

Stabilisation des propriétés optiques des réseaux de Bragg aux températures extrêmes par régénération et inscription par laser femtoseconde

Romain Cotillard

► To cite this version:

Romain Cotillard. Stabilisation des propriétés optiques des réseaux de Bragg aux températures extrêmes par régénération et inscription par laser femtoseconde. Optique [physics.optics]. Université de Lille I, 2015. Français. NNT: . tel-02273782

HAL Id: tel-02273782 https://hal.science/tel-02273782

Submitted on 29 Aug 2019

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.



Université de Lille I

Ecole doctorale 104 Science de la Matière, du Rayonnement et de l'Environnement

Thèse de doctorat en Physique Optique

Stabilisation des propriétés optiques des réseaux de Bragg aux températures extrêmes par régénération et inscription par laser femtoseconde

Soutenue par Romain Cotillard pour obtenir le grade de docteur en physique de l'Université de Lille I

Sous la direction de M. le Professeur Marc Douay

Présentée et soutenue publiquement le 28/05/2015

Composition du Jury :

- M. Martin Bernier, Université de Laval (rapporteur)
- M. Matthieu Lancry, Université Paris-Sud (rapporteur)
- M. Géraud Bouwmans, Université de Lille 1
- M. Guillaume Laffont, CEA
- M. Pierre Pfeiffer, Université de Strabourg

Remerciements

Le travail de thèse est long et souvent laborieux. Bien que ce soit d'abord un travail sur soi-même, c'est un travail qu'on ne peut mener à bien qu'en équipe. J'ai eu la chance de faire partie de différentes équipes qui, d'un mouvement commun m'ont donné suffisamment d'énergie, de temps et de confiance pour me mener au bout de cette entreprise.

Il est maintenant venu pour moi le temps de pouvoir leur présenter mes remerciements les plus sincères, de leur témoigner ma reconnaissance et mon affection.

Je tiens tout d'abord à remercier l'ensemble de mes collègues du Laboratoire de Mesure Optique du CEA de Saclay qui ont partagé mes joies et mes peines tout au long de ces trois dernières années.

Un grand merci à Guillaume Laffont mon encadrant, qui m'a fait confiance et m'a laissé une grande liberté dans mon travail tout en me soutenant dans les moments difficiles.

Merci à Nicolas Roussel qui m'a beaucoup appris et qui, à force de patience, m'a sorti de ma profonde ignorance de la programmation et de tant d'autres choses.

Merci encore à Stéphane Rougeault, Laurent Maurin, Sylvain Magne, ainsi qu'à Gildas Gueguen, Julien Lebecque et Gwenael Jouvin pour leur soutien moral et technique. Merci à Astrid Braley et à Diane Stoffel qui ont travaillé à mes côtés durant leurs stages au CEA. Merci à Estelle Spasic, Shamir Alvarez, Mourad Alexandre Ben Abdallah et Ekaterina Boldyreva, qui ont pour le réconfort qu'ils m'ont apporté.

Un grand merci à tous mes autres collègues du CEA pour leur expertise technique, leur aide lors de la mise en place des différentes expérimentations présentées dans ce manuscrit. Je remercie Hugues Girard du Laboratoire Capteurs Diamant, Frédéric Laine, Frédérick Carrel, Hamrita Hassen et Stéphane Normand du Laboratoire Capteur à Architecture Electronique ainsi que les collègues du centre de Cadarache, Denis Cambet Petit Jean, Jean-Philippe Jeannot, Pierre Charvet, Serge Albaladéjo.

Merci encore à Richard Hostein et Mathieu Bernard de l'Institut des NanoSciences de Paris pour leur aide et leur acceuil dans leurs locaux à l'université de Jussieu. Enfin, un remerciement tout particulier à Pierre Ferdinand qui m'a initié aux joies des capteurs à fibres optiques et qui fut le premier à me faire confiance en m'accueillant au sein de son laboratoire.

Je tiens également à remercier Marc Douay, mon directeur de thèse, pour sa patience et son aide lors de mes excursions lilloises ainsi que pour la découverte des estaminets du vieux Lille.

Merci à mes parents pour le sens critique qu'ils m'ont inculqué et pour m'avoir aidé durant ces longues années d'études que je n'aurais certainement pas eu la chance d'accomplir sans eux. Merci à mes frères Benjamin, Maxime et Pierre qui forment le point de repère le plus stable de mon existence.

Merci à mon amour, Morgane, pour son amour, son soutien indéfectible, sa patience ainsi que pour son don orthographique.

Enfin, merci à ma petite Clémence qui m'a accompagné tout au long de la rédaction de ce manuscrit, qui a été mon plus grand réconfort durant ces douloureux moments et qui demeure ma plus grande joie.

Table des matières

Remerciements	3
Table des matières	5
Introduction	17
I. Contexte et motivation	17
II. Objectifs	18
III. Structure du manuscrit	19
Chapitre I : Capteurs à réseaux de Bragg	21
I. Généralité sur les fibres optiques et les réseaux de Bragg	21
A. Les fibres optiques	21
1. Description	21
a) Définition	21
b) Propagation dans une fibre	22
(1) Condition de propagation dans une fibre	22
(2) Approximation géométrique et condition de phase	23
(3) Equation de propagation	24
c) Notion d'indice effectif	27
2. Les différents types de fibres optiques	27
a) Les fibres à cœur de silice	27
b) Les fibres optiques à cristaux photoniques et microstructurées	28
B. Les fibres optiques à réseaux de Bragg	29
1. Définition	29
2. Modèle théorique des réseaux de Bragg à pas court	29
1. Signatures spectrales des réseaux de Bragg	32
a) Les réseaux à pas courts	32
b) Les réseaux à traits inclinés	33

	c)	Les réseaux à pas longs	. 34
C.	Insci	ription des réseaux de Bragg	. 36
1	. Pł	notosensibilité des fibres optiques germano-silicates	. 36
2	2. Pł	notosensibilisation des fibres optiques	. 37
3	3. L'	inscription des réseaux de Bragg par photosensibilité	. 38
D.	Les	différents types de réseaux de Bragg	. 41
1	. Le	es réseaux de type I	. 41
	a)	Réseaux de type I et IH	. 41
	b)	Les réseaux de type Id	. 42
	c)	Réseaux de type In (ou IIa)	. 43
2	2. Le	es réseaux de types II	. 44
3	8. Le	es réseaux régénérés	. 46
II. I	Les cap	pteurs à réseaux de Bragg	. 46
A.	Cara	ctéristiques	. 46
1	. Le	es avantages des capteurs à réseaux de Bragg	. 46
2	2. Se	ensibilité des capteurs à réseaux de Bragg	. 47
	a)	Les réseaux de Bragg comme transducteurs	. 47
	b)	La sensibilité thermique	. 48
	c)	La sensibilité aux contraintes axiales	. 49
	d)	Sensibilité à la pression hydrostatique	. 49
B.	Stab	ilité en température des réseaux de Bragg	. 50
1	. M	odèle du vieillissement des réseaux de Bragg	. 50
2	2. Oj	ptimisation de la stabilité des réseaux de Bragg classiques	. 52
	a)	Méthode du recuit	. 52
	b)	Méthode de pré et post exposition	. 52
	c)	Optimisation des dopants	. 53
C.	Mise	e en œuvre des capteurs à réseaux de Bragg	. 53

	1.	. M	lesures par fibres optiques à réseaux de Bragg	53
		a)	Mesure de grandeurs physiques par réseaux de Bragg	53
		b)	Interrogation de ligne de réseaux de Bragg multiplexés	54
	2.	. Sy	ystèmes de mesures	55
		a)	Système de laboratoire classique	55
		b)	Système de mesure rapide	56
		c)	Système de mesure à très grande capacité de multiplexage	57
III.		Etat	de l'art des mesures par réseaux de Bragg en environnements extrêmes	58
А	۱.	Hau	tes et ultra hautes températures	58
	1.	. C	ontexte	58
	2.	. D	es réseaux de Bragg pour les hautes températures.	59
		a)	Domaines de températures des réseaux de type II	59
		b)	Domaines de températures des réseaux régénérés	60
	3.	. D	es applications en températures extrêmes	61
		a)	L'aéronautique	61
		b)	La surveillance de structures	61
		c)	L'optimisation des procédés	63
В	5.	Les	températures cryogéniques	64
	1.	. C	ontexte	64
	2.	. L ³	amplification de la sensibilité des réseaux	65
С		Tenu	e des réseaux de Bragg aux radiations ionisantes	67
	1.	. C	ontexte	67
	2.	. Et	ffets des radiations ionisantes sur les fibres optiques	68
		a)	L'atténuation induite	68
		b)	La dérive du calibrage	69
	3.	. Pe	erspectives	70
IV.		Com	paraison avec d'autres types de capteurs à fibres optiques	70

A. Les capteurs à fibres optiques70
1. Classement des capteurs à fibres optiques71
a) Capteurs à fibres optiques distribués71
b) Capteurs à fibres optiques répartis71
2. Comparaison avec les réseaux de Bragg73
B. Application dans le domaine des hautes températures d'un système de détection
OFDR par rétrodiffusion Rayleigh73
1. Système de détection OFDR par rétrodiffusion Rayleigh73
a) Contexte73
b) Choix du système74
c) Le système
2. Détection de fuite de sodium liquide75
a) Protocole75
b) Résultats76
3. Optimisation de la détection de fuite79
a) Protocole du test d'optimisation
b) Résultats
C. Discussion
Table des figures 85
Références
Chapitre II : Stabilisation en température d'un réseau de Bragg standard : méthode dite de régénération
I. Descriptif de la méthode de régénération
A. Les réseaux chimiques
1. Historique
2. Hypothèses sur les origines du phénomène de régénération
a) L'hypothèse des réactions chimiques localisées
b) L'hypothèse des changements de structure localisés

3.	Etat de l'art de la régénération	98
a) Les protocoles utilisés	98
	(1) Les montées par paliers	98
	(2) Montée par rampe de température	99
b) Différents réseaux régénérés	99
	(1) Selon le type de fibre	99
	(2) Selon le type d'inscription	100
B. P	rotocole de régénération utilisé au laboratoire	101
1.	Protocole	101
a) Préparation des fibres	101
b) Traitement thermique	102
2.	Matériel utilisé	103
a) Les fours	103
b) Les systèmes d'acquisition optique	104
C. R	tégénération et étalonnage d'une ligne de 10 réseaux de Bragg	104
1.	Dispositif	104
2.	Régénération	105
3.	Etalonnage d'une ligne de réseaux	106
4.	Résultats	108
D. R	régénération de réseaux de Bragg à traits inclinés ou en angle	109
1.	Inscription des réseaux	110
2.	Régénération et résultats	111
II. Etuc	de des caractéristiques des réseaux régénérés	112
Α. Ε	talonnage d'un réseau régénéré aux basses températures	112
1.	Contexte	112
2.	Dispositif	113
3.	Résultats et discussions	114

B. Etude sur le vieillissement des réseaux régénérés	116
1. Introduction	116
2. Dispositif	117
3. Analyse du vieillissement basée sur la réflectivité et la résonance de Brag	g 118
a) Dérive en longueur d'onde des réseaux de Bragg régénérés	119
b) Durée de vie des réseaux de Bragg régénérés	122
4. Analyse sur la sensibilité des réseaux de Bragg	123
C. Temps de réponse et mesure de gradient de température	125
1. Conditionnement des réseaux de Bragg régénérés	125
2. Dispositif de mesure du temps de réponse	126
3. Mesure d'un gradient sur une ligne de réseaux de Bragg	128
D. Etude d'irradiation	129
1. Protocole	129
2. Résultats	130
III. Facteurs influants sur la régénération	132
A. Contexte de l'étude	132
1. Définition des paramètres étudiés	132
2. Définition des grandeurs de comparaison	133
a) Rendement et efficience de la régénération	133
b) Durée et période de régénération	134
B. Etude sur la température de régénération	135
1. Protocole	135
2. Résultats et discussion	135
C. Etude sur la réflectivité des réseaux initiateurs	136
1. Protocole expérimental	137
2. Résultats et conclusion	138
D. Etude sur l'hydrogénation des fibres inscrites	139

1	. Protocole expérimental1	40
2	. Résultats 1	41
E.	Conclusion1	43
IV.	Applications des réseaux régénérés1	44
А.	Mesure de température et dépôt de diamant sur fibre au sein d'un plasma 1	44
1	. Régénération « in-situ » 1	44
	a) Introduction	44
	b) La synthèse de diamant1	44
	c) Problématique 1	46
	d) Régénération d'un réseau de Bragg lors de la synthèse de diamant 1	47
2	. Mesure de température au sein d'un plasma 1	49
3	. Dépôt de diamant sur fibre 1	49
В.	Mise au point d'un procédé de régénération optique1	52
1	. Chauffe d'une fibre par laser CO ₂ 1	52
	a) Utilisation du laser CO ₂ sur les fibres optiques 1	52
	b) Etalonnage d'un laser CO ₂ 1	53
2	. Régénération par laser CO ₂ 1	54
	a) Dispositif expérimental1	54
	b) Résultats1	54
3	. Multiplexage lors de la chauffe d'une ligne de réseaux 1	56
	a) Régénération d'une ligne de réseaux de Bragg multiplexés en longue	eur
	d'onde1	56
	b) Régénération d'une ligne de réseaux de Bragg inscrits à une longueur d'on	ıde
	identique 1	56
4	. Conclusion	57
V. C	Conclusion1	58
Référenc	res	64
Chapitre 3 : Réseaux de Bragg inscrits par laser femtoseconde 167		

I. Etat de l'art de l'inscription par laser femtoseconde	167
A. Procédés lasers et micro-structuration femtoseconde	167
1. Procédés lasers	167
2. Micro-structuration femtoseconde	168
3. Inscription femtoseconde et capteurs fibres optiques à réseaux de Brag	g « haute
température »	170
B. Interactions des impulsions ultra-courtes dans les matériaux transparents	170
1. Introduction	170
2. Les effets non linéaires liés aux impulsions femtosecondes	173
a) L'absorption non linéaire	173
(1) L'ionisation multiphotonique (MPI) :	174
(2) Ionisation par effet tunnel (TI) :	175
(3) Modèle de Keldysh	176
(4) L'ionisation par avalanche	178
(5) Evolution de la densité d'électrons libres	179
b) Propagation non-linéaire des impulsions femtosecondes	180
(1) Autofocalisation par effet Kerr	
(2) Défocalisation par plasma	
(3) Faisceau autoguidé par filamentation	181
3. Les 3 types d'interactions	
a) Modification isotrope de l'indice de réfraction	
b) Modification biréfringente de l'indice de réfraction	
c) Les microbulles	187
4. Bilan	
C. Modes d'inscription des réseaux de Bragg	191
1. Inscription par masque de phase	191
2. Inscription par montage interférométrique (type Talbot)	196

	3. In	scription dite en point par point	
II.	Inscrip	tion de réseaux de Bragg par laser femtoseconde	
A	. Ban	c d'inscription femtoseconde	
	1. La	aser femtoseconde et caractérisation du faisceau	
	a)	Oscillateur et amplificateur femtoseconde	
	b)	Outils de caractérisation	
	2. C	ontrôle de tir et de positionnement de la fibre	
	a)	Contrôle du tir	
	b)	Contrôle de la positon	
	3. D	ispositif d'imagerie	
	a)	Caméra verticale	
	b)	Caméra horizontale	
	4. M	Iodules d'inscription	
	a)	Module d'inscription point par point	
	b)	Module d'inscription par masque	
В	Insc	ription des réseaux	
	1. A	lignement de la fibre	
	a)	Méthode d'alignement	
	b)	Propagation du faisceau dans la fibre	
	2. In	scription en point par point	
	a)	Focalisation dans le cœur de la fibre	
	b)	Paramètres d'inscription	
	c)	Test en température	
	3. In	scription par masque de phase	
	a)	Focalisation dans le cœur de la fibre	
	b)	Paramètres d'inscription	
	c)	Caractéristiques du réseau inscrit	

C. Conclusion et perspectives			
Tables des figures			
Références			
Conclusion générale			
I. Remise en contexte			
II. Conclusion :			
1. La régénération			
2. L'inscription femtoseconde			
III. Perspectives			
Résumé			

Introduction

I. <u>Contexte et motivation</u>

Cette thèse a été menée au Laboratoire de Mesure Optique (LMO) du Commissariat à l'Energie Atomique (CEA) sur le centre de recherche de Saclay. Le Laboratoire de Mesure Optique est spécialisé dans la mesure par fibre optique, aussi bien sur les capteurs dits répartis basés sur la rétrodiffusion Brillouin, Raman ou Rayleigh que sur les capteurs dit distribués basés sur l'inscription de réseaux de Bragg dans le cœur des fibres optiques. Au cours des années, le laboratoire a su développer son expertise de la mesure par réseaux de Bragg. L'installation en 1999 d'un banc d'inscription de réseaux de Bragg a permis de développer des capteurs de température, de déformation, de pression mais aussi des réfractomètres et des biocapteurs basés sur l'inscription de réseaux de Bragg en angle dans les années 2000. La maîtrise des réseaux de Bragg, ainsi que des systèmes d'interrogation de lignes de capteurs, a permis au laboratoire de promouvoir l'utilisation des réseaux de Bragg dans le cadre de nombreux projets industriels. En effet, les caractéristiques intrinsèques des réseaux de Bragg tels que la capacité de déport multi-kilométrique, le multiplexage en longueur d'onde (plusieurs dizaines de réseaux par fibre), leur faible intrusivité et leur immunité électromagnétique sont des atouts majeurs pour la surveillance de structure et le contrôle de procédés industriels.

Face à l'augmentation des besoins énergétiques mondiaux ainsi qu'à la raréfaction des ressources et à la dégradation du climat de la planète, de grands projets de recherche sur les centrales nucléaires de nouvelles générations sont menées de par le monde. La France a fait le choix de la filière neutrons rapides à fluide caloporteur sodium, affichant l'objectif ambitieux d'augmenter le rendement des centrales par une élévation de la température du cœur et par la transmutation des déchets nucléaires actuels en combustible. C'est dans le cadre du projet TECNA (*Technologies sodium*) menant la recherche sur l'instrumentation du futur démonstrateur industriel ASTRID (*Advanced Sodium Technological Reactor for Industrial Demonstration*) que j'ai réalisé cette thèse. Les réseaux de Bragg seront à l'essai et devront démontrer leur capacité pour la détection rapide de points chauds au sein de la cuve du réacteur précédant un accident potentiel. Les réseaux de Bragg devront non seulement supporter le flux important de particules ionisantes principalement composé de protons

rapides mais aussi la température continue de travail élevée au sein de la centrale d'environ 600°C.

Si les capteurs à réseaux de Bragg représentent une solution technique pour de nombreux domaines, leur limite en température est un frein à leur déploiement. Ainsi, les réseaux de Bragg de type I dits « classiques », présentant une qualité spectrale suffisante pour un multiplexage en longueur d'onde, ont une température de travail limitée à 300 °C environ. D'un autre côté, l'utilisation de réseaux de Bragg dits de type II stables jusqu'à 900 °C environ est limitée par leur faible qualité spectrale réduisant d'autant leur capacité de multiplexage ainsi que leur intérêt pour la surveillance de structure. Seuls des réseaux de Bragg stables à des températures de fonctionnement élevées, tout en conservant des qualités spectrales permettant un multiplexage de masse, peuvent constituer une alternative crédible aux capteurs électroniques au sein des environnements hostiles.

II. <u>Objectifs</u>

L'objectif de cette thèse est donc de stabiliser les propriétés optiques des réseaux de Bragg aux hautes températures afin de promouvoir leur utilisation comme capteurs pour la surveillance de structures en environnements extrêmes.

Deux techniques de stabilisation des propriétés optiques des réseaux de Bragg à hautes températures ont précédemment été identifiées au laboratoire :

- La régénération, un procédé thermique consistant à stabiliser thermiquement des réseaux de Bragg « classiques » inscrits par photosensibilité.
- L'inscription des réseaux de Bragg par laser femtoseconde, permettant la production de réseaux directement stables en températures

La première étape a été d'installer au laboratoire de manière parallèle des bancs de régénération et un banc d'inscription par laser femtoseconde. Dans une seconde étape, nous nous sommes attachés à qualifier les réseaux obtenus et tester lors de projets industriels les capteurs basés sur les réseaux de Bragg stabilisés. Enfin, nous avons cherché à optimiser les procédés de stabilisation des réseaux pour permettre la production et l'utilisation des réseaux de Bragg en environnements extrêmes.

Le premier axe de travail sur l'étude de la régénération des réseaux de Bragg s'est appuyé sur l'expertise du laboratoire et l'inscription des réseaux de Bragg par photosensibilité des fibres optiques dopées germanium. Les réseaux inscrits au laboratoire ont été à la base de la régénération. Le travail principal a consisté à la mise en œuvre de bancs de régénération composés de fours, et de centrales d'acquisition de températures assurant un contrôle total des paramètres de régénération. Les bancs de régénération ont également permis la caractérisation des réseaux stabilisés en température ainsi que leurs étalonnages avant leurs utilisations comme capteurs de température.

Le second axe de travail était complètement inédit au sein du laboratoire. Il a fallu installer de bout en bout une chaine d'inscription de réseaux de Bragg par laser femtoseconde. L'utilisation du laser femtoseconde ainsi que les techniques d'alignement et d'inscription des fibres optiques ont constitué un défi stimulant que seul un long apprentissage a permis de relever.

III. Structure du manuscrit

Le manuscrit est bâti suivant les deux axes naturels de la thèse que sont la régénération des réseaux de Bragg et l'inscription de réseaux de Bragg par impulsions femtosecondes, formant chacun une partie qui seront complétées par une partie de généralités introduisant le sujet.

La première partie introduit le sujet des capteurs fibres optiques à réseaux de Bragg. Nous y définirons les grands termes que sont les fibres optiques, et les différents réseaux de Bragg. Nous nous appuierons sur la littérature pour donner les applications et les limites en termes de températures des capteurs à réseaux de Bragg. Enfin, cette partie sera complétée par une ouverture sur les capteurs à fibres optiques autres que les réseaux de Bragg. Après une comparaison des différents capteurs à fibres optiques, nous développerons une application de détection de fuite basée sur la mesure de la température par une fibre continument sensible.

La seconde partie est dédiée à la méthode dite de régénération. Dans un premier temps, nous exposerons les différentes théories expliquant le phénomène de régénération en revenant sur l'expérience de la découverte de la régénération par M. Fokine. Nous exposerons ensuite les caractéristiques des capteurs à réseaux de Bragg régénérés, illustrés par des mises en applications de ces capteurs. Dans un troisième temps, nous définirons les paramètres influant sur la régénération et nous proposerons un protocole optimisant la régénération des réseaux de Bragg. Enfin, nous détaillerons une application inédite par la régénération d'un réseau de Bragg lors d'une déposition de diamant à la surface de la fibre optique, et nous introduirons une méthode de régénération innovante, dite toute optique, par la régénération des réseaux par laser CO_2 .

La troisième partie traite de l'inscription de réseaux de Bragg par laser femtoseconde. Cette partie commence par un état de l'art général de la micro-structuration de la silice par les impulsions femtosecondes, et en détaille les différents régimes en fonction de l'intensité du tir et de son taux de répétition. Nous nous attarderons ensuite sur les méthodes d'inscription des réseaux de Bragg par impulsions femtosecondes par la description des montages présents dans la littérature. Enfin, nous présenterons notre montage et les résultats que nous avons obtenus.

I. <u>Généralité sur les fibres optiques et les réseaux de Bragg</u>

A. Les fibres optiques

- 1. <u>Description</u>
 - a) Définition

Les fibres optiques sont des guides d'ondes diélectriques généralement de symétrie cylindrique. Dans leur forme la plus simple, elles sont constituées de deux structures transparentes : un cœur et une gaine optique composés de polymère ou de silice. L'indice de réfraction du cœur $n_c(r)$ étant légèrement supérieur à l'indice de la gaine $n_g(r)$, $(n_c - n_g \sim 10^{-3})$, la lumière reste confinée dans le cœur de la fibre par réflexion totale à l'interface cœur-gaine. Afin de protéger la fibre optique, la gaine optique est entourée d'une gaine de protection mécanique typiquement constituée de matériaux polymères tels que le polyacrylate, le polyimide, l'Ormocer ...



Figure 1 : Structure géométrique et profil radial d'indice de réfraction d'une fibre optique dite à saut d'indice

b) Propagation dans une fibre

Pour décrire le guidage de la lumière au sein d'une fibre optique, nous considèrerons le cas simple d'une fibre à saut d'indice, c'est-à-dire une fibre dont les indices de réfraction du cœur et de la gaine optique sont homogènes. Par ailleurs, nous ferons l'approximation du guidage faible, c'est-à-dire :

$$\Delta n = \frac{n_c - n_g}{n_c} \ll 1 \qquad \qquad I-1$$

Ce qui se vérifie dans le cas de la fibre SMF-28 utilisée au cours de cette thèse avec un $\Delta n \approx 0.36\%$.

(1) Condition de propagation dans une fibre

L'optique géométrique suffit pour décrire la première condition de propagation au sein de la fibre. Les lois de réfraction de Snell-Descartes nous apprennent qu'il existe une incidence au-delà de laquelle la lumière subit une réflexion totale sur un dioptre passant d'un milieu d'indice n_1 à un milieu d'indice n_2 tel que $n_1 > n_2$:

$$i_l \ge \arcsin(\frac{n_2}{n_1})$$
 I-2

Tout rayon incident sur l'interface cœur-gaine optique de la fibre avec un angle $i > i_l$ sera totalement réfléchi au sein du cœur de la fibre et sera susceptible d'être guidé le long de la fibre optique. On peut ainsi déduire la condition d'injection de la lumière dans le cœur de la fibre en utilisant les lois de la réfraction entre le milieu extérieur à la fibre d'indice n_e et la surface clivée droite de la fibre. On définit un cône d'acceptance dont le demi-angle au sommet θ est donné par la relation :

$$\theta = \arcsin(\frac{\sqrt{n_c^2 - n_g^2}}{n_c})$$
 I-3

L'ouverture numérique O. N. est également déduite de cette relation :

$$O.N. = n_c \sin(\theta) = \sqrt{n_c^2 - n_g^2} \qquad I-4$$

(2) Approximation géométrique et condition de phase



Figure 2 : Propagation de rayons lumineux dans une fibre optique.

S'il existe à priori un nombre illimité de rayons au sein du cône d'acceptance, tous ne vont pas pouvoir se propager. Si on considère la propagation d'une onde plane au sein d'une fibre, alors tous les points d'un même front d'onde possèdent la même phase. Il en est de même pour les points de deux rayons de même incidence n'ayant pas subi le même nombre de réflexions.

Soient deux rayons de même incidence, tels que le premier (*AB*) soit repéré par les points *A* et *B* aux intersections avec l'interface cœur-gaine, et le second (*CD*) soit construit de telle manière que le point *D* soit sur le même front d'onde que *B* à l'interface cœur-gaine opposée et *C* appartienne au même front d'onde que *A*. Par géométrie, la différence de chemin optique entre [*AB*] et [*CD*] s'écrit :

$$\Delta l_{opt} = 4r_c \sin(i) \qquad I-5$$

En ajoutant les déphasages ϕA et ϕB induits par les réflexions en A et en B, les couples de points (A; C) et (B; D) ne seront en phase que si :

$$\frac{4r_c n_c sin(i)}{\lambda} + \phi A + \phi B = 2p\pi, \ p \in \mathbb{Z}$$
 I-6

Les rayons lumineux vérifiant cette relation interfèrent constructivement et sont appelés des modes guidés. Aussi, si plusieurs valeurs de p vérifient cette relation, alors la fibre est multimode. Si au contraire, il n'y a qu'une seule solution, alors la fibre est monomode pour la longueur d'onde considérée.

(3) Equation de propagation

Nous allons pouvoir établir l'équation de propagation d'une onde dans la fibre par une approche ondulatoire et en déterminer les conditions de propagation. Pour ce faire, compte tenu de la symétrie de la fibre, nous nous dotons d'une base cylindrique $(\overrightarrow{u_r}, \overrightarrow{u_{\varphi}}, \overrightarrow{u_z})$ centrée sur l'axe de la fibre. Nous considérons alors une onde monochromatique de pulsation ω définie par :

$$\vec{E}(r,\varphi,z) = \vec{\varepsilon}(r,\varphi)e^{i(\omega t - \beta z)}$$

$$\vec{H}(r,\varphi,z) = \vec{h}(r,\varphi)e^{i(\omega t - \beta z)}$$

$$I-7$$

Avec β la constante de propagation longitudinale

Par ailleurs, nous supposons que les milieux de propagation ne contiennent ni charges ni courants, ainsi les équations de Maxwell s'écrivent :

$$\overrightarrow{Rot} \vec{\mathcal{E}} = -\frac{\partial \mathcal{B}}{\partial t} \qquad (a) \qquad div \, \overrightarrow{\mathcal{D}} = 0 \qquad (c) \qquad I-8$$
$$\overrightarrow{rot} \, \overrightarrow{\mathcal{H}} = \frac{\partial \overrightarrow{\mathcal{D}}}{\partial t} \qquad (b) \qquad div \, \overrightarrow{\mathcal{B}} = 0 \qquad (d)$$

De plus, les ondes se propagent dans des milieux supposés linéaires, isotropes, non conducteurs et non magnétiques, les équations constitutives du milieu s'écrivent :

$$\vec{\mathcal{B}} = \mu_0 \vec{\mathcal{H}}$$
 (a) $\vec{\mathcal{D}} = \varepsilon_0 \varepsilon_r \vec{\mathcal{E}} = \varepsilon_0 n^2(r) \vec{\mathcal{E}}$ (b) *I-9*

En utilisant la relation vectorielle :

$$\overrightarrow{Rot}[\overrightarrow{Rot} \vec{U}] = \overrightarrow{grad}[div \vec{U}] - \Delta \vec{U}$$
 I-10

On obtient les équations de propagation suivantes :

$$\begin{cases} \Delta \vec{\mathcal{E}} + k_0^2 n^2(r) \vec{\mathcal{E}} = -\overline{grad} \left[\frac{1}{n^2} (\overline{grad} n^2) \cdot \vec{\mathcal{E}} \right] \\ \Delta \vec{\mathcal{H}} + k_0^2 n^2(r) \vec{\mathcal{H}} = -\frac{1}{n^2} (\overline{grad} n^2) \times \overline{Rot} \vec{\mathcal{H}}, \text{ avec } k_0 = \omega \sqrt{\varepsilon_0 \mu_0} \end{cases} \qquad I-11$$

Nous nous plaçons maintenant dans l'approximation du guidage faible, c'est-à-dire que l'indice de réfraction varie peu, ce qui est le cas des fibres optiques étudiées ici avec une variation relative d'indice $\ll 1 (\approx 10^{-3})$. Ainsi, il est possible par un développement limité d'ordre 1, d'annuler les seconds membres des équations de propagation. Si $\psi(r, \varphi)$ désigne indifféremment, $\mathcal{E}(r, \varphi)$ et $h(r, \varphi)$ alors les équations de propagation s'écrivent sous la forme :

$$\Delta \psi + k_0^2 n^2(r) \psi = 0 \qquad \qquad I-12$$

Soit dans un repère cylindrique $(\vec{e_r}; \vec{e_{\varphi}}; \vec{e_z})$ en séparant les composantes transverses et longitudinales de sorte que :

$$\begin{cases} \Delta_T = \frac{\partial^2}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2}{\partial \varphi^2} \\ \Delta_z = \frac{\partial^2}{\partial z^2} = -\beta^2 \end{cases}$$
I-13

Alors on a :

$$\frac{\partial^2 \psi}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \psi}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \psi}{\partial \varphi^2} + (k_0^2 n^2 (r) - \beta^2) \psi = 0 \qquad I-14$$

On cherche des solutions de la forme $\psi(r, \varphi) = f(r)g(\varphi)$:

$$\frac{r^2}{f}\frac{\partial^2 f}{\partial r^2} + \frac{r}{f}\frac{\partial f}{\partial r} + (k_0^2 n^2(r) - \beta^2)r^2 = -\frac{1}{g}\frac{\partial^2 g}{\partial \varphi^2}, \forall (r,\varphi) \in]0; +\infty[\times[0;2\pi]$$
 I-15

Ce qui nous donne deux équations indépendantes :

$$\begin{cases} \frac{r^2}{f} \frac{\partial^2 f}{\partial r^2} + \frac{r}{f} \frac{\partial f}{\partial r} + (k_0^2 n^2 (r) - \beta^2) r^2 = l^2 \\ , l \in \mathbb{N} \end{cases}$$

$$I-16$$

$$\frac{\partial^2 g}{\partial \varphi^2} + l^2 g = 0$$

Les solutions de la fonction $g(\varphi)$ sont de la forme :

$$g(\varphi) = \cos(l\varphi) \circ u g(\varphi) = \sin(l\varphi)$$
 I-17

La fonction $g(\varphi)$ est obtenue dans le cas général :

- Pour chaque valeur de $l \ge 1$, il existe deux solutions indépendantes :

$$g(\varphi) = \cos(l\varphi) \circ u g(\varphi) = \sin(l\varphi)$$
 I-18

Pour chaque solution, il existe deux polarisations indépendantes. Les modes $l \ge 1$ sont donc 4 fois dégénérés.

- Les modes l = 0 sont deux fois dégénérés.

Les solutions de f(r) sont les fonctions de Bessel vérifiant :

$$r^{2}\frac{\partial^{2} f}{\partial r^{2}} + r\frac{\partial f}{\partial r} + [(k_{0}^{2}n^{2}(r) - \beta^{2})r^{2} - l^{2}]f = 0$$
 I-19

Les solutions générales de l'équation vérifiée par f(r) sont soit des combinaisons linéaires de fonctions de Bessel de première ou de seconde espèce et d'ordre entier l (si $k_0^2 n(r)^2 - \beta^2 > 0$), soit des combinaisons linéaires de fonctions de Bessel modifiées de première ou de seconde espèce et d'ordre entier l (si $k_0^2 n(r)^2 - \beta^2 < 0$). Il est donc nécessaire de connaitre le profil d'indice n(r) de la fibre considérée.

Pour décrire la propagation de l'onde dans le cœur d'une fibre à saut d'indice, il faut considérer :

$$\forall r \in [0; r_c[, n(r) = n_c \text{ et } n(r_c) = n_g \qquad I-20$$

c) Notion d'indice effectif

Pour qu'une onde se propage dans le cœur de la fibre, il faut nécessairement que sa constante de propagation vérifie la relation :

$$k^2 n_g^2 \le \beta^2 \le k^2 n_c^2 \qquad \qquad I-21$$

Pour une valeur fixée de l, il existe un nombre discret de modes pouvant se propager de manière simultanée suivant des chemins optiques différents. A chaque mode de propagation m se propageant dans une fibre optique, on associe une valeur de constante de propagation βm et un indice de réfraction effectif « vu » par le mode et défini par :

$$n_{eff}^m = \frac{\beta_m}{k}$$
, avec $k = \frac{2\pi}{\lambda}$ I-22

2. <u>Les différents types de fibres optiques</u>

a) Les fibres à cœur de silice

Comme décrit au paragraphe I.A.1.a), les fibres optiques à cœur de silice sont composées d'un cœur et d'une gaine dont le profil d'indice de réfraction radial permet la propagation de la lumière par réflexion totale dans le cœur. L'injection et la propagation de la lumière n'est possible que sous certaines conditions (angle d'acceptante de la lumière, longueur d'onde...), et seul un nombre limité de modes électromagnétiques peut s'y propager. Il existe ainsi des fibres optiques dites monomodes et des fibres optiques dites multimodes.

Les fibres monomodes se caractérisent par un diamètre du cœur du même ordre de grandeur que la longueur d'onde de travail (typiquement une dizaine de micromètres) tandis que les fibres multimodes possèdent un diamètre de cœur nettement plus important (typiquement plusieurs dizaines voire plusieurs centaines de micromètres). Une fibre optique présentant un diamètre de cœur de 10 μ m est monomode dans l'infrarouge à 1500 nm mais devient multimode dans l'UV à 200 nm.

b) Les fibres optiques à cristaux photoniques et microstructurées

Les fibres optiques dites « microstructurées » sont caractérisées par une gaine optique structurée par une matrice de canaux d'air (ou d'un autre matériau) colinéaires à l'axe optique et dont les caractéristiques opto-géométriques sont données par le diamètre des canaux d, le pas Λ du réseau de canaux et l'indice de réfraction du matériau constitutif des canaux.

Il existe deux types de guidage possible selon la nature du cœur de la fibre. Dans les fibres à cœur de silice, le guidage de la lumière se fait par réflexion totale, le cœur conservant alors un indice plus élevé que l'indice moyen de la gaine. Dans les fibres à cristal photonique (Photonic Crystal Fibre), et en particulier celles à cœur creux (Hollow core), le guidage fait intervenir la notion de bandes interdites : les caractéristiques opto-géométriques des fibres à cristal photonique conditionnent l'existence de bandes spectrales pour lesquelles la propagation de la lumière est interdite au travers de la structure.



Figure 3 : Fibre microstructurée, (cœur creux ou Hollow Core) à défaut creux composée d'une matrice en silice et d'inclusions d'air dont le diamètre du trou d'air central est d'environ 10 μm. (Photo : Géraud Bouwmans – Université de Lille I – IRCICA/PHlam)

Ces fibres ont de nombreuses applications que ce soit dans les domaines des télécommunications, des lasers de puissance pour le transport de faisceaux mais aussi des capteurs par la capacité d'interaction entre l'onde guidée et l'intérieur des canaux, permettant par exemple la détection ultrasensible de composés chimiques ou le piégeage de particules.

B. Les fibres optiques à réseaux de Bragg

1. <u>Définition</u>

Les réseaux de Bragg sont des réseaux formés par une superposition de plans diffractant les ondes incidentes suivant une relation entre la longueur d'onde et le pas du réseau. La loi de Bragg découverte par W.H. et W.L. Bragg, qui leur valut le prix Nobel de physique de 1915, a d'abord été énoncée pour décrire la diffraction des rayons X par les mailles cristallines. L'accord de phase des ondes réfléchies par les plans cristallins de distance interréticulaire *d* issues d'une onde incidente d'incidence θ induit un pic d'intensité suivant la loi :

$$2dsin(\theta) = n\lambda \qquad \qquad I-23$$

 λ étant la longueur d'onde du pic d'intensité.

Dans une fibre optique, les réseaux de Bragg sont constitués par une modulation d'indice, généralement orthogonale à l'axe optique de la fibre, induite dans le cœur optique de la fibre et dont la période de modulation définit le pas du réseau. Dans une fibre monomode, la lumière se propageant selon l'axe de la fibre, l'incidence de l'onde est normale au réseau. Une seule longueur d'onde est alors réfléchie appelée longueur d'onde de Bragg λ_{Bragg} , déterminée selon de pas du réseau Λ et l'indice de la fibre n_{eff} par la relation :

$$\lambda_{Bragg} = 2n_{eff}\Lambda \qquad \qquad I-24$$

2. <u>Modèle théorique des réseaux de Bragg à pas court</u>

Comme pour tout réseau de diffraction, la modulation d'indice d'un réseau de Bragg induit un couplage entre le mode se propageant dans le cœur (de vecteur d'onde $\vec{k_i} = \frac{2\pi}{\lambda} n_c \vec{u_i}$) et un mode contra-propagatif (de vecteur d'onde $\vec{k_r} = \frac{2\pi}{\lambda} n_c \vec{u_r}$) diffracté par le réseau (de vecteur d'onde $\vec{k} = \frac{2\pi}{\Lambda} \vec{u_z}$, Λ étant le pas du réseau). Suivant la relation d'accord de phase :

$$\vec{k_{i}} + \vec{k} = \vec{k_{r}} \qquad \qquad I-25$$



Figure 4 : Couplage du mode fondamental guidé et du mode fondamental contra-propagatif induit par un réseau de Bragg inscrit dans une fibre monomode.

Cette condition d'accord de phase relie l'indice effectif du mode de propagation, le pas du réseau et la longueur d'onde :

$$\frac{2\pi}{\lambda}n_{eff} + \frac{2\pi}{\Lambda} = -\frac{2\pi}{\lambda}n_{eff}$$
 I-26

On aboutit alors à la définition d'une longueur d'onde caractéristique ou longueur d'onde de Bragg pour laquelle le couplage est optimum :

$$\lambda_{Bragg} = 2n_{eff}\Lambda \qquad \qquad I-27$$

Le réseau de Bragg peut être vu comme un miroir monochromatique dont la longueur d'onde de résonance dépend du pas et de l'indice effectif du mode de propagation. Toute modification de l'un ou l'autre de ces deux paramètres entraine une modification de la longueur d'onde de résonance. C'est sur la mesure de cette variation de la longueur d'onde de Bragg suivant un mesurande physique ou chimique que repose le principe de la métrologie par réseau de Bragg.



Figure 5 : Mode de fonctionnement d'un réseau de Bragg en transmission et en réflexion

Dans sa forme la plus simple, la modulation de l'indice de réfraction du cœur de la fibre optique formant un réseau de Bragg vérifie la relation :

$$n(z) = n_c + \Delta n \cos\left(\frac{2\pi z}{\Lambda}\right)$$
 I-28

Avec, n_0 l'indice moyen, Δn l'amplitude de la modulation d'indice, z la position dans l'axe de la fibre et Λ le pas de réseau.



Figure 6 : Profil d'indice de réfraction d'un réseau de Bragg et son spectre en réflexion

Le spectre réfléchi est alors donné par :

$$R(L,\lambda) = tanh^2\left(\frac{\pi\Delta nL\eta}{\lambda}\right)$$
 I-29

Avec, *R* l'intensité optique réfléchie par le réseau, *L* la longueur du réseau, λ la longueur d'onde de Bragg et η le coefficient de couplage généralement compris entre 0,8 et 0,9.

Enfin, la largeur à mi-hauteur du pic de Bragg est donnée par la relation :

$$\Delta \lambda = \lambda_B s \sqrt{\left(\frac{\Delta n}{2n_{eff}}\right)^2 + \left(\frac{1}{N}\right)^2}$$
 I-30

Avec *N* le nombre de franges et *s* un facteur dépendant du niveau de réflectivité du réseau (\approx 0,5 pour les réseaux faiblement réflecteurs et \approx 1 pour les réseaux saturés).

1. <u>Signatures spectrales des réseaux de Bragg</u>

Les réseaux de Bragg sont d'abord caractérisés par leurs signatures spectrales, c'est-àdire par le couplage des modes optiques guidés par la fibre et diffractés par le réseau. La méthode de fabrication des réseaux de Bragg par photo-inscription permet la création de structures variées avec des propriétés spectrales très différentes que l'on peut différencier en trois catégories : les réseaux à pas courts, les réseaux à traits inclinés et les réseaux à pas longs.

a) Les réseaux à pas courts

Cette catégorie rassemble l'ensemble des réseaux pour lesquels le couplage de la lumière a lieu entre le mode fondamental guidé et un mode fondamental contra-propagatif. Le motif est inscrit orthogonalement à l'axe de la fibre et le pas du réseau reste typiquement inférieur à la longueur d'onde de Bragg. Cette catégorie regroupe divers réseaux dont les motifs, pouvant être uniformes ou variables, suivant leurs pas ou leurs variations d'indice de réfraction, sont à l'origine des réseaux dits chirpés, apodisés, à sauts de phase...



Figure 7 : Profil de modulation d'indice et spectre en réflexion associé de différents réseaux de Bragg à pas courts

b) Les réseaux à traits inclinés

En inclinant les franges d'un réseau à pas court, on génère un couplage entre le mode radiatif se propageant dans le cœur et des modes de gaine contra-propagatifs. En fonction de l'angle entre le vecteur d'onde du réseau et l'axe de la fibre, on peut alors observer un couplage vers des modes de gaine d'ordre de plus en plus élevé et la présence d'un grand nombre de résonances sur le spectre en transmission vérifiant la relation :

$$\lambda_{r\acute{e}sonances} = \left(n_{eff,c} - n_{eff,gaine}^{m}\right) \frac{\Lambda}{\cos\theta}$$
 I-31

Avec $\lambda_{r\acute{e}sonances}$ les longueurs d'onde de résonance des modes de gaine, $n_{eff,c}$ l'indice effectif du cœur de la fibre, $n^m_{eff,gaine}$ l'indice effectif de la gaine optique de la fibre, Λ le pas du réseau et θ l'inclinaison du réseau.

Sur un spectre en transmission typique d'un réseau de Bragg à traits inclinés, on retrouve la résonance de Bragg proprement dite issue du couplage entre le mode fondamental co-propagatif et contra-propagatif. On peut parfois aussi y trouver un « ghost mode » issu du

couplage vers les tous premiers modes de gaine et exacerbés par des profils d'indice de fibre (présentant par exemple une gaine enterrée) et les résonances associées au couplage vers des modes de gaine d'ordre de plus en plus élevé.

Lorsque la fibre n'est plus entourée d'air mais d'un milieu présentant un autre indice de réfraction, la signature spectrale de ces réseaux peut évoluer fortement. Ceci est dû à l'influence de l'indice extérieur sur le phénomène de réflexion totale à l'interface gaine optique/milieu extérieur, ce qui engendre une modification de l'indice effectif d'un mode de gaine et de son confinement.

Le cas limite de l'adaptation d'indice conduit à la disparition du mode de gaine, l'énergie diffractée par le réseau en angle étant alors rayonnée vers le milieu extérieur sous forme de modes radiatifs. L'évolution du couplage induit par ce type de réseau, à savoir des modes de gaine aux modes radiatifs, et réciproquement, se répercute sur leur signature spectrale. Exploiter cette sensibilité permet par exemple de développer des filtres égaliseurs de gain ou des biocapteurs en fonctionnalisant la surface externe d'une fibre optique contenant un réseau de Bragg à traits inclinés.



Figure 8 : Couplage entre le mode fondamental guidé et un mode de gaine contra-propagatif induit par un réseau de Bragg à pas court à traits inclinés inscrit dans une fibre monomode. Spectre en transmission d'un réseau de Bragg à traits inclinés à 4°.

c) Les réseaux à pas longs

Les réseaux à pas longs sont caractérisés par des périodes au moins 100 fois supérieures à celles d'un réseau à pas court. Contrairement aux réseaux à pas courts, le couplage se fait entre deux modes co-propagatifs, ce qui, dans le cas des fibres monomodes, implique le mode guidé et des modes de gaine permettant la propagation de la lumière dans un guide d'onde par réflexion totale à l'interface gaine optique – milieu extérieur.

On observe alors les résonances sur le spectre en transmission vérifiant la relation :



$$\lambda_{r\acute{e}sonances} = \left(n_{eff,c} - n_{eff,gaine}^{m}\right)\Lambda \qquad I-32$$

Figure 9 : Décalages du spectre d'un réseau de Bragg à pas longs avec la température. Les spectres ont été respectivement acquis (de gauche à droite) aux températures suivantes 22 °C, 50 °C, 74 °C, 101 °C, 127 °C et 150 °C. D'après [1].



Figure 10 : Couplage entre un mode guidé et un mode de gaine co-propagatif induit par un Réseau de Bragg à pas long.
La largeur des pics de résonances de ce type de structure est très importante, plusieurs dizaines de nanomètres, diminuant fortement la capacité de multiplexage spectral des réseaux, et pénalisant leur utilisation dans les applications capteurs.

C. Inscription des réseaux de Bragg

1. <u>Photosensibilité des fibres optiques germano-silicates</u>

La photosensibilité des fibres optiques germano-silicates a été mise en évidence par K.O. Hill et al. [2, 3], par l'inscription d'un réseau de Bragg dans le cœur d'une fibre dopée germanium lors de l'injection d'un faisceau issu d'un laser argon à 488 nm. Au cours de cette expérience, K.O. Hill et al. constatèrent une baisse de la transmission de la fibre optique. L'onde stationnaire issue de l'interférence entre le faisceau incident et celui réfléchi par l'extrémité de la fibre modifia l'indice de réfraction du cœur de la fibre de façon périodique et permanente et forma un filtre optique. La relation entre la photosensibilité et le carré de l'intensité du faisceau incident montra l'existence d'un phénomène d'absorption à deux photons [4]. L'utilisation d'un faisceau issu d'un laser argon doublé à 244 nm par un cristal non linéaire de KTP à haut rendement est donc plus efficace pour modifier l'indice de réfraction des fibres germano-silicates.



Figure 11 : Diagramme énergétique des principaux défauts présents dans les fibres germanosilicates d'après [5]



Figure 12 : Représentation de la formation des centres colorés dans les verres germanosilicates. (a) Rupture de la liaison Ge-Si par l'absorption d'un photon, formation d'un centre GeE' (b) centres $Ge(1)^{-}$ et $Ge(2)^{-}$, d'après [6]

La création de centres colorés est à l'origine de la modification d'indice des fibres. Lors de l'absorption à deux photons, une liaison Ge-Si est rompue, il en suit la formation d'un centre GeE' et d'un électron libre. L'électron libre diffuse et est piégé soit par un centre Ge(1) formant un centre $Ge(1)^{(-)}$ soit par un centre Ge(2) formant un centre $Ge(2)^{(-)}$. La modification de la bande d'absorption de la silice induit une augmentation de l'indice selon la relation de Kramers-Kronig, [7, 8].

2. <u>Photosensibilisation des fibres optiques</u>

La photosensibilité augmente avec la concentration de germanium. Néanmoins, il existe d'autres solutions pour rendre les fibres plus photosensibles.

Lemaire et al. [9] ont montré que la diffusion d'hydrogène à travers la silice par une mise sous pression (270-280 atm) de la fibre à température ambiante permet une augmentation de la photosensibilité passant de $\Delta n \approx 3.10^{-5}$ pour une fibre dopée à 3 % germanium, à $\Delta n \approx 6.10^{-3}$ soit un gain d'un facteur 200. Il faut toutefois noter que cette technique est coûteuse en temps et doit être rapidement suivie par l'inscription du réseau. La diffusion de l'hydrogène à travers la silice ne permet pas de conserver durablement la charge d'hydrogène à l'intérieur de la fibre une fois la fibre sortie à pression ambiante.

Une autre méthode rapportée par M. Fokine et al. est basée sur la création d'ions hydroxyles au sein de la fibre [10]. Les ions hydroxyles permettent une meilleure absorption à 242 nm, la méthode consiste alors à saturer la fibre d'ions hydroxyles par la chauffe rapide d'une fibre chargée en hydrogène à 1000 °C, avant l'inscription. Cette méthode a l'avantage de permettre une photosensibilisation permanente de la fibre ; néanmoins elle induit d'avantage de perte à 1550 nm, caractéristique de la bande d'absorption du groupe OH.



Figure 13 : Evolution dans le temps de la variation d'indice d'une fibre exposée à un rayonnement UV pour des fibres chargées en H_2 traitées thermiquement à 1000 °C pendant 1 s, 4 s ou non traitée, d'après [10].

3. <u>L'inscription des réseaux de Bragg par photosensibilité</u>

La méthode d'auto-inscription des réseaux de Bragg mise au point par B.S. Kawasaki et al. [3] dès 1978, par l'interférence d'une onde injectée dans la fibre et de l'onde réfléchie par l'extrémité de la fibre, était limitée par la plage spectrale de la résonance de Bragg du réseau inscrit située dans le visible.



Figure 14 : Banc d'inscription des réseaux de Bragg développé par G.S. Kawasaki et al. [3]

En 1989, G. Meltz et al. mirent au point une méthode d'inscription transverse des réseaux de Bragg par la focalisation dans le cœur de la fibre d'un motif d'interférence issue d'un Michelson [11]. Cette technique apporte une grande liberté dans l'inscription des réseaux de Bragg, notamment concernant leurs longueurs d'ondes de résonance. C'est l'inscription holographique des réseaux de Bragg qui permet leur utilisation comme filtre optique largement utilisés dans le domaine des télécoms.



Figure 15 : Méthode d'inscription holographique transverse des réseaux de Bragg proposée par Meltz et al. [11].

La technique d'inscription des réseaux de Bragg s'est alors constamment améliorée tant sur le dispositif d'inscription que sur la méthode. L'utilisation d'un masque de phase simplifie largement l'inscription, la rendant plus robuste et plus accessible aux sources laser de faible cohérence [12]. L'utilisation de lasers pulsés excimers permet d'inscrire rapidement, en une seule impulsion, des réseaux très stables en température [11, 12], directement sur tour de fibrage [13]. D'autres types de modifications de l'indice de réfraction ont été découverts par la suite [14], partie que nous développerons plus en aval dans le manuscrit.



Figure 16 : Montage d'inscription de lignes de réseaux de Bragg multiplexés sur tour de C.G. Askin et al. [13]. (M : miroir, CL : lentille cylindrique, BS : séparatrice).

D. Les différents types de réseaux de Bragg

Les réseaux de Bragg peuvent être classés de différentes manières :

- selon le mode de couplage, on parle alors de réseaux de Bragg inclinés ou encore de réseaux à pas courts ou longs ...
- selon leur signature spectrale, on parle de réseaux de Bragg à saut de phase, apodisés ou encore chirpés

Toutefois, nous allons classer les réseaux de Bragg selon leurs procédés d'inscription. Il existe différents procédés d'inscription, selon différents mécanismes à l'origine de la modification d'indice. Suivant le type de modification d'indice, les réseaux présentent des caractéristiques d'utilisation différentes. Pour ce faire, nous reprendrons la classification proposée par J. Canning [15].

Il existe globalement deux grandes familles, les réseaux dits de type I qui regroupent les réseaux photo-inscrits sous le seuil de dommage optique de la silice et les réseaux de type II inscrits au-dessus du seuil. A ces deux familles, nous pouvons en ajouter une troisième, sans qu'on puisse dire pour le moment si elle appartient à l'une ou l'autre des familles, il s'agit des réseaux dits régénérés, qui, bien qu'issus de réseaux de type I, ont un comportement similaire aux réseaux de type II.

1. Les réseaux de type I

a) Réseaux de type I et IH

Les réseaux de type I et IH sont les réseaux les plus courants. Les réseaux de type IH sont des réseaux de type I sensibilisés par hydrogénation. Ils sont inscrits par la formation de centres colorés lors de l'irradiation par un laser UV suivant le phénomène de photosensibilité décrit précédemment. Ces réseaux sont généralement inscrits par lasers UV continus ou pulsés, la vitesse d'inscription relativement lente (quelques minutes pour un réseau fortement réflecteur) dépendant en partie de la fluence du laser.

Ces réseaux sont relativement simples à inscrire car ils ne nécessitent pas l'utilisation de lasers impulsionnels faiblement cohérents. Ils ont par ailleurs une bonne qualité spectrale (le pic de Bragg est fin, inférieur au nanomètre, et n'est pas déformé), sont faiblement diffusants et ont par conséquent une forte capacité de multiplexage. Cependant, ils ne sont pas stables thermiquement et ne conviennent pas pour des applications au-dessus de 320 °C.

b) Les réseaux de type Id

Les réseaux de type Id ou réseaux dits densifiés, sont inscrits juste sous le seuil de dommage optique de la silice. Ce type de réseau ne peut être inscrit que par des lasers délivrant de fortes intensités et provoquant un échauffement très rapide de la silice. L'échauffement brutal de la silice suivi d'un refroidissement s'accompagne par une densification [16].

L'évolution de l'indice de réfraction évolue de manière linéaire avec la densité de la silice selon l'équation [17] :

$$n = n_0 + \frac{n_{max} - n_0}{(\Delta \rho / \rho)_{max}} (\frac{\Delta \rho}{\rho})$$

Avec $n_0 = 1,459$ l'indice de la silice non densifiée, $n_{max} = 1,543$ l'indice de la silice complètement densifiée (21 % pour le verre en silice pure) pour une longueur d'onde $\lambda = 589,3$ nm et ($\Delta \rho / \rho$) la densification de la silice.



Figure 17 : Relation expérimentale entre la densité et l'indice de réfraction (à $\lambda = 589,3$ nm) du verre de silice pure. La pente calculée par régression linéaire est de 0,195. D'après [18]

La stabilité thermique de ce type de réseau reste très variable, mais peut néanmoins dépasser facilement les 400 °C [15].

c) Réseaux de type In (ou IIa)

Ces réseaux ont la particularité d'être issus d'une modification d'indice négative. La formation des réseaux de type In suit l'inscription d'un réseau de type I par un laser UV impulsionnel de type excimère [14]. Lors de l'inscription après la saturation du réseau de type I, un relâchement de contraintes dans la structure de la fibre optique entraînerait une dilatation expliquant la variation négative de l'indice de réfraction [19].



Figure 18 : Inscription d'un réseau de type In par un laser excimère KrF émettant des impulsions de 10 ns de 12 mJ à 200 Hz à 248 nm dans une fibre co-dopée B-Ge, d'après [20].

La stabilité thermique des réseaux de type In est nettement supérieure à celle des réseaux de type I permettant leur utilisation pour des applications allant jusqu'à 700 °C.



Figure 19 : Recuit thermique d'un réseau de type In d'après [21]

2. <u>Les réseaux de types II</u>

Les réseaux de type II sont issus d'un dommage optique de la silice. Ils peuvent être inscrits par des lasers UV nanosecondes ou bien des lasers d'impulsions plus courtes, femtosecondes, sans contraintes sur la longueur d'onde du laser.

Dès 1993, Les lasers nanosecondes ont été utilisés pour l'inscription de réseaux de types II réflecteurs à 100 % en une seule impulsion [22] ouvrant la voie à l'inscription de fibre optique directement sur tour de fibrage [13].

Les réseaux de type II sont extrêmement stables en température, supérieure à 1000 °C. Cependant, les défauts mécaniques engendrés sont fortement diffusants et les spectres des réseaux sont larges et déformés, ce qui limite d'autant leur capacité de multiplexage en longueur d'onde.



Figure 20 : Recuit thermique de réseaux de Bragg de type II inscrits par une impulsion laser de 20 ns à 248 nm supérieure à 40 mJ, d'après [22]



Figure 21 : Spectre en réflexion et en transmission d'un réseau de Bragg de type II d'après [22]

Les impulsions femtosecondes produisent des réseaux de type II de bien meilleure qualité mais leur très faible longueur de cohérence reste néanmoins une limite pratique importante. Ces points seront développés plus en détail dans la troisième partie de ce manuscrit.

3. Les réseaux régénérés

Les réseaux régénérés sont à la frontière des réseaux de type I et des réseaux de type II. Ces réseaux ne sont pas à proprement parler photo-inscrits. Ils sont issus d'un procédé thermique consistant en l'effacement complet d'un réseau dit initiateur suivi de l'apparition d'un réseau dit régénéré étant nettement plus stable en température tout en conservant les caractéristiques du réseau initiateur.

Ainsi, un réseau de type I s'effaçant à 300 °C peut être régénéré en un réseau stable à plus de 900 °C d'une bonne qualité spectrale, conservant tout le potentiel de multiplexage en longueur d'onde. Ces réseaux seront détaillés dans la deuxième partie de ce manuscrit.

II. Les capteurs à réseaux de Bragg

A. <u>Caractéristiques</u>

1. Les avantages des capteurs à réseaux de Bragg

Les fibres optiques à réseaux de Bragg utilisées dans des applications métrologiques sont des Capteurs à Fibres Optiques (CFO) intrinsèques, la fibre optique joue le rôle de transducteur et assure le transfert de l'information de mesure. Ils présentent ainsi des avantages inhérents aux fibres optiques les rendant compétitifs par rapport aux capteurs classiques et justifiant leurs utilisations dans de nombreux domaines.

De par les dimensions milli- voir micrométriques des fibres optiques, les réseaux de Bragg sont des capteurs très faiblement intrusifs dotés de temps de réponse très faibles. De surcroît, la faible atténuation des fibres optiques (< 0,2 dB/km à 1500 nm) autorise un déport multi kilométrique. Enfin, l'encodage et la transmission de l'information de manière optique leur assure une immunité électromagnétique.

Toutes ces qualités associées à la grande capacité de multiplexage des réseaux de Bragg, ainsi qu'à leur sensibilité à divers mesurandes (température, pression, déformation), rendent les capteurs à réseaux de Bragg particulièrement efficaces dans les applications de contrôle-surveillance de structures compatibles aux environnements hostiles.

Par ailleurs, les avancées techniques récentes laissent entrevoir une démocratisation des réseaux de Bragg. Ainsi, le développement des sources lasers accordables et l'inscription des réseaux de Bragg directement sur tour de fibrage devraient contribuer à la fois à une baisse des coûts de fabrication des composants et des chaines de mesures, permettant leur déploiement dans les réseaux et objets intelligents qui formeront le quotidien de demain.

2. <u>Sensibilité des capteurs à réseaux de Bragg</u>

a) Les réseaux de Bragg comme transducteurs

Les réseaux de Bragg sont utilisés dans les applications capteurs par l'encodage spectral de l'information (la modification du paramètre mesuré entraine un décalage en longueur d'onde du pic de Bragg).

Au premier ordre, la mesure est indépendante de la puissance optique de la chaine d'acquisition, bien que le spectre de la source ait un impact sur les algorithmes de détection des pics de Bragg.

La longueur d'onde de Bragg est sensible à trois paramètres physiques : la température, la déformation et la pression. La mesure doit prendre en compte ces trois paramètres soit par un conditionnement approprié du transducteur de façon à ne le rendre sensible qu'au paramètre d'intérêt, soit en utilisant une technique de compensation ou de correction vis-à-vis du paramètre perturbateur en cas de sensibilité croisée.

En première approximation, la variation relative de la longueur d'onde de Bragg peut être donnée par la relation suivante :

$$\frac{\Delta\lambda_B}{\lambda_B} = a\Delta T + b\epsilon + c\Delta P \qquad \qquad II-1$$

Avec λ_B la longueur d'onde de Bragg, a le coefficient de sensibilité thermique, T la température, b la sensibilité aux contraintes de déformation, ϵ l'allongement relatif de la fibre optique, c la sensibilité à la pression et P la pression.

Il est bien sûr possible d'être sensible à d'autres mesurandes par l'intermédiaire d'un corps d'épreuve adapté. Par exemple, un accéléromètre optique se compose d'une masse suspendue à une fibre optique à réseaux de Bragg elle-même maintenue en extension par un ressort.

b) La sensibilité thermique

Dans le cadre de la thèse, nous nous intéressons principalement à la sensibilité en température.

Toute variation de la température (ΔT) se traduit par un décalage de la longueur d'onde de Bragg $\Delta \lambda_B$ résultant du couplage de deux phénomènes : la dilatation thermique de la fibre modifiant le pas du réseau (Λ) ainsi que la variation de l'indice de réfraction de la fibre avec la température correspondant à l'effet thermo-optique. La prise en compte de ces deux phénomènes amène à la relation :

$$\frac{d\lambda_B}{dT} = \lambda_B \left(\frac{1}{n_c} \frac{dn_c}{dT} + \frac{1}{L} \frac{dL}{dT} \right)$$
 II-2

Avec L la longueur du réseau.

Pour la silice, la valeur du coefficient de dilatation thermique est d'environ 5.10^{-7} K⁻¹ et le coefficient thermo-optique est d'environ 1.10^{-5} K⁻¹. La sensibilité thermique du réseau de Bragg est donc proportionnelle à λ_B et vérifie :

$$\frac{\Delta \lambda_B}{\Delta T} \approx 7, 3.10^{-6}. \lambda_B \qquad \qquad II-3$$

En pratique, pour des réseaux inscrits à 1550 nm, la sensibilité thermique est d'environ 11,3 pm/°C. Cette relation n'est qu'une approximation au premier ordre et n'est valable que sur de faibles plages de températures proches de l'ambiante. Pour des gammes de températures importantes, il est nécessaire d'effectuer un étalonnage préliminaire permettant

de prendre en compte l'évolution généralement quadratique de l'indice de réfraction de la silice avec la température [23].

c) La sensibilité aux contraintes axiales

De la même façon que pour la sensibilité en température, la variation de la longueur d'onde de Bragg avec la déformation mécanique peut être définie par la relation suivante :

$$\frac{\mathrm{d}\lambda_B}{\mathrm{d}\epsilon} = \lambda_B \left(\frac{1}{n_c} \frac{\mathrm{d}n_c}{\mathrm{d}\epsilon} + \frac{1}{\mathrm{L}} \frac{\mathrm{d}\mathrm{L}}{\mathrm{d}\epsilon} \right), \text{ avec } \mathrm{d}\epsilon = \frac{\mathrm{d}L}{L} = \frac{\mathrm{d}\Lambda}{\Lambda} \qquad II-4$$

Qui peut être simplifiée selon l'expression suivante :

$$\frac{\Delta\lambda_B}{\Delta\epsilon} = \lambda_B \left(1 + \frac{1}{n_c} \frac{dn_c}{d\epsilon} \right)$$
 II-5

Le coefficient photo-élastique d'un cœur de silice est d'environ 0,78 ϵ^{-1} (en tenant compte des coefficients élasto-optiques p_{11} et p_{12} ainsi que du coefficient de Poisson v du matériau). La sensibilité du réseau de Bragg vis-à-vis des déformations mécaniques axiales vérifie donc la relation :

$$\frac{\Delta \lambda_B}{\Delta \epsilon} \approx 0.78. \lambda_B \qquad \qquad II-6$$

Dans le cas d'une fibre optique germano-silicate, la sensibilité aux déformations axiales est d'environ 1,17 pm/ $\mu\epsilon$ pour des réseaux inscrits à 1500 nm.

d) Sensibilité à la pression hydrostatique

Lors d'une variation de pression hydrostatique, en prenant comme modèle l'immersion d'une fibre dans un fluide incompressible, la déformation mécanique de la fibre provoque une modification du pas du réseau ainsi qu'une variation de l'indice optique de la fibre ce qui entraine un décalage en longueur d'onde suivant la relation :

$$\frac{\Delta\lambda_B}{\Delta P} = \lambda_B \left(\frac{1}{n_c} \frac{dn_c}{dP} + \frac{1}{L} \frac{dL}{dP} \right)$$
 II-7

La valeur du coefficient de pression est de l'ordre de -5.10⁻⁶ MPa⁻¹, ce qui donne une valeur de la sensibilité à la pression hydrostatique d'environ -7,5 pm/MPa pour un réseau inscrit dans une fibre dopée germanium à 1500 nm.

B. <u>Stabilité en température des réseaux de Bragg</u>

1. <u>Modèle du vieillissement des réseaux de Bragg</u>

Bien que la photo-inscription d'un réseau de Bragg donne naissance à une modulation d'indice de réfraction dite permanente, leur exposition à des températures élevées suffit à faire diminuer la réflectivité du composant et dans certains cas à l'effacer complètement [24]. Les traitements thermiques s'accompagnent également de dérive de la longueur d'onde de résonance du réseau, en particulier quand aucune procédure de passivation n'est mise en œuvre.

Nous savons que la photosensibilité est issue du piégeage selon le modèle des centres colorés ; le vieillissement du réseau équivaut au dépeuplement de cette distribution de pièges. Il existe alors un seuil d'énergie, appelé énergie de démarcation (E_d) qui, à un instant t et à une température T, délimite les sites de la distribution de pièges qui restent peuplés des sites dépeuplés.

$$E_d(T,t) = k_B T ln(\nu t) \qquad II-8$$

Avec k_B la constante de Boltzmann, et v un paramètre d'ajustement.



Figure 22 : Représentation schématique du vieillissement de l'indice de réfraction par l'excitation thermique des électrons piégés [25].

Afin de déterminer la durée de vie des réseaux de Bragg, on établit expérimentalement une « courbe maître » à partir de la mesure de l'évolution dans le temps de la réflectivité de réseaux similaires soumis à différentes températures de recuit.

Par une optimisation du paramètre d'ajustement v, il est possible de regrouper les données obtenues pour chaque température et de calculer une courbe de régression basée sur une exponentielle décroissante. On en déduit la baisse de la réflectivité en fonction du vécu du réseau (température et durée d'exposition) et donc sa durée de vie, ou inversement, la passivation à appliquer pour pouvoir le stabiliser vis-à-vis d'un gabarit donné (dérive, réflectivité).



Figure 23 : Courbe maître de vieillissement pour un réseau de Bragg saturé inscrit dans une fibre hydrogénée (d'après Kannan et al.)[26]

2. Optimisation de la stabilité des réseaux de Bragg classiques

Il existe plusieurs méthodes pour stabiliser les réseaux de Bragg photo-inscrits, c'està-dire maintenir leurs caractéristiques optiques (réflectivité principalement, mais également longueur d'onde de Bragg) lors de la mise en chauffe d'une fibre, et permettre leur utilisation à des températures de fonctionnement élevées, typiquement quelques centaines de degrés.

Pour des applications métrologiques, une température limite de 300°C est souvent identifiée : elle correspond avant tout à une limite propre aux revêtements protecteurs disponibles commercialement (en l'occurrence, seul un revêtement polyimide permet de fonctionner à une telle température). Au-delà, il faut généralement mettre en œuvre des revêtements métalliques (cuivre, aluminium ou or), ou des solutions de conditionnement spécifiques en capillaires métalliques et/ou céramiques.

La question de la tenue en température du réseau de Bragg proprement dite se pose aussi bien à température ambiante qu'à plusieurs centaines de degrés : le paramètre connexe essentiel est la durée d'exposition à une température donnée et une exigence applicative en terme de stabilité (en réflectivité pour le rapport signal à bruit, et en longueur d'onde vis-à-vis de la dérive de la mesure).

a) Méthode du recuit

La première méthode de stabilisation en température des composants à réseaux de Bragg consiste à effectuer un ou plusieurs recuits à des températures supérieures aux températures de fonctionnement du réseau, et sur une ou des durées spécifiques.

Le vieillissement accéléré des réseaux permet, après une baisse de la réflectivité et une dérive de la longueur d'onde inhérente au procédé, d'atteindre une phase de stabilité du réseau pour des températures inférieures à la température du recuit.

Cette méthode garantit les caractéristiques du réseau lors de son utilisation (soit une baisse de la réflectivité et une dérive de la longueur d'onde de Bragg inférieure à la spécification établie dans le cahier des charges du capteur) [27, 28].

b) Méthode de pré et post exposition

Cette deuxième méthode consiste à exposer l'ensemble de la fibre à un rayonnement UV et de peupler les niveaux de faibles énergies de manière homogène le long de la fibre. De cette façon, lors de l'exposition du réseau à une température élevée, le dépeuplement des pièges de bas niveaux d'énergie se fait de manière homogène tout le long de la fibre et maintient le différentiel d'indice de réfraction du motif du réseau.

Cette méthode permet donc de stabiliser et de garantir les caractéristiques du réseau lors de son utilisation à des températures de fonctionnement fixées [29, 30].

c) Optimisation des dopants

La stabilité thermique d'une fibre peut aussi être obtenue plus en amont de la fabrication du composant, à savoir lors de la conception de la fibre elle-même, par exemple en jouant sur sa composition chimique.

Si les réseaux de Bragg inscrits dans des fibres optiques dopées germanium ne peuvent généralement pas dépasser des températures de 350 °C dans des conditions d'inscription dites classiques, l'optimisation de la concentration en dopants et le choix de dopants spécifiques permettent d'obtenir une plus grande stabilité thermique des réseaux de Bragg. Un exemple typique est celui des réseaux inscrits dans des fibres dopées azote qui ont montré une meilleur résistance permettant leur utilisation jusqu'à 530 °C [31].

C. <u>Mise en œuvre des capteurs à réseaux de Bragg</u>

1. <u>Mesures par fibres optiques à réseaux de Bragg</u>

a) Mesure de grandeurs physiques par réseaux de Bragg

Les réseaux de Bragg sont donc sensibles à de nombreux paramètres, température, déformation, pression. Toute variation de l'une ou l'autre de ces grandeurs se traduit par un décalage en longueur d'onde de la résonance de Bragg suivant les lois données paragraphe II.A.2.

La mesure de la grandeur physique d'intérêt n'est possible que par la mesure du décalage spectral de la résonance de Bragg induite par la variation du dit paramètre, ainsi que la discrimination des différents paramètres soit par un conditionnement *ad hoc* de la fibre optique, soit par la mesure différentielle de plusieurs réseaux de Bragg dont les propriétés optiques diffèrent.

La mesure de la longueur d'onde de la résonance de Bragg nécessite deux éléments indispensables que sont une source lumineuse injectée dans la fibre et un capteur de lumière placé en transmission ou en réflexion, par l'utilisation de circulateur optique.

Un étalonnage préalable du décalage spectral de la longueur d'onde de Bragg en fonction de la grandeur physique d'intérêt est généralement nécessaire pour garantir la précision de la mesure.

Si le réseau de Bragg demeure le transducteur, la résolution, la cadence d'acquisition, la précision, l'étendue de la mesure dépendent du système utilisé pour la mesure de la variation de la longueur d'onde de Bragg.

b) Interrogation de ligne de réseaux de Bragg multiplexés

L'un des intérêts majeurs des capteurs à réseaux de Bragg est leur forte capacité de multiplexage des points de mesures sur une ou plusieurs fibres. L'acquisition simultanée des points de mesures nécessite donc un encodage de l'information « position ; point de mesure ».

Le multiplexage peut être réalisé de trois grandes façons :

- Spectralement, c'est-à-dire par association d'une plage de longueur d'onde par réseau de Bragg (sous réserve que les plages réservées ne se chevauchent pas). La capacité de multiplexage dépend de la plage spectrale de l'instrumentation d'interrogation des réseaux de Bragg ainsi que de l'amplitude de mesure du capteur.
- Temporellement, c'est-à-dire en déterminant la position du réseau de Bragg sur la fibre optique par le temps de vol aller-retour d'un photon réfléchi par le réseau, technique appelée OTDR (optical time domain reflectometry), dont la résolution spatiale est de l'ordre du mètre. Il est ainsi possible de multiplexer des réseaux ayant la même longueur d'onde de résonance de Bragg, pourvu que la distance entre chaque réseau soit supérieure à la limite de résolution de l'instrumentation. La capacité de multiplexage est supérieure au multiplexage spectral mais reste limitée par la contrainte sur la topologie de la ligne de capteur.
- Fréquentiellement, basé sur le système OFDR (optical frequency domain reflectometry). Une source lumineuse accordable est modulée en fréquence.
 L'intensité du signal rétrodiffusé est ensuite analysée par transformée de Fourier, ce

qui permet d'atteindre une résolution spatiale nettement supérieure à l'OTDR, (de l'ordre du millimètre). Cette méthode permet de multiplexer un grand nombre de capteurs, plusieurs milliers par fibre optique, sans contraintes topologiques sur la distribution des réseaux. Néanmoins, le temps de réponse est limité par le traitement du calcul de la transformée de Fourier, et la capacité de déport est limitée au mieux à quelques kilomètres.

Ces techniques permettent de déployer plusieurs dizaines à plusieurs milliers (dans certains cas) de réseaux de Bragg donc de points de mesures sur une même fibre optique. Il est également possible de combiner plusieurs techniques, comme le multiplexage spectral et temporel.

2. <u>Systèmes de mesures</u>

Le système de mesure reste un point clé du développement des capteurs à réseaux de Bragg. Les capteurs optiques restant minoritaires face à leurs homologues électroniques, les systèmes d'acquisition sont spécifiques aux applications Bragg, ils sont bien souvent méconnus et constituent l'investissement le plus coûteux de la chaine de mesure.

Il existe un grand nombre de systèmes de mesures pour les capteurs à réseaux de Bragg. Ces systèmes sont autant d'outils parmi lesquels il est possible de choisir pour s'ajuster au mieux face aux contraintes de la mesure à réaliser. Suivant les besoins, il est important de privilégier la cadence d'acquisition de la mesure, ou bien la résolution, la capacité de multiplexage ou encore la stabilité du système, sans oublier la compacité, la robustesse et bien sûr le coût.

Nous allons décrire quelques systèmes possibles, liste bien loin d'être exhaustive, l'objet de cette partie demeurant illustratif.

a) Système de laboratoire classique

Le système d'acquisition des décalages spectraux des longueurs d'ondes de Bragg se constituant de la manière la plus basique d'une source et d'un détecteur, la façon la plus simple de réaliser une mesure est d'utiliser une source large bande et un spectromètre. La mesure des longueurs d'ondes de Bragg des réseaux peut être réalisée en transmission en connectant la source large bande et le spectromètre à chaque extrémité de la fibre, ou bien en réflexion en utilisant un circulateur optique.

Si la résolution et la cadence d'acquisition dépendent principalement du spectromètre utilisé, le spectre de la source, dont l'intensité varie souvent avec la longueur d'onde ainsi que d'autres paramètres extérieurs tels que la température, impacte également la mesure. La réflectivité d'un réseau ne pourra être correctement mesurée qu'en transmission par le rapport entre le niveau du spectre de la source et celui de la résonance de Bragg.

b) Système de mesure rapide

Certaines applications nécessitent des mesures très rapides pour la détection d'évènements brefs comme des variations de pression et de contraintes lors de déformations, vibrations ou impacts. Des systèmes basés sur des lasers FDML (*Fourier Domain Laser Modelocking*) couplés à des cartes d'acquisition FPGA (*Field Programmable Gate Array*) atteignent des taux de plusieurs centaines de kHz sur des plages spectrales de plusieurs dizaines de nanomètres.

Le laser FDML décrit par R. Huber et al. [32] est fondé sur une configuration en anneau, composé d'un SOA (*Semiconductor Optical Amplifier*) qui fait office de milieu à gain encadré par deux isolateurs intégrés, d'un filtre Fabry-Perot (FFP) accordable et d'un coupleur optique présentant un rapport de couplage déséquilibré (typiquement 40-60). De plus, il comporte une bobine de plusieurs kilomètres de fibre optique monomode augmentant la longueur de la boucle afin que la cadence de balayage du FFP soit synchronisée sur l'inverse du temps de parcours de la lumière dans la boucle.



Figure 24 : Schéma de principe d'un laser FDML, d'après [32]



Figure 25 : Diagramme fonctionnel d'un système d'acquisition haute cadence pour capteur de Bragg. D'après [33]

M. Ben Abdallah et al. [33] ont développé un système d'interrogation basé sur un laser FDML couplé à une carte d'acquisition FPGA atteignant une fréquence de balayage de 100 kHz sur une plage de 36 nm. Ils ont ainsi pu faire l'acquisition en temps réel d'un accéléromètre à réseaux de Bragg placé sur un pot vibrant à 800 Hz pour une accélération maximale de 50 m/s².

c) Système de mesure à très grande capacité de multiplexage

Lors d'applications nécessitant un nombre de points de mesure très important, l'utilisation d'un système basé sur le multiplexage fréquentiel par OFDR permet d'atteindre plusieurs milliers de points.

B. A. Childers et al. [34] ont présenté dès 2001 une application de cette méthode pour l'instrumentation d'un prototype d'aile d'avion en matériaux composites par 3000 capteurs de déformation inscrits sur quatre sections de fibre de 8 m de long à raison d'un réseau de Bragg par centimètre. 466 jauges de contraintes également installées sur l'aile ont validé les mesures obtenues par les réseaux de Bragg. Ce procédé permettant la mesure de la déformation sur 3000 points, à raison d'une acquisition toutes les 15s, montre tout le potentiel des capteurs à réseaux de Bragg pour la surveillance de structures.



Figure 26 : Photographie du câblage des 466 gauges de contraintes (à gauche) et système de mesure optique des 3000 réseaux de Bragg (à droite) lors de la mesure de la déformation sur un prototype d'aile d'avion, d'après [34].

III. <u>Etat de l'art des mesures par réseaux de Bragg en</u> <u>environnements extrêmes</u>

A. <u>Hautes et ultra hautes températures</u>

1. <u>Contexte</u>

La stabilité des réseaux de Bragg est un enjeu important pour les applications capteurs. De nombreuses thématiques telles que la surveillance de structures, le contrôle de procédés industriels et la recherche sur l'optimisation de ces procédés ont dans de nombreux domaines un environnement hautes températures. Nous pouvons citer rapidement les domaines de l'aéronautique, de l'énergie, du pétrole, de la sidérurgie et bien d'autres.

Cependant, comme nous l'avons vu précédemment (partie II.B), les réseaux de Bragg de type I, les plus répandus, ont une stabilité limitée en température et ne conviennent pas pour des applications au-delà de 300 °C. Cette limite peut heureusement être dépassée par l'inscription de réseaux de Bragg de différents types. Nous allons donc détailler quelques résultats présents dans la littérature ainsi que des exemples d'applications associés.

2. <u>Des réseaux de Bragg pour les hautes températures.</u>

En détaillant les différents types de réseaux, nous avons aussi vu leurs domaines de températures d'application. Deux types de réseaux se démarquent plus particulièrement pour des applications au-delà de 700 °C, les réseaux de type II et les réseaux régénérés.

a) Domaines de températures des réseaux de type II

Les réseaux de type II sont différenciés suivant le mode d'inscription. Historiquement, les premiers réseaux de types II ont été inscrits par laser nanoseconde.

Dès 1993, les réseaux de Bragg inscrits par dommage optique démontrèrent une stabilité à 800 °C. De plus, leur inscription directement sur tour de fibrage par un montage holographique permettant le multiplexage en longueur d'onde laissait entrevoir une capacité de production quasi industrielle de réseaux hautes températures. Cependant, leur utilisation est limitée par leur faible qualité spectrale et leur forte diffusion de la lumière se propageant dans le cœur de la fibre.

L'inscription des réseaux de type II par impulsion femtoseconde au début des années 2000 [35] redonna de l'intérêt pour les capteurs à réseaux de Bragg hautes températures. Ceux-ci ont un comportement thermique similaire voir supérieur aux réseaux de Bragg de type II tout en conservant des propriétés spectrales proches des réseaux de type I et en restant faiblement diffusif. Ces réseaux ont des températures de fonctionnement de 1000 °C [36], et peuvent même atteindre des températures de 1200 °C [37] lorsqu'ils sont inscrits dans des fibres recuites à 800 °C.



Figure 27 : Stabilité en température de deux réseaux de Type II inscrits par masque de phase par impulsion femtoseconde, l'un dans une fibre SMF-28 non traitée, l'autre dans une fibre SMF-28 recuite à 800 °C, d'après [37].

Cependant, les lasers femtosecondes ayant une faible longueur de cohérence, l'inscription de réseaux de Bragg de type II faiblement diffusifs est principalement réalisée par masque de phase. Cette méthode, bien que robuste, ne permet pas le choix de la longueur d'onde et limite la capacité en multiplexage de ces réseaux.

Une variante des réseaux de Bragg de type II consiste à changer le substrat. N'étant plus limité par la photosensibilité, il est possible d'inscrire des réseaux par dommage optique dans d'autres matériaux que la silice.

Grâce à l'utilisation de fibres en saphir, dont la température de transition vitreuse est de 2030 °C, des températures records ont été atteintes par les capteurs à réseaux de Bragg, jusqu'à 1745 °C [38]. T. Habisreuther et al. ont montré que les réseaux sur fibres de saphir pouvaient supporter 1400 °C pendant plus de 28 jours [39]. Cette solution reste néanmoins extrême, les fibres saphir sont onéreuses, fortement multimodes et ne permettent pas une grande capacité de multiplexage.

b) Domaines de températures des réseaux régénérés

Les réseaux régénérés découverts par M. Fokine [40], au début des années 2000 ont suscité un grand intérêt pour les applications hautes températures. La régénération des réseaux inscrits par photosensibilité ouvre le domaine des hautes températures tout en garantissant la qualité spectrale des réseaux et leurs grandes capacités de multiplexage.

Grâce à une technique de recuit, développée dans la seconde partie du manuscrit, les réseaux de type I sont stabilisés à des températures supérieures à 900 °C. Cette technique a d'ailleurs permis la régénération de nombreux typeS de réseaux, les réseaux de type In [41] permettant d'augmenter leur stabilité jusqu'à 1000°C, les réseaux inscrits par laser femtoseconde [42], des réseaux inscrits par un seul pulse nanoseconde sur tour de fibrage [43] et même dans des fibres micro-structurées [44]. Il a été montré que les réseaux régénérés sont stables sur plus de 9000 h [45] à 890 °C, et peuvent atteindre des températures extrêmes jusqu'à 1295 °C [46].

3. <u>Des applications en températures extrêmes</u>

a) L'aéronautique

Les normes environnementales, la concurrence féroce entre les compagnies aériennes menée sur la guerre des prix et l'augmentation du prix du pétrole poussent les constructeurs de l'aviation civile à une plus grande optimisation de leurs moteurs. Cette optimisation se fait par un contrôle in situ des moteurs, des turbines, des gaz d'échappement. Les lignes de capteurs à réseaux de Bragg multiplexés de par leur faible intrusivité, sont une solution idéale pour diverses mesures, que ce soit la température, la vitesse d'éjection des gaz, les pressions et les contraintes [47, 48].

b) La surveillance de structures

La demande croissante d'énergie et l'épuisement des ressources pétrolières est un challenge que l'industrie du nucléaire se propose de relever par des projets ambitieux et la mise au point d'une nouvelle génération de centrales à fission et les grands projets mondiaux de fusion.

Les futures centrales nucléaires à fission dites de génération IV, doivent atteindre un meilleur rendement, diminuer leurs déchets par la transmutation du combustible utilisé en carburant tout en garantissant la plus grande sureté. En France, le projet ASTRID (*Advanced Sodium Technological Reactor for Industrial Demonstration*) mène la recherche sur les centrales dites à neutrons rapides à fluide caloporteur sodium. Le programme TECNA a pour mission de développer les capteurs qui assureront à la fois le contrôle et la sécurité de la centrale. Ces capteurs devront supporter une température de 600 °C en continu, dans un métal liquide extrêmement corrosif, au sein d'un environnement hautement radiatif (10²⁷)

neutrons/m²) pour une centrale dont la durée de vie est prévue entre 40 et 60 ans et dont la rentabilité financière n'est possible que pour le plus faible taux d'arrêt de maintenance possible.

Les réseaux de Bragg régénérés ont été mis à l'essai pour la surveillance de points chauds dans le liquide de refroidissement du réacteur et pour prévenir les risques d'accidents pouvant menés à la fusion du cœur [49]. Les réseaux de Bragg devront mesurer en continu plusieurs centaines de points avec la précision des thermocouples, avec un temps de réponse inférieur à 500 ms.



Figure 28 : Schéma de principe du réacteur ASTRID

Les réseaux de Bragg régénérés sont aussi présents sur le projet de fusion nucléaire international ITER (*International Thermonuclear Experimental Reactor*). Ce projet de fusion par tokamak est celui de tous les superlatifs, un plasma contenant le combustible (du deutérium et du tritium) chauffé à plus de 150 millions de degrés, maintenu par un champ magnétique généré par 400 tonnes de matériaux supraconducteurs maintenus à des températures cryogéniques dans le but de générer 500 MW pour 50 MW reçus. L'énergie produite lors de la fusion sous forme de chaleur devra être extraite par des divertors constitués de plusieurs dizaines de pièces dites PFU (*Plasma Facing Unit*) en tungstène ou en graphite dont la température en surface devrait être comprise entre 1000 °C et 2000 °C. Des réseaux régénérés équiperont ces composants dédiés au tokamak Tore Supra dans le cadre du

programme WEST (*Tungsten (W) Environment in Steady-state Tokamak*) avant d'équiper ITER. Situés à quelques millimètres de la surface, les réseaux seront exposés à une température continue de 800 °C et seront chargés du contrôle du gradient de température au sein du PFU pouvant atteindre les 100 °C/mm pour garantir leur intégrité [50].



Figure 29 : Schéma du divertor prévu sur ITER (à gauche, d'après [51]), schéma du PFU prévu sur WEST (à droite)

c) L'optimisation des procédés

De nombreux procédés industriels hautes températures nécessitent un contrôle in situ de la température ou divers paramètres. Les capteurs à réseaux de Bragg constituent une solution là où les capteurs électroniques classiques ne peuvent accéder. La possibilité de multiplexage de plusieurs dizaines voire centaines de réseaux de Bragg sur une seule fibre, tandis que les thermocouples par exemple nécessitent une ligne par point de mesure, réduit considérablement l'encombrement et la complexité du câblage. La mesure quasi-continue le long de la fibre placée in situ donne une connaissance plus complète de la distribution de température, de la pression ou des contraintes nécessaires à l'optimisation des procédés.

Pour prendre un exemple plus concret, Åslund et al. ont récemment utilisé une ligne de réseaux de Bragg régénérée afin de mesurer le gradient de température au sein d'un tube substrat lors de la formation d'une préforme de fibrage par MCVD (*Modified Chemical Vapor Deposition*) [52]. Les résultats ont mis en évidence l'importance du gradient thermique de la

paroi du tube substrat (plusieurs centaines de degrés sur 3 mm d'épaisseur) et ont permis de développer un modèle de la distribution de température. Cette expérience démontre l'importance des réseaux de Bragg régénérés dans le contrôle de procédés industriels.



Figure 30 : Illustration de l'utilisation des réseaux de Bragg régénérés pour l'optimisation d'un processus industriel. (a) Gradient de température au sein de la paroi d'une préforme de fibrage, obtenue suivant le modèle des éléments finis. (b) Photographie du procédé de fabrication d'une préforme par MCVD, d'après [52].

B. <u>Les températures cryogéniques</u>

1. <u>Contexte</u>

Le domaine des températures cryogéniques est un grand champ d'investigation des capteurs à réseaux de Bragg. De nombreuses installations de hautes technologies sont demandeuses de solutions de surveillance de structures, nous pouvons citer à ce titre deux domaines phares : le spatial pour les surveillances des réservoirs des futurs fusées Ariane 5 ME [53], propulsées par ergols liquides, oxygène et hydrogène et pour la surveillance des structures des satellites particulièrement au niveau des panneaux solaires ; la fusion nucléaire

avec la construction d'ITER nécessitant la surveillance des éléments supraconducteurs maintenant le confinement du plasma.

Contrairement au domaine des hautes températures, ce n'est pas le vieillissement du motif photo-inscrit qui est limitant dans l'utilisation des capteurs à réseaux de Bragg, mais la sensibilité en température principalement liée au coefficient thermo-optique qui diminue rapidement avec la température. Dans le cas d'un réseau de Bragg inscrit dans une fibre télécom SMF-28, la sensibilité thermique passe de près de 17 pm/K à 1200 °C, à environ 10 pm/°C à température ambiante et est inférieure à 2 pm/K à 100 K. La résolution des différents systèmes d'interrogation des réseaux de Bragg étant fixe et tournant autour du picomètre, cette baisse de sensibilité entraîne inévitablement une baisse de la résolution de la mesure.



Figure 31 : Coefficient thermo-optique d'une fibre SMF en fonction de la température. Les valeurs ont été calculées d'après des mesures des longueurs d'ondes de Bragg de différents réseaux entre 20 K et 300 K et de la valeur du coefficient thermo-élastique tirées d'abaques [54] (d'après [55])

2. <u>L'amplification de la sensibilité des réseaux</u>

La solution la plus couramment envisagée est l'utilisation d'un matériau amplificateur enrobant la fibre et qui, par son expansion thermique, est capable de contraindre la fibre optique et par conséquent d'entraîner le réseau de Bragg, permettant ainsi la mesure de la température par la mesure de la contrainte. Ce matériau doit avoir 3 qualités principales : son coefficient thermoélastique doit être important, son module de Young doit être suffisamment élevé pour imposer la contrainte à la fibre et non l'inverse et enfin sa conductivité thermique doit être élevée pour minimiser le temps de réponse. De nombreux matériaux et méthodes ont déjà été testés, par exemple en collant la fibre sur un substrat métallique ou en PMMA [56], en insérant la fibre dans un boîtier de téflon [57], en testant différentes gaines mécaniques comme l'Ormocer [58], ou encore en effectuant des dépôt métalliques [59] suivant différentes techniques : électrodéposition, dépôt physique en phase vapeur ou dépôt chimique en phase vapeur.



Figure 32 : Comparaison entre le coefficient thermo-optique de la silice et les coefficients d'expansion thermique de l'aluminium et du PMMA (à gauche, d'après [56]) et expansion thermique de différents matériaux (à droite, d'après [60]).



Figure 33 : Exemples de fibre amplifiée, (a) et (b) par un dépôt de zinc (d'après [59]), (c) par un collage entre deux substrats de téflon (d'après [57]).

Si ces différentes méthodes obtiennent des résultats similaires concernant la sensibilité, avec des mesures de températures jusqu'à 15 K et une sensibilité entre 4 et 15 pm/K soit une résolution de mesure comprise entre 0,1 et 0,3 K, elles diffèrent en terme de temps de réponse et de capacité de mise en œuvre.

Ainsi, si le collage de la fibre sur substrat reste relativement simple, cette méthode est pénalisante sur le temps de réponse et l'encombrement du capteur. Au contraire, le regainage métallique des fibres permet un dépôt plus fin et mieux contrôlé réduisant ainsi le temps de réponse et l'encombrement.

Néanmoins, ces dépôts sont longs, coûteux et souvent effectués à hautes températures ce qui impacte la réflectivité des réseaux. Des réseaux stables à hautes températures pourraient apporter une solution technique et rendre le dépôt métallique plus efficace par des procédés plus hauts en température.

C. <u>Tenue des réseaux de Bragg aux radiations ionisantes</u>

1. <u>Contexte</u>

Les capteurs dédiés aux installations nucléaires telles que les centrales nucléaires subissent des flux de radiation importants ayant des conséquences tant sur leurs durées de vie que sur leurs dérives en longueur d'onde.

Les capteurs fibres optiques, dont les capteurs à réseaux de Bragg, présentent un grand avantage pour la métrologie en environnement nucléaire, tout particulièrement pour la mesure de la température. Outre leur capacité de déport et de multiplexage simplifiant le câblage, les capteurs à fibres optiques sont naturellement résistants aux radiations et peuvent opérer en milieu hostile sur des échelles de temps importantes réduisant les coûts de maintenance engendrés par le remplacement des capteurs au sein des centrales nucléaires. Les réseaux de Bragg conservent par ailleurs des qualités de mesures correspondant aux standards de l'instrumentation nucléaire et constituent une alternative crédible aux capteurs de température et de déformation électroniques jusqu'alors utilisés dans l'industrie nucléaire.

2. Effets des radiations ionisantes sur les fibres optiques

Concernant les effets des radiations sur les capteurs fibres optiques à réseaux de Bragg, deux types de radiations nous intéressent plus particulièrement, les neutrons rapides et les photons.

Trois paramètres sont susceptibles d'altérer la mesure optique des fibres soumises aux radiations : l'atténuation induite, la dérive du calibrage, et la fragilisation mécanique des matériaux. Le troisième paramètre peut être compensé par un conditionnement, seuls les deux premiers paramètres nous intéressent ici.

a) L'atténuation induite

L'atténuation induite dépend de nombreux paramètres tels que la composition de la fibre (type de dopant), les contraintes liées à son procédé de fabrication ainsi que son revêtement, la température du milieu et enfin la longueur d'onde et l'intensité lumineuse du dispositif de mesure de la longueur d'onde de Bragg.

Bien que la dynamique de la mesure par fibres optiques à réseaux de Bragg ne soit pas particulièrement sensible à l'atténuation optique de la fibre (de 15 dB à plus de 40 dB selon les technologies), l'importance de l'atténuation des fibres soumises à de très fortes doses impose l'étude de la réduction de cette atténuation induite.



Figure 34 : Mesure de l'atténuation induite à 1310 nm dans une fibre Corning SMF-28 en fonction de la dose et pour différents débits de dose (d'après [61]) et à température ambiante.

L'irradiation provoquant l'apparition de centres colorés, l'atténuation induite peut être limitée par le choix de la composition de la fibre. Les fibres à cœur de silice pure montrent une meilleure résistance que les fibres classiques dopées germanium notamment par une limitation des interactions neutroniques [62].

Par ailleurs, deux phénomènes permettent de diminuer l'atténuation jusqu'à une récupération totale de la transmission des fibres irradiées. Le premièr est la technique dite de photo-blanchiment de la fibre par une illumination optique intense activant le dépeuplement des pièges électroniques. Les fibres à cœur de silice pure sont particulièrement sensibles à cette technique [63] contrairement aux fibres germano_silicates [64]. Le second est un recuit thermique de la fibre de par l'activation thermique des processus de recombinaison. La récupération de la transmission optique des fibres irradiées augmente avec la température, jusqu'à atteindre une récupération totale pour des températures supérieures à 400 °C dans le cas de fibres à cœur de silice pure [65].



Figure 35 : Evolution de l'atténuation induite en fonction de la température de recuit selon un protocole isochrone (d'après [65])

b) La dérive du calibrage

Les environnements nucléaires étant la plupart du temps inaccessibles, la dérive du calibrage sous irradiation est une problématique d'autant plus importante qu'il n'est pas toujours possible de ré-étalonner les capteurs. L'erreur des capteurs dédiés aux

environnements nucléaires doit être contenue dans des limites respectant un cahier des charges stricte durant toute la durée de l'exploitation de la structure nucléaire. Cette dérive est en partie due à la compaction de la silice soumise aux rayonnements neutroniques [66] par le déplacement d'atomes de la silice lors d'impact avec des neutrons conduisant à une augmentation de l'indice optique de la fibre [67].

Les réseaux de Bragg semblent plus ou moins sensibles à cette dérive selon la technique d'inscription utilisée. Ainsi, les réseaux dits de type II ainsi que les réseaux inscrits par laser femtoseconde sont moins sensibles aux radiations [68].

3. <u>Perspectives</u>

Les capteurs à réseaux de Bragg ont un fort potentiel dans les applications nucléaires de par leurs qualités intrinsèques. Les réseaux de Bragg stables à hautes températures permettent une récupération importante de la transmission optique de la fibre par recuit thermique tout en conservant leurs propriétés optiques et métrologiques. Les technologies de stabilisation en température des réseaux de Bragg représentent donc l'avenir des capteurs optiques en environnement radiatif.

IV. <u>Comparaison avec d'autres types de capteurs à fibres</u> optiques

A. Les capteurs à fibres optiques

Nous allons donner quelques exemples de capteurs à fibres optiques (CFO) autres que les réseaux de Bragg. Loin d'être exhaustifs face à la grande diversité des capteurs à fibres optiques existants ainsi que leurs systèmes d'interrogation, nous ne décrirons que les grandes familles de capteurs.

1. <u>Classement des capteurs à fibres optiques</u>

Il existe deux grands types de CFO : les capteurs dits distribués, c'est-à-dire dont une partie de la fibre seulement est sensible, et les capteurs dits répartis, c'est-à-dire pour lesquels la fibre est continûment sensible.

a) Capteurs à fibres optiques distribués

Parmi les CFO distribués, deux grandes familles se distinguent : les capteurs à réseaux de Bragg et les capteurs à cavités Fabry-Pérot.

Dans le cas des capteurs à cavités Fabry-Pérot, la mesure du paramètre d'intérêt se fait par l'évolution du chemin optique de la cavité soit par la mesure de l'intervalle spectral libre. Contrairement aux réseaux de Bragg, les capteurs à cavités Fabry-Pérot ne sont pas nécessairement des capteurs à fibres optiques intrinsèques. Dans certains cas, la cavité est constituée d'une férule métallique creuse, scellée en son extrémité dans laquelle on insère une fibre optique. Les miroirs de la cavité sont formés par l'extrémité de la fibre d'un côté et la surface de la férule de l'autre. La férule métallique fait office de transducteur assurant une plus grande stabilité en température du capteur qui n'est plus limitée par la photo-inscription du cœur de la fibre.

Malgré leur grande stabilité aux hautes températures, les capteurs à cavités Fabry-Pérot sont pénalisés par l'absence de multiplexage par fibre ; il est nécessaire de déployer autant de fibres optiques que de points de mesures.

b) Capteurs à fibres optiques répartis

Au sein d'une fibre optique, la lumière subit plusieurs types de diffusions élastiques et inélastiques. L'analyse de la lumière rétrodiffusée permet de déterminer certains paramètres environnementaux auxquels est soumise la fibre optique, en tout point. La fibre est donc continûment sensible.

Il existe trois grandes familles de CFO répartis basées sur les trois modes de diffusion possibles :

- Diffusion Brillouin : il s'agit d'un mécanisme de diffusion inélastique causé par l'interaction de la lumière avec des phonons acoustiques se propageant dans la fibre.
Le décalage fréquentiel de l'onde rétrodiffusée dépend de l'état thermique et mécanique de la fibre à une position donnée.

- Diffusion Raman : processus de diffusion inélastique causé par l'interaction entre la lumière et les molécules de la fibre ; la diffusion Raman permet de réaliser des mesures réparties en température. Le rapport entre les composantes stokes et antistokes dépend de la température de la fibre.
- Diffusion Rayleigh : il s'agit d'une diffusion élastique causée par l'interaction de la lumière avec l'ensemble des défauts présents dans la fibre (hétérogénéité d'indice, des paramètres opto-géométriques). La mesure de paramètres physiques (température et déformation) le long de la fibre se fait par comparaison entre deux profils de fréquences rétrodiffusées pour deux états différents de la fibre.

Il existe deux modes d'acquisition possibles de la rétrodiffusion :

- OTDR (*Optical Time Domaine Reflectometer*) dont la corrélation des points de mesure se fait par le temps de vol des photons rétrodiffusés.
- OFDR (*Optical Frequency Domaine Reflectometer*) dont la corrélation des points de mesure se fait par transformée de Fourier de la rétrodiffusion d'un signal injecté modulé en fréquence.

Le type de rétrodiffusion détermine les performances métrologiques des capteurs telles que la résolution spatiale (soit la longueur minimum d'une unité de mesure), la portée (c'està-dire la longueur maximale de fibre sensible) ainsi que la sensibilité, la résolution et la cadence d'acquisition.



Figure 36 : Composantes de la lumière diffusée dans une fibre optique

2. <u>Comparaison avec les réseaux de Bragg</u>

		Résolution spatiale	Multiplexage	Déport	Fréquence
Distribués	Bragg	mm	10 - 1000	>100 km	> kHz
	Fabry-Pérot	< 1 mm	1	>100 km	> kHz
Répartis	Brillouin	1 m		>20 km	
	Raman	1 m		>20 km	
	Rayleigh	$\approx 1 \text{ mm}$		2 km	< Hz

B. <u>Application dans le domaine des hautes températures d'un</u> <u>système de détection OFDR par rétrodiffusion Rayleigh</u>

1. <u>Système de détection OFDR par rétrodiffusion Rayleigh</u>

a) Contexte

Cette application se déroule dans le contexte de la recherche sur l'instrumentation dédiée aux futures centrales nucléaires de génération IV à neutrons rapides et fluide caloporteur sodium, ou RNR-Na.

Nous avons proposé une méthode de détection optique pour la surveillance des canalisations de sodium du circuit secondaire et la localisation rapide d'une fuite de sodium liquide.

Il existe plusieurs solutions pour détecter une fuite de sodium liquide.

La première solution se base sur la conductivité électrique du sodium. Lors d'une fuite, le sodium s'écoulant sur la paroi de la tuyauterie vient faire contact entre deux câbles électriques préalablement disposés le long de la tuyauterie, le court-circuit déclenche l'alarme. Cette solution a l'avantage de la simplicité, mais elle présente un taux d'erreur important et une faible résolution spatiale.

La seconde solution consiste à détecter l'élévation de température produite par la combustion du calorifuge de la canalisation lors du contact avec le sodium liquide. Le système de détection doit répondre à la double contrainte de la tenue en température (≈ 500 °C en continu, en l'occurrence la température typique du sodium liquide circulant dans les canalisations de refroidissement de la cuve du réacteur) et la détection d'accidents ou fuite de sodium de type « points chauds », nécessairement localisés spatialement.

b) Choix du système

L'objectif est de détecter rapidement un écoulement de sodium liquide sans connaissance à priori de la zone de fuite. Le choix de la technologie doit reposer sur les meilleures résolutions spatiales et résolutions en température possibles.

Les capteurs fibres optiques à réseaux de Bragg offrent une bonne résolution en température ainsi qu'une bonne résolution spatiale mais restent limités à la surveillance de zones restreintes.

Les capteurs fibres optiques par rétrodiffusion Raman sont indiqués pour la surveillance de structures tout le long de la fibre mais la trop faible résolution spatiale engendre un lissage des points chauds sur 25 cm voir 1 m et donc une dégradation du temps de réponse [69, 70].

La rétrodiffusion Rayleigh offre une excellente résolution tant au niveau spatial qu'en température, sa limite de portée entre 70 m et 2 km n'est pas un problème pour la surveillance d'une canalisation.

L'OFDR par rétrodiffusion Rayleigh est donc le choix technologique le plus équilibré pour la détection de fuite [71].

c) Le système

La rétrodiffusion Rayleigh peut être comprise, en considérant la fibre optique et ses hétérogénéités d'indice, comme s'apparentant à un réseau de Bragg infiniment long dont le motif serait formé par l'ensemble des défauts présents dans la fibre dès son fibrage et dont le pas serait de quelques microns.



Figure 37 : Rétrodiffusions Rayleigh au sein d'une fibre monomode.

Le profil OFDR d'un signal de rétrodiffusion Rayleigh constitue donc l'empreinte d'une fibre à un instant *t*. Lors de l'acquisition d'un second signal OFDR d'une même fibre dans un état différent, l'empreinte sera modifiée par les contraintes thermiques et par les déformations mécaniques subies par la fibre. La comparaison entre les deux empreintes permet (*via* un algorithme spécifique) de déterminer l'évolution de la température et des déformations vues par la fibre entre l'état initial et la seconde mesure. Il s'agit donc d'une mesure comparative et non nécessairement absolue, fortement dépendante de la fiabilité thermique et mécanique de la fibre.

Dans le cas de la surveillance de structure, on effectue un profil de référence de la fibre dans un état connu, puis on compare l'ensemble des profils acquis au cours de la surveillance au profil de référence afin de déterminer l'évolution de cette structure au cours du temps.

Nous avons utilisé un système OFDR par rétrodiffusion Rayleigh commercial développé par LUNA®.

2. <u>Détection de fuite de sodium liquide</u>

a) Protocole

La température visée pour la maquette (550°C) nous a amené à sélectionner une fibre optique monomode gainée or sur une épaisseur de 30 µm et résistant à une température de 700 °C. La maquette est constituée d'une canalisation de 80 cm de diamètre sur deux mètres de

long recouverte d'un calorifuge en laine de roche, équipée d'un système pour initier et contrôler une fuite sur le dessus de la canalisation.

Une fuite de sodium d'un débit de 5 cm³/min a été déclenchée sur une durée de 24 h. La fibre a été disposée à la façon d'une mèche (l'extrémité de la fibre au plus près du point de fuite) afin de poursuivre les mesures de rétrodiffusion Rayleigh en cas de destruction partielle de la fibre lors du contact avec le sodium liquide.

L'acquisition du profil OFDR a été réalisée en continu à raison d'une mesure toutes les 20 s.

L'expérience a été réalisée au CEA de Cadarache sous la supervision de l'équipe du laboratoire DTN/STCP/LIET sur l'installation FUTUNA.



Figure 38 : Schéma du positionnement d'une fibre optique continûment sensible sur une maquette de canalisation de sodium liquide équipée d'un système de contrôle de fuite.

b) Résultats

Lors de la fuite, le sodium liquide entre en contact avec le calorifuge et l'oxygène de l'air ce qui entraîne une réaction de combustion provoquant une élévation de température sur le front de la coulée de sodium. Le calorifuge joue le rôle d'une éponge et permet la diffusion radiale du sodium liquide ce qui limite son écoulement sur la surface de la canalisation.

Le sodium liquide n'est entré en contact avec la partie de la fibre la plus proche du point de fuite, section 4 à moins de 20 cm (Figure 38), qu'au bout d'une demi-heure, ce qui a entraîné une rupture immédiate de la fibre. La section 4 de la fibre située à 28 cm du point de

fuite n'a été atteinte qu'au bout de 2 h 38 min et la section 3, distante de 35 cm, n'a jamais été atteinte au cours des 24 heures qu'ont duré l'expérience.



Figure 39 : Profils OTDR de la fibre disposée sur la maquette de fuite de sodium liquide. En rouge le profil de référence réalisé avant la fuite de sodium, en bleu un profil réalisé durant l'expérience.



Figure 40 : Suivi du profil de température le long d'une fibre continûment sensible disposée sur une canalisation pour la détection de fuite de sodium liquide.

La mesure par une fibre continûment sensible nous renseigne sur le profil de température tout le long de la fibre sur toute la durée de l'expérience. Par ailleurs, de par la nature différentielle de la mesure, le choix du profil de température référant est choisi de manière arbitraire de façon à s'affranchir des gradients thermiques le long de la structure à surveiller. La très bonne résolution spatiale et thermique permet la détection de points chauds par simple détection de pics possible sur d'importants gradients de température ce qui n'est pas possible avec l'utilisation de la rétrodiffusion Raman.

La détection de la fuite est donc réalisée de manière fiable par la signature caractéristique d'un point chaud sans contact avec la fibre prévenant les fausses alertes entraînant des arrêts de l'installation et une manutention inutile.



Figure 41 : Photographie de la maquette de la canalisation de sodium liquide après l'expérience de fuite. On peut observer la formation d'une croûte sur le dessus, résidus du calorifuge consumé par le sodium liquide.

3. <u>Optimisation de la détection de fuite</u>

a) Protocole du test d'optimisation

La simple détection de points chauds ne suffit pas à valider le système de détection de fuite. Pour détecter une fuite en un point quelconque de la canalisation, il est nécessaire d'enrouler la fibre tout le long de la canalisation par exemple en hélice circulaire de pas égal à la distance entre deux boucles formées par la fibre. La portée limite de l'instrumentation OFDR-Rayleigh impose un pas optimum pour la disposition de la fibre. Le pas doit être suffisamment faible pour détecter une fuite en un temps inférieur à celui défini par le cahier des charges et suffisamment grand pour couvrir l'ensemble de la canalisation. Des expériences complémentaires sont donc nécessaires pour optimiser le rapport distance du point de fuite – temps de détection.

Nous avons proposé un protocole utilisant une fibre gainée cuivre protégée par un flexible inox. La fibre a été disposée en segments droits, parallèles à l'axe de la canalisation situés à différentes distances autour du point de fuite (entre 35 mm et 280 mm de distance par pas de 35 mm). Cette disposition permet le suivi de la fuite par la mesure de la température tout le long de la fibre en fonction de la distance point de fuite – fibre.



Figure 42 : Disposition de la fibre continûment sensible sur la maquette de fuite sodium

Lors d'une seconde expérience menée afin de caractériser cette topologie de routage, les paramètres de fuite étaient légèrement différents : la température de la maquette a été abaissée à 350°C et le débit de sodium a été réduit à 1 cm³/min.

b) Résultats

Cette expérience complémentaire nous a permis de suivre l'évolution de la fuite de sodium, par la mesure de la montée de température le long de la fibre. Nous avons ensuite reconstruit le profil de température le long de la fibre sur la surface de la canalisation et déduit le profil de température en fonction de la distance au point de fuite.



Figure 43 : Mesure de la température à la surface d'une canalisation par une fibre continûment sensible lors d'une fuite de sodium liquide à quatre instants différents. Colonne de gauche : mesure de la variation de température le long de la fibre. Colonne du centre : cartographie de la variation de température à la surface de la canalisation (en °C). Colonne de droite : profil radial de la variation de température centré sur le point de fuite.

Il est donc possible de suivre le front d'avancée du sodium en suivant l'évolution de la température et de trianguler le point de fuite d'après le profil de température. Par ailleurs, lors de cette expérience, le sodium ne s'est écoulé que sur une distance maximale de 110 mm sur une heure environ et nous avons mesuré des montées de températures supérieures à un seuil

de détection fixé à 20°C à 340 mm de distance du point de fuite, ce qui confirme la capacité de détection de point chaud à distance.

On peut alors tracer la distance de détection de la fuite en fonction du temps écoulé pour un seuil de température donné. Ce tracé permet d'évaluer un rapport optimal temps de détection sur distance maximale à la fuite et ainsi d'estimer un pas d'hélice optimal. La fibre étant disposée par segments à des distances discrètes de part et d'autre du point de fuite, on observe des discontinuités importantes dues essentiellement à l'écoulement non homogène du sodium sur la canalisation. Afin de s'affranchir de cette limitation, nous pouvons considérer une seule direction de l'écoulement en mesurant la température sur un unique côté de la canalisation. Cette vue partielle de l'écoulement permet de rétablir une meilleure continuité de la mesure de la distance maximale au point de fuite dont la température est au-dessus de la température seuil définie ci-dessus à 20°C.



Figure 44 : Distance au point de fuite en fonction du temps de détection pour un seuil de détection fixé à 20°C

En considérant un temps de détection de fuite défini comme inférieur à 15 minutes par un mode de détection de type point chaud supérieur à une valeur seuil fixée à une élévation de 20 °C, le pas peut être fixé à une valeur de 2*200 = 400 mm. Dans de telles conditions, la longueur de canalisation instrumentée par 100 m de fibre est de :

$$l = \frac{100}{2\pi\sqrt{R^2 + \left(\frac{p}{2\pi}\right)^2}} \approx 39,3 \,m$$
 IV-1

Avec *R* le rayon de la canalisation et *p* le pas de l'hélice.

C. <u>Discussion</u>

Cette méthode de détection par OFDR-Rayleigh s'est montrée concluante pour la détection d'un accident de type point chaud dans un environnement haute température. Nous avons montré qu'il était possible de détecter une fuite de sodium de seulement 1 cm³/min en moins de 15 minutes grâce à une fibre continûment sensible distante de 200 mm du point de fuite. Il est donc envisageable de détecter une fuite de sodium liquide en disposant une fibre autour de la canalisation en hélice cylindrique avec un pas de 400 mm. Cette expérience reste néanmoins incomplète par l'invariance de la position du point de fuite, située au sommet de la canalisation favorisant ainsi l'écoulement du sodium à la surface de la canalisation.

Outre le bémol de type expérimental, de nombreux problèmes nous sont apparus :

Premièrement, les caractéristiques techniques de l'appareil utilisé (OFDR LUNA®) nous limitent tant en terme de temps de réponse (acquisition et traitement d'environ 40 s), qu'en longueur de fibre utile (70 m, afin de garantir une résolution spatiale suffisante pour la détection de points chauds). La portée de l'instrumentation OFDR limite d'autant plus la longueur de canalisation instrumentée. Cette limite peut être levée par une extension de la portée de l'instrumentation de la résolution spatiale aura des répercussions sur le temps de réponse lors d'une fuite de la canalisation.

Deuxièmement, les effets conjoints, non discriminables, des déformations et de la température ainsi que les effets du vieillissement de l'ensemble de la structure de la fibre ont un impact important sur la mesure, faussant la mesure de température de manière significative et de manière non linéaire (de quelques degrés à plusieurs dizaines de degrés). Ces effets peuvent être néanmoins compensés par un étalonnage de la fibre en condition normale d'utilisation.

Troisièmement, l'utilisation de fibre regainée métal tel que l'or ou le cuivre à des températures supérieures à 150 °C entraîne des effets non élastiques sur la fibre, changeant de manière irréversible son empreinte OFDR. Il n'est alors pas possible d'effectuer de mesure fiable en prenant comme référence le profil OFDR à température ambiante. Ce problème montre combien la notion de température seuil est inefficace dans les situations décrites cidessus, c'est donc l'algorithme de détection de type point chaud qui permet la détection d'événements de type accident.

L'OFDR par rétrodiffusion Rayleigh a donc été validé pour la détection de fuite de sodium liquide. Si de nombreux points limitent encore son utilisation, nous avons proposé des solutions pour palier à ces manques. L'étalonnage en température de la fibre continûment sensible demeure critique ; l'utilisation de réseaux de Bragg stabilisés aux hautes températures permettrait un référencement en continu de la température en quelques points le long de la fibre de détection.

Table des figures

Figure 1 : Structure géométrique et profil radial d'indice de réfraction d'une fibre optique dite
à saut d'indice
Figure 2 : Propagation de rayons lumineux dans une fibre optique
Figure 3 : Fibre microstructurée, (cœur creux ou Hollow Core) à défaut creux composée d'une
matrice en silice et d'inclusions d'air dont le diamètre du trou d'air central est d'environ 10
μm. (Photo : Géraud Bouwmans – Université de Lille I – IRCICA/PHlam)
Figure 4 : Couplage du mode fondamental guidé et du mode fondamental contra-propagatif
induit par un réseau de Bragg inscrit dans une fibre monomode
Figure 5 : Mode de fonctionnement d'un réseau de Bragg en transmission et en réflexion 31
Figure 6 : Profil d'indice de réfraction d'un réseau de Bragg et son spectre en réflexion 31
Figure 7 : Profil de modulation d'indice et spectre en réflexion associé de différents réseaux
de Bragg à pas courts
Figure 8 : Couplage entre le mode fondamental guidé et un mode de gaine contra-propagatif
induit par un réseau de Bragg à pas court à traits inclinés inscrit dans une fibre monomode.
Spectre en transmission d'un réseau de Bragg à traits inclinés à 4°
Figure 9 : Décalages du spectre d'un réseau de Bragg à pas longs avec la température. Les
spectres ont été respectivement acquis (de gauche à droite) aux températures suivantes 22 °C,
50 °C, 74 °C, 101 °C, 127 °C et 150 °C. D'après [1]
Figure 10 : Couplage entre un mode guidé et un mode de gaine co-propagatif induit par un
Réseau de Bragg à pas long
Figure 11 : Diagramme énergétique des principaux défauts présents dans les fibres germano-
silicates d'après [5]
Figure 12 : Représentation de la formation des centres colorés dans les verres germano-
silicates. (a) Rupture de la liaison Ge-Si par l'absorption d'un photon, formation d'un centre
GeE' (b) centres $Ge(1)^{-}$ et $Ge(2)^{-}$, d'après [6]
Figure 13 : Evolution dans le temps de la variation d'indice d'une fibre exposée à un
rayonnement UV pour des fibres chargées en H2 traitées thermiquement à 1000 °C pendant
1 s, 4 s ou non traitée, d'après [10]
Figure 14 : Banc d'inscription des réseaux de Bragg développé par G.S. Kawasaki et al. [3] 39
Figure 15 : Méthode d'inscription holographique transverse des réseaux de Bragg proposée
par Meltz et al. [11]

Figure 16 : Montage d'inscription de lignes de réseaux de Bragg multiplexés sur tour de C.G.
Askin et al. [13]. (M : miroir, CL : lentille cylindrique, BS : séparatrice)
Figure 17 : Relation expérimentale entre la densité et l'indice de réfraction (à $\lambda = 589,3$ nm)
du verre de silice pure. La pente calculée par régression linéaire est de 0,195. D'après [18] . 42
Figure 18 : Inscription d'un réseau de type In par un laser excimère KrF émettant des
impulsions de 10 ns de 12 mJ à 200 Hz à 248 nm dans une fibre co-dopée B-Ge, d'après [20].
Figure 19 : Recuit thermique d'un réseau de type In d'après [21]44
Figure 20 : Recuit thermique de réseaux de Bragg de type II inscrits par une impulsion laser
de 20 ns à 248 nm supérieure à 40 mJ, d'après [22]
Figure 21 : Spectre en réflexion et en transmission d'un réseau de Bragg de type II d'après
[22]
Figure 22 : Représentation schématique du vieillissement de l'indice de réfraction par
l'excitation thermique des électrons piégés [25]
Figure 23 : Courbe maître de vieillissement pour un réseau de Bragg saturé inscrit dans une
fibre hydrogénée (d'après Kannan et al.)[26]
Figure 24 : Schéma de principe d'un laser FDML, d'après [32]56
Figure 25 : Diagramme fonctionnel d'un système d'acquisition haute cadence pour capteur de
Bragg. D'après [33]
Figure 26 : Photographie du câblage des 466 gauges de contraintes (à gauche) et système de
mesure optique des 3000 réseaux de Bragg (à droite) lors de la mesure de la déformation sur
un prototype d'aile d'avion, d'après [34]58
Figure 27 : Stabilité en température de deux réseaux de Type II inscrits par masque de phase
par impulsion femtoseconde, l'un dans une fibre SMF-28 non traitée, l'autre dans une fibre
SMF-28 recuite à 800 °C, d'après [37]60
Figure 28 : Schéma de principe du réacteur ASTRID
Figure 29 : Schéma du divertor prévu sur ITER (à gauche, d'après [51]), schéma du PFU
prévu sur WEST (à droite)
Figure 30 : Illustration de l'utilisation des réseaux de Bragg régénérés pour l'optimisation
d'un processus industriel. (a) Gradient de température au sein de la paroi d'une préforme de
fibrage, obtenue suivant le modèle des éléments finis. (b) Photographie du procédé de
fabrication d'une préforme par MCVD, d'après [52]
Figure 31 : Coefficient thermo-optique d'une fibre SMF en fonction de la température. Les
valeurs ont été calculées d'après des mesures des longueurs d'ondes de Bragg de différents

réseaux entre 20 K et 300 K et de la valeur du coefficient thermo-élastique tirées d'abaques
[54] (d'après [55])65
Figure 32 : Comparaison entre le coefficient thermo-optique de la silice et les coefficients
d'expansion thermique de l'aluminium et du PMMA (à gauche, d'après [56]) et expansion
thermique de différents matériaux (à droite, d'après [60])66
Figure 33 : Exemples de fibre amplifiée, (a) et (b) par un dépôt de zinc (d'après [59]), (c) par
un collage entre deux substrats de téflon (d'après [57])
Figure 34 : Mesure de l'atténuation induite à 1310 nm dans une fibre Corning SMF-28 en
fonction de la dose et pour différents débits de dose (d'après [61]) et à température ambiante.
Figure 35 : Evolution de l'atténuation induite en fonction de la température de recuit selon un
protocole isochrone (d'après [65])69
Figure 36 : Composantes de la lumière diffusée dans une fibre optique
Figure 37 : Rétrodiffusions Rayleigh au sein d'une fibre monomode
Figure 38 : Schéma du positionnement d'une fibre optique continûment sensible sur une
maquette de canalisation de sodium liquide équipée d'un système de contrôle de fuite76
Figure 39 : Profils OTDR de la fibre disposée sur la maquette de fuite de sodium liquide. En
rouge le profil de référence réalisé avant la fuite de sodium, en bleu un profil réalisé durant
l'expérience77
Figure 40 : Suivi du profil de température le long d'une fibre continûment sensible disposée
sur une canalisation pour la détection de fuite de sodium liquide
Figure 41 : Photographie de la maquette de la canalisation de sodium liquide après
l'expérience de fuite. On peut observer la formation d'une croûte sur le dessus, résidus du
calorifuge consumé par le sodium liquide79
Figure 42 : Disposition de la fibre continûment sensible sur la maquette de fuite sodium 80
Figure 43 : Mesure de la température à la surface d'une canalisation par une fibre continûment
sensible lors d'une fuite de sodium liquide à quatre instants différents. Colonne de gauche :
mesure de la variation de température le long de la fibre. Colonne du centre : cartographie de
la variation de température à la surface de la canalisation (en °C). Colonne de droite : profil
radial de la variation de température centré sur le point de fuite
Figure 44 : Distance au point de fuite en fonction du temps de détection pour un seuil de
détection fixé à 20°C

Références

- 1. Bhatia, V., *Applications of long-period gratings to single andmulti-parameter sensing.* Optics Express, 1999. **4**(11): p. 457-466.
- 2. Hill, K.O., et al., *Photosensitivity in optical fiber waveguides: Application to reflection filter fabrication.* Applied Physics Letters, 1978. **32**(10): p. 647-649.
- 3. Kawasaki, B.S., et al., *Narrow-band Bragg reflectors in optical fibers.* Optics Letters, 1978. **3**(2): p. 66-68.
- 4. Lam, D.K.W. and B.K. Garside, *Characterization of single-mode optical fiber filters.* Applied Optics, 1981. **20**(3): p. 440-445.
- 5. Carrier, J., Écriture de réseau de Bragg par laser femtoseconde à 400 nm, in Département de physique, génie physique et d'optique2013, Université de Laval, Québec. p. 151.
- 6. Wikszak, E., Inscription of fiber Bragg gratings in non-photosensitive and rare-earth doped fibers applying ultrafast lasers, 2009.
- 7. Hand, D.P. and P.S.J. Russell, *Photoinduced refractive-index changes in germanosilicate fibers.* Optics Letters, 1990. **15**(2): p. 102-104.
- 8. Dong, L., et al., *Photoinduced absorption change in germanosilicate preforms: evidence for the color-center model of photosensitivity.* Applied Optics, 1995. **34**(18): p. 3436-3440.
- 9. Lemaire, P.J., et al., *High pressure H₂ loading as a technique for achieving ultrahigh UV photosensitivity and thermal sensitivity in GeO₂ doped optical fibres.* Electronics Letters, 1993. **29**(13): p. 1191-1193.
- 10. Fokine, M. and W. Margulis, *Large increase in photosensitivity through massive hydroxyl formation*. Optics Letters, 2000. **25**(5): p. 302-304.
- 11. Meltz, G., W.W. Morey, and W.H. Glenn, *Formation of Bragg gratings in optical fibers by a transverse holographic method.* Optics Letters, 1989. **14**(15): p. 823-825.
- 12. Hill, K.O., et al., *Bragg gratings fabricated in monomode photosensitive optical fiber by UV exposure through a phase mask.* Applied Physics Letters, 1993. **62**(10): p. 1035-1037.
- 13. Askins, C.G., et al., *Stepped-wavelength optical-fiber Bragg grating arrays fabricated in line on a draw tower.* Optics Letters, 1994. **19**(2): p. 147-149.
- 14. Xie, W.X., et al., *Experimental evidence of two types of photorefractive effects occuring during photoinscriptions of Bragg gratings within germanosilicate fibres.* Optics Communications, 1993. **104**(1–3): p. 185-195.
- 15. Canning, J., *Fibre gratings and devices for sensors and lasers.* Laser & Photonics Reviews, 2008. **2**(4): p. 275-289.
- 16. Wootton, A., B. Thomas, and P. Harrowell, *Radiation-induced densification in amorphous silica: A computer simulation study.* The Journal of Chemical Physics, 2001. **115**(7): p. 3336-3341.
- 17. Deschamps, T., et al., *Elastic Moduli of Permanently Densified Silica Glasses.* Sci. Rep., 2014. **4**.
- Tan, C.Z., J. Arndt, and H.S. Xie, *Optical properties of densified silica glasses*. Physica B: Condensed Matter, 1998. 252(1–2): p. 28-33.

- 19. Ky, N.H., et al., UV-irradiation induced stress and index changes during the growth of type-I and type-IIA fiber gratings. Optics Communications, 2003. **225**(4–6): p. 313-318.
- 20. Pal, S., Characterization of thermal (in)stability and temperature-dependence of type-I and type-IIA Bragg gratings written in B–Ge co-doped fiber. Optics Communications, 2006. **262**(1): p. 68-76.
- 21. Groothoff, N. and J. Canning, *Enhanced type IIA gratings for high-temperature operation.* Optics Letters, 2004. **29**(20): p. 2360-2362.
- 22. Archambault, J.L., L. Reekie, and P.S.J. Russell *100% reflectivity Bragg reflectors produced in optical fibres by single excimer laser pulses*. Electronics Letters, 1993. **29**, 453-455.
- 23. Flockhart, G.M.H., et al., *Quadratic behavior of fiber Bragg grating temperature coefficients*. Applied Optics, 2004. **43**(13): p. 2744-2751.
- 24. Baker, S.R., et al., *Thermal decay of fiber Bragg gratings written in boron and germanium codoped silica fiber.* Lightwave Technology, Journal of, 1997. **15**(8): p. 1470-1477.
- 25. Yao, B.C., et al., *Graphene Bragg gratings on microfiber*. Optics Express, 2014. **22**(20): p. 23829-23835.
- 26. Huang, H., et al., *Femtosecond fiber laser welding of dissimilar metals.* Applied Optics, 2014. **53**(28): p. 6569-6578.
- 27. Williams, D.L. and R.P. Smith Accelerated lifetime tests on UV written intra-core gratings in boron germania codoped silica fibre. Electronics Letters, 1995. **31**, 2120-2121.
- 28. Erdogan, T., et al., *Decay of ultraviolet-induced fiber Bragg gratings*. Journal of Applied Physics, 1994. **76**(1): p. 73-80.
- 29. Åslund, M. and J. Canning, Annealing properties of gratings written into UVpresensitized hydrogen-outdiffused optical fiber. Optics Letters, 2000. **25**(10): p. 692-694.
- 30. Guan, B.-O., et al., *Highly stable fiber Bragg gratings written in hydrogen-loaded fiber.* leee Photonics Technology Letters, 2000.
- 31. Butov, O.V., K.M. Golant, and I.V. Nikolin *Ultra-thermo-resistant Bragg gratings* written in nitrogen-doped silica fibres. Electronics Letters, 2002. **38**, 523-525.
- 32. Huber, R., M. Wojtkowski, and J.G. Fujimoto, *Fourier Domain Mode Locking (FDML): A new laser operating regime and applications for optical coherence tomography.* Optics Express, 2006. **14**(8): p. 3225-3237.
- 33. Ben Abdallah, M.A., et al. *High-speed tunable FDML laser, interfaced to a continuous FPGA acquisition system, for FBG accelerometer interrogation*. in *SENSORS, 2014 IEEE*. 2014.
- 34. Childers, B.A., et al. *Use of 3000 Bragg grating strain sensors distributed on four 8-m optical fibers during static load tests of a composite structure*. 2001.
- 35. Mihailov, S.J., et al., *Fiber Bragg gratings made with a phase mask and 800-nm femtosecond radiation.* Opt. Lett., 2003. **28**(12): p. 995-997.
- 36. Grobnic, D., et al., *Long-term thermal stability tests at 1000 °C of silica fibre Bragg gratings made with ultrafast laser radiation.* Measurement Science and Technology, 2006. **17**(5): p. 1009.
- 37. Li, Y., et al., *Fiber Bragg gratings with enhanced thermal stability by residual stress relaxation.* Opt. Express, 2009. **17**(22): p. 19785-19790.

- 38. Matthias, B., et al., *Inscription and characterization of Bragg gratings in single-crystal sapphire optical fibres for high-temperature sensor applications.* Measurement Science and Technology, 2009. **20**(11): p. 115301.
- 39. Habisreuther, T., et al. *Long-term stable sapphire fiber Bragg grating sensors at* 1400°C. 2014.
- 40. Fokine, M., *Formation of thermally stable chemical composition gratings in optical fibers.* J. Opt. Soc. Am. B, 2002. **19**(8): p. 1759-1765.
- 41. Lindner, E., et al., *Thermal regenerated type IIa fiber Bragg gratings for ultra-high temperature operation.* Optics Communications, 2011. **284**(1): p. 183-185.
- 42. Cook, K., et al. *Regenerated femtosecond fibre Bragg gratings*. in *Third Asia Pacific Optical Sensors Conference*. 2012. Sydney, Australia: SPIE.
- 43. Lindner, E., et al. *Regenerated draw tower grating (DTG) temperature sensors*. 2011.
- 44. Chen, T., et al., *Regenerated gratings in air-hole microstructured fibers for hightemperature pressure sensing.* Opt. Lett., 2011. **36**(18): p. 3542-3544.
- 45. Laffont, G., R. Cotillard, and P. Ferdinand. *9000 hours-long high temperature annealing of regenerated fiber Bragg gratings*. 2013.
- 46. Canning, J., et al., *Extreme Silica Optical Fibre Gratings*, 2008, Molecular Diversity Preservation International.
- 47. Polz, L., et al. *Miniaturized total temperature probe based on fibre Bragg gratings*. 2014.
- 48. Willsch, M., et al. *Design of fiber optical high temperature sensors for gas turbine monitoring*. 2009.
- 49. Laffont, G., et al. Regenerated Fiber Bragg Grating sensors for high temperature monitoring in Sodium-cooled Fast Reactor. in Int. Conf. on Fast Reactors ans Related Fuel Cycles, Safe Techn. and Sustainables Scenarios (FR13), Paris. 2013.
- 50. Laffont, G. *Challenging Applications for Regenerated FBGs: Focus on Temperature Sensing*. in *Advanced Photonics*. 2014. Barcelona: Optical Society of America.
- 51. Hirai, T., et al., *ITER full tungsten divertor qualification program and progress*. Physica Scripta, 2014. **2014**(T159): p. 014006.
- 52. Åslund, M.L., et al., *Mapping the thermal distribution within a silica preform tube using regenerated fibre Bragg gratings.* International Journal of Heat and Mass Transfer, 2012. **55**(11–12): p. 3288-3294.
- 53. Latka, I., et al. *Fiber optic sensors for the monitoring of cryogenic spacecraft tank structures.* 2004. Ottawa, Canada: SPIE.
- 54. Moulder, J. and J. Hust, *Compatibility of Materials with Cryogens*. Materials at low temperatures, 1983.
- 55. Rajinikumar, R., et al., *Design parameter evaluation of a metal recoated Fiber Bragg Grating sensors for measurement of cryogenic temperature or stress in superconducting devices.* Cryogenics, 2009. **49**(5): p. 202-209.
- 56. Gupta, S., et al., *Fiber Bragg grating cryogenic temperature sensors*. Appl. Opt., 1996. **35**(25): p. 5202-5205.
- 57. Toru, M., T. Hiroaki, and K. Hideo, *High-sensitivity cryogenic fibre-Bragg-grating temperature sensors using Teflon substrates.* Measurement Science and Technology, 2001. **12**(7): p. 914.
- 58. Habisreuther, T., et al., ORMOCER Coated Fiber-Optic Bragg Grating Sensors at Cryogenic Temperatures. Sensors Journal, IEEE, 2012. **12**(1): p. 13-16.

- 59. Lupi, C., et al., *Metal coating for enhancing the sensitivity of fibre Bragg grating sensors at cryogenic temperature.* Smart Materials and Structures, 2005. **14**(6): p. N71.
- 60. Rajini-Kumar, R., et al., *Performance evaluation of metal-coated fiber Bragg grating sensors for sensing cryogenic temperature.* Cryogenics, 2008. **48**(3–4): p. 142-147.
- 61. Van Uffelen, M., Modelisation de systemes d'acquisition et de transmission a fibres optiques destines a fonctionner en environnement nuclaire, 2001.
- 62. Friebele, E., *Optical fiber waveguides in radiation environments.* Optical Engineering, 1979. **18**(6): p. 186552-186552-.
- 63. Nakasuji, M., et al., *Radiation resistant characteristics of optical fibers*. 1983.
- 64. Henschel, H. and O. Kohn, *Regeneration of irradiated optical fibres by photobleaching*? Nuclear Science, IEEE Transactions on, 2000. **47**(3): p. 699-704.
- 65. Brichard, B., S. Ierschot, and C. Hendrickx. *On the use of photobleaching and thermal annealing to recover the optical transmission in irradiated pure silica fibres*. in *Proc. 9th Eur. Conf. Radiation and Its Effects on Compon. Syst.* 2007.
- 66. Brichard, B., et al., *Radiation effect in silica optical fiber exposed to intense mixed neutron-gamma radiation field.* IEEE Transactions on Nuclear Science, 2001. **48**(6): p. 2069-2073.
- 67. Perry, M., P. Niewczas, and M. Johnston, *Effects of Neutron-Gamma Radiation on Fiber Bragg Grating Sensors: A Review.* Sensors Journal, IEEE, 2012. **12**(11): p. 3248-3257.
- 68. Maier, R.R.J., et al. *Fiber Bragg gratings of type I in SMF-28 and B/Ge fibre and type IIA B/Ge fibre under gamma radiation up to 0.54 MGy.* 2005.
- 69. Jensen, F., et al., *Development of a distributed monitoring system for temperature and coolant leakage.* the next paper in this publication, 1996.
- 70. Pandian, C., et al. Raman distributed sensor system for temperature monitoring and leak detection in sodium circuits of FBR. in Advancements in Nuclear Instrumentation Measurement Methods and their Applications (ANIMMA), 2009 First International Conference on. 2009.
- 71. Sang, A.K., et al. One centimeter spatial resolution temperature measurements in a nuclear reactor using Rayleigh scatter in optical fiber. 2007.

Chapitre II : Stabilisation en température d'un réseau de Bragg standard : méthode dite de régénération

I. <u>Descriptif de la méthode de régénération</u>

A. Les réseaux chimiques

1. <u>Historique</u>

La méthode dite de régénération a d'abord été découverte en 2002 par M. Fokine. Il a parlé alors de « réseau chimique » pour désigner les réseaux de Bragg stables en hautes températures qu'il a obtenu et étudié durant son travail de thèse [1]. M. Fokine présente une méthode de stabilisation en température des réseaux de Bragg pour des applications au-delà de 800°C. Dans sa thèse, il décrit un procédé dans lequel il chauffe un réseau de type I inscrit dans une fibre germano-silicate dopée fluor. En augmentant la température jusqu'à 1000 °C, la réflectivité du réseau décroît rapidement et le réseau disparait en 40 minutes environ. Un second réseau, qu'il nomme *Chemical Composition Grating* (CCG), croît jusqu'à 20% de la réflectivité du réseau initial. Le phénomène physique alors identifié est associé à la création et la diffusion de fluorure d'hydrogène (HF) au sein du cœur de la fibre. Le réseau obtenu est stable thermiquement jusqu'à des températures supérieures à 800 °C.



Figure 1 : Formation d'un Chemical Composition Grating (CCG) d'après M. Fokine[2]

2. <u>Hypothèses sur les origines du phénomène de régénération</u>

La méthode de régénération suit un protocole analogue : un réseau initiateur de type I, inscrit dans une fibre germano-silicate, est chauffé à une température avoisinant les 1000 °C. Le réseau initiateur s'efface jusqu'à disparaitre. Un nouveau réseau, appelé réseau régénéré, se forme en conservant les caractéristiques du réseau initiateur jusqu'à une valeur optimale de sa réflectivité.

Le phénomène physique sous-jacent n'est pas encore entièrement élucidé, cependant différentes hypothèses ont été émises :

a) L'hypothèse des réactions chimiques localisées

La première hypothèse est celle d'un mécanisme de type physico-chimique, soutenue initialement par M. Fokine à propos des *Chemical Composition Gratings* [2]. N'excluant pas des mécanismes liés à un changement de structure de la silice, M. Fokine attribue néanmoins la cause prépondérante de la formation d'un CCG à la combinaison de la réaction et de la diffusion d'espèces chimiques (dans son cas avec un rôle particulier attribué au fluor) au sein du cœur de la fibre.

En effet, lors de l'inscription par laser UV des réseaux de Bragg dans des fibres préalablement chargées en hydrogène (H₂), des groupes hydroxydes (OH) se forment dans le cœur de la fibre de manière localisée et périodique sous l'effet des radiations UV, reproduisant ainsi le même motif que le réseau. Lors du traitement thermique du réseau initiateur, les groupes OH créés précédemment réagissent avec le fluor contenu dans le cœur, formant du fluorure d'hydrogène (HF) et de l'eau moléculaire (H₂O). Ces espèces diffusent à leur tour dans le cœur de la fibre. Les groupes HF diffusent alors principalement des régions insolées par UV (à fort niveau d'indice de réfraction) vers des régions non insolées (à faible niveau d'indice de réfraction). L'indice de réfraction de la silice augmentant à mesure que la concentration en fluor diminue, il se produit des variations d'indice localisées sur le motif du réseau le long du cœur de la fibre. Nous sommes alors en présence d'une modulation d'indice ayant les mêmes caractéristiques que celle du réseau initiateur mais de nature différente et plus stable en température.



Figure 2 : Mesure de la distribution radiale de fluor pour (a) une fibre non traitée, (b) une fibre chauffée à 1000 °C pendant 10 minutes, (c) une fibre hydrogénée chauffée à 1000 °C pendant 1 seconde suivant la méthode de photosensibilisation par saturation d'ions hydroxyles et (d) une fibre chauffée à 1000 °C pendant 10 min, d'après [1].

b) L'hypothèse des changements de structure localisés

En 2008, J. Canning et son équipe propose une nouvelle hypothèse. S'appuyant sur des publications précédentes, montrant qu'il était possible d'obtenir des CCG sans fluor mais dans des fibres dopées erbium [3] puis dans des fibres germano-silicate, simplement chargées

en hydrogène [4], il suggère que le second réseau, issu du réseau initiateur, provient de changements de phase de la silice localisés au niveau du motif du réseau initiateur.

Pour argumenter sa théorie J. Canning se base sur deux expériences :

Lors de la première expérience [5], des réseaux sont régénérés sous contrainte. Les réseaux sont inscrits dans deux types de fibres germano-silicates : des fibres chargées en H₂ et des fibres non chargées en H₂. Une tension est alors appliquée à la fibre durant le processus de régénération. Seuls les réseaux inscrits sur les fibres chargées en H₂ régénèrent. De plus, il observe un décalage entre la longueur d'onde de Bragg du réseau initiateur et celle du réseau régénéré. La diffusion seule des espèces chimiques ne semble pas expliquer ce décalage en longueur d'onde de la raie de Bragg. D'autres mécanismes seraient en jeu, tels que des changements de phase induits par la température et des différentiels de contraintes localisés au niveau de l'interface cœur-gaine de la fibre.

Dans la deuxième expérience, les fibres dans lesquelles sont inscrits les réseaux ne sont plus chargées en hydrogène mais chargées en hélium [6, 7]. L'expérience montre que le rôle de l'H₂ n'est pas prépondérant mais qu'il peut être substitué par un gaz inerte. Ce ne serait donc pas la réactivité de l'hydrogène qui serait en cause mais la pression du gaz au sein de la silice et son effet sur la relaxation des contraintes à l'interface cœur-gaine.



Figure 3 : Régénération de fibre chargée, avant ou après inscription, en hydrogène ou en hélium, la réflectivité des réseaux est représentée par des points, la température par des lignes, d'après [8].

De ces deux expériences, J. Canning déduit d'une part que le rôle de l'hydrogène au sein de la fibre n'est pas prépondérant, et d'autre part, que la nature du phénomène physique de régénération n'est pas de nature chimique, mais est due à des changements au niveau de la structure de la silice. Il est en effet possible, à hautes températures, et sous de très fortes pressions, que la silice passe d'une phase vitreuse amorphe à une phase cristalline. Lors de l'augmentation de la température durant le procédé de régénération, la différence entre les coefficients d'expansion du cœur et de la gaine de la fibre peut induire, à l'interface cœurgaine, des pressions allant de 100 MPa (pour les parties non insolées de la fibre) à plus de 250 MPa [9] (pour les parties insolées).

Il en conclut que la régénération pourrait être due à un phénomène de cristallisation de la silice aux interfaces cœur-gaine irradiées par UV lors de l'inscription du réseau initiateur. Les conditions de pression et de température pourraient suggérer la formation d'une structure cristalline polymorphe de la silice telle que la cristobalite, pouvant cristalliser et persister dans un état métastable sous 1470 °C [10, 11]. La limite de tenue en températures des réseaux régénérés serait donc similaire aux réseaux de types II, c'est-à-dire à la température de transition vitreuse de la silice.

3. Etat de l'art de la régénération

a) Les protocoles utilisés

Bien qu'il soit communément admis que la régénération nécessite la chauffe d'un réseau de Bragg à une température proche de 1000 °C, les protocoles utilisés par les différentes équipes de recherche peuvent être répartis suivant deux catégories, les montées en température par paliers, et les montées par rampe.

(1) Les montées par paliers

M. Fokine décrit un protocole de régénération par paliers en deux étapes. Cette étape a été introduite pour favoriser la formation d'eau moléculaire [12, 13] au sein de la fibre qui, à son tour, favorise la diffusion de dopants le long de la fibre. Il est important de préciser que la fibre a néanmoins subi un traitement préalable de 24 h à 100 °C pour diffuser l'hydrogène présent dans la fibre.



Figure 4 : Impact de la température du palier intermédiaire sur la variation d'indice du réseau régénéré, d'après [1].

La température de ce palier a été estimée expérimentalement aux alentours de 700 °C pendant 24 minutes. Les réseaux subissent ensuite une montée en température à 1000 °C pendant 20 minutes durant lesquelles le réseau régénère.

(2) Montée par rampe de température

Les protocoles de montée en température par rampe sont réalisés suivant deux objectifs distincts, soit maximiser la régénération, les rampes sont alors faibles, soit réduire le temps de régénération, les rampes sont alors fortes. On trouve dans la littérature des exemples de régénération suivant des montées en températures par paliers isochrones de 15 minutes de 50 °C de l'ambiante à 1100 °C [14], ou des montées rapides à 850 °C en 40 minutes.



Figure 5 : Protocole de régénération par paliers isochrones de 50 °C à gauche [14], ou par montée rapide à 850 °C à droite [15].

Si toutefois le protocole thermique de la régénération n'est pas fixé et reste disparate entre les différentes équipes de recherche, il semble néanmoins que l'histoire thermique du réseau joue un rôle dans le procédé de régénération. Nous le détaillerons par la suite dans notre étude sur les paliers de température.

b) Différents réseaux régénérés

La stabilisation des réseaux aux hautes températures par régénération n'est pas limitée aux seuls réseaux inscrits dans des fibres dopées fluor. Comme nous l'avons vu, il est possible de régénérer des réseaux inscrits dans des fibres germano-silicates standard, de nombreuses études ont par ailleurs été menées sur les conditions d'inscriptions et de régénérations des réseaux dans l'optique de stabiliser une plus grande variété de réseaux.

(1) Selon le type de fibre

De précédentes publications ont ainsi montré qu'il était possible de régénérer des réseaux inscrits dans des fibres dopées aluminium ou étain [5] mais aussi erbium [3].

Par ailleurs, il a également été montré qu'il est possible de régénérer des réseaux inscrits dans des fibres hypersensibilisées par un dopage en germanium élevé sans hydrogénation préalable et avec un rendement important de la régénération [16, 17], autorisant la régénération des réseaux inscrits sur tour et présentant une faible réflectivité initiale [15]. Récemment, une équipe a également régénéré un réseau inscrit dans une fibre microstructurée pour une application capteur de pression sous haute température [18].



Figure 6 : Réponse d'un réseau de Bragg régénéré inscrit dans une fibre microstructurée « twin hole fiber » à une pression de 2400 psi à 800 °C, d'après [18].

(2) Selon le type d'inscription

Le type d'inscription d'un réseau de Bragg est un paramètre important concernant la facilité et le coût d'inscription ainsi que le comportement thermique du réseau et sa qualité spectrale.

E. Lindner et al. ont montré la possibilité de régénérer des réseaux de type In (IIa) dans des fibres fortement dopées en germanium (18 mol%), sans hydrogénation préalable et ainsi de stabiliser les réseaux à 1000 °C [19].

K. Cook et al. ont également démontré la possibilité de régénérer des réseaux de Bragg inscrits dans des fibres par impulsions femtosecondes [20]. Il s'agit de réseaux inscrits par masque de phase dans une fibre SMF-28, et une Sumitomo juste en dessous du seuil de dommage optique. Les fibres ont été hydrogénées avant l'inscription pendant trois jours, à 80 °C, sous 180 bars. Les rendements de la régénération ont été respectivement de 8 % et et 2,7 %.

B. <u>Protocole de régénération utilisé au laboratoire</u>

1. <u>Protocole</u>

a) Préparation des fibres

Les fibres utilisées lors d'expérimentation portant sur l'étude de la régénération et du comportement thermique des réseaux régénérés sont insolées au laboratoire. Nous utilisons principalement deux références de fibres :

- SMF-28^e, Corning®, gainée polyacrylate utilisée principalement lors d'expérimentation ne nécessitant pas de conditionnement particulier de la fibre ;
- SMT-1310H, OFS®, gainée polyamide utilisée principalement lors d'expérimentation nécessitant un conditionnement de la fibre.

Ces différentes fibres sont préparées de la même façon. Après avoir dénudé la fibre sur les sections à inscrire (mécaniquement pour les fibres SMF-28^e et chimiquement pour la SMT-1310H), nous chargeons les fibres en hydrogène, pendant au moins 2 semaines, dans des cannes d'hydrogénation, à des pressions comprises entre 100 bars et 150 bars à température ambiante.

Les réseaux de Bragg sont inscrits à l'aide d'un montage interférométrique utilisant un miroir de Lloyd éclairé par un laser FreD Innova 300, émettant 100 mW à 244 nm. Sauf cas particuliers, les réseaux de Bragg sont inscrits sur une longueur de 5 mm. Les temps d'inscription varient entre 30 min et 2 h suivant la réflectivité souhaitée pour le réseau de Bragg initiateur. Ce montage nous permet d'inscrire des réseaux de Bragg à différentes longueurs d'ondes de Bragg, ainsi que des réseaux dits « blasés » ou à traits inclinés. Dans le cas des réseaux régénérés, ce montage nous permet aisément de fabriquer des lignes de réseaux initiateurs multiplexés spectralement.

Pour économiser du temps d'inscription, des réseaux de Bragg commerciaux ont également été utilisés lors du développement de capteurs « hautes températures » pour des applications avec des partenaires industriels.



Figure 7 : Schéma du système interférométrique à miroir de Lloyd utilisé pour l'inscription des réseaux de Bragg, d'après G. Laffont[21]

b) Traitement thermique

Si le protocole de régénération reste globalement le même que celui de M. Fokine, chaque équipe de recherche a développé son propre protocole en se basant principalement sur des critères empiriques. Après une étude bibliographique, nous avons choisi de baser un protocole standard sur deux étapes.

Durant la première étape, nous effectuons un palier intermédiaire à T_{int} (typiquement 710 °C) d'une durée Δt_{int} de deux heures environ. Au début de la montée en température, la réflectivité baisse rapidement (typiquement une baisse d'environ 10 %) puis se stabilise.

Ensuite, nous effectuons un palier à $T_{rég}$ (environ 910 °C) d'une durée ($\Delta t_{rég}$) variable suivant les paramètres d'inscription (de quelques minutes à quelques heures). Lors de la montée en température, la réflectivité chute rapidement, et le réseau s'efface en quelques minutes. Le temps de régénération ainsi que son amplitude sont variables et peuvent aller de quelques minutes à plusieurs heures, et de quelques pourcent à plus de 50 %. La régénération est considérée terminée lorsque le pic de Bragg a atteint son niveau maximum de réflectivité.



Figure 8 : Protocole standard de régénération au laboratoire

2. <u>Matériel utilisé</u>

Le matériel utilisé lors des régénérations dépend essentiellement du type de capteur souhaité. En effet, les réseaux régénérés étant issus de réseaux initiateurs, déjà inscrits dans la fibre, les caractéristiques du capteur tels que :

- le multiplexage, soit le nombre de réseaux de Bragg par fibre optique,
- la topologie, c'est-à-dire la répartition spatiale des réseaux de Bragg le long de la fibre,
- le packaging, qui joue un rôle tant sur la protection mécanique que sur la grandeur mesurée par le capteur ainsi que sa sensibilité et son temps de réponse ;

dépendent du matériel et du procédé choisis pour effectuer la régénération.

a) Les fours

Nous avons à notre disposition différents types de fours :

- Des fours de calibration, (CTC-1200A, AMETEC®) qui permettent de régénérer des réseaux sur une faible longueur de fibre (< 5 cm). Ces fours permettent l'étude de la régénération et des paramètres dont elle dépend.
- Un four tubulaire horizontal, (TZF 12/38/850, Carbolite®) avec une longueur de chauffe de 800 mm possédant trois zones de chauffe indépendantes, d'une stabilité de

 \pm 5 °C à 900 °C sur une zone de 200 mm de long. Ce four permet la réalisation de lignes de réseaux de Bragg multiplexés plus longues ainsi que des capteurs fonctionnant en transmission.

Ces différents fours sont équipés de bundles de thermocouples de type N et de type S (allant jusqu'à 10 thermocouples par bundle) reliés à des centrales d'acquisition (34972A et 34970, Agilent®), elles-mêmes pilotées par ordinateur.

b) Les systèmes d'acquisition optique

De même, le choix des composants de la partie optique dépend du type d'expérimentation envisagé. Nous disposons de trois systèmes de mesure :

- Spectromètres Anritsu® [MS9770C et MS9740A], d'une résolution de 0,03 nm et une cadence d'acquisition d'un spectre toutes les 3 secondes. Ils sont éclairés par une source large bande ASE (*Amplified Spontaneous Emission*) sur les bandes télécoms Conventionnelle et Longue (C+L) [1525 nm 1610 nm].
- Une diode accordable en longueur d'onde TUNICS® T100S-HP générant un spectre plat sur [1440 nm – 1640 nm], couplée à un système d'acquisition CT-400, d'une résolution de 1 pm, d'une dynamique de 60 dB et d'une cadence d'acquisition d'un spectre toutes les 10 secondes.
- Une instrumentation propriétaire BraggLight® développée au laboratoire. Ce système permet la mesure des pics de Bragg à des fréquences au Khz avec une résolution au pm sur les bandes (C+L). Le BraggLight® est utilisé pour la détection de phénomènes rapides que ce soit lors de la régénération ou de l'exploitation des capteurs hautes températures.

C. <u>Régénération et étalonnage d'une ligne de 10 réseaux de</u> Bragg

1. <u>Dispositif</u>

L'objectif est de montrer la capacité de multiplexage des capteurs à réseaux de Bragg régénérés. Dix réseaux de Bragg de 5 mm ont été inscrits sur une fibre SMF-28^e suivant une topologie d'un réseau tous les 10 mm (de centre à centre) sur une zone de 95 mm le long de la

fibre optique. Chaque réseau a été inscrit pendant une durée de 2 h, à raison de 3 réseaux par jour et en replaçant la fibre en hydrogénation entre chaque journée d'inscription.

La ligne de réseaux a été placée dans le four tubulaire horizontal TZF 12/38/850 et 10 thermocouples de type N ont été répartis sur une zone centrale de 200 mm de longueur afin d'acquérir le profil de température du four en temps réel (cadence de 2 Hz environ).

2. <u>Régénération</u>

La ligne de réseaux a été régénérée suivant le protocole standard. Pour éviter les problèmes liés au profil du four, la ligne de réseaux a été disposée au centre, dans la zone la plus homogène en température. Il est intéressant de noter que, bien que la régénération des réseaux se soit faite de façon simultanée, il y a une grande disparité entre les niveaux de réflectivité atteints.

Les premiers résultats indiquent une dépendance entre le rendement de la régénération des réseaux et le profil de température du four, avec une différence de rendement de 20 % pour une variation de 3 °C seulement le long de la zone de chauffe. Bien que cette observation semble plaider pour l'existence d'une température seuil de régénération située au voisinage de 900°C, cette seule expérience n'est pas suffisante, et une étude plus approfondie sera présentée par la suite. De plus, les réseaux présentant la réflectivité la plus faible marquent une décroissance partielle après avoir atteint le maximum de réflectivité. L'influence possible de nombreux autres paramètres comme :

- le taux d'hydrogène au moment de l'inscription,
- les disparités d'atténuation des réseaux initiateurs difficiles à estimer par l'utilisation d'une source ASE et d'un spectromètre,

ne permettent pas d'établir un lien direct entre la température et le rendement de la régénération comme décrit partie III.B.



Figure 9 : Suivi de la régénération d'une ligne de 10 réseaux de Bragg (à droite), comparaison entre le taux de régénération et le profil de température au sein du four (à gauche).

3. <u>Etalonnage d'une ligne de réseaux</u>

Les lignes de capteurs de température à réseaux de Bragg régénérés sont étalonnées lors de la redescente à la température ambiante (T_{min}) du four qui suit un échelon de température spécifique (T_{max}) , typiquement $(T_{min} \approx 30^{\circ}C)$ et $(T_{max} \approx 800^{\circ}C)$. L'acquisition par le spectromètre des longueurs d'ondes de Bragg réfléchies par les réseaux et des températures mesurées par le bundle de thermocouples sont sauvegardées en continu sur ordinateur. L'objectif est de déterminer une loi d'étalonnage pour chaque réseau de Bragg par une régression polynomiale des valeurs de longueur d'onde de Bragg (λ_B) en fonction de la température (T_r) du réseau considéré (interpolée en fonction du profil du four mesuré en temps réel et de la position exacte du réseau sur ce profil).

Dans un premier temps, le profil de température du four est reconstruit grâce aux thermocouples, puis la température est interpolée sur chaque position de chaque réseau de Bragg. De même, les acquisitions de températures et des spectres n'étant pas synchronisées, la température est une nouvelle fois interpolée pour chaque acquisition de chaque spectre. Pour n réseaux on obtient les points de mesure suivants :

$$\forall i \in \llbracket 1; n \rrbracket, \forall t, (\lambda_{B_i}(t); T_{r_i}(t))$$
 I-1

Avec $(\lambda_{B_i}(t))$ la valeur de la longueur d'onde de Bragg et $(T_{r_i}(t))$ la valeur de la température du réseau (i) à l'instant (t).

Bien que ce tableau semble suffisant pour effectuer une régression polynomiale et obtenir la loi d'étalonnage pour chaque réseau, la non-linéarité de la cinétique de refroidissement d'un four fausse la régression par une surpopulation de points de mesure aux basses températures.

Afin d'équilibrer le nombre de points de mesure par unité de température, on réalise un traitement supplémentaire appelé « peigne en température ». La plage d'étalonnage $[T_{min}; T_{max}]$ est divisée en p segments ($[\Delta T_k]$) de taille (dT) appelée le « pas du peigne » contenant (N_k) points de mesure ($\lambda_{B_i}(t); T_{r_i}(t)$) (ex : la gamme [100 °C ; 800 °C] est divisée en 70 segments d'un pas de 10 °C). On calcule les valeurs moyennes des longueurs d'ondes de Bragg ($\overline{\lambda_{B_i}}$) et des températures ($\overline{T_{r_i}}$) pour chaque segment et pour chaque réseau. Pour l'étalonnage de n réseaux, sur une plage d'étalonnage contenant p segments, on a donc :

$$\forall i \in [[1; n]], \forall k \in [[1; p]],$$

$$\forall \left(\lambda_{B_i}(t); T_{r_i}(t)\right) / T_{r_i}(t) \in [\Delta T_k], \qquad \overline{T_{r_{ik}}} = \sum_{j=1}^{N_k} \frac{T_{r_{ij}}(t)}{N_k}; \overline{\lambda_{B_{ik}}} = \sum_{j=1}^{N_k} \frac{\lambda_{B_{ij}}(t)}{N_k} \qquad I-2$$

Chaque réseau est caractérisé par l'ensemble des points $(\overline{\lambda_{B_{ik}}}; \overline{T_{r_{ik}}})$. On effectue alors une régression polynomiale, généralement d'ordre 5, les coefficients définissent la loi d'étalonnage du réseau considéré.

Il faut toutefois noter que si la régression polynomiale d'ordre 5 apporte de bons résultats quant à l'étalonnage des réseaux, elle n'a cependant pas de sens physique. En effet, la relation entre la longueur d'onde de Bragg et la température est de nature quadratique. En conséquence, il faut veiller à ce que la plage de mesure du capteur reste dans la plage d'étalonnage. Il n'est pas possible d'extrapôler une mesure hors de cette plage par une résolution directe du polynôme compte tenu de la rapidité de variation d'un polynôme d'ordre 5 en dehors des limites en température imposées par le four. Cet étalonnage d'ordre 5 s'est avéré le mieux à même de prendre en compte toutes les fluctuations présentes sur les courbes d'étalonnage afin d'atteindre une précision inférieure au degré, précision souhaitée en particulier dans le cadre d'un projet applicatif relatif à la transformation d'hydrocarbures.
Selon les contraintes de précision en température, il peut être envisagé de se limiter à une interpolation quadratique.



Figure 10 : A gauche : courbe d'étalonnage d'un réseau de Bragg avec en bleu la courbe des données acquises, en points rouges les valeurs de températures reconstruites d'après l'étalonnage et en vert l'erreur entre les données réelles et l'étalonnage. A droite : histogramme portant sur 80 réseaux de Bragg étalonnés suivant l'erreur d'étalonnage.

4. <u>Résultats</u>

Quatre lignes de 20 réseaux de Bragg ont été régénérées et étalonnées suivant cette méthode, et ont permis de valider à la fois le protocole de régénération des réseaux ainsi que la répétabilité et la robustesse de la méthode d'étalonnage. Sur l'ensemble de ces réseaux, l'erreur moyenne sur l'étalonnage est de 0,2 °C sur toute la gamme de mesure avec une erreur maximale de 0,4 °C et une erreur minimale de 0,1 °C.



Figure 11 : Courbes d'étalonnages et d'erreurs sur les polynômes de régression d'une ligne de 20 réseaux de Bragg (notés RdB et numérotés de 0 à 19), multiplexée en longueur d'onde, avec des résonances de Bragg entre 1525 et 1585 nm.

D. <u>Régénération de réseaux de Bragg à traits inclinés ou en</u> angle

Les réseaux de Bragg à traits inclinés présentent plusieurs intérêts. Comme mentionné dans la première partie du manuscrit, les réseaux de Bragg en angle sont caractérisés par une signature spectrale en transmission sur laquelle le couplage vers les modes de gaine, voire les modes rayonnés, est bien plus prononcé que dans le cas d'un réseau de Bragg standard. Ce couplage vers les modes de gaine a été mis à profit pour développer des capteurs sensibles à des paramètres survenant à la surface de la gaine optique, en particulier des réfractomètres. Il est par exemple possible, en fonctionnalisant la surface de la gaine, d'en faire des capteurs biochimiques ; ce type de capteur pourrait avoir un intérêt dans le domaine des hautes températures, pour la détection d'agents chimiques dans des milieux hostiles. Les réseaux en angle peuvent aussi servir de filtres pour des systèmes d'acquisition rapide de réseaux de Bragg.

Par ailleurs, il convient de noter que les procédés de fonctionnalisation de la silice nécessaires pour les applications biochimiques sont délicats à mettre en œuvre. Il peut être préférable de disposer d'un coating intermédiaire qui, dans certains cas spécifiques (coating diamant par exemple) nécessite un process initial opérant à haute température. Une telle approche n'est possible que si le réseau en angle supporte ce traitement thermique initial inhérent au procédé de dépôt du revêtement à fonctionnaliser.

Enfin, le couplage vers les modes de gaine n'est possible que par la diffraction de la lumière incidente guidée sous la forme du mode fondamental par les traits inclinés de la modulation d'indice du réseau en angle par rapport à l'axe de la fibre optique. En outre, la forme de l'enveloppe des modes de gaine, et donc le coefficient de couplage du mode fondamental vers chaque mode de gaine, est spécifique de la fibre optique utilisée et de l'angle d'inclinaison des traits. Si des réseaux standard fortement localisés dans le cœur d'une fibre optique donnent lieu également à un couplage significatif vers les modes de gaine [22] (intégrale de recouvrement non satisfaite), à l'instar des réseaux en angle, la forme globale des modes de gaine n'est pas identique. Régénérer de tels réseaux, avec une comparaison des enveloppes des spectres avant et après régénération, apporterait une information intéressante pour appuyer le fait que le phénomène physique et/ou chimique responsable de la régénération n'est pas uniquement localisé à l'interface cœur-gaine. Dans le cas d'une régénération associée à un phénomène localisé à l'interface cœur-gaine, le spectre en transmission du réseau en angle régénéré serait lié à deux sous-réseaux localisés aux interfaces cœur-gaine.

1. Inscription des réseaux

Trois réseaux de Bragg en angle ont été inscrits dans une fibre SMF-28e, sur le banc d'inscription UV du laboratoire, à différents angles :

- Le réseau à 0° correspond à un réseau classique (dont la modulation d'indice est à pas constant). Ce réseau présente également de faibles modes de gaine dus aux dimensions finies du cœur de la fibre ;
- le réseau à 4° présente un pic de Bragg fondamental, un « ghost mode » ainsi que des modes de gaine ;
- le réseau à 8° a été optimisé pour présenter des modes de gaine importants, il a également un *ghost mode* prononcé mais pas de résonance fondamentale discernable.

L'inscription de chaque réseau a duré environ 2 heures afin de maximiser l'atténuation en transmission des différentes résonances de gaine des réseaux.

2. <u>Régénération et résultats</u>

L'acquisition des spectres de transmission a été réalisée par la source laser accordable TUNICS à raison d'un spectre toutes les 25 secondes. Les réseaux ont ensuite été régénérés dans le four tubulaire horizontal TZF afin de pouvoir suivre leur évolution spectrale en transmission.



Figure 12 : Evolution et suivis des réseaux de Bragg inclinés à 0°, 4° et 8° lors du procédé de régénération

Durant la régénération, les différentes résonances spectrales de chaque réseau se sont effacées et ont été régénérées simultanément. Les réseaux régénérés possèdent les mêmes caractéristiques spectrales que les réseaux initiateurs. Cependant, le faible rendement de régénération des réseaux a rendu le suivi de l'évolution des modes de gaine impossible de manière directe.

Le filtrage en fréquence par transformée de Fourier rapide (FFT) permet de suivre la régénération des modes de gaine de deux façons de par le caractère pseudo-périodique des résonances de gaines : de manière directe en suivant une résonance de gaine particulière après

l'avoir isolée ou de manière collective par l'amplitude du pic de fréquence caractéristique des modes de gaine.

Le suivi d'une résonance de gaine particulière s'avère difficile par le faible rapport signal sur bruit du réseau de Bragg régénéré et la proximité des pics de modes de gaine adjacents (environ 500 pm). Il y a principalement un risque de confusion si l'effacement des résonances est trop rapide et la température du four non stabilisée. Avec une sensibilité de l'ordre de 16 pm/°C à 900 °C, une dérive de 15 °C seulement du four perd le suivi du pic au moment de la régénération par le chevauchement des fenêtres spectrales de chaque résonance entre leur effacement et leur réapparition. De plus, le faible rapport signal sur bruit ne permet pas la détection des pics des résonances de gaines entre leur effacement et leur réapparition, le suivi de la régénération est alors incomplet.

Pour avoir un suivi global de la régénération du réseau, l'amplitude du pic de fréquence des résonances des modes de gaine donne une image collective de leur régénération. Le suivi de la régénération est donc complet, sans discontinuité.

La conservation des caractéristiques des spectres en transmission des réseaux de Bragg en angle avant et après régénération montre que le phénomène de régénération conserve la modulation d'indice à l'intérieur du cœur optique de la fibre. La régénération des réseaux ne semble donc pas être localisée uniquement à l'interface cœur-gaine de la fibre.

II. <u>Etude des caractéristiques des réseaux régénérés</u>

A. <u>Etalonnage d'un réseau régénéré aux basses températures.</u>

1. <u>Contexte</u>

Contrairement aux environnements soumis à des hautes températures, dans les milieux cryogéniques, les mesures à l'aide de capteurs à fibres optiques à réseaux de Bragg ne sont pas limitées par l'effacement du motif photo-inscrit dans le cœur de la fibre. La limitation provient des coefficients thermo-optiques et de la dilatation de la silice qui diminuent drastiquement aux basses températures jusqu'à devenir quasi nuls autour de quelques degrés Kelvin. La sensibilité en température des réseaux de Bragg diminue en conséquence. A partir d'une certaine limite, la résolution des systèmes de mesure spectraux ne permet plus de

fournir une information valable et la mesure de température devient impossible de manière directe.

Ne pouvant pas suffisamment influer sur la résolution des systèmes de mesure pour pallier à la baisse de sensibilité thermique des réseaux de Bragg en température cryogénique, il faut trouver des méthodes permettant d'augmenter leur sensibilité. Il est ainsi possible d'amplifier la sensibilité des réseaux par un conditionnement avec des matériaux ayant d'une part un module de Young suffisant pour entrainer une fibre optique par déformation ; et d'autre part des coefficients de dilatation thermique à basses températures suffisamment importants pour être mesurés par un réseau. Un réseau conditionné avec un tel matériau peut mesurer la déformation thermique et par conséquent la température.

La structure des réseaux régénérés étant légèrement différente des réseaux inscrits, il est nécessaire de les étalonner dans le domaine cryogénique pour caractériser leur comportement et les comparer aux réseaux de Bragg standard.

2. <u>Dispositif</u>

Pour étalonner les capteurs fibres optiques à réseaux de Bragg aux basses températures, une canne cryogénique en fibre de verre a été réalisée. Elle permet de limiter la conduction thermique autour de la zone amenée à contenir les fibres optiques à réseaux de Bragg à étalonner. La canne est plongée dans une cuve d'hélium liquide présentant un gradient de température allant de 277 K à 4 K, entre la surface et le fond du cryostat. Les capteurs ont été insérés et collés dans une petite cellule de cuivre afin d'augmenter l'inertie thermique et de rendre les mesures moins sensibles aux perturbations lors de l'insertion en hélium liquide. Deux diodes CERNOX ont été installées aux extrémités de la cellule afin d'en mesurer la température et de vérifier son homogénéité. La tension aux bornes des diodes CERNOX a été acquise par un module d'acquisition Lake Shore®, et ce en continu tout au long de l'expérience avec une résolution de 0,1 K. Un réseau préalablement régénéré et conditionné dans un capillaire métallique, de 0,4 mm de diamètre intérieur et de 1 mm de diamètre extérieur, scellé en son extrémité, a été placé dans la canne. En utilisant le gradient naturel de température au sein de la bombonne d'hélium, et en tenant compte de l'inertie thermique de la cellule en cuivre, plusieurs dizaines de paliers (de 15 à 20 minutes chacun) ont été effectués dans la gamme de température [4 K ; 277 K].

La canne cryogénique a été réalisée par l'équipe du CNRS de l'Institut des NanoSciences de Paris (INSP) de Jussieu, et les expériences ont été menées dans leurs locaux.



Figure 13 : Schémas de la canne cryogénique et du dispositif d'étalonnage -réalisés par Mathieu Bernard, (CNRS-INSP-Jussieu)-

3. <u>Résultats et discussions</u>

Nous avons étalonné un réseau régénéré sur la gamme [4 K ; 270K] durant l'étape de descente en température. Cependant, à la suite d'une casse du réseau lors de l'étape de remontée en température, il ne nous a pas été possible d'effectuer des mesures complémentaires. Néanmoins, nous avons réalisé des mesures comparatives au cours de cette expérience avec d'autres réseaux de Bragg classiques, inscrits dans différentes fibres, amplifiés ou non par différents matériaux.



Figure 14 : Suivi de la longueur d'onde de Bragg (en bleu) d'un réseau de Bragg immergé dans une bombonne d'hélium liquide. En vert la régression polynomiale d'ordre 5 donnant la loi d'étalonnage du réseau de Bragg. En rouge la sensibilité du réseau de Bragg.

Un premier dépouillement des données de mesures acquises pour le réseau de Bragg régénéré a mis en évidence une réponse inattendue du réseau, avec à la fois une sensibilité thermique bien supérieure à celle de réseaux de Bragg classiques non conditionnés et similaire à certains réseaux de Bragg amplifiés. A titre de comparaison, à 77 K (température de l'azote liquide), la sensibilité du réseau régénéré est de 8,7 pm/°C, tandis qu'un réseau de Bragg non régénéré présente une sensibilité de 1,6 pm/°C, et qu'un réseau de Bragg amplifié par un boîtier en zinc a une sensibilité de 15,4 pm/°C.

En outre, on observe une évolution non monotone de la sensibilité thermique avec la température, ce qui est surprenant. De plus, une mesure comparative a été menée au laboratoire sur le décalage spectral d'un réseau de Bragg régénéré similaire, entre la température ambiante et un bain dans l'azote liquide (entre 300 K et 77 K). La valeur du décalage spectral de la longueur d'onde de Bragg est de $\Delta\lambda_B \approx 1,22 nm$, ce qui est équivalent au décalage spectral d'un réseau de Bragg non régénéré sur la même plage de température. Ce résultat contredit donc ceux obtenus dans le cas de l'étalonnage en hélium liquide pour lequel le décalage spectral sur la gamme 77 K – 300 K est plutôt $\Delta\lambda_B \approx 2,72 nm$.

Pour expliquer le résultat expérimental observé lors de l'étalonnage en hélium liquide, nous supposons que le gradient de température le long de la canne a créé, au sein du capillaire métallique conditionnant le réseau régénéré, une dépression aspirant l'air ambiant qui aurait, en se refroidissant, donné naissance à une couche de glace ancrant la fibre à la surface métallique intérieure du capillaire. Le réseau ainsi emprisonné aurait alors été entrainé par la dilatation thermique du capillaire lui-même, ce qui peut expliquer l'allure de sa courbe de sensibilité. Une étude comparative avec des réseaux régénérés et non régénérés, conditionnés et non conditionnés devra être menée à l'issue de cette thèse.

Malgré ce résultat ambigu, il est anticipé de penser que le comportement des réseaux régénérés en environnement cryogénique est analogue à celui d'un réseau standard. Toutefois, les réseaux régénérés peuvent présenter bel et bien un intérêt pour la mesure de température dans le domaine cryogénique. Ainsi, si effectivement les réseaux régénérés ne présentent pas de sensibilité supérieure aux réseaux classiques, ils gardent un avantage sur le potentiel d'amplification par conditionnement. Contrairement aux réseaux classiques. Il est tout à fait possible d'utiliser des procédés de dépôt de matériaux à hautes températures sur fibre sans dégrader les propriétés du réseau régénéré du fait de sa grande stabilité en hautes températures (voir section IV.A). En utilisant des matériaux choisis à bon escient, on pourrait alors amplifier la sensibilité des réseaux de Bragg tout en contrôlant l'épaisseur du dépôt et optimiser la force de traction du dépôt sur la fibre et le temps de réponse du capteur. L'intérêt de la tenue en hautes températures n'interviendrait donc pas lors de la mesure, mais lors du conditionnement du réseau, en autorisant la mise en œuvre de procédés inenvisageables avec des réseaux conventionnels.

B. <u>Etude sur le vieillissement des réseaux régénérés</u>

1. Introduction

Les réseaux régénérés survivent à de très hautes températures, J. Canning et al. ont atteint la température record de 1295 °C sans effacement total du réseau lors de deux cycles consécutifs de chauffe [11]. Cependant, la stabilité de ces réseaux en environnements hautes températures est mal connue. Les études présentes dans la littérature se bornent souvent à quelques dizaines ou centaines d'heures tout au plus. Les publications montrent une baisse de la réflectivité et une dérive quasi linéaire de la longueur d'onde de Bragg sur les 400 premières heures à 1000°C [19].



Figure 15 : Evolution de la longueur d'onde de Bragg et de la réflectivité d'un réseau régénéré à partir d'un réseau initiateur de type In (IIa) lors d'un recuit à 1000 °C après un recuit de 2 jours à 700 °C (d'après [19])

L'utilisation des réseaux de Bragg régénérés pour des applications capteurs en environnements hautes températures nécessite une connaissance plus approfondie des dérives en réflectivité et en longueur d'onde de Bragg des réseaux régénérés. Pour ce faire, nous avons réalisé des tests de stabilité sur plusieurs milliers d'heures à des températures proches de celle de régénération.

2. <u>Dispositif</u>

Afin d'estimer la durée de vie des réseaux de Bragg régénérés, nous avons procédé à un vieillissement de longue durée (plus d'un an). Cette expérience est un travail préliminaire dont l'objectif sera, à terme, soit de trouver des conditions de régénération (choix dans la fibre ou le protocole) assurant une stabilité optimale, soit d'établir un modèle de façon analogue à ce qui est fait pour aboutir à une « master curve » dans le cas des réseaux classiques. Il sera alors possible de prédire la durée vie des réseaux régénérés dans des conditions données et/ou leur dérive en longueur d'onde (voire de la prendre en compte pour des opérations de recalibrage).

Différentes températures de vieillissement ont été testées en utilisant le gradient naturel de température au sein d'un four de calibration (TC1200A) dans lequel 4 réseaux ont

été disposés. Les réseaux ont été inscrits dans une fibre SMT-1310H hydrogénée (sous 100 bars durant 2 semaines à 20 °C). Ils ont ensuite été régénérés suivant le protocole standard du laboratoire.

La température (*T*) et la longueur d'onde de Bragg (λ_B) ont été mesurées en continu durant toute la période de l'expérience par des thermocouples de type N positionnés au droit de chacun des réseaux de Bragg et un spectromètre reliés à un ordinateur.

réseau	$\lambda_{\rm B}({\rm nm})$	T (°C)
1	1534	760
2	1539	810
3	1546	850
4	1552	890

Tableau 1 : Tableau récapitulatif des réseaux de Bragg et de leurs températures devieillissement.

3. <u>Analyse du vieillissement basée sur la réflectivité et la</u> <u>résonance de Bragg</u>

Lors du vieillissement d'un capteur, deux grandeurs nous intéressent particulièrement :

- La dérive de la longueur d'onde de Bragg du réseau, qui influe directement sur l'erreur de mesure. Cette dérive peut éventuellement être compensée par un ré-étalonnage régulier ce qui nécessite une maintenance, ou bien prédite par un modèle de vieillissement.
- La durée de vie, associée à la chute éventuelle de la réflectivité, et donc la diminution du rapport signal sur bruit, jusqu'à la perte de la possibilité d'exploitation du capteur.

De manière pratique, toute dérive de la longueur d'onde de Bragg induit une erreur de mesure et toute diminution de la réflectivité, quant à elle, induit une baisse du rapport signal sur bruit et par conséquence une dégradation du pouvoir de résolution de la mesure.



Figure 16 : Suivi de la réflectivité et de la dérive du pic de Bragg de chacun des réseaux



Figure 17 : Zoom de l'évolution de la réflectivité sur les 300 premières heures du vieillissement

a) Dérive en longueur d'onde des réseaux de Bragg régénérés

Lors du vieillissement des réseaux, on distingue 3 phases de dérive d'après l'évolution de la résonance de Bragg de chacun des réseaux:

- La première phase correspond probablement à un régime de « déverminage » qui pourrait être associé à une transition de phase incomplète durant la régénération ou des modifications de réseaux chimiques.
- La deuxième phase correspond à une dérive en cloche.
- La troisième phase débute avec une rupture brusque de la dérive en cloche de la deuxième phase.

Les deux premières phases ont été observées sur les 4 réseaux régénérés, la dernière phase n'a été observée que sur les réseaux 3 et 4.

La première phase se déroule sur une période de temps très courte, environ 50 heures. Cette durée dépend fortement de la température et diminue à mesure que la température augmente. Nous pensons donc qu'il est possible de faire disparaitre cette première phase en adaptant le protocole de régénération, en l'occurrence en rallongeant la durée du palier à la température de régénération proprement dite et en acceptant un effacement partiel du réseau à cette étape.

Dans la seconde phase, la longueur d'onde de Bragg (λ_B) dérive vers les hautes longueurs d'ondes sur une amplitude allant de 250 pm à 800 pm (soit de 15°C à 50 °C en température équivalente) suivant les réseaux, et sur une durée allant de 400 h à 4000 h. Après avoir atteint un maximum, λ_B dérive vers les basses longueurs d'ondes sur des amplitudes allant de 1,1 nm à plus de 1,5 nm (soit de 70 °C à 90 °C en température équivalente) sur une durée allant de 1600 h à plus de 6000 h.

Une expérience similaire a été menée cette fois sur des fibres SMF-28^e. Les fibres ont été hydrogénées et régénérées dans les mêmes conditions. Après régénération, elles ont été placées en vieillissement à 850 °C pendant 1600 h.

Il est intéressant de constater que toutes les courbes de dérive en longueur d'onde des réseaux régénérés testés en vieillissement conservent la même allure, y compris des réseaux inscrits sur des fibres SMF-28e. Il semble envisageable de déterminer un modèle prédictif de la dérive des réseaux sur cette phase en fonction de la température d'utilisation. Cependant, d'autres études devront être menées sur des vieillissements à différentes températures pour permettre de proposer un modèle fiable.



Figure 18 : Vieillissement de trois réseaux régénérés inscrits dans une fibre SMF-28^e à 850 °C durant 1600 H

La troisième phase n'a été observée que pour les réseaux les plus hauts en température (les réseaux 3 et 4 respectivement à 890 °C et 850°C). Cette phase ne survient que très tardivement dans le vieillissement des réseaux. Elle intervient après 3600 h et 7000 h pour les réseaux 3 et 4.

Le changement de viscosité de la silice aux hautes températures peut être la cause de la dérive en longueur d'onde durant le vieillissement des réseaux. L. Y. Shao et al. ont établi un modèle de la dérive en longueur d'onde des réseaux de Bragg en fonction de la viscosité de la silice à différentes températures de recuit [23]. Durant cette expérience, ils ont lesté une fibre optique avec un poids de 3 g et ont observé des dérives atteignant plus de 50 nm en quelques minutes à une température de recuit de 1150 °C. Durant notre expérimentation, les fibres n'étaient bien évidemment pas lestées par un poids, mais par leurs propres masses dues à la position verticale des fours de recuit. La traction bien qu'infiniment plus faible peut avoir un effet sur les longues durées de recuit lors de l'expérience de vieillissement.



Figure 19 : Evolution de la longueur d'onde de Bragg de réseaux régénérés lestés par une masse de 3 g à différentes températures de recuit entre 1000 °C et 1150 °C, d'après [23].

Bien que l'allure des courbes du vieillissement soit identique d'un réseau à l'autre, la compétition entre les différentes causes du vieillissement des réseaux de Bragg (diffusion des dopants, réactions chimiques entre les constituants, oxydation, rupture de liaison, changement de viscosité...) complexifient l'établissement d'une loi de vieillissement. Le vieillissement de différents réseaux régénérés inscrits dans différentes fibres montre au cours des expériences menées tout au long de mon travail de thèse une répétabilité du comportement de vieillissement.

b) Durée de vie des réseaux de Bragg régénérés

Si la variation de la réflectivité des réseaux régénérés n'est pas monotone, l'évolution la plus importante se déroule durant la première phase décrite ci-dessus. La réflectivité des réseaux accuse une forte diminution pouvant aller jusqu'à 40 % de la réflectivité initiale. Par la suite, la valeur de la réflectivité reste globalement constante sur les 9000 h suivantes ($a \pm$ 10 %). Les modèles de vieillissement des réseaux de Bragg classiques ne s'appliquent pas dans ce cas, en particulier le modèle de la « master curve » tel que décrit par Bertrand Poumellec [24, 25] amenant en l'occurrence à prédire une durée de vie infinie, puisque le réseau ne s'efface plus, ce qui n'a pas de sens physique. Il n'est pas possible actuellement de déterminer une valeur finie de la durée de vie des réseaux régénérés.

4. <u>Analyse sur la sensibilité des réseaux de Bragg</u>

Durant la période de vieillissement, le four a été stoppé 24 heures lors d'une coupure de courant (période de maintenance des installations électriques du laboratoire). La coupure de l'alimentation électrique et l'arrêt de l'expérimentation ont été l'occasion de procéder à l'acquisition d'une courbe d'étalonnage des réseaux en température, analogue à ce qui a été fait juste après leur régénération. Les réseaux ont ainsi été étalonnés sur la rampe descendante en température environ 6 mois après le début du vieillissement puis une nouvelle fois à la fin de l'expérimentation. Ces trois étalonnages nous ont permis d'étudier l'évolution de la sensibilité thermique des réseaux régénérés, avec la température, et au cours de leur vieillissement.

Lors du vieillissement des réseaux, la sensibilité évolue suivant deux régimes :

- un régime de dérive durant lequel la sensibilité des réseaux augmente sur toute la plage de température. La courbe de sensibilité s'écarte de sa position d'origine ;
- un régime de stabilisation où la sensibilité des réseaux diminue. La courbe de sensibilité tend à revenir à sa position d'origine.

La durée des régimes de dérive et de stabilisation dépend de la température de vieillissement. Si on compare l'évolution de la sensibilité de chacun des réseaux en calculant, pour chaque réseau, l'écart moyen de la sensibilité moyenne de chaque étalonnage, alors on constate que cet écart diminue avec la température de vieillissement.



Figure 20 : Evolution de la sensibilité par réseau de Bragg

RdB	1	2	3	4
Température (°C)	760	810	850	890
Ecart moyen (pm/°C)	0,218	0,054	0,014	0,022

Tableau 2 : Evolution de la sensibilité de chaque réseau de Bragg au cours du vieillissement

De même, en comparant l'évolution dans le temps de l'ensemble des sensibilités des réseaux de Bragg, on constate une convergence des courbes de sensibilité :



Figure 21 : Evolution de la sensibilité des réseaux de Bragg par période

Temps (h)	0	4500	9000
Ecart moyen (pm/°C)	0,053	0,142	0,067

Tableau 3 : Evolution de la sensibilité des réseaux de Bragg au cours de temps

Cette étude montre l'existence d'un phénomène de vieillissement non monotone de la sensibilité thermique des réseaux régénérés. Ce vieillissement dépend du vécu du réseau, des températures d'exposition ainsi que des durées d'exposition. Ces résultats tendent à montrer qu'après une étape de dérive, la sensibilité des réseaux régénérés atteint une zone de stabilité, une étape de « déverminage » semble nécessaire. Elle peut être interprétée soit par une homogénéisation de la silice par la diffusion des espèces chimiques constituant la fibre, soit par le relâchement progressif des contraintes que nous avons évoquées partie I.A.2.b).

Par ailleurs, si la dérive des réseaux est importante et entraîne nécessairement un recalibrage régulier pour garantir les performances en tant que capteur, il faut néanmoins souligner la bonne stabilité de la sensibilité thermique des réseaux. Il est donc possible de mesurer avec précision de brusques variations de température ; en effet l'erreur liée à la dérive de sensibilité est d'environ 0,1 % soit pour une variation de 10 °C une erreur de 0,01 °C. Ainsi, ces capteurs peuvent être utilisés dans la surveillance de structure notamment pour la détection de perturbations pour la prévention d'accident.

C. <u>Temps de réponse et mesure de gradient de température</u>

La qualification des réseaux de Bragg régénérés comme capteurs de température n'est plus à proprement parler l'étude des caractéristiques intrinsèques des réseaux de Bragg régénérés mais de l'ensemble des constituants du capteur réalisé à partir d'un réseau régénéré. En effet, le temps de réponse et la mesure de gradient dépendent de la capacité et de la conductivité thermique du capteur dans son ensemble. Le conditionnement des réseaux est donc un facteur clé non seulement pour la fiabilité mécanique de la ligne de mesure mais aussi pour garantir les bonnes performances des capteurs.

1. <u>Conditionnement des réseaux de Bragg régénérés.</u>

Soumises à de hautes températures (>900°C dans notre cas), les fibres optiques deviennent extrêmement cassantes. En refroidissant, des défauts se figent tout au long de la

fibre, ce qui se traduit par une augmentation de l'atténuation optique de la fibre ($\approx 0,2$ dB\m) et une fragilisation mécanique de sa structure. La fibre est alors particulièrement sensible aux contraintes de cisaillement et se brise lors de manipulations directes, mais reste malgré tout résistante en traction. Il est donc nécessaire de la conditionner pour une utilisation comme capteur.

Nous avons choisi de conditionner les fibres avant régénération afin de limiter les manipulations de la fibre nue une fois son revêtement brûlé par la phase de régénération. Les fibres optiques et leurs différentes gaines de protection mécanique sont insérées dans un flexible métallique. La partie sensible de la fibre est positionnée dans un capillaire métallique de 400 μ m de diamètre intérieur et 1 mm de diamètre extérieur. Des reprises d'effort font la jonction entre les différentes parties du capteur.

2. Dispositif de mesure du temps de réponse

Pour évaluer le temps de réponse des « thermomètres » optiques, nous les avons soumis à un échelon de température par immersion dans un liquide. Le temps de réponse du capteur dépend de plusieurs paramètres :

- la conductivité thermique du liquide d'immersion ;
- la conductivité et la capacité thermique du capillaire métallique (14,8 W.m⁻¹.K⁻¹ à 23 °C, à titre de comparaison la conductivité thermique de l'aluminium est de 220 W.m⁻¹.K⁻¹ à 23 °C)
- l'épaisseur de la lame d'air entre le capillaire et la fibre optique ;
- la conductivité et la capacité thermique de la fibre optique.

Nous avons utilisé du sodium liquide à 500 °C comme liquide d'immersion. Sa conductivité thermique très importante (67,2 W.m⁻¹.K⁻¹ à 500 °C, à titre de comparaison l'eau a une conductivité thermique de 0,6 W.m⁻¹.K⁻¹ à 23 °C) en fait un fluide caloporteur efficace. En raison de la forte réactivité du sodium, l'expérience a été réalisée dans une boite à gants au CEA de Cadarache. La température de l'air au sein du pot de sodium liquide était de 49,5 °C. Nous avons imposé un échelon de température de 450 °C aux réseaux régénérés par une immersion manuelle de la canne de mesure.



Figure 22 : Estimation du temps de réponse d'un capteur à réseau de Bragg régénéré, par l'immersion manuelle dans un pot de sodium liquide à 500 °C, soit un différentiel de 450 °C avec la température ambiante avant immersion.

Lors de l'immersion, un phénomène de cavitation se forme sur la paroi du capillaire freinant le contact direct entre le capillaire et le sodium liquide. Le temps de réponse de capteur a été estimé à 144 ms. Le conditionnement de la fibre optique a donc été validé pour une utilisation de type capteur. Il permet de maintenir une bonne fiabilité mécanique de la sonde sans nuire au temps de réponse des réseaux de Bragg. La mouillabilité du conditionnement a aussi un effet sur le temps de réponse du capteur. Comme nous pouvons le voir sur la Figure 23 en observant la chronologie des plongées du capteur dans le sodium, le temps de réponse de la sonde évolue selon l'historique et non selon la température du sodium. La plongée du capillaire à des températures importantes augmente sa mouillabilité, une fine pellicule de sodium se dépose à la surface du capillaire et permet d'obtenir de meilleurs résultats même à plus basse température.



Figure 23 : Temps de réponse d'un capteur à réseau de Bragg régénéré, conditionné dans un capillaire d'inconel de 0,3 mm et 1 mm de diamètre intérieur et extérieur pour différents échelons de température.

3. Mesure d'un gradient sur une ligne de réseaux de Bragg

L'un des avantages des capteurs fibres optiques à réseaux de Bragg réside dans leur grande capacité de multiplexage. Pour la mesure de température par exemple, alors que classiquement il faut autant de thermocouples que de points de mesure, ce qui augmente d'autant l'encombrement et la complexité de la chaine d'acquisition, une ligne de réseaux de Bragg peut suffire.

Pour démontrer la capacité de mesure d'un gradient, une ligne de réseaux de Bragg a été montée dans le même conditionnement que précédemment. La faible conductivité thermique (14,8 W.m⁻¹.K⁻¹ à 23 °C) du capillaire métallique permet la mesure d'un gradient de température. Nous avons donc placé la ligne de mesure dans un four de calibration au sein d'une zone de gradient important. Une mesure comparative du gradient de température a été réalisée grâce à un bundle de thermocouple de type N. Dans le cadre de cette application, la sonde de réseaux de Bragg permet la mesure de profils de température, sur une seule voie pour des gradients de température de plus de 100 °C/cm.



Figure 24 : Mesure d'un gradient au sein d'un four par une ligne de réseaux de Bragg multiplexés

D. <u>Etude d'irradiation</u>

Les sondes thermométriques à fibres optiques à réseaux de Bragg présentent tous les avantages des CFO par rapport aux thermocouples traditionnels (immunité électromagnétique, déport kilométrique, multiplexage important, faible intrusivité...). Ce sont donc des candidats idéaux pour la surveillance de structure des centrales nucléaires. Il est alors nécessaire de qualifier la tenue aux radiations des réseaux régénérés. Cette étude a été réalisée dans le contexte du projet TECNA pour l'instrumentation des réacteurs neutrons rapides à fluide caloporteur sodium, dont le prototype ASTRID est en cours de construction au CEA de Cadarache.

1. <u>Protocole</u>

Dans ce contexte, une étude préliminaire sur la tenue aux radiations des sondes de température à réseaux de Bragg régénérés a été menée à l'aide de l'irradiateur SAPHIR du Laboratoire Capteur Architecture Electronique (LCAE).

Pour simuler des conditions de surveillance en température, une ligne de 20 réseaux de Bragg régénérés, insérée dans un four tubulaire et chauffée de manière continue (à 450°C), a

été exposée durant trois jours de manière discontinue à une fluence de $1,5.10^{10}$ neutron/cm². Les normes de sécurité imposant une présence constante d'au moins deux personnes aux commandes de l'irradiateur pendant son fonctionnement, les temps d'irradiation correspondent aux heures d'ouverture du centre CEA de Saclay. Ce niveau d'irradiation reste somme toute très modeste comparée à la fluence en neutrons prévue dans le réacteur ($\approx 10^{20}$ n/cm²). L'objectif est de vérifier si le comportement des réseaux de Bragg correspond aux effets attendus de l'irradiation et de la température. Les neutrons rapides compactent la silice, une baisse de la longueur d'onde de Bragg ainsi qu'une augmentation de l'atténuation optique de la fibre impliquant une diminution du rapport signal sur bruit devraient être observées. La fluence et la température ont été mesurées respectivement grâce à des chambres à fission développées au LCAE et à un thermocouple de type N placés au droit des réseaux de Bragg au sein du four. Les spectres des réseaux ont été acquis à l'aide d'un spectromètre Anritsu® MS9740A.

2. <u>Résultats</u>

Durant l'expérimentation, l'irradiateur n'a fonctionné que sur les horaires d'ouverture du centre. Par contre, la température a été maintenue de façon continue. Le tube du four est resté ouvert pour permettre l'insertion des chambres à fission, du thermocouple et de la ligne de réseaux de Bragg. La température n'était donc pas homogène et les réseaux ont étés placés dans un gradient de 210°C sur 20 cm. Lors de la mise en route de l'irradiateur, une puissante ventilation se déclenche dans la salle de l'irradiateur afin d'évacuer l'hydrogène produit. Cette ventilation a un effet direct sur la stabilité du four par la création d'une circulation d'air dans le tube.



Figure 25 : Evolution des caractéristiques optiques d'une ligne de 20 réseaux de Bragg mise en irradiation à 1,5.10¹⁰ n/cm² et chauffée à 650 °C

La différence du décalage spectral initial des raies de Bragg de chaque réseau est due au profil de température du four. On peut observer trois décrochages (d'environ 300 pm, soit 20 °C équivalents) de la longueur d'onde de Bragg au cours de l'expérimentation, chacun de ces décrochages correspond à une période d'irradiation et de ventilation. Entre chaque période d'irradiation, la longueur d'onde de Bragg revient à sa valeur d'origine, nous n'avons pas observé de dérive de la longueur d'onde de Bragg liée à l'irradiation. De même, on peut observer une fluctuation de la réflectivité des réseaux lors de la mise en chauffe de la ligne de réseaux. Cependant, après refroidissement, leurs réflectivités reviennent à leurs valeurs d'origine, une variation de 5 % n'est pas suffisamment significative pour être liée à l'irradiation proprement dite de la ligne de réseaux.

Aucun effet notable de l'irradiation sur les réseaux de Bragg n'a été observé durant cette expérimentation. Il sera nécessaire d'effectuer des expériences complémentaires dans des installations capables de délivrer un flux de neutrons bien plus important. L'accès à de telles installations nécessite un long délai d'attente, les essais ne seront donc pas réalisés durant ce travail de thèse.

III. Facteurs influants sur la régénération

A. <u>Contexte de l'étude</u>

1. <u>Définition des paramètres étudiés</u>

Différents facteurs influent sur la régénération et ont des conséquences importantes sur la cinétique et le rendement de la régénération. Les rôles de l'hydrogène ou celui de la température de recuit par exemple restent très discutés sans être pour autant tranchés. Leurs implications sont d'autant plus importantes que la fibre est multiplexée car alors les réseaux initiateurs, bien que semblables, non plus la même histoire et des différences apparaissent entre les réseaux régénérés qui en sont issus. A travers notre expérience, nous avons donc tenté de compléter cette étude afin de produire des lignes de réseaux de Bragg multiplexés homogènes.

Deux catégories de facteurs ont été identifiées :

- la première catégorie concerne les paramètres d'inscription :
 - type de fibre optique
 - o charge en hydrogène avant inscription,
 - o atténuation de la résonance de Bragg ;
- la seconde catégorie concerne le procédé de régénération :
 - o charge en hydrogène avant régénération,
 - o vitesse des rampes de montée en température pour les différents paliers,
 - o température et durée du premier palier,
 - température et durée de la phase de régénération.

Nous avons donc choisi d'étudier ces différents paramètres. Cependant, lors de l'inscription d'une ligne de réseaux de Bragg et lors de sa régénération, de nombreux paramètres ne peuvent pas être décorrélés directement. Ainsi, lors de l'inscription d'une ligne de réseaux, la charge en hydrogène diminue au cours des différentes phases d'insolation (la teneur en H₂ pour le premier réseau inscrit est plus importante que celle du dernier). De même, la température au sein d'un four n'est pas parfaitement homogène et son profil fluctue durant les étapes de chauffe. Le plan d'expérience doit tenir compte de ces interdépendances

en croisant les différents paramètres par plusieurs séries d'expériences de façon à les isoler a posteriori.

2. <u>Définition des grandeurs de comparaison</u>

La régénération d'un réseau de Bragg peut être caractérisée suivant deux critères : la réflectivité du réseau régénéré et la cinétique de la régénération. Afin de comparer la régénération des différents réseaux, nous allons définir les grandeurs servant à mesurer ces critères.

a) Rendement et efficience de la régénération

Dans un premier temps, nous caractérisons la régénération d'un réseau par le rendement de la régénération. On peut définir ce rendement comme le rapport entre la réflectivité finale (R_f) du réseau régénéré et la réflectivité initiale (R_i) du réseau initiateur :

$$\rho = \frac{R_f}{R_i} \qquad \qquad III-1$$

Cette grandeur est facilement interprétable lorsqu'on tente de maximiser la réflectivité du réseau régénéré. Cependant, lorsqu'on sature un réseau de Bragg, on ne peut pas mesurer son niveau de saturation uniquement par sa réflectivité, on doit aussi prendre en compte l'élargissement spectral du pic de Bragg. On peut alors chercher plutôt à caractériser l'atténuation à la longueur d'onde de Bragg et donc travailler à partir de spectres en transmission. On mesure alors l'atténuation optique (\mathcal{A}) des résonances de Bragg en décibel. On définit ainsi l'efficience de la régénération comme le rapport entre l'atténuation optique du réseau de Bragg régénéré (\mathcal{A}_f) et l'atténuation optique du réseau de Bragg initiateur (\mathcal{A}_i) :

$$e = \frac{\mathcal{A}_f}{\mathcal{A}_i} \qquad \qquad III-2$$

${\cal A}$ (dB)	R (%)	T (%)
2	36,9043	63 <i>,</i> 0957
5	68,3772	31,6228
10	90,0000	10,0000
20	99,0000	1,0000
30	99,9000	0,1000
40	99,9900	0,0100
50	99,9990	0,0010

Tableau 4 : Comparatif entre les niveaux d'atténuation optique d'un réseau de Bragg et sonniveau de réflectivité

b) Durée et période de régénération

La durée de régénération est une grandeur importante lorsqu'on cherche à fabriquer des réseaux régénérés en nombre important. En vue d'une démarche d'industrialisation, elle va impacter directement le coût de production de capteurs à réseaux de Bragg régénérés. La durée de régénération est liée au protocole de recuit thermique mis en œuvre et aux cinétiques d'effacement et régénération proprement dites. Une grande partie du temps de régénération est liée au procédé lui-même et une partie non négligeable est imputable à la méthode de chauffe des réseaux. Aussi, le temps total de régénération ne permet pas de comparer l'efficacité des différentes méthodes de chauffe et procédés de régénération. On va alors plutôt définir la durée de régénération (\mathcal{D}) comme la différence de temps entre l'instant où le réseau de Bragg régénéré atteint son niveau de réflectivité maximum et l'instant de l'effacement du réseau de Bragg initiateur.

$$\mathcal{D} = t(R = R_{max}) - t(R \approx 0) \qquad III-3$$

Dans ce cas, on caractérisera donc avant tout la cinétique de régénération proprement dite. Cependant, l'allure de la courbe de régénération dépend du procédé de régénération : lors d'une régénération à haute température (> 900 °C), la réflectivité du réseau de Bragg régénéré atteint un maximum puis diminue légèrement avant de se stabiliser ; tandis qu'à basse température (< 900°C), la réflectivité du réseau tend quasi asymptotiquement vers un maximum. Afin d'avoir une grandeur facile à mesurer, nous allons définir la période de régénération (\mathcal{P}) comme la différence de temps entre l'instant où le réseau de Bragg régénéré atteint 80 % de sa réflectivité maximum et l'instant de l'effacement du réseau de Bragg initiateur.

$$\mathcal{P} = t(R = 80\%.R_{max}) - t(R \approx 0) \qquad \qquad III-4$$

B. <u>Etude sur la température de régénération</u>

1. <u>Protocole</u>

Afin de limiter l'impact des autres facteurs de régénération et pour paralléliser les expériences, des lignes de réseaux de Bragg ont été inscrites suivant une topologie permettant d'exploiter un gradient de température imposé dans les fours. Grâce aux zones de chauffe indépendantes du four TZF, il est possible de créer un gradient de température au sein du four de 50 °C sur 300 mm. Huit températures de régénération ont ainsi été testées par deux lignes de réseaux de Bragg.

Les deux lignes de réseaux de Bragg longs de 5 mm ont été inscrites dans une fibre SMF-28e et hydrogénées sous 130 bars durant 2 semaines. Les températures et les spectres des réseaux de Bragg ont été mesurés en continu.

	RdB	$\lambda_{Bragg} (nm)$	T (°C)	ρ	${\mathcal P}$
	1.1	1548	915	20 %	0 h 39 min
ligne 1	1.2	1544	900	22 %	0 h 40 min
inglie 1	1.3	1538	883	47 %	1 h 24 min
	1.4	1533	872	49 %	1 h 46 min
ligne 2	2.1	1548	867	50 %	2 h 33 min
	2.2	1543	855	53 %	3 h 57 min
	2.3	1538	839	56 %	5 h 51 min
	2.4	1533	829	50 %	6 h 50 min

2. <u>Résultats et discussion</u>

Tableau 5 : Topologie des lignes de réseaux de Bragg lors des essais sur la température derégénération



Figure 26 : Impacts de la température sur le taux et la durée de la régénération

Cette étude montre un lien important entre la température de régénération, le rendement et la durée de la régénération. Contrairement à ce que nous supposions au départ en nous basant sur l'existence d'une température d'activation de la régénération aux alentours de 910 °C [26], non seulement les réseaux de Bragg régénèrent à basse température (< 900 °C) mais le rendement de la régénération est bien plus important. Sur les 8 réseaux de Bragg testés, le rendement de la régénération augmente à mesure que la température de régénération diminue avec un plafond aux alentours de 50 %, mais la période de régénération augmente considérablement. Cette étude permet d'établir un protocole de régénération optimisé selon que l'objectif est de diminuer la durée de la régénération ou d'augmenter la réflectivité du réseau régénéré. Le résultat obtenu n'est valable que pour cette fibre. Des abaques sont donc nécessaires pour chaque type de fibre optique amenée à être utilisée pour fabriquer des réseaux régénérés.

C. Etude sur la réflectivité des réseaux initiateurs

Dans le cadre d'une utilisation en tant que capteurs, la réflectivité (*R*) des réseaux n'est pas nécessairement un paramètre déterminant. La réflectivité a une incidence directe sur le rapport signal sur bruit, et par conséquent sur le pouvoir de résolution du capteur. Cependant, c'est la valeur de la longueur d'onde de Bragg (λ_B) et ses variations qui nous renseignent sur la grandeur mesurée. Il suffit d'avoir un rapport signal sur bruit permettant la mesure, en pratique une réflectivité de quelques dixièmes de pourcent suffit pour pouvoir atteindre une résolution de quelques picomètres.

Par ailleurs, pour palier au faible niveau de réflectivité des réseaux régénérés, il est possible de recourir à un amplificateur optique comme des fibres dopées erbium ou l'utilisation d'un amplificateur optique à semi-conducteur (SOA). Cette partie a pour objet de déterminer le temps d'inscription optimum pour atteindre une valeur de réflectivité du réseau de Bragg régénéré.

1. <u>Protocole expérimental</u>

Une ligne de 5 réseaux de Bragg a été inscrite dans une fibre SMF-28e préalablement hydrogénée sous 130 bars. Chaque réseau a été inscrit avec des durées d'insolation (Δ t) différentes, et l'atténuation (A) de leur résonance de Bragg respective varie en conséquence :

Réseau	Δt	λ_{Bragg} (nm)	$\mathcal{A}(\mathrm{dB})$	R (%)
1	00 h 15	1565	2	36,6218
2	00 h 30	1570	9	88,0689
3	00 h 45	1575	21	99,0424
4	01 h 15	1580	42	99,9946
5	02 h 00	1585	56	99,9998

Tableau 6 : Topologie de la ligne de réseaux de Bragg pour une étude de l'influence de laréflectivité initiale

Les réseaux ont tous été inscrits durant la même journée sans traitement particulier de la fibre que ce soit entre chaque inscription ou avant l'étape de régénération le lendemain. Nous avons suivi un protocole de régénération optimisé suivant les résultats précédents décrits paragraphe III.B.2. Nous avons utilisé le four TZF qui est traversant et qui donne donc accès aux deux extrémités de fibre afin de pouvoir suivre les spectres des réseaux en réflexion et en transmission durant la régénération. Le four est programmé pour respecter une rampe de 40 °C/min entre la température ambiante et 710 °C, suivie d'une rampe de 5 °C/min de 710 °C à 880 °C afin d'éviter tout dépassement de la consigne (minimisation des overshoot en température) et permettre une bonne homogénéité de la température au sein du four. Les réseaux de 5 mm de long étaient espacés de 5 mm chacun, la zone d'intérêt du four est donc

limitée à 45 mm. Le suivi de la température s'est fait par des thermocouples placés au droit de chaque réseau. Sur le palier à 880 °C, la variation du profil de température était inférieure à 3 °C. Nous avons également utilisé une source laser accordable type TUNICS® pour suivre l'évolution des réseaux.

2. <u>Résultats et conclusion</u>

Les réseaux régénérés sont comparés suivant les grandeurs définies précédemment, à savoir le rendement (ρ), l'efficience (e) et la période de régénération (\mathcal{P}).

RdB	$\mathcal{A}_{i}(dB)$	$\mathcal{A}_{\mathrm{f}}\left(\mathrm{dB}\right)$	$R_{f}(\%)$	e (%)	ρ(%)	${\mathcal P}$
1	1,98	0,13	2,99	6,66	8,17	63 min
2	9,23	0,38	8,30	4,07	9,42	47 min
3	20,19	0,56	12,03	2,76	12,15	38 min
4	42,68	1,05	21,49	2,46	21,49	31 min
5	57,86	1,81	34,04	3,12	34,04	26 min

Tableau 7 : Récapitulatif de l'étude de l'influence de la réflectivité initiale



Figure 27 : Influence de la réflectivité du réseau initiateur sur la qualité de la régénération

La valeur mesurée de l'atténuation optique initiale du réseau n° 5 est discutable. En effet, nous sommes proches de la limite de mesure du CT-400 qui bénéficie d'une dynamique de 60 dB, il est donc possible que l'atténuation optique du réseau n° 5 mesurée à 57,8 dB soit supérieure à la valeur mesurée et que, par conséquent, l'efficience calculée soit moins

importante. Cette hypothèse est confortée par la comparaison de sa largeur à mi-hauteur d'environ 1,29 nm soit 16 % supérieure à un réseau inscrit sur une durée de 1 h 30 min présentant une atténuation de 58 dB et une largeur à mi-hauteur de 1,11 nm. Une correction du point de mesure a été proposée dans ce sens par la régénération du réseau inscrit en 1 h 30 pour 58 dB d'atténuation.

Cette étude permet de mettre en évidence un phénomène intéressant pour le développement des capteurs à réseaux de Bragg régénérés : l'efficience de la régénération est inversement proportionnelle à l'atténuation du réseau initiateur. En conséquence, si la réflectivité du réseau régénéré n'est pas le paramètre d'intérêt lors de la réalisation d'un capteur à réseaux de Bragg, alors il est possible de diminuer le temps d'inscription du réseau de Bragg initiateur et donc de travailler avec des réseaux initiateurs présentant une plus faible amplitude de modulation d'indice. Cela permet d'optimiser le temps de fabrication des réseaux initiateurs. Si au contraire, la valeur de la réflectivité du réseau de Bragg est une condition principale, pour augmenter la résolution du capteur par exemple, on remarque que lorsqu'on atteint la saturation du réseau initiateur, le rapport entre son l'atténuation et celle du réseau régénéré tend vers une limite entre 2,2 % et 2,6 %. La réflectivité du réseau régénéré sera alors d'autant plus importante que le réseau initiateur est saturé et ne sera limitée que par l'inscription du réseau initiateur.

D. <u>Etude sur l'hydrogénation des fibres inscrites</u>

La régénération de lignes de réseaux de Bragg initiateurs multiplexés en longueur d'onde soulève une problématique sur l'uniformité des atténuations des réseaux régénérés, ce qui peut avoir des répercussions sur leur comportement à long terme lors d'une utilisation sous hautes températures. Hormis l'influence de la température et du niveau de réflectivité des réseaux de Bragg initiateurs qui ont été développés ci-dessus, le taux d'hydrogène au sein de la fibre lors de l'inscription et lors de la régénération est un facteur difficile à contrôler. L'hydrogène contenu dans la fibre nécessaire à l'étape d'inscription du réseau de Bragg initiateur désorbe continuellement au cours de la préparation de la ligne de réseaux, la quantité d'hydrogène contenue dans la fibre est donc différente pour chaque réseau, au moment de l'inscription et au moment de la régénération. Il est néanmoins possible de définir un protocole permettant de diminuer cette différence. Il est possible par exemple de replacer la fibre en hydrogénation entre chaque inscription et avant régénération ou au contraire de chauffer la fibre à 50 °C pendant plusieurs jours entre l'étape d'inscription et l'étape de régénération afin de désorber complètement l'hydrogène. L'objectif est donc de vérifier l'utilité de la mise en place de tels protocoles. Nous ne discutons pas ici du rôle de l'hydrogène en lui-même, car il est nécessaire au moment de l'inscription, mais de son impact lors de la fabrication de ligne de réseaux de Bragg régénérés.



Figure 28 : Evolution de la pression d'hydrogène à l'intérieur d'une fibre SMF-28 initialement chargée à 140 atm et placée en air libre en fonction du temps - par M. Lancry [27]-

1. <u>Protocole expérimental</u>

L'étude a été menée sur deux paramètres :

- Le taux d'hydrogène présent dans le cœur de la fibre optique lors de l'inscription du réseau initiateur.
- Le taux d'hydrogène présent dans le cœur de la fibre optique avant régénération.

Le taux d'hydrogène n'a pas été mesuré directement. Un protocole a été établi pour faire varier ou non le taux d'hydrogène lors de l'inscription et avant régénération. Le premier paramètre a été étudié par la remise ou non en hydrogénation de la fibre optique entre chaque inscription, c'est-à-dire par le délai entre la sortie de la fibre de la canne d'hydrogénation et le début de l'inscription. Le second paramètre a été étudié par la remise en hydrogénation de la fibre entre l'inscription et la régénération ou la mise en four à 55 °C durant 90 heures. Pour cela, 4 lignes de réseaux ont été inscrites à raison d'un réseau par ligne et par jour de manière à croiser les deux paramètres.

Chaque réseau a été inscrit pendant une durée de 1 h 30 min dans des fibres SMF-28^e sur 5 mm de long avec des réflectivités différentes. La distance entre chaque réseau était de 5 mm bord à bord afin de limiter l'impact du profil de température du four. La fibre a été hydrogénée à 25 °C sous 130 bars.

Nous avons utilisé le four tubulaire horizontal TZF afin de suivre la régénération des réseaux de Bragg en transmission et en réflexion. Les spectres des réseaux ont été acquis de manière continue par une source laser accordable TUNICS. Les 4 lignes de réseaux ont été régénérées simultanément suivant le protocole optimisé décrit partie III.C.1.

			1			1	1
		RdB	λ_{Bragg}	délai	$\mathcal{A}_{i}(dB)$	e (%)	${\mathcal P}$
ligne 1		1.1	1505	4 h 20	40,49	2,29	23 min
H ₂ entre inscription	Non	1.2	1510	24 h 20	53,16	2,11	21 min
H ₂ avant régénération	Oui	1.3	1515	46 h 00	45,96	2,67	24 min
ligne 2		2.1	1520	6 h 00	30,88	2,43	26 min
H ₂ entre inscription	Non	2.2	1525	22 h 35	54,81	2,51	21 min
H ₂ avant régénération Non		2.3	1530	48 h 25	54,27	2,27	22 min
ligne 3		3.1	1535	1 h 00	21,89	1,92	31 min
H ₂ entre inscription	Oui	3.2	1540	2 h 35	52,26	1,85	23 min
H ₂ avant régénération	Oui	3.3	1545	1 h 40	58,46	2,48	22 min
ligne 4		4.1	1550	2 h 40	41,12	2,39	25 min
H ₂ entre inscription	Oui	4.2	1555	1 h 00	56,30	1 <i>,</i> 93	23 min
H ₂ avant régénération	Non	4.3	1560	3 h 20	51,02	1,98	25 min

Tableau 8 : Paramètres et résultats de l'étude sur l'impact de H₂ sur la régénération

2. <u>Résultats</u>

De manière directe, malgré les différents protocoles de préparation des réseaux, l'expérience montre une faible dispersion de l'efficience et de la période de régénération des réseaux de Bragg (cf. Tableau 9).

	ligne 1		ligne 2		ligne 3		ligne 4		Global	
	е	\mathcal{P}	е	\mathcal{P}	е	${\mathcal P}$	е	${\mathcal P}$	е	\mathcal{P}
moyenne	2,36 %	24 min	2,40 %	25 min	2,08 %	28 min	2,10 %	25 min	2,24 %	24 min
écart type	0,28 %	02 min	0,12 %	01 min	0,35 %	07 min	0,25 %	02 min	0,27 %	02 min

Tableau 9 : Dispersion des grandeurs caractéristiques de la régénération des réseaux deBragg préparés suivant différents protocoles d'hydrogénation



Figure 29 : Influence de la ré-hydrogénation des fibres sur la qualité de la régénération

Cependant, pour comparer les différents protocoles, il est nécessaire de normaliser les résultats par rapport à l'atténuation des réseaux de Bragg. Les résultats obtenus partie III.C.2, sur l'effet de l'atténuation optique du réseau de Bragg initiateur, ont été utilisés pour calculer l'efficience et la période de régénération normalisée de chaque réseau de Bragg par l'interpolation des points de données (cf. Figure 27). Il est alors possible de calculer l'écart relatif de l'efficience et de la période de régénération pour chacun des réseaux de Bragg (voir Figure 30).



Figure 30 : Comparaison de l'efficience et de la période de régénération normalisée selon l'atténuation du réseau initiateur.

Si ces résultats ne montrent pas de lien évident entre le protocole d'hydrogénation de la fibre lors de la préparation des réseaux de Bragg avant régénération et la qualité du processus de régénération, il semble néanmoins que l'absence de protocole particulier lors de l'inscription d'une ligne de réseaux de Bragg (la ligne 2 présente la plus faible dispersion) n'a pas de conséquences importantes sur l'homogénéité des réseaux de Bragg. Il n'est donc pas nécessaire de mettre au point un protocole pour compenser la désorption d'hydrogène lors de la préparation de la fibre avant régénération.

E. <u>Conclusion</u>

Ces expériences ne nous ont pas permis d'établir de lien direct entre les différentes hypothèses sur l'origine physique du phénomène de régénération et les résultats que nous avons obtenus. Cependant, bien que de nombreux paramètres soient en jeu dans le processus de régénération, deux facteurs se détachent et semblent avoir un rôle prépondérant dans le processus de régénération, la température de régénération et la réflectivité du réseau de Bragg initiateur.
IV. Applications des réseaux régénérés

A. <u>Mesure de température et dépôt de diamant sur fibre au</u> <u>sein d'un plasma</u>

1. <u>Régénération « in-situ »</u>

a) Introduction

La tenue en température des réseaux régénérés permet non seulement leur utilisation comme capteurs à des températures jusqu'alors interdites aux réseaux de Bragg classiques, mais également l'instrumentation de composants réalisés par des procédés nécessitant des températures importantes par exemple lors de la fabrication d'une pièce métallique par impression 3D [28]. Cette méthode a le double avantage de permettre la régénération « insitu » du réseau de Bragg et de lui offrir une plus grande protection mécanique par l'absence de manipulation du réseau fragilisé lors de la chauffe. C'est tout un nouveau domaine d'application qui s'ouvre aux capteurs à réseaux de Bragg porté par la forte croissance de la fabrication additive. Nous nous sommes intéressés de manière plus spécifique à la synthèse de diamant sur fibre lors d'une collaboration avec le Laboratoire Capteur Diamant du CEA qui nous a apporter un grand soutien dans son expertise sur la synthèse et la fonctionnalisation du diamant.

b) La synthèse de diamant

De par ses caractéristiques physiques, le diamant est un matériau exceptionnel qui pourrait conférer de nombreux avantages aux capteurs à réseaux de Bragg par le dépôt de diamant à la surface de la fibre optique. Lors d'une utilisation des capteurs à réseaux de Bragg en environnements hautes températures, le diamant pourrait à la fois améliorer son temps de réponse grâce à sa grande conductivité thermique, tout en le rendant insensible aux déformations par la grande valeur de son module de Young et protéger la fibre optique par sa résistance aux températures extrêmes. Il est également facile de fonctionnaliser une surface en diamant grâce à la chimie du carbone, et ainsi développer des biocapteurs à fibre optique par l'utilisation de réseaux en angle. Ces capteurs pourraient être utilisés en milieux extrêmes ou directement en contact avec du tissu vivant grâce à la biocompatibilité du diamant.

	diamant	silice
module d'Young (GPa)	1000	105
conductivité thermique (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	2500	1,2
dilatation thermique (K ⁻¹)	1.10-6	6.10 ⁻⁷
température de fusion (°C)	3546	≈ 1650
biocompatibilité	oui	non
fonctionnalisation chimique	oui	non

Tableau 10 : Comparaison de quelques caractéristiques physiques du diamant et de la silice

Nous avons déposé du diamant à la surface d'une fibre optique par CVD (Chemical Vapor Deposition) utilisant une zone métastable de la cristallisation du diamant à des températures comprises entre 700 °C et 900 °C, pour des pressions allant de 10 mbar à 100 mbar. Afin d'amorcer la croissance du diamant, des nanoparticules de diamant appelées « seeding » sont déposées à la surface du substrat : c'est l'étape de « nucléation ». Le substrat est enfin déposé dans une cavité micro-ondes sous atmosphère contrôlée par un débit constant d'hydrogène et de méthane. Un plasma généré par micro-ondes forme de l'hydrogène radicalaire qui va d'une part activer le méthane (CH₄) pour former à son tour du carbone radicalaire et d'autre part graver les phases graphitiques du carbone favorisant ainsi la formation du diamant. La croissance du diamant se fait à partir de nanoparticules, nous avons donc une croissance polycristalline colonnaire, orthogonale à la surface du substrat (voir Figure 35).

La synthèse du diamant a été réalisée au Laboratoire Capteur Diamant (LCD) du CEA. Nous avons utilisé l'installation YODA (cavité micro-ondes sous vide) pour la synthèse du diamant en collaboration avec Hugues Girard du LCD.



Figure 31 : Photographie de l'installation YODA lors de la déposition de diamant sur un réseau de Bragg inscrit dans le cœur d'une fibre optique SMF-28.

c) Problématique

L'une des problématiques importantes des réseaux de Bragg régénérés reste leur fragilité notamment par rapport aux contraintes de cisaillement. Cette faiblesse interdit toute manipulation d'un réseau régénéré non conditionné, c'est pourquoi nous conditionnons les réseaux de Bragg avant régénération.

Une autre solution consiste à régénérer le réseau de Bragg « in-situ » c'est-à-dire déjà positionné au sein du composant à instrumenter. Lors de la synthèse de diamant, de nombreux paramètres rentrent en jeu notamment la pression au sein de la cavité, le débit des différents gaz servant à sa croissance et la température du plasma qui elle-même dépend de la puissance délivrée par le générateur de micro-ondes et des autres paramètres. La température est donc un paramètre difficile à contrôler d'autant plus qu'il est exclu de placer des pièces métalliques comme un thermocouple au sein de la cavité micro-ondes. L'utilisation des CFO à réseaux de Bragg régénérés est donc requis pour la mesure de cette température.

d) Régénération d'un réseau de Bragg lors de la synthèse de diamant

L'objectif de l'expérience est triple :

- régénérer un réseau au sein de la cavité micro-ondes par plasma ;
- mesurer la fluctuation de la température du plasma lors de la modification des autres paramètres (puissance micro-ondes, pression interne, débit des différents gaz) :
- déposer du diamant autour d'un réseau de Bragg.

Afin de mesurer la température au sein de la cavité micro-ondes, un réseau de Bragg initiateur a été préparé dans une fibre SMT-1310H, suivant le protocole de régénération classique du laboratoire. Le spectre du réseau a été acquis en continu par deux instrumentations : le système BraggLight® afin de suivre les phénomènes rapides de fluctuation de température, un spectromètre Anritsu® MS9770C pour garantir la mesure du décalage spectral du réseau et obtenir des spectres de bonne qualité spectrale.

La loi d'étalonnage d'une réseau analogue préalablement régénéré au sein d'un four a permis d'estimer la température du plasma et de contrôler le processus de régénération par la mesure du décalage spectral du pic de Bragg. Le plasma a été allumé à basse puissance puis la température a été augmentée progressivement en augmentant la puissance de commande du générateur micro-ondes. La géométrie du plasma changeait à chaque augmentation de puissance : la température maximale se décalait le long du tube en quartz. Il était alors nécessaire de déplacer légèrement la fibre au sein de la cavité jusqu'à la position la plus chaude du plasma. La régénération s'est faite à haute température (> 1000 °C) et a été de courte durée (moins de 40 minutes) avec un rendement très faible ($\approx 0,04$ %) mais néanmoins suffisant pour distinguer la résonance de Bragg et donc donner une mesure la température du plasma.



Figure 32 : Régénération d'un réseau de Bragg lors d'un dépôt de diamant à la surface de la fibre optique. La température est une estimation d'après le décalage en longueur d'onde du réseau suivant l'étalonnage d'un réseau régénéré issu d'un réseau initiateur similaire.



Figure 33 : Allure du spectre du réseau lors de sa régénération « in-situ ». Les quatre phases
a), b), c) et d) ont été annotées sur la Figure 32. L'échelle des ordonnées est arbitraire,
l'échelle des abscisses est d'un nanomètre par graduation.

2. <u>Mesure de température au sein d'un plasma</u>

Une fois le réseau régénéré dans la cavité micro-ondes, nous avons mesuré la température du plasma en fonction de la puissance à pression constante et en fonction de la pression à puissance constante.

Comme précédemment, la température a été calculée à partir de la courbe d'étalonnage d'un réseau régénéré étalonné dans un four. La température du plasma généré dans une cavité micro-ondes a été étalonnée en fonction de la pression au sein de la cavité et de la puissance du générateur micro-ondes.



Figure 34 : Etalonnage de la température d'un plasma généré dans une cavité micro-ondes en fonction de la pression intra cavité et de la puissance du générateur micro-ondes.

3. <u>Dépôt de diamant sur fibre</u>

Après l'étalonnage de l'installation YODA, le réseau de Bragg régénéré a été préparé pour une déposition de diamant. La fibre a été trempée dans une solution chargée positivement pour permettre le dépôt de nano-diamants chargés négativement à sa surface. Ensuite, la fibre a été de nouveau placée dans le réacteur afin de faire croître le diamant. La croissance du diamant a duré une vingtaine de minutes.



Figure 35 : Schémas, à gauche, et photos au microscope électronique à balayage, à droite, des étapes de nanoseeding, en haut, et de croissance cristalline, en bas.



Figure 36 : Vue au microscope électronique de la surface clivée d'une fibre ayant subi un dépôt de diamant à sa surface.

La température du plasma au début de la croissance du diamant était d'environ 900 °C. Nous avons ensuite constaté une baisse de la longueur d'onde de Bragg durant toute la phase de croissance du diamant. Deux effets peuvent être responsables de cette baisse :

- une baisse de la température du plasma ;
- une constriction de la fibre par le dépôt de diamant.

Il n'est pas possible de déterminer directement le facteur responsable de cette baisse, seul un étalonnage du réseau de Bragg après le dépôt du diamant permettrait de les discriminer. Malheureusement après la coupure du méthane (CH₄) pour arrêter la croissance de la couche de diamant, une brusque élévation de la température a effacé le réseau. Lors de cette montée en température, le pic de Bragg a subi un décalage spectral important, d'environ 22 nm en prenant la longueur d'onde de Bragg à température ambiante comme origine. Un tel décalage spectral ne permet pas d'estimer la température d'après la loi d'étalonnage suivant un polynôme d'ordre 5 établie pour des températures entre 30 °C et 900 °C (cf partie I.C.3.). La température a donc été estimée par une interpolation linéaire prolongeant la courbe d'étalonnage polynomiale en prenant comme coefficient directeur la moyenne de la valeur de la dérivée entre 850 °C et 900 °C. Le réseau aurait ainsi atteint une température d'environ 1400 °C lors de son effacement (voir Figure 37).



Figure 37 : Estimation de la température d'effacement d'un réseau de Bragg régénéré ayant subi une brusque variation de température.

Après le dépôt de diamant, la fibre a été clivée en de multiples endroits afin de mesurer l'épaisseur de la couche de diamant par une analyse au microscope électronique à

balayage. Le diamant a crû de manière homogène sur la surface de la fibre sur environ 600 nm d'épaisseur.

Par cette expérience, nous avons démontré trois points.

Le premier point est qu'il est possible de régénérer rapidement un réseau de Bragg en remplaçant le four conventionnel par un plasma. L'avantage de cette méthode est la souplesse du contrôle de température et la chauffe localisée autour du réseau de Bragg.

Le second point est que nous avons validé la méthode de régénération « in-situ », il n'est donc plus nécessaire de conditionner le réseau régénéré avant d'instrumenter un système mais de régénérer le réseau au sein du système lui-même à condition que la température du procédé le permette.

Le troisième point est que nous avons réussi la formation d'un dépôt de diamant sur une fibre optique à réseau de Bragg ce qui offre de nouvelles possibilités grâce à l'utilisation de réseaux en angle (dont nous avons montré le potentiel de régénération) ou plus directement pour la métrologie en température grâce à la conduction thermique du diamant qui pourrait être décisive lors d'applications cryogéniques par exemple.

B. <u>Mise au point d'un procédé de régénération optique</u>

1. <u>Chauffe d'une fibre par laser CO₂</u>

a) Utilisation du laser CO₂ sur les fibres optiques

Les lasers CO₂ sont déjà couramment utilisés dans l'industrie de la fibre optique. On les utilise pour réaliser des tapers, des coupleurs[29, 30] ou des réseaux à pas longs [31].

L'utilisation d'un laser CO2 apporte plusieurs avantages :

- des variations de température très rapides (plusieurs centaines de degrés en moins d'une seconde);
- une large plage de température induite sur la fibre (de l'ambiante à la fusion de la silice) par contrôle de la puissance émise par le laser et/ou de sa focalisation sur la fibre ;

 une zone de chauffe très localisée (millimétrique) en accord avec la taille du spot émis par le laser (éventuellement plus long avec des optiques de mise en forme du faisceau).

Dans le contexte de la régénération, ces avantages permettent en particulier d'envisager la réalisation de lignes de capteurs à topologie arbitraire, de réduire considérablement la durée du processus ainsi que la fragilisation mécanique de la fibre en limitant l'étendue de la zone de chauffe. Tous ces points sont aujourd'hui limités par l'utilisation de fours traditionnels qui nous contraignent par l'inertie thermique de leurs composants réfractaires et leurs géométries qui ne sont pas adaptées au recuit de petites sections de fibres sur de grandes longueurs.

b) Etalonnage d'un laser CO₂

M. Fokine a récemment utilisé des réseaux régénérés afin d'étalonner la température induite par un laser CO₂ [32] d'une puissance maximale de 28 W émettant à 10,6 μ m.



Figure 38 : Etalonnage d'un laser CO₂ par un réseau de Bragg régénéré - d'après M.Fokine-

L'étude de M. Fokine a permis de montrer qu'il est possible de contrôler la chauffe d'une fibre par un laser CO₂, et qu'une faible densité de puissance est suffisante pour atteindre des températures nécessaires à la régénération des réseaux de Bragg (< 1.3 W/mm^2)

2. <u>Régénération par laser CO₂</u>

a) Dispositif expérimental

Nous avons utilisé un laser CO_2 Synrad® 48-series délivrant jusqu'à 10 W en continu à 10,6 µm, refroidi par eau, délivrant un faisceau de 3,5 mm de diamètre. Nous avons fait le choix de placer le réseau au foyer d'une lentille cylindrique et d'optimiser l'alignement entre la fibre et le faisceau laser en maximisant le décalage spectral du pic de Bragg lors de la chauffe de la fibre par le faisceau laser à basse puissance. La fibre était maintenue sous tension constante équivalente à 55 g afin de limiter le désalignement de la fibre lors de son allongement induit par la dilatation thermique.



Figure 39 : Régénération d'un réseau de Bragg chauffé par un laser CO₂

Le réseau initiateur a été inscrit dans une fibre SMF-28e par un laser UV continu à 244 nm préalablement hydrogénée à 130 bars durant deux semaines. Le spectre du réseau était acquis en continu par le système BraggLight afin de pouvoir suivre le décalage spectral du pic de Bragg lors des transitions rapides de température.

b) Résultats

La régénération d'un réseau de Bragg et son suivi nous ont posé deux problèmes majeurs.

Le premier est l'homogénéisation et la stabilité de la zone de chauffe. Le profil gaussien du faisceau laser focalisé sur le cœur de la fibre engendre de grandes disparités en température ce qui a pour effet de « chirper » le réseau sur plusieurs nanomètres. Le spectre du réseau ainsi déformé ne permet plus le suivi de la régénération. Par ailleurs, l'instabilité du laser utilisé

(d'environ 10 % de la puissance) ainsi que les flux d'air refroidissant la fibre déstabilisent la chauffe de la fibre.



Figure 40 : Décalage spectral de la résonance de Bragg et estimation de la température de la fibre lors de la chauffe d'une fibre par un rayonnement laser infrarouge à 10 µm.

Le second problème est la rapidité de la chauffe de la fibre qui est quasi instantanée (inférieure à la seconde) pour des températures de plusieurs centaines de degrés. Si la vitesse de montée en température est clairement un avantage pour le procédé de régénération, elle devient problématique lors du suivi de la régénération. Des défauts au niveau du pointé du laser nous ont obligé à revoir l'alignement du faisceau entre chaque tir, nous n'avons donc pas réussi à suivre une régénération complète d'un réseau. Nous avons pu néanmoins vérifier leur régénération en les chauffant jusqu'à induire un décalage spectral de la résonance de Bragg d'environ 20 nm soit une montée de température d'environ 1300 °C.

De nombreuses améliorations, notamment sur la stabilité du pointé et de la puissance de laser, ainsi que sur le travail du faisceau pour une meilleur homogénéisation de la chauffe sont toujours à l'étude.

3. <u>Multiplexage lors de la chauffe d'une ligne de réseaux</u>

a) Régénération d'une ligne de réseaux de Bragg multiplexés en longueur d'onde

Classiquement, les capteurs à réseaux de Bragg sont multiplexés en longueur d'onde. La façon la plus simple de produire des lignes de réseaux de Bragg régénérés est donc d'inscrire des réseaux de Bragg initiateurs déjà multiplexés en longueur d'onde et de régénérer l'ensemble des réseaux soit un par un soit de manière simultanée. Le laser CO₂ permet une souplesse inédite lors de la régénération de lignes de réseaux de Bragg multiplexés. Grâce à une régénération rapide induite par la souplesse du contrôle de la chauffe de la fibre ainsi que sa localisation sur une zone restreinte autour du réseau (chauffe sur quelques mm), il est très simple de régénérer une ligne de réseaux quelle que soit sa topologie, sans pour autant fragiliser l'ensemble de la fibre optique.

b) Régénération d'une ligne de réseaux de Bragg inscrits à une longueur d'onde identique

Dans une étude portant sur l'impact de la viscosité des fibres durant la régénération, J. Canning et al. montrent qu'il est possible de décaler la longueur d'onde de Bragg d'un réseau régénéré de façon permanente par l'application d'une contrainte sur la fibre lors d'un recuit à haute température. J. Canning et al. décrivent une méthode pour multiplexer en longueur d'onde trois réseaux initiateurs inscrits à la même longueur d'onde de Bragg à 1547 nm régénérés simultanément puis recuits sous contrainte individuellement (à l'aide de masses de 6 g) à haute température [33].

Lors du recuit, deux étapes sont réalisées, l'une à 850 °C de 60 minutes environ, l'autre à 1100 °C durant 30 minutes. Lors de la première étape, le décalage en longueur d'onde en fonction de la température est linéaire et élastique suivant le coefficient thermo-optique de l'indice optique de la silice. Lors de la seconde étape, la silice ramollit, le décalage en longueur d'onde n'est plus linéaire en fonction de la température mais accélère suivant la viscosité de la silice de façon inélastique. Les réseaux régénérés conservent un décalage spectral égal de manière permanente lors du retour à température ambiante, et constitue alors une ligne multiplexée.

Dans le cas de l'expérience de J. Canning et al., les trois réseaux inscrits à 1547 nm ont été multiplexés spectralement aux longueurs d'ondes suivantes 1547 nm, 1557 nm et 1569 nm. Si cette méthode se montre difficilement réalisable par l'utilisation d'un four tubulaire traditionnel de par la fragilisation de la fibre lors des recuits successifs, la chauffe par laser CO₂ permet de limiter cette fragilisation au niveau des réseaux.



Figure 41 : Multiplexage spectral d'une ligne de trois réseaux de Bragg initiateurs inscrits à la même longueur d'onde et régénérés sous différentes contraintes, d'après [33]. (a) recuit des réseaux régénérés sous contraintes, (b) spectre de la ligne multiplexée à température ambiante.

4. <u>Conclusion</u>

Cette méthode de régénération par laser ouvre de nouvelles possibilités pour les capteurs à réseaux de Bragg régénérés.

Nous avons montré que la souplesse de cette méthode permet la régénération rapide de réseaux de Bragg tout en conservant des niveaux de réflectivité importants (> 10 %).

Elle permet également la fabrication de lignes de réseaux de Bragg régénérés suivant une topologie arbitraire en se libérant des fortes contraintes géométriques des fours traditionnels.

Enfin grâce à une méthode de multiplexage innovante introduit par J. Canning, il est possible de fabriquer des lignes de réseaux de Bragg régénérés, multiplexés en longueur d'onde, issus de réseaux de Bragg initiateurs inscrits à des longueurs d'ondes identiques. L'inscription des

réseaux de Bragg initiateurs peut ainsi être réalisée par masque de phase et permettre de gagner en temps, en complexité et par conséquent en coût de fabrication.

La régénération par laser CO_2 est donc une méthode de production de réseaux de Bragg régénérés particulièrement efficace. Cependant, de nombreux problèmes demeurent, il est possible d'en citer au moins deux qui nous ont parus particulièrement importants :

- En premier lieu, la stabilité en puissance des lasers CO₂ reste trop faible (5 % au minimum) pour permettre la répétabilité d'un processus industriel. De nombreuses études sont à réaliser sur la mise en forme du faisceau pour palier à ce problème ainsi que le propose M. Fokine par une séparation en trois puis une recombinaison du faisceau incident dans le but d'homogénéiser le faisceau.
- En second lieu, la chauffe optique d'un réseau de Bragg ne permet pas son étalonnage par des instruments de référence tels que des thermocouples ou thermistances. Il est nécessaire de s'assurer de la fiabilité de l'étendue d'une loi d'étalonnage d'un réseau à l'autre si l'on veut pouvoir produire rapidement des capteurs à réseaux de Bragg régénérés.

La régénération par laser est donc prometteuse et pourrait bien permettre la production en série de capteurs à réseaux de Bragg régénérés dans un avenir proche. C'est donc probablement un axe de recherche important pour les années à venir.

V. <u>Conclusion</u>

Au cours de cette deuxième partie du manuscrit, nous nous sommes attachés à montrer, par les résultats présents dans la littérature ainsi que par nos propres résultats, que la régénération des réseaux de Bragg est une méthode de stabilisation de leurs propriétés optiques particulièrement efficace et souple pour une grande variété de réseaux et d'applications.

La technique de régénération permet avant tout d'atteindre des températures de travail très importantes sans sacrifier les qualités spectrales des réseaux régénérés par un simple procédé thermique de recuit des réseaux. Contrairement aux techniques de passivation des réseaux de Bragg visant leur stabilité à des températures en dessous de 300 °C, la régénération est un procédé passant par l'effacement complet du réseau inscrit laissant place à un nouveau

réseau dit « régénéré » stable à des températures proches de 1000 °C en conservant les propriétés spectrales.

Si le mécanisme n'est pour l'instant pas clairement identifié, les réseaux ainsi traités montrent une grande résistance aux hautes températures sur de longues durées ; nous avons montré par des tests de vieillissement de plus d'un an que les réseaux régénérés sont stables à 900 °C sur des durées potentiellement beaucoup plus longues bien qu'actuellement non déterminées.

Il a aussi été montré que les réseaux régénérés survivent plusieurs cycles à des températures record de 1295 °C.

Parallèlement à leurs performances en termes de températures, les réseaux régénérés conservent une grande qualité spectrale, similaire à des réseaux de type I, autorisant alors le multiplexage spectral des réseaux régénérés sur une même fibre.

La régénération est néanmoins limitée par l'utilisation d'un réseau inscrit par photosensibilité comme base au réseau régénéré. Il est donc nécessaire d'utiliser des fibres dopées de façon à être photosensibles.

Hormis cela, la régénération permet de stabiliser une grande variété de réseaux inscrits dans des fibres dopées fluor, germanium ou erbium, monomodes ou bien microstructurées, par des lasers UV continus ou pulsés sur des temps longs ou bien extrêmement courts comme les réseaux inscrits sur tour de fibrage par une seule impulsion.

Au-delà de la composition de la fibre ou du type d'inscription du réseau, la souplesse de la régénération s'étend à la conservation de la signature spectrale des réseaux dits « initiateurs », notamment les résonances liées aux modes de gaine dans le cas des réseaux en angle. De par cette souplesse, la régénération peut s'adresser vers de nombreuses applications des réseaux de Bragg nécessitant une stabilité en température comme par exemples des capteurs de température ou de pression, des capteurs biochimiques en environnement extrême ou des applications de type filtre pour des composants optiques en environnement extrême.

La technique de régénération montre également une grande souplesse dans le procédé de régénération qui, dans sa version la plus simple, consiste à un recuit du réseau de Bragg audelà d'une température seuil. De nombreux protocoles sont utilisés par les différentes équipes de recherche privilégiant la rapidité ou le rendement du procédé selon les contraintes imposées par la visée applicative du réseau. Cette souplesse ouvre la voie à de nouvelles méthodes de régénération innovantes par des procédés de chauffe optique utilisant des lasers CO_2 ou directement lors de la phase de fabrication de pièces à instrumenter appelée régénération « in-situ ». La régénération est donc à la fois une méthode techniquement simple, efficace et souple de stabilisation des réseaux de Bragg pour des applications nécessitant un fonctionnement à des températures proches de 1000 °C.

Néanmoins, de nombreuses études restent à faire pour parfaire cette technique.

Tout d'abord, concernant le vieillissement, le comportement à long terme des réseaux régénérés n'est pas encore clairement compris ou même modélisé. Une étude plus vaste doit être réalisée afin d'établir une nouvelle loi de vieillissement des réseaux régénérés. Cette étude devra prendre en compte d'autres paramètres que le dépeuplement des pièges servant de base à l'établissement d'une « master curve » tels que le relâchement des contraintes mécaniques au sein de la silice ainsi que les problèmes liés à sa viscosité.

Dans un second temps une nouvelle étude doit être menée sur la résistance et la fiabilité mécanique des fibres optiques subissant les procédés de régénération. Cette étude devra établir le seuil de résistance des fibres après recuit tant sur des efforts en traction qu'en cisaillement, elle permettra de mettre fin aux idées reçues sur l'extrême fragilité des fibres optiques.

Figure 1 : Formation d'un Chemical Composition Grating (CCG) d'après M. Fokine[2] 94
Figure 2 : Mesure de la distribution radiale de fluor pour (a) une fibre non traitée, (b) une fibre
chauffée à 1000 °C pendant 10 minutes, (c) une fibre hydrogénée chauffée à 1000 °C pendant
1 seconde suivant la méthode de photosensibilisation par saturation d'ions hydroxyles et (d)
une fibre chauffée à 1000 °C pendant 10 min, d'après [1] 95
Figure 3 : Régénération de fibre chargée, avant ou après inscription, en hydrogène ou en
hélium, la réflectivité des réseaux est représentée par des points, la température par des lignes,
d'après [8]
Figure 4 : Impact de la température du palier intermédiaire sur la variation d'indice du réseau
régénéré, d'après [1]
Figure 5 : Protocole de régénération par paliers isochrones de 50 °C à gauche [14], ou par
montée rapide à 850 °C à droite [15]
Figure 6 : Réponse d'un réseau de Bragg régénéré inscrit dans une fibre microstructurée
« twin hole fiber » à une pression de 2400 psi à 800 °C, d'après [18] 100
Figure 7 : Schéma du système interférométrique à miroir de Lloyd utilisé pour l'inscription
des réseaux de Bragg, d'après G. Laffont[21] 102
Figure 8 : Protocole standard de régénération au laboratoire
Figure 9 · Suivi de la régénération d'une ligne de 10 réseaux de Bragg (à droite) comparaison
i guie > : Suivi de la regeneration à une righe de re reseaux de Bragg (à arene), comparation
entre le taux de régénération et le profil de température au sein du four (à gauche)
entre le taux de régénération et le profil de température au sein du four (à gauche)
entre le taux de régénération et le profil de température au sein du four (à gauche)
entre le taux de régénération et le profil de température au sein du four (à gauche)
entre le taux de régénération et le profil de température au sein du four (à gauche)
entre le taux de régénération et le profil de température au sein du four (à gauche)
entre le taux de régénération et le profil de température au sein du four (à gauche)
entre le taux de régénération et le profil de température au sein du four (à gauche)
entre le taux de régénération et le profil de température au sein du four (à gauche), comparation a une régénération et le profil de température au sein du four (à gauche),
entre le taux de régénération et le profil de température au sein du four (à gauche)
entre le taux de régénération et le profil de température au sein du four (à gauche), comparation a une ngile de le révérent de Bragg (a doute), comparation a une ngile de le révérent de Bragg (a doute), comparation a une ngile de le révérent de Bragg (a doute), comparation a une ngile de le révérent de Bragg avec en bleu la courbe des données acquises, en points rouges les valeurs de températures reconstruites d'après l'étalonnage et en vert l'erreur entre les données réelles et l'étalonnage. A droite : histogramme portant sur 80 réseaux de Bragg étalonnés suivant l'erreur d'étalonnage 108 Figure 11 : Courbes d'étalonnages et d'erreurs sur les polynômes de régression d'une ligne de 20 réseaux de Bragg (notés RdB et numérotés de 0 à 19), multiplexée en longueur d'onde, avec des résonances de Bragg entre 1525 et 1585 nm

Figure 14 : Suivi de la longueur d'onde de Bragg (en bleu) d'un réseau de Bragg immergé
dans une bombonne d'hélium liquide. En vert la régression polynomiale d'ordre 5 donnant la
loi d'étalonnage du réseau de Bragg. En rouge la sensibilité du réseau de Bragg115
Figure 15 : Evolution de la longueur d'onde de Bragg et de la réflectivité d'un réseau régénéré
à partir d'un réseau initiateur de type In (IIa) lors d'un recuit à 1000 °C après un recuit de 2
jours à 700 °C (d'après [19]) 117
Figure 16 : Suivi de la réflectivité et de la dérive du pic de Bragg de chacun des réseaux 119
Figure 17 : Zoom de l'évolution de la réflectivité sur les 300 premières heures du
vieillissement
Figure 18 : Vieillissement de trois réseaux régénérés inscrits dans une fibre SMF-28 ^e à 850 °C
durant 1600 H 121
Figure 19 : Evolution de la longueur d'onde de Bragg de réseaux régénérés lestés par une
masse de 3 g à différentes températures de recuit entre 1000 °C et 1150 °C, d'après [23] 122
Figure 20 : Evolution de la sensibilité par réseau de Bragg 124
Figure 21 : Evolution de la sensibilité des réseaux de Bragg par période 124
Figure 22 : Estimation du temps de réponse d'un capteur à réseau de Bragg régénéré, par
l'immersion manuelle dans un pot de sodium liquide à 500 °C, soit un différentiel de 450 °C
avec la température ambiante avant immersion
Figure 23 : Temps de réponse d'un capteur à réseau de Bragg régénéré, conditionné dans un
capillaire d'inconel de 0,3 mm et 1 mm de diamètre intérieur et extérieur pour différents
échelons de température
Figure 24 : Mesure d'un gradient au sein d'un four par une ligne de réseaux de Bragg
multiplexés
Figure 25 : Evolution des caractéristiques optiques d'une ligne de 20 réseaux de Bragg mise
en irradiation à $1,5.10^{10}$ n/cm ² et chauffée à 650 °C 131
Figure 26 : Impacts de la température sur le taux et la durée de la régénération 136
Figure 27 : Influence de la réflectivité du réseau initiateur sur la qualité de la régénération 138
Figure 28 : Evolution de la pression d'hydrogène à l'intérieur d'une fibre SMF-28
initialement chargée à 140 atm et placée en air libre en fonction du temps - par M. Lancry
[27]
Figure 29 : Influence de la ré-hydrogénation des fibres sur la qualité de la régénération 142
Figure 30 : Comparaison de l'efficience et de la période de régénération normalisée selon
l'atténuation du réseau initiateur

Figure 31 : Photographie de l'installation YODA lors de la déposition de diamant sur un réseau de Bragg inscrit dans le cœur d'une fibre optique SMF-28......146 Figure 32 : Régénération d'un réseau de Bragg lors d'un dépôt de diamant à la surface de la fibre optique. La température est une estimation d'après le décalage en longueur d'onde du réseau suivant l'étalonnage d'un réseau régénéré issu d'un réseau initiateur similaire...... 148 Figure 33 : Allure du spectre du réseau lors de sa régénération « in-situ ». Les quatre phases a), b), c) et d) ont été annotées sur la Figure 32. L'échelle des ordonnées est arbitraire, Figure 34 : Etalonnage de la température d'un plasma généré dans une cavité micro-ondes en fonction de la pression intra cavité et de la puissance du générateur micro-ondes...... 149 Figure 35 : Schémas, à gauche, et photos au microscope électronique à balayage, à droite, des Figure 36 : Vue au microscope électronique de la surface clivée d'une fibre ayant subi un Figure 37 : Estimation de la température d'effacement d'un réseau de Bragg régénéré ayant Figure 38 : Etalonnage d'un laser CO₂ par un réseau de Bragg régénéré - d'après M.Fokine-Figure 39 : Régénération d'un réseau de Bragg chauffé par un laser CO₂ 154 Figure 40 : Décalage spectral de la résonance de Bragg et estimation de la température de la fibre lors de la chauffe d'une fibre par un rayonnement laser infrarouge à 10 µm...... 155 Figure 41 : Multiplexage spectral d'une ligne de trois réseaux de Bragg initiateurs inscrits à la même longueur d'onde et régénérés sous différentes contraintes, d'après [33]. (a) recuit des réseaux régénérés sous contraintes, (b) spectre de la ligne multiplexée à température

Références

- 1. Fokine, M., *Photosensitivity, chemical composition gratings and optical fiber based components,* in *KTH, Superseded Departments, Microelectronics and Information Technology, IMIT*2002, KTH, Microelectronics and Information Technology: Stockholm. p. 91.
- 2. Fokine, M., *Formation of thermally stable chemical composition gratings in optical fibers.* J. Opt. Soc. Am. B, 2002. **19**(8): p. 1759-1765.
- 3. Trpkovski, S., et al., *High-temperature-resistant chemical composition Bragg gratings in Er3+doped optical fiber.* Optics Letters, 2005. **30**(6): p. 607-609.
- 4. Bowei, Z. and M. Kahrizi, *High-Temperature Resistance Fiber Bragg Grating Temperature Sensor Fabrication.* Sensors Journal, IEEE, 2007. **7**(4): p. 586-591.
- 5. Bandyopadhyay, S., et al., *Ultrahigh-temperature regenerated gratings in boron-codoped germanosilicate optical fiber using 193 nm.* Opt. Lett., 2008. **33**(16): p. 1917-1919.
- 6. Fokine, M., *Underlying mechanisms, applications, and limitations of chemical composition gratings in silica based fibers.* Journal of Non-Crystalline Solids, 2004. **349**(0): p. 98-104.
- 7. Ricchiuti, A.L., et al., *Temperature gradient sensor based on a long-fiber Bragg grating and time-frequency analysis.* Optics Letters, 2014. **39**(19): p. 5729-5731.
- 8. Cook, K., L.-Y. Shao, and J. Canning, *Regeneration and helium: regenerating Bragg gratings in helium-loaded germanosilicate optical fibre.* Optical Materials Express, 2012. **2**(12): p. 1733-1742.
- Shu, X., et al., Dependence of temperature and strain coefficients on fiber grating type and its application to simultaneous temperature and strain measurement. Optics Letters, 2002.
 27(9): p. 701-703.
- 10. Bueno, A., et al., *Fast thermal regeneration of fiber Bragg gratings.* Optics Letters, 2013. **38**(20): p. 4178-4181.
- 11. Canning, J., et al., *Extreme Silica Optical Fibre Gratings*, 2008, Molecular Diversity Preservation International.
- 12. Bandyopadhyay, S., et al., *A study of regenerated gratings produced in germanosilicate fibers by high temperature annealing.* Optics Express, 2011. **19**(2): p. 1198-1206.
- 13. Lowder, T.L., et al., *High-Temperature Sensing Using Surface Relief Fiber Bragg Gratings*. Photonics Technology Letters, IEEE, 2005. **17**(9): p. 1926-1928.
- 14. Polz, L., et al. Regeneration experiments with fibre Bragg gratings in hydrogen out-diffused fibres. 2014.
- 15. Lindner, E., et al. *Regenerated draw tower grating (DTG) temperature sensors*. 2011.
- 16. Lindner, E., et al., *Thermal regeneration of fiber Bragg gratings in photosensitive fibers.* Opt. Express, 2009. **17**(15): p. 12523-12531.
- 17. Chong, S.S., et al., *Regenerated fibre Bragg grating fabricated on high germanium concentration photosensitive fibre for sensing at high temperature.* Optics & Laser Technology, 2012. **44**(4): p. 821-824.
- 18. Chen, T., et al., *Regenerated gratings in air-hole microstructured fibers for high-temperature pressure sensing.* Opt. Lett., 2011. **36**(18): p. 3542-3544.
- 19. Lindner, E., et al., *Thermal regenerated type IIa fiber Bragg gratings for ultra-high temperature operation*. Optics Communications, 2011. **284**(1): p. 183-185.
- 20. Cook, K., et al. *Regenerated femtosecond fibre Bragg gratings*. in *Third Asia Pacific Optical Sensors Conference*. 2012. Sydney, Australia: SPIE.
- 21. Dimmick, T.E., et al., *Carbon dioxide laser fabrication of fused-fiber couplers and tapers.* Applied Optics, 1999. **38**(33): p. 6845-6848.
- 22. Martinez, A., et al., *Direct writing of fibre Bragg gratings by femtosecond laser*. Electronics Letters, 2004. **40**(19): p. 1170-1172.

- 23. Shao, L.Y., et al., *Viscosity of silica optical fibres characterized using regenerated gratings.* Acta Materialia, 2013. **61**(16): p. 6071-6081.
- 24. Riant, I. and B. Poumellec, *Thermal decay of gratings written in hydrogen-loaded germanosilicate fibres.* Electronics Letters, 1998. **34**(16): p. 1603-1604.
- 25. Poumellec, B., I. Riant, and C. Tessier-Lescourret, *Precise life-time prediction using demarcation energy approximation for distributed activation energy reaction*. Journal of Physics: Condensed Matter, 2006. **18**(7): p. 2199.
- 26. Laffont, G., R. Cotillard, and P. Ferdinand. *Multiplexed regenerated Fiber Bragg Gratings for high temperature measurement*. 2012.
- 27. Lancry, M., Contribution à l'étude de méthodes de sensibilisation de fibres optiques de communication et mécanismes associés, in Lasers, molécules et rayonnement atmosphérique2004, Université Lille 1.
- 28. Maier, R.R.J., et al., *Embedded Fiber Optic Sensors Within Additive Layer Manufactured Components.* Sensors Journal, IEEE, 2013. **13**(3): p. 969-979.
- 29. Raine, K.W., et al., *Measurement of axial stress at high spatial resolution in ultravioletexposed fibers*. Applied Optics, 1999. **38**(7): p. 1086-1095.
- 30. Wang, T., et al., *Regeneration of fiber Bragg gratings under strain*. Applied Optics, 2013. **52**(10): p. 2080-2085.
- 31. Canning, J., K. Cook, and L.Y. Shao. *Helium and regeneration in optical fibres*. 2012.
- 32. Albert, J., et al., *Comparison of one-photon and two-photon effects in the photosensitivity of germanium-doped silica optical fibers exposed to intense ArF excimer laser pulses.* Applied Physics Letters, 1995. **67**(24): p. 3529-3531.
- 33. Canning, J., et al. *Viscoelastic tuning of fibre Bragg gratings during regeneration*. 2014.

Chapitre 3 : Réseaux de Bragg inscrits par laser femtoseconde

I. Etat de l'art de l'inscription par laser femtoseconde

A. <u>Procédés lasers et micro-structuration femtoseconde</u>

1. Procédés lasers

Les lasers ont, depuis leur création, de nombreuses applications : le stockage de l'information, les télécommunications, la mesure et le traitement des matériaux.

Dès 1965, soit 5 ans seulement après le premier laser réalisé par T. Maiman en 1960, le laser connait l'une de ses premières applications industrielles au sein du centre de recherche de la Western Electric Company [1] : l'usinage du diamant par un laser rubis permettant de réaliser en quelques minutes des tâches prenant alors plusieurs heures. Aujourd'hui, l'usinage des matériaux reste la première application laser dans le monde représentant en termes de chiffre d'affaire 37 % des quelques 900 millions de lasers (dont 200 000 lasers autres que semiconducteurs) vendus dans le monde au cours de l'année 2011, pour un marché pesant 5,5 milliards d'euros [2].

L'interaction laser permet la découpe, la soudure, le perçage, la gravure des matériaux les plus divers. Ces procédés reposent principalement sur l'absorption des matériaux dans le but d'augmenter la température de plusieurs centaines ou milliers de degrés et de provoquer une fusion ou une vaporisation localisée.

Lors de processus industriels d'usinage de métaux (utilisant principalement des lasers CO_2 et représentant 50 % du chiffre d'affaire des lasers vendus pour ces applications en 2011), la faible absorption du rayonnement (inférieure à 5 % pour l'aluminium, le cuivre ou l'acier) nécessite le recours à de la poudre de graphite, par exemple, pour augmenter l'absorption en surface. Une fois amorcée, la chauffe des matériaux sera entretenue par une augmentation de l'absorption des phases liquides. La rapidité des changements de phase permet une diffusion restreinte de la chaleur et l'obtention d'états de surface plus propres qu'avec d'autres

procédés. Néanmoins, à l'échelle microscopique, l'élévation de température crée des zones de recuit, des bavures au niveau des arêtes et une détérioration de matière et de l'état de surface par l'interaction entre le rayonnement et les particules vaporisées.



<u>Figure 1</u> : Comparaison sur les effets d'impulsions lasers longues (type nanoseconde) et ultracourtes (types femtosecondes) lors d'un procédé de perçage. Image issue de Jenoptic.

2. <u>Micro-structuration femtoseconde</u>

L'utilisation de rayonnements de fortes puissances (supérieures au mégawatt) fait apparaitre des phénomènes non-linéaires lors de la propagation de la lumière tels que l'absorption non linéaire, l'autofocalisation par effet Kerr... Il est alors possible de dépasser la barrière énergétique des matériaux transparents et de créer des modifications dans leurs structures. L'intensité du champ électrique peut être suffisamment importante pour ioniser la matière et créer une cascade électronique jusqu'à la génération d'un plasma aboutissant à des phénomènes comme le claquage optique [3]. Ces puissances sont possibles grâce aux impulsions lumineuses ultra-brèves et permettent d'usiner tout type de matériau, du papier au diamant en passant par les métaux comme le titane ou même les milieux biologiques.



<u>Figure 2</u> : Comparaison de procédés de perçage dans une feuille d'acier de 100 μm d'épaisseur par des impulsions lasers nanosecondes, picosecondes et femtosecondes. De gauche à droite 3,3 ns, 1 mJ, 4,2 J/cm², soit 1,3 GW/cm² ; 80 ps, 900 μJ, 3,7 J/cm² soit 46 GW/cm² et 200 fs, 120 μJ, 0,5 J/cm² soit 2,5 TW/cm². D'après [4].

L'essor des lasers femtosecondes dans les années 90, permettant d'atteindre de telles puissances, a révolutionné le micro usinage des matériaux, notamment pour les milieux transparents. Non seulement les lasers femtosecondes ont la capacité d'usiner n'importe quel matériau, mais ils permettent aussi une grande liberté dans les techniques d'usinage avec la possibilité d'atteindre des régimes athermiques ou non, d'usiner en surface ou bien directement dans le volume, suivant différents types de modifications dépendant de la densité de puissance des impulsions [5].

Outre les techniques d'usinage au sens propre, les impulsions femtoscondes permettent la micro voir nanostructuration des matériaux transparents [6]. La modification de l'indice de réfraction autorise l'inscription rapide de guides d'ondes en trois dimensions [7]. La création de fortes biréfringences permet la réalisation de composants optiques tels que des lentilles de Fresnel, des convertisseurs de polarisation radiale ou azimutale [8], des microlentilles... Il est également possible de créer des micro-bulles, au départ imaginées comme solution pour le stockage d'information en volume [9].

Le couplage de ces différents effets ouvre de nouvelles perspectives comme la réalisation de composant dits « lab-on-a-chirp » par l'inscription de guides d'ondes et de canaux « micro-fluidics » [10] au sein du volume de silice ou bien directement dans la gaine optique des fibres [11], « lab-on-a-fiber », pour l'analyse optique des milieux biologiques ou agents chimiques directement au sein d'une fibre.

3. <u>Inscription femtoseconde et capteurs fibres optiques à réseaux de</u> Bragg « haute température »

Il est également possible d'utiliser les impulsions femtosecondes pour inscrire des réseaux de Bragg ultra stables en température dans le cœur des fibres optiques.

L'idée sous-jacente est que, lors de l'inscription, les puissances élevées permettent la création de défauts dans la silice à des niveaux d'énergies plus élevés que la photo-inscription classique, conduisant à une meilleure stabilité des pièges, et par conséquent une meilleure résistance des réseaux de Bragg à la température.

Dans le cas extrême, il est même possible de compacter la silice jusqu'à créer des microbulles de vide permanentes et stables jusqu'à la température de transition vitreuse de la silice. L'optimisation des procédés d'inscription de réseaux de Bragg par laser femtosconde au cœur des fibres optiques permettrait de créer des lignes de capteurs très hautes températures (> 1000°C) multiplexés inscrites en seulement quelques secondes.

Les lasers femtosecondes apportent d'autres avantages en termes d'inscription de réseaux de Bragg. N'étant plus limité par l'absorption, il est également possible d'inscrire des réseaux de Bragg à différentes longueurs d'ondes sans avoir recours à des espèces dopantes nécessaires à la photosensibilité des fibres optiques [12]. Le choix d'une longueur d'onde pour laquelle la gaine mécanique est transparente autorise l'inscription des réseaux de Bragg à travers ces gaines et réduit considérablement la fragilité mécanique induite par le dénudage des fibres [13].

B. <u>Interactions des impulsions ultra-courtes dans les matériaux</u> transparents

1. Introduction

La micro ou nanostructuration des matériaux transparents tels que la silice par impulsions lasers ultracourtes dépendent de plusieurs paramètres principalement liés à la durée de l'impulsion, la puissance crête du tir ainsi que la cadence de répétition. La longueur d'onde de travail reste importante, non plus par rapport à l'absorption des matériaux mais de par la limite de diffraction : diminuer la longueur d'onde de travail permet de gagner en résolution lors de la structuration. Pour donner un ordre de grandeur des performances courantes atteintes par les lasers commerciaux, une impulsion délivrée par une chaîne laser femtoseconde Ti:Saphir amplifiée a typiquement une largeur temporelle de 120 fs pour une énergie de 5 mJ soit l'équivalent d'une puissance crête de 42 GW. Le faisceau délivré par le laser d'un diamètre de 10 mm focalisé sur quelques micromètres carrés au travers d'un objectif de microscope parvient à une intensité supérieure à 10¹⁶ W/cm². La capacité d'atteindre de telles puissances donne une grande amplitude d'intensité optique possible et donc de types d'interactions différentes avec la matière.



<u>Figure 3</u> : Types de modification permanente de la structure de la silice suivant la puissance du faisceau incident. Le régime 1 est un changement isotrope de l'indice de réfraction, le régime 2 est un changement anisotrope de l'indice de réfraction, le régime 3 est une compression importante de la matière menant à la formation de microbulles. D'après [14].



<u>Figure 4</u> : Echelle temporelle des phénomènes suivant une irradiation femtoseconde selon l'intensité du faisceau incident. D'après [15].

De plus, la durée d'impulsion devient courte devant la plupart des phénomènes physiques de relaxation suivant une interaction lumière-matière tels que les recombinaisons électroniques, la diffusion de la chaleur ... Aussi, lors de la microstructuration femtoseconde la fréquence de répétition des tirs peut induire ou non des effets cumulatifs responsables notamment de l'échauffement de l'échantillon. La microstructuration est donc différente pour un même type d'interaction lumière-matière. Par exemple, pour des régimes d'impulsions inférieurs à 200 kHz [16], l'échauffement provoqué par chaque impulsion est dissipé avant l'arrivée de la suivante [17], l'effet est dit athermique.

Nous allons donc introduire les différentes interactions lors de la propagation des impulsions femtosecondes dans les milieux transparents.

Nous allons commencer par un rappel d'optique non linéaire en décrivant les interactions propres à un matériau transparent amorphe lors de la propagation d'une impulsion lumineuse de forte puissance.

Ensuite, nous détaillerons les modifications de structure du matériau qui en découlent.

Enfin, nous nous appuierons sur des exemples détaillant les paramètres d'irradiation des matériaux et leurs effets pour donner des ordres de grandeurs concernant la situation qui nous intéresse à savoir les effets des impulsions femtosecondes dans la silice.

2. Les effets non linéaires liés aux impulsions femtosecondes.

De prime abord, nous considérons que les interactions lumière-matière sont linéaires, ce qui est vrai en première approximation pour des sources faiblement intenses.

D'un point de vue classique pour une approche qualitative, nous pouvons considérer que dans un milieu diélectrique, le champ électrique du faisceau provoque de petits déplacements des charges électriques (électrons, ions) et que des dipôles oscillants sont créés. Si on considère les noyaux comme infiniment lourds par rapport aux électrons, nous pouvons nous limiter à l'étude du mouvement des électrons dont le modèle le plus simple est celui de l'électron élastiquement lié.

Pour un champ électrique de faible intensité, l'électron est donc soumis à une force de rappel proportionnelle à son déplacement et oscille à la même fréquence que l'onde incidente : la réponse est linéaire.

Si l'amplitude du champ électrique de l'onde incidente est du même ordre de grandeur que celui du champ interatomique $(10^5-10^{10} \text{ V/m})$, on sort alors du domaine élastique : la force de rappel n'est plus linéaire.

Lors de leur propagation, de par leur grande puissance, les impulsions lasers femtosecondes interagissent de façon non linéaire avec les milieux transparents.

a) L'absorption non linéaire

Lorsqu'une onde lumineuse se propage dans un milieu, elle peut être absorbée en faisant passer un électron de la bande de valence à la bande de conduction. Si l'énergie du photon incident $E_p = hc/\lambda$ (avec *h* la constante de Planck, *c* la vitesse de la lumière et λ la longueur d'onde) est supérieure à l'énergie d'ionisation du matériau E_{bg} , alors on parle d'absorption linéaire. Si E_p est inférieure à E_{bg} , alors le photon n'est pas absorbé et le matériau est considéré comme transparent.

Lorsque le matériau est transparent à la longueur d'onde de travail, il existe deux types d'absorption non linéaire conduisant à l'ionisation des électrons de valence : l'ionisation multiphotonique et l'ionisation par effet tunnel. Ces deux types d'ionisation sont favorisés l'une par rapport à l'autre en fonction de l'intensité du faisceau incident. L'absorption peut également être amplifiée par l'excitation de porteurs de charges déjà présents dans la bande de

conduction, pouvant conduire à l'ionisation d'autres porteurs de la bande de valence par collision électronique.

(1) L'ionisation multiphotonique (MPI) :

Afin de passer la barrière énergétique entre la bande de valence et la bande de conduction, m photons peuvent être absorbés simultanément à condition que mE_p soit supérieur à E_{bg} . En prenant le cas de la silice $E_i \approx 9 \ eV$, 2 photons sont alors nécessaires à 244 nm, contre 3 à 400 nm et 6 à 800 nm.

Le taux d'ionisation multiphotonique dépend fortement du nombre de photons N nécessaires pour dépasser l'énergie de la bande interdite, de l'intensité du faisceau incident I, et est donné par la relation :

$$\left(\frac{d\rho}{dt}\right)_{MPI} = \sigma_N I^N$$

Avec σ_N la section efficace d'une absorption à N photons.

Plus le nombre de photons requis N est important, plus la valeur de la section efficace est faible et la probabilité d'une ionisation multiphotonique est faible. Une loi empirique donnée par P. Agostini et al en 1988 [18] permet de se faire une idée de cette variation :

$$\sigma_N \propto 10^{-19} (10^{-31 \pm 2})^{N-1}$$

Soit 31 ordres de grandeur entre une ionisation à N photons et une ionisation à N + 1 photons. Plus le nombre de photons nécessaires N est important, plus la probabilité de rencontre et d'absorption simultanée est faible.

Cette loi d'obtenir un ordre de grandeur sur la variation du taux d'ionisation dans la silice entre une impulsion d'un laser Ti: Saphir à 800 nm et ses harmoniques à 400 et 244 nm. A titre indicatif, le taux d'absorption à 6 photons dans la silice a été obtenu expérimentalement par des tirs lasers de 40 fs entre 10 et 100 nJ à 800 nm focalisés à travers un objectif de microscope de 0,25 NA pour une valeur de $\sigma_6 = 4.10^{13} (TW.cm^{-2})^{-6} cm^{-3} ps^{-1}$.



<u>Figure 5</u> : Représentations schématiques de l'ionisation multiphotonique illustrée à gauche par la transition électronique de la bande de valence (BV) à la bande de conduction (BC) et à droite selon le puits de potentiel atomique. D'après [19].

(2) Ionisation par effet tunnel (TI) :

Les champs électriques importants induisent une distorsion de la structure de bandes d'énergie, permettant, par l'absorption de un ou plusieurs photons, à un électron de passer la bande interdite par effet tunnel pour rejoindre la bande de conduction. Le taux d'ionisation par effet tunnel est donnée par :

$$\left(\frac{d\rho}{dt}\right)_{TI} \propto \exp\left(\frac{-2E_{bg}^{\frac{3}{2}}m^{\frac{1}{2}}}{3e\hbar E}\right)$$

Où m est la masse réduite de la paire électron-trou, e la charge d'un électron, et E le champ électrique du laser.



<u>Figure 6</u> : Représentations schématiques de l'ionisation par effet tunnel illustrée à gauche par la transition électronique de la bande de valence (BV) à la bande de conduction (BC) et à droite selon le puits de potentiel atomique. D'après [19].

(3) Modèle de Keldysh

En 1965, Keldysh [20] montra que ces deux régimes pouvaient être unifiés sous le même cadre théorique. La prédominance de chaque effet peut être estimée par le paramètre d'adiabaticité de Keldysh γ :

$$\gamma = \omega \frac{\sqrt{mE_{bg}}}{eE}$$

Si $\gamma \ll 1$, l'ionisation par effet tunnel domine; au contraire, si $\gamma \gg 1$, l'ionisation multiphotonique domine. Pour $0, 1 < \gamma < 10$, il existe un régime intermédiaire dans lequel les deux phénomènes coexistent.



<u>Figure 7</u> : Taux de photo-ionisation $(d\rho/dt)$ et paramètre d'adiabaticité (γ) selon la théorie de Keldysh. Calcul pour de la silice fondue à 800 nm. D'après [19].

Comme nous le montre la Figure 7, dans le cas de la silice fondue α -SiO₂, le type d'ionisation diffère selon l'intensité du faisceau incident. La conversion de la longueur d'onde de travail par doublage ou triplage de fréquence peut être responsable d'un changement de mécanisme dominant.

Si nous considérons l'irradiation de la silice par une impulsion femtoseconde issue d'un laser Ti:Saphir, de 100 fs 50 μ J à 800 nm, focalisée sur un spot de 100 μ m de diamètre, alors son intensité est de 6.10¹³ W.cm⁻². Le paramètre de Keldysh nous permet de dire que l'ionisation par effet tunnel est dominante.

Si maintenant, pour la même impulsion, on triple la fréquence avec un rendement de 10 % et un élargissement de la largeur temporelle de l'impulsion de 100 fs à 350 fs, alors l'intensité est de 2.10⁻¹² W.cm⁻². Le processus d'ionisation est en régime transitoire avec la présence d'ionisations multiphotoniques.

(4) L'ionisation par avalanche

L'ionisation par avalanche est un phénomène en deux étapes impliquant l'absorption de l'énergie d'un ou plusieurs photons. Les photons peuvent également être absorbés par des porteurs de charges libres déjà présents dans la bande de conduction. Ces électrons peuvent, par absorptions successives, être suffisamment accélérés pour ioniser un électron de la bande de valence lors d'une collision. L'ionisation en cascade n'étant pas une absorption simultanée, le taux d'ionisation est donc proportionnel au nombre de photons N nécessaire à une accélération suffisante pour l'ionisation d'un électron de valence par collision et l'intensité I du faisceau incident :

$$\left(\frac{d\rho}{dt}\right)_{A\nu} = \alpha NI$$

Avec α le coefficient d'ionisation par avalanche du matériau.



<u>Figure 8</u> : Représentations schématiques de l'ionisation par avalanche illustrée à gauche par la transition électronique de la bande de valence (BV) à la bande de conduction (BC) et à droite selon le puits de potentiel atomique. D'après [19]

(5) Evolution de la densité d'électrons libres

A partir des différents mécanismes d'ionisation décrits ci-dessus, l'évolution de la densité d'électrons présents dans la bande de valence peut être écrite de la manière simple :

$$\frac{d\rho}{dt} = \left(\frac{d\rho}{dt}\right)_{MPI} + \left(\frac{d\rho}{dt}\right)_{TI} + \left(\frac{d\rho}{dt}\right)_{AV} - \left(\frac{d\rho}{dt}\right)_{II}$$

Les trois premiers termes sont la contribution de chaque mécanisme d'ionisation, le dernier terme correspond aux pertes de porteurs libres par différents mécanismes de relaxation : recombinaison des électrons, diffusion, radiations... Cependant, ces différents processus de relaxation ont des temps caractéristiques très longs, supérieurs à la picoseconde et peuvent être négligés s'il ne s'agit que d'étudier l'excitation du matériau.

Lorsqu'une grande proportion des électrons de valence (~ 10 %) sont ionisés, soit une densité électronique supérieure à 10^{18} cm⁻³, le matériau devient conducteur, le nuage électronique forme un plasma : on parle de claquage optique. La densité de porteurs libres critique est donnée par [21]:

$$N_{cr} = \frac{\omega^2 m_c \epsilon_0}{e^2}$$

Avec ω la fréquence laser, m_e et e la masse et la charge d'un électron et ϵ_0 la permittivité du vide.


<u>Figure 9</u> : Temps caractéristiques des phénomènes physiques liés à l'interaction d'une impulsion laser femtoseconde avec les matériaux transparents (d'après [19]).

b) Propagation non-linéaire des impulsions femtosecondes

(1) Autofocalisation par effet Kerr

L'effet Kerr est un phénomène non linéaire du troisième ordre. Bien que normalement négligeable devant les phénomènes d'ordre 2, il est l'effet dominant dans la silice, et les fibres optiques. Le verre amorphe est globalement isotrope, les phénomènes non linéaires d'ordre 2 s'annulent donc par symétrie mais peuvent redevenir dominants sous l'effet de fortes contraintes induisant une anisotropie.

Lors de la propagation du faisceau laser, l'indice de réfraction du matériau s'écrit :

$$n = n_0 + n_2 I$$

Où n_0 est l'indice de réfraction linéaire, n_2 est l'indice de réfraction non linéaire du milieu et *I* l'intensité du faisceau incident. Pour donner un ordre de grandeur, la silice amorphe a un indice de réfraction non linéaire $n_2 \approx 2,5.10^{-16}$ cm²/W. Pour de fortes intensités, le terme n_2I n'est plus négligeable devant n_0 . L'indice de réfraction du matériau change et modifie la propagation du faisceau incident. Dans le cas d'un faisceau gaussien, la variation radiale d'intensité, plus élevée au centre et plus faible sur les bords, provoque une variation d'indice dans le même sens et crée un effet de lentille. Le faisceau est alors focalisé au-delà de la limite de diffraction : un faisceau femtoseconde à 800 nm peut atteindre un waist de 250 nm [22].

(2) Défocalisation par plasma

Lorsque la densité de porteurs de charges libres devient trop importante, un plasma se forme dont la fréquence est donnée par :

$$\omega_{plasma} = \sqrt{\frac{N_e e^2}{m_e \epsilon_0}}$$

Où N_e est la densité du plasma.

Dans le cas d'un faisceau gaussien, la densité électronique générée par photoionisation est plus importante dans la partie centrale du faisceau que sur les bords, ce qui crée un gradient d'indice négatif Δn [23]:

$$\Delta n = -\frac{N_e(r,t)}{2n_0 N_{cr}}$$

Le faisceau est alors délocalisé par l'interaction avec le plasma.

(3) Faisceau autoguidé par filamentation

Lorsqu'un faisceau gaussien de forte intensité se propage dans un milieu transparent, une sorte de compétition dynamique se crée entre 3 effets : l'effet Kerr, la diffraction par plasma et la diffraction optique. Au-delà d'une puissance critique P_{cr} , l'autofocalisation par effet Kerr crée un effondrement du faisceau conduisant à la génération d'un plasma [24]:

$$P_{cr} \propto \frac{\pi \lambda_{\omega}^2}{8n_0 n_2}$$

Le faisceau est alors défocalisé par le plasma et entre dans un régime d'autoguidage appelé filamentation. A titre indicatif, la puissance critique pour de la silice amorphe est de 6.10^6 W pour un faisceau laser à 1,3 µm et de 20.10^6 W à 2,2 µm.



<u>Figure 10</u> : Schéma des cycles de refocalisation et de production de pics de densité électronique dans le cœur du filament après l'autofocalisation du faisceau (d'après [25])

3. <u>Les 3 types d'interactions</u>

Il existe trois types de modifications permanentes lors de l'interaction entre les impulsions femtosecondes et les matériaux transparents [26]. Ces modifications dépendent de la densité d'énergie par pulse, dont les seuils dépendent du type de matériau.

Nous allons donc décrire ces différentes modifications selon l'énergie par impulsion que nous considérerons comme faible, forte ou intermédiaire.

a) Modification isotrope de l'indice de réfraction



<u>Figure 11</u> : Niveaux d'énergies des principaux défauts présents dans le verre germanosilicate. d'après [27]

A faible énergie, on observe une modification isotrope de l'indice de réfraction. Cette modification permanente de la silice a été observée en 1996 par K. M. Davis et al, [7]. Le changement d'indice peut tout d'abord être expliqué par l'absorption multiphotonique de la silice. Des phénomènes d'absorption à 3 ou 4 photons permettent la création de centres colorés Ge(1) et Ge(2) et l'augmentation de l'indice de réfraction similaire à celle obtenue lors de l'inscription par laser argon continu doublé en fréquence émettant à 244 nm. Cependant, ces défauts peuvent être effacés par recuit à 400°C, une partie du changement d'indice reste stable jusqu'à 900°C [28]. Une étude de ces modifications par microspectroscopie confocale Raman montre un phénomène de densification localisée de la silice [29].

L'augmentation de la densité de la silice s'explique par un phénomène de trempe rapide de la silice : une fonte rapide de la matière par plasma suivie d'une resolidification entraine une augmentation de l'indice de réfraction du verre de façon permanente. On parle alors de modification permanente de type I. Cette microstructuration est largement utilisée pour l'inscription de guides d'ondes dans la silice.



<u>Figure 12</u> : Inscription longitudinale (a) et transverse (b) d'un guide d'ondes dans un matériau transparent par impulsions femtosecondes. (Issu de [26])

b) Modification biréfringente de l'indice de réfraction

A un régime d'énergie intermédiaire, les impulsions femtosecondes créent un changement d'indice biréfringent appelé modification de type II. Cette modification est due à l'apparition de structures auto-organisées appelées nanoréseaux découverts en 2003 par Shimotsuma et al, [30].



<u>Figure 13</u> : Vue au microscope électronique à balayage d'une coupe transverse de nanoréseaux (orthogonal au faisceau incident) obtenus par polissage de l'échantillon dans le plan focal. Une spectroscopie par électron Auger a montré la présence de O₂ entre les franges sombres des réseaux. d'après [30]. Les nanoréseaux se forment suivant deux périodes [31], l'une selon la direction de propagation du faisceau incident Λ_k dont l'ordre de grandeur est λ/n , l'autre suivant la direction de polarisation Λ_E dépendant des conditions expérimentales (fluence, fréquence, vitesse de balayage ...) dont l'ordre de grandeur se situe entre 100 et 300 nm. Selon J. Canning et al, les nanoréseaux sont constitués de nanoplans de silice poreuse [32]. Les nanopores observés, d'un diamètre typiquement entre 10 et 30 nm [33], sont eux-mêmes issus de la décomposition de la silice SiO₂ en Si et O₂, expliquant les fortes concentrations en O₂ observées entre les rainures par Shimotsuma et al, [30].



<u>Figure 14</u> : Anatomie des nanoréseaux vue au microscope électronique suivant différents plans, E représente le champ électrique et k la direction de propagation du faisceau laser incident. d'après [34].

Il existe différentes théories expliquant la formation des nanogratings : la plupart prennent comme hypothèse que le mécanisme d'origine est une interaction entre l'excitation plasma et l'impulsion lumineuse incidente. Il s'agit soit d'une interférence directe entre un plasma et le champ électrique du faisceau incident [30], soit la désexcitation à deux plasmas issus de la division d'un photon incident en deux palmons de même fréquence et de direction opposée [35], ou bien encore la création de nanoplasmas par l'ionisation localisée des défauts et centres colorés de la silice[36]. Une autre théorie est basée sur l'interaction exciton-polariton [37], et sur la présence d'un pic d'absorption à 10,4 eV correspondant à un exciton dans la silice.



<u>Figure 15</u> : Représentation théorique de la formation d'un nanoréseau. (a) schéma de la dispersion exciton-polariton, (b) modélisation du nanoréseau, (c) zone de la périodicité suivant z. d'après [37]

Il faut toutefois rester prudent et ne pas généraliser sur l'ensemble des matériaux transparents. Si des modifications d'indice biréfringent sur de la silice SiO_2 (pure ou dopée germanium, fluor ou phosphore) ont bien été observées, ce régime de modification biréfringent ne semble pas exister pour des matériaux type boro-silicate ou silice dopée à l'oxyde de plomb [38].

Ce type de modification induisant une biréfringence contrôlée permet la fabrication de lame de phase type lentille de Fresnel [31].



<u>Figure 16</u> : Image au microscope électronique des nanoréseaux constituant une lentille de Fresnel. E est le champ électrique du laser d'inscription, k est la direction de propagation du faisceau et Ss la direction de balayage du faisceau, d'après [31]

c) Les microbulles

A très hautes énergies, les impulsions femtosecondes génèrent des microbulles dans le volume des matériaux transparents. Ces modifications, dites de type III, ont été découvertes en 1996 [9] et laissaient entrevoir la possibilité de stockage d'information en volume.

La focalisation d'impulsions femtosecondes dont l'énergie est au-dessus du seuil de dommage crée une micro-explosion à l'intérieur du volume à l'origine de la microbulle, que ce soit dans de la silice, du quartz ou du saphir. En considérant l'absorption d'une impulsion de 100 fs d'une énergie de 1 μ j dans un volume de 1 μ m³ de silice, on peut estimer atteindre une température de 10⁶ K et une élévation de pression de 10 Mbar [39] :

$$\Delta T = \frac{\Delta E}{c_V \rho V} \approx 10^6 \, K$$

Avec *V* le volume, la capacité thermique massique à volume constant $c_V \approx 0.75.10^3 \text{ J.Kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$, et la masse volumique $\rho \approx 2.2.10^3 \text{ Kg.m}^{-3}$.

Cette explosion éjecte la matière et compacte la silice jusqu'à la création d'une microbulle sans craquelures contrairement aux bulles formées par des impulsions pico ou nanosecondes.



<u>Figure 17</u>: Comparaison de microbulles obtenues par impulsions picosecondes (200 ps) à gauche, et par impulsions femtosecondes (100 fs) à droite. D'après [9].

La taille de ces bulles peut atteindre de très faibles dimensions, bien inférieures à la longueur d'onde, jusqu'à 200 nm de diamètre pour une impulsion à 800 nm. La haute résolution de la formation des bulles est due à l'autofocalisation du faisceau laser par effet Kerr [22].

4. <u>Bilan</u>

Comme nous l'avons vu, les impulsions femtosecondes, de par leurs intensités, modifient la structure de la silice de différentes façons.

Il faut donc prendre en compte l'énergie par impulsion et sa largeur temporelle dont le rapport donne la puissance de l'impulsion, ainsi que la section du faisceau, déterminée par l'ouverture numérique du dispositif de focalisation. Le réglage de ces deux paramètres (la puissance et l'ouverture numérique) régissent le type d'interactions et donc le type de modifications générées par les impulsions [40, 41] comme l'illustre la Figure 18.



<u>Figure 18</u> : Diagramme d'interactions dans la silice par tirs d'impulsions lasers de 160 fs à 800 nm à une cadence de 100 kHz pour un déplacement du spot à 100 µm/s, (d'après B. Poumellec [5])

Le troisième paramètre est la fréquence de tir. Comme nous l'avons vu, les temps caractéristiques des processus de relaxation suivant l'irradiation étant très longs devant la durée de l'impulsion, deux régimes sont possibles. En-dessus de 200 KHz, chaque impulsion est considérée comme indépendante, c'est le régime dit athermique. Au-dessus de 200 KHz, les effets sont cumulatifs, c'est le régime dit « burst ».

Comme le montre la Figure 19, l'élévation de température de l'échantillon est très importante et la microstructuration est alors très différente (voir Figure 20) notamment sur les effets de bords par la diffusion de la chaleur.



<u>Figure 19</u>: Profil de température simulé illustrant l'accumulation de chaleur après 25 μs de tir laser femtoseconde délivrant des impulsions de 300 fs de 200 nJ à 1045 nm dans un verre boro-silicate Corning EAGLE2000, pour un taux de répétition de 200 kHz à gauche et 1,5 MHz à droite. La ligne rouge étant la température de transition vitreuse du verre considéré. D'après [41].



<u>Figure 20</u> : Image au microscope illustrant les effets thermiques sur un verre boro-silicate AF45 par des impulsions de 375 fs de 450 nJ à 1045 nm. Le nombre d'impulsions (en haut) et la fluence cumulée associée (en bas) est indiqué pour chaque colonne, le taux de répétition est indiqué pour chaque ligne. D'après [40]

C. Modes d'inscription des réseaux de Bragg

Il existe trois techniques d'inscription de réseaux de Bragg par laser femtoseconde couramment utilisées.

1. Inscription par masque de phase

Les fibres optiques à réseaux de Bragg sont traditionnellement inscrites par des méthodes dites holographiques telles que des montages interférométriques [42], ou bien par l'utilisation de masques de phase [43]. Cette dernière technique présente de nombreux avantages pratiques lors de l'inscription des réseaux de Bragg par impulsions femtosecondes, notamment en termes de reproductibilité et de facilité d'alignement.

Les sources lasers femtosecondes sont par nature faiblement cohérentes. Pour des impulsions de 100 fs, la longueur de cohérence n'est que de 30 μ m, rendant les montages interférométriques extrêmement sensibles à toute perturbation de leur alignement.

Lors d'une inscription par masque de phase, le faisceau incident est diffracté. La focalisation dans le cœur de la fibre du motif d'interférence des faisceaux diffractés permet alors l'inscription d'un réseau de Bragg. Le faisceau incident est lié aux faisceaux diffractés par la relation suivante :

$$p\lambda = \Lambda_{\rm m}(\sin\theta_i + \sin\theta_d)$$

Où *p* est l'ordre de diffraction, λ la longueur d'onde du faisceau diffracté, Λ_m le pas du masque de phase, θ_i l'angle d'incidence et θ_d l'angle du faisceau diffracté pour le p^{ème} ordre de diffraction.



<u>Figure 21</u>: Diffraction d'un faisceau à incidence normale par un masque de phase. Δs est la différence de distance au masque entre l'ordre 0 et les ordres +1/-1 au temps t. (D'après J. Carrier [27])

Lors de l'inscription, seuls les ordres de diffraction -1/+1 nous intéressent. Les masques utilisés pour l'inscription de réseaux de Bragg sont généralement optimisés pour limiter la propagation de l'ordre 0. Les ordres de diffraction supérieurs, dont les intensités sont beaucoup plus faibles, sont généralement négligés. La profondeur des rainures du masque δ est adaptée à la longueur d'onde de la source λ :

$$\delta = \frac{\lambda}{2(n_m - 1)}$$

Avec n_m l'indice de réfraction du substrat du masque de phase.

La suppression de l'ordre 0 de diffraction par l'optimisation du masque de phase n'est donc possible que pour une incidence parfaitement normale au masque, pour une source strictement monochromatique, ce qui n'existe pas de manière pratique. Il faut rester conscient que la largeur spectrale ainsi que la divergence de la source engendrent une fuite de l'ordre 0 qui peut être contenue en dessous de 2 % par les masques de phase disponibles commercialement. La résonance de Bragg λ_B du réseau inscrit est alors donnée par :

$$m\lambda_B = 2n_{eff}\Lambda$$
, avec $\Lambda = \Lambda_m/2$

Où m est l'ordre de la résonance de Bragg, n_{eff} l'indice effectif de la fibre et Λ le pas du réseau de Bragg.



<u>Figure 22</u> : Inscription d'un réseau de Bragg dans le cœur d'une fibre par masque de phase. (D'après J. Carrier [27])

Lors de l'utilisation de masques de phase optimisés pour annuler l'ordre zéro, le motif d'interférence peut être complexe, résultant d'un mélange d'ondes multiples provenant de chaque ordre de diffraction du masque de phase. C.W. Smelser et al, ont montré que dans le cas d'une inscription par laser femtoseconde, il est possible de générer des interférences à deux ondes [44].

On peut assimiler une impulsion femtoseconde à un petit volume cylindrique dont les dimensions sont données d'une part par la géométrie du faisceau et d'autre part par la largeur temporelle de l'impulsion. Une impulsion de 100 fs n'a alors une largeur spatiale que de seulement 30 μ m. La différence de chemin parcourue par les différents ordres diffractés permet de les découpler les uns des autres pour ne faire se recouvrir qu'un nombre d'ondes prédéterminées, par exemple, un mélange à deux ondes n'impliquant que les ordres +1/-1.



<u>Figure 23</u> : (a) et (b) : Propagation et recouvrement des différents ordres de diffraction dans l'espace. Calcul réalisé pour la diffraction d'une impulsion de 60 fs d'un faisceau de 5 mm de diamètre au travers d'un masque d'un pas de 4,28 μm (d'après [44])



<u>Figure 24</u> : Comparaison d'un mode d'interférence à 5, 3 et 2 ondes. De (a) à (c) modélisation des motifs d'interférences à 5, 3 et 2 ondes. De (d) à (f) comparaison des structures des réseaux observés à 200 μm, 500 μm et 5000 μm de distance du masque de phase, d'après [44].

S.J. Mihailov et al ont présenté en 2003 une méthode d'inscription de réseaux de Bragg femtosecondes par masque de phase. L'utilisation d'un laser femtoseconde Ti:Saphir émettant à 800 nm des impulsions de 120 fs délivrant 300 μ J à une cadence de 1 KHz a permis d'atteindre une densité de puissance de 1,2.10¹³ W.cm⁻². Focalisées dans le cœur d'une fibre germanosilicate SMF-28, quelques milliers d'impulsions (1 à 2 minutes d'exposition) suffisent à inscrire un réseau de Bragg par masque de phase d'une dizaine de dB d'atténuation[45].



<u>Figure 25</u> : A droite : spectre en transmission de réseaux de Bragg inscrits par masque de phase à une cadence de 1 KHz, 350 μJ par impulsion dans des fibres à cœur de silice (a) et dopées germanium (b), (d'après [45]). A gauche : image au microscope d'un réseau inscrit au travers d'un masque de pas 3,21 μm (d'après [12]).

Suivant les paramètres décrits ci-dessus, les impulsions femtosecondes engendrent une modification de type II de la structure de la silice par un effet cumulatif contrairement aux réseaux de type IIa inscrits par une seule impulsion UV [46]. Il en résulte une meilleure qualité spectrale des réseaux femtosecondes proche de celle des réseaux photo-inscrits de type I.



<u>Figure 26</u> : Recuit de deux réseaux inscrits par masque de phase, par impulsions femtosecondes, 125 fs (carrés blancs) et par impulsions picosecondes, 1,6 ps (cercles noirs) dans une fibre SMF-28 non chargée en hydrogène. D'après [47].

Cette technique a notamment permis d'inscrire des réseaux de Bragg de type II stables à 1050 °C [47] dans des fibres silicates (dopées ou non, photosensibilisées ou non) mais aussi dans des fibres saphir avec des réseaux stables à plus de 1500 °C [48].

2. Inscription par montage interférométrique (type Talbot)

Cette méthode de type holographique présente de nombreux avantages dans l'inscription des réseaux de Bragg [42]. L'inclinaison relative des bras de l'interféromètre permet notamment de modifier le pas du réseau et donc de la longueur d'onde de Bragg et ainsi de réaliser des lignes de réseaux multiplexés en longueur d'onde sur un seul dispositif. Par ailleurs, contrairement à la technique d'inscription par masque de phase, le risque de détérioration du masque de phase (qui sert ici de séparatrice) par les impulsions lasers est plus limité, il est donc possible de travailler avec des faisceaux de plus fortes intensités.

Cependant, comme nous l'avons évoqué précédemment, dans le cas de l'utilisation d'un laser femtoseconde, la très faible cohérence du faisceau rend l'alignement de l'interféromètre particulièrement critique, et par voie de conséquence particulièrement sensible à toute modification.



<u>Figure 27</u> : Montage d'inscription de réseaux femtosecondes UV par interféromètre de Talbot utilisé par M. Becker et al. [49].

M. Becker et al [49] ont cependant réussi l'inscription de lignes de réseaux de Bragg en utilisant un interféromètre de type Talbot. Ce montage est traditionnellement utilisé pour supprimer totalement l'ordre 0 lors d'une inscription de réseaux de Bragg par masque de phase avec une source UV classique présentant des contraintes de cohérence bien moins importantes que dans le cas présent. La division du front d'onde se fait par un masque de phase. Les bras de l'interféromètre sont alors réfléchis par deux miroirs se faisant face pour se recouvrir au niveau de la fibre. L'angle de diffraction α du masque de phase est donné par :

$$\sin \alpha = \frac{\lambda_{laser}}{\Lambda_m}$$

Avec Λ_m le pas du masque de phase.

L'angle d'incidence du faisceau sur la fibre est alors défini par la relation :

$$\Theta = \alpha + 2\phi$$

Où ϕ désigne l'inclinaison des miroirs de renvoi (pour simplifier nous prendrons ici $\phi = \phi_1 = \phi_2$).

Le pas Λ du réseau de Bragg est finalement :



 $\Lambda = \frac{\lambda_{laser}}{2\sin\Theta}$

Figure 28 : Détail du montage interférométrique de Talbot (d'après [49])

L'inscription des réseaux a été réalisée avec un laser Ti:Saphir triplé en fréquence émettant à 266 nm. Lors de la traversée du module tripleur, l'impulsion subit un élargissement passant de 130 fs à 345 fs soit une longueur de cohérence d'environ 100 µm.

Par ailleurs, de par leurs faibles largeurs temporelles, les impulsions femtosecondes peuvent être vues comme des petits volumes de lumière, dont la largeur correspond à la longueur de cohérence et les autres dimensions à celles du spot.

Ces caractéristiques géométriques limitent la zone de recouvrement des deux bras de l'interféromètre et donc la gamme de longueur d'onde d'inscription possible.

M. Becker et al ont alors calculé qu'une impulsion de 105 fs d'un faisceau de 5 mm de diamètre permet de couvrir la gamme allant de 1520 nm à 1595 nm soit un peu plus que la bande télécom C.



<u>Figure 29</u> : A gauche : ligne de réseaux femtosecondes inscrite par interféromètre dans une fibre fortement dopée germanium (18 mol-%). A droite : réseaux de Bragg inscrits dans une fibre sans germanium dopée Al/Yb (2.5 mol-%/0.43 mol-%),(D'après [49]).

3. <u>Inscription dite en point par point</u>

L'inscription en point par point, n'étant pas une méthode holographique, est radicalement différente des deux techniques précédentes. L'impulsion femtoseconde est directement focalisée dans le cœur de la fibre par un objectif de microscope. L'énergie délivrée par chaque impulsion crée une nouvelle modulation d'indice. La fibre est, quant à elle, placée sur une platine de translation en mouvement par rapport au faisceau incident, la succession de tirs forme alors le motif du réseau. C'est la vitesse de translation v et la cadence de tir f qui permettent de contrôler le pas du réseau Λ et donc la longueur d'onde de Bragg suivant la relation :

$$\Lambda = \frac{v}{f}$$

De nombreux phénomènes limitent la taille des défauts induits par les impulsions lasers dans le cœur de la fibre et ne permettent pas toujours d'interroger le réseau à l'ordre 1, mais à un ordre supérieur m. On peut citer par exemple la limite de diffraction liée à la longueur d'onde de la source laser (800 nm pour le Ti:Saphir), qui peut être compensée par l'autofocalisation par effet Kerr, ou bien la géométrie cylindrique de la fibre induisant des

aberrations au niveau du point de focalisation et pour finir la taille des défauts liée à la puissance de l'impulsion. La résonance de Bragg d'intérêt est donnée par :

$$\lambda_B = \frac{2n_{eff}v}{mf}$$

Cette technique présente de nombreux avantages. Elle ne souffre pas des problèmes liés à la cohérence du faisceau, il est possible d'inscrire des lignes de réseaux de Bragg multiplexés, et autre avantage pratique important, il est possible d'imager la fibre et la modification d'indice engendrée par l'impulsion laser durant l'inscription. La méthode d'alignement de la fibre est donc assez simple et entièrement automatisable.

La première réalisation d'un réseau de Bragg dans le cœur d'une fibre optique utilisant cette technique a été rapportée par Y. Kondo *et al* en 1999 [50]. Il s'agit de l'inscription en point par point d'un réseau de Bragg à pas longs. Il s'agit alors d'une modification de l'indice de réfraction du cœur de la fibre de type I. Cette technique permet alors d'obtenir une amélioration de la tenue en température du réseau inscrit, avec une stabilité atteignant 500 °C contre 100 °C typiquement pour les réseaux inscrits par des techniques classiques de photo-inscription par irradiation UV.



<u>Figure 30</u> : Montage expérimental proposé par Y. Kondo et al [50] pour l'inscription de réseaux à pas longs par laser femtoseconde.

A. Martinez *et al.* [51],[52] ont montré en 2004 la possibilité d'inscrire des réseaux à pas courts par une modification de type II probablement due à la génération d'un plasma lors d'une cascade électronique au cœur de la silice. Ils y ont rapporté une meilleure stabilité thermique des réseaux, comparable aux réseaux de type IIa obtenus par laser excimer.



<u>Figure 31</u> : Evolution de la réflectivité d'un réseau femtoseconde inscrit en point par point lors d'un recuit (d'après [52])

Cette technique est également très polyvalente et permet l'inscription de réseaux de Bragg chirpés, à modulation de phase [53], apodisés [54] ou encore présentant des modes de gaine [55].

Par ailleurs, la focalisation de toute la puissance de l'impulsion en point par point permet d'obtenir une modification de structure de type III, soit la création de microbulles de vide, ce qui n'est pas possible avec les techniques d'inscription de type holographique. Le motif du réseau de Bragg est obtenu par un chapelet de bulles. Ce mode d'inscription extrême laisse espérer une tenue en température bien supérieure du réseau de Bragg jusqu'à la température de transition vitreuse de la fibre. Cependant, la forte diffusion des défauts engendrés devrait considérablement limiter la capacité de multiplexage par fibre.



<u>Figure 32</u> : (a) Spectre en réflexion et en transmission (mesuré -ligne continue- et simulé – ligne pointillée-) d'un réseau de Bragg de 5 mm de long au second ordre (période de 1,07 μm). (b) Image du réseau au microscope. (D'après [56])



<u>Figure 33</u> : Réseau à modulation de phase et d'amplitude inscrit en point par point, (a) image du réseau par microscope, (b) spectre du réseau en réflexion. D'après [53].

II. Inscription de réseaux de Bragg par laser femtoseconde

A. Banc d'inscription femtoseconde

Une grande partie de mon travail a été de mettre en place le banc d'inscription femtoseconde au sein du laboratoire. Ce banc peut être décrit en 4 parties : la chaine laser femtoseconde délivrant les impulsions nécessaires à l'inscription, le contrôle du tir et du positionnement de la fibre par rapport au faisceau, le module d'inscription selon la technique d'inscription utilisée et enfin le système d'imagerie de la fibre permettant le contrôle du banc. La quasi-totalité des composants constituant le banc sont pilotables par ordinateur, la plupart des pilotes étaient bien évidemment fournis par les constructeurs et il a été possible de les interfacer et de les contrôler simultanément via des programmes écrits sur LabView. L'objectif à long terme est de pouvoir automatiser les réglages et l'inscription. Si le manque de temps ne m'a pas permis d'aboutir, j'ai néanmoins toujours eu à cœur lors de mes expériences de trouver le procédé de réglage ou d'inscription le plus simple et le plus proche de l'automatisme.



Figure 34 : Schéma du banc d'inscription femtoseconde.

1. Laser femtoseconde et caractérisation du faisceau

a) Oscillateur et amplificateur femtoseconde

La chaine laser femtoseconde utilisée comporte trois composants : un oscillateur femtoseconde, un amplificateur femtoseconde et un module doubleur, tripleur de fréquence.

L'oscillateur femtoseconde est un Vitara de Coherent. Il émet un faisceau laser centré sur 800 nm d'une puissance moyenne de 525 mW dont les impulsions sont de 20 fs à une cadence de tir de 80 MHz. Le cristal Ti:Saphir de l'oscillateur est pompé par un laser diode Verdi de Coherent émettant 5 W en continu à 532 nm.

Les impulsions sont ensuite amplifiées par un amplificateur régénératif Legende HE+ de Coherent, émettant des impulsions de 120 fs de 5 mJ chacune centrée à 800 nm avec un taux de répétition de 1 KHz. Le barreau de Ti:Saphir amplificateur est pompé par un laser Nd:YLF pulsé, Evolution 45 de Coherent, émettant à 527 nm des impulsions de 150 ns à 1Khz et délivrant une puissance de 45 W. Afin de conserver un degré de liberté sur la longueur d'onde de travail, un module doubleur et tripleur de fréquence a été prévu sur le banc d'inscription. Il s'agit d'un module fourni par Coherent utilisant un cristal de BBO afin de générer des effets non linéaires du deuxième ordre. Ce module permet de doubler la fréquence avec un rendement de 35 % et de générer la troisième harmonique par la superposition de la première et de la seconde avec un rendement de 15 %.

b) Outils de caractérisation

La génération d'effets non linéaires permettant la modification permanente de la silice dépend en partie de l'intensité des impulsions femtosecondes (voir Figure 18). Le contrôle de la puissance et de la largeur temporelle est donc la base de la nanostructuration de la silice.

Nous avons utilisé un puissance-mètre LABMAX TOP de Coherent d'une résolution de 1 mW muni d'une tête PM 10 résistante aux impulsions de 10 W. Nous avons également utilisé un auto-corrélateur fourni par Coherent d'une résolution de 5 fs. Nous avons mesuré une puissance maximale de 5,7 W en continu et une longueur d'impulsion de 114 fs soit une énergie de 5,7 mJ par pulse correspondant à une puissance crête maximale de 50 GW.

2. <u>Contrôle de tir et de positionnement de la fibre</u>

a) Contrôle du tir

La puissance du faisceau incident est réglable par un modulateur d'intensité composé d'une lame de phase demi-onde et prisme de Glan Taylor en calcite utilisé comme polarisateur. Ce montage permet de faire varier la puissance sur une gamme de 5 mW à 5 W. Le contrôle du temps d'exposition est réalisé par un shutter fonctionnant à 40 Hz.

b) Contrôle de la positon

Le bloc comprenant les supports de fibre sont montés sur des platines de translation (X; Y) sur coussin d'air ABL10100-LN Aerotech contrôlant le mouvement relatif de la fibre par rapport au faisceau. Ces platines ont une résolution de 200 nm et une amplitude de déplacement de 100 mm avec une très grande répétabilité de 50 nm. Ces platines sont d'un grand intérêt de par leur grande réactivité avec une accélération maximale de 1 g et leur grande vitesse de déplacement avec une vitesse maximale de 300 mm/s. Elles permettent ainsi

une grande souplesse dans les motifs des réseaux de Bragg lors d'une inscription en point par point.

Le contrôle de la distance entre le dispositif d'inscription et la fibre est réalisé grâce à une platine de translation (Z) disposant d'une amplitude de déplacement de 300 mm avec une résolution de 5 μ m, une répétabilité de 0,5 μ m et une capacité de charge de 1500 N. Cette platine permet la focalisation du faisceau incident dans le cœur de la fibre optique.

Enfin, le positionnement de la fibre est réalisé à l'aide de 4 platines de translation de faible amplitude, environ 10 mm, motorisées par des micromoteurs à vis très fins permettant des déplacements linéaires par pas de 30 nm. La fibre est tendue entre deux supports qui sont chacun montés sur deux platines de translation (Y ; Z). L'alignement de la fibre est réalisé grâce à ces platines.

3. <u>Dispositif d'imagerie</u>

Le contrôle à la fois de l'alignement et de l'inscription se fait grâce à deux caméras constituant un dispositif d'imagerie de la fibre.



Figure 35 : Système d'imagerie de la fibre

a) Caméra verticale

La première caméra est disposée dans le plan vertical, de façon coaxiale au faisceau laser incident sur la fibre. Un miroir dichroïque permet de réfléchir le faisceau laser vers le dispositif d'inscription et de transmettre l'image de la fibre.

Nous avons utilisé une caméra à fort contraste (120 dB) afin d'éviter autant que possible les zones sombres et les brûlures de l'image lors de l'éclairage de la fibre par le laser. Durant la procédure d'alignement par rapport au faisceau, la fibre est imagée par un objectif de microscope longue distance de travail (17 mm) d'un grossissement de 50 X. Le format du capteur de la caméra est de 1/1.8 " pour une définition de 768 X 576, soit une résolution sur l'image de 0,2 µm/pixel.

La fibre est éclairée de façon coaxiale par des diodes collimatées émettant 900 mW à 455 nm. L'éclairage est réalisé en réflexion grâce à une séparatrice placée sur le chemin du faisceau entre l'objectif et la caméra ou en transmission par un miroir placé sous la fibre.

b) Caméra horizontale

Une caméra couleur 1024 X 768 a également été placée orthogonalement à l'axe de la fibre et au faisceau laser incident.

La fibre est imagée, dans le plan horizontal, à travers un objectif 6 X à longue distance de travail. L'objectif est placé à 180 mm de la fibre et la résolution de l'image est de 1 μ m/pixel. L'éclairage coaxial est également confié à une diode collimatée.

4. <u>Modules d'inscription</u>

Sur les trois techniques d'inscription présentées précédemment, seuls deux techniques ont été expérimentées : l'inscription en point par point et l'inscription par masque de phase. L'objectif de l'inscription de réseaux de Bragg par impulsions femtosecondes étant de réaliser des capteurs résistants et stables aux ultra hautes températures (> 1000 °C), l'accent a donc été porté sur les réseaux de type II inscrits en point par point par une modification de structure de type III c'est-à-dire des microbulles ainsi que sur les modifications de structure de type II lors de l'inscription par masque de phase.

a) Module d'inscription point par point

Le module d'inscription point par point est très simple. Il se compose uniquement d'un objectif de microscope 50 X à longue distance de travail (10 mm) avec une forte ouverture numérique de 0,65. La taille minimum du spot peut être évaluée par [57] :

$$\phi_{spot} \approx \frac{4\lambda f}{\pi D} \approx 0.82 \,\mu m$$

Avec f la focale de l'objectif, λ la longueur d'onde de travail et D le diamètre d'entrée de l'objectif.

L'objectif est fixé sur un support de lentille réglable suivant (X ; Y). La distance à la fibre est contrôlée par la platine de translation verticale.

b) Module d'inscription par masque

Le module d'inscription par masque est légèrement plus complexe que celui en point par point. Il est composé d'une lentille cylindrique d'une distance focale de 110 mm et d'un masque de phase d'un pas Λ_m de 1055 µm optimisé pour annuler l'ordre 0 de diffraction à 800 nm. Les ordres -1 et +1 forment un angle de 45°, le masque doit donc être placé près de la fibre pour que la superposition des faisceaux diffractés couvre une longueur suffisante de cœur de la fibre pour inscrire un réseau de Bragg réflecteur.

La lentille et le masque de phase disposent de l'ensemble des degrés de liberté spatiale pour leur alignement, leur distance relative à la fibre, la correction de leurs inclinaisons, et de l'angle de leur axe de symétrie avec la fibre.

B. Inscription des réseaux

1. <u>Alignement de la fibre</u>

Nous avons inscrit les réseaux de Bragg dans des fibres télécoms classiques, monomodes dopées germanium SMF-28e⁺ de Corning. Ces fibres présentent un diamètre de cœur de 8,2 μ m d'indice de réfraction de 1,4677 à 1550 nm et un diamètre de gaine de 125 μ m. Ces fibres sont gainées acrylate d'un diamètre de 242 μ m. Les fibres inscrites non pas été chargées en hydrogène mais les parties inscrites de la fibre ont été préalablement dénudées.

a) Méthode d'alignement

La fibre est tendue entre deux montures distantes de 150 mm. Chaque monture est fixée sur des platines de translation (Y ; Z) contrôlées par des micromoteurs d'une résolution de 30 nm par pas. L'ensemble est fixé sur deux platines de translation (X ; Y) sur coussin d'air d'une résolution de 200 nm pour 100 mm de plage de déplacement. La fibre doit être alignée à la fois horizontalement suivant l'axe de translation de la platine (X) et verticalement dans le plan focal du dispositif d'inscription.

Pour réaliser cet alignement, nous utilisons une caméra de contrôle dans le plan vertical dans l'axe du faisceau incident sur la fibre, et nous imageons la fibre à l'aide d'un objectif de microscope, d'une ouverture numérique de 0,42, fixé sur une platine de translation (Z). La fibre est préalablement dénudée au niveau des zones d'inscription.



Figure 36 : *Dispositif d'alignement de la fibre.*

L'alignement de la fibre est réalisé suivant une méthode itérative par la visualisation de la fibre aux positions extrêmes de la platine de translation (X). La fibre est d'abord imagée de manière à ce que la platine (X) soit au milieu de sa course. La position de la platine de translation du coussin d'air (Y) et celle de l'objectif de microscope (Z) sont ajustées de manière à imager le cœur de la fibre. Leurs positions sont alors fixées et ne bougerons plus par la suite.

Nous déplaçons alors la fibre par rapport à l'objectif aux positions extrêmes de la platine de translation (X). A chaque déplacement, nous imageons la fibre en ajustant la position du support de fibre le plus proche de l'objectif grâce aux micromoteurs (y-z) de façon à avoir une image nette du cœur de la fibre au centre de l'image. La position de la fibre et la netteté de l'image sont contrôlées par la caméra.

Le cœur de la fibre étant très lumineux et la gaine optique très sombre, le contraste permet une détection aisée du cœur. On extrait l'intensité lumineuse suivant une ligne de pixels coupant orthogonalement la fibre.

On effectue une simple détection de pic gaussien : l'image du cœur est jugée nette lorsque la largeur du pic atteint un minimum, et que le pic est centré sur l'image. L'erreur sur la position est d'environ 1 µm suivant l'axe (Z) et l'axe (Y).



<u>Figure 37</u> : Image de la fibre à travers l'objectif de microscope durant la procédure d'alignement (en haut), histogramme d'intensité suivant la ligne rouge (en bas).

La fibre est considérée comme alignée lorsqu'il n'est plus possible d'améliorer la netteté de l'image du cœur aux deux positions extrêmes de la platine (X). L'erreur d'alignement est donc de $\pm 2 \ \mu m$ sur 100 mm de course soit un angle de 20 μ rad.

b) Propagation du faisceau dans la fibre

Lors de l'inscription, le faisceau laser se propage radialement dans un plan transversal de la fibre optique. Le dioptre entre l'air et la silice d'indice n présente un rayon de courbure important. L'effet du dioptre de la fibre dépend notamment de l'ouverture numérique du système optique de focalisation du faisceau dans le cœur de la fibre :

- Si l'ouverture numérique est faible, c'est-à-dire que N.A. < 0,1, alors nous pouvons considérer que le faisceau garde une incidence paraxiale. Dans ce cas, il est possible de calculer la modification de la position du rayon de ceinture et de la longueur de Rayleigh du faisceau dans le cadre de l'optique gaussienne sans tenir compte des aberrations. Cependant, comme nous pouvons le voir sur la Figure 18 p 189, plus l'ouverture numérique est faible, moins les modifications permanentes de la silice sont accessibles.
- Si, au contraire, l'ouverture numérique est importante, les modifications permanentes de la silice de type II et III sont plus facilement réalisables. Cependant, nous ne sommes plus dans le cadre de l'approximation des faisceaux paraxiaux, il faut alors prendre en considération les aberrations dues à la symétrie cylindrique de la fibre.



<u>Figure 38</u> : Illustration de la propagation d'un rayon gaussien dans le plan transversal d'une fibre optique. La fibre est assimilée à un dioptre d'indice n et d'un rayon de courbure R, Z et Z' sont les positions respectives du waist et de son image. Z_R et Z'_R sont les longueurs de Rayleigh du faisceau gaussien avant et après la fibre. (D'après [58])

2. Inscription en point par point

a) Focalisation dans le cœur de la fibre

Comme nous l'avons décrit précédemment, nous avons inscrit des réseaux de Bragg en point par point à l'aide d'un objectif de microscope à grande distance de travail W.D. =10 mm, possédant une ouverture numérique N.A. = 0,65 et focale f = 4 mm et une profondeur de champ $D.O.F. = 0,7 \mu$ m.

La forte ouverture numérique est un avantage pour l'inscription de la fibre par une modification de type II ou III mais elle est cependant source d'aberrations géométriques. L'image du cœur de la fibre ainsi que le spot laser sont donc déformés. De plus, la différence de longueur d'onde de travail entre l'éclairage et le faisceau d'inscription ainsi que les effets non-linéaires tels que l'autofocalisation par effet Kerr éloignent le point de focalisation du laser du plan imagé par la caméra. Il n'est donc pas possible de parvenir à un réglage de la profondeur du tir de manière directe.

Il existe deux solutions pour contourner ce problème : la première consiste à « étalonner » la profondeur du tir par la variation de la distance entre l'objectif et la fibre lors d'une série de tirs, la seconde consiste à compenser en partie les aberrations dues au dioptre air-fibre par un liquide d'indice.



<u>Figure 39</u> : Vue au microscope de tirs lasers femtosecondes au travers d'une fibre optique, pour des impulsions de 115 fs, 100 µJ au travers d'un objectif d'une ouverture numérique de 0,65. Vue dans le plan d'incidence du faisceau en haut, vue du dessus de la fibre en bas. La distance entre l'objectif et la fibre a été réduite de 5 µm entre chaque tir (de gauche à droite).

Dans un premier temps, nous avons tenté d'inscrire des réseaux de Bragg sans compensation. Nous avons donc procédé à des séries de tirs afin de déterminer la distance objectif-fibre optimale D_{op} . Nous avons alors irradié la fibre avec des impulsions suffisamment énergétiques pour entrainer des modifications de type III, soit l'apparition de microbulles. La diffusion par les microbulles de la lumière guidée par la fibre est un indicateur de leur formation dans le cœur de la fibre. L'énergie seuil par impulsion nécessaire à la formation de microbulles a été estimée à 15 μ J, ce qui est nettement supérieur à la valeur publiée par B. Poumellec et al [5] donnée à environ 1 μ J pour des impulsions de 160 fs à 800 nm. Cette différence peut être expliquée par un élargissement temporel de l'impulsion lors de la traversée de l'objectif de microscope ainsi que par la déformation du spot liée aux aberrations géométriques.

Lors de la recherche de D_{op} , nous avons injecté un laser rouge dans la fibre. Lors de la formation d'une microbulle dans le cœur de la fibre, un scintillement rouge est observable par la caméra placée dans le plan horizontal. Nous avons pris comme distance objectif-fibre de référence $D_{réf}$, la valeur de $D_{réf}$ telle que l'image du cœur de la fibre soit la plus étroite possible (voir 0). La diffusion de la lumière rouge a été observée pour des distances objectif-

fibre *D* comprises entre $D_{r\acute{e}f} - 105 \ \mu m < D < D_{r\acute{e}f} - 85 \ \mu m$. La diffusion de la lumière injectée dans la fibre est visible sur une gamme de 20 μ m de distance pour un diamètre de cœur de 8,2 μ m. Cette grande amplitude nous donne une indication sur la déformation du spot du laser d'inscription : les diamètres des microbulles formées font près de 4 μ m et leur profondeur peut être estimée proche de 5 μ m. Néanmoins la valeur de D_{op} a été fixée à $D_{op} = D_{r\acute{e}f} - 95 \ \mu m$.



<u>Figure 40</u> : Vue des microbulles formées par des impulsions d'environ 115 fs et 15 μJ au travers de l'objectif d'inscription (en haut). Vue de la diffusion de la lumière d'un faisceau laser rouge injecté dans une fibre optique par les microbulles.

Dans un second temps, nous avons également cherché à compenser l'effet de lentille et les aberrations induites par la gaine optique de la fibre. De nombreuses solutions existent comme l'utilisation d'un objectif de microscope à immersion ou encore l'insertion de la fibre dans une férule d'indice proche de la gaine optique polie afin d'obtenir un dioptre plan.

Nous avons choisi de conserver notre objectif et de plonger la fibre dans un bain d'huile d'indice. La fibre a donc été disposée entre deux plaques de verre et baignée dans un liquide d'indice de réfraction identique à celui de la gaine optique. L'objectif utilisé ayant une faible profondeur de champ (0,7 μ m), le plan du cœur de la fibre apparait nettement. Une légère défocalisation plaçant le plan imagé par l'objectif juste sur la face supérieure du cœur optique

est nécessaire pour centrer le tir laser. Les microbulles formées sont alors plus petites et le seuil d'énergie par impulsion est plus proche de celui donné par B. Poumellec et al [5], d'environ $3 \mu J$.

b) Paramètres d'inscription

Une fois la distance objectif-fibre fixée, il est possible d'inscrire des réseaux de Bragg dans le cœur de la fibre. Le réseau est inscrit par le déplacement de la fibre par rapport au faisceau lors d'un tir continu d'impulsions femtosecondes. La vitesse de déplacement est fixée selon la fréquence du tir et la longueur de Bragg désirées. Pour une résonance de Bragg λ_B à 1540 nm, le pas du réseau doit être de 0,524 µm.

La taille des microbulles ne permettant pas un pas de réseau Λ si court, nous allons inscrire un réseau dont le pas est plus important et dont une harmonique de résonance correspond à la longueur d'onde visée. Suivant la formule donnée section I.C.3 :

$$\Lambda = \frac{m\lambda_B}{2n_{eff}} = \frac{v}{f}$$

Avec m l'ordre de la résonance de Bragg, v la vitesse de translation de la fibre par rapport au faisceau incident et f la fréquence de répétition du tir laser.



<u>Figure 41</u> : *Réseau de Bragg inscrit par une modification de type III.*

Lors de l'inscription, nous avons observé le spectre réfléchi par la fibre optique à l'aide d'un circulateur optique, d'une source large bande ASE C+L et d'un spectromètre.
Nous avons donc tenté une inscription sans correction des aberrations à des ordres m > 5 afin d'éviter le chevauchement des microbulles. Cependant, nous n'avons observé aucun pic de Bragg en réflexion.

Nous avons alors inscrit un réseau de microbulles à l'aide du bain de liquide d'indice. Les bulles formées étant plus petites, nous avons choisi d'inscrire un réseau à l'ordre 4. Afin d'éviter le chirp du réseau, nous avons tiré sur la fibre lors d'un déplacement à vitesse constante de v = 2,12 mm/s. Le réseau est formé de 2000 bulles espacées de 2,12 µm chacune. Nous avons pu observer un pic de Bragg à 1536,8 nm.



<u>Figure 42</u> : Spectre en réflexion d'un réseau de Bragg en point par point par des impulsions de 115 fs de 3,5 μ J au travers d'un objectif d'ouverture numérique N.A. = 0,65

Le réseau est composé de 2 pics principaux, à 1536 nm et à 1538 nm et présente une base d'une largeur supérieure à 2 nm. Cette forme peut être expliquée par une déficience dans le contrôle du tir et la formation des microbulles. Le chirp du réseau est sans doute provoqué par la formation de microbulles durant la phase d'accélération ou la phase de décélération de la platine de translation, induisant une variation dans le pas du réseau. Le dédoublement du pic peut être lié à un saut phase dans le motif du réseau.

c) Test en température

Nous avons testé en température le réseau de Bragg femtoseconde inscrit en point par point. Nous l'avons placé dans un four horizontal possédant 3 zones de chauffe afin d'homogénéiser la température et pouvant monter jusque 1200 °C. La température a été acquise par un bundle de 10 thermocouples de type N afin de surveiller l'homogénéité de la température au sein du four. Le réseau de Bragg a été éclairé par une source laser accordable d'une résolution de 1 pm et les spectres ont été observés en réflexion par un système d'acquisition synchronisé, référencé par une cellule à gaz et présentant une dynamique de 60 dB.



<u>Figure 43</u> : Test en température d'un réseau de Bragg inscrit en point par point par laser femtoseconde.



<u>Figure 44</u> : Comparaison du spectre d'un réseau de Bragg inscrit en point par point par impulsions femtosecondes, après inscription et après un recuit à 1100 °C

Nous avons d'abord effectué une montée par petits paliers d'une demi-heure à 800 °C, 900 °C, 950 °C, 1000 °C et 1050 °C. Durant la montée en température, le spectre du réseau de Bragg s'est lissé et sa réflectivité a augmenté passant d'un peu moins de 2 % à un peu plus de 4 %. Il se pourrait que lors de cette première montée en température, la silice de la fibre ait subie une sorte de déverminage tel que le relâchement de contraintes apparues lors de l'inscription, ou l'effacement de modifications non permanentes de la silice comme une augmentation d'indice par la formation de centres colorés...

Nous avons tenté de monter plus haut en température et d'atteindre les 1200 °C, malheureusement l'installation électrique ne nous a pas permis de monter au-delà de 1100 °C. Nous avons donc préféré redescendre en température et lancer une procédure d'étalonnage.

Nous pouvons néanmoins constater que le réseau est tout à fait stable à 1100 °C, et nous pouvons espérer atteindre des températures bien plus élevées. Nous avons également observé une biréfringence induite lors de l'inscription du réseau de Bragg. En effet, notre dispositif d'acquisition des spectres est sensible au changement de polarisation. Lors de l'acquisition, le spectre effectuait des « sauts » de 0,74 nm, ce qui équivaut à une différence d'indice de 7.10^{-4} . Cette biréfringence peut être liée à une modification de type II de la structure au sein du motif du réseau de Bragg, un recuit à des températures plus importantes pourrait alors l'effacer. Il

est également possible de recourir à un brouilleur de polarisation pour contourner ce problème.

$$\Delta n_{eff} = n \frac{\Delta \lambda_{Bragg}}{\lambda_{Bragg}} \approx 7,06.10^{-4}$$

Le réseau de Bragg a donc été étalonné sur une gamme de températures allant de 20°C à 1050 °C. L'étalonnage a été réalisé lors d'une descente en température du four. La longueur d'onde de Bragg ainsi que la température ont été acquises en continu durant toute la durée de la descente, à raison de 3 points par seconde pour la température et d'un spectre toutes les 3 secondes. Les données en température ont ensuite été interpolées, et nous avons effectué une régression polynômiale d'ordre 5 pour déterminer le polynôme d'étalonnage du réseau de Bragg. L'erreur moyenne de la régression est de 0,0024 nm soit moins 0,2 °C en température équivalente. La sensibilité du réseau est comparable à celle des réseaux photo-inscrits comprise entre 9,6 pm/°C et 17,5 pm/°C sur la plage de température de l'étalonnage.



<u>Figure 45</u> : Etalonnage en température d'un réseau de Bragg femtoseconde inscrit en point par point entre 20 °C et 1050 °C.

3. <u>Inscription par masque de phase</u>

a) Focalisation dans le cœur de la fibre

L'alignement par le masque de phase se fait principalement par l'observation de la figure de diffraction du faisceau incident par le cœur de la fibre. Un pré-alignement est réalisé grâce à un laser d'alignement He:Ne, d'une part pour des raisons de sécurité, d'autre part pour limiter le temps d'irradiation de la fibre.

Nous réglons préalablement l'inclinaison du masque de phase et de la lentille cylindrique, puis le masque de phase subit une translation afin de le retirer du chemin de faisceau. La lentille est alors alignée par rapport à la fibre par l'observation de la figure de diffraction du cœur. Le masque de phase est ensuite positionné à 300 µm au-dessus de la fibre et son axe est ensuite réglé orthogonalement à celui de la fibre par la rotation du masque dans le plan horizontal.

Une correction de 1 μ m de la distance entre la fibre est alors appliquée afin de tenir compte de la différence de longueur d'onde entre le laser He:Ne et le faisceau femtoseconde.



<u>Figure 46</u> : Alignement du dispositif d'inscription par masque de phase avec la fibre par l'observation de la diffraction du faisceau du laser He:Ne d'alignement par le cœur de la fibre.

Une fois le dispositif d'inscription correctement aligné, nous éclairons la fibre avec le laser femtoseconde. Nous effectuons alors un balayage de la fibre en profondeur et en largeur sur une amplitude de 10 μ m afin de trouver le réglage optimal de la focalisation du faisceau dans le cœur.

Lorsque le faisceau est correctement focalisé dans le cœur de la fibre, on observe une luminescence bleue imagée par la caméra horizontale. Le spectre de luminescence est caractéristique du type de dopant présent dans la fibre, la luminescence bleue correspond à une fibre dopée germanium [58].



<u>Figure 47</u> : Spectre de luminescence du cœur de fibres optiques irradiées par des impulsions femtosecondes [58]

b) Paramètres d'inscription

Les réseaux de Bragg ont été inscrits au travers d'un masque de phase d'un pas de 1055 µm par un faisceau focalisé par une lentille de 110 mm de focale. Le faisceau présentant un diamètre de près de 10 mm, l'ouverture numérique est de 0,045. Compte tenu de la faible valeur de l'ouverture numérique, nous pouvons considérer que nous sommes dans le cadre de l'approximation paraxiale, et par conséquent nous pouvons négliger les aberrations dues à la

fibre. Cependant cela réduit considérablement l'intensité du faisceau au point de focalisation. On peut estimer la dimension du spot par une lentille sphérique de même focale par :

$$\phi_{spot} \approx \frac{4\lambda f}{\pi D} \approx 11,2 \ \mu m$$

Avec f la focale de l'objectif, λ la longueur d'onde de travail et D le diamètre d'entrée de la lentille.

Nous avons estimé l'énergie seuil de l'inscription du réseau à 780 μ J par impulsion. Soit une intensité d'environ 6,05.10¹² W/cm², soit une valeur proche de celle estimé par S.J. Mihailov et al [45] de 1,2.10¹³ W/cm².

Lors de l'inscription, nous avons observé le spectre réfléchi par la fibre à l'aide d'un circulateur optique, d'une source large bande ASE C+L et d'un spectromètre. De plus, la fibre était imagée par la caméra horizontale pour détecter la luminescence bleue caractéristique de la focalisation d'impulsions femtosecondes dans le cœur de la fibre.



<u>Figure 48</u> : Luminescence (en haut) d'une fibre optique soumise à des impulsions femtosecondes de 115 fs de 780 μJ et génération d'un supercontinuum (en bas). Seule la position de la fibre a été ajustée entre les deux images.

Le réseau a été inscrit à une longueur d'onde $\lambda_{Bragg} = 1547,88$ nm, une largeur à mihauteur de FWMH = 0,47 nm pour une réflectivité de l'ordre du pourcent. L'inscription a été courte ; en effet, la focalisation du faisceau dans le cœur de la fibre est critique, toute perturbation de sa position a des conséquences sur l'inscription. Il est difficile d'estimer avec exactitude le temps d'inscription mais il est inférieur à 5 secondes. Seules quelques milliers d'impulsions femtosecondes, tout au plus, ont participé à l'inscription du réseau.



<u>Figure 49</u> : spectre en réflexion d'un réseau de Bragg femtoseconde inscrit par masque de phase.

Nous avons observé la fibre inscrite au microscope. Nous avons pu voir un motif de rayures transverses au cœur de la fibre. Cependant, le motif est complexe et le pas entre les rayures est très important, supérieur à 10 μ m. La complexité du motif indique une inscription par champ d'interférence d'ondes multiples, supérieures à trois, comme indiqué par C.W. Smelser et al [44]. Une solution consiste à éloigner la fibre du masque de phase pour générer un motif d'interférences plus simple.



<u>Figure 50</u> : Image au microscope d'une fibre optique inscrite par impulsions femtosecondes au travers d'un masque de phase.

c) Caractéristiques du réseau inscrit

Nous avons testé la stabilité du réseau de Bragg inscrit par masque de phase en température. Nous avons donc inséré la fibre dans un four tubulaire vertical équipé d'un bundle de 5 thermocouples branchés à une centrale d'acquisition d'une fréquence d'un point par seconde. Le spectre du réseau éclairé par une source large bande ASE C+L a été enregistré en réflexion de manière continue tout au long de ce test par un spectromètre de résolution 0,07 nm à raison d'un spectre toutes les 13 secondes.

Nous avons imposé un palier à 900 °C au réseau de Bragg. Durant la montée en température, le réseau s'est effacé avec un comportement similaire à un réseau de type I. Ce comportement indique que la modification d'indice du cœur de la silice était de type I voir de type 0 c'est-àdire uniquement due à la formation de centres colorés semblables à une inscription par laser UV continu.

Le réseau a complètement disparu au début du palier à 900 °C, puis s'est régénéré. La régénération a duré 60 min environ et la réflectivité du réseau est restée inférieure au bruit durant 16 min. Le taux de régénération est de 9 %.

224

La régénération d'un réseau dans une fibre télécom standard non hydrogénée, ou non chargée par une autre espèce chimique facilement diffusée dans la silice constitue, à notre connaissance, un fait inédit.

De précédents résultats rapportent la régénération de réseaux femtosecondes [59], ou de réseaux inscrits sur tour par une seule impulsion nanoseconde [60, 61]. Cependant, dans les deux cas, la régénération avait nécessité la charge préalable de la fibre en H₂, dans les conditions respectives 180 bars, 70 °C, 3 jours et 200 bars, 80 °C, 7 jours.

Par ailleurs, la nécessité d'hydrogéner les fibres afin de régénérer les réseaux de Bragg fait débat. J. Canning et al, [62] ont montré la possibilité de régénérer en substituant l'hydrogène par de l'hélium à 19 MPa, 80 °C durant 7 jours. Ce résultat leur laissait supposer que le processus de régénération n'était pas de type chimique mais de type physique, issu de la relaxation des contraintes entre le cœur et la gaine lors de la diffusion d'une molécule de H_2 ou d'un atome de He. Lindner et al, ont par ailleurs montré qu'il était possible de régénérer des fibres fortement dopées en germanium (18 mol%) sans avoir recours à de l'hydrogène [63]. Cependant, Polz et al, [64] soutiennent que la présence d'hydrogène est indispensable au processus de régénération par la formation de groupes OH dans des fibres standard par la comparaison des recuits à 1100 °C de fibres chargées en H₂, de fibres non chargées en H₂ et de fibres ayant désorbé la totalité du H₂ chargé.

Notre expérience tend à montrer que la charge préalable en hydrogène des fibres non photosensibilisées par un fort dopage en germanium n'est pas nécessaire au processus de régénération. Ce résultat plaide pour un processus physique de relaxation des contraintes induites lors de l'inscription femtoseconde par la densification localisée de la silice.



<u>Figure 51</u> : Recuit à 900 °C d'un réseau de Bragg femtoseconde inscrit par masque de phase. Effacement et régénération du réseau.

Le faible rapport réflectivité bruit impacte grandement la mesure. cependant, nous avons pu étalonner le réseau sur la plage de température allant de 20 °C à 850 °C par une régression polynômiale d'ordre 5 avec une erreur moyenne de 0,033 nm soit environ 3°C en température équivalente.

Nous avons également pu estimer la sensibilité du réseau sur toute la gamme d'étalonnage. La sensibilité est tout à fait comparable à la sensibilité d'un réseau régénéré avec des valeurs allant de 10,4 pm/°C à 16,8 pm/°C entre 20 °C et 850 °C.



<u>Figure 52</u> : Etalonage d'un réseau de Bragg inscrit par impulsions femtosecondes au travers d'un masque de phase.

C. <u>Conclusion et perspectives</u>

La microstructuration des matériaux transparents par les lasers femtosecondes révolutionne peu à peu notre façon de concevoir et de réaliser des composants optiques. Les puissances délivrées par les impulsions lasers femtosecondes nous offrent une grande variété d'effets par le simple ajustement de la puissance et du taux de répétition du tir ainsi que la focalisation du faisceau incident sur des matériaux aussi divers que la silice, le saphir ou même le diamant.

Il est ainsi possible de modifier l'indice des matériaux transparents de façon isotrope ou anisotrope, de densifier la matière ou encore d'engendrer des microbulles directement dans le volume de la matière. En jouant sur toute cette panoplie d'effets et de matières, nous sommes en mesure de réaliser des composés innovants tels que les capteurs à réseaux de Bragg sur fibre saphir résistant à des températures au-delà de 1400 °C ou encore de mixer l'inscription de guides d'ondes et de canaux microfluidics directement au sein des fibres optiques pour la détection d'agents biochimiques par des composés dits « Lab-on-a-fiber ».

Cette révolution touche aussi les capteurs à réseaux de Bragg. Les impulsions femtosecondes permettent l'inscription rapide (quelques secondes tout au plus) de réseaux directement stables à des températures voisines de 1000 °C, sans nécessiter de traitement

thermique, et ce, sur quasiment tous les types de fibres optiques, dopées ou à cœur de silice, monomodes ou microstructurées. La rapidité et la maîtrise du procédé d'inscription permet la réalisation de manière automatique de tous les types de réseaux de Bragg.

Au cours de cette partie, nous avons exposé les différentes techniques d'inscription des réseaux de Bragg, l'inscription par masque de phase, l'inscription dite en point par point et l'inscription par interféromètre, et nous en avons réalisé deux avec succès. Nous avons obtenu deux résultats très différents.

Plusieurs réseaux de Bragg de type I, donc instables en température, ont été inscrits suivant la méthode du masque de phase. La chauffe des réseaux a cependant permis leurs régénérations, nous avons ainsi pu montrer que le rôle de l'hydrogène n'est pas prépondérant dans le processus de régénération.

Des réseaux de Bragg ultra-stables en température ont également été inscrits par la méthode d'inscription en point par point. Par cette technique radicale consistant à générer un chapelet de microbulles au sein même du cœur optique de la fibre, nous avons pu valider la stabilité des réseaux de Bragg à des températures au-delà de 1100 °C.

L'inscription des réseaux de Bragg par laser femtoseconde est donc une technique particulièrement efficace pour produire des réseaux stables à très hautes températures. Cette technique est cependant complexe car nécessite une grande maîtrise des conditions d'inscription, difficulté notamment liée à la grande puissance des impulsions ainsi qu'à leur faible cohérence. La capacité de multiplexage spectral des réseaux de Bragg inscrits par laser femtoseconde est ainsi grandement limitée :

- l'inscription par masque de phase ne permet le multiplexage spectral que par l'utilisation d'un masque par longueur d'onde de Bragg, ce qui rend le multiplexage coûteux d'autant que le risque de dommage optique lié à la puissance des impulsions lasers incidentes est important,

l'inscription en point par point permet d'inscrire directement des lignes de réseaux mulitplexés ; cependant les microbulles sont fortement diffusives, ce qui limite d'autant la capacité de multiplexage par fibre.

 de par la faible longueur de cohérence, l'inscription par interféromètre est une technique difficile à réaliser et limite également la plage spectrale possible des résonances de Bragg.

Lors de cette thèse, nous avons monté un banc laser d'inscription femtoseconde et réussi à tester 2 techniques d'inscription de réseaux de Bragg, en point par point et par

masque de phase. La suite du travail devra se concentrer sur l'amélioration de la capacité de multiplexage des réseaux inscrit par laser femtoseconde par la diminution de la diffusion liée aux microbulles ainsi que sur la mise au point d'un interféromètre optique performant capable d'inscrire des réseaux sur une large gamme spectrale.

Tables des figures

Figure 1: Comparaison sur les effets d'impulsions lasers longues (type nanoseconde) et ultracourtes (types femtosecondes) lors d'un procédé de perçage. Image issue de Jenoptic. 168 Figure 2 : Comparaison de procédés de perçage dans une feuille d'acier de 100 µm d'épaisseur par des impulsions lasers nanosecondes, picosecondes et femtosecondes. De gauche à droite 3,3 ns, 1 mJ, 4,2 J/cm², soit 1,3 GW/cm²; 80 ps, 900 µJ, 3,7 J/cm² soit 46 Figure 3 : Types de modification permanente de la structure de la silice suivant la puissance du faisceau incident. Le régime 1 est un changement isotrope de l'indice de réfraction, le régime 2 est un changement anisotrope de l'indice de réfraction, le régime 3 est une compression importante de la matière menant à la formation de microbulles. D'après [14]. 171 Figure 4 : Echelle temporelle des phénomènes suivant une irradiation femtoseconde selon Figure 5 : Représentations schématiques de l'ionisation multiphotonique illustrée à gauche par la transition électronique de la bande de valence (BV) à la bande de conduction (BC) et à droite selon le puits de potentiel atomique. D'après [19]......175 Figure 6 : Représentations schématiques de l'ionisation par effet tunnel illustrée à gauche par la transition électronique de la bande de valence (BV) à la bande de conduction (BC) et à droite selon le puits de potentiel atomique. D'après [19]......176 Figure 7 : Taux de photo-ionisation $(d\rho/dt)$ et paramètre d'adiabaticité (γ) selon la théorie de Keldysh. Calcul pour de la silice fondue à 800 nm. D'après [19]. 177 Figure 8 : Représentations schématiques de l'ionisation par avalanche illustrée à gauche par la transition électronique de la bande de valence (BV) à la bande de conduction (BC) et à droite Figure 9: Temps caractéristiques des phénomènes physiques liés à l'interaction d'une Figure 10 : Schéma des cycles de refocalisation et de production de pics de densité électronique dans le cœur du filament après l'autofocalisation du faisceau (d'après [25])... 182 Figure 11 : Niveaux d'énergies des principaux défauts présents dans le verre germano-silicate. Figure 12 : Inscription longitudinale (a) et transverse (b) d'un guide d'ondes dans un matériau

Figure 13 : Vue au microscope électronique à balayage d'une coupe transverse de nanoréseaux (orthogonal au faisceau incident) obtenus par polissage de l'échantillon dans le plan focal. Une spectroscopie par électron Auger a montré la présence de O₂ entre les franges Figure 14 : Anatomie des nanoréseaux vue au microscope électronique suivant différents plans, E représente le champ électrique et k la direction de propagation du faisceau laser Figure 15 : Représentation théorique de la formation d'un nanoréseau. (a) schéma de la dispersion exciton-polariton, (b) modélisation du nanoréseau, (c) zone de la périodicité Figure 16 : Image au microscope électronique des nanoréseaux constituant une lentille de Fresnel. E est le champ électrique du laser d'inscription, k est la direction de propagation du faisceau et Ss la direction de balayage du faisceau, d'après [31]......187 Figure 17 : Comparaison de microbulles obtenues par impulsions picosecondes (200 ps) à Figure 18 : Diagramme d'interactions dans la silice par tirs d'impulsions lasers de 160 fs à 800 nm à une cadence de 100 kHz pour un déplacement du spot à 100 µm/s, (d'après B. Figure 19 : Profil de température simulé illustrant l'accumulation de chaleur après 25 µs de tir laser femtoseconde délivrant des impulsions de 300 fs de 200 nJ à 1045 nm dans un verre boro-silicate Corning EAGLE2000, pour un taux de répétition de 200 kHz à gauche et 1,5 MHz à droite. La ligne rouge étant la température de transition vitreuse du verre considéré. Figure 20: Image au microscope illustrant les effets thermiques sur un verre boro-silicate AF45 par des impulsions de 375 fs de 450 nJ à 1045 nm. Le nombre d'impulsions (en haut) et la fluence cumulée associée (en bas) est indiqué pour chaque colonne, le taux de répétition est indiqué pour chaque ligne. D'après [40]......190 Figure 21 : Diffraction d'un faisceau à incidence normale par un masque de phase. Δs est la différence de distance au masque entre l'ordre 0 et les ordres +1/-1 au temps t. (D'après J. Figure 22 : Inscription d'un réseau de Bragg dans le cœur d'une fibre par masque de phase.

Figure 23 : (a) et (b) : Propagation et recouvrement des différents ordres de diffraction dans l'espace. Calcul réalisé pour la diffraction d'une impulsion de 60 fs d'un faisceau de 5 mm de diamètre au travers d'un masque d'un pas de 4,28 µm (d'après [44])......194 Figure 24 : Comparaison d'un mode d'interférence à 5, 3 et 2 ondes. De (a) à (c) modélisation des motifs d'interférences à 5, 3 et 2 ondes. De (d) à (f) comparaison des structures des réseaux observés à 200 µm, 500 µm et 5000 µm de distance du masque de phase, d'après Figure 25 : A droite : spectre en transmission de réseaux de Bragg inscrits par masque de phase à une cadence de 1 KHz, 350 µJ par impulsion dans des fibres à cœur de silice (a) et dopées germanium (b), (d'après [45]). A gauche : image au microscope d'un réseau inscrit au travers d'un masque de pas 3,21 µm (d'après [12]).....195 Figure 26: Recuit de deux réseaux inscrits par masque de phase, par impulsions femtosecondes, 125 fs (carrés blancs) et par impulsions picosecondes, 1,6 ps (cercles noirs) dans une fibre SMF-28 non chargée en hydrogène. D'après [47]......196 Figure 27 : Montage d'inscription de réseaux femtosecondes UV par interféromètre de Talbot Figure 28 : Détail du montage interférométrique de Talbot (d'après [49])...... 198 Figure 29 : A gauche : ligne de réseaux femtosecondes inscrite par interféromètre dans une fibre fortement dopée germanium (18 mol-%). A droite : réseaux de Bragg inscrits dans une fibre sans germanium dopée Al/Yb (2.5 mol-%/0.43 mol-%),(D'après [49]). 199 Figure 30: Montage expérimental proposé par Y. Kondo et al [50] pour l'inscription de Figure 31 : Evolution de la réflectivité d'un réseau femtoseconde inscrit en point par point Figure 32 : (a) Spectre en réflexion et en transmission (mesuré -ligne continue- et simulé ligne pointillée-) d'un réseau de Bragg de 5 mm de long au second ordre (période de 1,07 Figure 33 : Réseau à modulation de phase et d'amplitude inscrit en point par point, (a) image Figure 37 : Image de la fibre à travers l'objectif de microscope durant la procédure Figure 40 : Vue des microbulles formées par des impulsions d'environ 115 fs et 15 µJ au travers de l'objectif d'inscription (en haut). Vue de la diffusion de la lumière d'un faisceau Figure 42 : Spectre en réflexion d'un réseau de Bragg en point par point par des impulsions de Figure 43 : Test en température d'un réseau de Bragg inscrit en point par laser Figure 44 : Comparaison du spectre d'un réseau de Bragg inscrit en point par point par impulsions femtosecondes, après inscription et après un recuit à 1100 °C...... 218 Figure 45 : Etalonnage en température d'un réseau de Bragg femtoseconde inscrit en point par Figure 46 : Alignement du dispositif d'inscription par masque de phase avec la fibre par l'observation de la diffraction du faisceau du laser He:Ne d'alignement par le cœur de la fibre. Figure 47 : Spectre de luminescence du cœur de fibres optiques irradiées par des impulsions Figure 48 : Luminescence (en haut) d'une fibre optique soumise à des impulsions femtosecondes de 115 fs de 780 µJ et génération d'un supercontinuum (en bas). Seule la Figure 49 : spectre en réflexion d'un réseau de Bragg femtoseconde inscrit par masque de Figure 50 : Image au microscope d'une fibre optique inscrite par impulsions femtosecondes

Figure 51 : Recuit à 900 °C d'un réseau de Bragg femtoseconde inscrit pa	r masque de phase.
Effacement et régénération du réseau.	
Figure 52 : Etalonage d'un réseau de Bragg inscrit par impulsions femtos	secondes au travers
d'un masque de phase.	

Références

- 1. Steen, W., K.G. Watkins, and J. Mazumder, *Laser Material Processing*2010: Springer.
- 2. Hennequin, D., V. Zehnlé-Dhaoui, and D. Dangoisse, *Les lasers: Cours et exercices corrigés*2013: Dunod.
- Mouskeftaras, A., et al., Mechanisms of femtosecond laser ablation of dielectrics revealed by double pump-probe experiment. Applied Physics A, 2013. 110(3): p. 709-715.
- 4. Chichkov, B.N., et al., *Femtosecond, picosecond and nanosecond laser ablation of solids*. Applied Physics A, 1996. **63**(2): p. 109-115.
- Poumellec, B., et al., Modification thresholds in femtosecond laser processing of pure silica: review of dependencies on laser parameters [Invited]. Optical Materials Express, 2011. 1(4): p. 766-782.
- 6. Bricchi, E., *Femtosecond laser micro-machining and consequent self-assembled nanostructures in transparent materials*, in *Optoelectronics Research Centre*2005, University of Southampton, Faculty of Engineering, Science and Mathematics. p. 138.
- 7. Davis, K.M., et al., *Writing waveguides in glass with a femtosecond laser*. Optics Letters, 1996. **21**(21): p. 1729-1731.
- Beresna, M., M. Gecevi?ius, and P.G. Kazansky, *Polarization sensitive elements fabricated by femtosecond laser nanostructuring of glass [Invited]*. Optical Materials Express, 2011. 1(4): p. 783-795.
- 9. Glezer, E.N., et al., *Three-dimensional optical storage inside transparentmaterials*. Optics Letters, 1996. **21**(24): p. 2023-2025.
- 10. Osellame, R., et al., Integration of optical waveguides and microfluidic channels both fabricated by femtosecond laser irradiation. Applied Physics Letters, 2007. 90(23): p. -.
- Haque, M., et al., *Chemical-assisted femtosecond laser writing of lab-in-fibers*. Lab on a Chip, 2014. **14**(19): p. 3817-3829.
- 12. Mihailov, S.J., et al., *Bragg gratings written in all-SiO2 and Ge-doped core fibers* with 800-nm femtosecond radiation and a phase mask. Journal of Lightwave Technology, 2004. **22**(1): p. 94-100.

- 13. Mihailov, S.J., et al., *Through-the-jacket inscription of fiber Bragg gratings using femtosecond infrared radiation for sensor applications*. Fiber Optic Sensors and Applications Vi, 2009. **7316**.
- 14. Hnatovsky, C., et al., *Pulse duration dependence of femtosecond-laser-fabricated nanogratings in fused silica*. Applied Physics Letters, 2005. **87**(1): p. -.
- 15. Rethfeld, B., et al., *Timescales in the response of materials to femtosecond laser excitation*. Applied Physics A, 2004. **79**(4-6): p. 767-769.
- 16. Osellame, R., et al., *Optical properties of waveguides written by a 26 MHz stretched cavity Ti:sapphire femtosecond oscillator*. Optics Express, 2005. **13**(2): p. 612-620.
- 17. Itoh, K., et al., Ultrafast processes for bulk modification of transparent materials.
 MRS bulletin, 2006. 31(08): p. 620-625.
- Agostini, P. and G. Petite, *Photoelectric effect under strong irradiation*. Contemporary Physics, 1988. 29(1): p. 57-77.
- 19. Leyder, S., Nonlinear ionization inside dielectrics and semiconductors using long wavelength femtosecond laser, 2013, Aix-Marseille Université.
- Keldysh, L., *Ionization in the field of a strong electromagnetic wave*. Sov. Phys. JETP, 1965. 20(5): p. 1307-1314.
- Mao, S., et al., *Dynamics of femtosecond laser interactions with dielectrics*. Applied Physics A, 2004. **79**(7): p. 1695-1709.
- 22. Glezer, E.N. and E. Mazur, *Ultrafast-laser driven micro-explosions in transparent materials*. Applied Physics Letters, 1997. **71**(7): p. 882-884.
- Shen, Y.-R., *The principles of nonlinear optics*. New York, Wiley-Interscience, 1984, 575 p., 1984.
- 24. Ashcom, J.B., *The role of focusing in the interaction of femtosecond laser pulses with transparent materials*, 2003, Harvard University Cambridge, Massachusetts.
- D'amico, C., Filamentation femtoseconde dans les milieux transparents passifs et amplificateurs, et étude de la filamentation comme source de radiation secondaire, 2007, Ecole Polytechnique X.
- Beresna, M., M. Gecevi?ius, and P.G. Kazansky, Ultrafast laser direct writing and nanostructuring in transparent materials. Advances in Optics and Photonics, 2014.
 6(3): p. 293-339.
- 27. Carrier, J., Écriture de réseau de Bragg par laser femtoseconde à 400 nm, in Département de physique, génie physique et d'optique2013, Université de Laval, Québec. p. 151.

- 28. Streltsov, A.M. and N.F. Borrelli, *Study of femtosecond-laser-written waveguides in glasses*. Journal of the Optical Society of America B, 2002. **19**(10): p. 2496-2504.
- 29. Chan, J.W., et al., *Structural changes in fused silica after exposure to focused femtosecond laser pulses.* Optics Letters, 2001. **26**(21): p. 1726-1728.
- 30. Shimotsuma, Y., et al., *Self-Organized Nanogratings in Glass Irradiated by Ultrashort Light Pulses*. Physical Review Letters, 2003. **91**(24): p. 247405.
- 31. Yang, W., et al., *Self-assembled periodic sub-wavelength structures by femtosecond laser direct writing*. Optics Express, 2006. **14**(21): p. 10117-10124.
- 32. Canning, J., et al., *Anatomy of a femtosecond laser processed silica waveguide* [*Invited*]. Optical Materials Express, 2011. **1**(5): p. 998-1008.
- Canning, J., et al. New theory of femtosecond induced changes and nanopore formation. in Asia Pacific Optical Sensors Conference. 2012. International Society for Optics and Photonics.
- 34. Lancry, M., et al., *Ultrafast nanoporous silica formation driven by femtosecond laser irradiation*. Laser & Photonics Reviews, 2013. **7**(6): p. 953-962.
- Kazansky, P.G., Formation of Sub-wavelength Periodic Structures Inside Transparent Materials, in 3D Laser Microfabrication2006, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. p. 181-198.
- Bhardwaj, V.R., et al., Optically Produced Arrays of Planar Nanostructures inside Fused Silica. Physical Review Letters, 2006. 96(5): p. 057404.
- Beresna, M., et al., *Exciton mediated self-organization in glass driven by ultrashort light pulses*. Applied Physics Letters, 2012. 101(5): p. -.
- 38. Lancry, M., et al. Doping Dependence of the Femtosecond Laser Damage Thresholds in Silica Glasses. in Frontiers in Optics 2009/Laser Science XXV/Fall 2009 OSA Optics & Photonics Technical Digest. 2009. San Jose, California: Optical Society of America.
- 39. Toratani, E., M. Kamata, and M. Obara, *Self-fabrication of void array in fused silica by femtosecond laser processing*. Applied Physics Letters, 2005. **87**(17): p. -.
- 40. Eaton, S., et al., *Heat accumulation effects in femtosecond laser-written waveguides with variable repetition rate.* Optics Express, 2005. **13**(12): p. 4708-4716.
- Eaton, S.M., et al., Transition from thermal diffusion to heat accumulation in high repetition rate femtosecond laser writing of buried optical waveguides. Optics Express, 2008. 16(13): p. 9443-9458.

- 42. Meltz, G., W.W. Morey, and W.H. Glenn, *Formation of Bragg gratings in optical fibers by a transverse holographic method*. Optics Letters, 1989. **14**(15): p. 823-825.
- 43. Hill, K.O., et al., *Bragg gratings fabricated in monomode photosensitive optical fiber by UV exposure through a phase mask.* Applied Physics Letters, 1993. **62**(10): p. 1035-1037.
- 44. Smelser, C.W., D. Grobnic, and S.J. Mihailov, *Generation of pure two-beam interference grating structuresin an optical fiber with a femtosecond infrared source anda phase mask.* Opt. Lett., 2004. **29**(15): p. 1730-1732.
- 45. Mihailov, S.J., et al., *Fiber Bragg gratings made with a phase mask and 800-nm femtosecond radiation*. Opt. Lett., 2003. **28**(12): p. 995-997.
- 46. Archambault, J.L., L. Reekie, and P.S.J. Russell 100% reflectivity Bragg reflectors produced in optical fibres by single excimer laser pulses. Electronics Letters, 1993. 29, 453-455.
- 47. Grobnic, D., et al., Long-term thermal stability tests at 1000 °C of silica fibre Bragg gratings made with ultrafast laser radiation. Measurement Science and Technology, 2006. 17(5): p. 1009.
- Grobnic, D., et al., Sapphire fiber Bragg grating sensor made using femtosecond laser radiation for ultrahigh temperature applications. Ieee Photonics Technology Letters, 2004. 16(11): p. 2505-2507.
- 49. Becker, M., et al., Fiber Bragg grating inscription combining DUV sub-picosecond laser pulses and two-beam interferometry. Opt. Express, 2008. 16(23): p. 19169-19178.
- 50. Kondo, Y., et al., *Fabrication of long-period fiber gratings by focused irradiation of infrared femtosecond laser pulses.* Opt. Lett., 1999. **24**(10): p. 646-648.
- Martinez, A., et al., Direct writing of fibre Bragg gratings by femtosecond laser. Electronics Letters, 2004. 40(19): p. 1170-1172.
- Martinez, A., I.Y. Khrushchev, and I. Bennion, *Thermal properties of fibre Bragg gratings inscribed point-by-point by infrared femtosecond laser*. Electronics Letters, 2005. 41(4): p. 176-178.
- 53. Marshall, G.D., et al., *Point-by-point written fiber-Bragg gratings and their application in complex grating designs*. Opt. Express, 2010. **18**(19): p. 19844-19859.
- 54. Williams, R.J., et al., *Point-by-point inscription of apodized fiber Bragg gratings*. Opt. Lett., 2011. 36(15): p. 2988-2990.

- 55. Thomas, J., et al., *Cladding mode coupling in highly localized fiber Bragg gratings: modal properties and transmission spectra*. Opt. Express, 2011. **19**(1): p. 325-341.
- Martinez, A., et al., *Photoinduced Modifications in Fiber Gratings Inscribed Directly* by *Infrared Femtosecond Irradiation*. Photonics Technology Letters, IEEE, 2006. 18(21): p. 2266-2268.
- 57. Saleh, B.E.A. and M.C. Teich, *Fundamentals of Photonics*2007: Wiley.
- 58. Wikszak, E., Inscription of fiber Bragg gratings in non-photosensitive and rare-earth doped fibers applying ultrafast lasers, 2009.
- 59. Cook, K., et al. Regenerated femtosecond fibre Bragg gratings. in Third Asia Pacific Optical Sensors Conference. 2012. Sydney, Australia: SPIE.
- 60. Lindner, E., et al., *Post-hydrogen-loaded draw tower fiber Bragg gratings and their thermal regeneration*. Appl. Opt., 2011. **50**(17): p. 2519-2522.
- 61. Lindner, E., et al., *Regenerated single pulse fiber Bragg gratings for high temperature sensing*. Third Asia Pacific Optical Sensors Conference, 2012. **8351**.
- 62. Canning, J., K. Cook, and L.Y. Shao. *Helium and regeneration in optical fibres*. 2012.
- 63. Lindner, E., et al., *Thermal regeneration of fiber Bragg gratings in photosensitive fibers*. Opt. Express, 2009. **17**(15): p. 12523-12531.
- 64. Polz, L., et al. Regeneration experiments with fibre Bragg gratings in hydrogen outdiffused fibres. 2014.

I. <u>Remise en contexte</u>

Cette thèse a été réalisée dans le contexte du projet de construction du démonstrateur du réacteur nucléaire de génération IV à neutrons rapides et fluide caloporteur sodium ASTRID. Les capteurs à réseaux de Bragg présentent de grands intérêts pour les applications de surveillance de structure, ils sont multiplexables, peu intrusifs, déportables sur des distances multi-kilomètriques, immunisés contre les champs électromagnétiques tout en étant sensibles à la température, à la pression ainsi qu'aux contraintes. Afin de démontrer tout leur potentiel pour la surveillance du réacteur, des fibres optiques à réseaux de Bragg vont être mises à l'essai sur ASTRID. Pour ce faire, les capteurs à réseaux de Bragg doivent répondre à un cahier des charges strict. Ils devront valider leurs résistances aux conditions extrêmes régnant dans le réacteur (que ce soit leur compatibilité avec le sodium liquide, leur tenue aux radiations ou leur stabilité à une température de travail de 600 °C en continu) tout en conservant des propriétés métrologiques permettant la détection rapide de points chauds au sein de la cuve du réacteur précurseur d'incidents (résolution inférieure au degré Celsius, temps de réponse de l'ordre de la milliseconde). Cependant, bien qu'il existe différents types de réseaux de Bragg, il semble qu'il faille choisir entre la qualité spectrale du réseau, permettant notamment le multiplexage en longueur d'onde des réseaux par fibre et leur résistance à la température. Ainsi, les réseaux dits de type I, inscrits par photosensibilité de fibre, présentent une très bonne qualité spectrale mais s'effacent avec la température tandis que les réseaux dits de type II, inscrits par dommage optique, présentent une bonne stabilité à des températures voisines de 900 °C mais ont une largeur spectrale de plusieurs nanomètres ainsi qu'une forme de pic de résonance complexe.

L'objet de notre travail fut donc d'étudier les méthodes de stabilisation des réseaux de Bragg aux hautes températures et de qualifier les réseaux qui en furent issus. Nous avons alors réalisé avec succès des réseaux de Bragg stables à des températures supérieures à 900 °C et pouvant atteindre 1200 °C grâce à deux techniques très différentes, mais parfois complémentaires, que sont la régénération des réseaux de Bragg par procédé thermique et l'inscription de réseaux ultra-stables par laser femtoseconde. Nous sommes également allés au-delà par une incursion dans le domaine des températures cryogéniques, ainsi qu'en explorant de nouvelles méthodes de régénération pour des applications innovantes et en s'attardant sur d'autres capteurs à fibre optique complémentaires aux réseaux de Bragg.

II. <u>Conclusion :</u>

Les capteurs à réseaux de Bragg ont démontré tout leur potentiel pour la surveillance de structures en milieux hostiles. Grâce aux techniques de régénération par procédé thermique et d'inscription par impulsions femtosecondes, les réseaux de Bragg ont acquis une tenue à des températures de travail supérieures à 900 °C et pouvant atteindre des températures extrêmes de 1200 °C tout en conservant leurs propriétés optiques. Les deux techniques que nous avons mises en place au laboratoire et étudiées se sont révélées concluantes et parfois complémentaires.

1. <u>La régénération</u>

La régénération nous a permis, par un procédé thermique, d'atteindre des températures de travail voisines de 900°C en continu pendant plus d'un an en conservant des qualités spectrales qui ont permis la fabrication de lignes de 20 réseaux de Bragg multiplexés en longueur d'onde. De plus, la littérature nous apprend qu'il est possible d'atteindre des pointes de température record de 1295 °C.

Nous avons montré qu'il existe un mécanisme complexe de dérive de la longueur d'onde de Bragg lors du vieillissement du réseau, que ce mécanisme est répétable et que sa vitesse dépend de la température d'exposition du réseau. Il est donc a priori possible d'établir une loi prédictive du vieillissement des réseaux. Par ailleurs, nous avons démontré que s'il est vrai que la longueur d'onde de Bragg dérive lors d'un vieillissement forcé du réseau, sa sensibilité thermique tend à se stabiliser et que ses fluctuations restent suffisamment faibles pour effectuer, avec une précision supérieure à celle des thermocouples communs, la mesure d'une modification rapide de la température.

Nous avons également montré que la régénération conserve le profil spectral du réseau par la régénération de réseaux en angle. Le mécanisme de régénération ne se limite donc pas à l'interface cœur-gaine mais il y a aussi une régénération du profil d'indice le long du cœur de la fibre. Qui plus est, la régénération des réseaux en angle ouvre la voie à l'utilisation des capteurs à réseaux de Bragg pour la détection d'agents chimiques ou biologiques en environnements hostiles.

Nous avons également discuté du rôle de l'hydrogène dans le mécanisme de régénération. Si nous ne pouvons pas nier son rôle lors de la régénération, la régénération d'un réseau de Bragg femtoseconde inscrit dans une fibre non hydrogénée nous permet d'affirmer qu'il n'est pas indispensable. De même, un plan d'expérience complet de régénération de réseaux, certes inscrits dans des fibres hydrogénées afin d'en améliorer la photosensibilité, mais par la suite ré-hydrogénées ou bien déshydrogénées, ne nous a pas permis de mettre évidence de façon significative l'implication de l'hydrogène tant sur la durée de régénération que sur son rendement.

Une méthode de régénération a également été proposée. Basée sur un plan d'expérience détaillé, nous proposons une optimisation de la méthode de régénération par un compromis entre la durée d'inscription des réseaux, la durée de régénération et son rendement.

Enfin, de nouvelles méthodes de régénération ont été explorées. Nous proposons d'effectuer la régénération de façon optique par la chauffe de la fibre induite par un laser CO₂. Cette technique devrait nous permettre de nous affranchir des contraintes topologiques liées à l'usage d'un four lors de la fabrication de lignes de réseaux de Bragg régénérés multiplexés. Nous avons également proposé une régénération du réseau dite « in-situ » par la chauffe du réseau lors d'un procédé de dépose de diamant sur fibre.

2. <u>L'inscription femtoseconde</u>

Nous avons mis en place un banc d'inscription des réseaux de Bragg sur fibre par laser femtoseconde. Cette méthode est plus complexe que la régénération mais n'étant plus limitée par la photosensibilité, elle permet d'inscrire des réseaux dans n'importe quel type de fibre. De plus, elle offre plus de possibilités par différents types de micro-structuration de la silice, la modification d'indice de manière isotrope ou anisotrope et la génération de microbulles au sein du volume de la fibre. Nous avons exploré deux techniques d'inscription, une technique dite par masque de phase, et une technique dite d'inscription en point par point.

Grâce à l'inscription dite en point par point, nous avons réussi l'inscription de lignes de réseaux de Bragg multiplexés. Cette technique nécessite une grande maîtrise de l'alignement de la fibre et une correction des aberrations causées par le dioptre cylindrique de la fibre. Les réseaux inscrits composés de microbulles formées dans le cœur de la fibre se sont montrés stables à 1100 °C, température limite atteinte par notre four. Ce type d'inscription radicale devrait permettre d'atteindre la température de transition vitreuse de la silice. Cette méthode reste néanmoins limitée par la diffusion de la lumière guidée par les microbulles.

Nous avons aussi inscrit des réseaux par masque de phase. Cette méthode est plus robuste aux défauts d'alignement de la fibre, et permet d'inscrire de manière répétable des réseaux en un temps très bref de l'ordre de la seconde. Si les réseaux que nous avons inscrits ne se sont pas révélés stables à 900 °C comme nous l'espérions, ils ont permis de mettre en lumière la régénération des réseaux femtosecondes sans hydrogénation préalable de la fibre optique. Cette méthode est quant à elle limitée par le masque de phase lui-même qui n'autorise l'inscription que d'une seule longueur d'onde. L'inscription de lignes de réseaux de Bragg multiplexés en longueur d'onde nécessite alors autant de masques que de réseaux.

L'inscription femtoseconde représente un grand potentiel pour les réseaux de Bragg dits « hautes températures » ainsi que nous avons tenté de le montrer par une revue de la littérature. Bien qu'un important travail de mise en place du banc femtoseconde ait été réalisé, des efforts doivent être poursuivis pour lever les limitations de l'inscription femtoseconde, notamment les difficultés liées à la faible longueur de cohérence des impulsions et à la diffusion des défauts induits dans la silice lors des dommages optiques.

III. <u>Perspectives</u>

Les deux techniques étudiées présentent des avantages qui leur sont propres et sont complémentaires, leurs utilisation doit avant tout être déterminée par l'application visée lors de la fabrication des réseaux « hautes températures ». Aussi, même si nous avons montré que les réseaux de Bragg sont une technologie compétitive pour les applications en environnements extrêmes, de nombreux travaux doivent être menés pour mettre en avant leurs capacités applicatives.

La régénération a montré tout son potentiel, cependant son utilisation est limitée par la capacité à produire des lignes de réseaux multiplexés. De nouvelles méthodes de régénération doivent être testées pour montrer son intérêt applicatif, c'est dans ce sens que nous avons proposé la régénération « in-situ » et la régénération par laser. La maitrise de ces procédés

devrait simplifier tant la production que l'utilisation des réseaux de Bragg régénérés. Parallèlement, une étude de vieillissement plus complète doit être menée afin de déterminer la loi de vieillissement de ces réseaux.

L'inscription femtoseconde possède un potentiel bien plus important. Au-delà de l'inscription de réseaux de Bragg ultra-stables en température, elle nous ouvre la possibilité de composants plus exotiques. En jouant sur les différents types de micro-structuration, nous avons la capacité d'inscrire des guides d'ondes, des canaux microfluidics, des lames de phase et bien d'autres choses directement dans les fibres optiques ou autres matériaux transparents pouvant servir de guides d'ondes. Les composés réalisables sont alors aussi variés que des capteurs à réseaux de Bragg dans des fibres saphir pour des températures au-delà de 1400 °C que des capteurs bio-chimiques dits « lab-on-a-fiber » pour environnements extrêmes.

Résumé

Les capteurs à fibres optiques à réseaux de Bragg offrent de nombreux avantages pour la Métrologie, en particulier en termes de sensibilité, fiabilité, faible intrusivité, isolation galvanique, ainsi que par la possibilité de réaliser des mesures déportées. Très utilisés pour la surveillance de structures (Génie Civil, Transport, Matériaux composites, SHM pour l'Aéronautique, Spatial, Energie), ce manuscrit a pour but d'adresser la problématique de l'utilisation des réseaux de Bragg pour des milieux extrêmes combinant des hautes températures (typiquement supérieures à 900 °C) et des radiations ionisante (environnements nucléaires), tout en conservant leurs qualités spectrales et de multiplexage en longueur d'onde. Deux méthodes de stabilisation des propriétés optiques des réseaux de Bragg ont été explorées. Nous avons tout d'abord validé, puis optimisé, la méthode dite de régénération formant des réseaux ultra-stables issus de réseaux photo-inscrits effacés par un procédé thermique. Par cette méthode, nous avons obtenu des réseaux de Bragg stables à des températures voisines de 900 °C pendant plus d'un an et potentiellement au-delà sur de courtes durées. Nous avons également mis en place et validé deux techniques d'inscription de réseaux de Bragg ultra-stables par laser femtoseconde. Les densités de puissances optiques qui peuvent être obtenues par l'utilisation de lasers à impulsions ultra-courtes, en l'occurrence femtosecondes, permettent la réalisation, au sein de matériaux transparents, de différents types de micro-structuration allant de la simple modification d'indice au « claquage » optique. Il est ainsi possible de réaliser des réseaux de Bragg au sein de fibres optiques en silice par inscription point-par-point d'un chapelet de microbulles ... Nous avons ainsi pu obtenir à la fois des réseaux de Bragg stables jusqu'à 900°C par la régénération de réseaux de Bragg femtosecondes obtenus par masque de phase et de réseaux stables jusqu'à plus de 1100 °C par la technique d'inscription dite point-par-point. Enfin, différentes applications de ces réseaux de Bragg « hautes températures » mais aussi de capteurs à fibres optiques interrogées par des techniques de mesures réparties (rétrodiffusion Rayleigh) sont présentées dans ce manuscrit que ce soit de la détection de points chauds ou de la mesure de température au sein d'un plasma « chaud » ou en milieu cryogénique.