



**HAL**  
open science

## Caractérisation du photo-noircissement des fibres optiques dopées ytterbium par thermoluminescence

Franck Mady, Mourad Benabdesselam, Yasmine Mebrouk, Wilfried Blanc,  
Bernard Dussardier

► **To cite this version:**

Franck Mady, Mourad Benabdesselam, Yasmine Mebrouk, Wilfried Blanc, Bernard Dussardier. Caractérisation du photo-noircissement des fibres optiques dopées ytterbium par thermoluminescence. 29ièmes Journées Nationales de l'Optique Guidée, Oct 2010, Besançon, France. hal-00535680

**HAL Id: hal-00535680**

**<https://hal.science/hal-00535680>**

Submitted on 12 Nov 2010

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# CARACTÉRISATION DU PHOTO-NOIRCISSEMENT DES FIBRES OPTIQUES DOPÉES YTTERBIUM PAR THERMOLUMINESCENCE

Franck Mady, Mourad Benabdesselam, Yasmine Mebrouk, Wilfried Blanc, Bernard Dussardier

Université de Nice-Sophia Antipolis, LPMC CNRS UMR 6622

franck.mady@unice.fr

## RÉSUMÉ

Ce travail démontre l'intérêt de la thermoluminescence, une technique particulièrement adaptée à la caractérisation des défauts et centres ionisés par les radiations dans des préformes de fibres optiques en silice dopées ytterbium. Le rôle des ions  $\text{Yb}^{3+}$  dans l'absorption des radiations et celui des porteurs délocalisés par photo-ionisation dans l'absorption optique induite sont notamment précisés.

**MOTS-CLEFS :** *Fibres dopées ytterbium ; Photo-noircissement ; Thermoluminescence*

## 1. INTRODUCTION

Les fibres optiques en silice dopées ytterbium (FDY) utilisées dans les amplificateurs et lasers de puissance fibrés souffrent de photo-noircissement (PN), une forte atténuation optique induite par le pompage qui s'étend depuis l'ultra-violet (UV) jusqu'au proche infra-rouge où elle affecte la propagation de la pompe et du signal. Le PN est généralement produit par pompage des ions  $\text{Yb}^{3+}$  dans la gamme 915-980 nm [1]. Yoo *et al* [2] ont cependant obtenu un effet similaire en irradiant le cœur d'une YDF à l'aide de la radiation à 488 nm d'un laser  $\text{Ar}^+$ . Le PN est lié à la présence des ions  $\text{Yb}^{3+}$ , les fibres non dopées Yb ne photo-noircissant pas. Il est par ailleurs favorisé par les fortes concentrations d'Yb et les forts taux d'inversion [2], ce qui suggère que l'énergie de plusieurs ions  $\text{Yb}^{3+}$  excités est nécessaire pour créer les centres colorés à l'origine des pertes induites.

Si le PN et ses facteurs sont bien décrits, ni les mécanismes de noircissement, ni la nature des centres colorés mis en jeu ne sont encore élucidés. Il a été proposé que la réduction des ions  $\text{Yb}^{3+}$  en ions  $\text{Yb}^{2+}$  était la principale source de PN [3]. L'atténuation induite correspondrait alors aux bandes d'absorption des ions  $\text{Yb}^{2+}$ . Les ions  $\text{Yb}^{3+}$  présentent en fait une large bande UV de transfert de charge (TC) à ~220 nm dans les verres aluminosilicates [4]. L'absorption dans la bande de TC réduit l'ion  $\text{Yb}^{3+}$  en ion  $\text{Yb}^{2+}$  et le trou « libéré » se piège sur les ligands. Pour produire le PN, il suffirait dans ce cas que ~5 ions  $\text{Yb}^{3+}$  excités se relaxent de manière coopérative pour fournir un photon UV absorbable dans la bande de TC. Récemment pourtant, la dépendance thermique du photo-noircissement des FDY a été décrite au travers d'un point de vue opposé selon lequel la création des centres colorés est consécutive au piégeage d'électrons libérés par la photo-ionisation de « précurseurs » [5]. Une débat persiste donc : les centres colorés sont-ils créés par le piégeage des charges libérées par photo-ionisation, ou bien par la modification de l'état de valence du précurseur ionisé ? Cette présentation vise notamment à apporter quelques éléments de réponse.

## 2. LA TECHNIQUE DE THERMOLUMINESCENCE (TL)

La figure 1 présente le modèle standard de TL qui s'appuie sur la génération de paires électrons-trous par une radiation ionisante. Les porteurs excités se piègent sur des niveaux d'énergie situés dans la bande interdite et liés à des défauts, des impuretés ou des ions luminescents. Après irradiation, l'état d'équilibre de remplissage des pièges est sondé par la mesure TL pour laquelle on chauffe le matériau à vitesse constante. L'apport d'énergie thermique libère les porteurs depuis des pièges de plus en plus profond à mesure que la température augmente. Par suite, les porteurs peuvent se recombiner sur les centres ionisés de polarité opposée. Pour les centres luminescents, la recombinaison est radiative et les photons émis sont détectés par un analyseur optique. Le tracé de l'intensité TL en fonction de la température, ou thermogramme, fait apparaître des pics (chaque niveau piège fournit un pic). Leur position reflète la distribution des profondeurs de pièges.

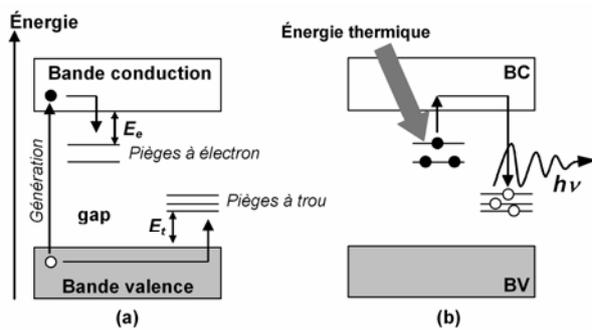


Fig.1 : Modèle standard de TL : (a) génération et piègeage, (b) lecture TL. Dans cet exemple, les électrons se dépiègent et se recombinaient avec 3 centres à trous

Le spectre de la TL mesurée permet de caractériser les centres de recombinaisons émissifs. En vidant les pièges et en assurant la recombinaison des porteurs, la lecture TL relaxe les effets ionisants de la radiation. Les pièges et les centres luminescents révélés par TL sont donc précisément ceux dont l'état de valence a été modifié par l'irradiation. Par rapport à la photo-luminescence, souvent utilisée pour étudier les centres radio-induits, la TL apporte aussi une information sur les centres non luminescents (pièges).

### 3. ROLE DES PIÈGES ET DE L'YTTERBIUM

Nous avons considéré des échantillons de préformes de fibres fabriquées au laboratoire. Plus massifs qu'une fibre, ils permettent d'obtenir un meilleur signal TL. Nos conclusions sont assez générales pour s'appliquer à la fibre. Les échantillons suivants ont été découpés autour du cœur des préformes, en conservant une région de gaine : échantillon à cœur aluminosilicate (noté AS), germanosilicate (GS), et aluminosilicate dopé Yb (~4000 ppm, noté AS:Yb).

La figure 2 présente les thermogrammes normalisés des échantillons AS:Yb et GS après irradiation aux rayons X (45kV). On retrouve les pics à des températures identiques, ce qui indique que l'irradiation a peuplé les mêmes pièges dans les 2 échantillons. Ces pièges ne sont donc liés ni à l'aluminium, ni à l'ytterbium, ni au germanium, mais à des défauts intrinsèques de la silice. La figure 3 montre l'absorption induite par une dose X de 23 Gy(SiO<sub>2</sub>) dans le cœur et la gaine de AS:Yb. L'absorption induite est donnée par la différence entre les absorptions mesurées après et avant irradiation. Celle du cœur est très grande et spécifique par rapport à celle de la gaine. Si l'absorption était due aux porteurs piégés, elle concernerait de la même manière le cœur et la gaine puisque les pièges peuplés sont propres à la silice et que les deux régions sont irradiées de manière homogène.

A l'instar de Yoo *et al* [2], nous avons photo-noirci le cœur de l'échantillon AS:Yb à l'aide d'un laser Ar<sup>+</sup> (raies à 488 et 514 nm). Le thermogramme et l'absorption induite obtenus après 2h d'irradiation sont reportés sur les figures 2 et 3 respectivement. La position des pics TL montre que les pièges peuplés par la radiation laser sont les mêmes qu'aux rayons X. Pour autant, l'absorption induite est sensiblement différente (l'absorption induite n'est pas simplement due aux pièges peuplés). La figure 4 compare les thermogrammes obtenus après irradiation des échantillons AS:Yb et AS avec une lampe au deutérium (émission principale UV > 200 nm). On remarque à nouveau la concordance des pics entre les échantillons ainsi qu'avec les pics X. La figure 5 montre qu'une radiation à 250 nm (lampe deutérium avec filtre interférentiel ORIEL à 250 nm) ne produit pas de TL sur AS alors qu'il existe une réponse TL de AS:Yb comparable à celle obtenue au laser Ar<sup>+</sup>.

L'irradiation UV sans filtre peuple les pièges indépendamment de la présence d'ytterbium. Les photons les plus énergétiques du spectre (~6 eV) permettent une ionisation bande à bande, comme les rayons X. Les intensités relatives des pics, favorables au premier pic dans ce cas, sont à rapprocher de celles obtenues aux rayons X pour AS:Yb. A l'inverse, l'énergie des photons à 250 nm (4,95 eV) n'est pas suffisante pour ioniser la bande de valence. Dans AS:Yb, les pièges se trouvent pourtant peuplés par la radiation à 4,95 eV, et même par celle du laser à ~2,5 eV. Cela montre que les ions Yb<sup>3+</sup> sont à l'origine d'un processus d'ionisation intra-gap. L'absorption à 250 nm peut s'interpréter comme une absorption dans la bande de TC des ions Yb<sup>3+</sup> [4]. L'absorption à 488-514 nm – qui peuple les mêmes pièges – peut être vue comme un mécanisme de TC activé par l'absorption de 2 photons. Les pièges liés aux pics de TL seraient ainsi des pièges à trous. Cette hypothèse est compatible avec les mesures de répartition spectrale de la TL qui font apparaître l'émission caractéristique des ions Yb<sup>3+</sup> dans chaque pic. Le dépiégeage des trous pendant la lecture TL et leur recombinaison avec les ions Yb<sup>2+</sup> formés par photo-ionisation permet en effet de rendre compte de la présence de cette émission.

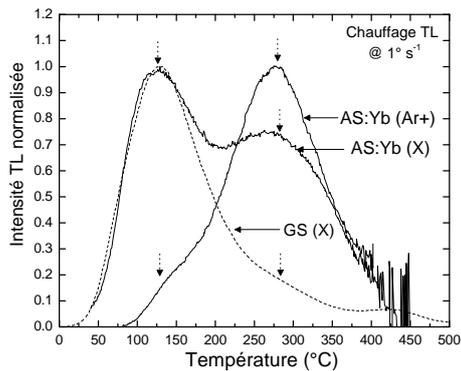


Fig. 3 : Thermogrammes de AS:Yb et GS après irradiation X ou laser Ar<sup>+</sup>

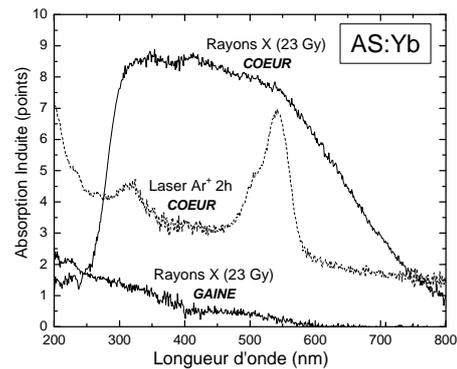


Fig. 4 : Absorption induite dans les cœur ou la gaine de l'échantillon AS:Yb par irradiation X ou laser Ar<sup>+</sup>

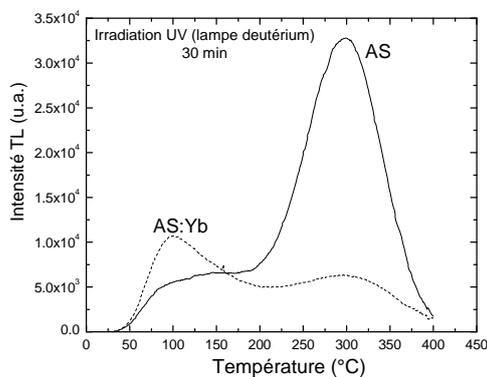


Fig. 4 : Thermogrammes de AS:Yb et AS après irradiation avec la lampe deutérium

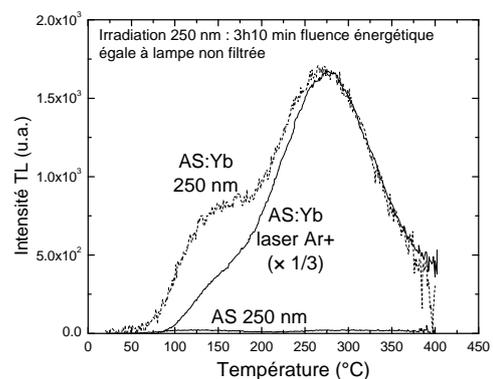


Fig. 5 : Thermogrammes de AS:Yb et AS après irradiations à 250 nm ou laser Ar<sup>+</sup>

## CONCLUSION

Les résultats présentés démontrent que : (i) les pièges peuplés sont liés à la silice et ne sont pas, pour l'essentiel, les centres absorbants responsables du noircissement. Ce dernier est spécifique à la présence des dopants du cœur, Yb ou Al, (ii) les ions Yb<sup>3+</sup> sont directement responsables de l'absorption des radiations d'énergie inférieure au gap, très vraisemblablement par un mécanisme de TC qui produit des ions Yb<sup>2+</sup> et des trous piégés après absorption d'un photon UV. Un processus d'absorption à plusieurs photons est possible, ce qui étaye l'hypothèse d'un effet coopératif combinant l'énergie de plusieurs ions ytterbium excités pour produire le PN, (iii) aux rayons X, les effets d'ionisation ne nécessitent pas la présence d'Yb, mais les pièges recevant les porteurs libérés par radio-ionisation (X) et photo-ionisation sont identiques (pièges à trous). En ce sens, le problème de la tenue des FDY aux radiations – de premier plan pour les applications spatiales – rejoint celui de leur photo-noircissement.

## RÉFÉRENCES

- [1] J. Koponen et al., « Photodarkening rate in Yb-doped silica fibres », *Appl. Opt.* **47**, pp 1247, 2008
- [2] S. Yoo et al., « Photodarkening in Yb-doped aluminosilicate fibres induced by 488 nm irradiation », *Opt. Lett.*, vol. 32, p. 1626, 2007
- [3] A.D. Guzman Chávez, A.V. Kir'yanov, Y.O. Barmenkov, and N.N. Il'ichev, « Reversible photo-darkening and resonant photo-bleaching of ytterbium-doped silica fibre at in-core 977-nm and 543-nm irradiation », *Laser Phys. Lett.*, vol. 4, p. 734, 2007
- [4] M. Engholm, L. Norin, and D. Åberg, « Strong UV absorption and visible luminescence in ytterbium-doped aluminosilicate glass under UV excitation », *Opt. Lett.*, vol. 32, p. 3352, 2007
- [5] S. Yoo, A.J. Boyland, R. J. Standish, and J.K. Sahu, « Measurement of photo-darkening in Yb-doped aluminosilicate fibres at elevated temperatures », *Electron. Lett.*, vol. 46, p. 233, 2010