



MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO
DIREZIONE GENERALE PER LA LOTTA ALLA CONTRAFFAZIONE
UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

DOMANDA DI INVENZIONE NUMERO	102009901791630
Data Deposito	10/12/2009
Data Pubblicazione	10/06/2011

Classifiche IPC

Titolo

DISPOSITIVO IN FIBRA OTTICA PER EMISSIONE LASER.

DESCRIZIONE dell'invenzione industriale dal titolo:

"Dispositivo in fibra ottica per emissione laser"

di: POLITECNICO DI TORINO, nazionalità italiana, Corso Duca degli Abruzzi, 24 - 10129 Torino

Inventori designati: Daniel MILANESE, Joris LOUSTEAU

Depositata il: 10 dicembre 2009

* * *

TESTO DELLA DESCRIZIONE

La presente invenzione si riferisce a un dispositivo per emissione laser nel campo di lunghezze d'onda del medio infrarosso del tipo che comprende una fibra ottica attiva per operare l'emissione laser, detta fibra ottica comprendendo un nucleo di vetro.

Le sorgenti di radiazioni che operano nel campo del medio infrarosso (2-5 micron) hanno un vasto numero di applicazioni, quali ad esempio la chirurgia laser basata sull'assorbimento d'acqua dei tessuti, applicazioni Lidar (Laser Imaging Detection and Ranging), rilevamento a distanza di specie molecolari quali H_2O , NO_2 e CO_2 .

L'intervallo di emissione fra 2 e 5 μm permette, per determinati intervalli di lunghezza d'onda, di sfruttare la presenza di finestre atmosferiche libere dall'assorbimento dovuto all'acqua, sicché in tali finestre è possibile operare la rilevazione remota o in situ di una grande varietà di sostanze chimiche e biologiche per il controllo dell'inquinamento o per il monitoraggio industriale. Un altro importante campo di applicazione è rappresentato dalla rilevazione termica infrarossa per il controllo della temperatura e la visione notturna.

Sono noti diversi dispositivi che emettono luce laser nel campo 2-5 μm di lunghezza d'onda.

Sono noti, ad esempio, laser basati su ioni di terre rare introdotti in fibre ottiche di vetro. Tali laser, rispetto ai laser a stato solido con cristallo drogato,

presentano tutti i vantaggi di una configurazione di fibra in vetro quali alta brillantezza e qualità del fascio, efficiente dissipazione del calore. La fibra in vetro è spesso inoltre desiderabile qualora si debba accedere a aree remote senza impiegare la propagazione ottica FSO (Free Space Optics) in spazio libero. La fabbricazione della fibra è inoltre vantaggiosa in termini di produttività e convenienza, dal momento che da una barra di vetro possono essere prodotti chilometri di fibra in poche ore. Tuttavia il drogaggio con terre rare limita l'accordabilità del laser a un ristretto campo di lunghezze d'onda, poiché sono coinvolti nell'emissione solo fotoni corrispondenti a transizioni radiative di determinati livelli energetici.

Sono anche noti i laser QC (Quantum Cascade) e il laser InGaAsSb, basati su semiconduttori, che operano tramite strutture quantum well, sfruttando il confinamento quantico per ottenere l'emissione nell'infrarosso in maniera accordabile. La fabbricazione di tali laser è però piuttosto complessa, costosa e caratterizzata da una bassa produttività. Inoltre richiedono un efficace controllo della temperatura per ottenere un funzionamento stabile e sono caratterizzati da una bassa efficienza di emissione (Wall Plug Efficiency).

Sono anche note sorgenti ottiche parametriche (OPS), basate su effetti non lineari nel materiale cristallino quando è sottoposto a un'elevata potenza laser. Come per i laser QC è possibile accordare tali sorgenti su un vasto campo di lunghezze d'onda. Tuttavia, per ottenere gli effetti non lineari è necessario un pompaggio laser con alta potenza e impulsi brevi, ottenendo conseguentemente un'emissione non continua. I costi di sintesi e packaging del materiale sono relativamente elevati e i dispositivi risultanti ancora ingombranti e poco efficienti.

Sono anche note sorgenti basate sul pompaggio di ioni Cr^{3+} in una matrice a semiconduttore. Tali sorgenti sono accordabili su un campo da 1880 a 3100 nm, ma l'emissione è limitata a tale ultima lunghezza d'onda. Inoltre anche in questo caso i costi di sintesi e packaging del materiale sono relativamente elevati, mentre le dimensioni di fascio ottenibili non assicurano la medesima intensità dei laser a diodo o in fibra.

Sono impiegate anche fibre di vetri calcogenuri drogati con ioni di terre rare ($\text{Pr}^{3+}/\text{Dy}^{3+}$) che emettono fra 3.5 e 4.5 micron, ma tali fibre sono di sviluppo estremamente difficoltoso per le difficoltà di produzione. Inoltre, l'emissione è limitata alla lunghezza d'onda identificata dalla transizione elettronica dello ione di terra rara scelto.

Dunque, non sono disponibili sorgenti di radiazioni efficienti a parte i laser OPS e QC che lavorano sopra i 3 micron.

La presente invenzione si prefigge lo scopo di realizzare un dispositivo in fibra ottica in vetro per generare radiazione nel campo del medio infrarosso che risolva gli inconvenienti dell'arte nota.

Secondo la presente invenzione, tale scopo viene raggiunto grazie ad un dispositivo in fibra ottica in vetro avente le caratteristiche richiamate in modo specifico nelle rivendicazioni che seguono. L'invenzione riguarda anche un corrispondente procedimento di fabbricazione di una fibra ottica in vetro.

Il dispositivo in fibra ottica in vetro secondo l'invenzione prevede che il vetro di detta matrice di vetro comprenda composti di fluoruri, in particolare fluoruri o ossifluoruri, detta matrice di vetro operando da ospite per nano-cristalli di materiale semiconduttore configurati per emettere nel campo del medio infrarosso.

Il dispositivo in fibra ottica in vetro secondo l'invenzione permette di aumentare la trasparenza della matrice nel campo del medio infrarosso riducendo la presenza di gruppi OH.

Secondo un ulteriore aspetto dell'invenzione, il procedimento di fabbricazione comprende una prima operazione di fusione di materiali di carica comprendenti i precursori della matrice di vetro e precursori dei nano cristalli, e una seconda operazione di crescita dei nano cristalli tramite ricottura termica.

Ulteriori caratteristiche e vantaggi dell'invenzione risulteranno dalla descrizione che segue con riferimento ai disegni annessi, forniti a puro titolo di esempio non limitativo, in cui:

- la figura 1 rappresenta una vista schematica in pianta di una prima forma realizzativa d'esempio di un dispositivo secondo l'invenzione;
- la figura 2 rappresenta una vista in sezione di una fibra impiegata nel dispositivo secondo l'invenzione;
- la figura 3 rappresenta una vista in sezione ingrandita di un dettaglio della fibra impiegata nel dispositivo secondo l'invenzione.

In breve, il dispositivo in fibra ottica per emissione laser comprende una fibra ottica in vetro. Il core di vetro della fibra comprende dei vetri fluoruri o ossifluoruri per ottenere un'elevata trasparenza nel medio infrarosso (fino a 5-6 micron). Il core individua una matrice di vetro che comprende delle nano particelle, in particolare dei quantum dot, di semiconduttore configurati tramite il controllo delle dimensioni e/o del semiconduttore per ottenere un'emissione in un campo di lunghezze d'onda fra 2 e 3 micron sotto la stimolazione di diodi laser di tipo commerciale.

Più specificamente un dispositivo di emissione laser

secondo il brevetto, indicato con il riferimento 10, è schematizzato in figura 1 e comprende una sorgente laser di stimolazione, o pompaggio, rappresentata da un diodo laser di stimolazione 11, un diodo laser a semiconduttore di tipo commerciale, ad esempio per telecomunicazioni. Ad esempio il diodo laser 11 può corrispondere a un gruppo di diodi laser con emissione multimodale associato a un accoppiatore multimodale. Il diodo laser di stimolazione 11 invia un fascio laser di stimolazione 11a all'ingresso di una fibra ottica 12. La fibra ottica 12 costituisce il mezzo attivo di guadagno, che emette un fascio laser di uscita 18, ed è preferibilmente una fibra double cladding associata a specchi di Bragg (grating), non mostrati in figura 1. La fibra 12 può comprendere in generale uno o più nuclei, o core, di guida, che possono essere circondati da uno o più strati di cladding, o mantello, in vetro. Tipiche strutture standard di fibra sono le fibre standard step index, a doppio mantello (double cladding), fibre bucate (holey fibre) e multi-core, la cui scelta è determinata dall'applicazione finale e dallo schema di pompaggio selezionato.

In figura 2 è mostrata in sezione la fibra ottica 12, a titolo di esempio in struttura a double cladding, che comprende dunque a partire dall'esterno, un involucro esterno 15, un primo strato di cladding 16, di materiale, in particolare vetro, trasparente nell'infrarosso o comunque nell'intervallo di lunghezze d'onda di lavoro, e un secondo strato di cladding 17, ad esempio di silicio silice o altro vetro ossidico (come ad esempio germanato, tellurito, fosfato), all'interno del quale si trova il nucleo o core 12a della fibra ottica 12. In figura 3 è mostrato un dettaglio ingrandito della fibra ottica 12 di figura 2, dal quale si può osservare che, secondo l'invenzione, la fibra ottica 12 possiede un core 12a in

vetro, che realizza una matrice di vetro includente nano cristalli 12b, in particolare quantum dot, di semiconduttore. Tale core 12a comprende, secondo un aspetto principale dell'invenzione vetri contenenti composti di fluoruri o sali di fluoro, in particolare vetri contenenti fluoruri di metalli pesanti, anche HFMG (Heavy Metal Fluoride Glass) oppure vetri contenenti fluorotellurati, fluorofosfati o fluorogermanati. Tali vetri, grazie al loro basso contenuto di gruppi OH determinato dai composti di fluoro, presentano un banda di assorbimento molto debole nella regione intorno a 3 μm , sicché una fibra basata su un core 12a di questo tipo può essere trasparente fino a 5-6 μm , con ciò essendo particolarmente adatta all'impiego per emissioni laser nel campo del medio-infrarosso.

Il core 12a, come accennato, rappresenta una matrice di vetro che comprende al suo interno nano-cristalli 12b, in particolare quantum-dot, di semiconduttore. La dimensione dei nano-cristalli 12b può variare fra 5 e 100 nm a seconda della loro composizione e delle lunghezze d'onda d'interesse. A titolo di esempio, nano cristalli di InSb delle dimensioni di 5nm determinano un'emissione alla lunghezza d'onda di 0.85 μm , mentre nano cristalli di 10nm determinano un'emissione alla lunghezza d'onda di 2.5 μm e , nano cristalli di 30nm determinano un'emissione alla lunghezza d'onda di 6.1 μm . I nano-cristalli 12b sono nano-cristalli di semiconduttori di leghe II-VI gruppo o III-V gruppo, comprendenti PbTe, PbSe, PbS, InAs, Bi₂Te₃, InSb (possibilmente anche HgTe and HgSe), CdTe o qualsiasi delle loro leghe.

Le scelte sopra indicate per il core 12a e i nano-cristalli 12b sono basate sull'idea di determinare un meccanismo di eccitazione-emissione che opera secondo vie analoghe a quelle dei vetri drogati con terre rare, ma con la rilevante differenza rispetto a tali vetri che, in

questo caso, ogni lunghezza d'onda di pompaggio del fascio 11a è nominalmente adatta per pompare il sistema laser, in quanto l'adozione dei nano-cristalli 12b determina una banda di assorbimento ampia. Ciò è particolarmente vero per i nano-cristalli più grandi, ad esempio tra 20nm e 100nm di dimensione, ciò dipendendo della composizione esatta dei nano cristalli, in particolare tra 20 e 50 nm, che sono i più adatti alla generazione di radiazione nel medio infrarosso. Ciò permette schemi di pompaggio e emissioni flessibili, non rigidamente vincolati alle transizioni. I nano-cristalli 12b possono essere eccitati tramite il diodo laser di stimolazione 11 direttamente o indirettamente. Per l'eccitazione indiretta si può usare ad esempio ioni di terre rare o altri tipi di nanocristallo come sensibilizzante. Il diodo di stimolazione 11 può essere un laser commerciale a semiconduttore o 'microchip laser'.

Il diodo laser di stimolazione 11 eccita i nano-cristalli 12b a una lunghezza d'onda di pompaggio del fascio di stimolazione 11a e tali nano-cristalli 12b emettono nuovi fotoni a energia che è inferiore a quella individuata dalla lunghezza d'onda di pompaggio, ma dipende dalla composizione e dalla dimensione dei nano-cristalli 12b. In particolare, il controllo della lunghezza d'onda d'emissione della fibra 12 può essere ottenuto tramite il controllo della dimensione dei nano-cristalli, con dimensioni possibili da 5 a 100 nm. Il legame fra lunghezza d'onda d'emissione, ossia band gap del quantum dot 12b, E_g^* , e la dimensione del quantum dot 12b può esser ricavata dalla seguente relazione, che adotta il modello della massa efficace per particelle sferiche, con un termine di interazione coulombiano:

$$E_g^* \cong E_g^{bulk} + \frac{\hbar^2 \pi^2}{2er^2} \left(\frac{1}{m_e} + \frac{1}{m_h} \right) - \frac{1.8e^2}{4\pi\epsilon\epsilon_0 r^2} \quad (1)$$

dove E_g^{bulk} indica il gap di energia del materiale bulk, r

indica il raggio della particella rappresentata dal quantum dot, ossia la sua dimensione, m_e è la massa efficace degli elettroni, m_h è la massa efficace delle lacune, ϵ è la permittività relativa, ϵ_0 la permittività del vuoto, mentre, infine, e indica la carica dell'elettrone e $\hbar^2$ la costante di Planck diviso 2π .

Una relazione del tipo della relazione (1) è riportata in *K.F. Lin et al., Chemical Phys. Letters 409 (2005), 208-211*.

Il processo di fabbricazione del vetro drogato con quantum dot, ossia il core 12a contenente i nano-cristalli 12b, prevede principalmente due operazioni: una prima operazione di fusione dei materiali di carica (batch melting), che comprendono in particolare i precursori della matrice di vetro e i precursori dei nano-cristalli, in un crogiuolo di carbonio vetroso o altro materiale adatto in un forno in atmosfera di N_2 ; una seconda operazione di ricottura e crescita controllata comprende di crescere i nano cristalli 12a tramite un passo di ricottura termica (thermal annealing) in forni con atmosfera controllata a temperature atte allo scopo. A tali due operazione segue un'operazione di tiraggio della fibra ottica.

Vengono qui forniti degli esempi di tali operazioni del processo di fabbricazione.

Il primo passo di fusione del vetro prevede di impiegare reagenti nella carica, che include precursori del vetro e precursori dei nano-cristalli, che comprendono composti di fluoruri e/o ossidi del vetro ospite (ad esempio GeO_2 per i vetri germanati, TeO_2 per i vetri tellurati PbF_2 , GeF_4 e altri componenti ossidi compresi nella composizione del vetro ospite) e precursori ossidi o non ossidi dei materiali per i nano-cristalli 12b. La fusione avviene a temperature comprese fra 700 e 1200 °C, per periodi di tempo fra 1 e 12 ore. I precursori chimici

della composizione dei nano-cristalli 12b desiderati sono introdotti nella carica di vetro in quantità fino al 15% in peso del composto in questione. Un esempio di composizione espresso in percentuale molare è il seguente: 70TeO_2 - 20ZnO - $10\text{Na}_2\text{O}$.

Al fine di evitare l'ossidazione dei precursori chimici dei nano-cristalli 12b, le operazioni di fusione e stampaggio sono eseguite in atmosfera controllata riducente o inerte, ad esempio atmosfera di N_2 o Ar. L'operazione di fusione è conclusa dalla colata del fuso all'interno di una preforma. Tale colata è eseguita all'interno o sopra uno stampo metallico. Per evitare lo shock termico, lo stampo metallico può venire preriscaldato a una temperatura intorno alla temperatura di transizione vetrosa prima della colata. Segue quindi un passo di ricottura per rimuovere lo stress indotto nel materiale.

I precursori della matrice di vetro ospite possono essere selezionati nei gruppi:

- per i formatori del vetro: TeO_2 e TeCl_2 per i vetri telluriti, GeO_2 and GeF_4 per i vetri germanati, P_2O_5 e ossidi similari e composti non ossidi per i vetri fosfati;

- per i modificatori del vetro e intermedi: Li_2O , LiF , Na_2O , NaF , K_2O , KF , CaO , MgO , PbO , PbO_2 , ZnO , ZnF_2 , WO_3 , PbF_2 , La_2O_3 , LaF_3

I precursori dei nano cristalli o quantum dot comprendono: PbO , Pb , Te , TeO_2 , PbTe , S , PbS , Se , PbSe , In , As , InAs , Bi , Bi_2O_3 , Bi_2Te_3 , Sb , InSb , Cd , CdTe , HgTe , HgSe , HgCdTe .

Nella seconda operazione del processo viene eseguita una ricottura termica e una cristallizzazione controllata.

La ricottura termica avviene in forni ad atmosfera controllata a temperature comprese fra la temperature di transizione vetrosa dei materiali e il loro punto di rammollimento. Ad esempio, per i vetri telluriti drogati

con quantum dot, tale trattamento termico avviene fra le temperature di 300 e 500 °C, mentre si arriva fino a 800 °C per i vetri germanati. Il tempo di processo varia da 10 minuti fino a 40 ore. Il passo di ricottura termica viene eseguito al fine di ottenere un nucleo cristallino di semiconduttore dal quale il cristallo può crescere. Operando sul tempo e la temperatura del trattamento termico si può regolare la dimensione dei nano-cristalli 12a.

Successivamente alle due operazioni principali del processo appena descritte, viene eseguita un'operazione di tiraggio della fibra ottica 12, a una temperatura corrispondente a un campo di viscosità fra 10⁴ e 10⁶ Pascal per secondo. La fibra 12 viene tirata a una velocità da 1 m al minuto fino a 100 m al minuto. L'uso di una velocità elevata di tiraggio è vantaggioso, in quanto il processo di tiraggio richiede di riscaldare nuovamente il vetro drogato con nano cristalli al di sopra della temperatura di rammollimento. Perciò, è desiderabile una velocità di tiraggio alta che permetta di limitare la durata dell'operazione di tiraggio a un valore minimo, tipicamente 5 minuti, ossia un periodo di tempo sufficientemente breve da evitare un'ulteriore crescita del nanocristallo 12b.

Nel caso in cui si vogliano minimizzare le dimensioni dei semiconduttori, si possono effettuare le operazioni di trattamento termico direttamente nella torre di filatura, prima del collasso della preforma e il tiraggio della fibra. In casi particolari non si effettueranno trattamenti termici ma direttamente il tiraggio della fibra ottica: durante le operazioni di preriscaldamento e tiraggio si verificherà la crescita dei nanocristalli direttamente all'interno della fibra ottica nella sua configurazione finale.

Il procedimento di fabbricazione descritto è piuttosto conveniente dal punto di vista dei costi, in quanto la

matrice vetrosa che comprende i precursori dei nano cristalli 12b può essere fusa in un forno a muffola di tipo standard per produrre la preforma della fibra ottica. Rispetto alle procedure di fusione dei vetri calcogenuri, il processo è piuttosto semplice. La produzione di nano-cristalli si ottiene tramite trattamento termico della preforma al di sopra della temperatura di transizione vetrosa.

La preforma è rappresentata ad esempio da un lingotto di vetro di 15mm di diametro (in generale può variare fra 5 e 20 mm e lunghezza fra 50 e 200 mm, che viene tirata per ottenere una fibra usando una torretta di tiraggio. Tali apparecchiature sono molto meno complesse e costose rispetto a quelle necessarie per sviluppare laser a semiconduttore.

Secondo una forma preferita dell'invenzione, è previsto di adoperare matrici vetrose basate su fluorotelluriti per favorire la nucleazione dei nano-cristalli, preferibilmente di PbTe o PbSe, e ottenere un'emissione nel campo fra 2 e 3 micrometri, in un vetro con basso contenuto di OH. E' possibile anche adoperare nano-cristalli quali Bi_2Te_3 o InSb (o materiali con caratteristiche simili), il cui gap energetico più stretto potrebbe estendere maggiormente il campo delle lunghezze d'onda emessa nel campo dell'infrarosso, in particolare oltre i 3 micron. La sintesi di nano-cristalli di tal genere può essere ottenuta tramite l'incorporazione combinata di Bi, In o Sb come elementi puri nella carica di vetro fluorotellurito da fondere.

Analogamente, è possibile adoperare matrici vetrosa basate su fluorogermanati per favorire la nucleazione dei nano-cristalli, preferibilmente di PbTe o PbSe, e ottenere un'emissione nel campo fra 2 e 3 micrometri, in un vetro con basso contenuto di OH.

La soluzione sopradescritta presenta diversi vantaggi rispetto all'arte nota.

Il dispositivo in fibra ottica per emissione laser secondo l'invenzione combina vantaggi non solo in termini di caratteristiche tecniche di dispositivo emettitore, ma anche di processo di fabbricazione del dispositivo. Vantaggiosamente il dispositivo secondo l'invenzione, rispetto a dispositivi similari, presenta un'aumentata trasparenza della matrice nel campo del medio infrarosso riducendo la presenza di gruppi OH, mentre l'adozione dei nano cristalli o quantum dot determina una banda di assorbimento ampia, che consente schemi di pompaggio e emissioni flessibili. Il procedimento di fabbricazione del dispositivo risulta invece economico sia nelle operazioni di produzione della fibra sia nella possibilità di associare la fibra in quanto mezzo attivo a diodi laser di tipo commerciali.

Naturalmente, fermo restando il principio dell'invenzione, i particolari di costruzione e le forme di attuazione potranno ampiamente variare rispetto a quanto descritto ed illustrato a puro titolo di esempio, senza per questo uscire dall'ambito della presente invenzione.

Possibili campi di applicazione del sistema proposto comprendono la chirurgia laser, le applicazioni LIDAR, la rilevazione chimica e/o biologica remota e in situ, la rilevazione remota di radiazione termica infrarossa per il controllo della temperatura e la visione notturna.

RIVENDICAZIONI

1. Dispositivo per emissione laser nel campo di lunghezze d'onda del medio infrarosso del tipo che comprende una fibra ottica (12) attiva per operare l'emissione laser, detta fibra ottica (12) comprendendo un nucleo (12a) di vetro, caratterizzato dal fatto che detto nucleo (12a) di vetro comprende vetri basati su composti di fluoro, in particolare vetri fluoruri o ossifluoruri, detto nucleo di vetro (12a) operando da matrice ospite per nanocristalli (12b) di materiale semiconduttore configurati per emettere luce laser (18) nel campo di lunghezze d'onda del medio infrarosso.

2. Dispositivo secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto che detti vetri basati su composti di fluoro comprendono vetro fluorotellurito.

3. Dispositivo secondo la rivendicazione 1 o 2, caratterizzato dal fatto che detti vetri basati su composti di fluoro comprendono vetri fluorofosfati o fluorogermanati.

4. Dispositivo secondo la rivendicazione 1 o 2 o 3 caratterizzato dal fatto che detti vetri basati su composti di fluoro comprendono fluoruri di metalli pesanti (HMFG).

5. Dispositivo secondo una o più delle rivendicazioni precedenti, caratterizzato dal fatto che detto materiale semiconduttore di detti nano-cristalli (12b) è materiale di semiconduttore di leghe II-VI gruppo o III-V gruppo, comprendenti PbTe, PbSe, PbS, InAs, Bi₂Te₃, InSb, HgTe, HgSe, CdTe o qualsiasi delle loro leghe.

6. Dispositivo secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto che detto nucleo (12a) di vetro comprende composti fluorotelluriti o fluorogermanati e detti nano-cristalli di materiale semiconduttore (12b) sono nano-cristalli selezionati nel gruppo comprendente PbTe, PbSe, Bi₂Te₃ o InSb.

7. Dispositivo secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto che comprende una sorgente laser di stimolazione (11) configurata per emettere un fascio laser di stimolazione (11a) di detta fibra ottica (12), in particolare detta sorgente laser di stimolazione (11) comprendendo uno o più diodi laser a semiconduttore.

8. Processo di fabbricazione di una fibra ottica per impiego in un dispositivo secondo una delle rivendicazioni da 1 a 7 caratterizzato dal fatto che comprende una prima operazione di fusione di una carica comprendente precursori della matrice di vetro (12a) e precursori dei nano-cristalli (12b), e

una seconda operazione di crescita controllata di detti nano-cristalli (12a) tramite ricottura termica.

9. Procedimento secondo la rivendicazione 8, caratterizzato dal fatto che al fine di evitare l'ossidazione dei precursori dei nano cristalli (12b), detta operazione di fusione è eseguita in atmosfera controllata riducente o inerte, ad esempio atmosfera di N₂ o Ar.

10. Procedimento secondo la rivendicazione 8 o 9, caratterizzato dal fatto che detta seconda operazione di crescita dei nano cristalli (12b) tramite ricottura termica è operata in un forno ad atmosfera controllata a temperature fra la temperatura di transizione vetrosa della matrice di vetro (12a) e il suo punto di rammollimento.

11. Procedimento secondo la rivendicazione 10, caratterizzato dal fatto che comprende di regolare la durata e la temperatura di detto seconda operazione di crescita dei nano cristalli (12b) per regolarne la dimensione.

12. Procedimento secondo la rivendicazione 11, caratterizzato dal fatto che comprende di regolare la lunghezza di emissione laser (18) regolando la dimensione

dei nano cristalli (12b).

Il tutto sostanzialmente come descritto ed illustrato e per gli scopi specificati.

