



## Programme et publications JNCO

### Date: Mercredi, 04.07.2018

11:00 - 12:30	<b>O4-E: Session Orale JNCO #1</b> Président(e) de session: <b>Richard Moncorgé</b> Président(e) de session: <b>Bruno Viana</b> Matériaux et Dispositifs Laser
Amphi Le Chatelier	
17:30 - 19:00	<b>PO-01 D: Session posters JNCO #1</b>
Salle A14	

### Date: Jeudi, 05.07.2018

11:00 - 12:30	<b>O6-D: Session Orale JNCO #2</b> Président(e) de session: <b>Alain Brenier</b> Président(e) de session: <b>Diana Serrano</b> Matériaux Luminescents
Amphi Stieltjes	
16:45 - 18:45	<b>PO-02 D: Session posters JNCO #2</b>
Salle A14	

### Date: Vendredi, 06.07.2018

8:30 - 10:30	<b>O7-D: Session Orale JNCO #3</b> Président(e) de session: <b>Myriam Raybaut</b> Président(e) de session: <b>Xavier Délen</b> Matériaux pour l'Optique Non Linéaire
Amphi Stieltjes	
11:00 - 12:30	<b>O8-D: Session Orale JNCO #4</b> Président(e) de session: <b>Giuseppe Leo</b> Président(e) de session: <b>Patrice Camy</b> Micro-nano Structures
Amphi Stieltjes	

## Présentations

### O4-E: Session Orale JNCO #1

Heure: Mercredi, 04.07.2018: 11:00 - 12:30 · Salle: Amphi Le Chatelier

Président(e) de session: Richard Moncorgé

Président(e) de session: Bruno Viana

Matériaux et Dispositifs Laser

#### Introduction

##### R. Moncorgé

CIMAP-ENSICAEN, France; [richard.moncorgé@ensicaen.fr](mailto:richard.moncorgé@ensicaen.fr)

Introduction aux sessions JNCO

11:00 - 11:30

Invitée

#### Advanced Materials for Multi-Wavelength, High Power and Short Pulse Solid State Lasers

C. Kraenke<sup>1</sup>, E. Castellano-Hernández<sup>1</sup>, A. Uvarova<sup>1</sup>, P. von Brunn<sup>2</sup>, C. Paradis<sup>3</sup>, N. Modsching<sup>3</sup>, V. J. Wittwer<sup>3</sup>, T. Südmeyer<sup>3</sup>, A. M. Heuer<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Leibniz Institute for Crystal Growth, Berlin, Allemagne; <sup>2</sup>Institut für Laser-Physik, Universität Hamburg, Allemagne; <sup>3</sup>Laboratoire Temps-Fréquence, Institut de Physique, Université de Neuchâtel, Suisse; [christian.kraenke@ikz-berlin.de](mailto:christian.kraenke@ikz-berlin.de)

The design of novel crystalline laser materials with tailored properties allows for unprecedented performance in a variety of operation modes. We report on our recent research on laser materials for the visible and mid-infrared spectral range and review recent results on the generation of ultrashort pulses in the 1  $\mu\text{m}$  range.

11:30 - 11:45

#### ELABORATION ET CARACTERISATION DE CERAMIQUES TRANSPARENTES A GRADIENT DE FONCTIONNALITE POUR APPLICATIONS LASER

##### R. Boulesteix

Univ. Limoges, IRCER, France; [remy.boulesteix@unilim.fr](mailto:remy.boulesteix@unilim.fr)

L'objectif de cet article est de présenter les travaux effectués à l'IRCER sur le développement de nouvelles céramiques transparentes à applications Laser, depuis leur élaboration à partir de poudres jusqu'à leur caractérisation en banc Laser.

11:45 - 11:50

Flash-poster

#### Elaboration de céramiques transparentes dopées holmium pour applications lasers haute puissance dans l'infrarouge moyen

L. Viers<sup>1,2</sup>, R. Boulesteix<sup>1,2</sup>, A. Maître<sup>1,2</sup>, V. Jubéra<sup>3</sup>, J.-M. Heintz<sup>3</sup>, E. Cormier<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Institut de Recherche sur les Céramiques, Limoges, France; <sup>2</sup>Laboratoire des Céramiques Transparentes pour applications Lasers, Limoges, France; <sup>3</sup>Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux, Pessac, France; <sup>4</sup>Centre d'étude des Lasers Intenses et Applications, Talence, France; [lucas.viers@unilim.fr](mailto:lucas.viers@unilim.fr)

Ces travaux portent sur l'élaboration de nouveaux matériaux céramiques dopés holmium pour l'émission laser à 2,1  $\mu\text{m}$ . Les matrices de sesquioxydes de terres rares sont des matériaux prometteurs du fait de leur haute conductivité thermique. Pour élaborer ces matériaux, la synthèse par co-précipitation et le frittage flash/post-HIP sont utilisés.

11:50 - 11:55

Flash-poster

#### PLATE-FORME DE CROISSANCE DE CRISTAUX POUR L'OPTIQUE

A. Benayad, G. Brasse, J.-L. Doualan, A. Braud, V. Ménard, R. Moncorgé, P. Camy

CIMAP-ENSICAEN, France; [abdelmjid.benayad@ensicaen.fr](mailto:abdelmjid.benayad@ensicaen.fr)

Le laboratoire CIMAP développe dans le cadre du projet RIN (Réseaux d'Intérêts Normands) "CristO" une plate-forme dédiée à la croissance de cristaux pour l'optique. Il s'agit de développer une **Plate-forme de Cristallogénèse Normande**, pour une recherche d'excellence et de renforcer les collaborations et la visibilité internationale.

11:55 - 12:00

Flash-poster

#### SIMULATION DE L'EMISSION LASER LARGE-BANDE A 3.7 $\mu\text{m}$ DE CAF<sub>2</sub>:ER EN POMPAGE SIMPLE OU PAR ETAPES

S. Luo<sup>2</sup>, R. Souillard<sup>1</sup>, R. Moncorgé<sup>1</sup>, C. Labbé<sup>1</sup>, J.-L. Doualan<sup>1</sup>, H. Xu<sup>2</sup>, Z. Cai<sup>2</sup>, A. Braud<sup>1</sup>, P. Camy<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Université de Caen, France; <sup>2</sup>Xiamen university, Chine; [richard.moncorgé@ensicaen.fr](mailto:richard.moncorgé@ensicaen.fr)

Sur la base d'une étude spectroscopique détaillée incluant des mesures de fluorescence et d'absorption dans l'état excité, une simulation est développée pour démontrer le fonctionnement laser CW multi-watt d'un guide d'onde cristallin CaF<sub>2</sub>:Er en utilisant un pompage diode à une ou deux longueurs d'onde.

**12:00 - 12:05**

*Flash-poster*

### **Microlaser Tm3+:YAP A 2 $\mu\text{m}$ à spectre fin déclenché activement**

**Q. Berthomé<sup>1,2</sup>, A. Grisard<sup>3</sup>, E. Lallier<sup>3</sup>, B. Faure<sup>2</sup>, G. Souhaité<sup>2</sup>, J.-M. Melkonian<sup>1</sup>, A. Godard<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>ONERA, France; <sup>2</sup>Teem Photonics, France; <sup>3</sup>Thales Research & Technology, France; [quentin.berthome@onera.fr](mailto:quentin.berthome@onera.fr)

Dans la continuité du développement précédent d'un laser monomode longitudinal à déclenchement passif, nous présentons ici les premiers résultats de développement d'un laser à déclenchement actif qui a permis d'obtenir des impulsions de 330  $\mu\text{J}$  pour une durée de 40 ns à une fréquence de 1 kHz avec un spectre de 0,5 nm de large.

**12:05 - 12:10**

*Flash-poster*

### **Revealing modes from controlling an off-optical axis conical diffraction laser**

**A. Brenier**

Université Claude Bernard Lyon 1, France; [alain.brenier@univ-lyon1.fr](mailto:alain.brenier@univ-lyon1.fr)

Thanks to controlling the off-optical axis propagation in the  $\text{KGd}(\text{WO}_4)_2:\text{Nd}$  biaxial laser crystal, we exhibit remarkable crescent laser modes due to the conical diffraction and mode switching. We reveal as optical singularities the propagation directions of abrupt change of the emission polarization. A theoretical model is provided.

**12:10 - 12:15**

*Flash-poster*

### **Nouveaux concepts de sources lasers et paramétriques pour lidar à absorption différentielle**

**T. Hamoudi**

ONERA, France; [thomas.hamoudi@onera.fr](mailto:thomas.hamoudi@onera.fr)

Nous nous intéressons à l'étude d'accord en longueur d'onde d'un oscillateur paramétrique optique (OPO) par l'accord en longueur d'onde de la pompe pour des applications lidar.

*Flash-poster*

### **SOURCE INTEGREE DIODE-OPO BASEE SUR UN COUPLEUR VERTICAL**

**A. Bernard<sup>1</sup>, M. Krakowski<sup>2</sup>, J.-M. Gérard<sup>3</sup>, G. Leo<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>MPQ, France; <sup>2</sup>III-V Lab, France; <sup>3</sup>INAC-CEA, France; [giuseppe.leo@univ-paris-diderot.fr](mailto:giuseppe.leo@univ-paris-diderot.fr)

Nous proposons une source accordable dans le proche IR, constituée d'une diode laser couplée verticalement à un guide d'onde sous-jacent. Le guide d'onde enterré permettant un accord de phase modal, le faisceau laser sert de pompe à un processus de conversion de fréquence paramétrique. Nous estimons un seuil d'OPO et les tolérances de fabrication.

## PO-01 D: Session posters JNCO #1

Heure: Mercredi, 04.07.2018: 17:30 - 19:00 · Salle: Salle A14

### P018 Propriétés optiques et magnétiques des cations Sm<sup>3+</sup> et Eu<sup>3+</sup> dans la solution solide Li<sub>6</sub>Eu<sub>1-x</sub>Sm<sub>x</sub>(BO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>

**M. Velazquez<sup>1</sup>, R. Belhoucif<sup>2,3</sup>, J.-B. Sand<sup>1</sup>, O. Plantevin<sup>4</sup>, P. Aschehoug<sup>5</sup>, P. Goldner<sup>5</sup>, G. Christian<sup>4</sup>**

<sup>1</sup>ICMCB UMR 5026 CNRS-Univ. Bordeaux-Bordeaux INP, France; <sup>2</sup>Faculté de Physique, Laboratoire d'Electronique Quantique, USTHB, BP 32 El alia, 16111, Bab Ezzouar, Alger, Algeria; <sup>3</sup>Faculté des Sciences, Département de Physique, UMBB, Route de la Gare Ferroviaire, 35000, Boumerdes, Algeria; <sup>4</sup>CSNSM UMR 8609, CNRS-Université d'Orsay, Bat. 108, 91405, Orsay Campus, France; <sup>5</sup>PSL Research University, Chimie ParisTech -CNRS, Institut de Recherche de Chimie Paris, 75005 Paris, France; [matias.velazquez@icmcb.cnrs.fr](mailto:matias.velazquez@icmcb.cnrs.fr)

Une série de poudres dans la nouvelle solution solide Li<sub>6</sub>Eu<sub>1-x</sub>Sm<sub>x</sub>(BO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> (x=0.35, 0.5, 0.6, 1) a été synthétisée par réaction à l'état solide, caractérisée, et leur luminescence a été étudiée. De plus, un monocristal de taille centimétrique a été obtenu par la méthode Czochralski à partir d'une charge de composition initiale Li<sub>6</sub>Eu<sub>0.65</sub>Sm<sub>0.35</sub>(BO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.

### P021 Production de Lumière Blanche à l'aide de Diode Laser

**A. Czesnakowska<sup>1</sup>, G. Ledru<sup>1</sup>, B. Glorieux<sup>2</sup>, G. Zisis<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Laplace laboratoire, France; <sup>2</sup>ICMCB - CNRS, France; [czesnakowska@laplace.univ-tlse.fr](mailto:czesnakowska@laplace.univ-tlse.fr)

Dans cette étude une diode laser a été couplée à différents luminophores pour produire de la lumière blanche. Dans un premier temps nous avons choisi une diode laser bleue (450 nm) associée à un luminophore jaune (YAG), puis le même luminophore mélangé à un autre rouge (GYAG).

### P012 SIMULATION DE L'EMISSION LASER LARGE-BANDE A 3.7µm DE CAF<sub>2</sub>:ER EN POMPAGE SIMPLE OU PAR ETAPES

**S. Luo<sup>2</sup>, R. Soulard<sup>1</sup>, R. Moncorge<sup>1</sup>, C. Labbé<sup>1</sup>, J.-L. Doualan<sup>1</sup>, H. Xu<sup>2</sup>, Z. Cai<sup>2</sup>, A. Braud<sup>1</sup>, P. Camy<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Université de Caen, France; <sup>2</sup>Xiamen university, Chine; [richard.moncorge@ensicaen.fr](mailto:richard.moncorge@ensicaen.fr)

Sur la base d'une étude spectroscopique détaillée incluant des mesures de fluorescence et d'absorption dans l'état excité, une simulation est développée pour démontrer le fonctionnement laser CW multi-watt d'un guide d'onde cristallin CaF<sub>2</sub>:Er en utilisant un pompage diode à une ou deux longueurs d'onde.

### P016 SOURCE INTEGREE DIODE-OPO BASEE SUR UN COUPLEUR VERTICAL

**A. Bernard<sup>1</sup>, M. Krakowski<sup>2</sup>, J.-M. Gérard<sup>3</sup>, G. Leo<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>MPQ, France; <sup>2</sup>III-V Lab, France; <sup>3</sup>INAC-CEA, France; [giuseppe.leo@univ-paris-diderot.fr](mailto:giuseppe.leo@univ-paris-diderot.fr)

Nous proposons une source accordable dans le proche IR, constituée d'une diode laser couplée verticalement à un guide d'onde sous-jacent. Le guide d'onde enterré permettant un accord de phase modal, le faisceau laser sert de pompe à un processus de conversion de fréquence paramétrique. Nous estimons un seuil d'OPO et les tolérances de fabrication.

### P014 Revealing modes from controlling an off-optical axis conical diffraction laser

**A. Brenier**

Université Claude Bernard Lyon 1, France; [alain.brenier@univ-lyon1.fr](mailto:alain.brenier@univ-lyon1.fr)

Thanks to controlling the off-optical axis propagation in the KGd(WO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>:Nd biaxial laser crystal, we exhibit remarkable crescent laser modes due to the conical diffraction and mode switching. We reveal as optical singularities the propagation directions of abrupt change of the emission polarization. A theoretical model is provided.

### P019 Croissance de cristaux piézoélectriques de α-GeO<sub>2</sub> : un cristal prometteur pour l'optique non linéaire ?

**A. Pena Revellez, F. Guo, J. Debray, P. Segonds, B. Boulanger, B. Ménaert**

Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, Institut Néel, France; [alexandra.pena@neel.cnrs.fr](mailto:alexandra.pena@neel.cnrs.fr)

Des monocristaux de α-GeO<sub>2</sub> ont été obtenues par croissance en solution à haute température dans les systèmes GeO<sub>2</sub>-K<sub>2</sub>Mo<sub>4</sub>O<sub>13</sub> et GeO<sub>2</sub>-K<sub>2</sub>Mo<sub>4</sub>O<sub>13</sub>-K<sub>6</sub>P<sub>4</sub>O<sub>13</sub>. Ce dernier, ne présentant pas une dérive compositionnelle de la solution pendant la croissance, est le plus utilisé. Une lame orientée à θ=70° a donné un accord de phase par SHG de type I à λ<sub>w</sub>=1.3 µm.

### P015 Nouveaux concepts de sources lasers et paramétriques pour lidar à absorption différentielle

**T. Hamoudi**

ONERA, France; [thomas.hamoudi@onera.fr](mailto:thomas.hamoudi@onera.fr)

Nous nous intéressons à l'étude d'accord en longueur d'onde d'un oscillateur paramétrique optique (OPO) par l'accord en longueur d'onde de la pompe pour des applications lidar.

### P013 Microlaser Tm<sup>3+</sup>:YAP A 2 µm à spectre fin déclenché activement

**Q. Berthomé<sup>1,2</sup>, A. Grisard<sup>3</sup>, E. Lallier<sup>3</sup>, B. Faure<sup>2</sup>, G. Souhaité<sup>2</sup>, J.-M. Melkonian<sup>1</sup>, A. Godard<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>ONERA, France; <sup>2</sup>Teem Photonics, France; <sup>3</sup>Thales Research & Technology, France; [quentin.berthome@onera.fr](mailto:quentin.berthome@onera.fr)

Dans la continuité du développement précédent d'un laser monomode longitudinal à déclenchement passif, nous présentons ici les premiers résultats de développement d'un laser à déclenchement actif qui a permis d'obtenir des impulsions de 330  $\mu\text{J}$  pour une durée de 40 ns à une fréquence de 1 kHz avec un spectre de 0,5 nm de large.

### **P010 Elaboration de céramiques transparentes dopées holmium pour applications lasers haute puissance dans l'infrarouge moyen**

**L. Viers<sup>1,2</sup>, R. Boulesteix<sup>1,2</sup>, A. Maître<sup>1,2</sup>, V. Jubéra<sup>3</sup>, J.-M. Heintz<sup>3</sup>, E. Cormier<sup>4</sup>**

<sup>1</sup>Institut de Recherche sur les Céramiques, Limoges, France; <sup>2</sup>Laboratoire des Céramiques Transparentes pour applications Lasers, Limoges, France; <sup>3</sup>Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux, Pessac, France; <sup>4</sup>Centre d'étude des Lasers Intenses et Applications, Talence, France; [lucas.viers@unilim.fr](mailto:lucas.viers@unilim.fr)

Ces travaux portent sur l'élaboration de nouveaux matériaux céramiques dopés holmium pour l'émission laser à 2,1  $\mu\text{m}$ . Les matrices de sesquioxydes de terres rares sont des matériaux prometteurs du fait de leur haute conductivité thermique. Pour élaborer ces matériaux, la synthèse par co-précipitation et le frittage flash/post-HIP sont utilisés.

### **P011 PLATE-FORME DE CROISSANCE DE CRISTAUX POUR L'OPTIQUE**

**A. Benayad, G. Brasse, J.-L. Doualan, A. Braud, V. Ménard, R. Moncorgé, P. Camy**

CIMAP-ENSICAEN, France; [abdelmjid.benayad@ensicaen.fr](mailto:abdelmjid.benayad@ensicaen.fr)

Le laboratoire CIMAP développe dans le cadre du projet RIN (Réseaux d'Intérêts Normands) "CristO" une plate-forme dédiée à la croissance de cristaux pour l'optique. Il s'agit de développer une **Plate-forme de Cristallogenèse Normande**, pour une recherche d'excellence et de renforcer les collaborations et la visibilité internationale.

### **P017 LUMINESCENT DETECTION OF SPIN-CROSSOVER IN NANOMETRIC THIN FILMS**

**A.-C. Bas<sup>1,2</sup>, L. Routaboul<sup>1</sup>, G. Molnar<sup>1</sup>, S. Rat<sup>1</sup>, L. Salmon<sup>1</sup>, A. Bousseksou<sup>1</sup>, C. Thibault<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>LCC-CNRS, France; <sup>2</sup>LAAS-CNRS, France; [alin.bas@lcc-toulouse.fr](mailto:alin.bas@lcc-toulouse.fr)

We report the preparation of high-quality bilayer thin films of  $\text{Ir}(\text{ppy})_3$  complex, (1) and the spin-crossover complex  $[\text{Fe}(\text{HB}(\text{tz})_3)_2]$  (2). Switching the spin state of iron ions from the high spin to the low spin state leads to reversible drop of ca. 70% of the luminescence intensity while the luminescence lifetime remains unchanged.

### **P022 Topologies d'Alimentations pour OLEDs.**

**P. Dupuis, L. Canale, A. Alchaddoud, G. Zissis**

Université P. Sabatier, France; [dupuis@laplace.univ-tlse.fr](mailto:dupuis@laplace.univ-tlse.fr)

Les OLED ont longtemps été cantonnés à un rôle d'éclairage d'appoint. Avec l'apparition de systèmes à flux plus important, des applications éclairagistes sont à présent disponibles. Nous donnerons un modèle électrique d'OLEDs et nous comparerons les topologies d'alimentation mentionnées dans la littérature ainsi que leurs principales propriétés.

### **P020 GRAVURE CHIMIQUE DE NANOPARTICULES DOPEES TERRES RARES POUR LES TECHNOLOGIES QUANTIQUES**

**S. Liu<sup>1</sup>, A. Fossati<sup>1</sup>, D. Serrano<sup>1</sup>, A. Tallaire<sup>1</sup>, A. Ferrier<sup>1,2</sup>, P. Goldner<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>IRCP, France; <sup>2</sup>Sorbonne Université, France; [diana.serrano@chimieparistech.psl.eu](mailto:diana.serrano@chimieparistech.psl.eu)

Gravure humide de nanoparticules d' $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$  : impact de la durée et la température de gravure sur la taille des objets ainsi que les propriétés optiques des nanoparticules après gravure. Nous démontrons qu'une réduction de taille contrôlée peut être réalisée par cette approche tout en conservant la durée de vie de cohérence optique.

## O6-D: Session Orale JNCO #2

Heure: Jeudi, 05.07.2018: 11:00 - 12:30 · Salle: Amphi Stieltjes

Président(e) de session: Alain Brenier

Président(e) de session: Diana Serrano

Matériaux Luminescents

11:00 - 11:15

### ELABORATION ET CARACTERISATIONS DE NANO-CRISTAUX PERSISTANTS

**V. Castaing<sup>1</sup>, A. Sontakke<sup>1</sup>, A. J. Fernández Carrión<sup>2</sup>, M. Allix<sup>2</sup>, B. Viana<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Chimie ParisTech, PSL Research University, CNRS, Institut de Recherche de Chimie Paris (IRCP); <sup>2</sup>CNRS, CEMHTI UPR3079, Université d'Orléans; [victor.castaing@chimieparistech.psl.eu](mailto:victor.castaing@chimieparistech.psl.eu)

Dans cette étude, l'élaboration de nano-cristaux de  $ZnGa_2O_4:Cr^{3+}$  par voie vitrocéramique est présentée. La morphologie des nano-objets obtenus ainsi que les propriétés de luminescence persistante des matériaux sont ensuite exposés puis discutés.

11:15 - 11:30

### YB :Y2SIO5 : UN NOUVEAU SYSTEME POUR LES TECHNOLOGIES QUANTIQUES

**S. Welinski<sup>1</sup>, A. Ferrier<sup>1,2</sup>, A. Tiranov<sup>3</sup>, A. Ortu<sup>3</sup>, H.-J. Lim<sup>4</sup>, N. Gisin<sup>4</sup>, J. J. Morton<sup>3</sup>, M. Afzelius<sup>4</sup>, P. Goldner<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Chimie ParisTech, Université PSL, CNRS, Institut de Recherche de Chimie Paris, 75005 Paris, France; <sup>2</sup>Sorbonne Université, Faculté des Sciences et Ingénierie, UFR 933, F-75005 Paris, France; <sup>3</sup>Groupe de Physique Appliquée, Université de Genève, CH-1211 Genève, Switzerland; <sup>4</sup>London Centre for Nanotechnology, University College London, London WC1H 0AH, United Kingdom; [alban.ferrier@chimieparistech.psl.eu](mailto:alban.ferrier@chimieparistech.psl.eu)

Les ions de terre rares insérés dans une matrice solide inorganique apparaissent comme des systèmes prometteurs pour les technologies quantiques. Nous présenterons les derniers obtenus sur le composé  $Yb:Y_2SiO_5$ . Ce composé présente une faible largeur inhomogène, une force d'oscillateur importante associées à de long temps de cohérence optique et de spin.

11:30 - 11:45

### NOUVEAUX LUMINOPHORES HYBRIDES (a-YAB/MOLECULES ORGANIQUES) POUR LED BLANCHES

**A. Sontakke, M. Salaun, I. Gautier-Luneau, A. Ferrier, V. Maurel, J.-M. Mouesca, M. Bardet, A. Ibanez, B. Viana**

IRCP Chimie-Paristech, France; [bruno.viana@chimie-paristech.fr](mailto:bruno.viana@chimie-paristech.fr)

Nous avons récemment développé des luminophores en poudre d'yttrium-alumino-borate amorphe, qui présentent une émission dans le blanc sous l'effet d'une excitation UV, émission liée à des molécules carbonées dans la matrice inorganique. Ceci ouvre la voie à l'utilisation de luminophores sans terres rares coûteuses.

11:45 - 12:00

### Conversion de fréquence de 3,4µm à 660nm dans des matériaux dopés terres rares pour la détection tout optique du Méthane

**I. Hafienne, A. Braud, P. Camy**

CIMAP, France; [imen.hafienne@ensicaen.fr](mailto:imen.hafienne@ensicaen.fr)

Ce travail fait partie d'un programme de développement de détecteurs tout-optique de méthane basés sur des matrices dopées  $TR^{3+}$  pour sonder l'absorption IR du gaz. Un premier prototype de capteur de  $CO_2$  a déjà été développé au CIMAP. Nous présentons une étude en cours pour le développement d'un capteur de  $CH_4$  basé sur la conversion de fréquence.

12:00 - 12:05

Flash-poster

### LUMINESCENT DETECTION OF SPIN-CROSSOVER IN NANOMETRIC THIN FILMS

**A.-C. Bas<sup>1,2</sup>, L. Routaboul<sup>1</sup>, G. Molnar<sup>1</sup>, S. Rat<sup>1</sup>, L. Salmon<sup>1</sup>, A. Bousseksou<sup>1</sup>, C. Thibault<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>LCC-CNRS, France; <sup>2</sup>LAAS-CNRS, France; [alin.bas@lcc-toulouse.fr](mailto:alin.bas@lcc-toulouse.fr)

We report the preparation of high-quality bilayer thin films of  $Ir(ppp)_3$  complex, (1) and the spin-crossover complex  $[Fe(HB(tz)_3)_2]$  (2). Switching the spin state of iron ions from the high spin to the low spin state leads to reversible drop of ca. 70% of the luminescence intensity while the luminescence lifetime remains unchanged.

12:05 - 12:10

Flash-poster

### Propriétés optiques et magnétiques des cations $Sm^{3+}$ et $Eu^{3+}$ dans la solution solide $Li_6Eu_{1-x}Sm_x(BO_3)_3$

**M. Velazquez<sup>1</sup>, R. Belhoucif<sup>2,3</sup>, J.-B. Sand<sup>1</sup>, O. Plantevin<sup>4</sup>, P. Aschehoug<sup>5</sup>, P. Goldner<sup>5</sup>, G. Christian<sup>4</sup>**

<sup>1</sup>ICMBC UMR 5026 CNRS-Univ. Bordeaux-Bordeaux INP, France; <sup>2</sup>Faculté de Physique, Laboratoire d'Electronique Quantique, USTHB, BP 32 El alia, 16111, Bab Ezzouar, Alger, Algeria; <sup>3</sup>Faculté des Sciences, Département de Physique, UMBB, Route de la Gare Ferroviaire, 35000, Boumerdes, Algeria; <sup>4</sup>CSNSM UMR 8609, CNRS-Université d'Orsay, Bat. 108, 91405, Orsay Campus, France; <sup>5</sup>PSL Research University, Chimie ParisTech -CNRS, Institut de Recherche de Chimie Paris, 75005 Paris, France; [matias.velazquez@icmcb.cnrs.fr](mailto:matias.velazquez@icmcb.cnrs.fr)

Une série de poudres dans la nouvelle solution solide  $Li_6Eu_{1-x}Sm_x(BO_3)_3$  ( $x=0.35, 0.5, 0.6, 1$ ) a été synthétisée par réaction à l'état solide, caractérisée, et leur luminescence a été étudiée. De plus, un monocristal de taille centimétrique a été obtenu par la méthode Czochralski à partir d'une charge de composition initiale  $Li_6Eu_{0.65}Sm_{0.35}(BO_3)_3$ .

**12:10 - 12:15**

*Flash-poster*

### **Croissance de cristaux piézoélectriques de $\alpha$ -GeO<sub>2</sub> : un cristal prometteur pour l'optique non linéaire ?**

**A. Pena Revellez, F. Guo, J. Debray, P. Segonds, B. Boulanger, B. Ménaert**

Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, Institut Néel, France; [alexandra.pena@neel.cnrs.fr](mailto:alexandra.pena@neel.cnrs.fr)

Des monocristaux de  $\alpha$ -GeO<sub>2</sub> ont été obtenus par croissance en solution à haute température dans les systèmes GeO<sub>2</sub>-K<sub>2</sub>Mo<sub>4</sub>O<sub>13</sub> et GeO<sub>2</sub>-K<sub>2</sub>Mo<sub>4</sub>O<sub>13</sub>-K<sub>6</sub>P<sub>4</sub>O<sub>13</sub>. Ce dernier, ne présentant pas une dérive compositionnelle de la solution pendant la croissance, est le plus utilisé. Une lame orientée à  $\theta=70^\circ$  a donné un accord de phase par SHG de type I à  $\lambda_w=1.3 \mu\text{m}$ .

**12:15 - 12:20**

*Flash-poster*

### **GRAVURE CHIMIQUE DE NANOPARTICULES DOPEES TERRES RARES POUR LES TECHNOLOGIES QUANTIQUES**

**S. Liu<sup>1</sup>, A. Fossati<sup>1</sup>, D. Serrano<sup>1</sup>, A. Tallaire<sup>1</sup>, A. Ferrier<sup>1,2</sup>, P. Goldner<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>IRCP, France; <sup>2</sup>Sorbonne Université, France; [diana.serrano@chimieparistech.psl.eu](mailto:diana.serrano@chimieparistech.psl.eu)

Gravure humide de nanoparticules d'Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Eu<sup>3+</sup> : impact de la durée et la température de gravure sur la taille des objets ainsi que les propriétés optiques des nanoparticules après gravure. Nous démontrons qu'une réduction de taille contrôlée peut être réalisée par cette approche tout en conservant la durée de vie de cohérence optique.

**12:20 - 12:25**

*Flash-poster*

### **Production de Lumière Blanche à l'aide de Diode Laser**

**A. Czesnakowska<sup>1</sup>, G. Ledru<sup>1</sup>, B. Glorieux<sup>2</sup>, G. Zissis<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Laplace laboratoire, France; <sup>2</sup>ICMCB - CNRS, France; [czesnakowska@laplace.univ-tlse.fr](mailto:czesnakowska@laplace.univ-tlse.fr)

Dans cette étude une diode laser a été couplée à différents luminophores pour produire de la lumière blanche. Dans un premier temps nous avons choisi une diode laser bleue (450 nm) associée à un luminophore jaune (YAG), puis le même luminophore mélangé à un autre rouge (GYAG).

**12:25 - 12:30**

*Flash-poster*

### **Topologies d'Alimentations pour OLEDs.**

**P. Dupuis, L. Canale, A. Alchaddoud, G. Zissis**

Université P. Sabatier, France; [dupuis@laplace.univ-tlse.fr](mailto:dupuis@laplace.univ-tlse.fr)

Les OLED ont longtemps été cantonnés à un rôle d'éclairage d'appoint. Avec l'apparition de systèmes à flux plus important, des applications éclairagistes sont à présent disponibles. Nous donnerons un modèle électrique d'OLEDs et nous comparerons les topologies d'alimentation mentionnées dans la littérature ainsi que leurs principales propriétés.

## O7-D: Session Orale JNCO #3

Heure: Vendredi, 06.07.2018: 8:30 - 10:30 · Salle: Amphi Stieltjes

Président(e) de session: Myriam Raybaut

Président(e) de session: Xavier Délen

Matériaux pour l'Optique Non Linéaire

8:30 - 9:00

Invitée

### INTERACTIONS NON-LINÉAIRES EN RÉGIME FEMTOSECONDE DANS LE LANGATATE LGTO : CARACTERISATION D'UN NOUVEAU CRISTAL POUR LE MOYEN-INFRA ROUGE

**J.-C. Delagnes<sup>1</sup>, E. Boursier<sup>1,2</sup>, G. M. Archipovaite<sup>1</sup>, S. Petit<sup>1</sup>, G. Ernotte<sup>3</sup>, P. Lassonde<sup>3</sup>, Y. Petit<sup>1,4</sup>, J. Debray<sup>2</sup>, P. Segonds<sup>2</sup>, B. Boulanger<sup>2</sup>, F. Légaré<sup>3</sup>, D. Roshchupkin<sup>5</sup>, E. Cormier<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>CELIA, Université de Bordeaux – CNRS – CEA, France; <sup>2</sup>Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, Institut Néel, France; <sup>3</sup>INRS, INF, ALLS, Canada; <sup>4</sup>ICMCB, Université de Bordeaux, CNRS, France; <sup>5</sup>Institute of Microelectronics Technology, Russian Academy of Sciences, Russie; [jean-christophe.delagnes@u-bordeaux.fr](mailto:jean-christophe.delagnes@u-bordeaux.fr)

Nous présentons une étude expérimentale sur le nouveau cristal de  $\text{La}_3\text{Ga}_5\text{Ta}_{0.5}\text{O}_{14}$  (LGTO) en régime femtoseconde. Nous avons mesuré une large accordabilité de 1,4 à 4,7  $\mu\text{m}$ . L'indice non-linéaire et le seuil de dommage ont été déterminés afin d'évaluer le potentiel du LGTO pour la production d'impulsions femtoseconde dans le moyen infrarouge.

9:00 - 9:15

### ZnGa<sub>2</sub>Se<sub>4</sub> : matériau prometteur pour l'infrarouge à bonnes propriétés thermomécaniques

**V. F. Tabouret<sup>1</sup>, B. Viana<sup>2</sup>, J. Petit<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Onera, France; <sup>2</sup>CNRS-IRCP, France; [vincent.tabouret@onera.fr](mailto:vincent.tabouret@onera.fr)

Nous présentons dans cet article un nouveau cristal : le  $\text{ZnGa}_2\text{Se}_4$ , montrant un fort potentiel pour les applications laser non linéaire dans l'infrarouge. Ce composé présente en effet une large gamme de transparence, une conductivité thermique élevée et un faible coefficient de dilatation thermique.

9:15 - 9:30

### VALEUR ET SIGNE RELATIF DES COEFFICIENTS NON LINEAIRES DE BGSE

**F. Guo<sup>1</sup>, P. Segonds<sup>1</sup>, E. Boursier<sup>1</sup>, J. Debray<sup>1</sup>, V. Badikov<sup>2</sup>, V. Panyutin<sup>3</sup>, D. Badikov<sup>2</sup>, V. Petrov<sup>3</sup>, B. Boulanger<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, Institut Néel, 38000 Grenoble, France; <sup>2</sup>High Technologies Laboratory, Kuban State University, 350040 Krasnodar, Russia; <sup>3</sup>Max-Born-Inst. for Nonlinear Optics & Ultrafast Spectroscopy, 12489 Berlin, Germany; [patricia.segonds@neel.cnrs.fr](mailto:patricia.segonds@neel.cnrs.fr)

Nous présentons la valeur et le signe relatif des coefficients non linéaires du cristal BGSe. Nous avons mesuré la variation du rendement de conversion pour la SHG, en fonction de la longueur d'onde fondamentale. Nous avons travaillé hors accord de phase dans des lames immobiles et le long de courbes d'accord de phase dans une sphère en rotation.

9:30 - 9:45

### Conversion de fréquence du cristal autodoubleur Nd:YSB

**A. Maillard<sup>1</sup>, R. Maillard<sup>1</sup>, A. Kokh<sup>2</sup>, C. Jobard<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Laboratoire Matériaux Optiques, Photonique et Systèmes, Université de Lorraine Centrale-Supelec, Metz, France; <sup>2</sup>Sobolev Institute of Geology and Mineralogy, Novosibirsk, Russie; [alain.maillard@univ-lorraine.fr](mailto:alain.maillard@univ-lorraine.fr)

Des mono-cristaux volumiques de  $\text{Nd}_{0.83}\text{Y}_{0.22}\text{Sc}_{2.95}(\text{BO}_3)_4$  (Nd:YSB) ont été obtenus par croissance en solution avec  $\text{LiBO}_2\text{-LiF}$  comme solvant. Le coefficient effectif  $d_{\text{eff}}$  est mesuré sur des échantillons de faibles épaisseurs, le coefficient optique non linéaire  $d_{11}$ , en est déduit. L'acceptance angulaire est mesurée ainsi que l'absorption.

9:45 - 10:00

### Génération de second harmonique dans un guide d'onde de KTiOPO<sub>4</sub> taillé en arête

**V. Boutou<sup>1</sup>, A. Vernay<sup>1</sup>, C. Félix<sup>1</sup>, F. Bassignot<sup>2</sup>, M. Chauvet<sup>3</sup>, D. Lupinsky<sup>4</sup>, B. Boulanger<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Institut Néel, Université Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble, France; <sup>2</sup>Femto-Engineering, Besançon, France; <sup>3</sup>Institut Femto-ST, CNRS, Université de Bourgogne, Besançon, France; <sup>4</sup>Cristal Laser SA, Messein, France; [veronique.boutou@neel.cnrs.fr](mailto:veronique.boutou@neel.cnrs.fr)

Nous présentons une étude de génération de second harmonique dans un guide d'onde de KTiOPO<sub>4</sub> taillé en arête. La section micrométrique du guide modifie les indices effectifs du cristal et donc les conditions d'accord de phase (AP). L'accord entre théorie et expérience est bon, tant pour la longueur d'onde d'AP que pour le rendement de conversion.

10:00 - 10:15

### IMAGERIE INFRAROUGE PAR CONVERSION DE FREQUENCE AMELIOREE POUR DES APPLICATIONS D'IMAGERIE ACTIVE

**R. Demur<sup>1,2</sup>, A. Grisard<sup>1</sup>, L. Leviandier<sup>1</sup>, E. Lallier<sup>1</sup>, L. Morvan<sup>1</sup>, N. Treps<sup>2</sup>, C. Fabre<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Thales Research & Technology, 1 Avenue Augustin Fresnel, 91767 Palaiseau, France; <sup>2</sup>Laboratoire Kastler Brossel, Sorbonne Université, CNRS, ENS-University PSL, Collège de France; 4 Place Jussieu, 75252 Paris, France; [romain.demur@thalesgroup.com](mailto:romain.demur@thalesgroup.com)



La détection d'images par somme de fréquence permet d'augmenter la sensibilité de détection IR. Un laser de pompe à spectre large nous permet d'augmenter le nombre de pixels convertis d'un facteur 10 par rapport à un laser au spectre étroit. Les images obtenues contenant 56x64 pixels nous permettent d'effectuer l'identification d'objets diffusants.

**10:15 - 10:30**

### **QUASI ACCORD DE PHASE ANGULAIRE DANS UNE SPHERE DE PPRKTP**

**D. Lu<sup>1,4</sup>, A. Pena<sup>1</sup>, P. Segonds<sup>1</sup>, J. Debray<sup>1</sup>, S. Joly<sup>2</sup>, A. Zukauskas<sup>3</sup>, F. Laurell<sup>3</sup>, V. Pasiskevicius<sup>3</sup>, H. Yu<sup>4</sup>, H. Zhang<sup>4</sup>, J. Wang<sup>4</sup>, C. Canalias<sup>4</sup>, B. Boulanger<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, Institut Néel, 38000 Grenoble, France; <sup>2</sup>IMS Laboratory, University of Bordeaux, UMR CNRS 5218, 33405 Talence, France; <sup>3</sup>Laser Physics, Applied Physics Department, Royal Institute of Technology, AlbaNova University Center, Roslagstullsbacken 21, 10691 Stockholm, Sweden; <sup>4</sup>State Key Lab. Crystal Materials, Inst. Crystal Materials, Shandong Univ., Jinan, China; [benoit.boulanger@neel.cnrs.fr](mailto:benoit.boulanger@neel.cnrs.fr)

Nous présentons les premières mesures de directions d'accord de phase angulaire de génération de second harmonique effectuées dans une sphère usinée dans un cristal biaxe de  $\text{KTiOPO}_4$  dopé avec du Rubidium et à domaines ferroélectriques alternés périodiquement.

## O8-D: Session Orale JNCO #4

Heure: Vendredi, 06.07.2018: 11:00 - 12:30 · Salle: Amphi Stieltjes

Président(e) de session: Giuseppe Leo

Président(e) de session: Patrice Camy

Micro-nano Structures

11:00 - 11:30

Invitée

### Le transfert de films minces, une nouvelle voie d'intégration hétérogène pour l'optique

**J. S. Moulet**

LETI-CEA, France; [jean-sebastien.moulet@cea.fr](mailto:jean-sebastien.moulet@cea.fr)

«Quel est l'empilement idéal [de matériaux] dont j'ai besoin pour obtenir ma fonction [optique, électrique, acoustique, ...] ? »

11:30 - 11:45

### Engineering of LiNbO<sub>3</sub> thin films for next generation acoustic and optical applications

**A. BartasYTE<sup>1</sup>, S. Margueron<sup>2</sup>, S. Oliveri<sup>1</sup>, V. Astié<sup>1</sup>, T. Baron<sup>1</sup>, J.-m. Decams<sup>3</sup>, S. Ballandras<sup>4</sup>**

<sup>1</sup>Université de Bourgogne Franche-Comté, France; <sup>2</sup>Université de Lorraine, France; <sup>3</sup>Annealsys, France; <sup>4</sup>freInlsys, France; [ausrine.bartasYTE@femto-st.fr](mailto:ausrine.bartasYTE@femto-st.fr)

The challenges/achievements in the epitaxial growth of LiNbO<sub>3</sub> films and their integration with silicon technology and to guided nanophotonic devices are discussed. Micro-structuring of LiNbO<sub>3</sub> film waveguides, acoustical/optical properties will be presented. Potential applications and the expected performances of thin film devices are overviewed.

11:45 - 12:00

### ETUDE DES GUIDES A FORT CONFINEMENT ET FAIBLES PERTES SUR NIOBATE DE LITHIUM FABRIQUES PAR ECHANGE PROTONIQUE SOUS VIDE POUSSE.

**A. P. Rambu<sup>1</sup>, A. M. Apetrei<sup>1</sup>, F. Doutré<sup>2</sup>, H. Tronche<sup>1</sup>, M. De Micheli<sup>2</sup>, S. Tascu<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Research Center on Advanced Materials and Technologies, Sciences Department, Alexandru Ioan Cuza University of Iasi, Blvd. Carol I, no. 11, 700506 Iasi, Romania; <sup>2</sup>Institut de Physique de Nice, INPHYNI, Université Côte d'Azur - CNRS, UMR 7010, Avenue Joseph Vallot, 06100, Nice, France; [marc.de-micheli@inphyni.cnrs.fr](mailto:marc.de-micheli@inphyni.cnrs.fr)

Dans ce papier nous montrons comment l'échange protonique sous vide poussé (High Vacuum Proton Exchange : HiVacPE) permet de fabriquer sur LiNbO<sub>3</sub>, des guides présentant un fort confinement et de faibles pertes à la propagation en vue de réaliser des circuits optiques intégrés compacts et efficaces.

12:00 - 12:15

### Epitaxial rutile TiO<sub>2</sub> for nanophotonic applications

**S. Kuprenaite<sup>1</sup>, S. Griesse-Nascimento<sup>2</sup>, S. Margueron<sup>3</sup>, C. Millon<sup>1</sup>, E. Mazur<sup>2</sup>, A. BartasYTE<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>FEMTO-ST Institute, UBFC, Besançon - France; <sup>2</sup>SEAS, Harvard University, Cambridge – USA; <sup>3</sup>LMOPS laboratory, Université de Lorraine et CentraleSupélec, Metz – France; [sabina.kuprenaite@femto-st.fr](mailto:sabina.kuprenaite@femto-st.fr)

TiO<sub>2</sub> is promising for integrated photonics due to high nonlinear refractive index and large transparency. We grow TiO<sub>2</sub> films epitaxially, to obtain low defect concentration. Waveguides are obtained using 3D masks, deep UV, E-beam lithographies. We show epitaxial layer transfer technique that allows transfer of epitaxial rutile films on Si/SiO<sub>2</sub>.

### Conclusion

**R. Moncorgé**

CIMAP-ENSICAEN, France; [richard.moncorge@ensicaen.fr](mailto:richard.moncorge@ensicaen.fr)

Conclusion des sessions JNCO du congrès OPTIQUE Toulouse 2018

# ADVANCED MATERIALS FOR MULTI-WAVELENGTH, HIGH POWER AND SHORT PULSE SOLID STATE LASERS

C. Kränkel<sup>1,2</sup>, E. Castellano-Hernández<sup>1</sup>, A. Uvarova<sup>1</sup>, P. von Brunn<sup>2</sup>, C. Paradis<sup>3</sup>,  
N. Modsching<sup>3</sup>, V. J. Wittwer<sup>3</sup>, T. Südmeier<sup>3</sup>, and A. M. Heuer<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Center for Laser Materials, Leibniz Institute for Crystal Growth, Max-Born-Str. 2, 12489 Berlin, Germany

<sup>2</sup> Institut für Laser-Physik, Universität Hamburg, Luruper Chaussee 149, 22769 Hamburg, Germany

<sup>3</sup> Laboratoire Temps-Fréquence, Institut de Physique, Université de Neuchâtel, Avenue de Bellevaux 51, 2000 Neuchâtel, Switzerland

[christian.kraenkel@ikz-berlin.de](mailto:christian.kraenkel@ikz-berlin.de)

## ABSTRACT

The design of novel crystalline laser materials with tailored properties allows for unprecedented performance in a variety of operation modes. We report on our recent research on laser materials for the visible and mid-infrared spectral range and review recent results on the generation of ultrashort pulses in the 1  $\mu\text{m}$  range.

## 1. INTRODUCTION

YAG is the most established host material for many rare earth ions. However, it has some limitations. When it comes to the generation of ultrashort pulses, rare-earth-doped YAG provides narrower emission than other gain materials such as tungstates or sesquioxides. When it comes to the generation of visible or mid-infrared laser operation, its strong crystal field favors excited state absorption into energy levels of the  $4f5d$  configuration for high photon energy visible lasers [1]. Moreover, its comparably high phonon energies support non-radiative multi-phonon decay of the excited state for low energy photons in mid-infrared lasers. Therefore, the quest for novel gain materials with tailored properties is still ongoing. Here, we will review the latest developments in the fields of visible and mid-infrared lasers as well as ultrafast lasers in the 1  $\mu\text{m}$  spectral range.

## 2. LASER MATERIALS FOR THE MID-INFRARED SPECTRAL RANGE

$\text{Er}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$  is an established gain material for mid infrared lasers. It allowed for the highest room temperature laser output of any  $\text{Er}^{3+}$ -doped crystalline laser material [2]. In contrast, not much research has been performed with the isostructural  $\text{Er}^{3+}:\text{Sc}_2\text{O}_3$ . The latter possesses a stronger crystal field strength and thus allows for even longer wavelength operation. Here, we present the first continuous wave lasing in this material at a wavelength of 2856 nm with a promising slope efficiency of 20% under Ti:sapphire pumping at 975 nm (see Fig. 1).

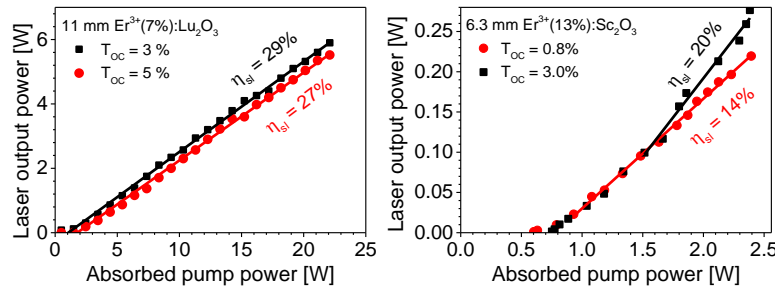


Fig. 1 (left): Laser characteristics of  $\text{Er}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$  at 2845 nm diode pumped at 971 nm. (right): First continuous wave  $\text{Er}^{3+}:\text{Sc}_2\text{O}_3$  laser at 2856 nm.

### 3. LASER MATERIALS FOR VISIBLE LASERS

Besides the well investigated  $\text{Pr}^{3+}$ -ion,  $\text{Tb}^{3+}$  has the highest potential for visible laser operation under optical pumping in the blue among the rare earth ions [3]. Meanwhile, watt-level output powers were obtained at very high efficiency in the green spectral range. However, the transition at 588 nm (see Fig. 2, left) – though somewhat less efficient – could be even more interesting for future applications as typically the realization of coherent radiation at this wavelength requires complicated and inefficient nonlinear conversion processes. The low absorption cross sections owed to the spin forbidden nature of the corresponding transitions can be compensated for by high doping concentrations. In a proof-of-principle experiment, even the stoichiometric  $\text{TbF}_3$  with the highest  $\text{Tb}^{3+}$ -density of any fluoride crystal, enabled laser operation in the green (see Fig. 2, right).

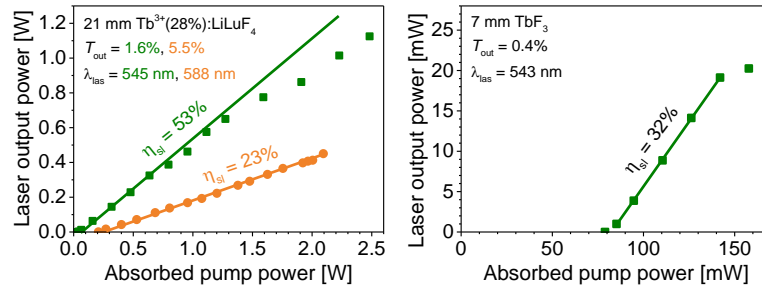


Fig. 2 (left): Laser characteristics of a 21 mm long  $\text{Tb}^{3+}(28\%):\text{LiLuF}_4$  crystal in the green and yellow. (right): Laser performance of a stoichiometric  $\text{TbF}_3$  crystal in the green.

### 4. LASER MATERIALS FOR ULTRASHORT PULSES IN THE 1 $\mu\text{m}$ RANGE

Also in terms of ultrashort pulse generation,  $\text{Yb}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$  provides advantages compared to  $\text{Yb}:\text{YAG}$ , which enabled unprecedented performance in particular in the thin-disk laser setup [4]. Recently, C. Paradis et al. even overcame the bandwidth limitation by nonlinear broadening in a hard aperture Kerr lens mode-locked thin-disk laser. In this way, pulses as short as 49 fs were generated at 4.5 W of average output power and the shortest pulses amounted to 35 fs [5].

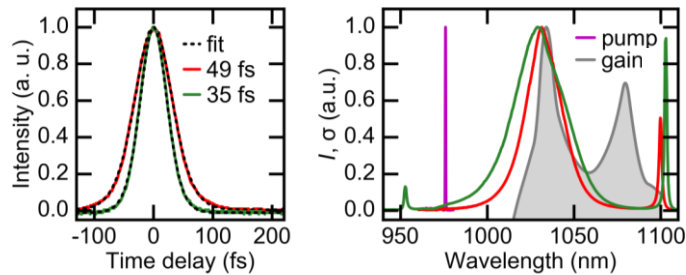


Fig. 3 (left): Autocorrelation and (right): optical spectrum in comparison with the gain spectrum of a Kerr lens mode-locked  $\text{Yb}^{3+}:\text{Lu}_2\text{O}_3$  thin-disk laser with sub-50-fs pulse duration [5].

### REFERENCES

- [1] P. Dorenbos, "The 5d level positions of the trivalent lanthanides in inorganic compounds," *J. Lumin.*, **91** 155-176 (2000).
- [2] T. Li, K. Beil, C. Kränkel, and G. Huber, "Efficient high-power continuous wave  $\text{Er}:\text{Lu}_2\text{O}_3$  laser," *Opt. Lett.*, **37** (13), 2568-2570 (2012).
- [3] C. Kränkel, D.T. Marzahl, F. Moglia, G. Huber, and P. Metz, "Out of the blue: semiconductor-laser-pumped visible rare-earth doped lasers," *Las. Photonics Rev.*, **10** (4), 548-568 (2016).
- [4] C. Kränkel, "Rare-earth-doped sesquioxides for diode-pumped high-power lasers in the 1-, 2-, and 3- $\mu\text{m}$  spectral range," *IEEE J. Sel. Top. Quant.*, **21** (1), 1602013 (2015).
- [5] C. Paradis, N. Modsching, V.J. Wittwer, B. Deppe, C. Kränkel, and T. Südmeyer, "Generation of 35-fs pulses from a Kerr lens mode-locked  $\text{Yb}:\text{Lu}_2\text{O}_3$  thin-disk laser," *Opt. Express*, **25** (13), 14918-14925 (2017).

# INTERACTIONS NON-LINÉAIRES EN RÉGIME FEMTOSECONDE DANS LE LANGATATE LGTO : CARACTERISATION D'UN NOUVEAU CRISTAL POUR LE MOYEN-INFRA ROUGE

Elodie Boursier<sup>1,2</sup>, Giedre Marija Archipovaite<sup>2</sup>, Jean-Christophe Delagnes<sup>2</sup>, Stéphane Petit<sup>2</sup>, Guilmot Ernotte<sup>3</sup>, Philippe Lassonde<sup>3</sup>, Yannick Petit<sup>2,4</sup>, J. Debray<sup>1</sup>, Patricia Segonds<sup>1</sup>, Benoît Boulanger<sup>1</sup>, François Légaré<sup>3</sup>, Dmitry Roshchupkin<sup>5</sup> and Eric Cormier<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, Institut Néel, 38000 Grenoble, France

<sup>2</sup> CELIA, Université de Bordeaux – CNRS – CEA, 33405 Talence, France

<sup>3</sup>INRS, INF, ALLS, Varennes, Québec, Canada

<sup>4</sup>ICMCB, Université de Bordeaux, CNRS, F33405 Talence, France

<sup>5</sup>Institute of Microelectronics Technology, Russian Acad. of Sci., Chernogolovka, 142432, Russia

[jean-christophe.delagnes@u-bordeaux.fr](mailto:jean-christophe.delagnes@u-bordeaux.fr)

## RÉSUMÉ

Nous présentons une étude expérimentale sur le nouveau cristal de  $\text{La}_3\text{Ga}_{5.5}\text{Ta}_{0.5}\text{O}_{14}$  (LGTO) en régime femtoseconde. Nous avons mesuré une large accordabilité de 1,4 à 4,7  $\mu\text{m}$ . L'indice non-linéaire et le seuil de dommage ont été déterminés afin d'évaluer le potentiel du LGTO pour la production d'impulsions femtoseconde dans le moyen infrarouge.

**MOTS-CLEFS :** *Matériaux non-linéaires ; Optique non-linéaire ultrarapide ; Infrarouge moyen ; Effets paramétriques*

## 1. INTRODUCTION

La génération d'impulsions dans l'infrarouge moyen (3 – 5  $\mu\text{m}$ ) est un enjeu considérable pour la spectroscopie, ou la production de rayonnement cohérent  $\sim \text{keV}$  par génération d'harmonique d'ordre élevé. Obtenir des impulsions largement accordables dans l'IR-moyen n'est possible qu'en utilisant la différence de fréquence (DFG) ou l'amplification paramétrique (OPA) dans des cristaux non-linéaires. Les sources titane-saphir (Ti:Sa) ou ytterbium (Yb) permettent de pomper des OPA à base de cristaux usuels tels que le  $\beta$ -BaB<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (BBO) [1], le KTiOAsO<sub>4</sub> (KTA) [2], le LiNbO<sub>3</sub> (ppLN) [3]. Cependant, leur transparence et l'absorption multi-photonique restent des facteurs très limitants. Récemment, nous avons identifié le cristal piézoélectrique  $\text{La}_3\text{Ga}_{5.5}\text{Ta}_{0.5}\text{O}_{14}$  (LGTO), de symétrie trigonale 32, comme un cristal non-linéaire prometteur pour la génération dans l'IR-moyen [4]. Il est transparent de 0,3 à 6  $\mu\text{m}$ , de très bonne qualité optique (fig.1.d), et disponible en grandes dimensions (typ. quelques cm, croissance par la méthode de Czochralski). La détermination expérimentale de son coefficient  $d_{11} = 2,4 \pm 0,4 \text{ pm.V}^{-1}$  (à 0,67  $\mu\text{m}$ ) et ses équations de Sellmeier sur les deux indices principaux (méthode de la sphère) a montré par le calcul la possibilité d'amplification large bande entre 1,5 et 5  $\mu\text{m}$  autour de  $\theta=57,5^\circ$  (plan (y, z)) pour une pompe entre 750 et 965 nm adaptée au laser Ti:Sa [4]. De plus, ses propriétés en font aussi un bon candidat pour une utilisation avec des sources Yb<sup>3+</sup> à haute cadence et forte puissance moyenne. En outre, son seuil de dommage  $4.3 \text{ GW.cm}^{-2}$ , *i.e.*  $21.7 \text{ J.cm}^{-2}$ , à 1.064  $\mu\text{m}$  [4] mesuré en régime nanoseconde est élevé. Nous avons donc réalisé les premières expériences, à notre connaissance, de différence de fréquences (DFG) et d'amplification paramétrique optique (OPA) en régime fs dans une lame de LGTO. Les spectres générés supportent des durées femtosecondes, accordables de 1,4 à 4,7  $\mu\text{m}$  à partir de trois configuration expérimentales [5] utilisant notamment un CPA Yb fibré à haute cadence de répétition (100 kHz) [6].

## 2. MONTAGE EXPERIMENTAL, SPECTRES DE DFG/OPA

Nous avons mis en place trois configurations différentes, où les faisceaux pompe et signal interagissent colinéairement. L'épaisseur de  $L = 3.84$  mm du LGTO limite l'effet de la différence de vitesse de groupe entre pompe et signal. Dans les deux premières configurations, LGTO est pompé par une impulsion à 1030 nm émise par un laser à fibre dopée  $\text{Yb}^{3+}$  (FCPA) à 100 kHz et (i) une impulsion centrée à 690 nm issue d'un OPA visible ( $\beta$ -BBO) pour la DFG, (ii) un continuum de 1,2 à 2,2  $\mu\text{m}$  pour l'OPA. Le spectre de la DFG produite s'étend de 2 et 2,7  $\mu\text{m}$ , tandis que le continuum (1,2-2,2  $\mu\text{m}$ ) amplifié par OPA s'accompagne d'un idler de 1,9 à 3,6  $\mu\text{m}$ . Nos mesures sont consistantes avec les calculs et les expériences en régime ns [1]. Nous avons également utilisé un OPA commercial (TOPAS®) pompé à 2,5 kHz par un laser Ti:Sa de 35 fs à  $\lambda = 0.78$   $\mu\text{m}$ . Les sorties signal et idler de l'OPA servent respectivement de pompe à  $\lambda_p = 1.3$   $\mu\text{m}$  et de signal à  $\lambda_s = 1.9$   $\mu\text{m}$ . Les spectres de DFG typique sont représentés sur la fig.1.a. La courbe d'accord de phase obtenue (Fig.1.b) est en très bon accord avec les prédictions [4].

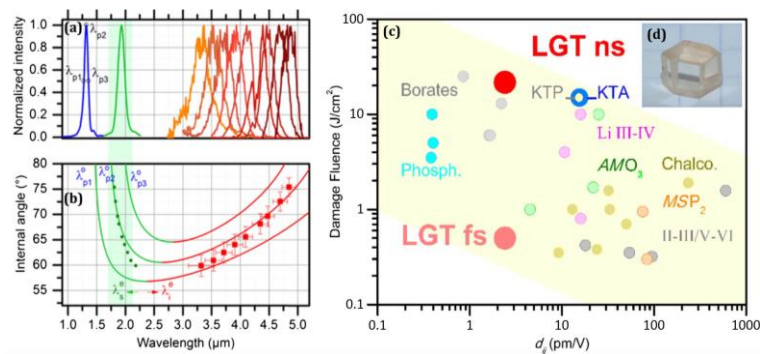


Fig. 1 : (a) Spectres de pompe, signal et idler normalisés au maximum, (b) courbe d'accord de phase (longueur d'onde générée vs. angle interne). (c) Seuil de dommage optique vs. coefficient non-linéaire  $d_{ij}$  pour différents matériaux en régime nanoseconde. (d) Cristal de LGTO.

## 3. DOMAINE DE TRANSPARENCE, SEUIL DE DOMMAGE OPTIQUE : COMPARAISON AVEC D'AUTRES CRISTAUX NONLINEAIRES

Nous discuterons également des tests de tenue au flux de LGTO à 800 nm ( $500 \text{ mJ}/\text{cm}^2$  à 15 fs) ainsi que des mesures des non-linéarités du troisième ordre comme l'indice non-linéaire  $n_2$ . Les résultats d'endommagement corroborent, après renormalisation, les mesures en régime nanoseconde du LGTO (fig.1.c), dont le seuil est pratiquement le double du BBO et la moitié de celui de la silice.

### CONCLUSION

Les mesures réalisées sur LGTO montrant une accordabilité de 1,4 à 4,7  $\mu\text{m}$ , ainsi que son seuil de dommage élevé, tendent à positionner le LGTO comme une alternative sérieuse au KTA ou au PPLN pour la génération paramétrique dans le moyen-infrarouge en régime femtoseconde.

### RÉFÉRENCES

- [1] J. Darginavičius, et al., "Generation of carrier-envelope phase-stable two optical-cycle pulses at 2  $\mu\text{m}$  from a noncollinear beta-barium borate optical parametric amplifier," *Opt. Lett.* **37**, 4805–4907 (2012).
- [2] F. M. Lu, et al., "KTA-Based OPA for MJ-Class Mid-IR Source," *CLEO, JTu5A.72* (2016).
- [3] Y. Hua, et al., "Generation of broadly tunable mid-IR fs OPA based on bulk niobate crystals," *Sci. Bull.* **54** 3623–3626 (2009).
- [4] E. Boursier, et al., "Phase-matching directions, refined Sellmeier equations, and second-order nonlinear coefficient of the infrared Langatate crystal  $\text{La}_3\text{Ga}_{5.5}\text{Ta}_{0.5}\text{O}_{14}$ ," *Optics Letters* **39** (13) pp. 4033–4036 (2014)
- [5] E. Boursier, et al., "Study of middle infrared difference frequency generation using a femtosecond laser source in LGT," *Optics Letters* **42** (18) pp. 3698–3701 (2017)
- [6] G. M. Archipovaite, et al., "100 kHz Yb-fiber laser pumped 3  $\mu\text{m}$  optical parametric amplifier for probing solid-state systems in the strong field regime", *Opt. Lett.* **42**, 891-894 (2017).

# LE TRANSFERT DE FILMS MINCES, UNE NOUVELLE VOIE D'INTEGRATION HETEROGENE POUR L'OPTIQUE

Jean-sébastien Moulet

<sup>1</sup> LETI/CEA, 17 avenue de Martyrs, 38054 Grenoble, France

[Jean-sebastien.MOULET@cea.fr](mailto:Jean-sebastien.MOULET@cea.fr)

## RÉSUMÉ

« Quel est l'empilement idéal [de matériaux] dont j'ai besoin pour obtenir ma fonction [optique, électrique, acoustique, ...] ? »

**MOTS-CLEFS :**

### 1. INTRODUCTION

Voici une question que la grande majorité des concepteurs ne se pose même pas tant les compromis à faire sont nombreux lorsque l'on transcrit une fonction, un design, en un composant réel fait à partir d'un empilement de couches de matériaux... face à cette frustration, le report de films minces, souvent monocristallins, offre la possibilité de rêver à nouveau.

Par sa capacité à générer des empilements de matériaux impossibles à obtenir avec les techniques de dépôts existantes, il est une solution technologique de plus en plus adoptée pour la réalisation de composants avec des fonctions uniques, dont l'exemple le plus abouti est le SOI (Silicon On Insulator), substrat adopté dans de nombreuses applications en micro et nano-technologies et commercialisé par la société SOITEC, spin-off du laboratoire il y a bientôt 30 ans. Souvent méconnu, l'objectif de ce papier invité est de présenter la technologie de report de films et sa versatilité, que ce soit en termes de matériaux monocristallins ou matériaux épitaxies reportés (Si, Ge, III-V, LiTaO<sub>3</sub>, LiNbO<sub>3</sub>, ...), en termes d'intégration (report de films, de fonctions (hétéro-intégration), de composants finaux, ...) ou en termes d'applications potentielles en optique telles que l'optique non-linéaire intégrée, les lasers intégrés sur photonique silicium, les miroirs de Bragg, l'opto-mécanique, le quantique...

# Conversion de fréquence de 3,4 $\mu$ m à 660nm dans des matériaux dopés terres rares pour la détection tout optique du Méthane

I.Hafienne<sup>1</sup>, A. Braud<sup>1</sup>, F. Starecki<sup>1</sup>, J-L. Doualan<sup>1</sup>, C. Boussard-Plédel<sup>2</sup>, V. Nazabal<sup>2</sup> et P. Camy<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Laboratoire CIMAP UMR 6252 CEA-CNRS-ENSICAen, Université de Caen, 14050 Caen, France

<sup>2</sup> Institut des Sciences Chimiques de Rennes, (ISCR), UMR-CNRS 6226, Université de Rennes 1, France

alain.braud@ensicaen.fr

## Résumé

Ce travail fait partie d'un programme de développement de détecteurs tout-optique de méthane basés sur des matrices dopées TR<sup>3+</sup> pour sonder l'absorption IR du gaz. Un premier prototype de capteur de CO<sub>2</sub> a déjà été développé au CIMAP [1]. Nous présentons ici une étude en cours pour le développement d'un capteur de CH<sub>4</sub> basé sur la conversion de fréquence.

**MOTS-CLÉS** : Verres de chalcogénure, fibre optique, capteurs tout optique, méthane

## 1. Introduction

Nous présentons ici des résultats de conversion de fréquence d'un signal infrarouge (IR) à 3,4  $\mu$ m en un signal visible à 660 nm dans KPb<sub>2</sub>Cl<sub>5</sub> : Er<sup>3+</sup>, Ga<sub>5</sub>Ge<sub>20</sub>Sb<sub>10</sub>S<sub>65</sub> : Er<sup>3+</sup> et Ga<sub>5</sub>Ge<sub>20</sub>Sb<sub>5</sub>S<sub>70</sub> : Er<sup>3+</sup> utilisant un processus d'absorption dans l'état excité. Cette conversion de longueur d'onde est le résultat de l'excitation des ions Er<sup>3+</sup> (à 808nm dans le niveau <sup>4</sup>I<sub>9/2</sub>) suivi d'une absorption dans l'état excité des photons IR (à 3,4 $\mu$ m) ce qui conduit à une émission spontanée autour de 660nm depuis le niveau <sup>4</sup>F<sub>9/2</sub> (figure 1). Ce dispositif de conversion de longueur d'onde peut être avantageusement utilisé pour la détection tout-optique du méthane à 3,4  $\mu$ m. Ce «concept tout-optique» permet pour la détection l'utilisation de fibres en silice sur de grandes distances, ouvrant ainsi considérablement le champ des applications possibles.

La figure 1 montre bien que l'intensité du signal de conversion visible à 660 nm est proportionnelle à l'intensité IR à 3,4  $\mu$ m, créant ainsi effectivement un convertisseur de longueur d'onde.

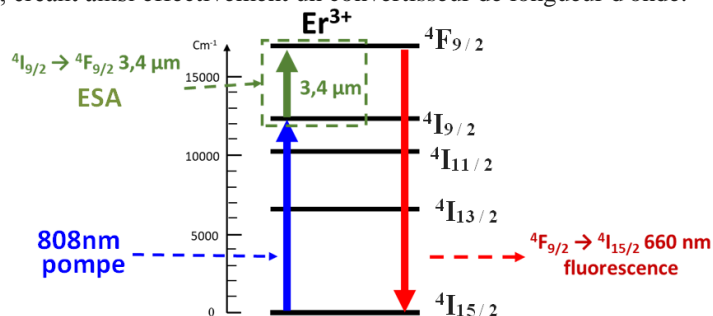


Figure 1: Principe de la conversion de 3,4 $\mu$ m à 660nm.

Le signal de fluorescence à 660 nm présente intrinsèquement un bruit de fond. Ceci est dû aux processus parasites qui conduisent à peupler le niveau <sup>4</sup>F<sub>9/2</sub> avec seulement la pompe à 808 nm comme l'upconversion par transfert d'énergie ou encore l'ESA des photons de pompe à 808nm. Ces processus indésirables peuplent les niveaux supérieurs au niveau <sup>4</sup>F<sub>9/2</sub> qui vont se désexciter non-radiativement en peuplant le niveau <sup>4</sup>F<sub>9/2</sub>.

## 2. Manipulation et résultats

La conversion de fréquence a été caractérisée dans trois matrices: KPb<sub>2</sub>Cl<sub>5</sub> : Er<sup>3+</sup>, Ga<sub>5</sub>Ge<sub>20</sub>Sb<sub>10</sub>S<sub>65</sub> : Er<sup>3+</sup> et Ga<sub>5</sub>Ge<sub>20</sub>Sb<sub>5</sub>S<sub>70</sub> : Er<sup>3+</sup>. Ces matrices à faibles énergies de phonons dopées Er<sup>3+</sup> ont des propriétés spectroscopiques bien adaptées à une conversion efficace : une longue durée de vie mesurée du niveau pompé <sup>4</sup>I<sub>9/2</sub> et un bon rendement quantique du niveau émetteur <sup>4</sup>F<sub>9/2</sub>. Pour ces expériences de conversion, un laser Sa:Ti a été utilisé comme source de pompage à 808m et un laser He :Ne à 3,39 $\mu$ m comme sonde. Des



détections synchrones ont été utilisées afin de filtrer les émissions parasites. La figure 2 présente les spectres à 660nm de conversion (pompe + sonde) d'intensité notée  $I_c$  et liés à la pompe seule d'intensité  $I_p$  dans les trois matrices étudiées:

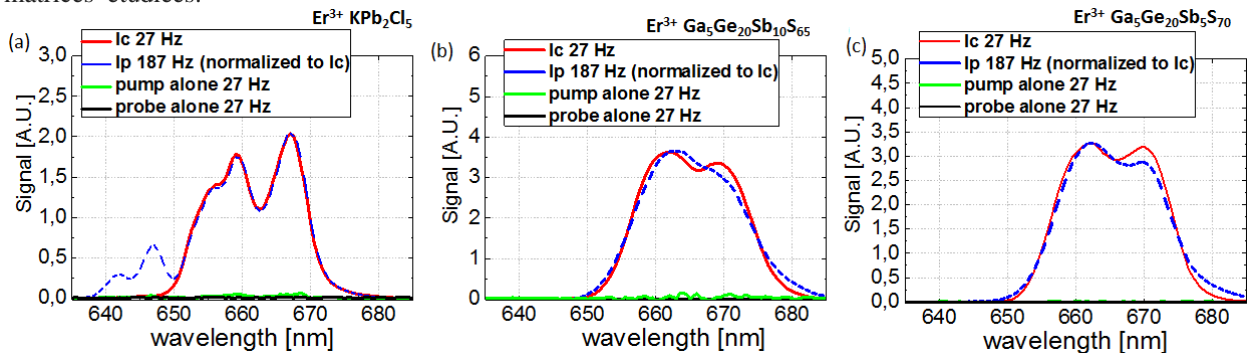


Figure 2. Spectres de conversion ( $I_c$ ) de: (a)  $\text{KPb}_2\text{Cl}_5 : \text{Er}^{3+}$ ; (b)  $\text{Ga}_5\text{Ge}_{20}\text{Sb}_{10}\text{S}_{65} : \text{Er}^{3+}$ ; (c) et  $\text{Ga}_5\text{Ge}_{20}\text{Sb}_5\text{S}_{70} : \text{Er}^{3+}$ .

Lorsque la pompe ou la sonde est seule dans le matériau de conversion, aucun signal converti à 660 nm ( ${}^4\text{F}_{9/2} \rightarrow {}^4\text{I}_{15/2}$ ) n'est enregistré à la fréquence de modulation de la sonde IR. Le signal de conversion n'est obtenu qu'en présence de la pompe et de la sonde.

L'efficacité de conversion de ces matériaux dopés  $\text{Er}^{3+}$  a été étudiée en fonction de la puissance de pompe. La meilleure conversion ne consiste pas simplement à maximiser l'intensité convertie  $I_c$ . En effet, le paramètre clé est davantage le rapport signal/bruit (SNR) du signal de conversion. Une puissance de pompage optimale pour le SNR a ainsi été mise en évidence. Pour caractériser le SNR en fonction de la puissance de pompe dans chaque convertisseur, la longueur d'onde de détection a été gardée fixe pour chaque échantillon. Le rapport signal sur bruit (SNR) a ensuite été calculé à partir du bruit des signaux de conversion (figure 3(a)). Le bruit est pris comme l'écart-type associé aux fluctuations d'intensité du signal converti (SD) ( $\text{SNR} = V(\text{sonde ON}) / \text{SD}$ ). La figure 3(b) présente le SNR ainsi obtenu pour chaque matrice.

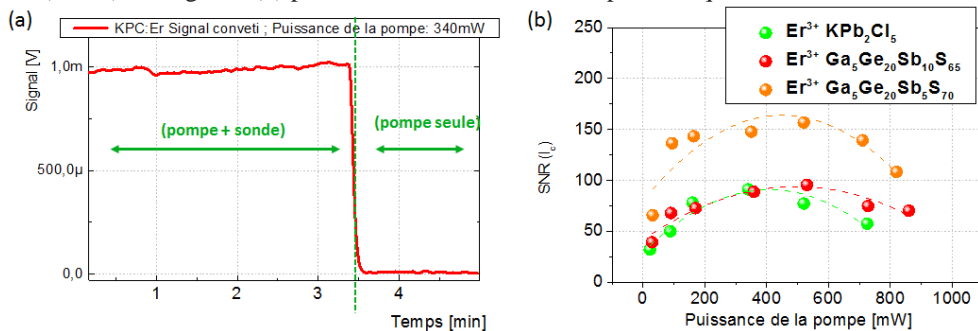


Figure 3: (a): ( $I_c$ ) en présence de la pompe + sonde et la pompe seule (b): SNR dans les trois convertisseurs  $\text{KPb}_2\text{Cl}_5 : \text{Er}^{3+}$ ,  $\text{Ga}_5\text{Ge}_{20}\text{Sb}_{10}\text{S}_{65} : \text{Er}^{3+}$  et  $\text{Ga}_5\text{Ge}_{20}\text{Sb}_5\text{S}_{70} : \text{Er}^{3+}$ .

## Conclusion

À partir d'une puissance de sonde IR constante à  $3,4 \mu\text{m}$ , la conversion de longueur d'onde de  $3,4 \mu\text{m}$  vers  $660 \text{ nm}$  par absorption dans l'état excité a été caractérisée dans le  $\text{KPb}_2\text{Cl}_5$ ,  $\text{Ga}_5\text{Ge}_{20}\text{Sb}_{10}\text{S}_{65}$  et  $\text{Ga}_5\text{Ge}_{20}\text{Sb}_5\text{S}_{70}$  dopés  $\text{Er}^{3+}$ . Malgré le fait que ces verres et cristaux ont des énergies de phonons et des propriétés spectroscopiques variées, la conversion de longueur d'onde a été clairement mise en évidence. Le meilleur rapport signal sur bruit a été obtenu avec la matrice de  $\text{Ga}_5\text{Ge}_{20}\text{Sb}_5\text{S}_{70} : \text{Er}^{3+}$  avec une valeur de 154 pour  $500\text{mW}$  de puissance de pompage.

Ce dispositif de conversion de fréquence peut ainsi raisonnablement être mis en œuvre pour développer un capteur tout-optique de méthane. De plus, ces matrices vitreuses peuvent être fibrées, ce qui ouvre la possibilité de développer un capteur tout-optique fibré.

## Références

- [1] A.L. Pelé, A. Braud, J.L. Doualan, R. Chahal, V. Nazabal, C. Boussard-Plédel, B. Bureau, R. Moncorgé, and P. Camy, "Wavelength conversion in  $\text{Er}^{3+}$  doped chalcogenide fibers for optical gas sensors", *Optics Express*, 2015.

# CONVERSION DE FREQUENCE DU CRISTAL AUTO-DOUBLEUR NdYSB

Alain Maillard<sup>1</sup>, Régine Maillard<sup>1</sup>, Alexander Kokh<sup>2</sup>, Céline Jobard<sup>1</sup>

<sup>1</sup> LMOPS Laboratoire Matériaux Optiques, Photonique et Systèmes, 57070 Metz, France

<sup>2</sup> Sobolev Institute of Geology and Mineralogy SB RAS, 630090, Novosibirsk, Russia

alain.maillard@univ-lorraine.fr

## RÉSUMÉ

Des mono-cristaux volumiques de  $\text{Nd}_{0.83}\text{Y}_{0.22}\text{Sc}_{2.95}(\text{BO}_3)_4$  (NdYSB) ont été obtenus par croissance en solution avec  $\text{LiBO}_2$ - $\text{LiF}$  comme solvant. Le coefficient effectif  $d_{\text{eff}}(I)$  est mesuré sur des échantillons de faibles épaisseurs, le coefficient optique non linéaire  $d_{11}$  en est déduit. L'acceptance angulaire est mesurée ainsi que l'absorption.

**MOTS-CLEFS :** Borate ; Optique non linéaire ; spectroscopie d'absorption ; auto-doubleur.

## 1. INTRODUCTION

La croissance de mono-cristaux de borate de terre-rare est très active depuis quelques dizaines d'années pour combiner les propriétés actives du matériau laser et ses propriétés non linéaires [1]. Parmi ces matériaux nous nous sommes intéressés au borate d'yttrium, de lanthane et de scandium de formule chimique  $\text{Y}_{0.57}\text{La}_{0.72}\text{Sc}_{2.71}(\text{BO}_3)_4$  (LYSB), mais celui-ci présentait de nombreuses inhomogénéités de structure. Aussi pour stabiliser la croissance, nous avons substitué le lanthane par l'ion néodyme pour obtenir un cristal de composition  $\text{Y}_{0.57}\text{Nd}_{0.72}\text{Sc}_{2.71}(\text{BO}_3)_4$  de structure non centro-symétrique de groupe d'espace R32. [2]. La croissance a été réalisée par l'institut de géologie et de minéralogie à Novossibirsk et les cristaux ont été taillé orientés et polis puis ont fait l'objet de caractérisations optique au laboratoire LMOPS à Metz.

## 2. PROCEDURE DE CROISSANCE CRISTALLINE

La croissance du cristal s'est effectuée à la composition eutectique avec une température eutectique  $T=725^\circ\text{C}$ . L'adjonction de fluorure de lithium  $\text{LiF}$  favorise la rupture des liaisons spatiales entre les groupes borates et ainsi permet de diminuer la viscosité du bain.

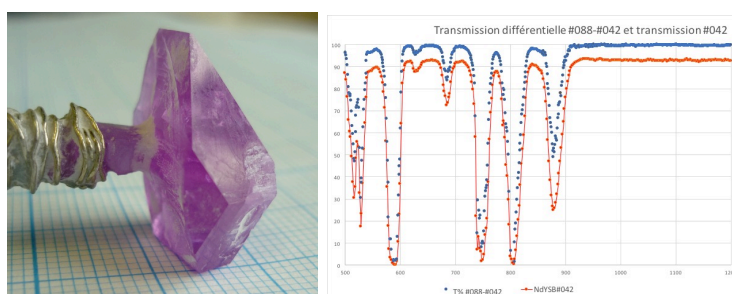


Fig. 1 : Le mono-cristal NdYSB de couleur violette attaché au germe présente des facettes rhomboédriques  $\{10-10\}$  et hexagonales  $\{11-20\}$ . Transmission d'une lame d'épaisseur 0,42mm et Transmission différentielle de 2 lames d'épaisseur 0,88 et 0,42mm

Les matériaux de départ que nous utilisons pour la synthèse sont :  $\text{H}_3\text{BO}_3$ ,  $\text{LiF}$ ,  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Sc}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  avec une pureté minimale 3N. La composition molaire du bain pour la croissance est :  $\text{Nd}_2\text{O}_3 / \text{Sc}_2\text{O}_3 / \text{Y}_2\text{O}_3 / \text{B}_2\text{O}_3 / \text{LiF} / \text{Li}_2\text{O} = 0.08 / 0.3 / 0.06 / 2 / 2.1 / 1.5$ . Le mélange est chauffé à  $1000^\circ\text{C}$  et maintenu à cette température durant 2 à 3 jours jusqu'à totale dissolution des composants solides. La température d'équilibre est déterminée pour obtenir des premiers monocristaux sur tige

de platine. Une croissance sur germe de 17 jours, avec un refroidissement de 1°C/j. fournit des cristaux facettés de 5,3g. (Fig.1) de bonne qualité. La dureté du cristal est d'environ 6 Mohs.

### 3. MESURE D'ABSORPTION

Les spectres de transmission d'échantillons de 0,88mm et 0,42mm ont été enregistrés à l'aide d'un spectromètre double faisceaux Perkin-Elmer Lambda 900 sur une plage de 190-3200 nm. Des spectres en lumière polarisée ont été réalisés entre 200nm et 1200 nm. Ces spectres ne montrent pas d'anisotropie de l'absorption. Pour s'affranchir des pertes par réflexion sur les faces du cristal une mesure différentielle Figure 1 a permis d'obtenir le spectre de transmission d'une épaisseur de cristal équivalente à 0,42 mm, puis après calcul, à remonter au coefficient d'absorption du matériau. Nous avons déterminé aux longueurs d'onde 1064nm et 532nm, utilisées lors des mesures de génération de second harmonique  $\alpha=0,02 \text{ cm}^{-1}$  et  $\alpha=21\text{cm}^{-1}$ , respectivement. La forte absorption à 532 nm correspond à l'une des transitions de l'ion néodyme.

### 4. PROPRIETES OPTIQUE NON LINEAIRE DE NDYSB

Des mesures d'efficacité de GSH d'un laser YAG:Nd ( $\lambda=1064 \text{ nm}$ ) ont été réalisées sur deux échantillons de 0,88 mm et 0,42 mm taillés selon la direction d'accord de phase de type I  $\theta_m=33,5^\circ$  dans le plan xz. Une valeur identique de  $d_{\text{eff}}(I)$  de 3 pm/V est obtenue pour les deux cristaux en tenant compte de l'absorption à 1064 et 532 nm et de la propagation du faisceau gaussien dans le matériau [3]. L'expression du  $d_{\text{eff}}(I)$  étant dans cette configuration  $d_{\text{eff}}(I)=d_{11}\cos\theta\cos3\phi$ , on peut en déduire une valeur de  $d_{11}=3,6\text{pm/V}$ . La courbe de l'efficacité de conversion (Fig.2), enregistrée autour de l'angle d'accord de phase montre un très bon accord avec les valeurs théoriques et conduit à une valeur de 0,67 mrad.cm pour l'échantillon de 0,42mm et un waist de  $43\mu\text{m}$ .

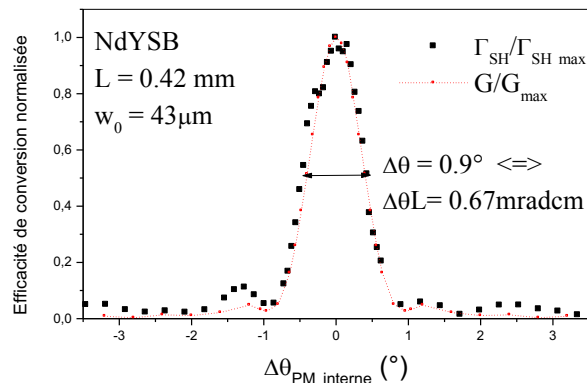


Fig. 2 : Les courbes expérimentales  $\blacksquare$  et théoriques  $\bullet$  du rendement de conversion en fonction de l'angle autour de  $\theta_m$  permettent de remonter à l'acceptance angulaire.

### 5. CONCLUSION

La caractérisation optique linéaire et non linéaire de NdYSB montre les potentialités de ce cristal pour des applications d'auto-doubleur de fréquence malgré une très forte absorption à 532nm. NdYSB présente un coefficient optique non linéaire  $d_{11}$  élevé par rapport aux autres cristaux de la famille des borates.

### REFERENCES

- [1] N. Ye, J.L. Stone-Sundberg, M.A. Hruschka, G. Aka, W. Kong, D.A. Keszler, Chem. Mater., 17(10), 2687–2692 (2005).
- [2] A.E. Kokh, N.G. Kononova, M.V. Fedorova, P.P. Fedorov, M.N. Mayakova, Doklady Physics, 57, 148-150 (2012).
- [3] R.S. Klein, G.E. Kugel, A. Maillard, A. Sifi and K. Polgar, Opt. Mater. 22, 163 (2003).

# ÉLABORATION ET CARACTÉRISATION DE CÉRAMIQUES TRANSPARENTES A GRADIENT DE FONCTIONNALITE POUR APPLICATIONS LASER

Rémy Boulesteix<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Univ. Limoges, CNRS, IRCER, UMR 7315, F-87000 Limoges, France

<sup>2</sup> Univ. Limoges, CNRS, LCTL, UMR 7315, F-87000 Limoges, France

[remy.boulesteix@unilim.fr](mailto:remy.boulesteix@unilim.fr)

## RÉSUMÉ

L'objectif de cet article est de présenter les travaux effectués à l'IRCER sur le développement de nouvelles céramiques transparentes à applications Laser, depuis leur élaboration à partir de poudres jusqu'à leur caractérisation en banc Laser.

**MOTS-CLEFS :** *Procédés céramiques, Frittage, Terres rares, YAG, Nd<sup>3+</sup>, Cr<sup>4+</sup>, Laser*

## 1. INTRODUCTION

Les nouvelles générations de composants optiques pour Lasers (milieux amplificateurs ou absorbants saturables) requièrent de nouveaux matériaux optiques qui présentent des fonctionnalités spécifiquement adaptées aux contraintes d'utilisation (haute puissance, compacité, fiabilité, etc.). La fabrication de ces derniers repose non seulement sur le développement de nouvelles propriétés optiques mais aussi de nouvelles architectures à gradient de fonctionnalité visant à améliorer leurs performances. Ces architectures, à base de gradients de composition (matrice ou dopant) maîtrisés, contribuent à l'amélioration de la conductivité thermique, au contrôle du gain et du mode Laser ou à limiter les effets parasites tels que l'Amplification d'Emission Spontanée (ASE).

Depuis plus d'une dizaine d'années, l'IRCER et ses collaborateurs développent de nouvelles compositions de céramiques transparentes architecturées pour Lasers. Ces milieux amplificateurs de nouvelle génération, appelés « composites », sont caractérisés par l'association dans une même pièce de milieux dopés et non dopés par des ions luminescents, avec ou non des gradients de concentration. Ces travaux de recherche reposent sur la mise au point de matrices céramiques transparentes à base d'oxydes de terres rares (oxydes simples, grenats, etc.) ainsi que le développement de procédés d'élaboration et d'outils de caractérisation spécifiques aux architectures visées. Les propriétés des matériaux et les technologies de base développées sont présentées au regard des principaux enjeux liés aux évolutions futures des Lasers de puissance.

## 2. RESULTATS

Les procédés développés à l'IRCER visent à la fabrication de nouveaux composants optiques à base de céramiques transparentes pour lasers émettant dans l'infra-rouge (1 à 2  $\mu\text{m}$ ). Ces matériaux se basent sur des oxydes de terres rares simples ou de structure grenat comme l'oxyde de lutétium ( $\text{Lu}_2\text{O}_3$ ) ou le grenat d'yttrium et d'aluminium ( $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$  ou YAG). Ces matrices permettent l'incorporation de dopants luminescents en solution solide, tels que des ions de terres rares ( $\text{Nd}^{3+}$ ,  $\text{Yb}^{3+}$ ,  $\text{Ho}^{3+}$ , etc.) ou des ions de métaux de transition ( $\text{Cr}^{4+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ , etc.). Ces ions confèrent au matériau des propriétés d'amplificateur de Laser ou d'absorbant saturable. Les matrices céramiques composites développées possèdent des propriétés physiques spécifiquement adaptées à une utilisation dans des cavités de lasers de puissance, qui soumettent les composants optiques à de fortes contraintes thermomécaniques.

Une première thématique de recherche concerne la fabrication de céramiques polycristallines transparentes de haute qualité optique, c'est-à-dire avec des pertes par diffusion de la lumière très limitées ( $< 10^{-2} \cdot \text{cm}^{-1}$ ). Pour y parvenir, il est nécessaire de contrôler la quantité de défauts résiduels (pores, impuretés, etc.). Dans ce but, différentes stratégies sont mises en jeu tout au long du procédé

d'élaboration (Fig.1) telles que l'utilisation de nanopoudres de haute pureté et très réactives, la mise en œuvre de procédés de mise en forme en voie liquide avec la formulation de suspensions, ou encore de procédés de frittage sous pression tels que le post-pressage isostatique à chaud (post-HIP). Ces différentes stratégies visent à promouvoir l'élimination de la porosité lors de la densification des pièces ainsi que leur homogénéité microstructurale.

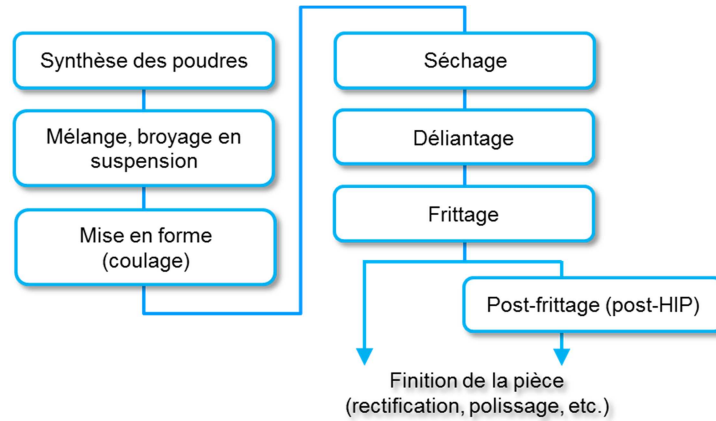


Fig. 1 : Schéma de fabrication des céramiques transparentes.

Une seconde thématique de recherche concerne la fabrication de pièces céramiques de grande taille (centimétrique) ou à gradient de dopage (Fig. 2) grâce à la mise en œuvre de procédés spéciaux tels que le coulage sur moule poreux ou le coulage en bandes.

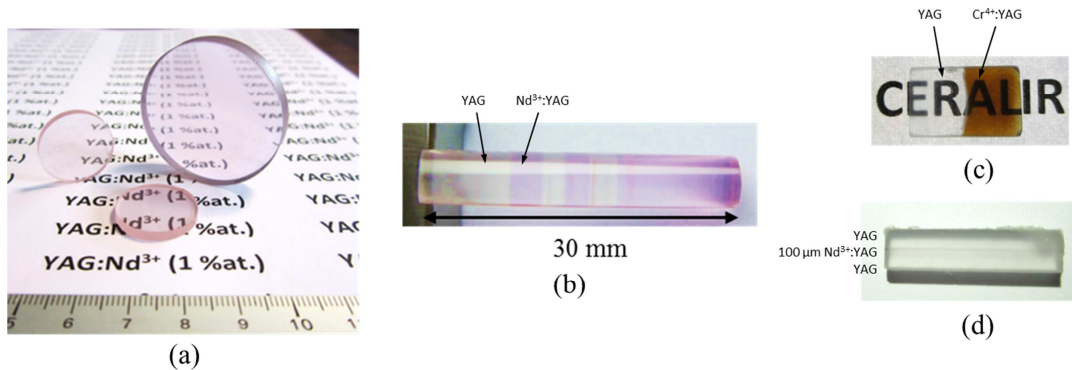


Fig. 2 : Exemple de céramiques transparentes pour Lasers développées à l'IRCER. (a) Disques YAG:Nd<sup>3+</sup> de grande taille, (b) barreau multicouche YAG/YAG:Nd<sup>3+</sup>, (c) barreau bicouche YAG/YAG:Cr<sup>4+</sup>, (d) structure guide d'onde YAG/YAG:Nd<sup>3+</sup> (épaisseur de 100 µm).

La dernière thématique de recherche concerne la mise en place de procédures et outils de caractérisation visant à identifier et quantifier les défauts résiduels, telles que la microscopie électronique couplée à la microscopie optique confocale laser à balayage. D'autres techniques faisant intervenir par exemple la microscopie en fluorescence sont utilisées de manière à déterminer la répartition en dopant dans les pièces composites finales.

## CONCLUSION

Ces études montrent que de nouveaux composants de lasers de puissance peuvent être envisagés grâce à la technologie céramique. Leur fabrication requiert toutefois la maîtrise de l'ensemble du procédé ainsi que le développement d'outils et la mise en place de procédures spécifiquement adaptées à leur caractérisation.

# ELABORATION ET CARACTERISATIONS DE NANO-CRISTAUX PERSISTANTS

**Victor Castaing<sup>1</sup>, Atul D. Sontakke<sup>1</sup>, Alberto J. Fernández Carrión<sup>2</sup>, Mathieu Allix<sup>2</sup>, Bruno Viana<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> *Chimie ParisTech, PSL Research University, CNRS, Institut de Recherche de Chimie Paris (IRCP), F-75005 Paris, France*

<sup>2</sup> *CNRS, CEMHTI UPR3079, Université d'Orléans, F-45071 Orléans, France*  
[victor.castaing@chimieparistech.psl.eu](mailto:victor.castaing@chimieparistech.psl.eu)

## RÉSUMÉ

Dans cette étude, l'élaboration de nano-cristaux de  $\text{ZnGa}_2\text{O}_4:\text{Cr}^{3+}$  par voie vitrocéramique est présentée. La morphologie des nano-objets obtenus ainsi que les propriétés de luminescence persistante des matériaux sont ensuite exposés puis discutés.

**MOTS-CLEFS** : *Luminescence persistante ; Nano-cristaux ; vitrocéramiques ;  $\text{ZnGa}_2\text{O}_4:\text{Cr}^{3+}$*

## 1. INTRODUCTION

Les matériaux à luminescence persistante sont capables de « stocker » de l'énergie optique pour la réémettre sur de temps plus longs. A la différence des batteries, ce stockage d'énergie est dû à la présence de pièges de charge (électrons et/ou trous) dans la bande interdite du matériau. Ces charges peuvent ensuite être dé-piégées par une stimulation extérieure comme une énergie mécanique, thermique ou lumineuse. Les applications de tels matériaux sont diverses et variées, allant de l'affichage nocturne à l'imagerie *in vivo*. Cette dernière requiert des matériaux de taille nanométrique avec de bonnes propriétés. L'objet de ce travail est l'étude des conditions d'élaborations sur la morphologie des matériaux ainsi que leurs propriétés optiques. Nous envisageons donc les matériaux de la forme nanométrique à des objets centimétriques sous forme de vitrocéramiques.

## 2. ELABORATION DES NANO-CRISTAUX

Les matériaux étudiés ont été élaboré par voie vitrocéramique [1]. Cette méthode d'élaboration s'articule en deux étapes. La première étape est la synthèse d'un verre de composition  $X \text{SiO}_2 - 23 \text{ZnO} - 17 \text{Ga}_2\text{O}_3 - 5 \text{Na}_2\text{O} - 0.125 \text{Cr}_2\text{O}_3$  ( $65 \leq X \leq 85$ ). Ces verres ont la particularité d'être à séparation de phase, l'une d'elle riche en  $\text{SiO}_2$  l'autre riche en  $\text{ZnO}$  et  $\text{Ga}_2\text{O}_3$ . Lors de la seconde étape, étape de cristallisation ( $800 \leq T_{\text{crist.}} \leq 1050$  °C), il se passe alors une cristallisation exclusive de la phase riche en  $\text{ZnO}$  et  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  en  $\text{ZnGa}_2\text{O}_4$  spinelle. Les analyses de diffraction des rayons X ainsi que des images de microscopie électronique attestent de la taille nanométrique des cristaux ainsi que de leur phase spinelle, cette phase spinelle possédant les propriétés de luminescence persistante remarquables.

Les paramètres de synthèse tels que la température de cristallisation et le taux de silice dans le verre précurseur peuvent avoir des effets sur la taille ainsi que la phase cristalline des nano-cristaux. En effet, on peut remarquer (Fig. 1 (a)) qu'une augmentation de la température de cristallisation conduit à une augmentation de la taille des cristaux (de 8 à 37 nm pour  $T_{\text{crist.}}$  allant de 800 à 1050 °C) mais également de leur polydispersité et qualité cristalline. On pourrait également remarquer que le taux de silice quant à lui, conduit à une diminution puis augmentation de la taille des nano-cristaux avec un minimum observé pour  $X = 75$ .

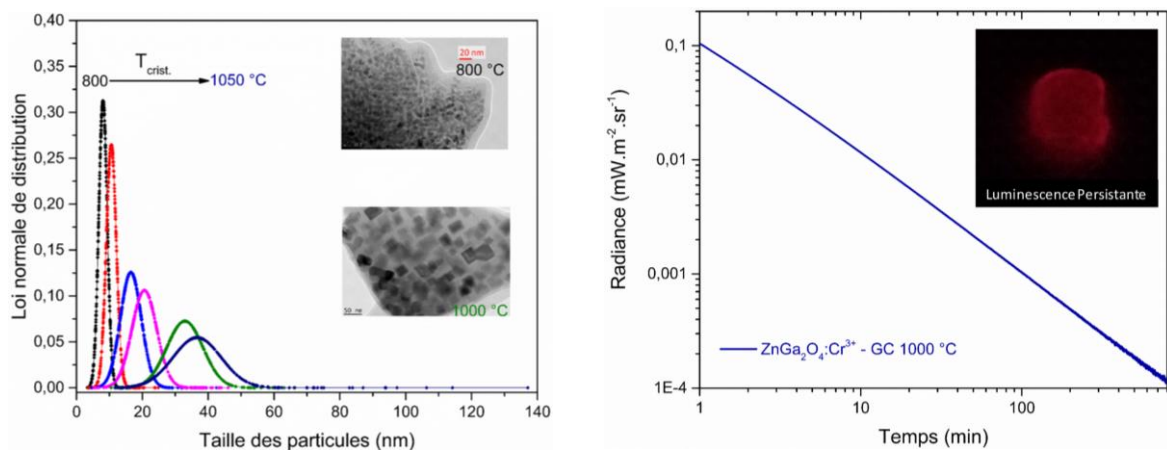


Figure 1 : (gauche) Distribution de tailles des nano-cristaux. En insert, images MET de deux vitrocéramiques élaborés à 800 et 1000 °C. (droite) Déclin de luminescence persistante de l'échantillon élaboré à 1000 °C après 5 min sous excitation UV. En insert, photo de l'échantillon en question 5 s après arrêt de l'excitation. L'émission se trouve dans le rouge profond/proche IR, vers 700 nm.

### 3. EVALUATION DES PROPRIETES DE LUMINESCENCE PERSISTANTE

Les matériaux ainsi élaborés tirent leurs propriétés optiques du dopant chrome. En effet, le chrome dans des spinelles de gallate de zinc peut substituer le gallium du fait de leur rayon ionique similaire (62 pm pour les deux). Le chrome dans cet environnement octaédrique possède une émission à *ca.* 700 nm provenant de la désexcitation radiative de son niveau excité  ${}^2E$  vers son niveau fondamental  ${}^4A_2$ . [2] Il a également pu être montré que la présence de défauts d'antisite ( $Ga_{Zn}$  et/ou  $Zn_{Ga}$ ), stables au voisinage du dopant  $Cr^{3+}$ [3], permet de jouer le rôle de piège utile à la luminescence persistante. On peut en effet observer sur la Fig.1 (b) une émission dans le rouge profond après arrêt de l'irradiation. Cette émission persiste plusieurs heures durant (cf. déclin fig. 1). Des comparaisons des propriétés de luminescence persistante peuvent ensuite être réalisées par analyse des déclins de luminescence persistante et des courbes de thermoluminescence des différents matériaux élaborés.

### CONCLUSION

La voie vitrocéramique permet l'élaboration de nano-cristaux à luminescence persistante emprisonnés dans une matrice vitreuse. Cette voie d'élaboration possède l'avantage de mener à des matériaux de grande taille (quelques cm) dont les propriétés (cristallines et optiques) peuvent varier en jouant sur des paramètres tels que la température de cristallisation et le taux de silice. Les matériaux obtenus possèdent d'excellentes propriétés de luminescence persistante.

L'influence des paramètres d'élaborations sur les propriétés optiques peut également être étudiée, reliant ainsi la nano-structure aux propriétés macroscopiques.

#### Références

- [1] Chenu S., Véron E., Genevois C., Garcia A., Matzen G. and Allix M. (2014) *J. Mater. Chem. C.*, 2, 10002-10010.
- [2] Gourier D., Bessière A., Sharma S. K., Binet L., Viana B., Basavaraju N. and Priolkar K. R. (2014) *J. Phys. Chem. Solids*, 75, 826-837.
- [3] De Vos A., Lejaeghere K., Vanpoucke D. E. P., Joos J. J., Smet P. F., and Hemelsoet K. (2016) *Inorg. Chem.*, 55, 2402-20142

# ENGINEERING OF $\text{LiNbO}_3$ THIN FILMS FOR NEXT GENERATION ACOUSTIC AND OPTICAL APPLICATIONS

Ausrine Bartasyte<sup>1</sup>, Samuel Margueron<sup>2</sup>, Stefania Oliveri<sup>1</sup>, Vincent Astié<sup>1</sup>, Thomas Baron<sup>1</sup>, Jean-Manuel Decams<sup>3</sup>, Sylvain Ballandras<sup>4</sup>

<sup>1</sup> *Femto-ST Institute, University of Bourgogne Franche-Comté, ENSMM, CNRS UMR 6174, Besançon, 25030, France*

<sup>2</sup> *Laboratoire Matériaux Optiques, Photoniques et Systèmes, Université de Lorraine et Centrale Supélec, EA 4423, 2 rue Eduard Belin, Metz, 57070, France*

<sup>3</sup> *ANNEALSYS, 34000 Montpellier, France*

<sup>4</sup> *freInSys, 25030 Besançon, France*

[ausrine.bartasyte@femto-st.fr](mailto:ausrine.bartasyte@femto-st.fr)

## ABSTRACT

Over the past five decades,  $\text{LiNbO}_3$  and  $\text{LiTaO}_3$  single crystals and thin films have been studied intensively for their exceptional acoustic, electro-optical, and pyroelectric and ferroelectric properties [1]. Today,  $\text{LiNbO}_3$  single crystals in electro-optics are equivalent to silicon in electronics, and about 70% of radio-frequency (RF) filters, based on surface acoustic waves, are fabricated on these single crystals. These materials in the form of thin films are needed urgently for the development of the next-generation of high-frequency and/or wide-band RF filters or tuneable frequency filters adapted to the fifth generation of infrastructures/networks/communications. The integration of  $\text{LiNbO}_3$  films in guided nanophotonic devices will allow higher operational frequencies, wider bandwidth, and miniaturized optical devices in line with improved electronic conversion. Here, the challenges and the achievements in the epitaxial growth of  $\text{LiNbO}_3$  thin films and their integration with silicon technology and to acoustic and guided nanophotonic devices are discussed in detail. In the case of SAW and optical waveguiding applications, proper propagation axis is demanded. Thus, particular effort was done to achieve growth of films with single crystallographic orientation. The in-plane and out-of-plane orientations of grown LN films were studied by XRD. Particular effort was done to achieve films with nearly stoichiometric  $\text{Li}_2\text{O}$  composition. The simulations indicated that high phase velocities and high  $K^2$  can be attained in  $\text{LiNbO}_3$  films. Preliminary results on the micro-structuring of epitaxial  $\text{LiNbO}_3$  films for the fabrication of waveguides, acoustical and optical properties will be presented. Future prospects of potential applications and the expected performances of thin film devices are overviewed, as well.

**KEYWORDS:**  *$\text{LiNbO}_3$  ; epitaxy ; micro-structuring ; waveguides.*

## REFERENCES

- [1] A. Bartasyte, S. Margueron, T. Baron, S. Oliveri, P. Boulet, Adv. Mater. Interfaces 1600998, 2017.
- [2] A. Bartasyte, V. Plausinaitiene, A. Abrutis, S. Stanionyte, S. Margueron, V. Kubilius, P. Boulet, S. Huband, P.A. Thomas, Mat. Chem. Phys. 149-150, 622-631, 2015.
- [3] A. Bartasyte, V. Plausinaitiene, A. Abrutis, S. Stanionyte, S. H. Margueron, P. Boulet, T. Kobata, Y. Uesu, and J. Gleize J. Phys. Condens. Matter 25, 205901 (2013).



# Epitaxial rutile TiO<sub>2</sub> for nanophotonic applications

S. Kuprenaite<sup>1</sup>, S. Griesse-Nascimento<sup>2</sup>, S. Margueron<sup>3</sup>, C. Millon<sup>1</sup>,  
A. Bartaszyte<sup>1</sup>, E. Mazur<sup>2</sup>

<sup>1</sup> FEMTO-ST institute, Université Bourgogne Franche-Comté, 25030 Besançon – France

<sup>2</sup> School of Engineering and Applied Sciences, Harvard University, Cambridge – USA

<sup>3</sup> LMOPS laboratory, Université de Lorraine et CentraleSupélec, 57070 Metz – France

sabina.kuprenaite@femto-st.fr

## Abstract

Titanium oxide is a promising material for integrated photonics that is considered to be ideal for applications in nonlinear optics due to its high nonlinear refractive index (30 times that of silica) matched with large transparency (for  $\lambda > 400$  nm). Its high linear refractive index (2.4 – 2.8) enables dense on-chip integration of nanophotonic waveguides and high confinement, that produces effective nonlinearities (100,000 times that of standard silica fiber) [1]. The most stable form of TiO<sub>2</sub> is rutile, that also has the highest refractive index of all three forms existing. Furthermore, rutile films, when grown epitaxially, exhibit even higher refractive index, compared to that of polycrystalline ones [2]. Integrated photonic devices require high quality films to reduce optical losses. Therefore, we grow (002) oriented rutile TiO<sub>2</sub> films on M-Sapphire (10 $\bar{1}$ 0) epitaxially, to obtain low defect and impurity concentration. XRD texture and in-plane measurements are performed to test the epitaxial quality and in-plane stresses of rutile TiO<sub>2</sub> films. We found zinc oxide to be promising for sacrificial layer applications due to epitaxial growth and simple chemical etching. Using 3D high-temperature masks (ZnO and SiO<sub>2</sub>), deep UV and electron beam lithographies, films are structured to fabricate nanometer and micrometer size featured waveguides. To test the guiding properties of the waveguides, prism coupling measurements are performed. Furthermore, we demonstrate the developed layer transfer technique that allows the transfer of epitaxial rutile films on Si/SiO<sub>2</sub> substrates. In this work we present various techniques to obtain scalable, cheap and simple rutile TiO<sub>2</sub> based structures for nanophotonic applications.

**Keywords** : rutile, epitaxy, lift-off, nanophotonics

## References

- [1] C. C. Evans, “Nonlinear optics in titanium dioxide: from bulk to integrated optical devices,” (Harvard University, 2013).
- [2] S. Tanemura et al. “Optical properties of polycrystalline and epitaxial anatase and rutile TiO<sub>2</sub> thin films by rf magnetron sputtering” Appl. Surf. Sci. 212–213 (2003) 654–660

# ETUDE DES GUIDES A FORT CONFINEMENT ET FAIBLES PERTES SUR NIOBATE DE LITHIUM FABRIQUES PAR ECHANGE PROTONIQUE SOUS VIDE POUSSE.

**Alicia Petronela Rambu<sup>1</sup>, Alin Marian Apetrei<sup>1</sup>, Florent Doutre<sup>2</sup>, Hervé Tronche<sup>2</sup>,  
Marc de Micheli<sup>2</sup> et Sorin Tascu<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> *Research Center on Advanced Materials and Technologies, Sciences Department, Alexandru Ioan  
Cuza University of Iasi, Blvd. Carol I, no. 11, 700506 Iasi, Romania*

<sup>2</sup> *Institut de Physique de Nice, Université Côte d'Azur – CNRS, UMR 7010,  
Avenue Joseph Vallot, 06100, Nice, France*  
[marc.de-micheli@unice.fr](mailto:marc.de-micheli@unice.fr)

## RÉSUMÉ

Dans ce papier nous montrons comment l'échange protonique sous vide poussé (High Vacuum Proton Exchange : HiVacPE) permet de fabriquer sur LiNbO<sub>3</sub>, des guides présentant un fort confinement et de faibles pertes à la propagation en vue de réaliser des circuits optiques intégrés compacts et efficaces.

**MOTS-CLEFS :** *niobate de lithium, guides d'onde, échange protonique, contraintes*

L'échange protonique est maintenant une technique reconnue pour la fabrication de guides sur LiNbO<sub>3</sub>. Elle se décline suivant plusieurs variantes Annealed Proton Exchange (APE) [1,2,3], Reverse Proton Exchange (RPE) [4] et Soft Proton Exchange (SPE) [5, 6, 7, 8]. Toutes ces variantes permettent de fabriquer des guides d'onde ayant de faibles pertes à la propagation et des performances électro-optiques et non linéaires préservées mais en se limitant à des contrastes d'indice faibles,  $\Delta n_e=0,02$  pour APE et RPE [4] et  $\Delta n_e=0,03$  pour SPE [5]. Il est également possible d'obtenir par échange protonique PE [9] des variations d'indice  $\Delta n_e=0,12$  à  $\lambda=633$  nm, mais dans ce cas le coefficient non linéaire  $\chi^{(2)}$  est totalement détruit [10]. Récemment, il a été obtenu par High Index Soft Proton Exchange (HISoPE) des guides avec  $\Delta n_e=0,1$  et des non linéarités intactes, mais dans ce cas les contraintes liées aux variations de paramètre de maille provoquent des pertes à la propagation importantes ( $\geq 5$ dB/cm) [11]. Les processus SPE et HISoPE imposent d'utiliser un container scellé pour réaliser l'échange dans un bain d'acide benzoïque (AB) fondu à une température de l'ordre de 300°C et contenant une proportion  $\rho$  de benzoate de lithium (BL). Ici, nous montrons l'intérêt de réduire au maximum les traces d'eau dans le container en y faisant un vide poussé ( $< 4 \times 10^{-5}$  mbar). Outre le fait que cette technique modifie la valeur du seuil de transition HISoPE-SPE, elle permet d'obtenir des guides présentant des caractéristiques inaccessibles avec les autres techniques.

Pour les forts taux de BL ( $\rho > 2,5\%$ ), les guides présentent des caractéristiques cristallines similaires aux guides SPE mais la variation d'indice peut atteindre  $\Delta n_e=0,04$  et les guides canaux avoir des pertes à la propagation de 0,16dB/cm, ce qui permet d'espérer des rendements de conversion non linéaires sensiblement plus importants.

Pour les taux de BL légèrement inférieurs à 2,5%, on observe un comportement radicalement différent suivant que l'on utilise des substrats X $\perp$  ou Z $\perp$ . Les substrats X $\perp$  présentent une transition abrupte entre la phase  $\alpha$  et les phases  $\kappa$  (fig. 1b) correspondant à une variation très rapide de la forme du profil d'indice de gradient à step (fig. 2b) et d'une destruction du coefficient non linéaire dans les phases  $\kappa$ . Sur les substrats Z $\perp$  au contraire, on observe une transition progressive. Quand les couches  $\kappa$  apparaissent, on voit que les guides présentent toutes les valeurs du paramètre de maille entre celui du substrat et celui de la couche  $\kappa$  présentant la déformation maximale (fig. 1a). Cela s'accompagne d'une stratification des couches guidantes avec une variation progressive des profils d'indice (fig. 2a) et de la possibilité d'avoir une variation d'indice de l'ordre de 0,1 avec un

coefficient non linéaire préservé. Ces couches sont favorables à la fabrication de "fils photoniques", et nous travaillons à la mise au point d'un procédé permettant d'éviter les contraintes latérales et les pertes à la propagation qu'elles engendrent par conversion TE-TM.

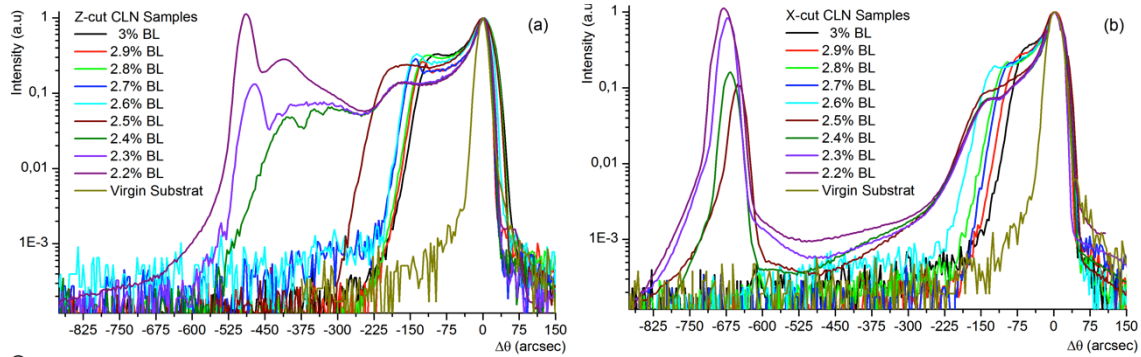


Fig. 1 : Diagramme de diffraction X des guides réalisés par HiVacPE sur des substrats de  $\text{LiNbO}_3$  utilisant a) les plans cristallins 00.12 sur les substrats  $Z \perp$  ; b) les plans 220 sur les substrats  $X \perp$ .

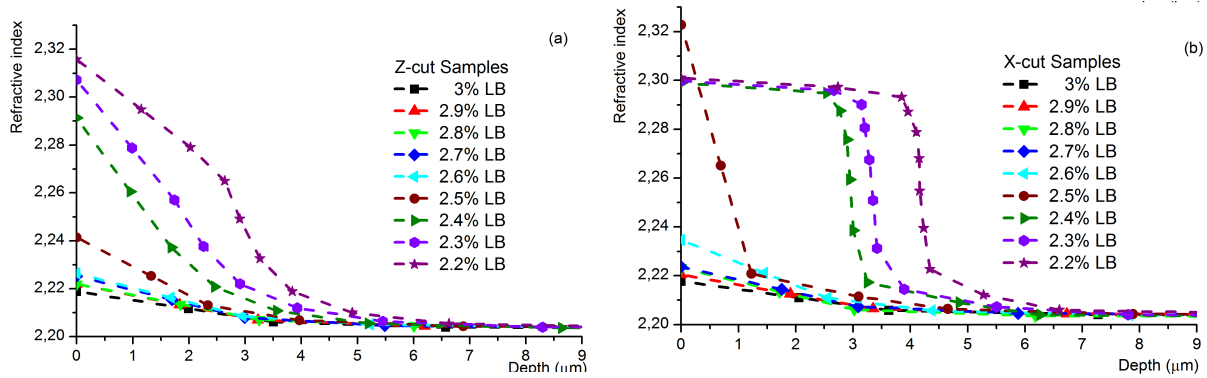


Fig. 2. Profil d'indice extraordinaire à  $\lambda=633$  nm des guides plans HiVacPE sur substrats (a)  $Z \perp$  et (b)  $X \perp$  obtenus en utilisant différentes proportions de BL à  $300^\circ\text{C}$  pour 72 heures.

## RÉFÉRENCES

- [1] M. H. Chou, *et al.*, "Efficient wide-band and tunable midspan spectral inverter using cascaded nonlinearities in  $\text{LiNbO}_3$  waveguide," *IEEE Photon. Technol. Lett.*, vol. 12, no. 1, pp. 82-84, 2000.
- [2] M. Asobe, *et al.*, "Multiple quasi-phase-matched device using continuous phase modulation of  $\chi(2)$  grating and its application to variable wavelength conversion," *IEEE J. Quantum Electron.*, vol. 41, no. 12, pp. 1540-1547, 2005.
- [3] I. Brener, *et al.*, "160 Gbit/s wavelength shifting and phase conjugation using periodically poled  $\text{LiNbO}_3$  waveguide parametric converter," *Electron Lett.*, vol. 36, no. 21, pp. 1788-1790, 2000.
- [4] K. Parameswaran, *et al.*, "Highly efficient second-harmonic generation in buried waveguides formed by annealed and reverse proton exchange in periodically poled lithium niobate," *Opt. Lett.*, vol. 27, pp. 179-181, 2002.
- [5] L. Chanvillard, *et al.*, "Soft proton exchange on PPLN: A simple waveguide fabrication process for highly efficient non-linear interactions" *Appl. Phys. Lett.* vol. 76, no. 9, pp. 1089-1091, 2000.
- [6] Y. N. Korkishko, *et al.*, "Characterization of alpha-phase soft proton-exchanged  $\text{LiNbO}_3$  optical waveguides" *J. Opt. Soc. Amer. A, Opt. Image Sci.*, vol. 18, no. 5, pp. 1186-1191, 2001.
- [7] D. Castaldini, *et al.*, "High performance mode adapters based on segmented SPE: $\text{LiNbO}_3$  waveguides" *Optics Express*, Vol. 17, No. 20, pp 17868-17873, 2009.
- [8] D. Castaldini, *et al.*, "Soft Proton Exchange tapers for low insertion loss  $\text{LiNbO}_3$  devices" *Journal of Lightwave Technology*, vol.25, No 6, pp 1588-1593, 2007.
- [9] J. L. Jackel, C. E. Rice, J. J. Veselka, "Proton exchange for high-index waveguides in  $\text{LiNbO}_3$ " *Appl. Phys. Lett.*, vol. 41, pp. 607-608, 1982.
- [10] F. Laurell, M. G. Roelofs, H. Hsiung, "Loss of optical nonlinearity in proton-exchanged  $\text{LiNbO}_3$  waveguides" *Appl. Phys. Lett.*, vol. 60, no. 3, pp. 301-303, 1992.
- [11] O. Stepanenko, *et al.*, "Crystallographic and Optical Properties of Z-Cut High Index Soft Proton Exchange (HISoPE)  $\text{LiNbO}_3$  Waveguides" *Journal of Lightwave Technology* Vol. 34, Issue 9, pp. 2206-2212, 2016

# GENERATION DE SECOND HARMONIQUE DANS UN GUIDE D'ONDE DE KTiOPO<sub>4</sub> TAILLE EN ARETE

Véronique Boutou<sup>1</sup>, Augustin Vernay<sup>1</sup>, Corinne Félix<sup>1</sup>, Florent Bassignot<sup>2</sup>, Mathieu Chauvet<sup>3</sup>,  
Dominique Lupinsky<sup>4</sup>, Benoît Boulanger<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, Institut Néel, 38000 Grenoble, France

<sup>2</sup> Femto-Engineering, 25000 Besançon, France

<sup>3</sup> Institut Femto-ST, CNRS UMR 6174, Université de Bourgogne, 25000 Besançon, France

<sup>4</sup> Cristal Laser SA, Parc d'Activités du Breuil, 54850 Messein, France

[veronique.boutou@neel.cnrs.fr](mailto:veronique.boutou@neel.cnrs.fr)

## RÉSUMÉ

Nous présentons une étude de la génération de second harmonique dans un guide d'onde de KTiOPO<sub>4</sub> taillé en arête. Nous montrons que la section micrométrique du guide modifie les indices effectifs du cristal et donc les conditions d'accord de phase. L'accord entre théorie et expérience est très bon, tant pour la longueur d'onde d'accord de phase que pour le rendement de conversion qui est 64%/W.

**MOTS-CLEFS :** *optique non linéaire ; propagation guidée ; génération paramétrique ; cristaux non linéaire*

## 1. INTRODUCTION

Dans un cristal non linéaire massif, l'efficacité de génération paramétrique est essentiellement limitée par la capacité de confinement des ondes électromagnétique. C'est particulièrement dommageable lorsqu'il s'agit d'étudier un processus de génération paramétrique peu efficace comme la génération triplets de photons [1]. Un moyen de contourner cette difficulté est alors de réaliser des guides d'onde de section micrométrique de plusieurs centimètres de long, ce qui a de plus l'avantage de permettre leur intégration dans des dispositifs compacts [2]. La technique utilisée ici consiste à amincir un cristal massif par polissage jusqu'à atteindre une épaisseur de quelques micromètres, puis à utiliser une scie diamantée pour tailler un guide de largeur micrométrique par poli-sciage. Nous avons déjà utilisé cette technique avec succès pour des guides de PPLN [3]. Dans notre étude, des guides de KTiOPO<sub>4</sub> (KTP) ont été taillés selon l'axe x du cristal, et une étude complète de la génération de second harmonique (SHG) a été menée.

Dans un guide de section transverse micrométrique, les indices de réfraction du cristal massif de KTP sont modifiés. Une première étape de ce travail a consisté à calculer, pour un jeu de dimensions transverses, les indices de réfraction effectifs. Il s'en suit alors une modification des longueurs d'onde d'accord de phase de SHG, comme le montre la Figure 1 où sont considérées deux directions de propagation différentes : x et y, correspondant respectivement aux axes cristallographiques **a** et **b**. Ces calculs ont été confrontés avec une expérience de SHG dans un guide taillé selon x. Pour ces expériences, une source cohérente picoseconde balayable spectralement (TOPAS) et polarisée à 45° dans le plan yOz du guide de KTP est injectée dans le guide à l'aide d'un objectif x20. Le signal de SHG collecté est représenté sur la Figure 2 pour une intensité de pompe de 0,47GW/cm<sup>2</sup>. La longueur d'onde d'accord de phase trouvée expérimentalement est de 1,12 μm. Cette valeur correspond à un guide de section transverse de 38μm<sup>2</sup> (voir figure 1) en excellent accord avec les dimensions du guide considéré.

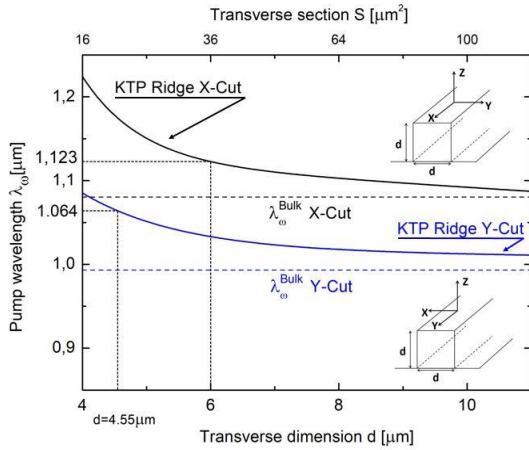


Figure 1. Calcul des conditions d'accord de phase pour des guides taillés selon x ou selon y en fonction de leur dimension transverse.

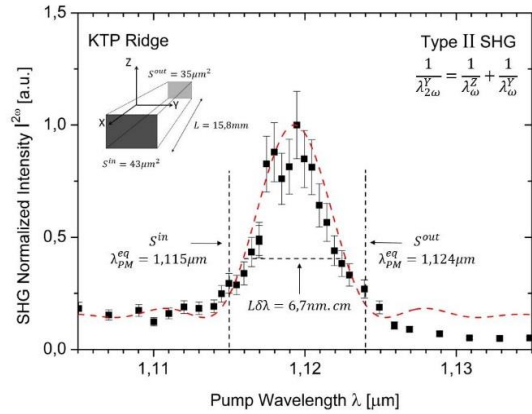


Figure 2. Dépendance spectrale de la SHG pour une intensité de pompe de 0,47 GW/cm<sup>2</sup>.

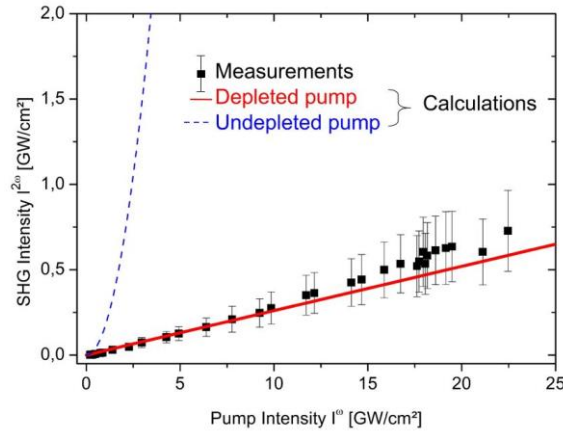


Figure 3. Intensité de SHG en fonction de l'intensité de la pompe.

Nous avons également mesuré l'évolution de l'intensité de SHG générée en fonction de l'énergie de la pompe à la longueur d'onde d'accord de phase. Les résultats sont donnés sur la Figure 3 et comparés avec le calcul en pompe dépeuplée prenant en compte les pertes surfaciques et volumiques du guide. L'accord entre calcul et expérience est très bon, et ce sans aucun paramètre ajustable. L'efficacité de génération de SHG est de l'ordre de 64% /W.

## REFERENCES

- [1] A. Dot, A. Borne, B. Boulanger, P. Segonds, C. Félix C., K. Bencheikh, J.A. Levenson, "Energetic and spectral properties of triple photon down conversion in a phase-matched KTiOPO<sub>4</sub> crystal", *Opt. Lett.*, vol. 37, iss. 12, pp 2234-2236 (2012).
- [2] F. Chen, "Construction of two-dimensional waveguides in insulating optical materials by means of ion beam implantation for photonic applications: Fabrication methods and research progress". *Crit. Rev. Solid State Mater. Sci.* vol 33, pp 165-182 (2008).
- [3] M. Chauvet, F. Henrot, F. Bassignot, F. Devaux, L. Gauthier-Manuel, V. Pêcheur, H. Maillotte, B. Dahmani, "High efficiency frequency doubling in fully diced LiNbO<sub>3</sub> ridge waveguides on silicon", *J. Opt.*, vol. 18, pp 085503(2016).

# IMAGERIE INFRAROUGE PAR CONVERSION DE FREQUENCE AMELIOREE POUR DES APPLICATIONS D'IMAGERIE ACTIVE

R. Demur<sup>1,2</sup>, A. Grisard<sup>1</sup>, L. Leviandier<sup>1</sup>, E. Lallier<sup>1</sup>, L. Morvan<sup>1</sup>, N. Treps<sup>2</sup>, C. Fabre<sup>2</sup>

<sup>1</sup> *Thales Research & Technology, 1 Avenue Augustin Fresnel, 91767 Palaiseau, France*

<sup>2</sup> *Laboratoire Kastler Brossel, Sorbonne Université, CNRS, ENS-University PSL, Collège de France; 4 Place Jussieu, 75252 Paris, France*

[romain.demur@thalesgroup.com](mailto:romain.demur@thalesgroup.com)

## RÉSUMÉ

La détection infrarouge d'images par somme de fréquence dans un cristal de PPLN permet d'augmenter la sensibilité de détection en imagerie active en utilisant un détecteur à base de Silicium. L'utilisation d'un laser de pompe avec un spectre large nous permet d'augmenter le nombre de pixels convertis d'un facteur 10 par rapport à un laser de pompe au spectre étroit. Enfin, les images obtenues contenant 56x64 pixels nous permettent d'effectuer l'identification d'objets diffusants.

**MOTS-CLEFS :** *imagerie infrarouge, optique non-linéaire, somme de fréquence*

## 1. INTRODUCTION

Les caméras InGaAs spécifiées pour l'imagerie active autour de 1,5  $\mu\text{m}$  sont connues pour avoir de moins bonnes performances que leurs équivalents à base de silicium pour un fonctionnement dans le visible. Ainsi, la conversion de fréquence d'images du proche infrarouge vers le visible permet de bénéficier des performances des caméras visibles CMOS pour détecter des signaux infrarouges [1]. Pour cela, le processus de somme de fréquence entre le signal à détecter à 1,5  $\mu\text{m}$  et un laser de pompe choisi à 1,06  $\mu\text{m}$ , dans un cristal de PPLN possédant une importante non-linéarité du deuxième ordre, permet d'obtenir des photons convertis, autour de 0,6  $\mu\text{m}$ . Cette conversion, pour être efficace, doit vérifier à la fois la relation de conservation de l'énergie et la relation d'accord de phase ce qui limite la bande spectrale et l'acceptance angulaire de la conversion. Les signaux pouvant être convertis sont donc de longueur d'onde bien définie, avec un petit champ, ce qui semble bien adapté à des applications d'imagerie active. Pour augmenter ce champ, nous avons travaillé sur les propriétés du laser de pompe [2].

## 2. EXPERIENCE

Une mire de résolution est éclairée en transmission avec un laser continu à 1,56  $\mu\text{m}$  pour constituer le signal à détecter. Un cristal de PPLN d'ouverture 1 mm x 1,5 mm et de 20 mm de long est utilisé pour effectuer la conversion. Un laser de pompe impulsionnel à 1,064  $\mu\text{m}$  est superposé au signal à l'aide d'une lame dichroïque puis focalisé dans le cristal. A la sortie du cristal des filtres séparent la pompe non consommée du signal converti qui est ensuite détecté sur une caméra CMOS bas bruit. Le cristal est placé au centre d'un montage 4-f pour l'image, ainsi le diamètre du faisceau pompe dans le cristal définit le plus petit élément converti dans l'image et l'acceptance angulaire de la condition d'accord de phase donne le champ de vue du système.

Pour augmenter le champ de vue du système, nous avons développé un laser de pompe dédié, dont le spectre est large de quelques nm autour de 1,06  $\mu\text{m}$ . Ainsi, chaque longueur d'onde de ce spectre va pouvoir convertir un signal incident dans le cristal avec un angle différent. On augmente ainsi l'acceptance angulaire de la conversion. Les images obtenues sont comparées à celles obtenues avec un laser de pompe à spectre étroit.

### 3. PERFORMANCES OBTENUES

La figure 1 représente les images converties obtenues dans différents schémas de pompe. La figure 1 (a) a été obtenue avec le laser de pompe au spectre fin et la résolution est de 16x19 pixels. La figure 1 (b), obtenue avec notre laser dédié de largeur spectrale 1 nm présente 35x41 pixels et la figure 1 (c) avec un spectre de 2,7 nm de large présente 56x64 pixels. Le nombre de pixels ainsi obtenu est compatible avec des applications d'imagerie active.

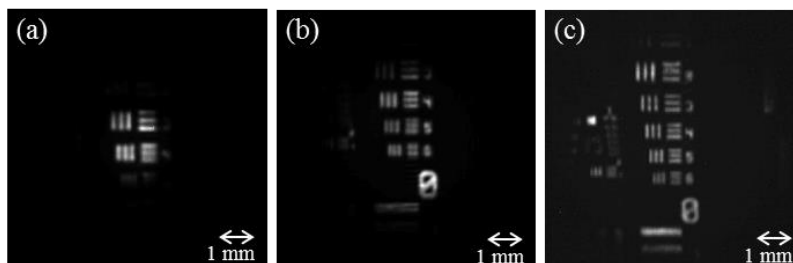


Fig. 1 : Images converties obtenues avec (a) le laser de pompe au spectre fin, (b) avec un spectre de 1 nm de large, (c) avec un spectre de 2,7 nm de large.

L'efficacité de conversion dans ce système est un élément primordial pour augmenter le rapport signal à bruit par rapport à une détection directe sur caméra InGaAs. Nous avons montré des efficacités de conversion de 63%, en parfait accord avec la théorie, ce qui permet d'augmenter la sensibilité de détection d'un facteur 10 par rapport à une détection directe.

### 4. IMAGES D'OBJETS DIFFUSANTS

En utilisant un laser continu, délivrant une puissance de 8 W pour éclairer des objets diffusants situés à quelques mètres du détecteur et en utilisant une lentille de collection pour en effectuer l'image à la place de la mire de résolution, on peut effectuer des images de cibles réelles. Le laser d'éclairage étant très cohérent, l'image obtenue (figure 2 (a)) présente un speckle bien résolu. Un mécanisme de vibration de l'objet et un temps d'exposition suffisamment long permettent de s'affranchir de ses effets comme le montre la figure 2 (b). La qualité des images obtenues permet l'identification de l'objet (ici une Renault 4 CV miniature).

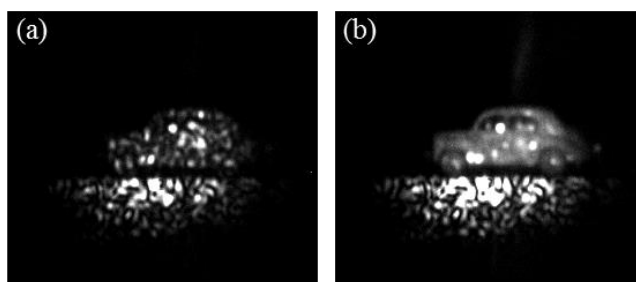


Fig. 2 : Images de modèle de Renault 4 CV obtenues avec notre laser de pompe spectre large (2,7 nm). (a) statique, (b) avec vibration.

### CONCLUSION

La détection infrarouge par somme de fréquence permet, en utilisant un laser de pompe avec un spectre large, d'obtenir des images compatibles avec des applications d'imagerie active. Le gain en sensibilité obtenu par rapport à une détection directe est d'un facteur 10 ce qui permet d'augmenter considérablement la portée des systèmes d'imagerie active.

### REFERENCES

- [1] J. S. Dam, P. Tidemand-Lichtenberg, and C. Pedersen, "Room-temperature mid-infrared single-photon spectral imaging," *Nat. Photonics*, vol. 6, no 11, p. 788, 2012.
- [2] R. Demur, R. Garioud, A. Grisard, L. Leviandier, E. Lallier, L. Morvan, N. Treps, C. Fabre, "Near-infrared to visible upconversion imaging using a broadband pump laser," accepted in *Optics Express*.

# NOUVEAUX LUMINOPHORES HYBRIDES (a-YAB/MOLECULES ORGANIQUES) POUR LED BLANCHES

Atul D. Sontakke,<sup>1</sup> M. Salaun,<sup>2</sup> Isabelle Gautier-Luneau,<sup>2</sup> Alban Ferrier,<sup>1</sup> Vincent Maurel,<sup>3</sup>  
Jean Marie Mouesca,<sup>3</sup> Michel Bardet,<sup>3</sup> Alain Ibanez,<sup>2</sup> Bruno Viana,<sup>1</sup>

<sup>1</sup> PSL Research University, Chimie-Paristech, CNRS, IRCP, 75005 Paris, France

<sup>2</sup> Institut NEEL, CNRS & UGA, F-38042 Grenoble, France

<sup>3</sup> Institut Nanoscience et Cryogenie, CEA, Grenoble, France

[bruno.viana@chimie-paristech.fr](mailto:bruno.viana@chimie-paristech.fr)

## RÉSUMÉ

Nous avons récemment développé des luminophores en poudre d'yttrium-alumino-borate  $YAl_3(BO_3)_4$  amorphe, qui présentent une émission dans le blanc sous l'effet d'une excitation du proche UV. L'origine de cette luminescence récemment identifiée provient de la présence de centres liés à des molécules carbonées dans la matrice inorganique. Ceci ouvre la voie à l'utilisation de luminophore sans terres rares coûteuses

**MOTS-CLEFS :** *Luminophores blancs, LED, bas cout, émission de défauts*

## 1. INTRODUCTION

Les travaux récents dans l'éclairage sont concentrés sur les LED émettant une lumière blanche (w-LEDs) avec des températures d'émission variables. Ces LED remplacent rapidement les lampes de précédente génération. La majorité des LED blanches sont basées sur l'émission d'une LED bleue à base d'InGaN accompagnées de luminophores tels que le YAG:Ce émettant dans le jaune, ce qui donne naissance à la lumière blanche. Cependant, un tel mélange de couleurs complémentaires peut conduire à un mauvais rendu des couleurs (CRI). Les LED blanches avec les meilleurs rendus de couleur ( $CRI \geq 90$ ) sont obtenues en utilisant plusieurs luminophores ou bien encore plusieurs LED. Dans ce contexte, des luminophores ayant une émission à large bande couvrant tout le spectre visible pourraient être avantageux. Nous avons récemment développé des luminophores à base de poudre d'yttrium-alumino-borate amorphe ( $YAl_3(BO_3)_4$  noté *a*-YAB), qui présentent une émission dans le blanc sous l'effet d'une excitation dans le proche UV (365-385 nm). L'origine récemment identifiée de cette luminescence provient de la présence de centres liés à des molécules carbonées dans la matrice inorganique. Ces travaux ouvrent la voie à l'utilisation de luminophores sans terres rares coûteuses.

## 2. RESUMES DES TRAVAUX

Les principaux résultats sont les suivants :

La préparation des poudres peut être réalisée par voie sol-gel ou bien par la méthode pechini [1].

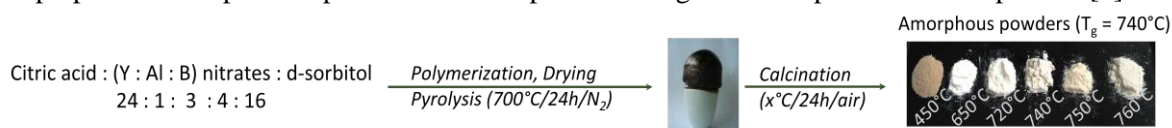


Fig. 1 Etape de préparation des luminophores



Les poudres calcinées à 740°C-750°C pour la méthode Pechini (polyesterification) et entre 450 et 600°C pour la méthode sol-gel (polycondensation) donnent les meilleures propriétés de luminescence. De plus, l'émission présente une bonne stabilité dans le temps et en température.

La cinétique de la luminescence présente une composante rapide très majoritaire (<10 ns) ce qui en fait un bon luminophore, avec cependant une composante longue (phosphorescence). L'analyse FLIM (Fluorescence Lifetime Imaging Microscopy) sur les particules broyées révèle une cinétique similaire de décroissance en surface et dans le cœur des grains, traduisant une bonne homogénéité. Le rendement interne de luminescence est élevé (> 60%) mais cependant pas au niveau des luminophores actuels commerciaux. Le rendu de couleur (CRI) est très bon > 93%. Nous avons récemment identifié l'origine de cette luminescence. Celle-ci provient de la présence de centres liés à des molécules carbonées dans la matrice inorganique [2, 3].

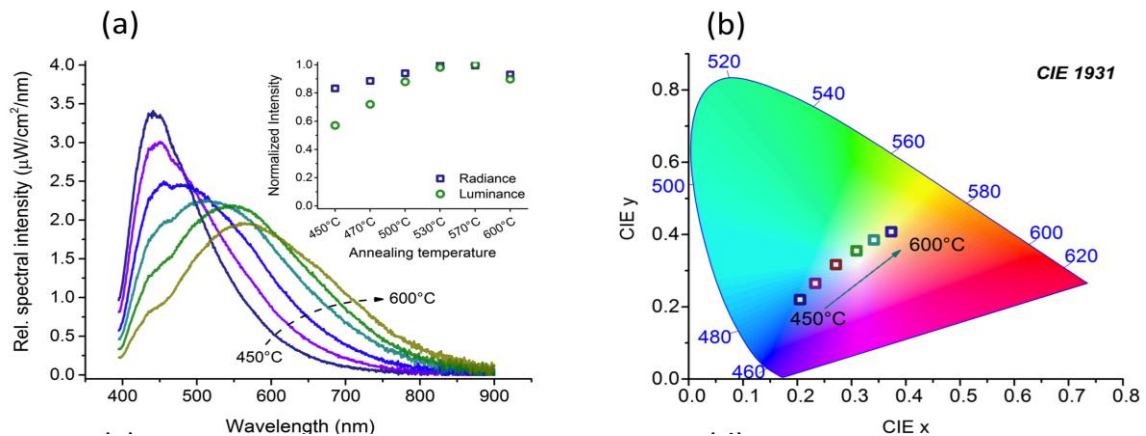


Fig. 2 : Spectres de PL de poudres de a-YAB calcinées à des températures entre 450 et 600°C (méthode sol-gel) sous une excitation de 365 nm (a) : Intensité de PL intégrée (luminance) et contribution de la luminance en fonction de la température de calcination; (b) : Diagramme de chromaticité des couleurs

## CONCLUSIONS

Les poudres de YAB amorphes (740-750°C) présentent une intense luminescence blanche large bande, due aux centres émetteurs composés de défauts liés au carbone sous excitation UV/bleue. La cinétique sous excitation pulsée révèle la présence de processus de fluorescence rapide (transitions permises) et une relaxation lente correspondant à la phosphorescence (transition triplet → singulet dans des composés aromatiques). Des travaux sont en cours pour augmenter l'absorption et l'efficacité des centres émetteurs et l'optimisation de ces nouveaux luminophores pour les LED-blanches (w-LED).

**Remerciements:** Ce travail a été réalisé dans le cadre du projet ANR-LuminoPhorLED.

## REFERENCES

- [1] V. Ferraz Guimaraes, L. J. Q. Maia, I. Gautier-Luneau, C. Bouchard, A. C. Hernandez, F. Thomas, A. Ferrier, B. Viana and A. Ibanez, *J. Mater. Chem. C*, 3, 5795 (2015).
- [2] P. Burner, A. D. Sontakke, M. Salaün, M. Bardet, J.-M. Mouesca, S. Gambarelli, A.-L. Barra, A. Ferrier, B. Viana, A. Ibanez, V. Maurel, I. Gautier-Luneau. *Angew. Chem. Int. Ed.* 56, 1-5, (2017).
- [3] A. D. Sontakke, A. Ferrier, P. Burner, V. F. Guimarães, M. Salaün, V. Maurel, I. Gautier-Luneau, B. Viana, *J. Phys. Chem. Lett.* 8, 4735-4739, (2017).

# QUASI ACCORD DE PHASE ANGULAIRE DANS UNE SPHERE DE PPRKTP

Dazhi Lu,<sup>1,4</sup> Alexandra Peña,<sup>1</sup> Patricia Segonds,<sup>1</sup> Jérôme Debray,<sup>1</sup> Simon Joly,<sup>2</sup> Andrius Zukauskas,<sup>3</sup> Fredrik Laurell,<sup>3</sup> Valdas Pasiskevicius,<sup>3</sup> Haohai Yu,<sup>4</sup> Huaijin Zhang,<sup>4</sup> Jiyang Wang,<sup>4</sup> Carlota Canalias,<sup>3</sup> Benoît Boulanger<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, Institut Néel, 38000 Grenoble, France

<sup>2</sup> IMS Laboratory, University of Bordeaux, UMR CNRS 5218, 33405 Talence, France

<sup>3</sup> Laser Physics, Applied Physics Department, Royal Institute of Technology, AlbaNova University Center, Roslagstullsbacken 21, 10691 Stockholm, Sweden

<sup>4</sup> State Key Lab. Crystal Materials, Inst. Crystal Materials, Shandong Univ., Jinan, China

[benoit.boulanger@neel.cnrs.fr](mailto:benoit.boulanger@neel.cnrs.fr)

## RÉSUMÉ

Nous présentons les premières mesures de directions d'accord de phase angulaire de génération de second harmonique effectuées dans une sphère usinée dans un cristal biaxe de  $\text{KTiOPO}_4$  dopé avec du Rubidium et à domaines ferroélectriques alternés périodiquement.

**MOTS-CLEFS:** *optique non linéaire; quasi-accord de phase; génération paramétrique; cristaux non linéaires*

## 1. INTRODUCTION

La théorie du quasi-accord de phase angulaire (AQPM) a été proposée en 2007 [1]. Elle correspond à une généralisation du quasi-accord de phase puisqu'il s'agit d'une propagation sous n'importe quel angle par rapport au vecteur réseau du milieu périodiquement polarisé.

Une première étape de validation de cette théorie a été réalisée en 2009 dans le cas d'un milieu uniaxe, à l'aide de PPLN [2]. L'étude de la génération de second harmonique (SHG) et la génération de différence de fréquences (DFG), a démontré que l'AQPM apporte des acceptances spectrales géantes par rapport à l'accord de phase par biréfringence (BPM).

La étape suivante a été de valider la théorie de l'AQPM dans le cas d'un cristal biaxe, ce qui est le but de ce travail. Nous avons choisi un cristal de  $\text{KTiOPO}_4$  (PPRKTP) de grande taille, dopé avec du Rubidium et à domaines ferroélectriques alternés périodiquement [3].

## 2. MESURES ET ANALYSE DES RESULTATS

Un cristal de PPRKTP avec une période de réseau  $\Lambda = 38,52 \mu\text{m}$  a été usiné en forme de sphère d'un diamètre de 4,76 mm, comme vue sur la photo de la figure 1(a). Elle a été polie, orientée et collée sur une tête goniométrique le long de l'axe y avec une précision meilleure que  $0,05^\circ$  en utilisant la méthode Laue. La sphère étant placée au centre d'un cercle d'Euler, il a été possible de propager un faisceau laser incident dans n'importe quelle direction de propagation du cristal, ce qui nous a permis de mesurer n'importe quelle direction d'AQPM. Le faisceau incident est émis par un oscillateur paramétrique optique qui délivre des impulsions de 5 ns (FWHM) avec un taux de répétition de 10 Hz, et accordable entre  $0,4 \mu\text{m}$  et  $2,4 \mu\text{m}$ . Nous avons utilisé ce faisceau comme onde fondamentale pour les mesures de SHG. Parmi les  $2^3$  configurations possibles d'AQPM en terme de polarisation [1], seules 4 sont autorisées dans le cas de SHG dans PPRKTP du fait de la dispersion en longueur d'onde de ses indices de réfraction.

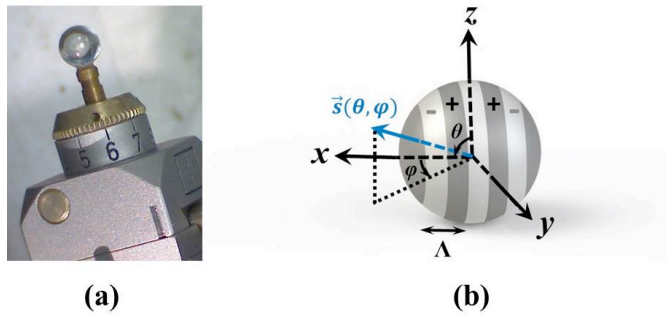


Fig. 1 : (a) Sphère de PPRKTP utilisée pour les expériences d'AQPM. (b) Configuration d'AQPM dans la sphère où  $\Lambda$  est la périodicité du réseau le long de l'axe des  $x$  et  $\vec{s}$  est le vecteur unitaire des vecteurs d'ondes pour les trois ondes en interaction ;  $(x,y,z)$  est le repère diélectrique.

La figure 2 montre les courbes de SHG en AQPM correspondant aux 4 types autorisés dans le cristal PPRKTP pour la longueur d'onde fondamentale  $\lambda_o=2.15 \mu\text{m}$ , et également les types I et II d'accord de phase par biréfringence (BPM) à cette même longueur d'onde.

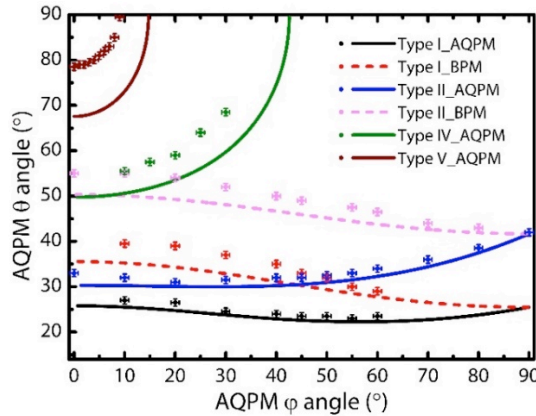


Fig. 2 : Courbes de SHG en AQPM et BPM (accord de phase par biréfringence) dans PPRKTP pour la longueur d'onde fondamentale  $2,15 \mu\text{m}$ .

### 3. CONCLUSION

En conclusion, nous avons validé expérimentalement la théorie d'AQPM dans le cas d'un cristal biaxe en réalisant la SHG à une longueur d'onde fondamentale de  $2,15 \mu\text{m}$  dans un cristal de PPRKTP à grande ouverture et usiné en forme de sphère. Les angles des quatre types d'AQPM possibles ont été mesurés à l'aide d'un goniomètre Kappa.

### REFERENCES

- [1] Y. Petit, B. Boulanger, P. Segonds, T. Taira, "Angular quasi-phase-matching," Phys. Rev. A 76, 1-7 (2007).
- [2] P. Brand, B. Boulanger, P. Segonds, Y. Petit, C. Félix, B. Ménaert, T. Taira, and H. Ishizuki, "Angular quasi-phase-matching experiments and determination of accurate Sellmeier equations for 5%MgO:PPLN," Opt. Lett. 34(17), 2578-2580 (2009).
- [3] A. Zukauskas, N. Thilmann, V. Pasiskevicius, F. Laurell, C. Canalias, "5 mm thick periodically poled Rb-doped KTP for high energy optical parametric frequency conversion," Opt. Mater. Express 1, 201-206 (2011).

# VALEUR ET SIGNE RELATIF DES COEFFICIENTS NON LINEAIRES DE BGSE

Feng Guo<sup>1</sup>, Patricia Segonds<sup>1</sup>, Elodie Boursier<sup>1</sup>, Jérôme Debray<sup>1</sup>, Valeriy Badikov<sup>2</sup>, Vladimir Panyutin<sup>3</sup>, Dmitrii Badikov<sup>2</sup>, Valentin Petrov<sup>3</sup>, Benoit Boulanger<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, Institut Néel, 38000 Grenoble, France

<sup>2</sup> High Technologies Laboratory, Kuban State University, 350040 Krasnodar, Russia

<sup>3</sup> Max-Born-Inst. for Nonlinear Optics & Ultrafast Spectroscopy, 12489 Berlin, Germany

[patricia.segonds@neel.cnrs.fr](mailto:patricia.segonds@neel.cnrs.fr)

## RÉSUMÉ

Nous présentons la valeur et le signe relatif des coefficients non linéaires du cristal BGSe. Nous avons mesuré la variation du rendement de conversion pour la SHG, en fonction de la longueur d'onde fondamentale. Nous avons travaillé hors accord de phase dans des lames immobiles et le long de courbes d'accord de phase dans une sphère en rotation.

**MOTS-CLEFS :** *Optique non linéaire, génération paramétrique, accord de phase, cristaux*

## 1. INTRODUCTION

Dans l'approximation de Kleimann, le tenseur de susceptibilité électrique du second-ordre du cristal biaxe BaGa<sub>4</sub>Se<sub>7</sub> (BGSe) qui appartient au groupe d'espace  $m$ , a six coefficients non linéaires non nuls et indépendants :  $d_{23}$ ,  $d_{32}$ ,  $d_{31}$ ,  $d_{21}$ ,  $d_{22}$  et  $d_{33}$ . Nous avons déterminé la valeur absolue de  $d_{23}$ ,  $d_{32}$ ,  $d_{31}$  et affiné les équations de Sellmeier des trois indices de réfraction principaux [1, 2]. Dans ce travail nous présentons la valeur et le signe relatif des six coefficients non linéaires de BGSe.

## 2. DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL ET RESULTATS

La variation du rendement de conversion par SHG a été mesurée en fonction de la longueur d'onde fondamentale  $\lambda_\omega$ . Nous utilisons un faisceau polarisé et accordable entre 2.5 and 12  $\mu\text{m}$ , émis par une source 15-ps FWHM et 10-Hz. Il est focalisé par une lentille CaF<sub>2</sub> ( $f=100$  mm) sur un diamètre  $W_0=120$   $\mu\text{m}$  correspondant à la longueur de Rayleigh  $Z_R=30$  mm.

Les énergies fondamentale  $\epsilon_\omega$  et générée  $\epsilon_{2\omega}$  sont détectées avec des Joulemètres à l'entrée et à la sortie du cristal respectivement.  $\epsilon_\omega$  est éliminée à la sortie du cristal par un filtre et un polariseur. Alors le rendement de conversion défini par  $\eta_{2\omega}=\epsilon_{2\omega}/\epsilon_\omega$  est déterminé en fonction de  $\lambda_\omega$ .

La SHG est étudiée en dehors des conditions d'accord de phase à travers deux lames immobiles placées au point de focalisation. Elles sont usinées selon un axe diélectrique  $x$ ,  $y$  ou  $z$  avec la même épaisseur  $L=500$   $\mu\text{m}$ .  $L \ll 2Z_R$  pour une propagation du faisceau selon l'axe diélectrique.

Le fit des mesures de  $\eta_{2\omega}(\lambda_\omega)$  donne accès aux valeurs absolues des coefficients non linéaires sollicités à  $\lambda_{2\omega}=\lambda_\omega/2$ , en utilisant les équations de Sellmeier affinées de BGSe [1], et la loi de Miller [3]. Les Figures 1(a) et (b) montrent les résultats obtenus à travers deux lames de BGSe.

A travers la lame usinée selon l'axe  $x$ , on détermine  $|d_{22}^{BGSe}(\lambda_{2\omega})|$  si les ondes fondamentales et générée sont polarisées selon l'axe  $y$  et  $|d_{33}^{BGSe}(\lambda_{2\omega})|$  si elles sont polarisées selon  $z$ . A travers la lame usinée selon  $z$  et la polarisation fondamentale selon  $x$ , on obtient  $|d_{21}^{BGSe}(\lambda_{2\omega})|$ . La référence est  $|d_{33}^{KTP}(\lambda_{2\omega})|$  obtenue à travers une lame de KTP usinée selon  $x$  si les ondes sont polarisées selon  $z$  [4].

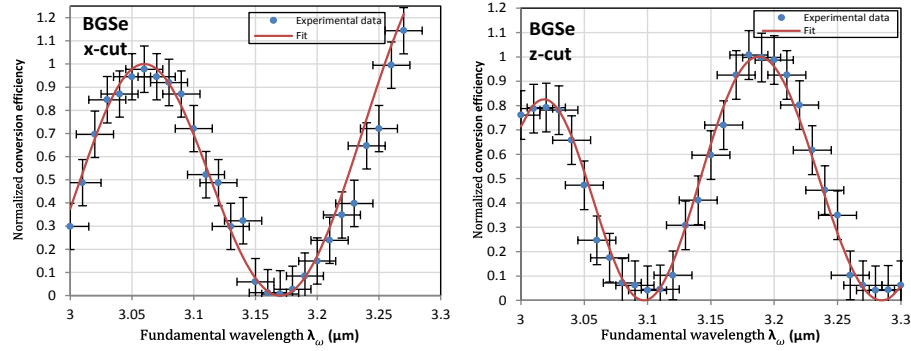


Fig. 1. Rendement de conversion  $\eta_{2\omega}(\lambda_{\omega})$  pour la SHG hors accord de phase, à travers deux lames de BGSes.

En utilisant une sphère de diamètre  $D=7.55$  mm, le rendement de conversion  $\eta_{2\omega}(\lambda_{2\omega}, \theta_{AP}, \varphi_{AP})$  peut être mesuré pour la SHG le long de courbes d'accord de phase dans des plans principaux de BGSes [2].  $(\theta_{AP}, \varphi_{AP})$  sont les angles sphériques d'accord de phase (AP). La sphère tourne autour de son centre. Elle est placée après le point de focalisation pour que le faisceau accordable qui arrive en incidence normale, la traverse au centre et se propage selon son diamètre  $D$ .

La mesure de  $\eta_{2\omega}$  permet de déterminer le comportement de la valeur expérimentale du coefficient effectif  $d_{\text{eff}}(\lambda_{2\omega}, \theta_{AP}, \varphi_{AP})^2$  le long de la courbe d'accord de phase étudiée. Ce type de mesure est donné Figure 2 pour la SHG type II ( $1/\lambda_{\omega}^{-} = 1/\lambda_{\omega}^{+} + 1/\lambda_{\omega}^{-}$ ) dans le plan principal yz de BGSes. Le coefficient effectif associé qui s'écrit  $[d_{\text{eff}}(\lambda_{2\omega}, \theta_{AP})]^2 = [ |d_{31}(\lambda_{2\omega})| \sin(\theta_{AP}) \pm |d_{21}(\lambda_{2\omega})| \sin(\theta_{AP}) ]^2$  a deux comportements théoriques possibles, selon que les coefficients non linéaires ont le même signe ou un signe opposé. Connaissant leur valeur absolue, la comparaison entre la mesure et le calcul de  $d_{\text{eff}}$  (voir Fig. 2(a)), permet de déduire le signe relatif des coefficients sans ambiguïté.

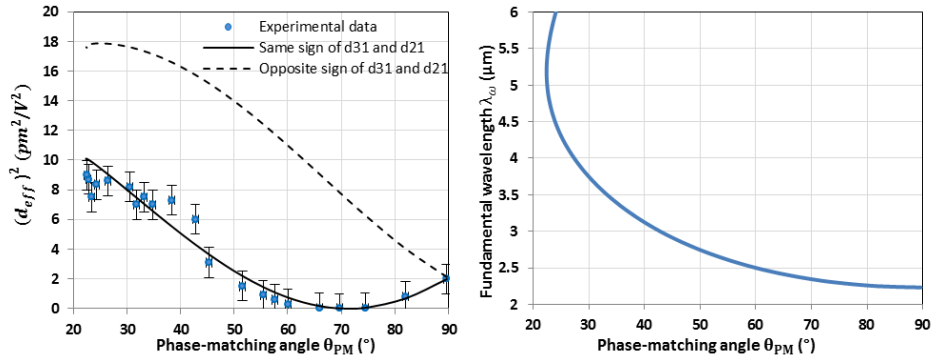


Fig. 2.  $[d_{\text{eff}}(\lambda_{2\omega}, \theta_{AP}, \varphi_{AP})]^2$  déduit de la mesure de  $\eta_{2\omega}(\lambda_{2\omega}, \theta_{AP}, \varphi_{AP})$  le long de la courbe d'accord de phase (b) de BGSes.

### 3. CONCLUSION

En conclusion, nous avons déterminé la valeur et le signe relatif des six coefficients non linéaires de BGSes. Nous avons combiné des mesures du rendement de conversion de SHG hors accord de phase et en accord de phase.

- [1] E. Boursier, P. Segonds, J. Debray, P.L. Inácio, V. Panyutin, V. Badikov, D. Badikov, V. Petrov, B. Boulanger, Opt. Lett., 40, pp. 4591-4594, 2015.
- [2] E. Boursier, P. Segonds, B. Ménaert, V. Badikov, V. Panyutin, D. Badikov, V. Petrov, B. Boulanger, Opt. Lett., 41, pp. 2731-2734, 2016.
- [3] R. C. Miller, Appl. Phys. Lett., 5, pp. 17-19, 1964.
- [4] B. Boulanger, J.P. Fève, G. Marnier, C. Bonnin, P. Villeval, J. J. Zondy, J.O.S.A. B, Vol. 14, pp.1380-1386, 1997.

# Yb:Y<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub> : UN NOUVEAU SYSTEME POUR LES TECHNOLOGIES QUANTIQUES

Sacha Welinski<sup>1</sup>, Alban Ferrier<sup>1,2</sup>, Alexey Tiranov<sup>3</sup>, Antonio Ortu<sup>3</sup>, Hee-Jin Lim<sup>4</sup>, Nicolas Gisin<sup>3</sup>, John J. L. Morton<sup>4</sup>, Mikael Afzelius<sup>3</sup> Philippe Goldner<sup>1</sup>,

1 Chimie ParisTech, Université PSL, CNRS, Institut de Recherche de Chimie Paris, 75005 Paris, France

2 Sorbonne Université, Faculté des Sciences et Ingénierie, UFR 933, F-75005 Paris, France

3 Groupe de Physique Appliquée, Université de Genève, CH-1211 Genève, Switzerland

4 London Centre for Nanotechnology, University College London, London WC1H 0AH, United Kingdom

[alban.ferrier@chimieparistech.psl.eu](mailto:alban.ferrier@chimieparistech.psl.eu)

## RÉSUMÉ

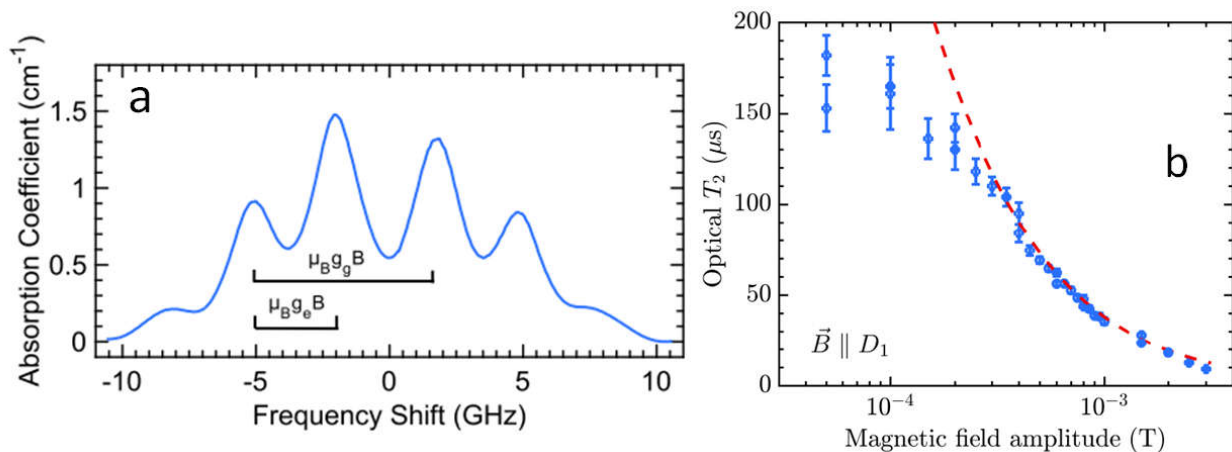
Les ions de terre rares insérés dans une matrice solide inorganique apparaissent comme des systèmes prometteurs pour les technologies quantiques. Nous présenterons les derniers obtenus sur le composé Yb:Y<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub>. Ce composé présente en effet une faible largeur inhomogène, une force d'oscillateur importante associées à de long temps de cohérence optique et de spin.

**MOTS-CLEFS :** *ions de Terre rare, technologies quantiques, spectroscopie cohérente*

Les cristaux dopés par des ions de terres rares présentent des propriétés très favorables pour la réalisation de mémoires quantiques pour la lumière [1-3]. Ceci est dû en particulier aux longs temps de vie (appelés temps de cohérence) des états quantiques de leurs transitions optiques et de spin pouvant aller jusqu'à 6 heures [1]. Parmi les différents ions de terre rare, les ions paramagnétiques, dit de Kramers, sont particulièrement attractifs car leurs structures électroniques permettent la réalisation d'interfaces quantiques entre le domaine optique et micro-onde.

Nous présenterons les dernier résultats obtenus sur le composé Yb:Y<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub>. Ce composé connu pour les applications laser n'avait encore jamais été utilisé dans les technologies quantiques. Dans ce but différents monocristaux dopé Yb ou <sup>171</sup>Yb ont été élaborés par la méthode Czochralski. Cet isotope a été choisi car il est l'unique isotope d'ion de terre rare possédant à la fois un spin électronique et un spin nucléaire 1/2, ce qui garantit une grande simplicité de la structure hyperfine.

Notre étude a révélé que la transition <sup>2</sup>F<sub>7/2</sub> ↔ <sup>2</sup>F<sub>5/2</sub> présentait une force d'oscillateur importante ( $P = 6.4 \cdot 10^{-7}$ ) [4] pour une largeur inhomogène de 1.7 GHz. De plus, l'étude sous champ magnétique (B) a permis de déterminer les différents paramètres du tenseur hyperfin de l'état fondamental et de l'état excité permettant ainsi le calcul des fréquences de transition ( $\nu$ ) pour une orientation arbitraire de B [5]. Cette connaissance est rendue indispensable afin de déterminer les orientations particulières de B pour lesquelles de faibles fluctuations n'entraînent pas de décalage en fréquence ( $\partial\nu/\partial B = 0$ ). Ces points particuliers appelés ZEFOZ ou « clock transition » sont activement recherchés car ils permettent d'augmenter significativement le temps de cohérence. De façon surprenante, cette augmentation de la cohérence est dans notre cas simultanément observée dans le domaine optique et micro-onde à champ nul [6]. Des temps de cohérence optique et de spin pouvant aller respectivement jusqu'à 150  $\mu$ s et 1.5 ms ont ainsi pu être observés.



**Figure 1** : a) Spectre de transmission basse température (10 K) du site 1 de Yb:YSO sous l'effet d'un champ magnétique  $B=217$  mT orienté selon  $D_2$  b) Variation du temps de cohérence optique  $T_2$  en fonction du champ magnétique externe. La ligne rouge représente la variation prédite par un modèle de décohérence.

Remerciements :

Ce travail a été soutenu par l'ANR Projet DISCRYS Project No. 14-CE26-0037-01) et ITMO Cancer AVIESAN (Alliance Nationale pour les Sciences de la Vie et de la Santé) dans le cadre du Plan cancer (MALT, C16027HS).

## Référence

- 1 M. Zhong, et al. « Optically addressable nuclear spins in a solid with a six-hour coherence time », Nature 517, 177 (2015)
- 2 W. Tittel, et al. « Photon-echo quantum memory in solid state systems » Laser & Photonics Reviews 4, 244 (2010)
- 3 P. Goldner, et al. Rare earth doped crystals for quantum information processing," in Handbook on the Physics and Chemistry of Rare Earths, Vol. 46, edited by J.-C. G. Bunzli and V. K. Pecharsky (Elsevier Science Publishers, North Holland, Amsterdam,2015) Chap. 267
- 4 S. Welinski et al. « High-resolution optical spectroscopy and magnetic properties of  $\text{Yb}^{3+}$  in  $\text{Y}_2\text{SiO}_5$  » Phys Rev B 94 155116 (2016)
- 5 A Tiranov et al. « Spectroscopic study of hyperfine properties in  $^{171}\text{Yb}^{3+}:\text{Y}_2\text{SiO}_5$  arXiv 1712.08616
- 6 A Ortu et al. « Simultaneous coherence enhancement of optical and microwave transitions in solid-state electronic spins » arXiv 1712.08615

# ZnGa<sub>2</sub>Se<sub>4</sub> : matériau prometteur pour l'infrarouge à bonnes propriétés thermomécaniques

Vincent Tabouret<sup>1</sup>, Bruno Viana<sup>2</sup>, Johan Petit<sup>1</sup>

<sup>1</sup> DMAS, ONERA, université Paris Saclay, F-92322, Châtillon, France

<sup>2</sup> PSL Research University, CNRS – IRCP, 75005, Paris, France

[vincent.tabouret@onera.com](mailto:vincent.tabouret@onera.com)

## RÉSUMÉ

Nous présentons dans cet article un nouveau cristal : le ZnGa<sub>2</sub>Se<sub>4</sub>, montrant un fort potentiel pour les applications laser non linéaire dans l'infrarouge. Ce composé présente en effet une large gamme de transparence, une conductivité thermique élevée et un faible coefficient de dilatation thermique.

**MOTS-CLEFS** : *cristal ; optique non-linéaire ; laser infrarouge ; caractérisation*

## 1. INTRODUCTION

Depuis plusieurs décennies, les sources laser non linéaires émettant dans le moyen infrarouge (3 à 12 μm) ont été étudiées du fait de leurs applications potentielles dans des domaines multiples tels que les contre-mesures optiques (brouillage de missiles auto directeurs) ou l'identification de composés chimique à distance (LIDAR, BAGI). Ainsi, il existe un besoin de cristaux capables de convertir des signaux de 1.064 ou 2.05 μm émis par des lasers commerciaux en laser de 3 à 12 μm en utilisant des systèmes à Oscillateurs Paramétriques Optiques (OPO) [1]. Principalement aux USA et en Russie, de nombreux cristaux ont ainsi été étudiés tels que AgGaS<sub>2</sub> (AGS), ZnGeP<sub>2</sub> (ZGP) ou HgGa<sub>2</sub>S<sub>4</sub> (HGS) etc. De tels matériaux non-oxyde ont déjà été étudiés à l'Onera [1, 2] en partenariat avec la DGA pour les applications précitées. Cependant, chacun présente des défauts : AGS [3, 4] a une faible conductivité thermique et une faible résistance au flux laser, ZGP [3, 4] a une gamme de transmission restreinte. HGS [3, 4] est quant à lui moins bon que AGS pour son coefficient non linéaire ou résiste moins bien au flux laser que ZGP. Nous cherchons donc de nouveaux composés aux meilleures propriétés et visons principalement des applications autour de 8-12 μm qui est une zone encore très difficilement accessible compte tenu des cristaux disponibles.

Dans ce contexte, nous présentons ici un composé peu connu et jamais étudié pour ces applications, à notre connaissance : le ZnGa<sub>2</sub>Se<sub>4</sub> (ZGSe), qui est de la même famille que HGS. Le ZGSe semble en effet être un bon candidat pour les applications citées plus haut, grâce à l'anion Se (remplaçant le S) qui permet d'étendre la gamme de transparence dans l'infrarouge, du fait de sa masse importante, et grâce à son cation léger Zn (en remplacement du Hg) qui doit permettre d'augmenter la conductivité thermique.

Dans cette communication, nous présenterons les premiers polycristaux de ZGSe obtenus par réaction chimique, et l'interprétation des résultats vis-à-vis du diagramme de phases ; ainsi que les premières caractérisations obtenues montrant le fort potentiel de ce composé.

## 2. CARACTÉRISATION DU ZGSE

Pour les caractérisations suivantes, n'ayant pas de monocristal, des lames de polycristaux ont été extraites de la partie de pur ZGSe puis polies.

Le premier paramètre nécessaire pour une utilisation du ZGSe dans les OPO est d'avoir une large gamme de transparence dans l'infrarouge. Il faut que le cristal soit parfaitement transparent à partir de 1 μm pour éviter l'absorption à 2 photons lors d'un pompage à 2 μm et jusqu'à plus de 12 μm pour couvrir toute la bande III de transparence de l'atmosphère. La transmission infrarouge



mesurée sur une lame polycristalline de ZGSe de 1,2 mm d'épaisseur polie est présentée en Figure 1. Les pertes observées aux courtes longueurs d'onde sont dues à la diffusion de l'état polycristallin, mais ce spectre montre que le composé possède une gamme de transparence potentielle de 0,5  $\mu\text{m}$  à près de 17  $\mu\text{m}$ .

Une autre propriété importante pour ces matériaux est leur résistance au flux laser pour aller vers les fortes puissances. Pour cela, il doit, entre autres, posséder une forte conductivité thermique ( $k$ ) et un faible coefficient de dilatation thermique (CTE) [3]. A température ambiante, nous avons mesuré la valeur de conductivité thermique à  $2,3 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ . Cette valeur est à notre connaissance la plus élevée pour un matériau parfaitement transparent sur toute la bande III de l'IR et compatible avec les OPO. Nous avons également mesuré le coefficient de dilatation thermique ( $\text{CTE} = 8,2.10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$  à l'ambiante). Cette faible valeur rend ce composé particulièrement intéressant pour les applications citées plus tôt.

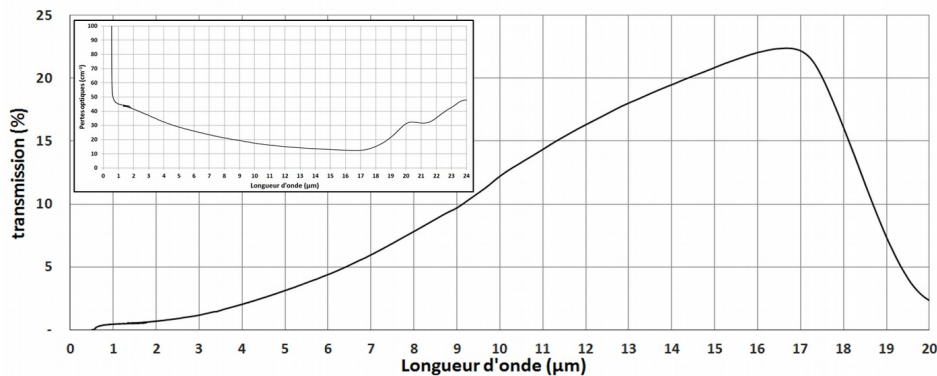


Figure 1: Spectre d'un échantillon de 1,2 mm de polycristal de ZGSe : les faibles valeurs aux courtes longueurs d'onde sont dues à la diffusion liée à l'état polycristallin. Encart du spectre reporté en pertes optiques, montrant la limite du gap proche de 0,5  $\mu\text{m}$ .

### 3. CONCLUSION

Ces résultats intéressants (large gamme de transparence, conductivité thermique importante pour ce type de composé et faible CTE) ont été réalisés sur des échantillons polycristallins et montrent malgré cet état polycristallin que le ZGSe possède un bon potentiel pour les applications en optique non linéaire. Nous sommes actuellement en cours de croissance et de caractérisation d'échantillons monocristallins de qualité suffisante pour confirmer les résultats présentés ci dessus et ainsi confirmer le potentiel du ZGSe comme cristal non linéaire pour les OPO.

### 4. REFERENCES

- [1] J. Petit, M. Bejet, J-C. Daux, « Highly transparent AgGaS2 single crystals, a compound for mid IR laser sources, using a combined static/dynamic vacuum annealing method », Materials Chemistry and Physics 119 (2010) 1-3
- [2] J. Rame, B. Viana, Q. Clément, J-M. Melkonian, J. Petit, “Control of Melt Decomposition for the Growth of High Quality AgGaGeS4 Single Crystals for Mid-IR Laser Applications », Crystal Growth and Design 14 (2014) 5554-5560
- [3] L.I. Isaenko, A.P. Yelissev, “Recent studies of nonlinear chalcogenide crystals for the mid-IR”, Semicond. Sci. Technol., 31 (2016), 123001
- [4] V. Petrov, “Parametric down-conversion devices: the coverage of the mid-infrared spectral range by solid-state laser sources”, Optical materials, 34 (2012), p536

# Croissance de cristaux piézoélectriques de $\alpha$ -GeO<sub>2</sub> : un cristal prometteur pour l'optique non linéaire ?

Alexandra Peña Revellez<sup>1</sup>, Feng Guo<sup>1</sup>, Jérôme Debray<sup>1</sup>, Patricia Segonds<sup>1</sup>, Benoît Boulanger<sup>1</sup>, Bertrand Ménaert<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Univ. Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble INP, Institut Néel, 38000 Grenoble, France

alexandra.pena@neel.cnrs.fr

## RÉSUMÉ

Des monocristaux de  $\alpha$ -GeO<sub>2</sub> ont été obtenus par croissance en solution à haute température dans les systèmes GeO<sub>2</sub>-K<sub>2</sub>Mo<sub>4</sub>O<sub>13</sub> et GeO<sub>2</sub>-K<sub>2</sub>Mo<sub>4</sub>O<sub>13</sub>-K<sub>6</sub>P<sub>4</sub>O<sub>13</sub>. Ce dernier, ne présentant pas une dérive compositionnelle de la solution pendant la croissance, est le plus utilisé. Une lame orientée à  $\theta=70^\circ$  a donné un accord de phase par SHG de type I à  $\lambda_o=1.3 \mu\text{m}$ .

**MOTS-CLEFS :** TSSG ;  $\alpha$ -GeO ; BPM ; SHG

## 1. INTRODUCTION

$\alpha$ -GeO<sub>2</sub> cristallise dans le groupe de espace  $P3_121$  ou  $P3_221$  (iso structurale du quartz) et est un des matériaux piézoélectriques sans plomb prometteurs pour être utilisés à très hautes températures, comme c'est aussi le cas pour les langasites (La<sub>2</sub>Ga<sub>5</sub>SiO<sub>14</sub>) et les langatates (La<sub>3</sub>Ga<sub>5.5</sub>Ta<sub>0.5</sub>O<sub>14</sub>). Ces derniers, à cause de leurs complexités structurales, présentent un désordre intrinsèque structural, ont une conductivité élevée et des pertes mécaniques à hautes températures, contrairement aux cristaux de  $\alpha$ -GeO<sub>2</sub>, qui ont une structure plus simple. Une haute stabilité thermique a été démontrée pour des cristaux de  $\alpha$ -GeO<sub>2</sub> synthétisés en solution à haute température [1] mais pas par ceux obtenues par croissance hydrothermale [2].

Comme La<sub>3</sub>Ga<sub>5.5</sub>Ta<sub>0.5</sub>O<sub>14</sub> (LGT),  $\alpha$ -GeO<sub>2</sub> est un cristal uniaxial positif ( $n_o < n_e$ ) et les valeurs des indices de réfraction mesurées [2] et calculées [3] sont  $n_o=1.70$  ;  $n_e=1.73$  et  $n_o=1.72$  ;  $n_e=1.74$  respectivement. Le coefficient  $d_{11}$  du tenseur de susceptibilité électrique de deuxième ordre a été calculé et est égal à  $-1.456 \text{ pm/V}$  [3], qui est supérieur à celui du quartz et légèrement inférieur à celui du LGT [4].

## 2. RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

Les premiers cristaux volumiques de  $\alpha$ -GeO<sub>2</sub> ont été crûs à partir de solutions à haute température dans le système chimique GeO<sub>2</sub> - K<sub>2</sub>Mo<sub>4</sub>O<sub>13</sub>. Cependant, la mise en œuvre de ce système reste délicate du fait d'une dispersion importante des températures d'équilibre pour une même composition molaire. Cette dispersion vient du fait d'une dissolution partielle de GeO<sub>2</sub> engagé initialement dans les charges, conduisant d'une part à une non reproductibilité des températures de début de cristallisation et d'autre part à la formation de GeO<sub>2</sub> quadratique par transformation du GeO<sub>2</sub> initial hexagonal non dissout. L'utilisation du système chimique GeO<sub>2</sub> - K<sub>2</sub>Mo<sub>4</sub>O<sub>13</sub> - K<sub>6</sub>P<sub>4</sub>O<sub>13</sub> nous a permis de s'affranchir du manque de reproductibilité du système GeO<sub>2</sub> - K<sub>2</sub>Mo<sub>4</sub>O<sub>13</sub> car on bénéficie dans ce cas de la grande solubilité de GeO<sub>2</sub> en milieu phosphate [5].

Les conditions de croissance (orientation du germe, vitesse de rotation, rampe de refroidissement, ...) ont été optimisées pour l'obtention de monocristaux de  $\alpha$ -GeO<sub>2</sub>, de volumes compris entre 1 et 3.5 cm<sup>3</sup>. Toutes les croissances sont suivies au moyen d'un dispositif de pesage en continu et le cristal est animé d'un mouvement alterné de rotation. Les meilleurs résultats, comme celui de la figure 1, ont été obtenus en utilisant des germes orientés avec la direction Z (001) verticale et en leurs imprimant un mouvement de rotation alternatif avec une vitesse angulaire ( $\omega$ ) d'environ 40 rpm.

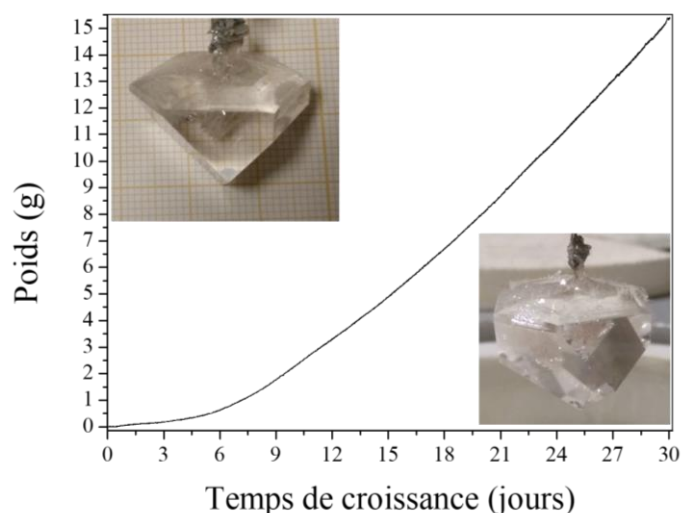


Fig. 1 : Courbe de prise de masse d'un cristal au cours de sa croissance à haute température dans le système chimique  $\text{GeO}_2 - \text{K}_2\text{Mo}_4\text{O}_{13} - \text{K}_6\text{P}_4\text{O}_{13}$ . Le volume total de ce cristal en fin de croissance est de  $3.5 \text{ cm}^3$ .

Afin de déterminer la possibilité d'utiliser les cristaux de  $\alpha\text{-GeO}_2$  pour des applications optiques, nous avons réalisé des études préliminaires de génération de second harmonique (SHG) sur une lame mince orientée à  $\theta = 70^\circ$ . Cette lame a donné un accord de phase par SHG de type I à  $\lambda_0 = 1.3 \mu\text{m}$ . La valeur de longueur d'onde d'accord de phase trouvée est en désaccord avec celle calculée ( $\lambda_0 = 1.48 \mu\text{m}$ ) en utilisant la seule équation de dispersion de  $n$  en fonction de  $\lambda$  qui existe pour le  $\alpha\text{-GeO}_2$  [6]. La suite de ces études optiques non linéaire devra se faire sur un cristal de forme cylindrique pour pouvoir déterminer les courbes d'accord de phase et ainsi pouvoir calculer les équations de Sellmeier pour le domaine de transparence du  $\alpha\text{-GeO}_2$ .

#### REFERENCES

- [1] A. Lignie, W. Zhou, P. Armand, B. Rufflé, R. Mayet, J. Debray, P. Hermet, B. Ménaert, P. Thomas, P. Papet, "High-temperature elastic moduli of flux-grown  $\alpha\text{-GeO}_2$  single crystal," *ChemPhysChem.*, vol 15, pp. 118-125, 2014.
- [2] D. V. Balitsky, V. S. Balitsky, Y. V. Pisarevsky, E. Philippot, O. Y. Silvestrova, D. Y. Pushcharovsky, "Growth of germanium dioxide single crystals with  $\alpha$ -quartz structure and investigation of their crystal structure, optical, elastic, piezoelectric, dielectric and mechanical properties," *Ann. Chim. Sci. Mat.*, vol 26, pp. 183-192, 2001.
- [3] P. Hermet, g. Fraysse, A. Lignie, P. Armand, Ph. Papet, "Density functional theory predictions of the nonlinear optical properties in  $\alpha$ -quartz-type germanium dioxide," *J. Phys. Chem.: C*, vol 116, pp. 8692-8698, 2012.
- [4] E. Boursier, P. Segonds, B. Boulanger, C. Félix, J. Debray, D. Jegouso, B. Ménaert, D. Roshchupkin, I. Shoji, "Phase-matching directions, refined sellmeier equations, and second-order nonlinear coefficient of the infrared langatate crystal  $\text{La}_3\text{Ga}_{5.5}\text{Ta}_{0.5}\text{O}_{14}$ ," *Opt. Lett.*, vol. 39, pp. 4033-4036, 2014.
- [5] G. Baret, R. Madar, C. Bernard, "Silica-based oxide systems: I. Experimental and calculated phase equilibria in Silicon, Boron, Phosphorous, germanium, and arsenic oxide mixtures," *J. Electrochem. Soc.*, vol 138, pp. 2830-2835, 1991.
- [6] T. M. Glushkova, D. F. Kiselev, I. B. Makhina, M. M. Firsova, A. P. Shtyrkova, "Trigonal germanium dioxide: its preparation and optical parameters," *Mosc.Univ. Phys. Bull.*, vol 47, pp. 55-58, 1992.

# Elaboration de céramiques transparentes dopées holmium pour applications lasers haute puissance dans l'infrarouge moyen

Lucas Viers<sup>1,2</sup>, Rémy Boulesteix<sup>1,2</sup>, Alexandre Maître<sup>1,2</sup>, Véronique Jubéra<sup>3</sup>,  
Jean-Marc Heintz<sup>3</sup>, Eric Cormier<sup>4</sup>

<sup>1</sup> IRCER UMR 7315, 12 rue Atlantis, 87068, LIMOGES

<sup>2</sup> LCTL, 12 rue Atlantis, 87068, LIMOGES

<sup>3</sup> ICMCB, 87 Avenue du Dr Albert Schweitzer, 33600, PESSAC

<sup>4</sup> CELIA, 351 Cours de la Libération, 33405 TALENCE

[remy.boulesteix@unilim.fr](mailto:remy.boulesteix@unilim.fr)

## RÉSUMÉ

Les travaux menés dans le cadre du projet MISTRAL sur le développement de céramiques transparentes pour lasers de haute puissance ont permis d'élaborer des céramiques de Ho:YAG et Ho:Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> par deux protocoles expérimentaux différents, par frittage-réactif sous vide pour la première et par synthèse par co-précipitation suivi de frittage flash pour la seconde. Les céramiques ont été caractérisées par spectroscopie UV-Visible-NIR (200-2500 nm). Les spectres en transmittance des échantillons de Ho:YAG obtenus sont conformes à ceux attendus pour une matrice cristalline de ce type. Des échantillons transparents de Ho:Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ont été obtenus à partir de poudres synthétisées par co-précipitation puis frittés par frittage flash.

**MOTS-CLEFS :** *Sesquioxides ; YAG ; Holmium ; Lutétium, Frittage.*

## 1. INTRODUCTION

La voie céramique est très prometteuse pour la fabrication de composants optiques actifs de lasers de puissance car elle permet d'incorporer un fort taux de dopant luminescent dans la matrice et rend possible la fabrication de pièces d'architecture complexe (i.e. à gradient de dopage) et de grandes dimensions. Actuellement, les céramiques de type YAG:Nd sont des matériaux de prédilection comme milieux amplificateurs de lasers de puissance du fait de leur bonne conductivité thermique ( $\geq 10$  W/m.K) et de leur bonne résistance aux chocs thermomécaniques. Par ailleurs, les sesquioxides de terres rares apparaissent comme des matériaux prometteurs car ils offrent une meilleure conductivité thermique que les grenats.

Dans le cadre du projet MISTRAL (*Mid Infrared Terawatt Laser*, Projet Région Nouvelle-Aquitaine-LabEX  $\Sigma$ -Lim), l'Institut de Recherche sur les Céramiques (IRCER) à Limoges, en collaboration avec l'Institut de Chimie de la Matière Condensée (ICMCB) de Bordeaux et le Centre Lasers Intenses et Applications (CELIA), ont pour objectif de développer des céramiques de YAG et de sesquioxides de terres rares, plus particulièrement d'oxyde de lutétium Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dopées Holmium pour des applications laser de haute puissance et haute intensité dans l'infrarouge moyen à la longueur d'onde de 2  $\mu$ m.

## 2. PROTOCOLE EXPERIMENTAL

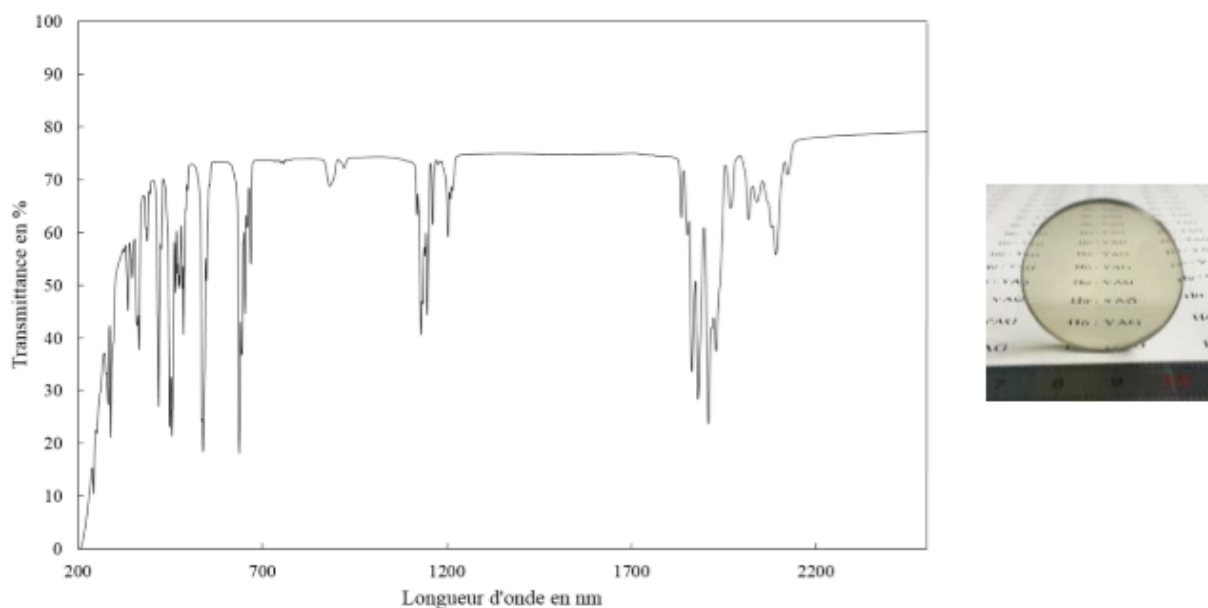
Les céramiques de Ho:YAG sont obtenues en mélangeant les poudres d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et de Ho<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de pureté > 99,99 % en voie liquide dans les proportions stœchiométriques de la phase grenat ((Y+Ho) / Al = 0,6000). Les mélanges obtenus sont mis sous forme de pastilles puis densifiés par frittage-réactif naturel dans un four sous vide.

Les céramiques de Ho:Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sont obtenues à l'issue des étapes suivantes : une première étape de co-précipitation de solutions mixtes de nitrates (Lu<sub>(1-x)</sub>Ho<sub>x</sub>)(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> dans une solution précipitante de bicarbonate d'ammonium est mise en œuvre. Ensuite, le précipité obtenu est séché puis calciné sous air dans le but d'obtenir une poudre cristallisée de structure cubique et de composition souhaitée Lu<sub>(2-x)</sub>Ho<sub>x</sub>O<sub>3</sub>. Ces poudres sont ensuite frittées par SPS à 1400°C pendant 10 min.

## 3. RESULTATS ET DISCUSSIONS

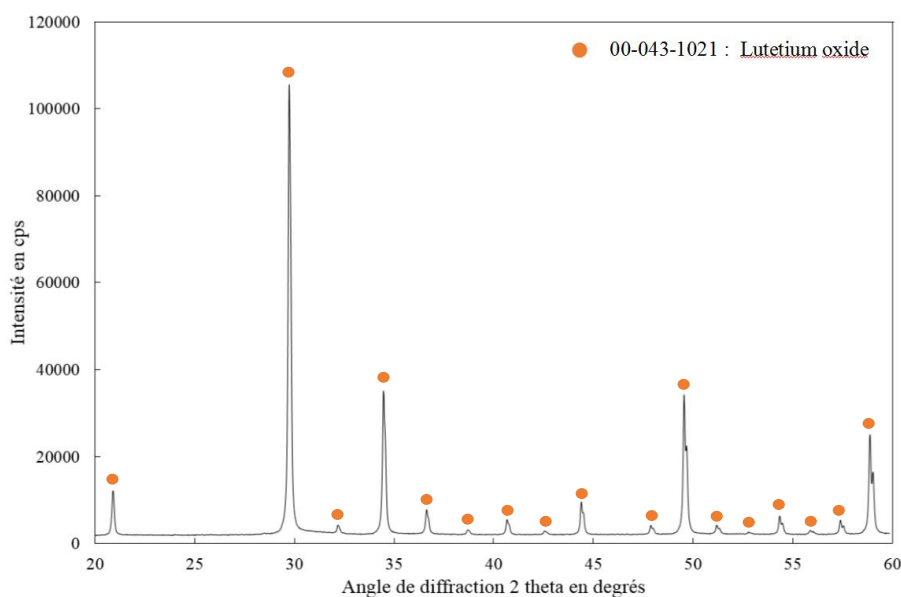
Concernant tout d'abord les céramiques de Ho:YAG, des mesures de transmittance (figure 1 pour 4 %at. Ho) montrent des spectres conformes aux objectifs attendus pour une céramique laser. Les pics

d'absorption observés sont en accord avec l'absorption de l'ion  $\text{Ho}^{3+}$  sur le site dodécaédrique de la terre rare dans la structure cubique du grenat ( $\text{Y}_{3-x}\text{Ho}_x\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ). Les premiers résultats obtenus montrent que les céramiques élaborées par cette technique sont totalement denses (> 99.9 %) et probablement aptes à une utilisation dans une cavité laser.



**Fig.1 Evolution de la transmittance de l'échantillon 4 %at. Ho:YAG**

Les micrographies en [figure 2](#) montrent que le procédé de synthèse des poudres de  $\text{Ho}:\text{Lu}_2\text{O}_3$  par co-précipitation permet la fabrication de nanopoudres pures, cristallisées dans la structure cubique souhaitée et de diamètre moyen d'environ 60 nm (SSA = 10-11  $\text{m}^2/\text{g}$ ).



**Fig.2 Diffractogramme de la poudre de  $\text{Ho}:\text{Lu}_2\text{O}_3$  après calcination sous air**

Les premiers résultats obtenus après frittage SPS sont concluants et montrent qu'il est possible d'élaborer par cette voie des échantillons de  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  et  $\text{Ho}:\text{Lu}_2\text{O}_3$  translucides voire transparents ([figure 3](#)). Le procédé doit toutefois encore être optimisé dans le but d'obtenir des céramiques parfaitement exemptes de défauts et transparentes en vue d'une utilisation comme milieu amplificateur de laser.



**Fig.3 Pastille de Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> frittée par SPS**

### **CONCLUSION**

Les travaux menés à l'IRCER montrent qu'il est possible de développer différents procédés adaptés à la fabrication de céramiques transparentes, dans ce cas de type grenat ou sesquioxyde de terres rares. Une première voie repose sur un procédé de frittage-réactif de mélanges de poudres d'oxydes primaires et a conduit à la fabrication de céramiques transparentes de type Ho:YAG. Cette voie est bien adaptée à la fabrication de pièces de grande taille (centimétrique) et/ou fortement dopées (jusqu'à 4%at. d'Ho<sup>3+</sup> dans ce cas). Une deuxième voie repose sur un procédé de synthèse par voie chimique de nanopoudres pures et réactives et a conduit à la fabrication de céramiques transparentes de type Ho:Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. En perspective, des travaux seront menés dans le but d'améliorer la transparence des céramiques à travers la mise en œuvre de procédures visant à éliminer les défauts résiduels (pores et/ou impuretés).

# GRAVURE CHIMIQUE DE NANOPARTICULES DOPEES TERRES RARES POUR LES TECHNOLOGIES QUANTIQUES

Shuping Liu<sup>1</sup>, Alexandre Fossati<sup>1</sup>, Diana Serrano<sup>1</sup>, Alban Ferrier<sup>1,2</sup>, Alexandre Tallaire<sup>1</sup>,  
Philippe Goldner<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Institut de Recherche de Chimie Paris (IRCP) UMR 8247 CNRS, Chimie-Paristech, Université PSL, 11 rue Pierre et Marie Curie 75005 Paris, France

<sup>2</sup> Sorbonne Université, Faculté des Sciences et Ingénierie, UFR 933, 75005 Paris, France

[diana.serrano@chimieparistech.psl.eu](mailto:diana.serrano@chimieparistech.psl.eu)

## RÉSUMÉ

Nous rapportons ici sur la gravure humide de nanoparticules d' $Y_2O_3$  dopées  $Eu^{3+}$ . L'impact de paramètres tels que la durée et la température de gravure sur la taille des objets est présentée, ainsi que les propriétés optiques des nanoparticules après gravure. Nous démontrons qu'une réduction de taille contrôlée peut être réalisée par cette approche, tout en conservant la durée de vie de cohérence optique.

**MOTS-CLEFS :** *nanoparticules; terres rares ; gravure humide ; largeur homogène*

## 1. INTRODUCTION

Au cours des dernières années, les cristaux dopés aux terres rares ont suscité un vif intérêt dans le domaine du traitement quantique de l'information. Ceci est lié au fait que les transitions optiques et de spin des ions terres rares peuvent montrer des largeurs de raie homogènes ( $\Gamma_h$ ) très étroites à des températures cryogéniques, ou dit autrement, des durées de vie de cohérence  $T_2 = (\pi\Gamma_h)^{-1}$  très longues pour un système à l'état solide. Ainsi, les cristaux dopés terres rares sont des candidats très prometteurs pour des interfaces quantiques lumière-matière. Jusqu'à présent, toutes les démonstrations importantes ont été réalisées avec des cristaux dopés terres rares macroscopiques. Pourtant, la tendance vers des systèmes quantiques intégrés rend aussi nécessaire le développement de matériaux nanométriques performants. A ce sujet, nos études précédents sur des nanoparticules d' $Y_2O_3$  dopées  $Eu^{3+}$ , ont montré une durée de vie de cohérence de 7.5  $\mu s$  ( $\Gamma_h = 45$  kHz) pour la transition optique  ${}^7F_0 \rightarrow {}^5D_0$  de l' $Eu^{3+}$  à 580 nm avec des nanoparticules de 400 nm de taille [2]. Des nanoparticules de taille sous-longueur d'onde sont néanmoins préférées pour un couplage efficace des mêmes avec des cavités optiques et systèmes photoniques afin de limiter les pertes par diffusion. Dans ce but, nous approche ici consiste à l'application de la gravure chimique humide pour l'obtention d'une réduction de taille contrôlée des nanoparticules tout en gardant une bonne dispersion et des raies homogènes étroites.

## 2. METHODES ET RESULTATS

Des nanoparticules sphériques polycrystallines de  $Y_2O_3$  dopées  $Eu^{3+}$  (0.5%at.), avec un diamètre moyen de 450 nm et grains de l'ordre de 120 nm ont d'abord été synthétisées par précipitation homogène, et ensuite gravées dans de solutions aqueuses d'acide acétique. L'évolution de la taille et la morphologie des nanoparticules en fonction de la durée de la gravure est montrée dans la Figure 1. Il peut être observé qu'une réduction monotone de taille est obtenue en augmentant la durée de gravure entre 1 et 5 heures. Le mécanisme de gravure se présente d'ailleurs lent, avec un taux qui est estimé en  $7.6 \cdot 10^5$  nm<sup>3</sup>/h, ce qui permet un contrôle pour l'obtention de la taille finale désirée.

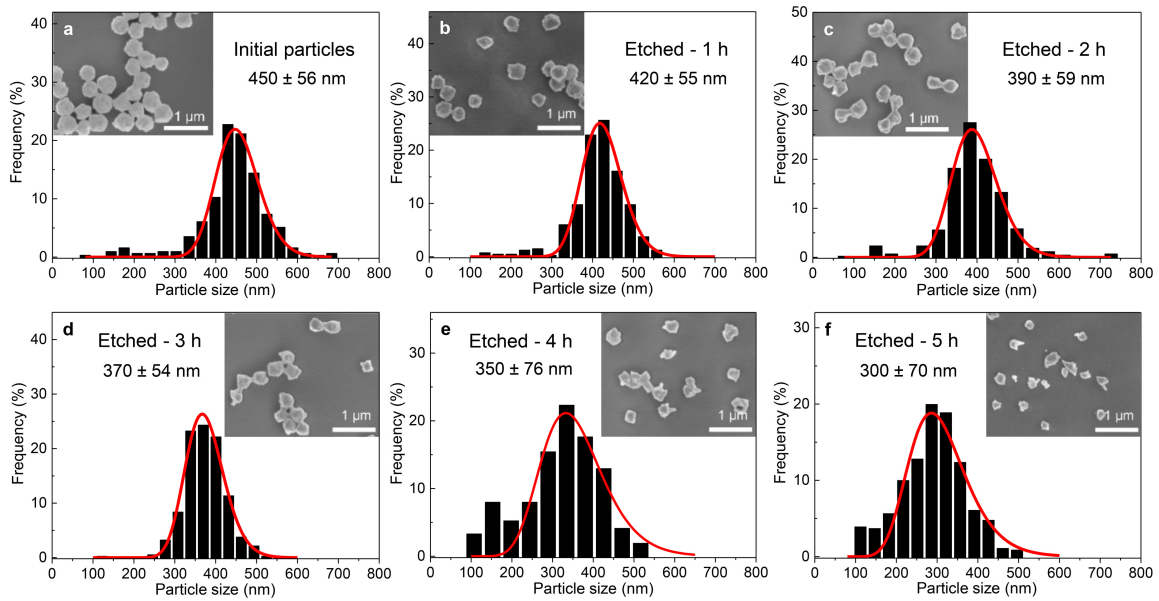


Fig. 1: Images SEM et histogrammes de distribution de taille des nanoparticules d' $\text{Y}_2\text{O}_3$  dopées  $\text{Eu}^{3+}$  gravées.

Des caractérisations optiques réalisées sur des nanoparticules gravées (écho de photons) montrent un élargissement faible de la raie homogène dû à la gravure (Fig. 2), même pour les particules de taille plus petite ( $\sim 150$  nm). La largeur de la raie homogène apparaît d'ailleurs plus liée à la taille des grains cristallins, lesquels ne diminuent pas de façon significative sous l'effet de la gravure, qu'à la taille finale effective des nanoparticules.

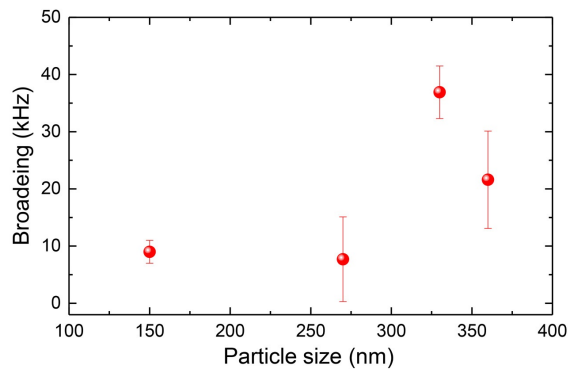


Fig. 2: Élargissement de la raie homogène attribué à la gravure chimique.

## CONCLUSION

Nous proposons la gravure chimique humide comme méthode pour l'obtention de nanoparticules de terres rares de taille sub-longueur d'onde tout en gardant les propriétés de cohérence optique proches des particules initiales. Ces résultats ouvrent la porte au couplage efficace de ces nanoparticules avec des microcavités optiques pour le développement d'architectures quantiques intégrées.

## RÉFÉRENCES

- [1] Bussi eres, F. et al. Quantum teleportation from a telecom-wavelength photon to a solid-state quantum memory. *Nature Photonics* 2014, 8, 775.
- [2] J. G. Bartholomew, K. de Oliveira Lima, A. Ferrier, P. Goldner, *Nano Lett.* 17 (2), 778 (2017)



# LUMINESCENT DETECTION OF SPIN-CROSSOVER IN NANOMETRIC THIN FILMS

Alin-Ciprian Bas<sup>1,2</sup>, Lucie Routaboul<sup>1</sup>, Gabor Molnar<sup>1</sup>, Sylvain Rat<sup>1</sup>, Lionel Salmon<sup>1</sup>,  
Azzedine Bousseksou<sup>1</sup>, Christophe Thibault<sup>2</sup>

<sup>1</sup> LCC-CNRS Laboratoire de Chimie de Coordination, 31077 Toulouse, France

<sup>2</sup> LAAS-CNRS Laboratoire d'analyse et d'architecture des systèmes, 31031 Toulouse, France

[alin.bas@lcc-toulouse.fr](mailto:alin.bas@lcc-toulouse.fr)

## ABSTRACT

The main objective of this work described here is to show the potential of the detection of the spin transition by a luminescent probe in thin film samples. We report the preparation of high-quality bilayer thin films of Ir(ppy)<sub>3</sub> complex, tris[2-phenylpyridinato-C<sup>2</sup>, N] iridium(III) (**1**) and the spin-crossover complex [Fe(HB(tz)<sub>3</sub>)<sub>2</sub>] (tz = triazolyl) (**2**). Switching the spin state of iron ions from the high spin to the low spin state leads to reversible drop of ca. 70% of the luminescence intensity while the luminescence lifetime remains unchanged.

**KEYWORDS :** *Photoluminescence ; Spin-crossover ; Thin films ; Ir(ppy)<sub>3</sub>*

## 1. INTRODUCTION

In the past few years a number of multifunctional materials combining luminescence and spin-crossover (SCO) properties have been reported with the aim of achieving luminescence signal modulation resulting from the spin state switching phenomenon [1]. If we want to consider the usual thermal spin state switching, it is preferable to choose a luminophore which exhibits negligible thermal quenching in the temperature range of interest. For efficient coupling between luminescence and SCO properties, the spectral overlap of the two functional entities and its consequences for quenching must be considered. The phosphorescent emitter Ir(ppy)<sub>3</sub> is known for its highly efficient green photoluminescence and electroluminescence in organic light emitting devices, which is only weakly temperature dependent [2]. On the other hand the [Fe(HB(tz)<sub>3</sub>)<sub>2</sub>] films [3] represent an interesting candidate for integration in nanophotonic devices since they exhibit switchable optical properties both in the UV and the green spectral regions. In addition they display an excellent stability both upon thermal cycling and upon storage in ambient air for several months.

## 2. RESULTS AND DISCUSSION

Thin films of Ir(ppy)<sub>3</sub> (50 nm) and [Fe(HB(tz)<sub>3</sub>)<sub>2</sub>] (120 nm) were grown successively by thermal evaporation in a PREVAC thermal deposition system at a pressure of ca.  $2 \times 10^{-7}$  mbar on fused silica substrates. Temperature dependent UV-VIS spectroscopic study of the bilayer film (Fig. 1) demonstrated that the resulting films exhibit an abrupt, fully complete and reproducible spin transition around 338 K. A Fluoromax-4 (Horiba) spectrofluorimeter and an Oxford Instruments cryostat were used to acquire fluorescence excitation and emission spectra as a function of temperature (Fig. 2). The 520 nm luminescence emission intensity of the films (excitation 303 nm) remains constant far from the spin transition and exhibits an abrupt and reversible change at the spin transition (around 338 K). The magnitude of this luminescence switching scales with the thickness (i.e. absorbance) of the SCO films indicating a process wherein the excitation light intensity drops in the low spin state due to its pronounced UV absorbance with respect to the high spin form which is transparent at the luminescence excitation wavelength. This mechanism is also supported by

luminescence lifetime measurements, which showed negligible temperature dependence between 300 – 380 K.

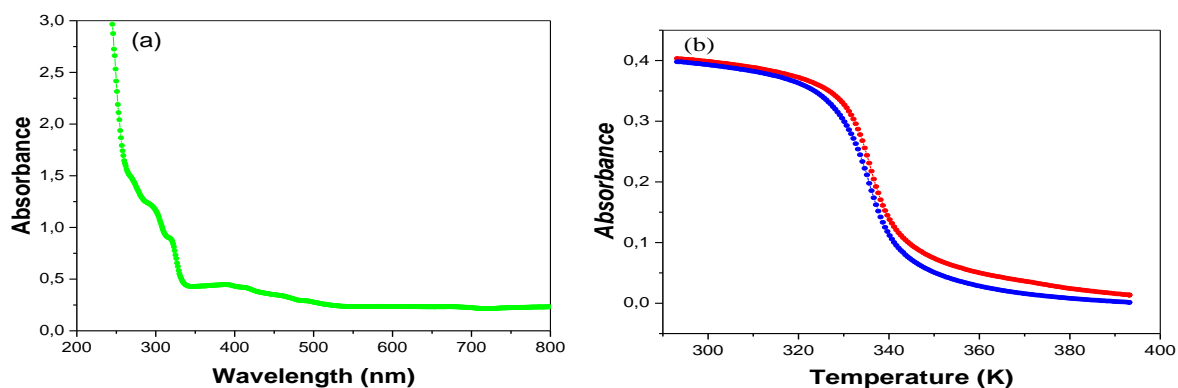


Fig. 1: (a) Absorption spectra acquired at 293 K and (b) temperature dependence of the absorbance at 317 nm along a heating (red) - cooling (blue) cycle recorded for the bilayer film.

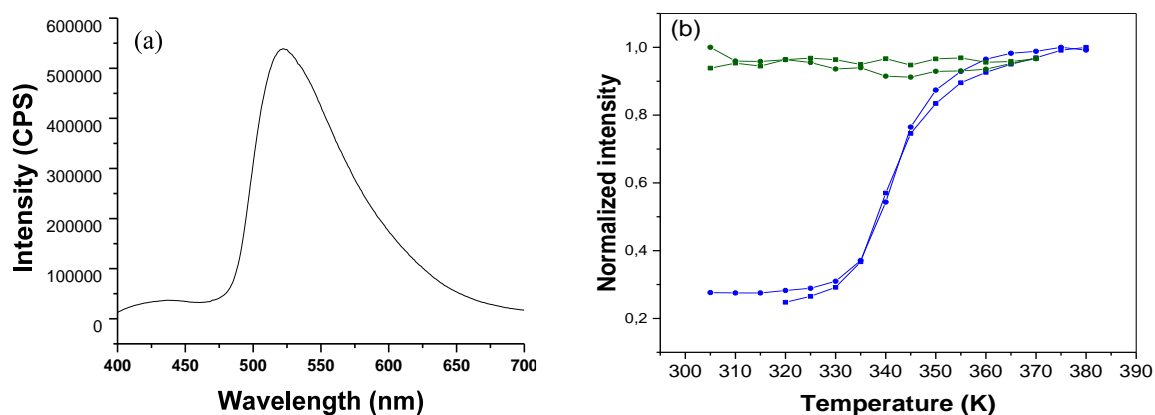


Fig. 2: (a) Emission spectrum acquired at 293 K and (b) normalized thermal variation of the luminescence intensity along a heating-cooling cycle for the bilayer film (blue) and the monolayer of the luminophore (green).

## CONCLUSION

High quality thin films of the organometallic complex  $\text{Ir}(\text{ppy})_3$  and spin crossover complex  $[\text{Fe}(\text{HB}(\text{tz})_3)_2]$  have been deposited by high-vacuum thermal evaporation on fused silica substrates. The luminescent intensity sharply changes upon the spin transition, while the lifetime remains unchanged, which we explained with a switchable filter effect of the spin transition material.

## REFERENCES

- [1] H. J. Shepherd, C. M. Quintero, G. Molnar, L. Salmon, A. Bousseksou, in *Spin-Crossover Materials*, ed. M. A. Halcrow, John Wiley & Sons Ltd, Oxford, UK, pp. 347–373, 2013.
- [2] C. Adachi, M. A. Baldo, M. E. Thompson and S. R. Forrest, *J. Appl. Phys.*, vol. 90, pp. 5048, 2001.
- [3] V. Shalabaeva, S. Rat, M. D. Manrique-Juarez, A. C. Bas, L. Vendier, L. Salmon, G. Molnár and A. Bousseksou, *J. Mater. Chem. C*, vol. 5, pp. 4419-4425, 2017.

# MICROLASER Tm<sup>3+</sup>:YAP A 2 μm A SPECTRE FIN DECLENCHE ACTIVEMENT

Q. Berthomé<sup>1,3</sup>, A. Grisard<sup>2</sup>, E. Lallier<sup>2</sup>, B. Faure<sup>1</sup>, G. Souhaité<sup>1</sup>, J.-M. Melkonian<sup>3</sup>,  
A. Godard<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Teem Photonics, 61 Chemin du Vieux Chêne, Inovallée, 38240 Meylan, France

<sup>2</sup> Thales Research & Technology, 1 Avenue Augustin Fresnel, 91767 Palaiseau, France

<sup>3</sup> ONERA, DPHY, Université Paris Saclay, F-91123 Palaiseau, France

[q.berthome@teemphotonics.com](mailto:q.berthome@teemphotonics.com)

## RÉSUMÉ

Les sources paramétriques entre 8 et 12 μm développées pour la détection de gaz nécessitent des lasers de pompe à spectre étroit autour de 2 μm. Dans la continuité du développement précédent d'un laser monomode longitudinal à déclenchement passif, nous présentons ici les premiers résultats de développement d'un laser à déclenchement actif qui a permis d'obtenir des impulsions de 330 μJ pour une durée de 40 ns à une fréquence de 1 kHz avec un spectre de 0,5 nm de large.

**MOTS-CLEFS :** Tm:YAP ; microlaser ; monomode longitudinal ; déclenchement actif

## 1. CONTEXTE

La détection à distance des gaz dangereux est un enjeu de sécurité important. De nombreuses substances toxiques présentent des bandes d'absorption bien différenciées dans la troisième bande de transparence de l'atmosphère entre 8 et 12 μm. Cette plage spectrale peut être intégralement couverte avec des oscillateurs paramétriques optiques (OPO) utilisant des cristaux d'arséniure de gallium périodiquement orienté (OP-GaAs)[1]. Pour éviter les phénomènes d'absorption à deux photons ces cristaux doivent être pompés au dessus de 1,8 μm. Par ailleurs, les molécules de l'atmosphère présentant des raies d'absorption étroites ( $< \text{cm}^{-1}$ ), leur détection nécessite un spectre étroit en sortie de source, voire monomode longitudinal. L'obtention d'un tel spectre est possible avec un OPO à cavités imbriquées (NesCOPO)[2] et est grandement facilitée si le laser utilisé pour pomper le NesCOPO est monomode. Malgré de nombreux travaux sur les lasers à 2 μm [3][4], il existe, à ce jour, peu de lasers nanoseconde à spectre étroit et, a fortiori, monomodes longitudinaux autour de 2 μm délivrant des impulsions avec une puissance crête et une qualité de faisceau suffisantes pour pomper le NesCOPO. Nous présentons les derniers résultats du développement d'un laser Tm:YAP nanoseconde déclenché activement à spectre étroit émettant à 1,94 μm.

## 2. TRAVAUX PRECEDENTS ET ARCHITECTURE DU LASER

Ce travail s'appuie sur le développement antérieur d'un laser nanoseconde monomode longitudinal à 1,94 μm à déclenchement passif et pompé par diode [5]. Les éléments de ce laser sont présentés dans la Figure 1.

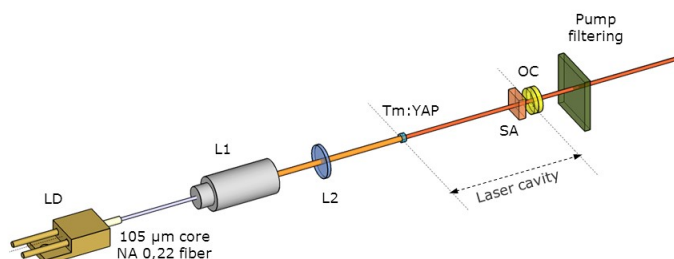


Figure 1 : Schéma de l'architecture du laser à déclenchement passif (détail des éléments dans le texte) (figure tirée de [5])

Le barreau laser est un cristal de 4 mm de YAP ( $\text{YAlO}_3$ ) dopé avec 3% at. d'ions  $\text{Tm}^{3+}$  dont l'une des faces est traitée pour former le premier miroir de la cavité. Le cristal est coupé selon la direction  $a$  dans le système Pnma. Le coupleur de sortie (OC) est un miroir sphérique concave de 50 mm de rayon de courbure avec un coefficient de couplage  $T = 25\%$  à 1940 nm. L'absorbant saturable (SA) utilisé pour le déclenchement passif est un cristal de ZnSe dopé avec des ions  $\text{Cr}^{2+}$ . LD est une diode fibrée de 3 W régulée en température pour coïncider avec le pic d'absorption du Tm:YAP. L1 et L2 sont des lentilles pour la mise en forme du faisceau de pompe dans le cristal. Ce laser délivre des impulsions de 170  $\mu\text{J}$  d'une durée de 36 ns à une fréquence de répétition de 100 Hz avec un facteur  $M^2$  de 1,05. Ce laser a été utilisé avec succès pour pomper un NesCOPO OP-GaAs lors d'une expérience de détection de gaz à distance [2].

### 3. DÉCLENCHEMENT ACTIF

Afin d'augmenter la fréquence de répétition et de pouvoir la contrôler, l'absorbant saturable (SA sur la figure 1) a été remplacé par un modulateur acousto-optique (MAO) et le coupleur de sortie utilisé est un miroir sphérique concave de 50 mm de rayon de courbure avec un coefficient de couplage  $T = 10\%$ . Le Tableau 1 résume les performances atteintes pour le laser à déclenchement passif ci-dessus et plusieurs configurations avec MAO sous 2 W de pompe

Tableau 1 : Performances du laser dans plusieurs configurations avec déclenchement actif et passif

$F_{\text{rep}}$ (kHz)	Déclenchement	Energie par impulsion ( $\mu\text{J}$ )	Durée des impulsions (ns)	Spectre
0,1	Passif	170	36	Monomode
0,5	Actif	330	40	~10 modes
1	Actif	250	40	~10 modes
2	Actif	130	60	~10 modes

L'énergie délivrée par impulsion obtenue est plus importante pour les lasers déclenchés activement que pour ceux à déclenchement passif pour lesquels l'énergie par impulsion a été limitée afin de ne pas endommager l'absorbant saturable. Le surplus d'énergie peut être utilisé pour amplifier la sortie du NesCOPO avec un amplificateur paramétrique optique. Contrairement au cas du déclenchement passif, le spectre du laser à déclenchement actif est très largement multimode (largeur spectrale  $\Delta\lambda = 6$  nm). Ceci est dû au fait que la réponse en longueur d'onde du MAO est plate alors que la réponse du Cr:ZnSe aux longueurs d'ondes utilisées varie très fortement ce qui réalise la sélection des modes longitudinaux existant. L'insertion d'un étalon en YAG de 125  $\mu\text{m}$  dans la cavité a permis de réduire la largeur du spectre de 6 nm à 0,5 nm. Bien que cela représente encore une dizaine de modes longitudinaux, ces résultats sont encourageants quant à la faisabilité d'un laser monomode longitudinal déclenché activement en utilisant un étalon avec une plus grande finesse ou un composant plus sélectif comme un réseau de Bragg en volume.

### CONCLUSION

Le passage du déclenchement passif au déclenchement actif permet de monter en fréquence de répétition et en énergie par impulsion. Cette montée induit un élargissement du spectre dû au fait que le modulateur acousto-optique ne contraint pas le spectre contrairement à l'absorbant saturable en Cr:ZnSe. Toutefois, l'ajout d'éléments filtrants dans la cavité devrait permettre de réduire la largeur spectrale du laser et de tendre vers un comportement monomode longitudinal.

### RÉFÉRENCES

- [1] K. L. Vodopyanov *et al.*, Opt. Express **22** pp. 4131-4136(2014)
- [2] Q. Clément *et al.*, Proc. of SPIE. **9649** 964904 (2015)
- [3] I. Razdobreev et A. Shestakov Phys. Rev A **70** 053815 (2006)
- [4] B. Zang *et al.*, Opt. and Laser Technology **100** pp.103-108 (2018)
- [5] A. Grisard *et al.*, ATu2A.39, ASSL (2014)

# NOUVEAUX CONCEPTS DE SOURCES LASERS ET PARAMÉTRIQUES POUR LIDAR A ABSORPTION DIFFÉRENTIELLE

Thomas Hamoudi<sup>1,2</sup>, Myriam Raybaut<sup>1</sup>, Jean-Baptiste Dherbecourt<sup>1</sup>, Xavier Délen<sup>2</sup>, Patrick Georges<sup>2</sup>

<sup>1</sup> DPHY, ONERA, Université Paris Saclay, F-91123 Palaiseau - France

<sup>2</sup> Laboratoire Charles Fabry, Institut d'Optique Graduate School, CNRS, Université Paris-Saclay, 91127, Palaiseau cedex, France

thomas.hamoudi@onera.fr

## RÉSUMÉ

Nous nous intéressons à l'étude d'accord en longueur d'onde d'un oscillateur paramétrique optique (OPO) par l'accord en longueur d'onde de la pompe pour des applications lidar.

**MOTS-CLEFS :** *Laser, oscillateur paramétrique optique, lidar, détection de gaz.*

## 1. INTRODUCTION

La détection des espèces chimiques gazeuses est nécessaire pour diverses applications liées à la sécurité, la défense, la surveillance industrielle et écologique. Dans ce contexte, la détection optique active d'espèces moléculaires est actuellement un domaine de recherche important porté par ces applications. Une solution d'avenir repose sur le développement d'une instrumentation de mesure lidar par absorption différentielle (DIAL), permettant d'analyser la concentration et de localiser les émanations. L'approche de l'ONERA-DPHY se base sur une source paramétrique monofréquence, en régime nanoseconde : le NesCOPO (Nested Cavity Optical Parametric Oscillator) [1]. Jusqu'à présent, l'accordabilité fréquentielle des ondes signal et complémentaire était réalisé en manipulant les paramètres physiques du NesCOPO (température du cristal et/ou longueur des cavités des ondes filles). L'objectif de ce travail est de développer de nouveaux concepts d'architectures de sources lasers et paramétriques dans le but de tester des fonctionnalités lidar originales, en particulier en étudiant les possibilités offertes pour l'accord en longueur d'onde par la pompe.

## 2. ACCORDABILITÉ DU LASER DE POMPE : BESOINS ET PREMIÈRES CARACTÉRISATIONS

La génération paramétrique optique repose sur l'équation de conservation d'énergie  $\omega_p = \omega_s + \omega_c$ . Dans notre NesCOPO, les premiers calculs montrent qu'une variation de longueur d'onde de la pompe de 150 MHz entraîne un saut de mode de fréquence d'un intervalle spectral libre (quelques GHz) en sortie d'OPO. Ce qui est compatible avec des mesures DIAL. Ainsi, nous voulons développer, au Laboratoire Charles Fabry, une architecture de pompage MOPA hybride, ayant une accordabilité de l'ordre du nanomètre et une agilité de l'ordre de la milliseconde. Cette accordabilité sera réalisée par un montage optique, basé sur l'évolution de la fréquence d'émission d'une diode en fonction du courant en régime impulsionnel nanoseconde (cf figure 1(b)). Afin de caractériser la dérive de fréquence au cours du temps, nous créons un interféromètre fibré (cf figure 1(a)). Sur un des deux bras de cet interféromètre, une fibre optique est installée, de longueur  $L$ , pour créer un retard  $\tau$ . Nous obtenons alors un signal de battement dont la fréquence est la différence de fréquence entre les deux voies  $v_{Bat}(t) = v(t) - v(t - \tau)$ . En calculant la fréquence instantanée de ce signal par transformée de Hilbert, la dérive de fréquence en fonction du temps peut être déduite (cf fig 1(b)). Ces résultats sont prometteurs vis à vis du besoin applicatif. Ainsi, il sera possible de contrôler l'accord fréquentiel de la diode laser qui, amplifiée et intégrée, servira de pompe pour le NesCOPO. Il suffira de dimensionner les étages d'amplifications, pour obtenir des énergies d'impulsions supérieures au seuil de l'OPO.

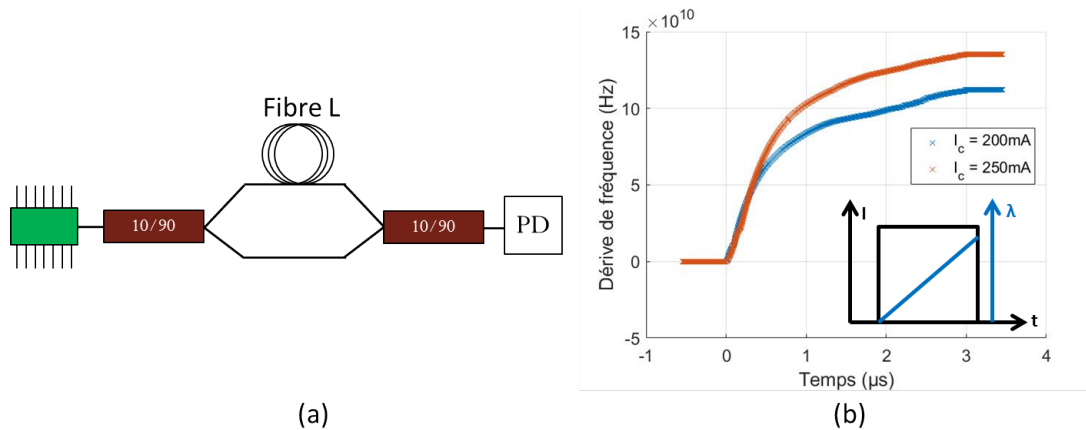


FIGURE 1 : Représentation de l’interféromètre fibré (a); Dérive de fréquence du signal de battement pour une durée d’impulsion de  $3 \mu\text{s}$  et des courants crêtes différents (b).

### 3. ÉNERGIE DU LASER DE POMPE : CALCULS DU SEUIL OPO ET PREMIÈRES VALORISATIONS EXPÉRIMENTALES

De récents travaux ont permis de déterminer l’énergie seuil d’un OPO analytiquement [2]. Pour déterminer les caractéristiques énergétique du laser de pompe pour nos besoins nous avons estimé le seuil pour deux valeurs de réflectivité du miroir de fond de cavité complémentaire (cf fig 2).

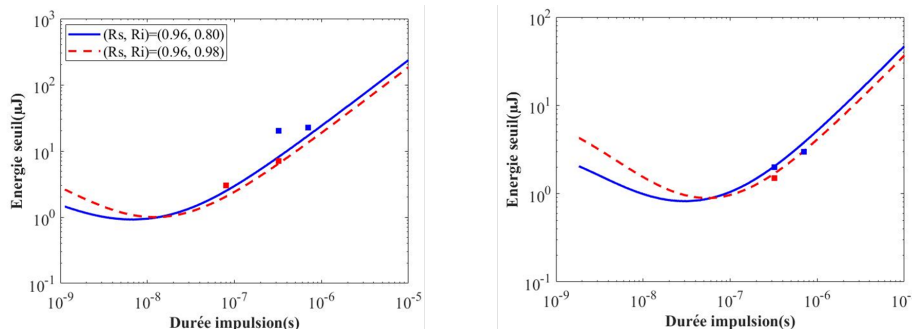


FIGURE 2 : Expérience (symboles) et théorie (lignes) pour évaluer l’énergie seuil d’oscillation de l’OPO pour  $L_{\text{crist}} = 4 \text{ mm}$  (a), pour  $L_{\text{crist}} = 18 \text{ mm}$  (b).

Nous avons comparé ces résultats à une expérience préliminaires, avec un laser de pompe non accordable en longueur d’onde. Les résultats sont en bons accords, validant ainsi cet outil numérique pour le futur design de notre système MOPA.

#### PERSPECTIVES

Ces premiers tests de caractérisation en longueur d’onde de diode laser et de calculs de seuil OPO, vont à présent nous permettre de définir le système complet.

#### RÉFÉRENCES

- [1] B. Hardy, A. Berrou, S. Guilbaud, M. Raybaut, A. Godard, and M. Lefebvre, “Compact, single-frequency, doubly resonant optical parametric oscillator pumped in an achromatic phase-adapted double-pass geometry,” *Optics Letters*, vol. 36, no. 5, pp. 678–680, 3 2011.
- [2] G. Aoust, A. Godard, M. Raybaut, J.-B. Dherbecourt, G. Canat, and M. Lefebvre, “Pump duration optimization for optical parametric oscillators,” *J. Opt. Soc. Am. B*, vol. 31, no. 12, pp. 3113–3122, Dec 2014. [Online]. Available : <http://josab.osa.org/abstract.cfm?URI=josab-31-12-3113>

# PLATE-FORME DE CROISSANCE DE CRISTAUX POUR L'OPTIQUE

**Abdelmjid Benayad, Gurvan Brasse, Jean-Louis Doualan, Alain Braud, Vivien Ménard,  
Richard Moncorgé et Patrice Camy**

*CIMAP Laboratoire de recherche sur les Ions, les Matériaux et la Photonique UMR6252,  
ENSICAEN, 6 Bd maréchal Juin 14000 Caen France*

[abdelmjid.benayad@ensicaen.fr](mailto:abdelmjid.benayad@ensicaen.fr)

## RÉSUMÉ

Le laboratoire CIMAP développe dans le cadre du projet RIN (Réseaux d'Intérêts Normands) "CristO" une plate-forme dédiée à la croissance de cristaux pour l'optique. Il s'agit de développer une **Plate-forme de Cristallogenèse Normande**, afin de disposer de cristaux pour une recherche d'excellence et de renforcer les collaborations et la visibilité internationale.

**MOTS-CLEFS :** *Cristallogenèse, Fluorures, Terres rares, Lasers*

## 1. INTRODUCTION

Les méthodes de croissance des cristaux de fluorures sont peu développées en France car elles requièrent des installations en atmosphère contrôlée et une forte expertise. Très peu d'équipes dans le monde ont aujourd'hui les compétences et les infrastructures pour produire des cristaux de fluorures pour l'optique dont la qualité permet à la fois de mener une recherche de pointe, mais aussi de réaliser des lasers ou des amplificateurs de très forte énergie. Le CIMAP est le seul laboratoire en France à bénéficier de cette expertise dans la croissance de cristaux de fluorures. La concurrence actuelle se trouve principalement en Chine, avec, pour les centres de recherche ou les entreprises françaises, une situation délicate quant à la pérennité des approvisionnements et la qualité des cristaux proposés.

## 2 OBJECTIF DU PROJET

Les projets qui visent à développer des lasers de forte puissance requièrent souvent des cristaux tels que le  $\text{CaF}_2$  dopé avec des ions de terres rares, la terre rare changeant selon la longueur d'onde visée (Ytterbium, Néodyme ou Thulium par exemple) ou des isotopes tels que le  $\text{SrF}_2$ , le  $\text{BaF}_2$  ou bien encore des cristaux mixtes. Ces cristaux ont des propriétés spectroscopiques et thermiques remarquables, mais nécessitent des températures de croissance relativement élevées ( $>1400$  °C) et imposent de travailler en atmosphère contrôlée pour éviter toute trace d'oxygène.

Au cours de ces dernières années, l'équipe Matériaux et Instrumentation Laser (MIL) du CIMAP a été extrêmement active et dynamique dans le domaine de la cristallogenèse. Sa coordination ou participation à de nombreux projets et contrats de recherche (ANR FLUOLASE, ANR FEMTOCRYBLE, ANR PAMPERO, projet RAPID DGA DYPTER, Projet XPW, projet LABEX EMC3 MATISS, contrat avec le Forschungszentrum de Dresde, Contrat direct LASCAN avec le CEA-CESTA sur le Laser Méga-Joule... ) en atteste. L'équipe est actuellement porteuse ou partenaire sur des programmes de recherche en cours (LABEX EMC3 FASTMIR avec le laboratoire CORIA de Rouen, contrat LALABAND avec le CESTA, Contrat direct CHIMERA

avec la société Amplitude Systèmes), nécessitant la croissance de cristaux d'excellente qualité optique et de grandes dimensions, en particulier pour les lasers de puissance.

Afin d'être efficace et compétitif au regard des enjeux scientifiques et technologiques qui se présentent, ainsi que pour pérenniser l'expertise du CIMAP dans ce domaine, il nous est apparu essentiel de compléter la plateforme de cristallogenèse déjà existante. Cette plateforme est composée actuellement de trois pôles :

- Pôle élaboration (cristaux massifs et couches mince) composé de deux fours Bridgman, un four Czochralski, deux bûts LPE (Epitaxie en phase liquide), qui permettent de faire croître des couches minces cristallines, un four de fluoration et un four de recuit.
- Pôle mise en forme : Une scie à disque, une scie à fil, une carotteuse, une polisseuse de précision Logitech, deux polisseuses manuelles.
- Pôle caractérisation : Une expérience d'ombroscopie, des mesures de strioscopie, de dépolarisation, un microscope 3D confocal/interférentiel (microscopie optique nouvelle génération), et des montages de spectroscopie optiques divers (absorption, fluorescence, dynamiques temporelles....)

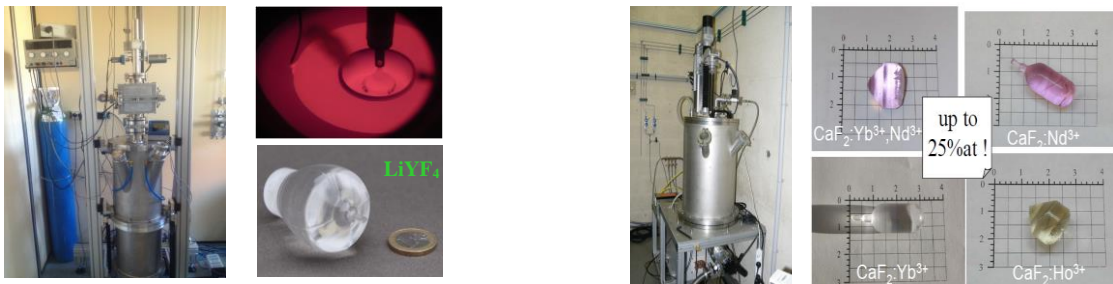


Figure 1 : Croissance de cristaux massifs par la technique Czochralski ( $\text{LiYF}_4$ ,  $\text{KYF}_4$ ,  $\text{KY}_3\text{F}_{10}$ ,  $\text{LiLuF}_4$ ,  $\text{BaY}_2\text{F}_8$  ...) ou par la méthode Bridgman ( $\text{CaF}_2$ ,  $\text{SrF}_2$ ,  $\text{BaF}_2$ ,  $\text{LiCaAlF}_6$ ...).

Grâce au Projet RIN CristO, l'équipe va se doter de nouveaux équipements qui vont permettre une montée en échelle (cristaux de 4 à 6 cm de diamètre) afin de disposer de cristaux pour mener une recherche de pointe en local, mais aussi pour répondre à des projets de grande ampleur et proposer à des partenaires industriels et académiques des solutions fiables et reproductibles.

L'opération de financement de ces équipements avec un montant de près de 0.548 M€ comprend un four de croissance de type Czochralski, doté d'un chauffage inductif qui permet d'atteindre des températures de plus de 1600°C sous atmosphère contrôlée et les moyens de préparation spécifiques aux cristaux de grandes tailles ainsi produits : (Diffractomètre Laue, polisseuse, interféromètre...).

### 3 CONCLUSION

La finalité de ce projet est de créer, sur le plateau nord de Caen, une plate-forme de cristallogenèse de référence au niveau mondial dans le domaine des cristaux pour l'optique.

Les innovations attendues portent sur certaines compositions (cristaux très larges bandes pour les impulsions ultra courtes) ou méthodes de croissances spécifiques (assemblage de cristaux) mais aussi sur les dispositifs, les architectures lasers développées à partir des cristaux obtenus. De nouveaux champs d'actions en recherche plus fondamentale seront aussi ouverts comme l'étude des phénomènes de contrainte et de biréfringence dans les matériaux.



# Production de lumière blanche à l'aide de diode laser

Ada Czesnakowska<sup>1</sup>, Gérald Ledru<sup>1</sup>, Benoit Glorieux<sup>2</sup> Georges Zissis<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Laboratoire LAPLACE, Université Toulouse III, 118 Route de Narbonne, 31062 Toulouse Cedex 9

<sup>2</sup> Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux, CNRS, Pessac

[ledru@laplace.univ-tlse.fr](mailto:ledru@laplace.univ-tlse.fr)

## RÉSUMÉ

Dans cette étude une diode laser a été couplée à différents luminophores pour produire de la lumière blanche. Dans un premier temps nous avons choisi une diode laser bleue (450 nm) associée à un luminophore jaune (YAG), puis le même luminophore mélangé à un autre rouge (GYAG).

**MOTS-CLEFS :** *diode laser, luminophore, lumière blanche, YAG*

## 1. INTRODUCTION

Ces dernières années les semi-conducteurs à base de InGaN sont devenus attractifs pour des applications d'éclairage. Les sources blanches à base de LED sont de plus en plus utilisées en raison de leur petite taille, leur longue durée de vie et leur faible consommation d'énergie. La méthode la plus pratique et efficace pour obtenir de la lumière blanche est le couplage d'une LED bleue avec un luminophore jaune, bien que d'autres méthodes soient actuellement testées [1][2] [3] [4].

Malheureusement les LED utilisées dans ces dispositifs subissent une perte de rendement quantique externe quand leur courant d'alimentation augmente. Ceci se traduit par un décalage du maximum d'émission ainsi qu'un élargissement spectral qui impacte la conversion de lumière bleue en lumière blanche, ce qui diminue l'efficacité du procédé [5].

Une méthode alternative pour obtenir de la lumière blanche en travaillant à forte puissance serait l'utilisation de diodes laser (DL) à la place des LED. Contrairement aux LED, elles ne sont pas affectées par les pertes d'efficacité. La puissance lumineuse et le rendement quantique externe des diodes laser augmentent linéairement avec le courant d'alimentation, ce qui maintient la stabilité de la lumière blanche produite.

Nous avons couplé une diode laser bleue avec de luminophores jaune, en étudiant l'influence des différents paramètres dans les luminophores : la taille des particules, l'épaisseur du matériau ainsi que la concentration de luminophore (poudre) contenue dans les substrats en silicone.

## 2. ETUDE

Du silicone transparent Dow Corning® EI-1184 a été utilisé comme matrice. Différentes poudres y ont été intégrées pour obtenir Deux types de matériaux : une poudre d'yttrium-aluminium-garnet dopé avec du Ce<sup>3+</sup> (NYAG4354 Intematix) (YAG) et un mélange de luminophore vert dopé avec du Ce<sup>3+</sup> (GYAG3856-01-13 Intematix) avec du nitride rouge dans des proportions 4.5:1 (GYAG). Ces poudres de luminophore ont été incorporées dans des proportions massiques différentes avec des pastilles de silicone (diamètre de 15 mm). Après le mélange les pastilles sont placées dans une chambre sous vide pour enlever d'éventuelles bulles d'air. Enfin l'incorporation est complète après avoir été chauffées à 120°C pendant 20 minutes

Une diode laser OSRAM (TB450B, 460nm, 1,6W) a été utilisée avec différents luminophores placés à une distance de 10 cm, où la taille du faisceau laser est 1,2 x 4 cm. La diode a été alimentée avec un courant continu de 0,6 A. Quand le faisceau traverse le matériau, une partie n'est pas absorbée par le luminophore jaune (l'efficacité de conversion est d'environ 70%). La lumière bleue non absorbée se mélange à la lumière jaune résultante de la conversion, ce qui donne la lumière blanche perçue par l'œil humain.

La figure 1 montre trois spectres d'excitation pour trois luminophores : YAG 3% : Ce<sup>3+</sup> et 1,8mm d'épaisseur, YAG 10% : Ce<sup>3+</sup> et 1 mm d'épaisseur et GYAG : Ce<sup>3+</sup> avec nitride et 1,8 mm d'épaisseur.

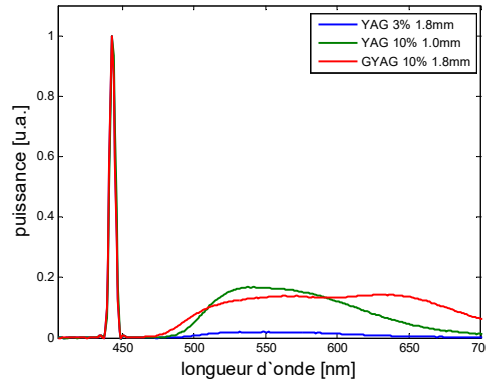


FIG. 1. Spectres d'excitation de trois types de luminophores avec une diode laser bleue.

La composante étroite autour de 455 nm correspond au faisceau laser transmis à travers le luminophore et la composante plus large entre 500 nm et 780 nm correspond à la lumière absorbée et convertie par le matériau. Le maximum d'émission pour lumière convertie par les trois matériaux est à 541nm. Cette émission large est composée de deux Gaussiennes correspondant aux émissions des états 5d-2F5/2 et 2F7/2 du cérium. L'intensité relative du Y10, comparée au Y3 est due à une quantité plus importante de luminophore in the package dans le matériau.

Dans le cas du GreenYAG 10%, une autre composante est observée à 645 nm, correspondante à l'émission du nitride.

L'un des paramètres important pour définir la qualité de la lumière produite est IRC (Indice de Rendu des Couleurs). Ils sont mesurés et calculés par un spectro-radiomètre SpecBos 1201. Pour le GYAG nous avons obtenu 84 et 65 pour le YAG. Les températures de couleurs sont 5132 K pour le YAG et 4020 K pour le GYAG.

Une combinaison du matériau approprié avec une diode laser bleue permet donc d'obtenir la même lumière que dans le cas des LED.

## CONCLUSION

Ces études ont montré qu'il est possible d'obtenir une lumière blanche de bonne qualité (IRC et température de couleur) en utilisant une diode laser et des luminophores appropriés. Nous avons été capables de le faire avec une diode laser bleue et deux types de luminophores (un jaune et un jaune-rouge). Le remplacement des LED par des diodes laser a plusieurs avantages – pas de perte d'efficacité, des caractéristiques linéaires avec le courant d'alimentation et une meilleure stabilité.

## RÉFÉRENCES

- [1] S. Muthu, F. J. Schuurmans, M.D. Pashley, "Red, green and blue LEDs for white light illumination", IEEE J. Sel. Topics Quantum Electron., vol. 8, 333 (2002)
- [2] Y. Sato, N. Takahashi, S. Sato, "Full-color fluorescent display devices using a near-uv light-emitting diode", Jpn. J. Appl. Phys., vol. 35, no. 7A, L838-L839 (1996)
- [3] S. Nakamura, S. Pearton, G. Fasol, "The blue laser diode: the complete story", Berlin, Germany: SpringerVerlag (2000)
- [4] T-H. Yang, C-C. Chen, C-Y. Chen, Y-Y. Chang, C-C. Sun, "Essential factor for determining Optical Output of phosphor-converted LEDs." IEEE Photonics J., Vol. 6, 8200209 (2014)
- [5] A. Czesnakowska, G. Ledru, B. Glorieux, G. Zissis, "Effect of different phosphor properties for white light generation using a blue laser diode" 15th International Symposium on the Science and Technology of Lighting, Kyoto, Japan (2016)

# PROPRIÉTÉS OPTIQUES ET MAGNÉTIQUES DES CATIONS $\text{Sm}^{3+}$ ET $\text{Eu}^{3+}$ DANS LA SOLUTION SOLIDE $\text{Li}_6\text{Eu}_{1-x}\text{Sm}_x(\text{BO}_3)_3$

**Matias Velazquez<sup>1</sup>, Rekia Belhoucif<sup>2,3</sup>, Jean-Baptiste Sand<sup>1</sup>, Olivier Plantevin<sup>4</sup>, Patrick Aschehoug<sup>5</sup>, Philippe Goldner<sup>5</sup>, George Christian<sup>4</sup>**

<sup>1</sup> ICMCB, UMR 5026 CNRS-Université de Bordeaux-Bordeaux INP, 87 avenue du Dr. A. Schweitzer, 33608 Pessac Cedex

<sup>2</sup> Faculté de Physique, Laboratoire d'Electronique Quantique, USTHB, BP 32 El alia, 16111, Bab Ezzouar, Alger, Algeria

<sup>3</sup> Faculté des Sciences, Département de Physique, UMBB, Route de la Gare Ferroviaire, 35000, Boumerdes, Algeria

<sup>4</sup> CSNSM UMR 8609, CNRS-Université d'Orsay, Bat. 108, 91405, Orsay Campus, France

<sup>5</sup> PSL Research University, Chimie ParisTech -CNRS, Institut de Recherche de Chimie Paris, 75005 Paris, France

[matias.velazquez@icmcb.cnrs.fr](mailto:matias.velazquez@icmcb.cnrs.fr)

## RÉSUMÉ

Les ions de terres rares dissous dans des cristaux diélectriques à grand gap sont très activement étudiés en raison de leurs nombreuses applications en tant qu'ions optiquement actifs qui peuvent être envisagées dans les lasers à solide, les compteurs infrarouges quantiques (IR) ou les convertisseurs IR-visible [1-6]. Une série de poudres dans la nouvelle solution solide  $\text{Li}_6\text{Eu}_{1-x}\text{Sm}_x(\text{BO}_3)_3$  ( $x=0.35, 0.5, 0.6, 1$ ) a été synthétisée par réaction à l'état solide, caractérisée, et leur luminescence a été étudiée. De plus, un monocristal de taille centimétrique a été obtenu par la méthode Czochralski à partir d'une charge de composition initiale  $\text{Li}_6\text{Eu}_{0.65}\text{Sm}_{0.35}(\text{BO}_3)_3$ , fondue sous air dans un creuset en platine. Les spectres d'absorption montrent que l'absorption se produit principalement à partir du fondamental  $^6\text{H}_{5/2}$  du  $\text{Sm}^{3+}$ , avec une bande intense à 405 nm. Les spectres de fluorescence révèlent que l'intensité de l'émission rouge de l' $\text{Eu}^{3+}$  dépend fortement de la concentration en  $\text{Sm}^{3+}$ ,  $x$ . L'analyse de Judd-Ofelt a été menée dans le but d'estimer les probabilités de transitions radiatives et le rendement quantique d'émission. Conséquence du transfert d'énergie du  $\text{Sm}^{3+}$  vers l' $\text{Eu}^{3+}$ , la lumière rouge intense détectée à 613 nm à température ambiante, sous excitation UV où dans le bleu, est augmentée de ~35% par rapport aux échantillons sans  $\text{Sm}^{3+}$ . Les temps de déclin plus courts des  $\text{Sm}^{3+}$  comme donneurs d'énergie corroborent ce transfert d'énergie. Les mesures de susceptibilité magnétique des composés  $\text{Li}_6\text{Eu}_{1-x}\text{Sm}_x(\text{BO}_3)_3$  ont été effectuées entre 2 et 320 K et utilisées pour comparer les niveaux d'énergie expérimentaux et calculés.

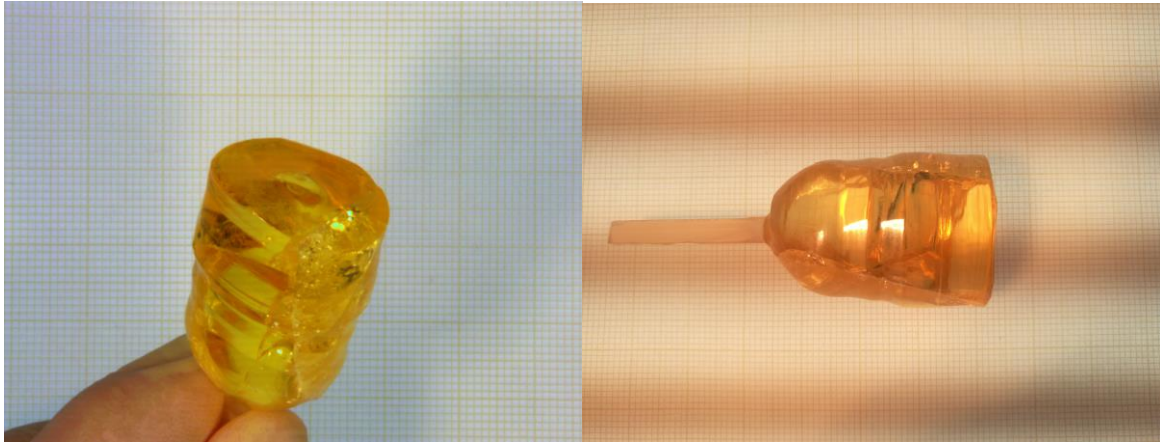


Fig. 1 : monocristal  $\text{Li}_6\text{Eu}_{0.65}\text{Sm}_{0.35}(\text{BO}_3)_3$  élaboré par la méthode Czochralski.

#### RÉFÉRENCES

- [1] F. Auzel, P. A. Santa Cruz, G. F. de Sa, *Rev. Phys. Appl.*, **1985**, 20, 273-281.
- [2] N. Bloembergen, *Phys. Rev. Lett.*, **1959**, 2, 84-85.
- [3] L. Esterowitz, A. Schnitzler, J. Noonan, J. Bahler, *Appl. Opt.*, **1968**, 7, 2053-2070.
- [4] L. F. Johnson, H. J. Guggenheim, T. C. Rich, F. W. Ostermayer, *J. Appl. Phys.*, **1972**, 43, 1125.
- [5] G. F. J. Garlick, *J. Contemp. Phys.*, **1976**, 17.
- [6] D. Serrano, A. Braud, J.-L. Doualan, P. Camy, R. Moncorge, *Proc. SPIE*, **2011**, 8111, 811104.

# REVEALING MODES FROM CONTROLLING AN OFF-OPTICAL AXIS CONICAL DIFFRACTION LASER

Alain Brenier

Institut Lumière Matière, UMR5306 Université Lyon 1-CNRS, Université de Lyon 69622  
Villeurbanne Cedex, France

[alain.brenier@univ-lyon1.fr](mailto:alain.brenier@univ-lyon1.fr)

## SUMMARY

Thanks to controlling the off-optical axis propagation in the monoclinic  $\text{KGd}(\text{WO}_4)_2:\text{Nd}$  biaxial laser crystal, we exhibit remarkable crescent laser modes and mode switching due to the conical diffraction. We revealed as optical singularities the propagation directions of abrupt change of polarization of the highest emission cross-section mode. A model including the conical diffraction describes the results.

**KEY-WORDS :** *laser, biaxial, conical diffraction*

## 1. INTRODUCTION

Beam propagation exactly aligned with the optical axis is desirable in conical diffraction experiments where the transparent anisotropic medium is passive: only this direction is singular and misalignment should lead to trivial degraded patterns and progressively to common double refraction. This was the protocol since the early times of Lloyd demonstration (1832). To the contrary and breaking here this rule we handle a laser gain medium: the monoclinic  $\text{KGd}(\text{WO}_4)_2:\text{Nd}$  (KGW:Nd) biaxial crystal, and we exploit a controlled off-optical axis propagation to exhibit remarkable transverse laser modes and mode switching.

## 2. EXPERIMENTAL SET-UP

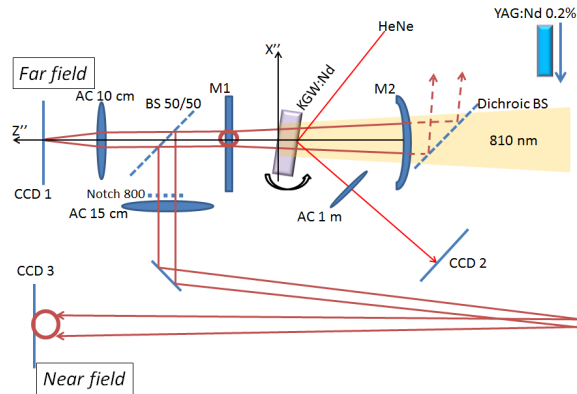


Fig. 1 : Experimental set-up of the conical diffraction laser with the control of the laser crystal orientation.

The experimental laser design is represented in Fig. 1, including an optical axis-oriented KGW:Nd crystal whose optical axis can be slightly rotated by respect to the cavity axis. The laser cavity is plan-concave and pumped by a Limbo fibre coupled laser diode at 810 nm through the concave mirror (5 cm radius curvature, HT@810 nm, HR>99.5% @1068 nm). A dichroic beamsplitter (HT@810 nm and HR@1068 nm) is inserted before the input mirror in order that the 1068 nm leaks are directed towards a polarizer and a power-meter. The plane output mirror has 5% transmission. The laser KGW:Nd crystal has 3% Nd doping and has 3.15 mm thickness. It is inserted in a copper holder equipped with three orthogonal axes (one longitudinal and two V and H

transverse) for rotation around the optical axis. A key-point is that during laser operation the two V and H rotation angles were explored and captured on the screen of a CCD camera (labelled CCD2) located in the focal plane of a 1 m focal length doublet from the reflection of a Helium-Neon laser beam.

### 3. RESULTS

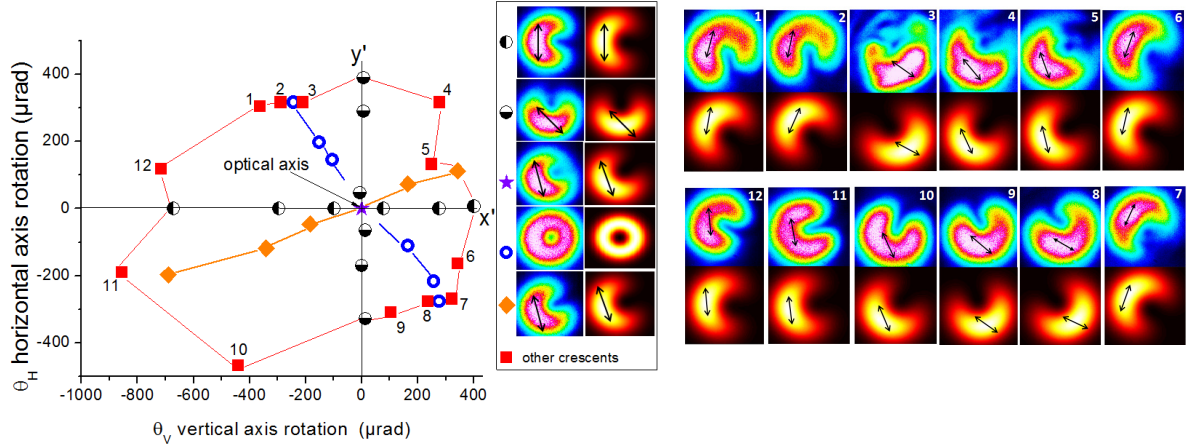


Fig. 2 : Angular orientations explored: the positions of the symbols denote different adjustments of the optical axis away from the laser cavity axis.

Different angular orientations of the laser crystal recorded with the CCD2 camera are reported in Fig. 2 left part. A first set of remarkable orientations is marked with vertical black crescents, a second set is marked with horizontal black crescents, a third set is marked with blue rings and a fourth set is marked as diamond shaped. The corresponding experimental near fields on the output mirror imaged by the CCD3 camera are visualized in the central part of Fig. 2. Other orientations are marked with red squares with corresponding near fields represented in Fig. 2 right part (1<sup>st</sup> and 3<sup>th</sup> lines). The polarization of the beam, measured from the 1068 nm leaks through the concave mirror, is represented by the black arrows superimposed on the near field patterns. The Gaussian beams for the blue rings are un-polarized because they originate from two modes of equal emission cross-sections (singular orientation). The calculated crescents (Fig. 2 right part (2<sup>e</sup> and 4<sup>th</sup> lines)) are obtained as: reading the crystal angular orientations in Fig. 2, launching through the crystal the Gaussian beam polarized mode with the highest emission cross-section in this orientation and calculating the near field pattern on the output plane mirror according to [1]. We obtained reasonable agreement with the experimental patterns. For that, we have adjusted the population inversion fraction around  $1.5 \cdot 10^{-3}$  to get 5% amplification for a beam round trip, corresponding to the transmission of the plane output coupler.

### CONCLUSION

We based this optical study on a stimulated emission-active medium, the monoclinic  $\text{KGd}(\text{WO}_4)_2:\text{Nd}$  biaxial crystal cut perpendicular to the optical axis. Thanks to controlling the off-optical axis propagation, we exhibited remarkable crescent laser modes and mode switching. We revealed that some optical singularities: the directions of abrupt change of the polarization of the mode with the highest emission cross-section, lead to un-polarized lasing. The key explanation of the obtained lasing is that the mode with the lowest threshold depend s drastically on the crystal orientation.

### REFERENCES

- [1] A. Brenier, Appl. Phys.B: Lasers and Optics, 122:237, 2016. DOI 10.1007/s00340-016-6512-y

# SIMULATION DE L'ÉMISSION LASER LARGE-BANDE A 3.7 $\mu$ M DE CaF<sub>2</sub>:Er EN POMPAGE SIMPLE OU PAR ETAPES

Saiyu Luo<sup>2</sup>, Rémi Soulard<sup>1</sup>, Richard Moncorge<sup>1</sup>, Christophe Labbé<sup>1</sup>, Jean-Louis Doualan<sup>1</sup>,  
Huying Xu<sup>2</sup>, Zhiping Cai<sup>2</sup>, Alain Braud<sup>1</sup>, Patrice Camy<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Centre de recherche sur les Ions, les Matériaux et la Photonique (CIMAP),  
UMR 6252 CNRS-CEA-ENSICAen, Université de Caen, France

<sup>2</sup>Department of Electronic Engineering, Xiamen University, Xiamen 361005, China

[richard.moncorge@ensicaen.fr](mailto:richard.moncorge@ensicaen.fr)

## RÉSUMÉ

Sur la base d'une étude spectroscopique détaillée incluant des mesures de fluorescence et d'absorption dans l'état excité, une simulation est développée pour démontrer le fonctionnement laser CW multi-watt d'un guide d'onde cristallin CaF<sub>2</sub>:Er en utilisant un pompage diode à une ou deux longueurs d'onde.

**MOTS-CLEFS :** *erbium, CaF<sub>2</sub>, laser, moyen-infrarouge*

## 1. INTRODUCTION

Plusieurs travaux ont été récemment publiés sur le fonctionnement laser CW et QCW de fibres fluorées dopées Er autour de 3.5  $\mu$ m au niveau du watt en utilisant un pompage laser à double longueur d'onde [1,2]. Ceci est d'un grand intérêt pour diverses applications, y compris des applications environnementales et sanitaires telles que la télédétection de gaz dangereux ou l'identification non invasive de maladies particulières via l'analyse de gaz expirés dans l'air. Nous avons ainsi effectué [3] une étude générale des propriétés spectroscopiques et des paramètres de fonctionnement laser des principaux cristaux de fluorures dopés Er qui peuvent également conduire à une émission laser efficace et (éventuellement) à impulsions ultra-courte autour de 3.5  $\mu$ m, soit CaF<sub>2</sub>:Er, KY<sub>3</sub>F<sub>10</sub>:Er et LiYF<sub>4</sub>:Er. Ces données ont été rassemblées pour permettre la simulation et l'optimisation du fonctionnement laser de chacun de ces systèmes en développant le modèle le plus approprié. Nous nous intéressons dans cette communication à une telle simulation dans le cas d'un cristal CaF<sub>2</sub>:Er fortement dopé dans une configuration de guide d'onde. Les résultats ne montrent pas seulement un fonctionnement laser CW en utilisant un pompage à une ou deux longueurs d'onde, mais aussi des seuils laser très bas et des puissances de sortie laser de plusieurs watts. Une comparaison est faite avec les résultats obtenus dans le cas de ZBLAN:Er dans les mêmes conditions.

## 2. PROCESSUS D'EXCITATION/RELAXATION CONSIDERES

Selon le schéma de niveaux d'énergie de l'ion Er<sup>3+</sup> reporté sur la figure 1, la transition d'émission laser <sup>4</sup>F<sub>9/2</sub>→<sup>4</sup>I<sub>9/2</sub> autour de 3.5  $\mu$ m peut être obtenue soit par pompage autour de 650 nm donc directement dans le niveau d'émission laser <sup>4</sup>F<sub>9/2</sub>, ou, ce qui s'est avéré plus efficace dans le cas de ZBLAN:Er [1, 2], en pompant en deux étapes, d'abord dans le niveau d'énergie <sup>4</sup>I<sub>11/2</sub> avec une diode laser autour de 980 nm (Pompe 1) puis du niveau <sup>4</sup>I<sub>11/2</sub> dans le niveau <sup>4</sup>F<sub>9/2</sub> avec une diode ou un laser à semi-conducteurs pompé par diode (un laser à fibre disponible dans le commerce par exemple) fonctionnant autour de 1.97  $\mu$ m (pompe 2).

Sur la base de ces niveaux d'énergie, un certain nombre de processus d'absorption dans l'état excité (ESA) et de transfert d'énergie doivent être considérés en fonction des longueurs d'onde d'excitation et de la concentration en ions Er<sup>3+</sup>. D'après les travaux antérieurs publiés dans le cas de ZBLAN:Er [1, 2] et nos propres données recueillies dans le cas de CaF<sub>2</sub>:Er [4] et d'autres cristaux

qui seront publiés très prochainement dans des articles plus spécifiques, les simulations peuvent être effectuées en considérant les processus suivants:

- ESA (transitions  $4I_{11/2} \rightarrow 4F_{7/2}$ ,  $4I_{9/2} \rightarrow 4F_{5/2,3,2}$  et  $4F_{9/2} \rightarrow 4F_{7/2}$ ) à la première (977nm) et la deuxième (1970nm) longueur d'onde de pompage avec les sections efficaces  $\sigma_{p1}^{esa1}$ ,  $\sigma_{p1}^{esa2}$  et  $\sigma_{p2}^{esa}$
- Transferts d'énergie à « up-conversion » notés ETU1, ETU2 et ETU3
- Transferts d'énergie par relaxation croisée CR1 et CR2

### 3. RESULTATS DES SIMULATIONS

Les simulations ont été effectuées en utilisant le même type d'équations de population que dans [5] pour  $\text{CaF}_2:4.49\%\text{Er}$  ( $1.1 \times 10^{21} \text{ Er/cm}^3$ ) et  $\text{ZBLAN}:6\%\text{Er}$  ( $9.6 \times 10^{20} \text{ Er/cm}^3$ ) en configuration guide d'onde (longueur de 10 mm, rayons de gorge des faisceaux de pompes et de cavité laser de 20  $\mu\text{m}$ ), pour des pertes optiques par aller-retour de 1%, pour différentes puissances de pompe et différents coupleurs de sortie.

Un exemple de puissances de sortie laser obtenues à 3722 nm (gain maximum) en fonction de la puissance de pompe 1 (977 nm) pour différentes puissances de pompe 2 (1970 nm) et un couplage de sortie  $T = 5\%$  est reportée sur la figure 2 (haut). La figure 2 (bas) montre les courbes de gain spectral obtenues en fonctionnement laser pour un couplage de sortie  $T = 1\%$ .

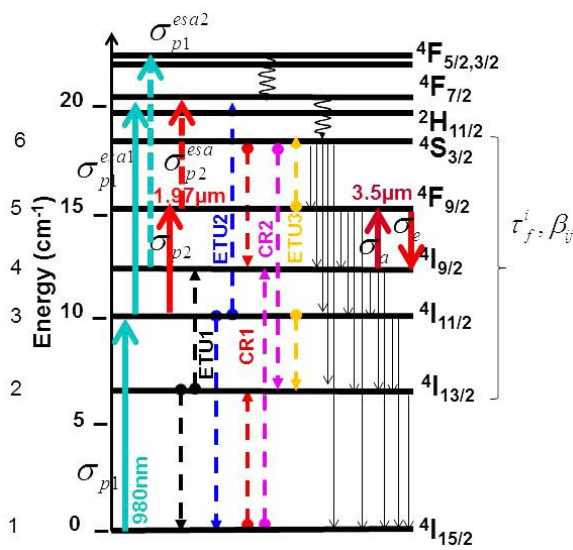


Fig. 1. Niveaux d'énergie et processus de pompage et de relaxation considérés

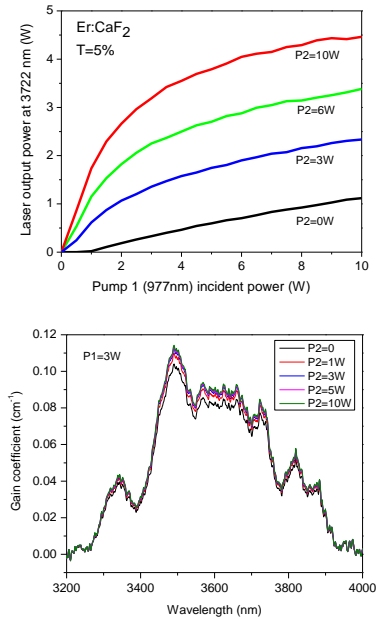


Fig. 2. Courbes de fonctionnement laser à 3722nm (en haut) et Courbes de gain spectral (en bas)

### REFERENCES

- [1] O. Henderson-Sapir, J. Munch, and D. J. Ottaway, "Mid-infrared fiber lasers at and beyond 3.5  $\mu\text{m}$  using dual-wavelength pumping" *Opt. Lett.* 39(3) 493 (2014)
- [2] V. Fortin, F. Maes, M. Bernier, S. Toubou Bah, M. d'Auteuil, R. Vallée, "Watt-level erbium-doped all-fiber laser at 3.44  $\mu\text{m}$ ", *Opt. Lett.* 41(3) 559 (2016)
- [3] R. Soulard, R. Moncorgé, Z. Cai, J.L. Doualan, H. Xu, A. Braud, P. Camy, "Spectroscopic properties of Er-doped fluoride crystals and glasses for 3.5  $\mu\text{m}$  laser operation", *ASSL OSA Laser Congress 2017* (Nagoya, Japan) paper JTU2A.5.
- [4] C. Labbé, J.L. Doualan, R. Moncorgé, A. Braud, P. Camy, *J. Lumin.* (sous presse 2018)
- [5] A. Malouf, O. Henderson-Sapir, M. Gorjan, and D.J. Ottaway "Numerical modeling of 3.5  $\mu\text{m}$  dual-wavelength pumped erbium-doped mid-infrared fiber lasers" *IEEE J. Quant. Electr.* 52(11) 1600412 (2016)



# SOURCE INTEGREE DIODE-OPO BASEE SUR UN COUPLEUR VERTICAL

Alice Bernard<sup>1</sup>, Michel Krakowski<sup>1</sup>, Jean-Michel Gérard<sup>3</sup>, Giuseppe Leo<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Laboratoire MPQ, UMR 7162, Université Paris Diderot – CNRS, Paris, France

<sup>2</sup> III-V Lab, Thales Research and Technology, Route départementale 128, 91767 Palaiseau, France

<sup>3</sup> Univ. Grenoble-Alpes, CEA, INAC-PHELIQS, Grenoble, France

[giuseppe.leo@univ-paris-diderot.fr](mailto:giuseppe.leo@univ-paris-diderot.fr)

## RÉSUMÉ

Nous proposons une source accordable dans le proche IR, constituée d'une diode laser couplée verticalement à un guide d'onde sous-jacent. Le guide d'onde enterré permettant un accord de phase modal, le faisceau laser sert de pompe à un processus de conversion de fréquence paramétrique. Nous estimons un seuil d'OPO et les tolérances de fabrication.

**MOTS-CLEFS :** *optique intégrée, diode, optique non linéaire, OPO*

## INTRODUCTION

Soixante ans après la première démonstration d'un OPO [1], aucun OPO intégré injecté électriquement n'a été démontré, malgré des propositions de concept [2-3]. La conception d'une double cavité laser-OPO pose particulièrement problème, en raison des pertes par propagation entraînées par l'absorption par porteurs libres suite à l'introduction des dopants. Pour remédier à ce problème, nous proposons une source à deux cavités distinctes, reliées par un coupleur vertical.

## DESCRIPTION GENERALE

Une vue générale du dispositif est présentée en figure 1. Dans une première zone, un laser DFB est pompé électriquement par des contacts latéraux et génère un faisceau à une longueur d'onde de  $1 \mu\text{m}$ . L'utilisation de contacts en face avant permet de garder le guide enterré non dopé, diminuant ainsi les pertes par propagation. En sortie du laser, le guide s'affine par un taper adiabatique. A la différence des systèmes typiques incluant un couplage par taper, nous souhaitons ici envoyer le mode fondamental de la zone laser vers un mode d'ordre supérieur du guide enterré. Malgré cette particularité, nos simulations montrent des taux de transfert suffisants pour atteindre un seuil OPO. Dans la dernière partie, le mode laser sert de faisceau de pompe pour une conversion de fréquence paramétrique vers un signal et complémentaire autour de  $2 \mu\text{m}$ . Pour obtenir un seuil OPO dans cette dernière zone, nous proposons de graver à ses limites des miroirs de Bragg présentant une réflectivité élevée autour de  $2 \mu\text{m}$  et nulle autour de  $1 \mu\text{m}$ . La zone de conversion fonctionne alors comme un OPO. L'efficacité de conversion normalisée est de  $600\% \text{ W}^{-1} \text{ cm}^2$ , et le seuil OPO attendu de 55 à 10 mW pour une longueur d'OPO de 1 à 3 mm et des réflectivités de 95%. Ces puissances de pompe sont compatibles avec les taux de transfert simulés vers le mode d'ordre supérieur d'intérêt (de 30 à 80%) et avec la montée en température attendue dans le laser. Une variation de la longueur d'onde de pompe de  $\pm 10 \text{ nm}$  permet de compenser les déviations au dessin original dues aux tolérances de fabrication. La figure 2 présente le taux de transfert vers les différents modes du guide enterré, où le « mode 6 » est le mode d'intérêt pour un mélange à trois ondes (mode  $\text{TE}_{20}$ , d'ordre 2 dans la direction verticale). La figure 3 présente l'accordabilité attendue de la source.

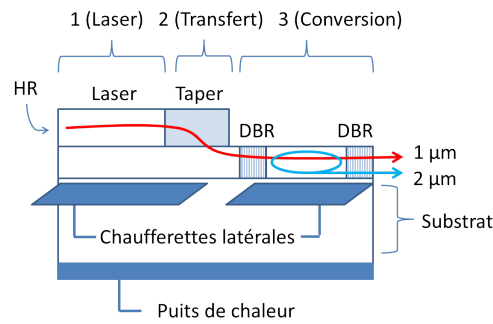


Figure 1. Vue générale du dessin proposé à cavités couplées.

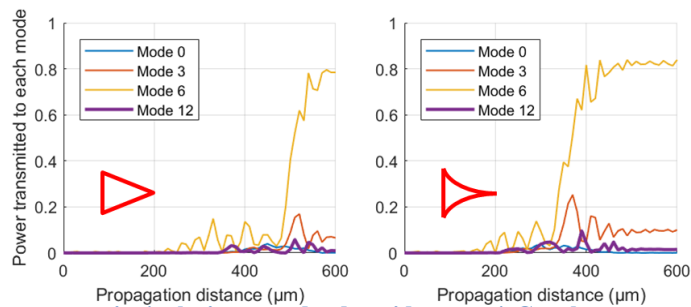


Figure 2. Puissance transmise à plusieurs modes du guide enterré. Gauche : tapers triangulaires, droite : tapers quadratiques. Les variations de forme d taper n'affectent pas ou peu le taux de transfert final.

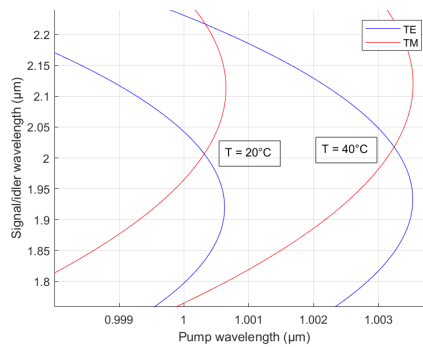


Figure 3. Courbes d'accordabilité attendue de la source en dehors de la dégénérescence.

## CONCLUSION

Nous avons établi un dessin avancé d'une source combinant un laser et un OPO sur une même puce, sans reprise d'épitaxie ni réalignement nécessaire. L'accord de phase peut être obtenu de manière réaliste pendant le fonctionnement de l'appareil, grâce au contrôle de la longueur d'onde et de la température. Les caractéristiques de chaque étape (seuil et efficacité différentielle du laser, tolérances et performances du taper et de la zone OPO) sont étudiées en détail.

## REFERENCES

- [1] Giordmaine, J. A. & Miller, R. C. "Tunable Coherent Parametric Oscillation in LiNbO<sub>3</sub> at Optical Frequencies." Phys. Rev. Lett. vol 14, pp.973–976 (1965).
- [2] Zareian, N. & Helmy, A. S. "Static and dynamic characteristics of integrated semiconductor optical parametric oscillators." J. Opt. Soc. Am. B. vol 30, pp. 2306-2317 (2013).
- [3] Andronico, A., Favero, I., Ducci, S., Gérard, J.M. & Leo, G. "Tunable quantum dot parametric source". Optics Express, vol. 21, pp. 22367-22373 (2013).

# TOPOLOGIES D'ALIMENTATION POUR OLED

Pascal Dupuis<sup>1</sup>, Laurent Canale<sup>1</sup>, Alaa Alchaddoud<sup>1</sup>, Georges Zissis<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Université de Toulouse, LAPLACE, UMR 5213 (CNRS, INPT, UPS), 118 rte de Narbonne, 31062 Toulouse, France

dupuis,canale,zissis@laplace.univ-tlse.fr

## RÉSUMÉ

Bien que présentes commercialement depuis quelques années dans le circuit commercial, les OLED ont longtemps été cantonnés à un rôle d'éclairage d'appoint. Avec l'apparition de systèmes à flux plus important, des applications éclairagistes sont à présent disponibles. Nous donnerons un modèle électrique d'OLEDs et nous comparerons les topologies d'alimentation mentionnées dans la littérature ainsi que leurs principales propriétés.

**MOTS-CLEFS :** OLED ; convertisseurs DC-DC ; applications éclairagistes ;

## 1. INTRODUCTION

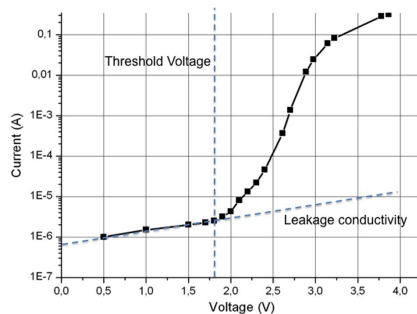
Les LEDs, de par leur efficacité lumineuse élevée, se sont imposées sur le marché de l'éclairage et ont impacté significativement la part de la production d'énergie consacrée à la production de lumière. Il s'agit de dispositifs de très petite dimension, ce qui nécessite de les associer à une optique correctrice pour élargir le faisceau et diminuer leur luminance, ainsi qu'à des dispositifs refroidisseurs performants.

Par comparaison, de par leur nature répartie, les OLEDs peuvent être utilisées sans optique sur des refroidisseurs simples. Leur faible efficacité et les difficultés technologiques de mise en œuvre ont freiné leur diffusion commerciale ; mais cet aspect est en train de changer avec l'apparition de modèles comme p.ex. LG Chem [1], produisant un flux de 800 lm avec une efficacité de 60 lm W<sup>-1</sup>.

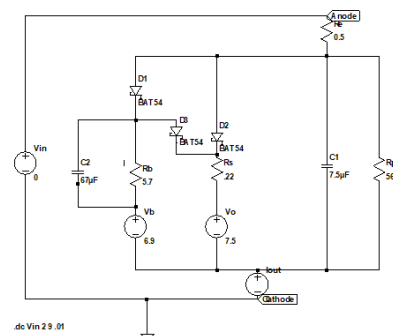
On constate dans la littérature un regain d'activité depuis 2015 concernant les circuits d'alimentation spécifiquement destinés aux OLEDs. Ce papier synthétisera quelques modèles paru récemment.

## 2. CARACTÉRISTIQUES ET MODÉLISATION

Des membres de notre équipe ont proposé [2] un modèle permettant de prédire la caractéristique d'une OLED telle qu'illustrée dans la figure 1a. Un modèle équivalent à éléments constants a été proposé par [3] et est illustré en 1b. Le comportement à seuil est implémenté par des diodes.



(a) relation courant-tension OLED [2]



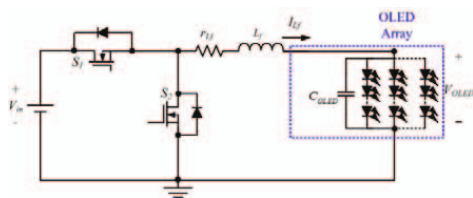
(b) modèle équivalent

Ce modèle comporte trois zones distinctes. À très faible tension, le dispositif se comporte comme un isolant. Le premier coude correspond à des phénomènes d'injection, ce qui entraîne une augmentation importante de la capacité. Le second coude correspond à une situation de forte injection, ce qui entraîne de la recombinaison radiative et la production de lumière. Au-delà de ce second coude, la résistance dynamique chute en-dessous de 1 Ω. Un tel dispositif doit donc impérativement être piloté en courant.

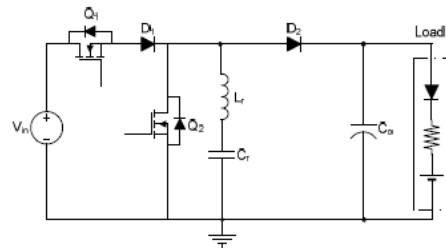
### 3. CIRCUITS D'ALIMENTATION

Notre équipe a participé à l'élaboration [4] d'un circuit illustré en 2a. Ce circuit est de type abaisseur (Buck) ; l'interrupteur de droite permet de faire de la gradation par tout ou rien. En son absence, la capacité élevée du dispositif agirait comme un filtre passe-bas et freinerait l'extinction rapide du dispositif. La fréquence de commutation est de 48 kHz à l'état passant et 24 kHz à l'état bloqué. Le temps de montée est de 31 s et celui de descente de 10 s.

Une autre architecture porte le nom de "convertisseur à transfert de charges résonnant" dans lequel une capacité de transfert se charge depuis la source. Cette charge est ensuite transférée vers le dispositif alimenté. Cependant, au terme d'un cycle complet, une charge résiduelle peut s'accumuler dans le dispositif de stockage. Cette charge peut croître et devenir problématique. Pour y remédier, deux approches ont été testées. Le circuit [5] fait appel à une inductance dont la valeur est contrôlée par une tension continue. L'ajustement permet d'affiner les phénomènes de transfert afin de les équilibrer entièrement. Dans la solution [6], l'inductance est fixe et la diode D2 est remplacée par un interrupteur supplémentaire. Une troisième phase de commutation permet d'annuler la charge résiduelle.



(a) convertisseur bidirectionnel Buck [4]



(b) convertisseur à transfert de charge résonnant [5]

Pour la seconde architecture, les efficacités de conversion tournent autour de 90 %. Le travail à fréquence élevée permet de réduire significativement la valeur et le volume des composants passifs de commutation.

### CONCLUSIONS

L'apparition commerciale de circuits d'éclairage à OLEDs ouvre la voie à de nouvelles opportunités. Nous avons présenté dans ce papier deux topologies de circuits d'alimentation permettant d'ajuster le courant dans le dispositif. La forte capacité du dispositif requiert la présence d'un interrupteur en parallèle pour diminuer le temps de descente lorsque l'on veut effectuer de la gradation par tout ou rien.

### RÉFÉRENCES

- [1] *N6SD30C Technical data sheet*, LG Chem, 2015.
- [2] D. Buso, S. Bhosle, Y. Liu, M. Ternisien, C. Renaud, and Y. Chen, "OLED electrical equivalent device for driver topology design," *IEEE Transactions on Industry Applications*, vol. 50, no. 2, pp. 1459–1468, 2014.
- [3] V. C. Bender, N. D. Barth, F. B. Mendes, R. A. Pinto, J. M. Alonso, and T. B. Marchesan, "Modeling and Characterization of Organic Light-Emitting Diodes Including Capacitance Effect," *IEEE Transactions on Electron Devices*, vol. 62, no. 10, pp. 3314–3321, oct 2015. [Online]. Available : <http://ieeexplore.ieee.org/lpdocs/epic03/wrapper.htm?arnumber=7222420>
- [4] R. L. Lin, J. Y. Tsai, D. Buso, and G. Zissis, "Bidirectional OLED buck driver," *IEEE Industry Application Society - 51st Annual Meeting, IAS 2015, Conference Record*, no. Ccm, pp. 1–10, 2015.
- [5] G. Martinez, J. M. Alonso, and R. O. Sanchez, "Analysis and design of a unidirectional resonant switched capacitor step-up converter for OLED lamp driving based on variable inductor," in *2017 IEEE Industry Applications Society Annual Meeting*. IEEE, oct 2017, pp. 1–8. [Online]. Available : <http://ieeexplore.ieee.org/document/8101809/>
- [6] A. Cervera, M. Evzelman, M. M. Peretz, and S. S. Ben-Yaakov, "A high-efficiency resonant switched capacitor converter with continuous conversion ratio," *IEEE Transactions on Power Electronics*, vol. 30, no. 3, pp. 1373–1382, 2015.