SUBSECRETARÍA DE EDUCACIÓN SUPERIOR DIRECCIÓN GENERAL DE EDUCACIÓN SUPERIOR TECNOLÓGICA INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TUXTLA GUTIÉRREZ



SECRETARÍA DE

EDUCACIÓN PÚBLICA



### TRABAJO PROFESIONAL

### COMO REQUISITO PARA OBTENER EL TITULO DE:

# **INGENIERO EN ELECTRÓNICA**

QUE PRESENTA:

# JESÚS JAIR RAMÍREZ SÁNCHEZ JAMIT ALEJANDRO VONDUBEN AQUINO

CON EL TEMA:

# "PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE VIDRIOS SUAVES A BASE DE OXIDO DE TELURIO"

**MEDIANTE:** 

# OPCION X

(Memoria de Residencia)

TUXTLA GUTIERREZ, CHIAPAS

SEPTIEMBRE 2013





Subsecretaria de Educación Superior non General de Educación Superior Tecnologica l'Estánico Tecnologica de Lavilo Cucienez

"2013, Año de la Lealtad Institucional y Centenario del Ejército Mexicano"

DIRECCIÓN SUBDIRECCIÓN ACADÉMICA DIVISIÓN DE ESTUDIOS PROFESIONALES Tuxtla Gutiérrez, Chiapas 09 de mayo 2013

OFICIO NUM. DEP-CT-94-2013

C. **JAMIT ALEJANDRO VONDUBEN AQUINO Y JESÚS JAIR RAMIREZ SÁNCHEZ** PASANTE DE LA CARRERA DE INGENIERÍA ELECTRÓNICA EGRESADO DEL INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TUXTLA GUTIÉRREZ. P R E S E N T E.

Habiendo recibido la comunicación de su trabajo profesional por parte de los CC. ING. ALVARO HERNANDEZ SOL, DR. HECTOR HERNÁNDEZ DE LEON,ING. ODILIO OROZCO MAGDALENO E ING. VICENTE LEON OROZCO, en el sentido que se encuentra satisfactorio el contenido del mismo como prueba escrita, **AUTORIZO** a Usted a que se proceda a la impresión del mencionado Trabajo denominado:

"PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE VIDRIOS SUAVES A BASE DE ÓXIDO DE TELURIO."

Registrado mediante la opción: X (MEMORIA DE RESIDENCIA PROFESIONAL)

ATENTAMENTE Vo.Bo. "CIENCIA Y TECNOLOGÍA CON SENTIDO HUMANO" M.I. APOLINAR PERE LOPEZ M. en C. JOSÉ LUIS MÉNDEZ NAVARRO ENCARGADO DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DIRECTOR PROFESIONALES C.c.p.- Departamento de Servicios Escolares C.c.p.- Expediente I'JLMN/M'APL/l'eeam Secretaria de Educ. Pública Instituto Tecnológico de Tuxtla Gutiérrez niv. de Est. Profesionsies www.ittg.edu.mx

### Capítulo I

1 Introducción	L
1.1 Resumen	L
1.1.1 El Telurio	L
1.1.2 La Fibra Óptica	L
1.1.3 Dopamiento	2
1.2 Justificación	3
1.3 Objetivos	ŧ
1.4 Caracterización del área en que participo	5
1.4.1 Centro de Investigaciones en Óptica	5
1.4.2 Divisiones	5
1.4.3 Laboratorio de Nanofotonica6	5
1.5 Problemas a resolver	5
1.6 Alcances y Limitaciones	7

# Capítulo II

2	Marco Teórico	8
2.1	Telurio	
2.2	Composición de vidrios de Telurio	9
2.3	Preparación de vidrios suaves	
2.	3.1 Temperatura de fusión (Tm)	
2.	3.2 Temperatura de transición vítrea (tg)	
2.	3.3 Procedimiento del recocido para vidrios suaves	
2.4	Dopamiento	
2.5	Er <sup>3+</sup> /Yb <sup>3+</sup> como modificadores de red	
2.	5.1 El Efecto de co-dopar con Yb <sup>3+</sup>	

### Capítulo III

3	Pro	cedimiento y descripción de las actividades realizadas	
3.1	Ca	álculos de concentración de reactivos	
3.2	Pi	reparación y pesado de los materiales:	
3.3	Fu	undición de los materiales y preparación del molde	24
3.4	Р	ulido y devastado de las barras de vidrio	27
3.5	Ca	aracterización	
3.	5.1	Excitación	
3.	5.2	Luminiscencia	
3.	5.3	Tiempos de Vida	
3.6	R	esultados	
3.	6.1	Matriz de Telurio dopado con Erbio e Yterbio	
3.	6.2	Matriz de Telurio dopado con Disprosio	
3.	6.3	Matriz de Telurio dopado con Europio	
Con	clus	iones	
Ref	eren	cias	41

### **INDICE DE FIGURAS**

FIGURA 1-1: REPRESENTACIÓN ESQUEMÁTICA DE LA ESTRUCTURA INTERNA DE UNA FIBRA CONVENCIONAL
FIGURA 2-1: BARRA DE TELURIO PURO
FIGURA 2-2: DESCENSO DEL VOLUMEN ESPECIFICO EN TM Y TG
FIGURA 2-3: REPRESENTACIÓN ESQUEMÁTICA DE LAS CURVAS DE TEMPERATURAS DE UN PROCESO DE RECOCIDO DE VIDRIOS DE
TELURIO
FIGURA 2-4: REPRESENTACIÓN ESQUEMÁTICA DE LA TRANSFERENCIA DE ENERGÍA DEL YB <sup>3+</sup> AL ER <sup>3+</sup>
FIGURA 2-5: LOS ESPECTROS DE FOTOLUMINISCENCIA ÚNICAMENTE DOPADOS CON 1MOL % DE ER Y DOPADOS CON 1 MOL % DE
ER + 2 MOL % DE YB, VIDRIOS CODOPADOS DE TELURIO SOBRE UNA EXCITACIÓN LASER DE 976 NM
FIGURA 3-1: BÁSCULA DIGITAL Y COMPUESTOS QUÍMICOS
FIGURA 3.2: MEDICIÓN DEL COMPUESTO EN LA BÁSCULA DE PRECISIÓN
FIGURA 3-3: VASO DE PRECIPITADO CON LA MEZCLA Y ESPÁTULA PARA PESAR
FIGURA 3-4: HORNO MARCA: MTI, MODELO: KSL1700X
FIGURA 3-5: RAMPA DE RUTINA DE COCIMIENTO
FIGURA 3-6: INTRODUCCIÓN DEL CRISOL DE PLATINO AL HORNO
FIGURA 3-7: MOLDE CONFORMADO POR CUATRO BARRAS DE ACERO
FIGURA 3-9: SOLIDIFICACIÓN DE LA MEZCLA. FIGURA 3-8: VACIADO DEL COMPUESTO FUNDIDO
FIGURA 3.10: BARRA DE VIDRIO SOLIDIFICADA EN EL MOLDE. FIGURA 3.11: BARRA DE VIDRIO
FIGURA 3.13: BASE DE VIDRIO CON LAS BARRAS FIGURA 3.12: TALLADO DE LAS BARRAS CON LAS LIJAS
FIGURA 3.14: MAQUINA DE PULIR FIGURA 3.15: PULIENDO BARRAS FIGURA
FIGURA 3.16: CARA PULIDA FIGURA 3.17: CARA LATERAL PULIDA
FIGURA 3.18: MUESTRAS PARA CARACTERIZAR
FIGURA 3.19: ESPECTROFOTÓMETRO
FIGURA 3.20: BARRA DE TEO <sub>2</sub> -ER <sup>3+</sup> /YB3 <sup>+</sup> 3.21: BARRAS DE TELURIO EXCITADAS CON UV
EMITIENDO EN IR FIGURA
FIGURA 3.22: ARREGLO DE ESPECTROFOTÓMETRO Y SHOPER
FIGURA 3.23: FUENTE DE IR DE ALTA POTENCIA FIGURA 3.24: OSCILOSCOPIO DIGITAL
FIGURA 3.25: GRAFICA DE EXCITACIÓN DE UNA MATRIZ DE TELURIO DOPADO CON ERBIO E ITERBIO
FIGURA 3.26: GRAFICA DE EMISIÓN DE UNA MATRIZ DE TELURIO DOPADO CON ERBIO E ITERBIO
FIGURA 3.27: TIEMPOS DE VIDA DEL ERBIO CENTRADO A 548 NM EN UNA MATRIZ DE TELURIO DOPADA CON ERBIO E YTERBIO 34
FIGURA 3.28: GRAFICA DE EXCITACIÓN DE UNA MATRIZ DE TELURIO DOPADO CON DISPROSIO
FIGURA 3.29: GRAFICA DE EMISIÓN DE UNA MATRIZ DE TELURIO DOPADO CON DISPROSIO
FIGURA 3.30: TIEMPOS DE VIDA DEL DISPROSIO CENTRADO A 580 NM EN UN MATRIZ DE TELURIO DOPADA CON DISPROSIO AL
0.6%
FIGURA 3.31: TIEMPOS DE VIDA DEL DISPROSIO CENTRADO A 580 NM EN UN MATRIZ DE TELURIO DOPADA CON DISPROSIO AL
0.4%
FIGURA 3.32: GRAFICA DE EXCITACIÓN DE UNA MATRIZ DE TELURIO DOPADO CON EUROPIO
FIGURA 3.33: GRAFICA DE EMISIÓN DE UNA MATRIZ DE TELURIO DOPADO CON EUROPIO
FIGURA 3.34: TIEMPOS DE VIDA DEL EUROPIO CENTRADO A 613 NM EN UN MATRIZ DE TELURIO DOPADA CON EUROPIO AL 4%38
FIGURA 3.35: TIEMPOS DE VIDA DEL EUROPIO CENTRADO A 613 NM EN UN MATRIZ DE TELURIO DOPADA CON EUROPIO AL 2%38
FIGURA 3.36: TIEMPOS DE VIDA DEL EUROPIO CENTRADO A 613 NM EN UN MATRIZ DE TELURIO DOPADA CON EUROPIO AL 1%39

### **INDICE DE TABLAS**

TABLA 3.1: VIDRIO CON MATRIZ DE TELURIO, DOPADO CON 0.1% ERBIO / 1% ITERBIO	22
TABLA 3.2: VIDRIO CON MATRIZ DE TELURIO, DOPADO CON .4% DISPROSIO	22
TABLA 3.3: VIDRIO CON MATRIZ DE TELURIO, DOPADO CON 0.6% DISPROSIO.	22
TABLA 3.4: VIDRIO CON MATRIZ DE TELURIO, DOPADO CON 1% EUROPIO	23
TABLA 3.5: VIDRIO CON MATRIZ DE TELURIO, DOPADO CON 2%EUROPIO	23
TABLA 3.6: VIDRIO CON MATRIZ DE TELURIO, DOPADO CON 4%EUROPIO	23

### 1 Introducción

#### 1.1 Resumen

En este trabajo se describen los procesos que se llevan a cabo para la preparación de vidrios suaves que se pueden emplear como preformas para la fabricación de fibra óptica.

#### 1.1.1 El Telurio

El telurio presenta grandes ventajas en su emisión del espectro visible [1-2] y sus aplicaciones van desde celdas fotovoltaicas hasta semiconductores sensibles a infrarrojos y microchips de computadoras [3-6]; El telurio por sí solo no es capaz de proporcionar una buena emisión laser, para esto, es necesario utilizar ciertos modificadores de redes tales como disprosio, europio, lantano, erbio, iterbio, comúnmente conocidas con el nombre de tierras raras [7].

Dichas tierras raras son agregadas para mejorar las propiedades físicas y químicas de los vidrios de Telurio, el cual presenta una alta solubilidad de iones y esto lo hace adecuado para alojar altas concentraciones de dopantes como las tierras raras [8].

### 1.1.2 La Fibra Óptica

Hoy en día hablar de fibras ópticas abarca un gran número de aplicaciones, dentro de las cuales destacan las telecomunicaciones. La fibra óptica es un medio excelente para la transmisión de señales a larga distancia [9] ya que viajan a lo largo de ellas con menos pérdidas y también son inmunes a interferencias electromagnéticas. Este novedoso material ha provocado un gran cambio en las telecomunicaciones. Una fibra óptica es una guía de onda dieléctrica, con la particularidad de poseer una geometría cilíndrica en la mayoría de los casos.

Una fibra óptica simple es aquella que es formada por un núcleo cilíndrico de material dieléctrico rodeado por otro material dieléctrico con un índice de refracción ligeramente inferior (Figura 1.1). La guía de onda así establecida permite que la luz se propague por el núcleo debido al fenómeno de reflexión total interna [10, 11].



Figura 1.1: Representación esquemática de la estructura interna de una fibra convencional.

Cabe señalar que el principal objetivo de la presente investigación está relacionado con la utilización de fibras ópticas como medios activos para amplificadores ópticos o generadores de radiación láser [12, 13].

#### 1.1.3 Dopamiento

Las tierras raras agregadas a las preformas que se obtendrán tienen dentro de sus propósitos amplificar el ancho de banda de estas y con ello mejorar su transmisión de datos. Los vidrios fabricados a base de óxido de telurio son conocidos como vidrios suaves [14-18]. Este nombre se les da por el hecho de que la temperatura de fusión de dicho material es baja, alrededor de los 800°C, a diferencia de los vidrios como Silica y Boro que están por arriba de los 1800°C. En la preparación de los vidrios suaves hechos de telurio pueden ser dopado con tierras raras, tales como Erbio [20], Iterbio [21], Neodimio [22], Europio [23], Tulio [24], Cerio [25].

### 1.2 Justificación

Las barras a fabricar, como ya se mencionó anteriormente, son a base de óxido de Telurio. La temperatura a la cual se funde este material es muy baja, 800°C son suficientes para llevar a cabo su fundición [19]. Esto significa un gran ahorro al momento de comprar la infraestructura para la fabricación de vidrios suaves. Los hornos que se utilizan para fabricar vidrios de sílice son capaces de elevar su temperatura arriba de 1800°C llegan a ser extremadamente costosos y si se puede obtener un material con menos temperatura, como lo es el telurio, significa una gran ventaja al momento de compararlo con las preformas más fabricadas.

Otra ventaja que nos ofrece el utilizar Telurio es que es un elemento con una propiedad de solubilidad de iones muy alta [22]. Para lograr una buena emisión laser con Silica, por ejemplo, se necesita de una longitud muy grande mientras que en experimentos realizados con telurio [26]; se ha logrado una emisión laser en tan solo un centímetro de longitud. Esto es gracias a la alta solubilidad ya mencionada ya que los iones viajan más libremente a través de la barra de telurio[28]. Por lo tanto, el hecho de utilizar telurio en la fabricación de preformas de fibra óptica, es con el objetivo de obtener una mayor eficiencia en las preformas, y para poder obtener propiedades ópticas de alta calidad y bajar el costo de producción. El telurio ofrece una característica muy importante llamada "conversión ascendente". El proceso de conversión ascendente (up-conversion) involucra la absorción de dos fotones y la emisión de un fotón [29], cuya energía sea mayor a la del fotón de bombeo.

Por lo anterior, realizar este estudio tendrá un gran impacto en la fabricación de fibras ópticas, ya que en México no hay un fabricante que utilice los métodos y compuestos que se estudian en esta investigación. Esta investigación puede ser útil para futuras generaciones, ya que se propone un nuevo material químico, con gran impacto tecnológico y alta reducción de costos, en cuanto a impacto económico se refiere[30].

En proyectos futuros esta investigación puede ser usada como punto de partida para nuevas concentraciones de dopamiento con tierras raras u otros dopantes; incluso se podría llegar a aplicar en otro campo de la electrónica, con el fin de mejorar propiedades físicas, ópticas y químicas por medio de dopajes.

Una de las utilidades de este proyecto es que podrían obtenerse resultados que den inicio a posibles renovaciones de fibras ópticas de silicio por unas de telurio así como impulsar la investigación a nuevos materiales para reducir aún más costos de producción y mejorar las características ópticas obtenidas. En la actualidad, no existe un método aplicable para elaborar preformas hechas a base de vidrios suaves en México. Por lo que esta investigación podría ser la precursora de este método en el país.

### 1.3 Objetivos

#### Generales

 Aprender a fabricar un vidrio suave a base de óxido de telurio y obtener información de sus propiedades ópticas, aplicando diferentes pruebas, estudios y análisis. Para así determinar si son buenos candidatos para la elaboración de preformas de fibra óptica.

#### **Específicos**

- Implementar una metodología para la fabricación de preformas para fibra óptica por el método de vaciado.
- Caracterizar las propiedades mecánicas y ópticas.
- Evaluación de las propiedades espectroscópicas y de laseo.

### 1.4 Caracterización del área en que participo

### 1.4.1 Centro de Investigaciones en Óptica

El lugar donde se realizó esta investigación es el Centro de Investigaciones en Óptica, el cual se encarga de Dirigir, coordinar y promover programas y proyectos de investigación del Centro, así como promover la participación del personal del área en las labores de formación académica y captación de proyectos con el sector productivo, supervisando y coordinando los resultados y vigilando que las divisiones de investigación y laboratorios que las conforman cuenten con los insumos, mobiliario y equipo que requieran, dentro de los lineamientos gubernamentales, fiscales y del Centro, para cumplir, oportuna y eficientemente con sus objetivos y asegurar la contribución del Centro al desarrollo de la ciencia.

#### 1.4.2 Divisiones

El centro de investigación se divide en dos áreas, División de óptica y División de fotónica, este ultimo es donde se realizó la investigación. La División de Fotónica trabaja en coordinación con la Dirección de Investigación, y esta a su vez con las otras Direcciones de Área, para fortalecer las líneas de investigación existentes, proponer mecanismos para estimular la productividad científica-académica-tecnológica y de innovación entre los investigadores de su División, ayudar en la solución de problemas que pudieran surgir en los Grupos de investigación existentes, así como promover nuevas líneas que conlleven a proyectos de investigación con mayor impacto social-económico- científico-académico.

En esta división se cuentan con diferentes laboratorios como laboratorio de óptica integrada, laboratorio de láseres I, laboratorio de comunicación óptica, laboratorio de óptica ultrarrápida, laboratorio de nanofotonica y materiales avanzados, laboratorio de espectroscopia, laboratorio de láseres y dispositivos de fibra óptica I, laboratorio de láseres y dispositivos de fibra óptica I, laboratorio de sensores de fibra óptica, y estación de grabado de rejillas UV.

#### 1.4.3 Laboratorio de Nanofotonica

El laboratorio donde se fabrican y caracterizan las preformas de fibra óptica es el laboratorio de nanofotonica y materiales avanzados, En el Laboratorio de Materiales del CIO se lleva a cabo la síntesis química de materiales fotónicos y electrónicos del tipo inorgánicos y orgánicos así como preparación de muestras para estudios de luminiscencia, transporte de carga, y transiciones vítreas, nanoestructuras, conversión de energía solar, biofotónica, etc. Este laboratorio cuenta con los siguientes equipos e instrumentación: Espectrómetro UV-Vis-NIR, Horno de 4 Rampas, Microscopio Óptico, Tina de Baño Ultrasónico, Evaporador Giratorio, Glove Box, Spin Coater, Balanza Analítica.

#### 1.5 Problemas a resolver

Durante el desarrollo de la residencia profesional se tuvieron que resolver ciertos obstáculos para poder llegar al objetivo final.

Uno de ellos fue durante la elaboración de las preformas en forma cilíndrica ya que era necesario la implementación de un torno pero el movimiento que realizaba al momento de encenderse era muy brusco de 0 a 2800 RPM siendo esto un inconveniente, ya que podía causar malformaciones en la preforma y burbujas dentro de la barra. Para lo cual es necesario la implementación de un control de velocidad y así poder ir aumentándola gradualmente.

Otro problema que se presentó fue durante la etapa de fundición de los compuestos ya que el único crisol con el que se contaba tenia una fisura la cual provocaba derrames dentro del horno pudiendo dañarlo permanentemente. Por lo cual se reemplazó por uno más pequeño mientras el principal se mandaba a reparar. Dichos crisoles son de una aleación de platino y rodio para soportar altas temperaturas y que no contaminen las muestras que se funden en ellos.

Por último, se tuvo que diseñar e implementar una fuente de emisión y detección de infrarrojos. Esto para que al momento de caracterizar las barras de vidrios se pudiera comprobar que las muestras emitían en infrarrojo y que a su vez reflejaban infrarrojo en diferente longitud a la que se excitaban.

### **1.6 Alcances y Limitaciones**

Uno de nuestros alcances al momento de elaborar las barras de vidrios suaves es obtener como producto final una preforma perfectamente pulida y con unas características suficientes para que pueda ser hecha posteriormente una fibra óptica.

Las preformas de vidrios suaves llevan un proceso para que puedan llegar a ser fibras ópticas. Este proceso se realiza en un horno especial llamado "torre de estiramiento para fibras ópticas". Lamentablemente el centro de investigaciones en óptica no cuenta con uno de este tipo y esto conlleva al truncamiento de la investigación, ya que sin él no se puede hacer la aplicación de las preformas que se obtendrán.

### 2 Marco Teórico

### 2.1 Telurio

El Telurio es un elemento miembro de la familia de los calcógenos. Tiene por símbolo atómico Te, número atómico 52 y peso atómico 127.60. Ha sido utilizado como agente colorante y en la manufactura de equipo eléctrico [32-34]. Cuando el telurio cristalino es plateado-blanco y cuando está en su estado puro tiene un lustre metálico. Esto es un metaloide frágil y fácilmente pulverizado, en la Figura 2.1 se puede observar una barra de telurio en su estado puro. El telurio amorfo es encontrado precipitándolo de una solución del ácido teluroso o telúrico (Te (OH) 6) [35]. A pesar de que varios depósitos de oro contienen minerales de telurio, la principal fuente comercial de telurio es un subproducto que sale de la producción de cobre y plomo. El telurio se utiliza principalmente en aleaciones, sobre todo en acero y cobre para mejorar la maquinabilidad.



Figura 2.1: Barra de telurio puro

Se conocen 30 isótopos del telurio con masas atómicas que fluctúan entre 108 y 137. En la naturaleza hay 8 isótopos del telurio, de los cuales tres son radiactivos. El 128Te tiene el periodo de semidesintegración más largo conocido entre todos los radioisótopos de telurio (2,2·1024 años). El telurio es el elemento con menor número atómico que puede experimentar la desintegración alfa; con los isótopos del 106Te al 110. Te puede experimentar este tipo de desintegración. El telurio está en la misma serie que el sulfuro y el selenio y los compuestos similares de las formas. Un compuesto con el metal o Hidrógeno y los iones similares se llama un teluro.

El oro y los teluros de plata se consideran los buenos Minerales. Un metaloide plata-blanco frágil que se parece a la lata, químicamente se relaciona con el Selenio y el sulfuro [36, 37].

Recientemente, se ha tenido un gran interés en los vidrios de telurio dopados con  $Er^{3+}$ , los cuales pueden ser usados para dispositivos ópticos activos de 1.5µm como amplificadores de fibra óptica y planadores de guías de onda. Las fibras de vidrios de telurio dopadas con  $Er^{3+}$  pueden ofrecer una amplificación de ancho de banda y alta eficiencia de transición radiactiva. Estos vidrios, son ahora candidatos prometedores para usarse en la fabricación de nuevos amplificadores ópticos con el fin de extender el ancho de banda de transmisión de fibras ópticas por encima del rango convencional disponible en las fibras de Sílice dopadas con  $Er^{3+}$ , como el Amplificador de Fibras de Telurio dopadas de  $Er^{3+}$  (EDTFA, por sus siglas en ingles) para la banda-C y banda-L. [38].

#### 2.2 Composición de vidrios de Telurio

Las típicas composiciones de vidrios suaves a base de óxido de telurio son:

$$TeO_2 - X_2O_3 - R_2O - MO - La_2O_3 \quad y \quad TeO_2 - MO - R_2O - La_2O_3$$
$$(R = Cs, Rb, K, Na \ y \ Li; M = Ba, Sr, Ca, Mg, Zn \ y \ Pb)$$

Donde TeO<sub>2</sub> es el formador de red, La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> es la tierra rara dopadora, X<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MO y R<sub>2</sub>O son modificadores de red. Ambas propiedades, ópticas y mecánicas, dependen del contenido y la combinación del formador de red y sus modificadores.

La composición más común de vidrios de telurio contiene desde 50 a 75 % molar de TeO<sub>2</sub>, arriba de 70% mol se producen vidrios con una fuerte tendencia a cristalizarse. R<sub>2</sub>O reduce la durabilidad química pero incrementa el coeficiente negativo termo-óptico el cual mejora las propiedades térmicas mejorando la

calidad del bombeo laser [54]. Además, los metales alcalinos mejoran las la solubilidad de las tierras raras y hace vidrios adecuados para la fabricación de dispositivos de guías de ondas ópticas por proceso de cambio de iones. Los modificadores MO mejoran las propiedades físicas pero degradan ligeramente las propiedades laser.

En particular MgO provee el índice de refracción no-linear más pequeño, el cual es benéfico para un rendimiento de alta potencia laser. El modificador X<sub>2</sub>O<sub>3</sub> usualmente es Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en el rango de 5 a 15 %molar. Si la concentración es mayor de 15 %mol puede ocurrir una desvitrificación, pero si el contenido es menor la durabilidad química es muy pobre. El Al<sup>3+</sup> puede ser tan bajo como sea posible porque altas cantidades de Al<sup>3+</sup> reduce la emisión *cross-section*.

#### 2.3 Preparación de vidrios suaves

Los vidrios más comunes están hechos de Sílice, Boro, Telurio, Fosfato, El Fosfato es un formador de vidrios. Un vidrio es un material cerámico que se fabrica a partir de materiales inorgánicos a altas temperaturas. Sin embargo, se distingue de otros cerámicos en que sus constituyentes se calientan hasta la fusión y después se enfrían hasta un estado rígido sin cristalización.

Una de sus características es que tiene una estructura cristalina o amorfa. Las moléculas de vidrio no están colocadas en un orden repetitivo de largo alcance como en el caso de un sólido cristalino. En un vidrio las moléculas cambian su orientación de manera aleatoria en todo el sólido.

#### 2.3.1 Temperatura de fusión (Tm)

Esta temperatura es donde los precursores del vidrio pasan del estado sólido al líquido para hacer la fusión de los materiales. en los vidrios de telurio esta temperatura llega a ser de alrededor de 800°C [39] comparada con los otros formadores de red vítreos es menor, (1500- 2500 °C) por lo cual se llaman vidrios

suaves. A esta temperatura se rompen los enlaces de las moléculas precursoras y se forman nuevas uniones que forman el nuevo material.

#### 2.3.2 Temperatura de transición vítrea (tg)

El comportamiento frente a la solidificación de un vidrio es diferente al de un cristal. Como se puede ver en la Figura 2.2, que es una representación del volumen específico frente a la temperatura para estos dos tipos de materiales. [40-42].



Figura 2.2: descenso del volumen especifico en Tm y Tg

Un líquido que forma un sólido cristalino bajo solidificación (por ejemplo un metal puro) normalmente cristalizará en su punto de fusión con una disminución significativa de su volumen específico (Camino ABC) [43]. Por el contrario, un líquido que forma un vidrio bajo enfriamiento no cristaliza, sino que se sigue un camino AD.

El líquido de este tipo se vuelve más viscoso a medida que su temperatura va disminuyendo y se transforma desde un estado plástico, blando y elástico a un estado vidrioso, quebradizo y rígido en un margen muy estrecho de temperatura en el que la pendiente de la curva del volumen específico frente a la temperatura es marcadamente decreciente.

El punto de intersección de las dos pendientes de la curva define un punto de transformación denominado temperatura de transición vítrea Tg [44, 45]. En este punto la estructura se resiente, con mayores velocidades se originan valores más elevados de Tg [46-48].

#### 2.3.3 Procedimiento del recocido para vidrios suaves

El objetivo del proceso de recocido es reducir la tensión mecánica tan baja como sea posible y de ahí obtener un índice de refracción homogéneo dentro del vidrio. Es recomendable templar el cristal cerca del punto de recocido mas alto (la máxima temperatura de recocido). En este punto la tensión mecánica dentro del vidrio se relaja más rápido, pero es más difícil de apoyarse a si mismo porque el vidrio es suave y este se tiende a deformar bajo su propio peso. Por lo tanto, la mejor opción para la relajación de tensión es cuando el vidrio normalmente es calentado a temperaturas ligeramente encima del Tg [49]. En nuestra muestra el Tg para el vidrio de telurio está alrededor de 300 °C. El proceso de recocido completo es una función de tiempo que toma 21 h y las curvas de temperaturas se muestran en la Figura 2.3.



Time (h)

Figura 2.3: Representación Esquemática de las curvas de temperaturas de un proceso de recocido de vidrios de telurio

En este proceso las muestras fueron recocidas por 2 h a una temperatura de 300 a 380 ° C para el telurio según la composición del vidrio. Mucho tiempo en este proceso fue determinado para asegurar que todas las partes dentro del cristal han alcanzado el Tg.

Posteriormente la temperatura fue gradualmente reducida a un 70 % de la inicial en un período de tiempo de 12 h y mantenido ahí durante 2h.

Es importante mencionar que esta fase de enfriamiento es la parte crítica del proceso de recocido, ya que la temperatura promedio tiene que ser la mas baja posible, para evitar la formación y eliminar cualquier tensión mecánica. Finalmente los vidrios gradualmente fueron enfriados a la temperatura ambiente en un período de tiempo de 5 h. A temperaturas debajo de la Tg el tiempo de enfriamiento podría ser aumentado sin cualquier riesgo de tensión mecánica.

#### 2.4 Dopamiento

En la producción de semiconductores, se denomina dopaje al proceso intencional de agregar impurezas en un semiconductor extremadamente puro (también referido como intrínseco) con el fin de cambiar sus propiedades eléctricas. Las impurezas utilizadas dependen del tipo de semiconductores a dopar [50]. A los semiconductores con dopajes ligeros y moderados se los conoce como extrínsecos. Un semiconductor altamente dopado, que actúa más como un conductor que como un semiconductor, es llamado degenerado.

El número de átomos dopantes necesitados para crear una diferencia en las capacidades conductoras de un semiconductor es muy pequeña. Cuando se agregan un pequeño número de átomos dopantes (en el orden de 1 cada 100.000.000 de átomos) [51], entonces se dice que el dopaje es bajo o ligero. Cuando se agregan muchos más átomos (en el orden de 1 cada 10.000 átomos) entonces se dice que el dopaje es alto o pesado. Este dopaje pesado se representa con la nomenclatura N+ para material de tipo N, o P+ para material de tipo P.

Un vidrio puro, no tiene la habilidad de proveer una buena emisión óptica, laser, ni propiedades físicas por sí mismo. Para lograr estas características es necesario incorporar modificadores de red o dopantes. Recientemente, muchos trabajos sobre la composición de los vidrios han sido reportados en vidrios telurio y fosfato. En ellos se ha estudiado el efecto de metales alcalinos y tierras alcalinas con el fin de mejorar propiedades mecánicas-térmicas así como propiedades láseres [52, 53].

### 2.5 Er<sup>3+</sup>/Yb<sup>3+</sup> como modificadores de red

Últimamente, los vidrios codopados de Er<sup>3+</sup>/Yb<sup>3+</sup> han recibido buenas atenciones debido a sus aplicaciones potenciales en amplificadores ópticos compactos o fuentes laser a 1.55µm. Yb<sup>3+</sup> es usado comúnmente para mejorar la absorción *cross-section* del Er<sup>3+</sup> a 980nm y da lugar a una emisión sensibilizada a través de la transferencia de energía no-radiativa <sup>4</sup>l<sub>13/2</sub>  $\rightarrow$  <sup>4</sup>l<sub>15/2</sub> (Figura 2.4)



Figura 2.4: Representación esquemática de la transferencia de energía del Yb<sup>3+</sup> al Er<sup>3+</sup>

Además, el radio iónico del ion de Yb<sup>3+</sup> es similar al de los iones de Er<sup>3+</sup>, así que los iones de Yb<sup>3+</sup> pueden actuar como sustitución del Er<sup>3+</sup> en la red del vidrio. Esta característica tiene el efecto en ambas partes, incrementar la eficiencia de transferencia de energía del Yb<sup>3+</sup> al Er<sup>3+</sup> y reducir la concentración de extinción de los iones de Er<sup>3+</sup>. Como resultado, los amplificadores sensibilizados de fibras dopadas con Erbio (EDFAs por sus siglas en inglés) pueden tener lentes óptimos más pequeños para la amplificación de señales de ondas luminosas [55-57].

#### 2.5.1 El Efecto de codopar con Yb<sup>3+</sup>

Como el ion de Yb<sup>3+</sup> tiene una fuerte banda de absorción correspondiente a  ${}^{2}F_{7/2} \rightarrow {}^{2}F_{5/2}$  de transición que alcanza su punto máximo en ~976 nm. y una emisión resonante fluorescente que corresponde al ancho de banda [58].

Por otro lado, el nivel de iones del Er3+ están en ~10,246 cm<sup>-1</sup> y una absorción que corresponde a  ${}^{4}I_{15/2} \rightarrow {}^{4}I_{11/2}$  de transición, es muy débil [59, 60]; de ahí que la conversión ascendente se observa una emisión de los niveles superiores debido la excitación directa en el nivel de  ${}^{4}I_{11/2}$  usando ~976 nm el láser no es muy fuerte. Puede ser previsto que en un cierto ion la separación y energía se traslada entre los dos iones (p. ej. entre Yb<sup>3+</sup>  $\rightarrow$  Er<sup>3+</sup>) puede ser posible.

La figura 2.5 muestra la frecuencia del espectros de emisión de la conversión ascendente en 400-900nm de región para 1.0 % mol Er<sup>3+</sup> + 2.0 % mol Yb<sup>3+</sup> codopado en el vidrio. En el caso de vidrio codopado, los picos de emisión habituales verdes y rojos en ~527, ~548 y ~660 nm son observados. Sin embargo, estos picos son observados para mejorar por varios pliegues comparados con la muestra únicamente dopada con Er en el vidrio. El contenido de Yb<sup>3+</sup> mejora las intensidades de las emisiones verdes y rojas.



Figura 2.5: Los espectros de fotoluminiscencia únicamente dopados con 1mol % de Er y dopados con1 mol% de Er + 2 mol % de Yb, vidrios codopados de telurio sobre una excitación laser de 976 nm.

En ambas curvas en parte baja y en la parte superior fueron medidos a la misma sensibilidad. La mejora máximo se nota para 2 % mol de Yb<sup>3+</sup>. Allí aparecen tres cintas de emisión de la conversión ascendente que alcanzan su punto máximo en ~527, ~548, ~660 nm, respectivamente, que están en las regiones verdes y rojas. Las intensidades máximas tanto para las emisiones verdes como para rojas fueron obtenidas aproximadamente ~40 y 90 veces más alto que él del 1.0 % mol de Er<sup>3+</sup>.

Vale la pena comentar que la emisión roja fácilmente fue observada por lo ojos aún con un bombeo bajo (~50 mW) de un diodo laser. Dos picos mas se observan en ~492 nm y 497 nm, corresponden a la región azul. Este pico es debido a la sensibilización cooperativa de Yb<sup>3+</sup>. Estos picos raras veces son observados en Er<sup>3+</sup>.

### 3 Procedimiento y descripción de las actividades realizadas

En este Capítulo se describen los procesos de fabricación y caracterización de las muestras de vidrio suave a base de telurio. Esta parte de la investigación se realizó durante seis meses de estancia en el laboratorio de materiales avanzados del CIO (Centro de Investigaciones en Óptica), el cual cuenta con la infraestructura y tecnología necesaria para realizar la fabricación y caracterización de vidrios suaves a base de telurio.

Se muestran las composiciones y el proceso de fabricación de los vidrios de telurio. Los vidrios están compuestos por TeO<sub>2</sub>, CO<sub>3</sub>, ZnO, La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dopado con Er<sup>3+</sup>, Yb<sup>3+</sup>, Dy, Eu. La principal diferencia del vidrio de telurio, es que se puede producir con una estructura de red más compleja y con un gran número de sitios dopantes. En la sección también se muestra la metodología para realizar la caracterización de los vidrios de telurio. Los estudios realizados incluyeron propiedades ópticas. Se muestra también la descripción del proceso de fabricación de barras por el método de vaciado. Este método es una forma fácil, rápida y novedosa de fabricar barras y tubos de vidrio de telurio.

Como se mencionó previamente, esta es la primera vez que se fabrican vidrios con estas composiciones y por lo tanto, es necesario realizar un estudio sobre las propiedades ópticas de los vidrios, con la finalidad de investigar si dichos vidrios cumplen con los requisitos necesarios para ser utilizados en la fabricación de fibras ópticas.

#### 3.1 Cálculos de concentración de reactivos

Como se puede apreciar en el marco teórico, hay una especie de formula a seguir al momento de mezclar los materiales para realizar un vidrio suave. Aunque la matriz o la base de los vidrios fabricados fue el óxido de telurio, se agregaron otros elementos químicos para modificar las propiedades.

Lo siguiente es un ejemplo de los cálculos que hay que realizar para obtener la cantidad exacta de cada elemento; dichas cantidades se expresan en porcentajes molares al final de cada ecuación y al momento de llevarlo a la práctica se expresan en gramos.

Compuesto del Vidrio:

 $73\% TeO_2 - 15\% ZnO - 10\% K_2CO_3 - 1\% Yb_2O_3 - 0.9\% La_2O_3 - 0.1\% Er_2O_3$ 

a) El primer paso consta en especificar la masa atómica de cada uno de los elementos periódicos que conforman al vidrio:

 $TeO_2$ Zn0  $K_2CO_3$  $Yb_2O_3$  $La_2O_3$  $Er_2O_3$ *Te=127.60 Zn=65.39* K=39.09 *Yb=173.04* La=138.90 Er=167.26 0=16 0=16 *C*=*12.01* 0=16 0=16 0=16 0=16

b) Para calcular la masa total de cada elemento, hay que multiplicar la masa atómica por el número de moléculas que lo conforman:

c) Posteriormente se calcula la masa total del compuesto, multiplicando cada masa atómica de cada elemento por el porcentaje que se requiere, a esto se le conoce como peso molar total (PMT):

 $\begin{aligned} &-TeO_2 \rightarrow (159.6 \ g/mol)(0.73) = 116.508 \\ &-ZnO \rightarrow (81.39 \ g/mol)(0.15) = 12.2085 \\ &-K_2CO_3 \rightarrow (138.19 \ g/mol)(0.10) = 13.819 \\ &-Yb_2O_3 \rightarrow (394.08 \ g/mol)(0.01) = 3.9408 \\ &-La_2O_3 \rightarrow (325.8 \ g/mol)(0.009) = 2.9322 \\ &-\underline{Er_2O_3} \rightarrow (382.52 \ g/mol)(0.001) = 0.38252 \\ &-\underline{PMT} = 149.79102 \ g/mol \end{aligned}$ 

d) Con el peso molar total, se obtiene el peso molar relativo (PMR), dividiendo de cada elemento su peso molar entre el peso molar total:

$$PMR(TeO_{2}) = \frac{116.508 \ g/mol}{149.79102 \ g/mol} = 0.7778^{\ g}/_{mol}$$

$$PMR(ZnO) = \frac{12.2085 \ g/mol}{149.79102 \ g/mol} = 0.0815^{\ g}/_{mol}$$

$$PMR(K_{2}CO_{3}) = \frac{13.819 \ g/mol}{149.79102 \ g/mol} = 0.0922^{\ g}/_{mol}$$

$$PMR(Yb_{2}O_{3}) = \frac{3.9408 \ g/mol}{149.79102 \ g/mol} = 0.0263^{\ g}/_{mol}$$

$$PMR(La_{2}O_{3}) = \frac{2.9322 \ g/mol}{149.79102 \ g/mol} = 0.0195^{\ g}/_{mol}$$

$$PMR(Er_{2}O_{3}) = \frac{0.38252 \ g/mol}{149.79102 \ g/mol} = 0.0025^{\ g}/_{mol}$$

e) Luego se debe obtener el número de mol de cada elemento, para ello, se multiplica cada uno de los PMR por el total de gramos del compuesto y este resultado se divide entre el peso molar de cada elemento:

$$\begin{split} &\#M(TeO_2) = \frac{10_g \left(0.7778_{g_{/mol}}\right)}{159.6} = 0.0487 \text{ mol} \\ &\#M(ZnO) = \frac{10_g \left(0.0815_{g_{/mol}}\right)}{81.39} = 0.0100 \text{ mol} \\ &\#M(K_2CO_3) = \frac{10_g \left(0.0922_{g_{/mol}}\right)}{138.19} = 0.0066 \text{ mol} \\ &\#M(Yb_2O_3) = \frac{10_g \left(0.0263_{g_{/mol}}\right)}{394.08} = 0.0006 \text{ mol} \\ &\#M(La_2O_3) = \frac{10_g \left(0.0195_{g_{/mol}}\right)}{325.8} = 0.0006 \text{ mol} \\ &\#M(Er_2O_3) = \frac{10_g \left(0.0025_{g_{/mol}}\right)}{382.52} = 0.0006 \text{ mol} \end{split}$$

 f) Una vez obtenido el número de mol de cada elemento, se multiplica por el peso molar del mismo y así se obtienen los gramos totales del compuesto:

 $\begin{array}{l} TeO_2 \rightarrow 0.0487 \ \mathrm{mol} \times 159.6 = 7.778 \ g \\ ZnO \rightarrow 0.0100 \ \mathrm{mol} \times 81.39 = 0.81503 \ g \\ K_2CO_3 \rightarrow 0.0066 \ \mathrm{mol} \times 138.19 = 0.92255 \ g \\ Yb_2O_3 \rightarrow 0.0006 \ \mathrm{mol} \times 394.08 = 0.26308 \ g \\ La_2O_3 \rightarrow 0.0006 \ \mathrm{mol} \times 325.8 = 0.19575 \ g \\ Er_2O_3 \rightarrow 0.0006 \ \mathrm{mol} \times 382.52 = 0.02553 \ g \end{array}$ 

### 3.2 Preparación y pesado de los materiales:

Los instrumentos que se utilizan para realizar la mezcla de los vidrios fabricados son:

 Vaso de precipitado de 100ml de capacidad

Espátula de laboratorio

Crisol de platino

Papel arroz

- Bascula digital de precisión
  - Papel absorbente
- Etanol absoluto
  - Aire comprimido
  - Horno

Tanto el vaso de precipitado como la espátula deben ser perfectamente lavados antes de ser utilizados. Este proceso se lleva a cabo con abundante agua y jabón líquido, después se les aplica suficiente etanol absoluto y se secan con papel absorbente, posteriormente se utiliza aire comprimido y así se asegura que están completamente secos y sin residuos de agua, jabón o papel.

En cuanto a la espátula, cada vez que se pesa un elemento diferente, se tiene que repetir el proceso de lavado con etanol y aire comprimido. Después de tener los instrumentos limpios, se corta un cuadro de papel arroz.

Este papel, servirá para ponerlo en la báscula digital de precisión como recipiente previo para, después de pesar, poder depositar el material en el vaso de precipitado fácilmente. Se posiciona como se puede observar en la Figura 3.1.



Figura 3.1: Báscula digital y compuestos químicos

Se utiliza el papel arroz ya que una de sus características es que no es un papel poroso y esto evita que al momento de depositar el material en el vaso de precipitado queden residuos en el papel.



Figura 3.2: Medición del compuesto en la báscula de precisión.

Para pesar los elementos se tiene una báscula digital, la cual tiene una precisión de 0.0001 gramos y es especial para este tipo de trabajos en el laboratorio. Antes de utilizar la báscula se tiene que asegurar que esté limpia y su alrededor también con el fin de evitar que detecte partículas en ella y con esto alterar las mediciones a realizar. Luego, se introduce el papel arroz (Figura 3.2) y se calibra la báscula para que ignore el peso de este y así solo muestre en pantalla la cantidad del material que se desea pesar.

Cuando se obtiene el peso deseado, se toma por los extremos el papel arroz y se vierte el material en el vaso de precipitado. Y así uno a uno se va pesando los elementos del vidrio suave a fabricar, sin olvidar limpiar la espátula cada vez que se pesa uno diferente, con el fin de evitar contaminaciones en los recipientes y en la mezcla.

A continuación se muestran las tablas con los pesos de cada elemento que conforman cada uno de los vidrios que se fabricaron: (Tabla: 3.1 - 3.6)

1) 73% $TeO_2 - 15\%ZnO - 10\%K_2CO_3 - 1\%Yb_2O_3 - 0.9\%La_2O_3 - 0.1\%Er_2O_3$ 

Tabla 3.1: Vidrio con matriz de telurio,	dopado con 0.1% Erbio	/1% Iterbio
--	-----------------------	-------------

Elemento:	Peso:
TeO <sub>2</sub>	7.778 g
ZnO	0.81503 <i>g</i>
$K_2CO_3$	0.92255 <i>g</i>
$Yb_2O_3$	0.26308 g
$La_2O_3$	0.19575 <i>g</i>
$Er_2O_3$	0.02553 <i>g</i>

2) 73% $TeO_2 - 15\%ZnO - 10\%K_2CO_3 - 1.6\%La_2O_3 - 0.4\%Dy_2O_3$ 

Elemento:	Peso:
TeO <sub>2</sub>	8.04787 <i>g</i>
ZnO	0.84105 <i>g</i>
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	$0.952237 \ g$
$La_2O_3$	0.35922 <i>g</i>
$Dy_2O_3$	0.10287 <i>g</i>

1 abia 3.2. Viui lo con matriz de teruí lo, dopado con .4 /0 Dispi os	<b>Tabla 3.2:</b>	Vidrio con	matriz de	telurio, do	opado con .	4% Disprosi
---	-------------------	------------	-----------	-------------	-------------	-------------

3)  $73\% TeO_2 - 15\% ZnO - 10\% K_2CO_3 - 1.4\% La_2O_3 - 0.6\% Dy_2O_3$ 

Elemento:	Peso:
TeO <sub>2</sub>	8.04265 <i>g</i>
ZnO	$0.8405 \ g$
$K_2CO_3$	0.95175 <i>g</i>
$La_2O_3$	0.31411 <i>g</i>
$Dy_2O_3$	0.15411 <i>g</i>

4) 73% $TeO_2 - 15\% ZnO - 10\% K_2CO_3 - 1\% La_2O_3 - 1\% Eu_2O_3$ 

Elemento:	Peso:
TeO <sub>2</sub>	8.04387 <i>g</i>
ZnO	0.84063 <i>g</i>
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0.95189 <i>g</i>
$La_2O_3$	$0.2244 \ g$
$Eu_2O_3$	0.24238 <i>g</i>

Tabla 3.4: Vidrio con matriz de telurio, dopado con 1% Europio

5) 73% $TeO_2 - 15\%ZnO - 10\%K_2CO_3 - 2\%Eu_2O_3$ 

Tabla 3.5:	Vidrio con	matriz de te	elurio, dopa	ado con	2%Europio
------------	------------	--------------	--------------	---------	-----------

Elemento:	Peso:
TeO <sub>2</sub>	8.02943 <i>g</i>
ZnO	0.83912 <i>g</i>
$K_2CO_3$	0.95018 <i>g</i>
$Eu_2O_3$	0.48388 <i>g</i>

6)  $73\% TeO_2 - 13\% ZnO - 10\% K_2CO_3 - 4\% Eu_2O_3$ 

Tabla 3.6: Vidrio con matriz de telurio, dopado con 4%Europ	oio
---	-----

Elemento:	Peso:
TeO <sub>2</sub>	7.74145 <i>g</i>
ZnO	0.70115 <i>g</i>
$K_2CO_3$	0.91610 <i>g</i>
$Eu_2O_3$	0.93306 <i>g</i>

Una vez pesados todos los elementos y vertidos en el vaso de precipitado (Figura 3.3), se procede a mezclar con ayuda de la espátula todos los materiales, hasta lograr una mezcla homogénea de ellos.



Figura 3.3: Vaso de precipitado con la mezcla y espátula para pesar.

El tiempo aproximado para obtener una mezcla perfectamente homogénea está entre los 15-20 minutos. Una vez que se obtiene, se vierte en un crisol de platino, el cual será introducido al horno que se encargará de fundir los materiales.

### 3.3 Fundición de los materiales y preparación del molde

El horno con el que se cuenta en el laboratorio es un KSL1700X de la marca MTI (Figura 3.4). La temperatura se eleva 10°C por minuto, y para los vidrios suaves de telurio necesitamos 800°C; esto quiere decir que para que alcance la temperatura que deseamos requiere de 1 hora y 20 minutos, por lo cual, una buena estrategia a seguir es encender el horno primero y, mientras se eleva la temperatura, pesar y mezclar los elementos químicos.





Figura 3.4: Horno marca: MTI, modelo: KSL1700X.

El funcionamiento de este horno se basa en rutinas, las cuales hay que programar cada vez que se enciende el horno. A continuación con ayuda de la Figura 3.5 se explicará de manera sencilla dichas rutinas.



Figura 3.5: Rampa de rutina de cocimiento.

La rutina a seguir en el proceso de fundición se basa en 4 puntos a), b), c) y d). En cada punto hay que establecer 2 parámetros: Temperatura a alcanzar en ese punto y tiempo en llegar. Para la rutina necesaria se programa de la siguiente manera. El punto a) indica la etapa de inicio del horno, es decir el tiempo aquí es cero y la temperatura es la del ambiente, normalmente la temperatura del laboratorio es de 22°C, punto b) indica que para llegar a dicho punto tiene que pasar 90 minutos y pasado ese tiempo la temperatura debe ser de 900° C. A continuación el punto c) la temperatura no cambia, se configura a 900° C y se programa que se mantenga 40 minutos. Este tiempo es el necesario para fundir perfectamente la mezcla. Posteriormente está el punto d) donde se programa el horno para comenzar a descender su temperatura a 800° y posteriormente apagarse, en este último paso, el horno ya cuenta con una función la cual se ingresa en lugar de un tiempo, dicho código es -121 y hace que la temperatura descienda sin dañar las resistencias que tiene.



Figura 3.6: Introducción del crisol de platino al horno.

Al momento en que el horno alcanza los 900°C se introduce el crisol de platino con la mezcla. Esta operación es realizada con mucho cuidado, se utilizan guantes y pinzas especiales para evitar quemaduras como se puede ver en la Figura 3.6.

Mientras el horno alcanza la temperatura adecuada y la mezcla se funde completamente, es necesario precalentar el molde donde se vaciará la mezcla ya fundida (Figura 3.7). Este proceso se realiza con ayuda del "Hot Plate" a una temperatura de  $300^{\circ}$ C, la cual es la temperatura de transición vítrea (*Tg*) del Telurio, para así evitar que el vidrio se estrese o sufra formaciones de burbujas y al pasar los 40 minutos se retira el crisol del horno para realizar el vaciado al molde como se puede ver en la figura 3.8.



Figura 3.7: Molde conformado por cuatro barras de acero.

Por último, la temperatura del "Hot Plate" se baja gradualmente para que el vidrio no sufra de un shock térmico hasta que llegue a estar a la temperatura ambiente y se solidifique (Figura 3.9).



Figura 3.9: Solidificación de la mezcla.



Figura 3.8: Vaciado del compuesto fundido.

### 3.4 Pulido y devastado de las barras de vidrio

Una vez que se tienen las barras de vidrio (Figura 3.10) es necesario realizar un proceso de devastado. En este proceso se busca principalmente obtener una forma aún más precisa que la que le otorgó el molde (Figura 3.11). Se realiza con lijas, empezando con las más porosas hasta las más finas. En este caso, se utilizó específicamente primero una lija No. 180, después una No. 1000 y por ultimo una No. 2000.





Figura 3.11: Barra de vidrio.

Figura 3.10: Barra de vidrio solidificada en el molde.

Para hacer este proceso más fácil y rápido, las barras de vidrio son colocadas en orden sobre una base de vidrio como se puede observar en la figura 3.13 y para que queden fijas se utiliza un poco de cera entre las barras y la base de vidrio. Luego, se toma el molde con una mano y se tallan las barras contra la lija haciendo esto en forma de un ocho (8) para que quede uniformemente devastada cada una de las barras (Figura 3.12). Se realiza este proceso para cada cara de las barras, teniendo cuidado de no desordenarlas al momento de darles la vuelta.



Figura 3.13: Base de vidrio con las barras



Figura 3.12: Tallado de las barras con las lijas

Una vez que se han devastado, se procede a hacer el pulido de las barras de vidrio, Dicho proceso se realiza en el taller óptico, donde se cuenta con una máquina de pulido como la que se muestra en la figura 3.15 para dicho procedimiento se utiliza óxido de alúmina el cual da un acabado fino al pulido. La maquina realiza movimientos circulares por lo cual solo es necesario sostener la base de vidrio firmemente y realizar movimientos en vertical para su acabado óptimo (Figura 3.14). Este proceso se realiza de la misma manera para cada una de las caras del vidrio, al finalizar solo hay que retirar la basa de vidrio y lavar los vidrios con acetona (Figura 3.16 y 3.17).



Figura 3.15: Maquina de pulir



Figura 3.14: Puliendo barras Figura



3.16: Cara principal pulida



Figura 3.17: Cara lateral pulida

### 3.5 Caracterización

Durante la caracterización se obtienen los diferentes datos que se utilizan para el estudio y análisis de cada muestra (Figura 3.18). Para este caso en particular se medirán los parámetros de: Luminiscencia, excitación y tiempos de vida, para cada vidrio de telurio. Estos parámetros se tienen que conocer para determinar si es un buen material como medio activo, por ello se comprueban algunas de las características de los vidrios midiendo sus propiedades en el laboratorio.



Figura 3.18: Muestras para caracterizar

Con estos parámetros se puede identificar si las características adquiridas por el vidrio son esenciales para construir una preforma con buenas características ópticas y posteriormente la obtención de fibra óptica.

#### 3.5.1 Excitación

Se obtienen los Espectros de excitación para conocer las bandas de energía en que se produce la máxima excitación del material. Cada una de estas bandas corresponde a una longitud de onda específica.



Figura 3.19: Espectrofotómetro

El proceso para obtener los espectros de excitación se realiza con ayuda del espectrofotómetro (Figura 3.19). Este dispositivo básicamente se encarga de excitar la muestra de vidrio a diferentes longitudes de onda, comúnmente llamado "barrido", y a su vez, con ayuda de una conexión a un ordenador, grafica el comportamiento de la muestra en cada longitud recibida. Al terminar el barrido, se puede determinar el nivel más alto de excitación de la muestra.

De todas las bandas que se pueden excitar en el material se elige donde se tiene el máximo nivel de excitación, esto proporciona un bombeo eficiente, lo cual produce una mayor absorción de energía, con lo que se puede tener una mayor cantidad de átomos excitados en el material.

#### 3.5.2 Luminiscencia

La luminiscencia es la emisión de luz provocada mediante la excitación con una fuente la cual puede ser tanto en el infrarrojo (Figura 3.20) y/o en el UV (Figura 3.21). La luminiscencia en cada uno de sus tipos, tiene multitud de aplicaciones en la vida humana.



Figura 3.20: Barra de TeO<sub>2</sub>-Er<sup>3+</sup>/Yb3<sup>+</sup> emitiendo en IR Figura



3.21: Barras de Telurio excitadas con UV

Para la medición de luminiscencia es necesario un instrumento llamado Espectrofotómetro el cual con la ayuda de una monocromador y un diodo infrarrojo actúan como fuentes de excitación y así es detectada la longitud de onda en la cual la muestra emite con mayor eficiencia, ya sea en el infrarrojo o en el visible, dependiendo del ion de tierra rara con el cual este dopado el vidrio de telurio.

#### 3.5.3 Tiempos de Vida

El medir los tiempos de vida de un material ayuda a conocer la razón a la cual se despobló un nivel de energía.



Figura 3.22: Arreglo de espectrofotómetro y shoper

Para este caso se podrá conocer la velocidad de decaimiento de los iones que se encuentran en el nivel superior hacia el nivel base del material, la relación de este parámetro con las características del material son que a mayor tiempo de vida los iones permanecen más tiempo en el nivel superior de energía por lo que el umbral de bombeo para generar emisión disminuye. Es decir a menor tiempo de vida es necesaria mayor energía de bombeo para excitar los electrones, a mayor tiempo de vida menor energía de bombeo para superar el umbral del nivel superior.

Las muestras son excitadas utilizando un láser de baja potencia, y a continuación con la ayuda de un shoper de 8 ranuras que gira con una frecuencia de 7-11 ciclos por segundo de acuerdo a la resolución en el osciloscopio del tiempo de vida (Figura 3.22).

Se coloca la muestra a examinar para poder captar su fluorescencia con un detector de infrarrojo (Figura 3.24) uno de los mas utilizados es el de sulfuro de plomo (PbS) debido a las buenas prestaciones que presenta tanto en sensibilidad como en rango (900-3300nm) se puede acoplar a diversas geometrías debido a su tamaño y versatilidad, otro detector utilizado es el de silicio para longitudes comprendidas entre 400-1100 nm y el detector de InGaAs para longitudes de 900-1700nm. Las mediciones fueron tomadas con un osciloscopio de marca Tektronix modelo TDS 3052B (Figura 3.23) conectado a través de una interfaz tipo serie a la computadora que guarda los datos de cada muestra.



Figura 3.24: Fuente de IR de alta potencia



Figura 3.23: Osciloscopio digital

Los datos obtenidos se graficaron en un programa llamado Origin con el cual se obtuvieron las gráficas sobre los tiempos de vida. Los datos medidos fueron analizados en el programa Origin para poder obtener el tiempo de vida efectivo de cada muestra.

En los procesos de decaimiento de los electrones interfieren algunos procesos de intercambio de energía. Los tiempos de vida efectivos de las muestras se obtienen ajustando la señal de emisión, de las muestras que están siendo excitadas, a una ecuación exponencial de primer orden.

### 3.6 Resultados

A partir de los estudios realizados durante la caracterización de las muestras se pueden observar las siguientes gráficas obtenidas, donde se muestra como primera instancia en que longitud de onda el material muestra una mayor excitación en sus niveles de energía, posteriormente una gráfica que muestra en que longitud de onda el material emite y por ultimo se obtuvieron las graficas de tiempos de vida de cada muestra fabricado.

### 3.6.1 Matriz de Telurio dopado con Erbio e Yterbio



Los resultados obtenidos en para el Erbio e Yterbio son los siguientes:

Figura 3.25: Grafica de excitación de una matriz de telurio dopado con erbio e iterbio

En la figura 3.25 se observa que el Erbio e Yterbio utilizado como dopamiento en una matriz de Telurio tiene su mayor excitación a 379nm, donde sí se excita la muestra a esta longitud de onda se puede observar su emisión en el visible.

En la figura 3.26 se muestra como el material dopado con Erbio/Yterbio tiene una emisión en la longitud de onda de 546 nm, lo que representa una emisión en verde.



Figura 3.26: Grafica de emisión de una matriz de Telurio dopado con erbio e iterbio

Por último se obtuvo la grafica del cálculo para el tiempo de vida, como se muestra en la Figura 3.27 Donde se tiene la grafica obtenida del osciloscopio en color negro, y el ajuste realizado para obtener el tiempo de vida de 1.73017E-4



segundos.

Figura 3.27: Tiempos de vida del Erbio centrado a 548 nm en una matriz de telurio dopada con Erbio e Yterbio

### 3.6.2 Matriz de Telurio dopado con Disprosio



Los resultados obtenidos para el disprosio son los siguientes:

Figura 3.28: Grafica de excitación de una matriz de telurio dopado con disprosio

En la figura 3.28 se observa que el disprosio utilizado como dopamiento en una matriz de Telurio tiene su mayor excitación a 389nm, donde sí se excita la muestra a esta longitud de onda se observa su emisión en el visible.



Figura 3.29: Grafica de emisión de una matriz de telurio dopado con disprosio En la figura 3.29 nos muestra como el materia dopado con disprosio tiene una emisión en la longitud de onda de 574 nm, lo que representa una emisión en naranja.

Por ultimo se obtuvo la grafica del cálculo para el tiempos de vida, como se muestra en la Figura 3.30 y 3.31 donde se tiene la grafica obtenida del osciloscopio en color negro, y el ajuste realizado para obtener el tiempo de vida de 274,6264  $\mu$  segundos al 0.4% de la concentración y de 178,59108  $\mu$  segundos al 0.6% de concentración.



Figura 3.30: Tiempos de vida del Disprosio centrado a 580 nm en un matriz de telurio dopada con Disprosio al 0.6%



Figura 3.31: Tiempos de vida del Disprosio centrado a 580 nm en un matriz de telurio dopada con Disprosio al 0.4%

### 3.6.3 Matriz de Telurio dopado con Europio



Los resultados obtenidos en para el europio son los siguientes:

Figura 3.32: Grafica de excitación de una matriz de telurio dopado con europio

En la figura 3.32 se observa que el europio utilizado como dopamiento en una matriz de Telurio tiene su mayor excitación a 397nm, donde si se excita la muestra a esta longitud de onda se observa su emisión en el visible.



Figura 3.33: Grafica de emisión de una matriz de telurio dopado con europio

En la figura 3.33 se muestra como el materia dopado con europio tiene una emisión en la longitud de onda de 613 nm, lo que representa una emisión en rojo.

Por último se obtuvo la grafica del cálculo para el tiempo de vida, como se muestra en las Figuras 3.34 - 36 donde se tienen las gráficas obtenidas del osciloscopio en color negro, y el ajuste realizado para obtener el tiempo de vida de 959,786612 µ segundos al 1% de la concentración y de 836,46745 µ segundos al 2% de la concentración y de 888,40575 µ segundos al 4% de la concentración.



Figura 3.34: Tiempos de vida del Europio centrado a 613 nm en un matriz de telurio dopada con Europio al 4%



Figura 3.35: Tiempos de vida del Europio centrado a 613 nm en un matriz de telurio dopada con Europio al 2%



Figura 3.36: Tiempos de vida del Europio centrado a 613 nm en un matriz de telurio dopada con Europio al 1%

### Conclusiones

Este trabajo se realizó con el objetivo de comprender y aprender el procedimiento utilizado para la preparación de vidrios con matriz de Telurio dopados con tierras raras para obtener preformas con alta calidad óptica. Desarrollando las distintas habilidades para poder prepararlos, como: el poder calcular la cantidad de material que lleva un vidrio, pesarlo, fundirlo, caracterizarlo ópticamente y probarlo.

La caracterización de los vidrios de telurio, muestra que estos vidrios presentan buenas propiedades ópticas y físicas (alta estabilidad) para la fabricación de fibras ópticas. Con el método de vaciado de vidrios presentado fue posible fabricar barras de vidrio suave de telurio.

Se puede mejorar las propiedades espectroscópicas del material teniendo una temperatura de fusión del vidrio más alta y con ello aumentando las concentraciones de los dopantes que se utilizaron. Caracterizar el material de forma Química. Evaluar experimentalmente la eficiencia del la preforma con la finalidad de comprobar experimentalmente los resultados. Elaborando la fibra óptica. Realizar estudios de generación láser en la región visible ( $\lambda$ =523 nm) utilizando la como medio activo y una fuente de bombeo óptico en 980nm. Realizar estudios de generación láser y amplificación en la región de 1530 nm – 1560 nm utilizando las fibras a partir de las preformas fabricadas en la presente investigación.

### Referencias

- [1] M. C. España Boquera, *Comunicaciones ópticas: conceptos esenciales y resolución de ejercicios*, Díaz de Santos ed. Madrid, España, 2005.
- [2] E. Snitzer, "Proposed Fiber Cavities for Optical Masers," *Journal of Applied Physics*, vol. 32, pp. 36-39, 1961.
- [3] K. C. Kao and G. A. Hockham, "Dielectric-fibre surface waveguides for optical frequencies," *Optoelectronics, IEE Proceedings J*, vol. 133, pp. 191-198, 1986.
- [4] K. C. Kao and T. W. Davies, "Spectrophotometric studies of ultra low loss optical glasses I: single beam method," *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, vol. 1, p. 1063, 1968.
- [5] C. R. Wright and K. C. Kao, "Spectrophotometric studies of ultra low loss optical glasses III: ellipsometric determination of surface reflectances," *Journal of Physics E: Scientific Instruments,* vol. 2, p. 579, 1969.
- [6] M. W. Jones and K. C. Kao, "Spectrophotometric studies of ultra low loss optical glasses II: double beam method," *Journal of Physics E: Scientific Instruments,* vol. 2, p. 331, 1969.
- [7] E. Ghisi and J. A. Tinker, "Evaluating the potential for energy savings on lighting by integrating fibre optics in buildings," *Building and Environment,* vol. 41, pp. 1611-1621, 2006.
- [8] W. Hageman, J.-H. Cho, M. Bass, D. G. Deppe, T. Hawkins, P. Foy, and J. Ballato, "Novel Visible Light Emitting Optical Fibers Using Up-Conversion," *J. Display Technol.*, vol. 7, pp. 295-300, 2011.
- [9] C. M. DeCusatis and C. J. S. DeCusatis, "Fiber Optic Essentials," Elsevier, Ed., ed California USA, 2006.
- [10] K. T. V. Grattan and T. Sun, "Fiber optic sensor technology: an overview," *Sensors and Actuators A: Physical,* vol. 82, pp. 40-61, 2000.
- [11] S. Tao and A. Jayaprakash, "A fiber optic temperature sensor with an epoxy-glue membrane as a temperature indicator," *Sensors and Actuators B: Chemical,* vol. 119, pp. 615-620, 2006.
- [12] C. J. Koester and E. Snitzer, "Amplification in a Fiber Laser," *Appl. Opt.,* vol. 3, pp. 1182-1186, 1964.
- [13] Y. W. Lee, S. Sinha, M. J. F. Digonnet, R. L. Byer, and S. Jiang, "20 W single-mode Yb3+-doped phosphate fiber laser," *Opt. Lett.*, vol. 31, pp. 3255-3257, 2006.
- [14] V. Dominic, S. MacCormack, R. Waarts, S. Sanders, S. Bicknese, R. Dohle, E. Wolak, P. S. Yeh, and E. Zucker, "110 W fibre laser," *Electronics Letters*, vol. 35, pp. 1158-1160, 1999.
- [15] J. Limpert, A. Liem, H. Zellmer, and A. Tunnermann, "500 W continuouswave fibre laser with excellent beam quality," *Electronics Letters*, vol. 39, pp. 645-647, 2003.
- [16] C. H. Liu, A. Galvanauskas, B. Ehlers, F. Doerfel, S. Heinemann, A. Carter, K. Tankala, and J. Farroni, "180-W single transverse mode Yb-doped fiber laser," 2004, p. PDP17.

- [17] Y. Jeong, J. K. Sahu, D. N. Payne, and J. Nilsson, "Ytterbium-doped largecore fiber laser with 1 kW continuous-wave output power," 2004, p. PDP13.
- [18] A. Liem, T. Limpert, H. Zellmer, A. Tunnermann, V. Reichel, K. Morl, S. Jetschke, S. Unger, H. P. Muller, J. Kirchhof, T. Sandrock, and A. Harschak, "1.3 kW Yb-doped fiber laser with excellent beam quality," in *Lasers and Electro-Optics, 2004. (CLEO). Conference on*, 2004, pp. 1067-1068.
- [19] J. C. Knight, T. A. Birks, P. S. J. Russell, and D. M. Atkin, "All-silica singlemode optical fiber with photonic crystal cladding," *Opt. Lett.*, vol. 21, pp. 1547-1549, 1996.
- [20] A. Mori, Y. Ohishi, and S. Sudo, "Erbium-doped tellurite glass fibre laser and amplifier," *Electronics Letters,* vol. 33, pp. 863-864, 1997.
- [21] P. Nandi and G. Jose, "Ytterbium-doped P2O5-TeO2 glass for laser applications," *IEEE Journal of Quantum Electronics,* vol. 42, pp. 1115-1121, 2006.
- [22] J. S. Wang, D. P. Machewirth, F. Wu, E. Snitzer, and E. M. Vogel, "Neodymium-doped tellurite single-mode fiber laser," *Opt. Lett.*, vol. 19, pp. 1448-1449, 1994.
- [23] L. Huang, A. Jha, S. Shen, and W. J. Chung, "Visible emissions at 592 and 613 nm in Er3+–Eu3+-codoped tellurite fibers," *Optics Communications*, vol. 239, pp. 403-408, 2004.
- [24] B. Richards, Y. Tsang, D. Binks, J. Lousteau, and A. Jha, "Efficient ~2 um Tm3+-doped tellurite fiber laser," *Opt. Lett.*, vol. 33, pp. 402-404, 2008.
- [25] Y. Zhou, S. Wang, J. Lin, M. Ye, and G. Yang, "Effect of Ce3+ codoping on Er3+-doped bismuth-germanate glass and fiber under 980 nm excitation," *Optics Communications*, vol. 284, pp. 2312-2316, 2011.
- T. Weber, W. Luthy, H. P. Weber, V. Neuman, H. Berthou, G. Kotrotsios, J. P. Dan, and H. E. Hintermann, "Cladding-pumped fiber laser," *Quantum Electronics, IEEE Journal of,* vol. 31, pp. 326-329, 1995.
- [27] Y. Tsang, B. Richards, D. Binks, J. Lousteau, and A. Jha, "Tm3+/Ho3+ codoped tellurite fiber laser," *Opt. Lett.*, vol. 33, pp. 1282-1284, 2008.
- [28] P. Jelger and F. Laurell, "Efficient skew-angle cladding-pumped tunable narrow-linewidth Yb-doped fiber laser," *Opt. Lett.*, vol. 32, pp. 3501-3503, 2007.
- [29] C.-H. Yeh, F. Y. Shih, C. T. Chen, and S. Chi, "Triple-wavelength erbium fiber ring laser based on compound-ring scheme," *Opt. Express*, vol. 15, pp. 17980-17984, 2007.
- [30] J. Stone and C. A. Burrus, "Neodymium-doped silica lasers in end-pumped fiber geometry," *Applied Physics Letters,* vol. 23, pp. 388-389, 1973.
- [31] R. J. Mears, L. Reekie, I. M. Jauncey, and D. N. Payne, "Low-noise erbium-doped fibre amplifier operating at 1.54 mu m," *Electronics Letters,* vol. 23, pp. 1026-1028, 1987.
- [32] Y. H. Tsang, T. A. King, T. Thomas, C. Udell, and M. C. Pierce, "Efficient high power Yb3+-silica fibre laser cladding-pumped at 1064 nm," *Optics Communications,* vol. 215, pp. 381-387, 2003.

- [33] V. Filippov, J. Kerttula, Y. Chamorovskii, K. Golant, and O. G. Okhotnikov, "Highly efficient 750 W tapered double-clad ytterbium fiber laser," *Opt. Express,* vol. 18, pp. 12499-12512, 2010.
- [34] M. Xiaodong, H. E. Meissner, and L. Huai-Chuan, "Thulium fiber laser 4pass end-pumped high efficiency 2.09-µm Ho:YAG laser," in Lasers and Electro-Optics, 2009 and 2009 Conference on Quantum electronics and Laser Science Conference. CLEO/QELS 2009. Conference on, 2009, pp. 1-2.
- [35] J. Nilsson, J. K. Sahu, Y. Jeong, W. A. Clarkson, R. Selvas, A. B. Grudinin, and S. Alam, "High-power fiber lasers: new developments," San Jose, CA, USA, 2003, pp. 50-59.
- [36] K. Hirao, S. Kishimoto, K. Tanaka, S. Tanabe, and N. Soga, "Upconversion fluorescence of Ho3+ in TeO2-based glasses," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 139, pp. 151-156, 1992.
- [37] F. Vetrone, J.-C. Boyer, J. A. Capobianco, A. Speghini, and M. Bettinelli, "980 nm excited upconversion in an Er-doped ZnO--TeO[sub 2] glass," *Applied Physics Letters,* vol. 80, pp. 1752-1754, 2002.
- [38] L. Huang, S. Shen, and A. Jha, "Near infrared spectroscopic investigation of Tm3+–Yb3+ co-doped tellurite glasses," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 345-346, pp. 349-353, 2004.
- [39] M. Shimizu, M. Yamada, M. Horiguchi, and E. Sugita, "Concentration effect on optical amplification characteristics of Er-doped silica single-mode fibers," *Photonics Technology Letters, IEEE*, vol. 2, pp. 43-45, 1990.
- [40] J. S. Wang, E. M. Vogel, and E. Snitzer, "Tellurite glass: a new candidate for fiber devices," *Optical Materials,* vol. 3, pp. 187-203, 1994.
- [41] A. Jha, S. Shen, and M. Naftaly, "Structural origin of spectral broadening of 1.5-µm emission in Er3+ doped tellurite glasses," *Physical Review B*, vol. 62, pp. 6215-6227, 2000.
- [42] Z. Zhou, A. Lin, H. Guo, X. Liu, C. Hou, M. Lu, W. Wei, B. Peng, W. Zhao, and J. Toulouse, "Tb3+/Yb3+ heavily-doped tellurite glasses with efficient green light emission," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 356, pp. 2896-2899, 2010.
- [43] J. F. Massicott, J. R. Armitage, R. Wyatt, B. J. Ainslie, and S. P. Craig-Ryan, "High gain, broadband, 1.6 mu m Er3+ doped silica fibre amplifier," *Electronics Letters*, vol. 26, pp. 1645-1646, 1990.
- [44] M. Yamada, A. Mori, K. Kobayashi, H. Ono, T. Kanamori, K. Oikawa, Y. Nishida, and Y. Ohishi, "Gain-flattened tellurite-based EDFA with a flat amplification bandwidth of 76 nm," *Photonics Technology Letters, IEEE*, vol. 10, pp. 1244-1246, 1998.
- [45] H. Ono, A. Mori, K. Shikano, and M. Shimizu, "A low-noise and broad-band erbium-doped tellurite fiber amplifier with a seamless amplification band in the C- and L-bands," *Photonics Technology Letters, IEEE*, vol. 14, pp. 1073-1075, 2002.
- [46] S. Shen, L. Huang, P. Joshi, and A. Jha, "Gain characteristics of Er3+/Ce3+ codoped," *Electronics Letters,* vol. 39, pp. 1797-1799, 2003.

- [47] S. Shen, B. Richards, and A. Jha, "Enhancement in pump inversion efficiency at 980 nm in Er3+, Er3+/Eu3+ and Er3+/Ce3+ doped tellurite glass fibers," *Opt. Express,* vol. 14, pp. 5050-5054, 2006.
- [48] A. Jha, P. Joshi, S. Shen, and L. Huang, "Spectroscopic characterization of signal gain and pump ESA in short-lengths of RE-doped tellurite fibers," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 353, pp. 1407-1413, 2007.
- [49] J. Zhang, S. Dai, G. Wang, H. Sun, L. Zhang, and L. Hu, "Fabrication and emission properties of Er3+/Yb3+ codoped tellurite glass fiber for broadband optical amplification," *Journal of Luminescence*, vol. 115, pp. 45-52, 2005.
- [50] S. Dai, T. Xu, Q. Nie, X. Shen, and X. Wang, "Fabrication and gain performance of Er3+/Yb3+-codoped tellurite glass fiber," *Journal of Rare Earths,* vol. 26, pp. 915-918, 2008.
- [51] S. Shen, M. Naftaly, and A. Jha, "Tungsten-tellurite-a host glass for broadband EDFA," *Optics Communications,* vol. 205, pp. 101-105, 2002.
- [52] E. F. Chillcce, E. Rodriguez, A. A. R. Neves, W. C. Moreira, C. L. César, and L. C. Barbosa, "Er3+–Tm3+ co-doped tellurite fibers for broadband optical fiber amplifier around 1550 nm band," *Optical Fiber Technology*, vol. 12, pp. 185-195, 2006.
- [53] E. F. Chillcce, C. M. B. Cordeiro, L. C. Barbosa, and C. H. Brito Cruz, "Tellurite photonic crystal fiber made by a stack-and-draw technique," *Journal of Non-Crystalline Solids,* vol. 352, pp. 3423-3428, 2006.
- [54] L. Huang, A. Jha, S. Shen, and X. Liu, "Broadband emission in Er3+-Tm3+ codoped tellurite fibre," *Opt. Express,* vol. 12, pp. 2429-2434, 2004.
- [55] A. Hochman and Y. Leviatan, "Modal Dynamics in Hollow-Core Photonic-Crystal Fibers with Elliptical Veins," *Opt. Express,* vol. 13, pp. 6193-6201, 2005.
- [56] X. Feng, T. M. Monro, V. Finazzi, R. C. Moore, K. Frampton, P. Petropoulos, and D. J. Richardson, "Extruded singlemode, highnonlinearity, tellurite glass holey fibre," *Electronics Letters*, vol. 41, pp. 835-837, 2005.
- [57] B. J. Mangan, L. Farr, A. Langford, P. J. Roberts, D. P. Williams, F. Couny, M. Lawman, M. Mason, S. Coupland, R. Flea, H. Sabert, T. A. Birks, J. C. Knight, and P. S. J. Russell, "Low loss (1.7 dB/km) hollow core photonic bandgap fiber," in *Optical Fiber Communication Conference, 2004. OFC* 2004, 2004, p. 3 pp. vol.2.
- [58] V. V. R. K. Kumar, A. George, J. Knight, and P. Russell, "Tellurite photonic crystal fiber," *Opt. Express,* vol. 11, pp. 2641-2645, 2003.
- [59] E. Snitzer and R. Tumminelli, "SiO2-clad fibers with selectively volatilized soft-glass cores," *Opt. Lett.*, vol. 14, pp. 757-759, 1989.
- [60] H. Po, J. D. Cao, B. M. Laliberte, R. A. Minns, R. F. Robinson, B. H. Rockney, R. R. Tricca, and Y. H. Zhang, "High power neodymium-doped single transverse mode fibre laser," *Electronics Letters*, vol. 29, pp. 1500-1501, 1993.