di rifrazione riportati nella tabella sono riferiti rispettivamente alla lunghezza d'onda del segnale di pompa e di seed. Tutti i valori di indice in funzione della luce incidente sono comunque ricavabili grazie all'equazione di Cauchy e ai grafici prodotti riportati in Figura 4.10. Come già specificato i valori di indice dei vetri attivi verranno utilizzati in fase di progettazione del vetro di cladding.

Capitolo 5 Implementazione dell'amplificatore e inserimento in un sistema ottico

Nel capitolo seguente verranno riportati i principali processi da effettuare sui vetri fabbricati per la creazione di una fibra otticamente attiva e la sua implementazione in un sistema ottico. Nei paragrafi vengono esplicitamente riportate le caratteristiche misurate del vetro prodotto, rimandando ai capitoli precedenti le motivazioni teoriche dei fenomeni citati. I paragrafi finali considerano invece i processi di clivaggio e saldatura di una fibra ottica in vetro a base fosfato di composizione identica ai vetri YE fabbricati, ma con drogaggio differente. È inoltre riportato il processo di analisi del problema e di ottimizzazione dei parametri degli strumenti utilizzati ai fini di ottenere risultati ottimali per una composizione di vetro non standard.

5.1 Design e produzione dei vetri di Cladding

I vetri attivi presentati in questo lavoro di tesi sono stati prodotti e caratterizzati per ricoprire il ruolo del materiale di core in una fibra ottica capace di fungere da amplificatore di potenza. A seguito dell'analisi delle misure effettuate, la composizione di vetro che dimostra proprietà ottiche migliori verrà dunque filata in forma di fibra. Come anticipato nel Capitolo 3, una fibra ottica è composta da un materiale di core e uno di cladding che lo riveste. È dunque necessario prima di procedere con il processo di filatura definire le caratteristiche necessarie per la corretta fabbricazione di un vetro di cladding.

Il fenomeno fisico che permette il confinamento della luce all'interno di una fibra ottica, definito *total internal reflection* (Capitolo 3), si instaura all'interfaccia tra i due vetri di core e cladding. Per ottenere riflessione totale l'indice di rifrazione del vetro di cladding deve essere inferiore all'indice del vetro di core, come ripreso anche nell'equazione di Snell:

$$\sin\theta_c = \frac{n_{cladding}}{n_{core}} \quad (5.1)$$

Per angoli di incidenza maggiori all'angolo critico θ_c la luce non può passare nel cladding e viene quasi completamente riflessa e confinata nel core. Una corretta valutazione dell'indice di rifrazione del vetro di cladding è inoltre necessaria per la valutazione dell'apertura numerica della fibra NA , definita come:

$$NA = (n_{core}^2 - n_{cladding}^2)^{1/2} \quad (5.2)$$

Dal valore di apertura numerica dipendono sia la dimensione del cono di accettazione della fibra che il numero di modi con cui può propagare la luce al suo interno. Il vetro di cladding dovrà presentare dunque un preciso valore di indice di rifrazione inferiore rispetto al vetro di core, ovvero in principio essere costituito da un materiale meno denso. Alcuni elementi modificatori di reticolo permettono inoltre di avere un controllo più preciso sul valore di indice di rifrazione di un vetro. Una prima definizione della composizione del vetro di cladding si basa dunque sullo studio delle misure di indice di rifrazione del core effettuate tramite lo strumento Metricon e riportate nel Paragrafo 4.5.

È importante definire ora il processo produttivo che porta alla fabbricazione di una fibra ottica. Una fibra ottica di vetro viene fabbricata secondo il processo *rod-in-tube* già riportato nel Paragrafo 3.6. I passaggi fondamentali di tale processo sono: produzione di un cilindro di vetro di core, produzione di un tubo di vetro cladding, inserimento del vetro di core nel foro del vetro di cladding e infine filatura della preforma così ottenuta. I rapporti geometrici tra core e

cladding della preforma sono identici ai rapporti ottenuti successivamente nella fibra finale. È dunque necessaria una particolare attenzione nella fabbricazione dei cilindri di vetro che formeranno successivamente la preforma da filare. Il cilindro di core viene semplicemente fabbricato tramite un processo di colata del vetro fuso in uno stampo cilindrico (*melt quenching*). Segue successivamente la lucidatura superficiale e stretching a caldo ai fini di ottenere la dimensione geometrica necessaria. Il tubo di cladding invece può essere fabbricato in due principali modi. Attualmente i vetri di cladding dei vetri prodotti al laboratorio DISAT sono prodotti tramite un processo di *rotational casting*. Questo metodo di fabbricazione permette la produzione di preforme cave a forma di tubo con una buona precisione dimensionale a partire dal vetro fuso ([42], [43]). Sono tuttavia in corso studi e prove sperimentali per l'utilizzo di una tecnologia di estrusione in forma di tubo a partire da billette di vetro ottenute tramite *melt quenching* [44]. Questo secondo processo produttivo permette un maggiore controllo sulla fabbricazione del cilindro di vetro e quindi, in principio, una qualità migliore del cladding. Inoltre, un processo estrusione permette una superiore flessibilità di fabbricazione per quanti riguarda le dimensioni e geometrie delle preforme da produrre. In Figura 5.1 sono riportate due rappresentazioni grafiche dei processi precedentemente esposti per la produzione di una preforma in vetro a forma di cilindro forato.

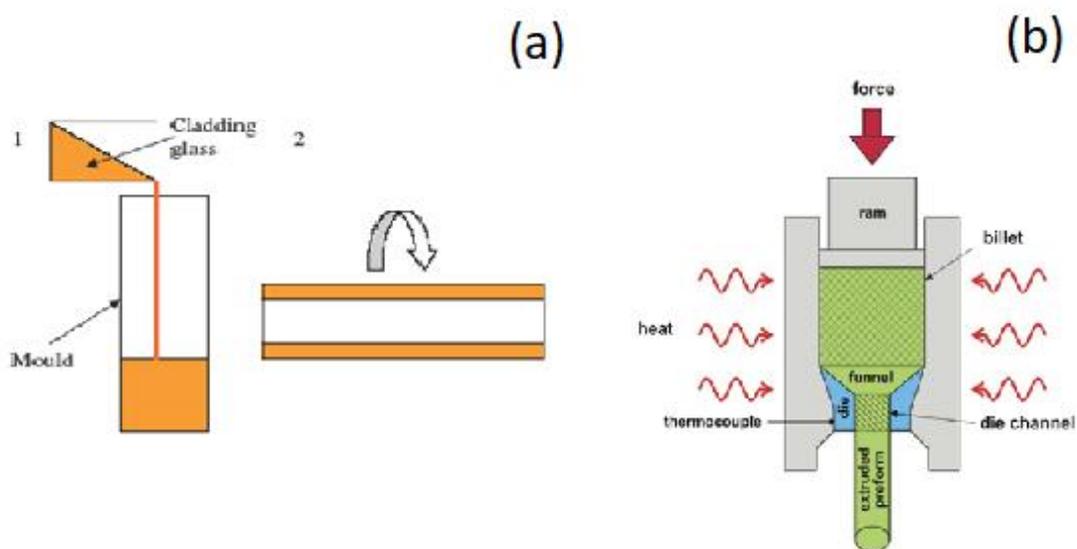


Figura 5.1: Rappresentazione schematica dei due differenti processi di fabbricazione di una preforma di vetro di cladding a forma cilindrica cava. In particolare (a) rappresenta un processo di *rotational casting*, mentre (b) un processo di estrusione (adattato da: [42], [44]).

Sia il tubo di cladding che il cilindro di core vengono successivamente puliti superficialmente e lucidati per permettere un contatto ottimale tra le superfici. Il cilindro di core è quindi inserito all'interno del foro del tubo di cladding. La preforma così costruita può essere dunque filata in forma di fibra ottica in un'apposita torre di filatura.

Una torre di filatura si compone di due principali parti: una zona in cui la preforma viene riscaldata a una temperatura superiore alla temperatura di softening e un tamburo rotante che permette di tirare la fibra ottenuta secondo una velocità controllata. Il rapporto tra le velocità di

inserimento della preforma nella zona riscaldata e di traino della fibra definisce il rapporto di riduzione della sezione della fibra secondo l'equazione:

$$\left(\frac{d_{fibra}}{d_{preforma}} \right)^2 = \frac{v_{preforma}}{v_{fibra}} \quad (5.3)$$

Per permettere un corretto processo di filatura il vetro di cladding deve presentare proprietà termodinamiche uguali al vetro di core. Di particolare importanza sono le temperature caratteristiche di softening e l'intervallo di stabilità ΔT , analizzati nel Paragrafo 2.2. Per ottenere un flusso di vetro omogeneo durante la filatura è necessario infatti che entrambi i vetri raggiungano lo stesso valore di viscosità alla medesima temperatura. Anche il coefficiente di dilatazione termica lineare α_L svolge un ruolo importante nel processo di filatura. Durante il raffreddamento della fibra dalla temperatura di filatura i due vetri di core e cladding devono deformarsi in maniera analoga al variare della temperatura. I coefficienti di dilatazione termica devono essere dunque molto simili.

La composizione del vetro di cladding dovrà dunque essere studiata per permettere sia un corretto svolgimento delle proprietà ottiche della fibra, sia non creare problemi durante i processi produttivi in temperatura. Inoltre, è necessario che non avvengano processi chimici all'interfaccia tra core e cladding durante i processi ad elevate temperature, che potrebbero compromettere le proprietà ottiche della fibra. In generale è possibile riassumere le principali richieste su una composizione di vetro di cladding come:

- Indice di rifrazione inferiore rispetto a quello del vetro di core ($n_{clad} < n_{core}$);
- Temperature caratteristiche simili al vetro di core ($T_g, T_s, T_x, \Delta T$);
- Dilatazione termica simile al vetro di core (α_L);
- Stabilità chimica alle temperature di filatura a contatto con il vetro di core.

5.2 Filatura della preforma

Le caratteristiche termodinamiche dei vetri fabbricati, in particolare l'ampio intervallo di stabilità, ne promettono buone capacità di lavorazione in temperatura e quindi una buona capacità di essere processati in forma di fibra. Per testare la possibilità di filare i vetri co-drogati fabbricati in questo lavoro di tesi è stata eseguita una filatura di una preforma mono-materiale di un vetro con composizione molto simile, precedentemente prodotto dal gruppo di ricerca. Il vetro considerato è nominato E e la sua composizione è identica ai vetri YE, da cui differisce solo per il fatto di non essere co-drogato. Il vetro E è dunque un vetro fosfato con caratteristiche termodinamiche identiche ai vetri prodotti, ma drogato con soliiioni Er^{3+} . La filatura del vetro è stata eseguita alla torre di filatura presente nell'Istituto Superiore Mario Boella. Il processo di filatura è stato eseguito seguendo i passaggi anticipati nel Paragrafo 3.6. Una fotografia della torre di filatura utilizzata è riportata in Figura 5.2.



Figura 5.2: Fotografia della torre di filatura presente nei laboratori Photonext dell'Istituto Superiore Mario Boella.

In Figura 5.3 è inoltre riportata una rappresentazione grafica dei momenti iniziali del processo di filatura di una preforma in vetro.

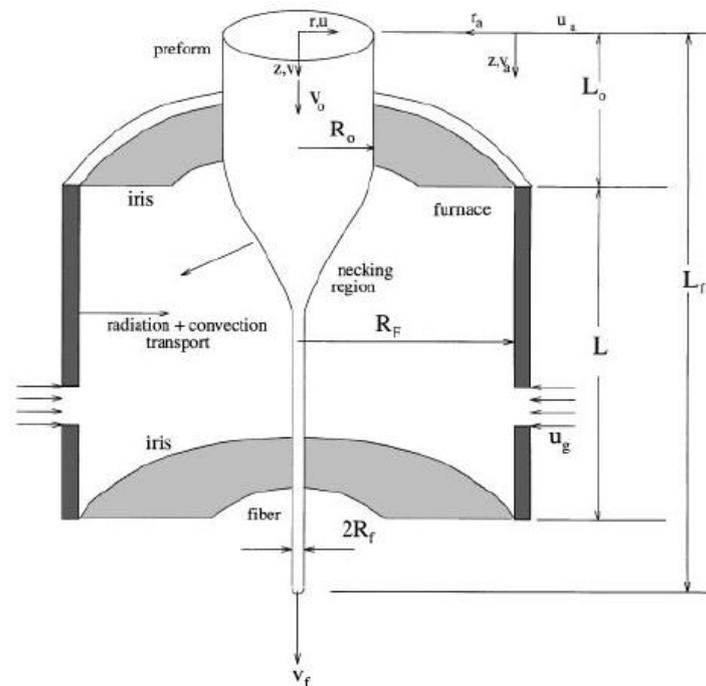


Figura 5.3: Rappresentazione schematica della zona di *neck down* [45].

Raggiunta la temperatura di softening il vetro raggiunge una viscosità tale da deformarsi a causa del proprio peso. A causa di tale deformazione si crea una zona di restringimento nella preforma

detta *neck*. La parte massiva della preforma a valle rispetto la zona di restringimento applica una tensione al vetro fuso a causa del proprio peso. Tale trazione verso il basso diminuisce sempre più le dimensioni della zona di *neck* che diventa una fibra [46]. La fibra viene successivamente bloccata su un tamburo rotante, il quale impone una velocità di trazione calcolata per ottenere una determinata dimensione di sezione della fibra. Il tamburo rotante quindi impone la velocità di filatura mentre raccoglie la fibra su se stesso. In figura è possibile notare in alto il sistema di bloccaggio della preforma, che è montato su una slitta micrometrica che permette di controllare con precisione la velocità di feed del vetro nella zona di riscaldamento. Durante il processo è necessario controllare la tensione che risulta applicata alla fibra durante la filatura. Un valore di tensione troppo elevato è indice di una resistenza elevata da parte del vetro, causata tipicamente da una viscosità troppo elevata. Una possibile soluzione in tal caso può essere aumentare la temperatura di riscaldamento per ridurre la viscosità del vetro. D'altro canto, una temperatura troppo elevata può portare a fenomeni di cristallizzazione nel vetro oppure una diminuzione eccessiva della viscosità con conseguente rottura del flusso viscoso del vetro.

Inoltre, durante l'intero processo di filatura viene monitorato il diametro della fibra prodotta attraverso un misuratore di diametro ottico.

Il processo di filatura del vetro E riportato in questa tesi si è svolto senza incorrere in particolari problemi. Le dimensioni del diametro della fibra sono piuttosto costanti e pari a circa $130\ \mu\text{m}$. Le temperature caratteristiche del vetro E sono molto simili a quelle dei vetri YE presentati nella tesi, dunque si può ipotizzare un comportamento analogo di questi ultimi durante la filatura.

La fibra ottenuta dalla filatura del vetro E è però composta da un solo materiale, inadatta dunque a fungere da guida d'onda per la luce. La composizione identica ai vetri YE ne hanno permesso in compenso l'utilizzo come tester di innovative ricette appositamente implementate per i processi di cleaving e splicing delle fibre.

5.3 Cleaving

Una fibra in materiale vetroso attivo per poter amplificare il segnale ottico necessita di essere integrata all'interno di un sistema capace di far convogliare la luce di pompaggio e di segnale al suo interno con la minor perdita possibile. Un sistema particolarmente robusto ed efficiente è quello realizzato in una configurazione all fiber, cioè costituito interamente da fibre ottiche. In questo genere di sistema la fibra attiva deve essere accoppiata alle altre fibre attraverso un processo di giunzione, prestando attenzione ad allineare i core. È necessario che entrambe le facce delle fibre considerate abbiano qualità geometrica e superficiale ottima. Per ottenere un'interfaccia ottimale, si opera un processo di *cleaving*, o clivaggio, ovvero la rottura deliberata e controllata di una fibra ottica al fine di creare un'interfaccia perfettamente planare e perpendicolare all'asse della fibra.

Il processo di clivaggio presuppone generalmente una tecnica detta *scribe-and-tension* oppure *scribe-and-break*. La fibra viene inizialmente incisa sulla sua superficie creando una cricca iniziale (*scribe*), successivamente viene applicato un carico tensionale in prossimità della cricca (*tension*), il quale porta a una rottura per clivaggio della fibra. Come già analizzato nel Paragrafo 2.1 i materiali vetrosi subiscono fenomeni di rottura senza incorrere in deformazione plastica. Inoltre, la resistenza del materiale è fortemente influenzata dalla presenza di difetti al suo interno. La generazione di un difetto superficiale e la tensione applicata in maniera perpendicolare a tale difetto porta dunque a una rottura fragile della fibra secondo il modo di apertura in tensione (K_I). Un generico processo di clivaggio *scribe-and-tension* è rappresentato in Figura 5.4.

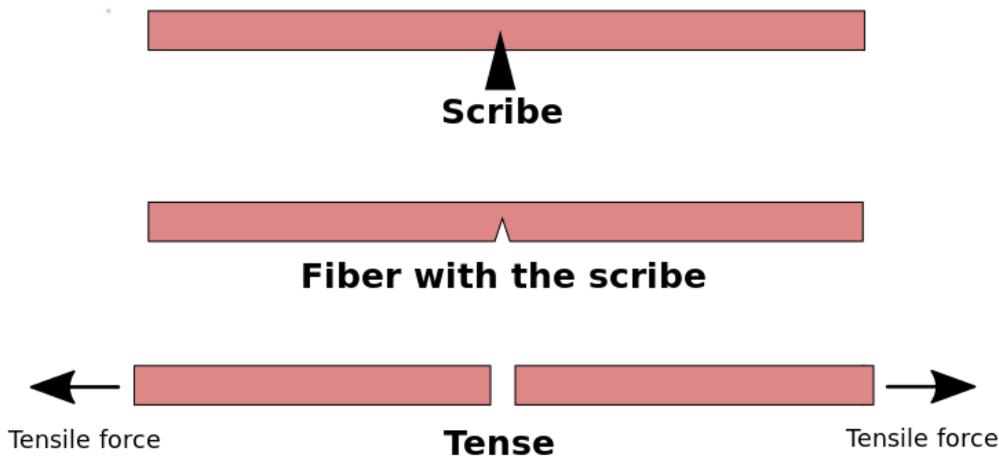


Figura 5.4: Rappresentazione schematica della tecnica di clivaggio di fibre *scribe-and-tension* [47].

La cricca superficiale viene generalmente creata tramite incisione della fibra da parte di un materiale ad elevata durezza, ad esempio una lama di diamante, zaffiro o carburo di tungsteno. La rottura della fibra può invece avvenire secondo diverse modalità in base allo strumento utilizzato. Lo strumento di laboratorio che permetta di effettuare clivaggio delle fibre ottiche è detto Cleaver. Strumenti più compatti e manuali portano a rottura la fibra grazie a un piegamento della fibra in prossimità della cricca. Cleaver più complessi e automatizzati permettono di rompere la fibra applicando un carico di trazione longitudinale ai fini di aumentare la dimensione della cricca superficiale.

In questo lavoro di ricerca è stato utilizzato come Cleaver lo strumento: ‘Large Diameter Optical Fiber Cleaver CT-106’ dell’azienda Fujikura presente nel laboratorio Photonext (ISMB). In particolare, si tratta di un Cleaver automatico in cui la fibra è bloccata tra due morse che applicano una pressione trasversale alla fibra e permettono di applicare una tensione sulla fibra stessa. La cricca superficiale è generata da una lama che incide la fibra in maniera perpendicolare alla sua lunghezza. La combinazione di avanzamento della lama nel materiale e di applicazione della tensione sulla fibra permette di ottenere una rottura con qualità superficiali e geometriche ottimali.

Lo strumento era dotato inizialmente di una serie di ricette ideate per la rottura controllata di diversi tipi di fibre ottiche commerciali a base vetro di silice. Le fibre a base fosfato presentano però proprietà meccaniche inferiori rispetto alle fibre a base silice. Un altro set di ricette specifiche per la rottura controllata di questo tipo di fibre è stata dunque teorizzata e testata. Le ricette possono essere modificate e personalizzate variando i parametri di controllo del processo di clivaggio. La fibra testata più simile per composizione ai vetri YE è la già citata fibra monomateriale di vetro E. Utilizzando questo tipo di fibra è stata creata una ricetta apposita per la rottura controllata delle fibre con vetro fosfato di tipo E, di dimensione pari a $130\ \mu\text{m}$. In Figura 5.5 è riportata un’immagine del risultato di un taglio della fibra fosfato (sinistra) e una fibra a base silice commerciale con diametro pari a $125\ \mu\text{m}$ (destra).

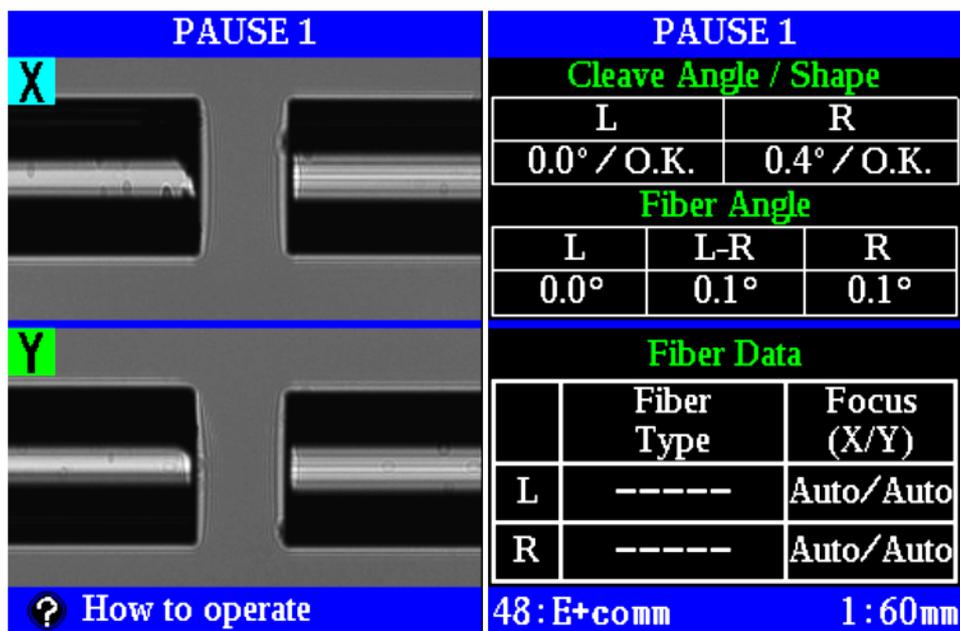


Figura 5.5: Immagine scattata alla Splicer Fujikura prima della saldatura. A sinistra si osserva una fibra di vetro fosfato di tipo E, mentre a destra una fibra commerciale in silice.

. Come è possibile notare le dimensioni delle fibre sono molto simili, come conferma di una corretta filatura della fibra E a dimensioni di circa $130 \mu m$. Nella tabella di destra è possibile osservare che l'angolo di clivaggio calcolato dallo strumento per entrambe le fibre è ottimo: per la fibra E viene considerato addirittura pari a 0.0° mentre per la fibra commerciale è comunque inferiore a 0.5° . Un angolo di taglio molto ridotto presuppone una buona possibilità di accoppiamento meccanico tra le due fibre, buona fusione e quindi limitate perdite all'interfaccia. Entrambi i tagli sono stati effettuati tramite la Cleaver in dotazione al laboratorio, ma utilizzando due ricette differenti.

Oltre a tagliare in maniera perfettamente perpendicolare le fibre lo strumento in dotazione permette anche di effettuare tagli angolati. Un taglio perfettamente perpendicolare permette un ottimo accoppiamento tra due fibre e limita le perdite all'interfaccia. Un taglio angolato invece è utile nella parte conclusiva della fibra, ai fini di limitare il fenomeno di riflessione della luce che avviene all'interfaccia tra vetro e aria. L'indice di rifrazione dell'aria è infatti quasi pari a 1, molto inferiore rispetto all'indice di rifrazione dei vetri fosfati considerati (pari circa a 1.5). la luce uscente dalla fibra di vetro tende dunque a rimanere confinata nella fibra, seguendo lo stesso principio della riflessione interna totale tra core e cladding. La riflessione della luce al termine di un amplificatore ottico è un fenomeno particolarmente importante. Vi è infatti un rischio elevato di incorrere in fenomeni di riflessione del segnale amplificato ad alta potenza verso il laser di seed, con la possibilità di danneggiamento. Un valore ottimale di angolo della superficie della fibra è di circa $6 - 10^\circ$.

Lo strumento utilizzato permette l'ottenimento di tagli angolati effettuando una torsione di una delle due morse in cui è bloccata la fibra e mantenendo l'altra ferma. In questo modo viene applicata una torsione sulla fibra, che viene successivamente posta in tensione e incisa, seguendo un processo identico al cleaving perpendicolare. Sono state effettuate diverse prove di taglio angolato sia su fibre commerciali in silice che su fibre a base fosfato. Una relazione tra angolo imposto alla morsa e angolo effettivo di taglio ottenuto sulla fibra è stata successivamente ricavata. Per le fibre commerciali a base silice il rapporto tra angolo imposto ed angolo ottenuto è di 5:1. Aumentando dunque di 5° la rotazione della morsa è possibile

aumentare di 1° l'inclinazione della superficie tagliata. L'angolo massimo di rotazione della morsa ottenibile prima della rottura incontrollata è di 90° , e di conseguenza il massimo angolo ricavabile con superfici ottimali su una fibra commerciale è di circa 18° . Per le fibre a base fosfato analizzate (fibre di vetro con composizione E) il rapporto ottenuto è di 2:1. L'angolo massimo applicabile in questo caso prima di portare le fibre a rottura è di 10° , con un angolo corrispondente sulla fibra di circa 5.5° . Il valore di rapporto tra gli angoli è ottenuto tramite diverse misure degli angoli di taglio della fibra mantenendo costante l'angolo di rotazione dello strumento. Tutti i tagli angolati sono risultati ripetibili e con angolature particolarmente costanti rispetto all'angolo imposto selezionato. È inoltre interessante notare che il valore di rapporto tra gli angoli rimane costante al variare del valore di angolo imposto dallo strumento. I valori di resistenza a torsione e di angolo di taglio della fibra a base fosfato sono notevolmente inferiori rispetto a quelli della fibra in silice commerciale a causa delle inferiori proprietà meccaniche. Sia le fibre commerciali sia le fibre E hanno dimensioni simili di diametro, pari rispettivamente a $125 \mu\text{m}$ e $130 \mu\text{m}$.

Le prove effettuate su fibre di dimensioni decisamente superiori, dette *rod*, mostrano invece un diverso comportamento al taglio angolato. I rod considerati hanno una composizione a base fosfato e una dimensione di diametro in un intervallo tra i 600 e i $700 \mu\text{m}$. A differenza delle fibre precedentemente trattate, nel caso dei rod l'angolo di taglio ottenuto sulla fibra è decisamente maggiore rispetto all'angolo imposto dalla macchina. In particolare, sui vetri testati il rapporto tra angolo imposto ed angolo ottenuto sulla fibra è di circa 1:5. Per ogni grado di rotazione della morsa si ottengono quindi 5° di angolazione del taglio sulla fibra. L'angolo maggiore ottenuto sulla fibra è pari a 25° con un angolo imposto dalla macchina di 5° . Anche in questo caso le misure sono state ripetute diverse volte per ogni angolo imposto. È possibile notare una notevole ripetibilità dell'angolo ottenuto per un determinato angolo imposto e una particolare costanza del rapporto tra gli angoli al variare dell'angolo imposto.

In Figura 5.6 è riportata un'immagine ricavata dall'osservazione alla splicer dove si nota la differenza di angolazione della faccia di due rod a base fosfato. Il rod di sinistra è stato tagliato ortogonalmente, ottenendo un angolo di 0.7° , mentre il rod di destra è stato tagliato imponendo un angolo di circa 1° allo strumento e ottenendo un angolo della faccia di 6.0° . La caratteristica dei rod di raggiungere valori elevati di angolo per valori ridotti di torsione è positiva perché permette di ottenere angoli elevati ma ne rende anche difficile il controllo per l'ottenimento di valori precisi.

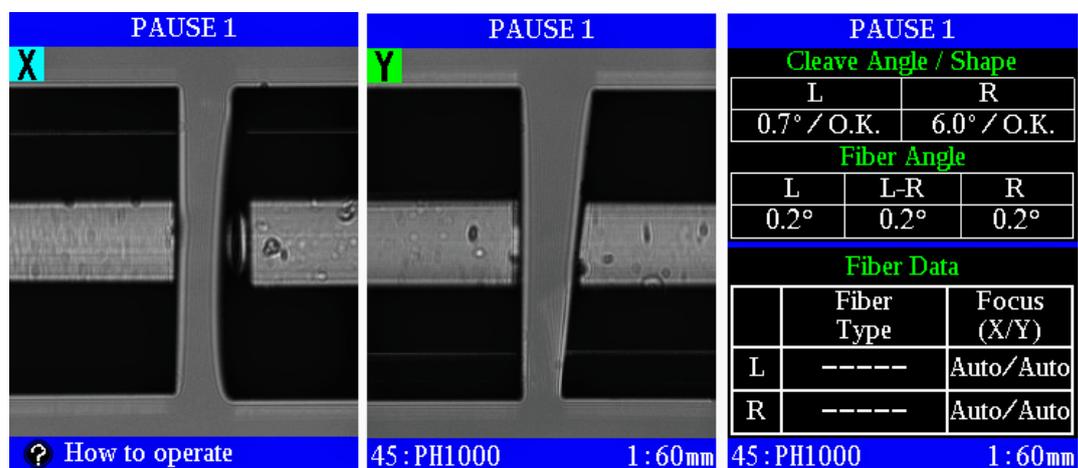


Figura 5.6: Immagine scattata alla Splicer Fujikura di due rod a base fosfato di dimensioni di circa $680 \mu\text{m}$. Il rod di sinistra è stato tagliato ortogonalmente mentre quello di destra applicando un angolo di circa 1° alla morsa dello strumento.

Riassumendo i risultati ottenuti dallo studio del taglio angolato su fibre con diversa composizione e dimensione è possibile definire un rapporto tra l'angolo imposto dallo strumento e l'angolo ottenuto sulla fibra. La maggiore resistenza meccanica della fibra a base silice permette di imporre rotazioni maggiori (fino a 90°) e di ottenere un rapporto di 5:1. Le fibre a base fosfato invece mostrano un rapporto di 2:1 e subiscono fenomeni di frattura incontrollata per valori inferiori di rotazione (massimo 10°). All'aumentare delle dimensioni invece si osserva un'inversione della tendenza del rapporto tra angoli. Per rod di dimensioni pari a circa 700 μm infatti il rapporto diventa di 1:5, portando a valori di angolo dell'interfaccia di circa 25° a seguito di una rotazione di 5° della morsa. La misura del rapporto tra angoli è stata effettuata per diversi campioni e diverse volte per uno stesso angolo imposto. Il valore dell'angolo ottenuto non ha subito particolari variazioni al variare del campione di vetro per un dato angolo imposto. Il rapporto tra gli angoli rimane inoltre costante per una data fibra al variare dell'angolo imposto. A parità di composizione del vetro il valore del rapporto varia però notevolmente al variare della dimensione della fibra. Una volta identificato dunque il rapporto tra gli angoli specifico di una determinata fibra, tale rapporto verrà mantenuto praticamente costante per qualunque valore di angolo imposto, permettendo così di ottenere qualsiasi valore di angolo richiesto sulla fibra.

5.4 Splicing

Il processo di fusion splicing corrisponde all'unione di due fibre *end-to-end* tramite un processo di fusione del vetro [48]. L'obiettivo è quello di saldare due fibre insieme in modo che la luce possa passare da una all'altra con limitati fenomeni di perdita. Il processo schematicamente si propone di mettere a contatto le due superfici finali delle fibre da saldare e scaldare il vetro applicando contemporaneamente una pressione trasversale, in modo da unire le due fibre. La fonte di calore utilizzata è solitamente un arco elettrico, ma può essere anche una luce laser, una fiamma a gas o un filamento di tungsteno percorso da corrente. Lo strumento di splicing utilizzato in questo lavoro di ricerca è la *FSM-100P Fusion Splicers* di Fujikura presente nei laboratori Photonext all'Istituto Superiore Mario Boella. In questo particolare strumento la fonte di calore per la fusione delle fibre è generata da un arco elettrico che scocca tra due elettrodi.

Prima di essere saldate insieme le due fibre devono essere preparate accuratamente. Il primo passaggio consiste nel rimuovere il rivestimento polimerico protettivo di coating della fibra. La fibra nuda può essere dunque sottoposta a un processo di cleaving ai fini di ottenere due superfici di frattura con caratteristiche ottiche e geometriche ottimali. Una buona superficie di interfaccia e un angolo ridotto permettono infatti un'ottimale condizione di contatto tra le fibre, permettendo una fusione corretta delle fibre e perdite di accoppiamento molto ridotte [49]. Una fusione perfetta delle fibre permette inoltre di mantenere elevate proprietà meccaniche e un ridotto surriscaldamento all'interfaccia ([50],[51]).

Un classico ciclo di splicing comprende una serie di passaggi coordinati relativi alla potenza erogata dall'arco elettrico e al movimento dei porta-fibre in cui le due fibre sono posizionate. Una volta bloccate le fibre nei porta-fibre e selezionate le impostazioni dello strumento le due fibre vengono affacciate e mantenute a una certa distanza dallo strumento stesso. La posizione di default prevede una saldatura simmetrica con applicazione dell'arco elettrico nel punto di contatto tra le fibre. Le fibre sono dunque posizionate in corrispondenza degli elettrodi. Un primo arco di pulizia (*cleaning arc*) con potenza ridotta viene scaricato sulla fibra in un tempo ridotto per eliminare possibili particelle di polvere presenti sulla superficie delle fibre. Per mantenere la capacità di guidare la luce attraverso l'interfaccia le due fibre devono essere allineate secondo il core. Lo strumento di splicing può essere impostato per allineare

automaticamente le fibre secondo la posizione del core o del cladding oppure manualmente. Una volta eseguito l'allineamento, le fibre sono avvicinate e poste a contatto. Modificando i valori di gap e di overlap dello strumento è possibile controllare la distanza e intensità del contatto tra le due facce. Un arco di inizio fusione (*prefuse arc*) è applicato per un breve tempo al fine di diminuire inizialmente la viscosità della fibra e migliorare il contatto tra le superfici. A seguire viene applicato l'arco di fusione principale (*main arc*) caratterizzato da una potenza maggiore e un tempo di applicazione notevolmente prolungato. Grazie al main arc infatti le due fibre raggiungono una temperatura vicina alla temperatura di softening e il vetro può essere fuso insieme. Successivamente al processo di fusione è possibile effettuare dei processi secondari di rifusione (*rearc*) oppure proseguire con processi di *tapering* ai fini di diminuire la dimensione della fibra in maniera controllata. La fibra unita può essere dunque prelevata dallo strumento e testata. La zona di fusione che risulta essere senza più coating può essere protetta tramite un processo di recoating che permette di ricostituire nella zona il polimero di protezione oppure più semplicemente utilizzando un cilindro di materiale polimerico termo-restringente [52].

Ai fini dell'integrazione dell'amplificatore ottico fabbricato all'interno di un sistema ottico basato sull'utilizzo di fibre commerciali a base silice è stato dunque necessario riuscire a saldare due fibre di composizione notevolmente differente. Lo strumento utilizzato era infatti inizialmente calibrato sulla saldatura dei vetri di silice, caratterizzati da temperature notevolmente più elevate dei vetri fosfati. Basti pensare che l'arco di pulizia impostato alla potenza e tempo di default della macchina era in grado di fondere completamente le fibre a base fosfato testate. È stato dunque necessario modificare i parametri dello strumento per permettere un'ottimizzazione tale da saldare le fibre composte da vetro fosfato e le fibre commerciali in maniera ripetitiva e affidabile. Nelle tre fotografie raccolte nella Figura 5.7 è possibile osservare due fibre soggette a un processo di splicing. In particolare, la fibra di sinistra è una fibra di composizione E mentre la fibra di destra è una fibra commerciale in silice. Entrambe le fibre hanno dimensioni simili, pari a $125\ \mu\text{m}$ per la fibra commerciale e $130\ \mu\text{m}$ per la fibra a base vetro E.

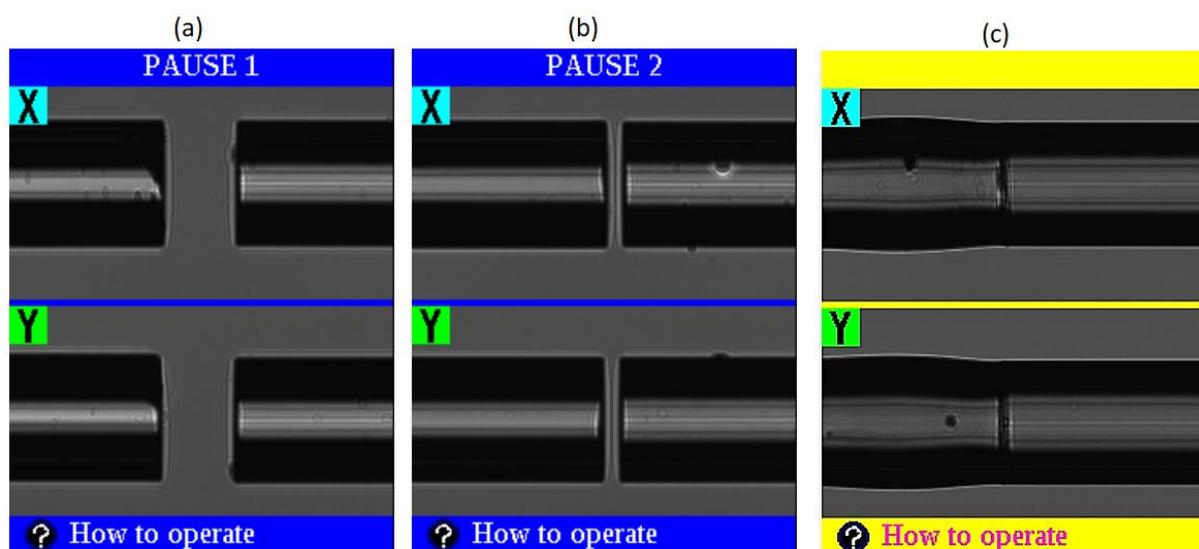


Figura 5.7: Fotografie riprese dalla splicer Fujikura dello splicing di una fibra fosfato a composizione E (a sinistra) e una fibra commerciale in silice da $125\ \mu\text{m}$. in particolare: (a) posizionamento delle fibre, (b) avvicinamento e allineamento secondo il cladding e (c) risultato finale dello splicing dopo avvenuta fusione.

La prima fotografia rappresenta il posizionamento e allineamento iniziale delle fibre, mentre la seconda fotografia rappresenta l'avvicinamento delle fibre alla distanza di gap selezionata. A seguito del posizionamento e allineamento le fibre sono messe in contatto e scaldate tramite l'arco elettrico. Come si vede nella terza fotografia le due fibre sono unite senza difetti, ad esempio bolle all'interfaccia. Una linea di interfaccia marcata rimane comunque visibile a causa della diversa composizione dei vetri saldati.

A seguito di diverse prove la ricetta ritenuta ottimale per la saldatura di una fibra fosfata e una a base silice è basata su un concetto piuttosto originale. Il ridotto calore necessario per saldare la fibra fosfata, pur evitandone la fusione, non viene ottenuto diminuendo il tempo di applicazione dell'arco elettrico, ma diminuendone la potenza e spostando il punto in cui l'arco elettrico scalda le fibre. Partendo dalla potenza applicata si può dire che di default l'arco scalda la fibra intorno ai 1200-1400°C, ovvero nell'intervallo di temperatura di softening del vetro di silice. Il vetro fosfato considerato invece presenta una temperatura di softening intorno ai 530°C. Una temperatura troppo elevata può dunque portare alla fusione il vetro di fosfato, che avviene intorno ai 1000°C. Per diminuire la temperatura applicata sulla superficie del vetro fosfato, pur mantenendo una temperatura più elevata sulla superficie del vetro in silice è stato ideato un riscaldamento selettivo della fibra commerciale applicando l'arco elettrico in maniera asimmetrica. Prima dello scoccare dell'arco elettrico le due fibre vengono dunque spostate in modo tale da scaldare solo la fibra di silice. La faccia della fibra a base fosfato, posta a contatto con quella a base silice, riceve un riscaldamento uniforme generato dalla conduzione del calore all'interno della fibra di vetro. In questo modo la faccia della fibra fosfata subisce una temperatura inferiore rispetto alla faccia della fibra commerciale. La potenza dell'arco viene inoltre diminuita dal valore di default, per non avere fenomeni di rammollimento e deformazione nella fibra di silice. Il tempo di applicazione del main arc invece non è stato modificato per permettere un'ottima uniformità di flusso di calore, ed è pari a 2 secondi.

A seconda della temperatura di softening del vetro da saldare è possibile mantenere tutti i parametri della macchina costanti e variare solo la distanza dall'interfaccia a cui applicare l'arco elettrico. All'aumentare della distanza la temperatura applicata sulla fibra a base fosfato diminuisce. Grazie a questa ricetta è stato possibile saldare fibre commerciali e fibre a base fosfato (vetro Bio) e misurarne le proprietà ottiche di interfaccia, che si sono rivelate ottime. Le proprietà meccaniche del punto di fusione sono inoltre ottime, come dimostrato dall'angolo imposto alla fibra saldata in Figura 5.8 ottenuto senza rompere la saldatura.

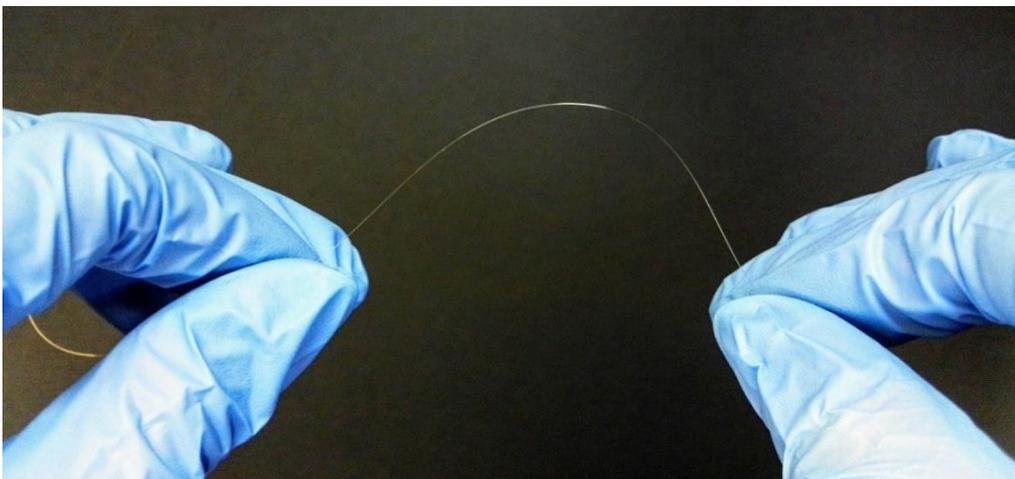


Figura 5.8: Fotografia di una saldatura tra una fibra di vetro E ed una fibra commerciale. Le proprietà meccaniche dell'interfaccia tra i differenti materiali sono ottime e permettono curvature con raggio di curvatura anche dell'ordine di 1 cm. La saldatura è nel punto di maggiore curvatura.

Uno modello dei possibili fenomeni termici che avvengono nel sistema di splicing asimmetrico di una fibra commerciale e una fosfata è stato sviluppato tramite l'utilizzo del software di simulazione Ansys [53]. Il modello presentato è basato sullo studio dei principali processi di conduzione del calore che avvengono in un processo di splicing [48]. I valori tipici delle proprietà termodinamiche necessarie alla generazione del modello erano presenti nella biblioteca del programma, per quanto riguarda i vetri commerciali. I valori termodinamici dei vetri fosfati sono invece inseriti basandosi sulle misure effettuate sui vetri considerati e ricavate dallo studio della letteratura ([36], [37]).

La geometria considerata comprende due fibre di $125 \mu\text{m}$ di diametro poste a contatto. L'effetto del riscaldamento effettuato grazie all'arco elettrico nel processo di splicing è stato considerato come una temperatura costante pari a 1000°C in una zona ridotta della fibra di silice. La temperatura è stata scelta da un'ipotesi nata considerando la diminuzione di potenza apportata allo strumento in funzione di un valore di temperatura di default considerato di circa 1200°C . La zona riscaldata della fibra è posta a $340 \mu\text{m}$ di distanza dalla zona di interfaccia delle fibre. Il coefficiente di conducibilità termica all'interfaccia è stato impostato pari a $2 * 10^{-3} \text{ W}/(\text{mm}^2 * ^\circ\text{C})$, considerando possibili perdite di accoppiamento date da imperfezioni superficiali o angoli di clivaggio imperfetti. Il valore considerato è stato ricavato da modelli precedentemente effettuati in letteratura per la saldatura di fibre commerciali con fibre non a base silice ([54]–[56]). La simulazione termica valuta l'evoluzione della temperatura nel sistema in un intervallo pari a 2 secondi, ovvero pari al tempo di applicazione dell'arco principale selezionato nelle ricette innovative definite. Una rappresentazione delle temperature presenti nel sistema composto dalle due fibre allo scadere dei 2 secondi dal momento di applicazione della temperatura è riportata in Figura 5.9. I valori di temperatura dopo i 2 secondi teorici di applicazione dell'arco elettrico sono considerati particolarmente interessanti in quanto corrispondono ai valori di massima temperatura ottenibile sulla faccia della fibra fosfata.

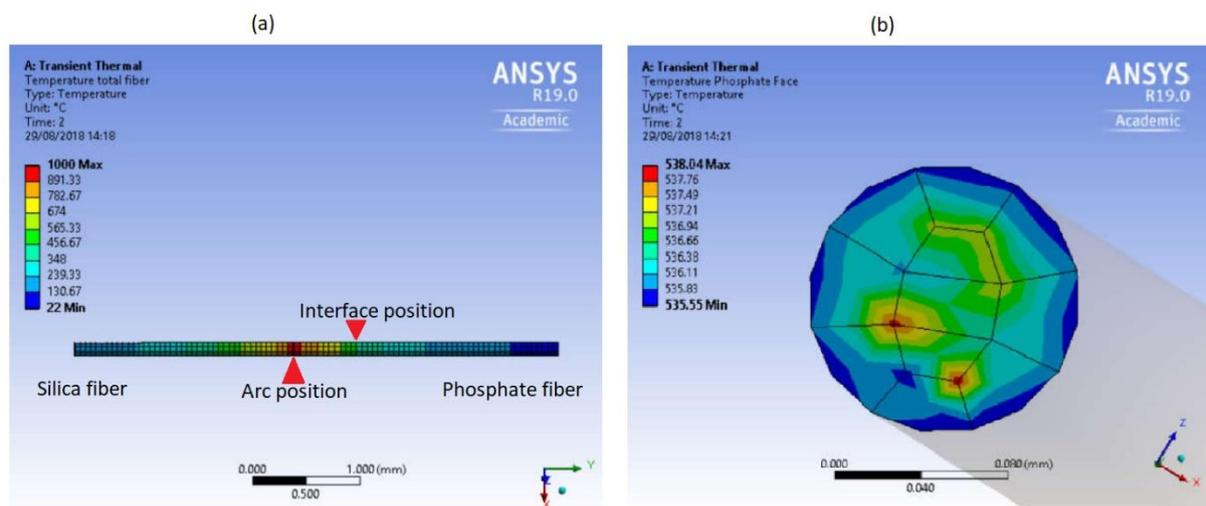


Figura 5.9: Schema di temperature in un processo di splicing con fibre a composizione differente a un tempo di 2 secondi. Sistema e risultati ottenuti tramite analisi sul Ansys. In particolare: (a) rappresentazione del sistema complesso considerato, (b) zoom della temperatura ottenuta sulla superficie della fibra a base fosfato.

Come si può notare in figura (a) la zona a temperatura più elevata è dove viene considerata l'applicazione dell'arco elettrico. Per tutta la durata dell'analisi la suddetta zona verrà considerata a temperatura costante e pari a 1000°C . Durante il tempo di simulazione un gradiente termico porta alla conduzione del calore all'interno della fibra che viene gradualmente

riscaldata. Al termine del processo, ovvero a 2 secondi di riscaldamento localizzato, la distribuzione delle temperature è quello riportato in figura. La zona di interfaccia tra le due fibre presenta un gradino di temperatura, non molto marcato, a causa del fattore di conducibilità termica considerato precedentemente. La temperatura presente sulla faccia della fibra del vetro fosfato è riportata nell'immagine (b). Come si può osservare dalla scala di temperature molto ristretta, la temperatura media della faccia dopo 2 secondi di splicing asimmetrico è di circa 537°C, un valore plausibile, considerando la temperatura di softening dei vetri considerati intorno ai 535°C. Nonostante i risultati siano incoraggianti, è doveroso ricordare che sia la temperatura di riscaldamento della fibra sia il coefficiente di conducibilità termica sono stati ipotizzati a partire da valori riportati in letteratura e non sperimentalmente misurati. Il sistema analizzato tramite simulazione può essere dunque considerato come una conferma dei risultati effettivamente precedentemente ottenuti di splicing. Per la definizione di un sistema di previsione del comportamento delle differenti fibre a seconda della potenza, tempo o distanza dell'arco applicato sono necessarie misure più precise del sistema considerato.

Conclusioni

Il presente lavoro di tesi si è posto come obiettivo originale lo sviluppo e la produzione di una innovativa composizione di vetro a base fosfato per un'applicazione di amplificazione ottica. Il lavoro si inserisce in un progetto di ricerca più ampio, detto CALIBER, che prevede la realizzazione di una sorgente laser particolarmente compatta e con un'elevata potenza di output nell'intervallo di lunghezze d'onda definite eye-safe. Il progetto è parte del programma NATO denominato *Science for Peace and Security* e presuppone una collaborazione tra diverse università ed enti di ricerca presenti in Italia, Finlandia ed Israele. Le caratteristiche di un'elevata potenza unita a qualità del fascio ottima presuppongono l'utilizzo di una configurazione della sorgente laser detta MOPA. La richiesta effettuata all'Istituto Superiore Mario Boella in collaborazione con il Politecnico di Torino è quella di produrre un amplificatore ottico innovativo nella zona dell'eye-safe con elevate prestazioni ottiche.

A tale proposito è stata sviluppata formulazione originale di un vetro a base fosfato co-drogato con un sistema atomico definito dagli ioni Er^{3+} e Yb^{3+} . Tale sistema è stato scelto a seguito della presenza di un elevato picco di assorbimento degli ioni itterbio nell'intorno dei 980 nm, lunghezza d'onda per cui esistono commercialmente laser ad elevata potenza che potrebbero fungere da pompe di potenza, e della presenza di un picco di emissione degli ioni erbio nell'intorno dei 1550 nm, ovvero un intervallo di lunghezze d'onda eye-safe. Il trasferimento di energia da uno ione all'altro avviene inoltre con notevole efficienza all'interno di una struttura vetrosa fosfata. Inoltre, utilizzare un vetro a base fosfato come vetro di host permette, grazie all'elevata solubilità di terre rare al suo interno, di incrementare la concentrazione di ioni attivi, producendo in tale modo dispositivi teoricamente più compatti.

Al fine di valutare il cambiamento delle proprietà ottiche al variare della concentrazione delle terre rare nel vetro sono stati prodotti tre vetri con composizione identica, tranne che nel rapporto di concentrazione degli ioni attivi. In base al rapporto considerato i vetri sono stati nominati YE 2:1, YE 4:1 e YE 6:1. Nel Capitolo 4 sono state riportate le misure effettuate su campioni con composizione appartenente ai tre vetri. Come si è potuto osservare il sistema ottico funziona come previsto raggiungendo valori delle proprietà ottiche misurate confrontabili con i valori osservati in letteratura.

Nel capitolo finale sono stati analizzati i successivi processi necessari per lo sviluppo di un amplificatore ottico in fibra e il suo inserimento in un sistema più complesso. In particolare, il processo di filatura è stato testato utilizzando una preforma di composizione identica ai vetri YE fabbricati, ma diversa nel drogaggio. La fibra così ottenuta è stata successivamente utilizzata come test per la creazione di ricette appositamente sviluppate per il clivaggio e la saldatura di fibre a base fosfato con fibre e componenti in fibra commerciali.

Bibliografia

- [1] J. Hecht, "PHOTONIC FRONTIERS: EYE-SAFE LASERS - Retina-safe wavelengths benefit open-air applications." [Online]. Available: <https://www.laserfocusworld.com/articles/2008/03/photonic-frontiers-eye-safe-lasers-retina-safe-wavelengths-benefit-open-air-applications.html>.
- [2] ISMB, "Al via il progetto CALIBER," 8 marzo, 2018. [Online]. Available: <http://www.ismb.it/node/4044>. [Accessed: 19-May-2018].
- [3] NATO, "CALIBER NATO," *caliber-project*, 2017. [Online]. Available: <https://caliber-project.eu/>.
- [4] W.E.K. Middleton and A. Spilhaus, *Meteorological Instruments*. 1953.
- [5] G. C. Scarpignato, "Conception , fabrication et caractérisation d ' un amplificateur de puissance à base de verres spéciaux pour les sources LIDAR," 2006.
- [6] J. Heck, "LASER Instrument, Enciclopedia Britannica," 2018. [Online]. Available: <https://www.britannica.com/technology/laser>. [Accessed: 02-Sep-2018].
- [7] A.Einstein, "The Quantum Theory of Radiation," *Nature*, vol. 138, no. 3490, pp. 483–484, 1917.
- [8] M. Yamane and Y. Asahara, *Glasses for Photonics*. 2000.
- [9] A. K. Varshneya, *Fundamentals of Inorganic Glasses*. Academic Press, 1994.
- [10] J. Kübler and P. L. J. Gauckler, "Mechanical Properties of Ceramics," pp. 1–19, 2010.
- [11] E. Salamin, "The Weibull distribution in the strength of glass," pp. 1–10, 2003.
- [12] N. J. Kreidl and W. A. Weyl, "Phosphates in Ceramic Ware: IV, Phosphate Glasses," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 24, pp. 372–378, 2006.
- [13] M. J. Weber, "Science and Technology of Laser Glass," *J. Non. Cryst. Solids*, vol. 123, pp. 208–222, 1990.
- [14] R. K. Brow, C. A. Click, and T. M. Alam, "Modifier coordination and phosphate glass

- networks,” *J. Non. Cryst. Solids*, vol. 274, no. 1, pp. 9–16, 2000.
- [15] L. Joris *et al.*, “Photonic glasses for IR and mid-IR spectral range.,” *Cat. POLITO*, 2012.
- [16] E. Desurvire, “Erbium-Doped Fiber Amplifiers: Principles and Applications,” *Phys. Today*, vol. 48, no. 2, p. 56, 1995.
- [17] a J. Kenyon, *Recent developments in rare-earthdoped materials for optoelectronics*, vol. 26. 2002.
- [18] G. C. Scarpignato, “Conception , fabrication et caractérisation d ’ un amplificateur de puissance à base de verres spéciaux pour les sources LIDAR,” 2006.
- [19] L. Zhang, H. Hu, C. Qi, and F. Lin, *Spectroscopic Properties and Energy Transfer in Yb³⁺/Er³⁺-Doped Phosphate Glasses*, vol. 17. 2001.
- [20] B. P, O. N, and S. J, *Erbium-Doped Fiber Amplifiers*. 1994.
- [21] S. Taccheo, G. Sorbello, S. Longhi, and P. Laporta, “Measurement of the energy transfer and upconversion constants in Er ± Yb-doped phosphate glass,” *Opt. Quantum Electron.*, vol. 31, pp. 249–262, 1999.
- [22] C. J. A. Amarnath Reddy, S. Surendra Babu, K. Pradeesh and and G. V. P. Otton, “Optical properties of highly Er³⁺-doped sodiumaluminiumphosphate glasses for broadband 1.5µm emission,” *J. Alloys Compd.*, p. 509(9):4047 – 4052, 2011.
- [23] and V. L. P. Babu, Hyo Jin Seo, Kyoung Hyuk Jang, R. Balakrishnaiah, C. K. Jayasankar, Ki-Soo Lim, “Optical spectroscopy, 1.5µm emission, and upconversion properties of Er³⁺-doped metaphosphate laser glasses.,” *J. Opt. Soc. Am. B*, p. 24(9):2218– 2228.
- [24] J. D. Petty, J. N. Huckins, and A. David, “(12) Patent Application Publication (10) Pub . No .: US 2002/0187020 A1,” vol. 1, no. 19, 2002.
- [25] M. Karasek, “Optimum Design of Er –Yb Codoped Fibers for Large-Signal High-Pump-Power Applications,” vol. 33, no. 10, pp. 1699–1705, 1997.
- [26] and B. J. P. Blixt, J. Nilsson, T. Carlnas, “Concentration-Dependent Upconversion in Er³⁺-Doped Fiber Amplifiers: Experiments and Modeling,” vol. 3, no. 11, pp. 996–998, 1991.

- [27] S. Jiang *et al.*, “Er³⁺ doped phosphate glasses for fiber amplifiers with high gain per unit length,” vol. 264, pp. 364–368, 2000.
- [28] Y. Kaneda, Y. Hu, and C. Spiegelberg, “Single-frequency, all-fiber Q-switched laser at 1550 nm,” *Adv. Solid-State Photonics*, 2004.
- [29] W. Shi, M. Leigh, J. Zong, Z. Yao, and S. Jiang, “Photonic narrow linewidth GHz source based on highly codoped phosphate glass fiber lasers in a single MOPA chain,” *IEEE Photonics Technol. Lett.*, vol. 20, no. 2, pp. 69–71, 2008.
- [30] T. Qiu *et al.*, “Single-Mode Output From 7-cm Short Fiber Lasers,” *Technology*, vol. 16, no. 12, pp. 2592–2594, 2004.
- [31] L. Li *et al.*, “Short cladding-pumped Er/Yb phosphate fiber laser with 1.5 W output power,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 85, no. 14, pp. 2721–2723, 2004.
- [32] S. O. Kasap, “Optoelectronics.”
- [33] HyperPhysics, “Archimedes’ Principle.” [Online]. Available: <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbase/pbuoy2.html>. [Accessed: 23-Aug-2018].
- [34] Menczel and L. Judovits, “Differential scanning calorimetry (DSC),” *Therm. Anal. ...*, 2009.
- [35] C.-C. Proteomics, “DSC based Analysis Service.” [Online]. Available: <https://www.creative-proteomics.com/support/dsc-based-analysis-service.htm>. [Accessed: 22-Aug-2018].
- [36] E. Mura, J. Lousteau, D. Milanese, S. Abrate, and V. Sglavo, *Phosphate Glasses for Optical Fibers: Synthesis, Characterization and Mechanical Properties*, vol. 362. 2013.
- [37] S. Hraiech, N. Sdiri, K. Horchani-Naifer, and M. Férid, “Thermal and optical properties of Er³⁺ doped phosphate glasses,” *J. Non. Cryst. Solids*, vol. 482, no. December, pp. 73–77, 2018.
- [38] Linseis Thermal Analysis, “Dilatometro (DIL).” [Online]. Available: <https://www.linseis.com/it/nostri-prodotti/dilatometro/>. [Accessed: 23-Aug-2018].
- [39] N. G. Boetti, “Nd³⁺ doped phosphate glass optical fibre lasers,” Politecnico di Torino, 2014.

- [40] N. G. Boetti, “Nd 3 + Doped Phosphate Glass Optical Fibre Lasers,” 2013.
- [41] N. G. Boetti, J. Lousteau, E. Mura, G. C. Scarpignato, and D. Milanese, “Nd 3 + Doped Phosphate Glass Optical Fibre Lasers,” pp. 2–6, 2013.
- [42] D. C. Tran, C. F. Fisher, and G. H. Sigel, “Fluoride glass preforms prepared by a rotational casting process,” *Electron. Lett.*, vol. 18, no. 15, p. 657, 1982.
- [43] M. J. F. Digonnet, *Rare-Earth-Doped Fiber Lasers and Amplifiers edited by*. 2001.
- [44] H. Ebendorff-Heidepriem and T. M. Monro, “Analysis of glass flow during extrusion of optical fiber preforms,” *Opt. Mater. Express*, vol. 2, no. 3, pp. 304–320, 2012.
- [45] R. Thapa *et al.*, “Low-loss, robust fusion splicing of silica to chalcogenide fiber for integrated mid-infrared laser technology development,” *Opt. Lett.*, vol. 40, no. 21, p. 5074, 2015.
- [46] S. Roy Choudhury and Y. Jaluria, “Practical aspects in the drawing of an optical fiber,” *J. Mater. Res.*, vol. 13, no. 2, pp. 483–493, 1998.
- [47] S. Miller and A. Chynoweth, *Optical Fiber Telecommunications*. 1979.
- [48] T. Kamiya, F. Krausz, B. Monemar, H. Venghaus, H. Weber, and H. Weinfurter, *Optical Fiber Fusion Splicing*. .
- [49] W. Zheng and B. Malinsky, “Arc power calibration for fusion splicing optical fibers with variety diameters,” vol. 8237, p. 82372E, 2012.
- [50] Z. Huang, T. Y. Ng, C. P. Seah, S. H. T. Lim, and R. F. Wu, “Thermal modeling of active fiber and splice points in high power fiber laser,” vol. 7914, p. 79142W, 2011.
- [51] P. André, A. Rocha, F. Domingues, and M. Facão, “Thermal Effects in Optical Fibres,” *Intechopen.Com*, vol. 1987, pp. 1–21, 2009.
- [52] J. Luo, “An overview of mechanical strength of optical fiber fusion splices: Examples of fractographic analysis of break causes,” *Fiber Integr. Opt.*, vol. 27, no. 2, pp. 45–60, 2008.
- [53] Ansys.com, “Ansys-Engineering Simulation.” [Online]. Available: <https://www.ansys.com>. [Accessed: 02-Sep-2018].

- [54] R. Al-Mahrous, R. Caspary, and W. Kowalsky, "A thermal splicing method to join silica and fluoride fibers," *J. Light. Technol.*, vol. 32, no. 2, pp. 303–308, 2014.

- [55] T. Huang, Q. He, X. She, X. Shu, and C. Liu, "Study on thermal splicing of ZBLAN fiber to silica fiber," *Opt. Eng.*, vol. 55, no. 10, p. 106119, 2016.

- [56] J. C. Campbell, S. B. Alexander, C. Corporation, J. R. Simpson, L. Technologies, and P. Cochrane, "Reproducible fusion splicing of low melting point (fluoride) optical fibers with the use of a stable heat source," pp. 1–2, 1993.

Ringraziamenti

Ringrazio in primis i miei relatori: i professori Daniel Milanese e Davide Janner del dipartimento DISAT e la dottoressa Nadia Boetti per avermi dato la grande occasione di partecipare al progetto, avermi trasmesso la passione per la ricerca e per avermi guidato in questo percorso. Ringrazio inoltre Diego e Duccio per avermi seguito e aiutato nei momenti di smarrimento in laboratorio, e i miei compagni di avventura Gabriele e Matteo per aver sempre allietato le giornate. Ringrazio ulteriormente tutti i colleghi dell' ISMB per il bellissimo ambiente di lavoro che siete riusciti a creare e per aver atteso con me il giorno dei pasticcini.

Passando a ringraziamenti più personali, ringrazio la mia famiglia per avermi guidato, consigliato e sostenuto in questa strada che si conclude, per ora, oggi con questo grande risultato che rende orgoglioso me e penso anche voi. Ari, Ma e Pa, vi voglio davvero un mondo di bene. Ringrazio inoltre la mia ragazza per avermi accompagnato in questo viaggio, a volte bacchettato, sicuramente riso e pianto insieme ma soprattutto sempre creduto in me. Otta ti amo tanto, contro il vento e contro il gelo sei il mio larice bello. Ringrazio anche i miei nonni per avermi accudito fin da quando ero bambino e per avermi sfamato innumerevoli volte. So che siete fieri di me.

Ringrazio i miei amici del liceo per esserci sempre stati, da tanti anni oramai, sia nei momenti belli che nei momenti brutti. Grazie Ele, Fu, Gian, Lalli, Maso, Ste e Tony. Vi ho chiamati in ordine alfabetico così non bisticciate. Soprattutto tu Gian, ti sento già lamentare.

Ringrazio i miei amici di materiali, tra chi è rimasto, chi è appena tornato, e chi ripartirà a breve. Abbiamo condiviso gioie e dolori in questa università che ora ci dividerà. Mi mancherete Hollaræp. Grazie Fil, Albert, Antoine, Ben, Deza, Eli, Fabius, Fabbri, Fede, Il Conte, Mulfio, Polla e Villa. Anche voi siete messi in ordine alfabetico così non bisticciate. Tranne Fil, lui ha sopportato un anno in Giappone si merita il primo posto. Ringrazio inoltre la compagine italiana (o quasi) in terra elvetica che mi ha fatto sopravvivere sei mesi a Losanna, grazie Salvo, Davide ed Anna.

Ringrazio anche tutte le persone che in un modo o nell'altro hanno reso questi anni di università uno spasso: chi con sagre di cinghiale in paesini sconosciuti, grazie a Cayo, Edo e Nico e chi facendomi scoprire il sud già alla prima settimana di lezione, grazie a Gra, Ale, Flavia, Giova, Andre, Davide X, Dottor Rodio, Fabietto, The Face, Luca, Daniele, Elia, Giulia Capellona, Rita, Roberta, Simone, Ymer, Daniela, Scartoffen e Stefano. Messi così in fila sembrano una gang di trapper. O una gang di stupratori. Sarebbero anche da ringraziare figure leggendarie come Gioggio, il due litri e il coniglio per casa, ma forse va bene così. Ringrazio anche a Trinki e l'immensa gioia per la vita che lo contraddistingue. Sei il mio anziano preferito.

Con questa tesi magistrale si conclude il mio periodo universitario. Se sono qui è soprattutto grazie a voi, a tutti voi che siete presenti ora. Grazie di cuore.

E ora, è tempo di iniziare un nuovo capitolo.

#achiappestrette