



# **Croissance de fibres cristallines et de cristaux massifs pour les processus de conversion de fréquences aux longueurs d'onde VUV : application au borates**

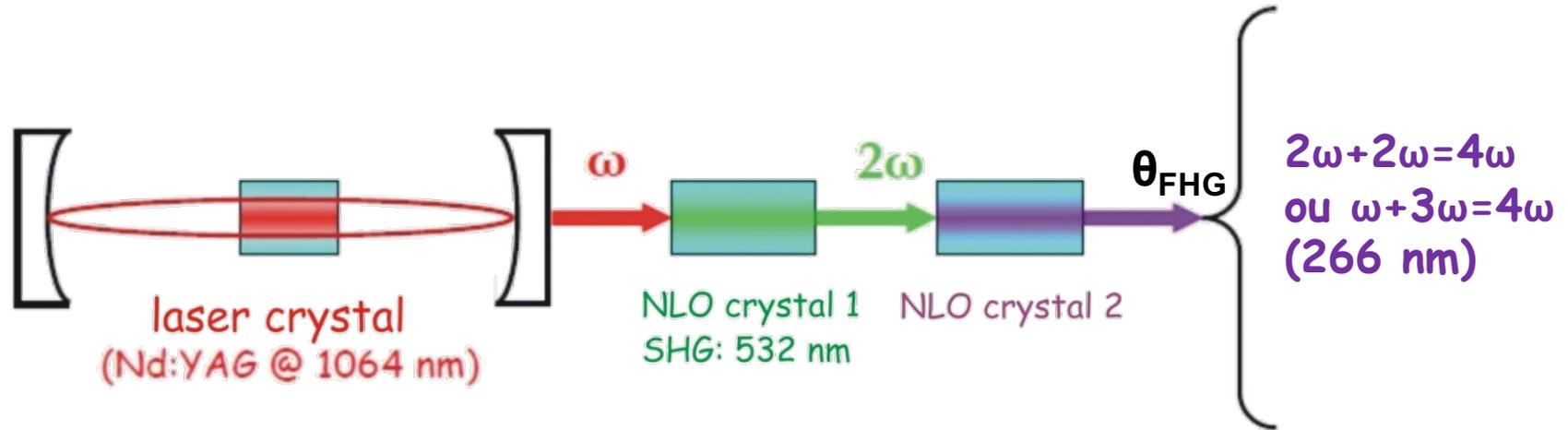
**Nawal FERDI, Marianne COCHEZ, Alain MAILLARD, Régine Maillard  
(2<sup>ème</sup> année de thèse)**

- Laboratoire Matériaux Optiques, Photonique et Systèmes, E.A. 4423
  - *nawal.ferdi@univ-lorraine.fr*

# Objectifs

## Motivation :

Génération de lumière UV (100 nm – 400 nm) par conversion de fréquences IR



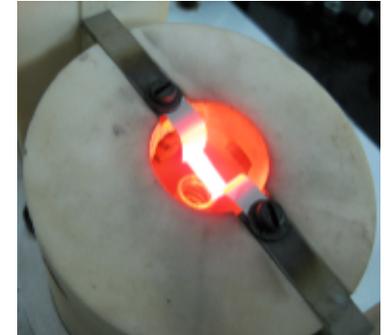
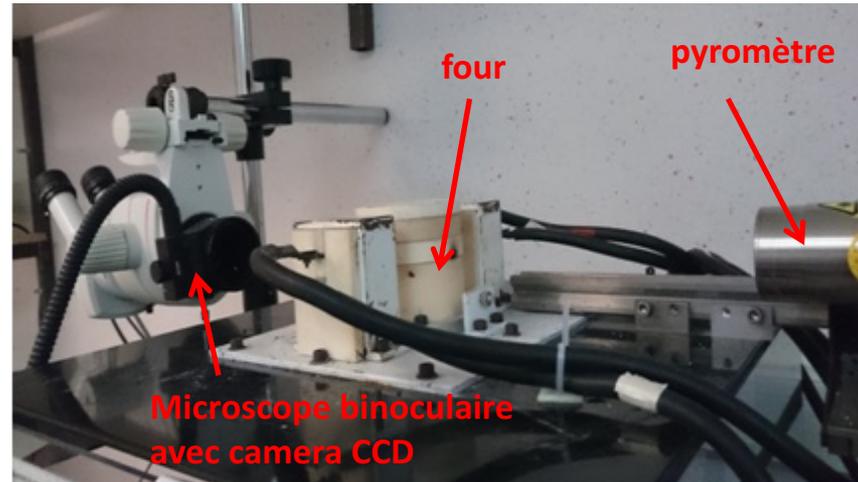
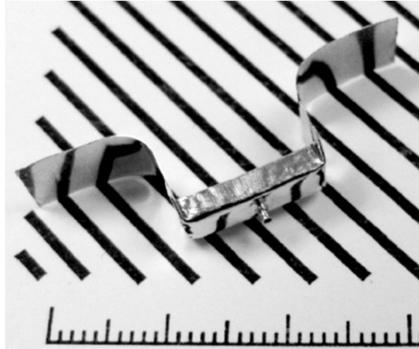
## Cristaux à base de borates :

- Domaine de transparence
- Seuil de dommage optique
- Biréfringence
- Stabilité physico-chimique
- Coefficient de génération de seconde harmonique

### Les matériaux étudiés :

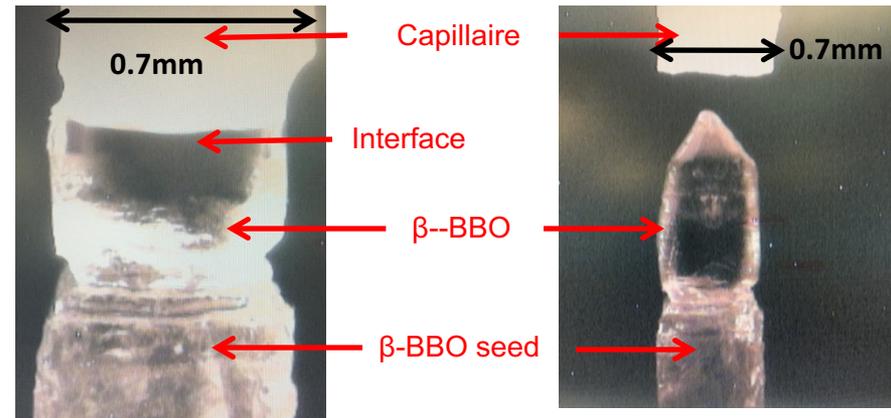


# Les fibres par Micro-Pulling Down ( $\mu$ -PD)



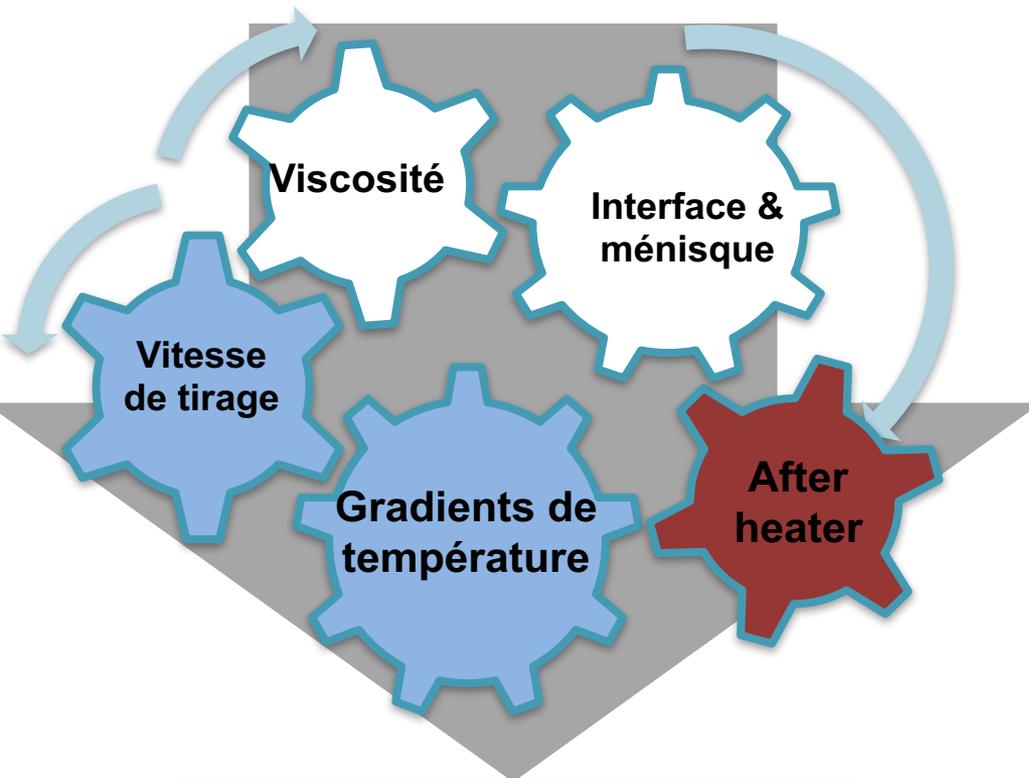
## Conditions de croissance:

- Vitesse de tirage: 0.1 mm/min
- Germe cristallin de  $\beta$ -BBO
- Atmosphère : air
- Température : 1047°C - 1051°C

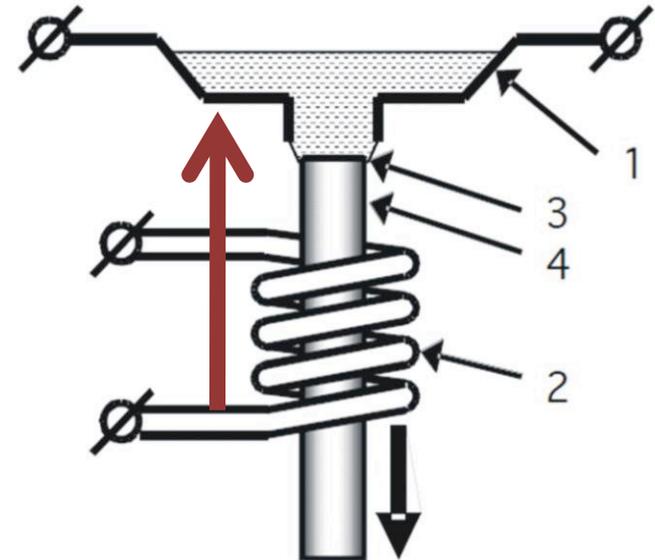


➔ **Fibres cristallines obtenues de diamètre 0.7 mm et de longueurs variables ( 5-15 mm)**

# Optimisation des paramètres de croissance

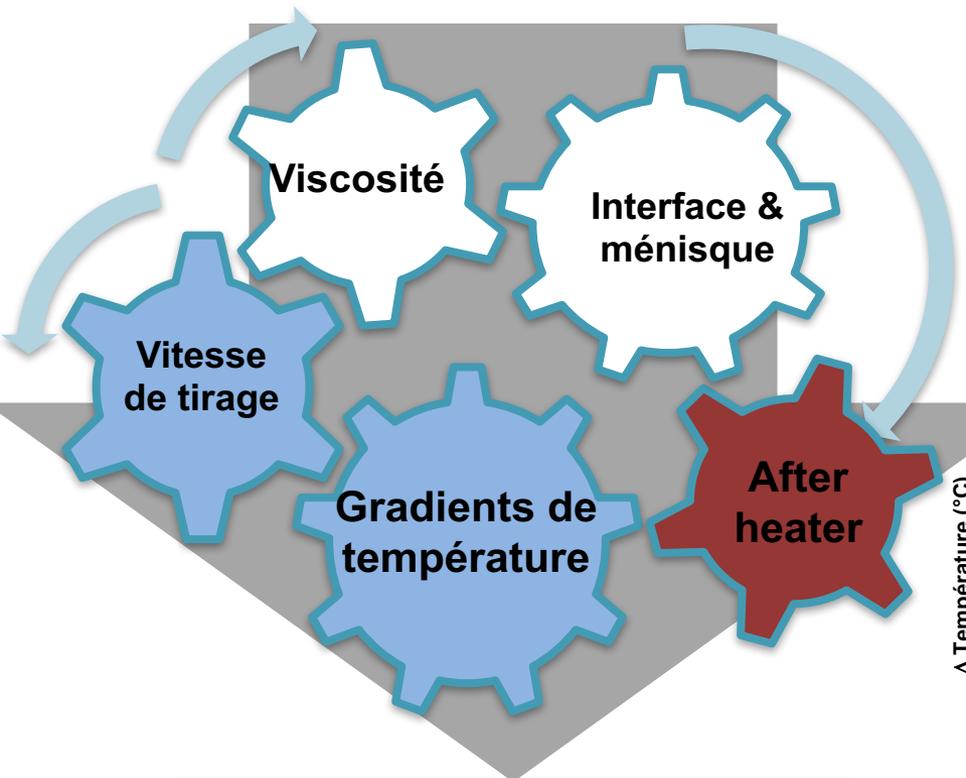


Contrôle de la forme et de l'homogénéité de la fibre



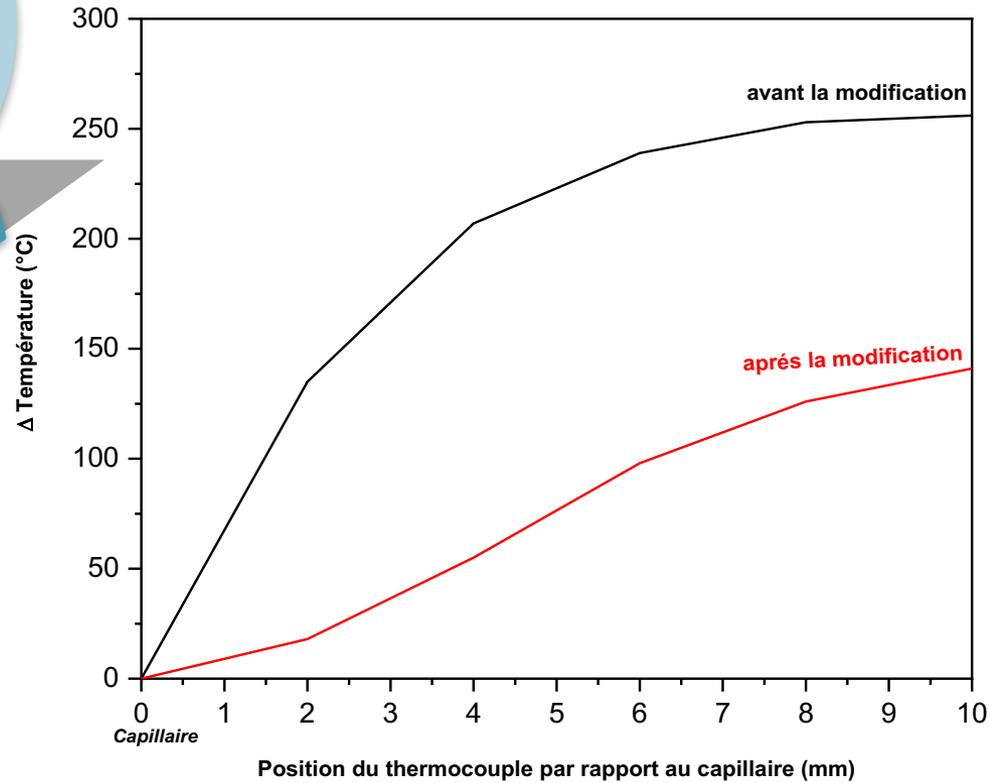
1: creuset en Pt, 2: anneau de recuit  
3: interface liquide-solide, 4: cristal en croissance

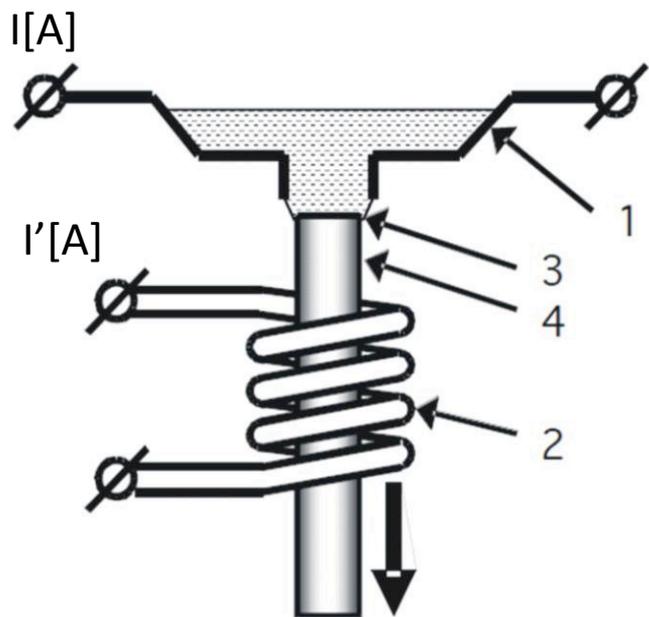
# Optimisation des paramètres de croissance



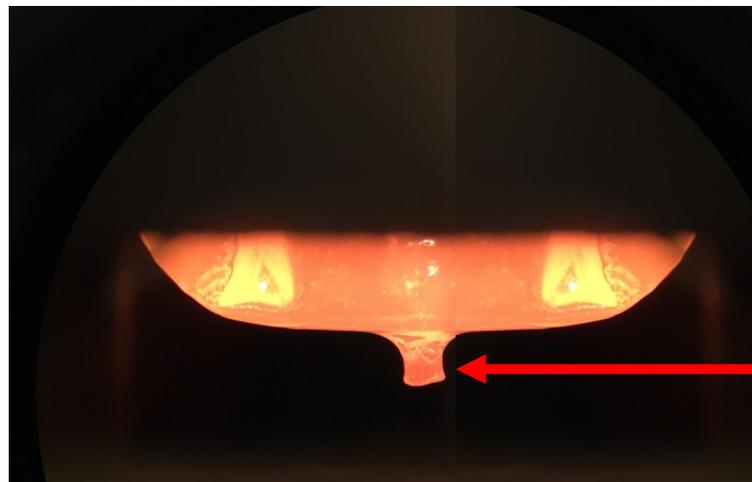
Contrôle de la forme et de l'homogénéité de la fibre

**Gradient de température**





1: creuset en Pt, 2: anneau de recuit  
 3: interface liquide-solide, 4: cristal en croissance

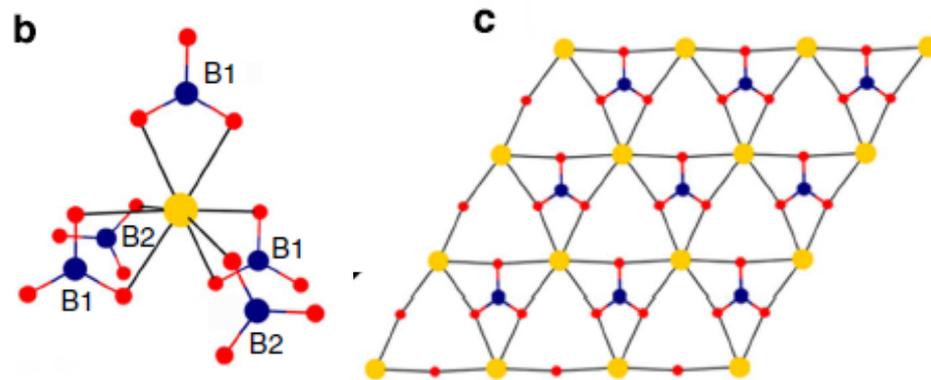
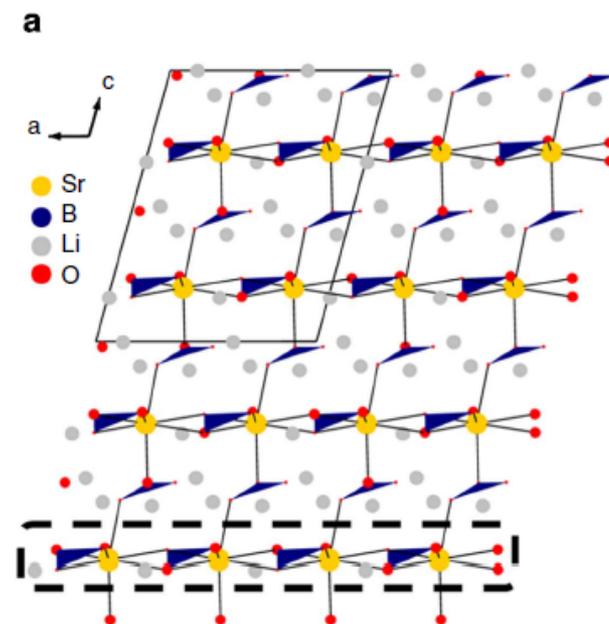


# Le borate de lithium et de strontium $\text{Li}_2\text{Sr}(\text{BO}_3)_2$

Propriétés structurales	$\text{Li}_2\text{Sr}(\text{BO}_3)_2$
Unité structurale	$[\text{BO}_3]^{3-}$
Système cristallin	Monoclinique
Groupe d'espace	$C_c$
Paramètres de maille [Å]	$a = 9.117, b = 5.239, c = 11.762, \beta = 105.22^\circ$ $Z = 4$
Hygroscopie	non
Dureté de Mohs	3.5
Température de fusion [°C]	802

## Autres caractéristiques

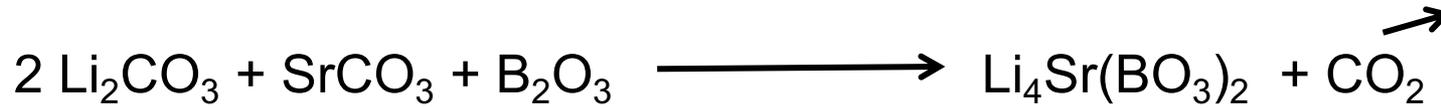
Biréfringence à 532 nm	0.056
$d_{\text{eff}}$ (1064- 532 nm) [pm.V <sup>-1</sup> ]	0.76
Domaine de transparence [nm]	190 – 1100



Zhao, Sangen, et al. *Nature communications* **5.1** :1-7 (2014).

# Synthèse de la poudre de LSB

## Synthèse à l'état solide



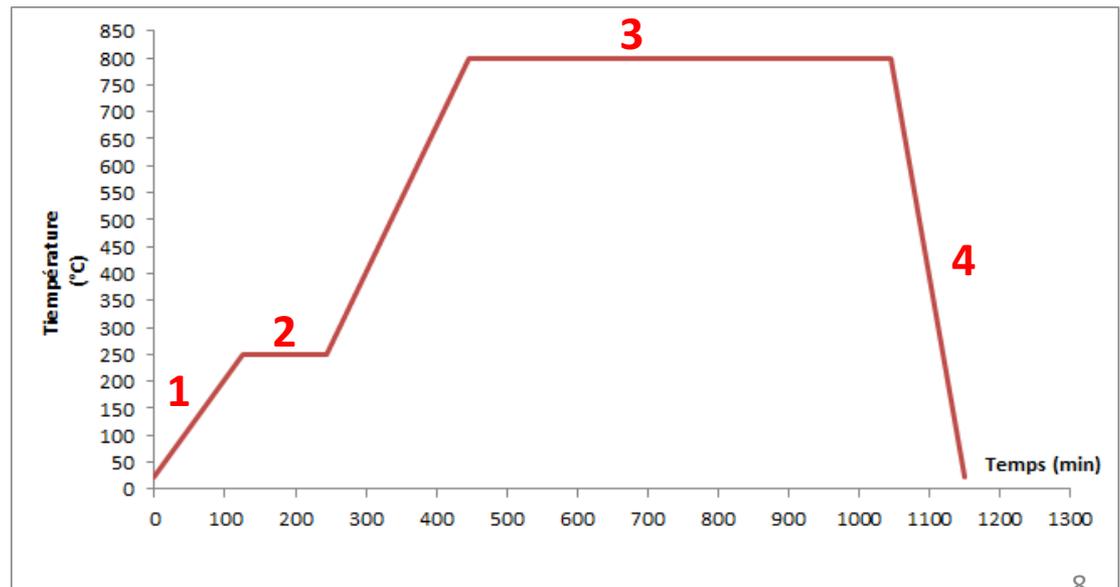
- Préparation de mélanges de compositions différentes sous forme de pastille
- La durée totale varie entre 17 h à 22 h



## Paramètres de synthèse:

- 1) Vitesse de chauffe
- 2) Temps d'élimination de H<sub>2</sub>O
- 3) Temps de réaction
- 4) Vitesse de refroidissement  
(fixe à 10°C/min)

+ Nature du creuset (Pt ou Au)



# Influence de paramètres de synthèse

## 1) Nature de creuset et température limite



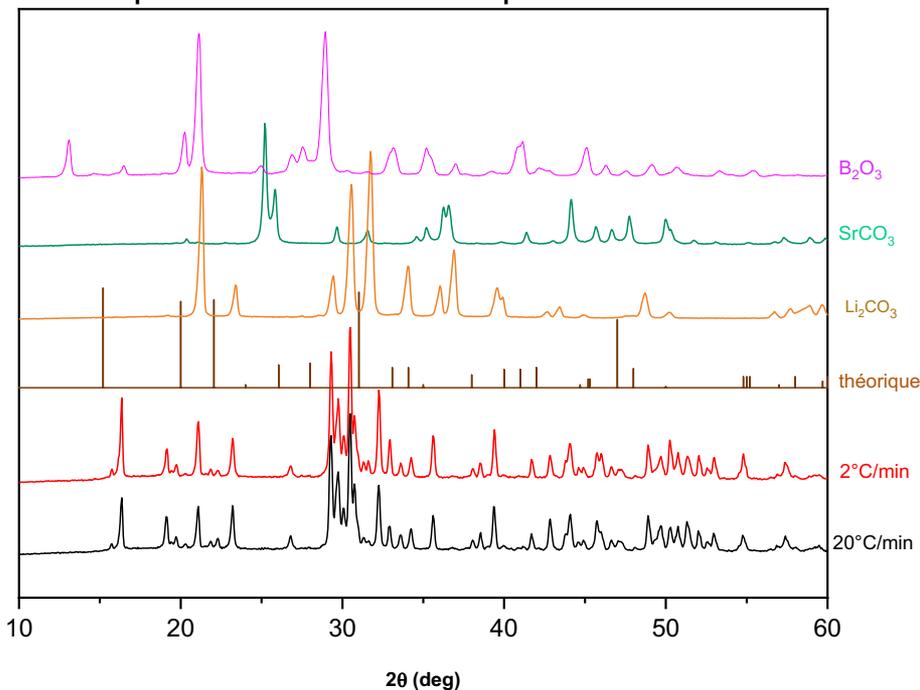
Creuset pt



Creuset Au

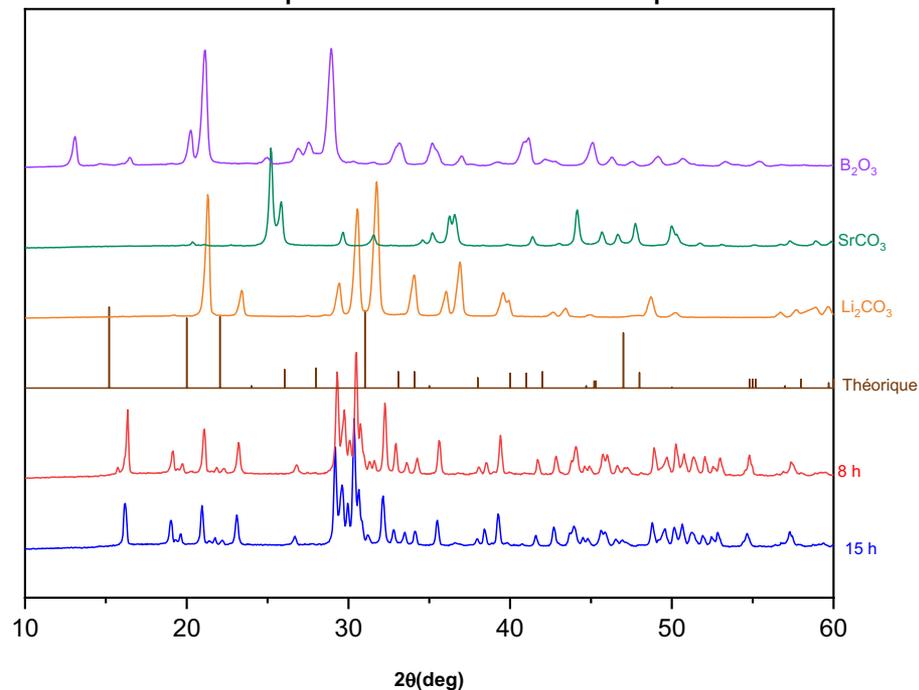
## 2) Vitesse de chauffe :

- Température : 620°C
- Temps de réaction : 8 h
- composition stœchiométrique



## 3) Temps de réaction :

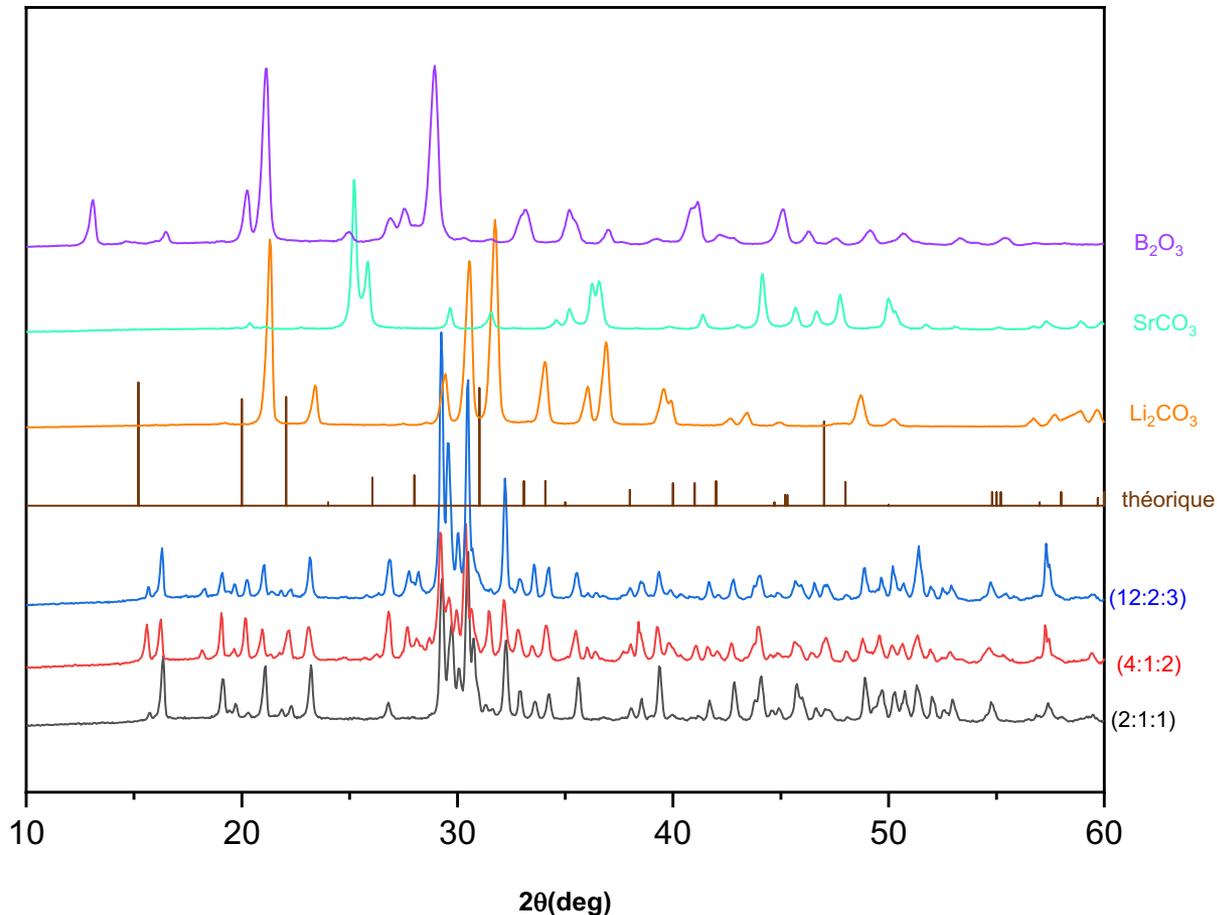
- Température : 620°C
- Vitesse de chauffe: 2°C/min
- composition stœchiométrique



# Influence de paramètres de synthèse

## 4) Composition du mélange de départ

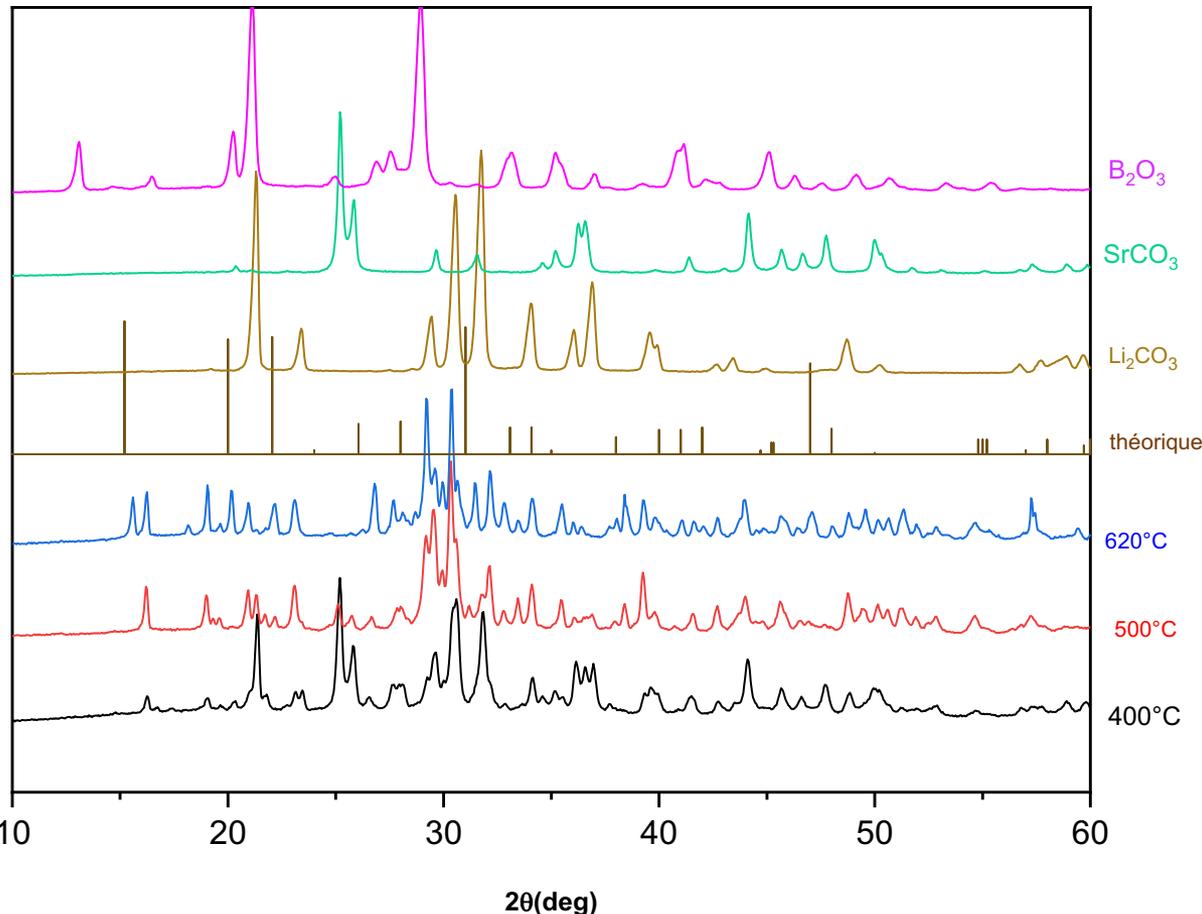
- Température : 620°C
- Vitesse de chauffe : 20°C/min
- Temps de réaction : 8 h
- Vitesse de refroidissement : 10°C/min



# Influence de paramètres de synthèse

## 4) Variation de la température ( $\geq 620^\circ\text{C}$ )

- Rapport molaire ( 12:2:3)\*
- Vitesse de chauffe :  $20^\circ\text{C}/\text{min}$
- Temps de réaction : 8 h
- Vitesse de refroidissement :  $10^\circ\text{C}/\text{min}$



### → Hypothèses :

- Formation de composé(s) intermédiaire(s)
- Formation d'une ou plusieurs autres phases

\* Zhao, Sangen, et al. *Nature communications* 5.1 :1-7 (2014).

# Conclusion et perspectives :

---

## Croissance cristalline :

1- Obtention de fibres  $\beta$ -BBO monocristallines, transparentes

## 2- Paramètres optimisés :

- Vitesse de 0,1mm/min,
- Température de croissance: 1049°C ( interface transparente avec ménisque plat)
- gradients de la température (paramètre à confirmer)

## 3- Perspectives :

- Tirage de fibres  $\beta$ -BBO selon l'accord de phase
- Tirage de  $\beta$ -BBO massif par Czochralski avec l'optimisation de gradients axiaux
  
- Mise au point de la synthèse de poudre LSB
- Tirage de fibres par  $\mu$ -PD

## Caractérisations à réaliser :

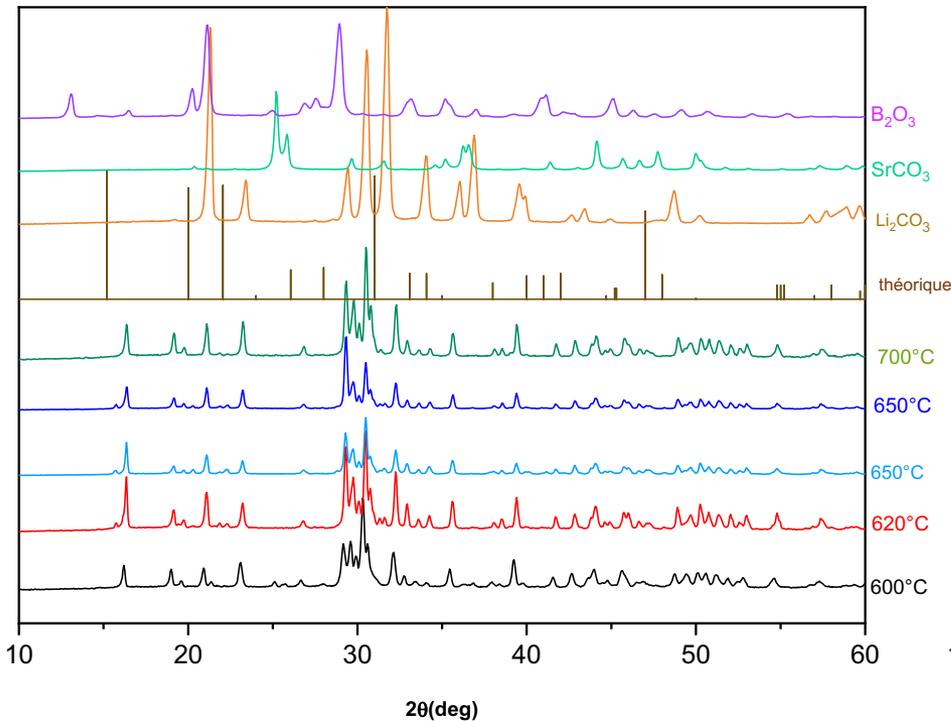
- L'absorption V-UV
- Génération seconde harmonique

**LE BONUS** : Synthèse et cristallisation de  $\text{YSrBO}_4$  !!!

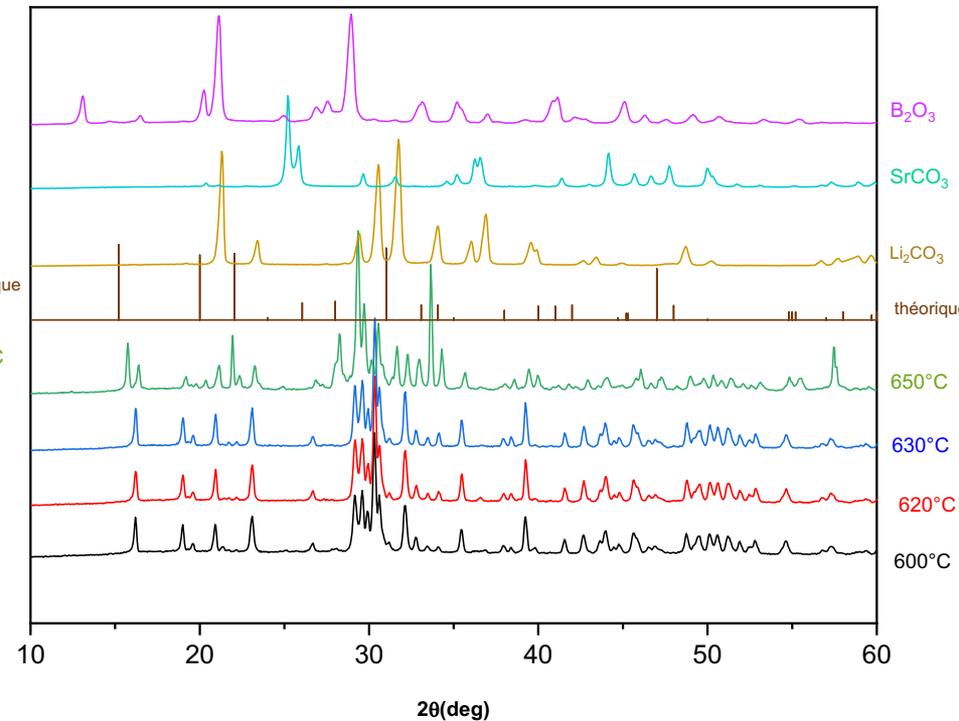
# Synthèse de la poudre de LSB

## 3) Temps de réaction

8h-2°C/min- rapport stœchiométrique



15 h-2°C/min- rapport stœchiométrique



# Synthèse de la poudre de LSB

## Synthèses réalisés

La durée totale d'une synthèse peut varier entre 17 h à 22 h

synthèse	Vitesse de chauffe	Température	Temps de réaction	Vitesse de refroidissement	Creuset	résultat
S1*	2°C/min	800 °C	10 h	10°C/min	platine	Attaque platine MF
S2	2°C/min	600	8h	10°C/min	platine	P
S3	2°C/min	700	8 h	10°C/min	platine	Evaporation Attaque platine
S4	2°C/min	650	8h	10°C/min	platine	débordement attaque platine
S5	2°C/min	600	15h	10°C/min	Or	P
S6	2°C/min	620	15h	10°C/min	Or	P
S7	2°C/min	630	15h	10°C/min	Or	MF
S8	2°C/min	620	15h	10°C/min	Or	MF
S9	20°C/min	600	8 h	10°C/min	Or	cristallisation

\* Zhao, Sangen, et al. *Nature communications* 5.1 :1-7 (2014).