

Université de Limoges
Ecole Doctorale ED n°521 - Sciences et Ingénierie pour
l'Information
Faculté des Sciences et Techniques
Institut de Recherche XLIM

Année : 2010

Thèse n° 98-2010

THESE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LIMOGES

Discipline : Electronique des Hautes Fréquences, Photonique et Systèmes
Spécialité : Photonique

présentée et soutenue par

Stéphanie LEPARMENTIER

Le 17 Décembre 2010

**Développement et caractérisation de fibres
optiques multimatériaux verre/silice ou
verre/air/silice réalisées par un procédé basé
sur l'utilisation de poudre de verres**

Thèse dirigée par Jean Marc BLONDY et Jean Louis AUGUSTE

Rapporteurs :

Daniel R. NEUVILLE

Directeur de Recherche CNRS (HDR), IPGP, Paris

Gérard MONNOM

Directeur de Recherche CNRS (HDR), LPMC, Nice

Examineurs :

Pierre BLONDY

Professeur de l'Université (HDR), XLIM, Limoges

Aurélian CRUNTEANU

Chargé de Recherche CNRS, XLIM, Limoges

Yves JAOUEN

Professeur de l'Université (HDR), Telecom ParisTech

Jean-Louis AUGUSTE

Ingénieur de Recherche CNRS (HDR), XLIM, Limoges

Invité :

Jean-Marc BLONDY

Ingénieur de Recherche CNRS (HDR), XLIM, Limoges

Remerciements

J'ai réalisé ce travail sur trois années à l'Institut de Recherche XLIM de Limoges dans le cadre d'une bourse BDI DGA/CNRS. C'est pourquoi j'adresse mes premiers remerciements à ces deux organismes pour la confiance qu'ils m'ont accordée à travers ce financement.

Je remercie Monsieur Dominique CROS, Directeur d'XLIM, pour m'avoir accueillie au sein du laboratoire et Monsieur Alain BARTHELEMY, Directeur de Recherche et Responsable du département Photonique d'XLIM, équipe parmi laquelle j'ai réalisé ma thèse.

J'adresse de sincères remerciements à Monsieur Daniel NEUVILLE, Directeur de Recherche à l'Institut de Physique du Globe de Paris (Jussieu) et Monsieur Gérard MONNOM, Directeur de Recherche au Laboratoire de Physique de la Matière Condensée de Nice, pour l'intérêt qu'ils ont porté à mes travaux en acceptant de les rapporter et pour leur présence dans mon jury de thèse.

Au même titre, je remercie sincèrement Monsieur Yves JAOUEN, Professeur de l'Université rattaché à l'Ecole d'Ingénieurs Telecom ParisTech de Paris, pour avoir examiné ce manuscrit et participé à mon jury de thèse.

Plus localement, je tiens à remercier Monsieur Pierre BLONDY, Professeur de l'Université rattaché à XLIM et Monsieur Aurelian CRUNTEANU, Chargé de Recherche, d'avoir accepté d'être examinateurs de ce mémoire et de faire partie de mon jury de thèse. Vous avez accepté notre invitation dans le monde de la fibre optique qui n'est pas votre thématique de recherche habituelle. En espérant que ce manuscrit et que ma présentation de soutenance de thèse aient convenu à vos attentes tant au niveau scientifique que pédagogique, merci pour votre ouverture d'esprit.

Je voudrais exprimer toute ma reconnaissance tout d'abord à Jean-Marc BLONDY pour l'encadrement de ma thèse. Merci pour vos commentaires tant scientifiques qu'humains qui ont su m'encourager et m'aider à avancer et aller toujours plus loin.

J'adresse mes plus vifs remerciements à Jean-Louis AUGUSTE qui a directement et indirectement encadré ma thèse. Merci pour ton aide, tes idées, tes commentaires, ton soutien. Merci pour le temps que tu m'as consacré et pour m'avoir appris le métier de « chercheur » même si mon esprit d'analyse était et restera celui d'un ingénieur !

Je souhaite aussi remercier Georges HUMBERT pour le travail réalisé ensemble et sa forte contribution notamment sur la caractérisation non linéaire des fibres et la mise en place de la méthode décrite dans le dernier chapitre de ce manuscrit. Merci également à Frédéric

GEROME pour avoir répondu à quelques questions. Je tiens à souligner également leur soutien les derniers jours de cette thèse.

Merci aussi à Sébastien ROUGIER, qui a participé à quasiment tous mes 107 fibrages (record ? pas record ?) et donc 107 soudures de tubes et barreaux de silice et qui a analysé nombre de ces fibres au MEB et/ou à l'EDAX.

Je souhaite adresser aussi des remerciements à Christine RESTOIN, pour le petit bout de chemin passé ensemble et son aide quand j'en ai eu besoin (et j'en ai eu besoin). Bon courage pour la suite. Merci également à Sébastien FEVRIER pour ses remarques spontanées et pertinentes, à Philippe ROY pour sa bonne humeur, à Sophie LEBRAUD et Nathalie BUISSON pour leur disponibilité et leur sourire.

Un grand merci aux copains d'XLIM: Benoît (dont on attend toujours le « dîner presque parfait » !), Tony (copain de potins ou de déprime ou des deux), Nico Mothe (celui sur qui on peut toujours compter notamment pour la préparation des pots de thèse), Nicolas Ducros (pour ses cours improvisés sur les effets non linéaires) et la Ligue 1: Kiki, JJ, Frizou et Papy souvent battue par la Ligue 2, faut admettre les choses telles qu'elles sont !

Bon courage pour la suite aux rescapés thésards : Denis, Benoît, Ali, Geoffroy et les autres.

Je pense également à toutes les personnes extérieures à XLIM qui m'ont encouragée tout au long de cette étape. Merci à Yann, Lou, ma mère, ma sœur et aux bons et vrais amis qui n'ont pas encore été cités et plus particulièrement à Aurélie et Goulven.

J'ai vécu une aventure de trois ans durant laquelle, grâce à tous, d'un moyen ou d'un autre et de façon plutôt atypique, j'ai développé ma culture scientifique (sortir d'une école de céramique et faire une thèse en photonique, quelle idée !), ma vie personnelle s'est épanouie (je me suis mariée et ai donné naissance à la plus merveilleuse des petites filles) et j'ai rencontré des personnalités étonnantes, captivantes et vécu une histoire pleine de rebondissements. Merci pour tous ces moments. Si j'ai pu apporter une « valeur ajoutée » à XLIM lors de ma thèse, vous avez également été une « valeur ajoutée » dans ma vie.

A mon mari et ma fille,

A ma mère,

A mon père,

Dès la fin du 19^e siècle, l'Homme exploite des outils de communication à distance, tels que le télégraphe, le téléphone ou la radio. Les fils téléphoniques et ensuite, les câbles coaxiaux ont été abondamment utilisés en tant que moyens de télécommunication (mot utilisé pour la première fois en 1904 [*Estaunié*]). Le développement de la fibre optique dans les années 1970 a révolutionné les modes de transmission d'informations, de par le fort débit qu'elles offrent et leur large champ d'application (télévision, internet, radio etc.).

Depuis le développement des sources de lumière, telles que les lampes halogènes dès 1959, les lasers en 1960 et les premiers lasers fibrés datant de 1964, de nombreuses études ont permis la généralisation de l'utilisation des fibres optiques. Bien évidemment, le domaine des télécoms en est un des premiers utilisateurs. Mais il y a également des applications de type éclairage (public ou domestique), industriel (découpe, perçage, fusion, soudure), médical (dissection, réparation oculaire), militaire (détection anti-missile, armes incapacitantes), etc.

Les premières fibres optiques ont été réalisées à partir de verres silicatés puis ce type de matériau a été rapidement abandonné au profit de la silice naturelle puis synthétique, dont l'élaboration présentait une plus grande pureté. Les fibres silice ont alors été largement développées pour des applications télécoms car elles proposaient de très faibles pertes optiques dans l'infrarouge proche (jusque 0,14 dB/km à 1550 nm). Toutes les ressources offertes par la silice ont ensuite été testées, de la structure simple aux fibres microstructurées air/silice, et l'éventail de possibilités s'est peu à peu épuisé puisque les pertes de ces fibres sont désormais équivalentes à celles du matériau. Un regain d'intérêt a ensuite été constaté, porté par d'autres matériaux qui ont alors permis la réalisation de fibres optiques performantes dans d'autres domaines que ceux exploités par les fibres silice. Les matériaux étudiés ont été des cristaux, des polymères ou des verres (verres de silice, verres exempts de silice). Néanmoins, le verre est le matériau le plus étudié pour le domaine de l'optique fibrée car il est anisotrope et très résistant aux chocs thermiques et mécaniques. Les domaines de longueurs d'onde pour lesquels la silice présentait une forte absorption (UV et IR moyen) sont alors devenus peu à peu accessibles.

Ces bandes spectrales non conventionnelles sont fortement sollicitées de nos jours pour la réalisation de détecteurs ou de contre-mesures optroniques par exemple, dont la demande

explose dans les domaines de la Défense, de la médecine (lasers chirurgicaux, détection de tumeurs) ou bien de la protection de l'environnement (détection de polluants).

Certains verres autres que la silice sont performants sur ces plages de longueurs d'onde. Mais la réalisation de fibres optiques à partir de ces matériaux (notamment les chalcogénures) peut s'avérer difficile et coûteuse. Une amélioration consisterait donc à réaliser des fibres optiques composées de verres performants aux hautes longueurs d'ondes par exemple dont la fabrication soit aussi maîtrisée que dans le cas des fibres silice standard.

Un type original de fibres optiques a été présenté en 1997 par Furniss et coll. [*Furniss*], dites « *optical fibres from disparate core/clad. glasses* ». Il s'agit de fibres optiques dont le cœur et la gaine optique sont composés de verres de nature différente. Pour franciser le nom de ces fibres, nous les avons appelé fibres optiques multimatériaux (ou FOM).

Cette géométrie originale de fibres optiques permet de nombreux avantages tant au niveau optique que thermomécanique. Le plus évident au niveau optique est la différence d'indice cœur/gaine de ces fibres qui sera plus élevée que dans le cas de fibres silice standards et pourra autoriser l'exacerbation d'effets non linéaires. Au niveau mécanique, il convient de sélectionner un matériau pour la gaine optique des FOM qui assurera la résistance de la fibre multimatériaux au cours de l'étape de fibrage lors de laquelle le composant subit une trempe thermique.

En 2007, lorsque j'ai débuté mon travail sur ce sujet, le nombre d'articles concernant les FOM était faible. Seuls Furniss avait démontré qu'il était possible de réaliser des fibres optiques à partir de matériaux différents. D'autres fibres optiques de même conception avaient pourtant été présentées mais l'originalité de la géométrie n'avait alors pas été mise en valeur. Dans la publication de Ballato et Snitzer [*Ballato*] (qui date de 1995 et est donc antérieure au travail de Furniss), la nouveauté du procédé basé sur l'utilisation de poudre de verre domine sur l'originalité d'insérer un verre silicaté à forte concentration en oxyde de terbium (54% massique) dans le cœur d'une fibre à gaine optique en silice pure. En 2006, N.K. Goel avait également présenté des fibres optiques multimatériaux [*Goel*]. Une fois de plus, c'est uniquement le procédé pour la réalisation de ses préformes qui a été mis en avant et non la géométrie originale de ses fibres. Il avait employé des verres silicatés à fort indice pour le cœur de ses fibres dans le but de concevoir des amplificateurs Raman et le choix de la silice pure pour composer la gaine optique avait été simplement justifiée par la disponibilité de tubes commerciaux de silice naturelle de longueur métrique, idéaux pour appliquer son procédé à la conception de préformes optiques par aspiration d'un verre en fusion. Ces

publications nous montre la pertinence de telles structures micrométriques pour la conception de fibres optiques originales et performantes dans les domaines linéaires et non-linéaires.

Le travail de cette thèse a donc été de relever un défi technologique correspondant au développement, à la réalisation et à la compréhension des mécanismes thermomécaniques et optiques de ce nouveau type de fibres optiques, dont le but final était la conception de guides d'ondes ou de sources adaptées à des longueurs d'ondes non conventionnelles de l'ultraviolet et de l'infrarouge moyen.

Un premier chapitre présente les avantages des fibres optiques multimatériaux après avoir établi un état de l'art sur les recherches dans le domaine de l'optique fibrée et donné les principales caractéristiques optiques des verres et des fibres.

Dans un second chapitre, nous présenterons un procédé original de fabrication de préformes optiques, basé sur l'utilisation de verres sous forme de poudre, pour la réalisation de nos FOM et de fibres optiques plus conventionnelles également. Le développement du Procédé Poudre Modifié nécessitait des compétences dans les domaines des matériaux et de la thermique que j'avais acquises lors de ma formation à l'ENSCI (Ecole Nationale Supérieure de Céramiques Industrielles, Limoges) et a concerné une grande partie de la durée de mon doctorat (bourse BDI DGA-CNRS).

Un troisième chapitre est consacré à la réalisation et la caractérisation en optique linéaire et non-linéaire des FOM à structure simple verre/silice ou microstructurées verre/air/silice réalisées durant ma thèse à XLIM à partir de différents verres silicatés.

Un quatrième et dernier chapitre présente une méthode de caractérisation interférométrique qui permet d'estimer l'indice de réfraction du cœur de fibres optiques sur une large bande spectrale. Cette technique a été utile pour caractériser certaines fibres multimatériaux réalisées à partir de compositions verrières originales.

Sommaire de la thèse

Chapitre I. Etat de l'art des fibres optiques et Généralités sur les fibres optiques multimatériaux	15
I.1. Introduction.....	15
I.2. L'optique dans le domaine des fibres optiques.....	16
I.2.1. Les différentes structures de fibres optiques	16
I.2.1.1. Les structures 1D	17
I.2.1.2. Les structures 2D	18
I.2.1.2.1. Les fibres à couches concentriques : les fibres de Bragg	18
I.2.1.2.2. Les fibres microstructurées	19
I.2.2. Les matériaux optiques	21
I.2.2.1. Les polymères et les fibres optiques plastiques.....	22
I.2.2.2. Les cristaux et les fibres optiques cristallines.....	22
I.2.2.3. Les verres.....	22
I.2.2.3.1. Définition des verres	23
I.2.2.3.2. La silice	29
I.2.2.3.3. Rapide état de l'art des fibres optiques à base de silice.....	29
I.2.2.3.4. Rapide état de l'art des fibres optiques à base de verres silicates	31
I.2.2.3.5. Rapide état de l'art des fibres optiques exempts de silice	31
I.2.2.3.6. Tableau récapitulatif des propriétés optiques des différents verre	33
I.2.3. Principales propriétés des fibres optiques	33
I.2.3.1. Caractéristiques de guidage d'une fibre optique	34
I.2.3.1.1. Caractéristiques générales	34
I.2.3.1.2. Transmission et pertes optiques des verres dans les fibres..	35
I.2.3.1.3. Caractéristiques modales	37
I.2.3.2. Caractéristiques non linéaires d'une fibre optique	41
I.2.3.2.1. Les différents types d'effets non linéaires.....	42
I.2.3.2.2. Un exemple d'application : la génération de continua	45
I.2.3.2.3. Indice de réfraction non linéaire.....	46
I.2.3.2.4. Longueur de fibre nécessaire à l'exacerbation d'effets non linéaires.....	47
I.2.3.2.5. Coefficient non linéaire d'une fibre optique.....	48
I.2.4. Un nouvel objectif : atteindre l'ultraviolet et l'infrarouge moyen	50
I.3. Les fibres optiques multimatériaux	53
I.3.1. Présentation des FOM	53
I.3.2. Complexité de réalisation	55
I.3.3. Etat de l'art des FOM.....	59
I.4. Conclusion.....	62
Chapitre II. Procédés de fabrication mis en œuvre pour la réalisation des fibres optiques multimatériaux	65
II.1. Introduction	65
II.2. Les procédés de fabrication des préformes et fibres optiques.....	66
II.2.1. La tour de fibrage.....	66
II.2.1.1. Les paramètres de fibrage	67
II.2.1.1.1. La température de fibrage	68

II.2.1.1.2. La tension d'étirage mécanique	76
II.2.2. Etat de l'art des procédés de fabrication de préformes optiques	78
II.2.2.1. Rod-in-Tube.....	78
II.2.2.2. La méthode du Double Creuset.....	78
II.2.2.3. Les méthodes de dépôts en phase vapeur.....	80
II.2.2.4. L'extrusion.....	81
II.2.2.5. Le perçage.....	81
II.2.2.6. Assemblage par Stack-and-Draw	82
II.2.2.7. Le procédé de fusion/attaque acide.....	82
II.2.2.8. La méthode Core Suction.....	83
II.2.2.9. La méthode « Inverse Dip Coating »	84
II.2.2.10. Limites des procédés conventionnels pour la réalisation de FOM	86
II.2.3. Les procédés poudre.....	87
II.2.3.1. Méthodes de fabrication de poudre de verres	88
II.2.3.2. Caractérisation des matériaux granulaires	89
II.2.3.2.1. La pureté d'une poudre	89
II.2.3.2.2. La granulométrie d'une poudre	90
II.2.3.2.3. Porosité interne des grains de poudres	91
II.2.3.2.4. La compacité d'une poudre	93
II.2.3.3. Réalisation de préformes optiques à partir de poudres de verre	94
II.2.3.3.1. Retour sur la méthode du Double Creuset.....	94
II.2.3.3.2. La méthode Powder-in-Tube.....	96
II.2.3.3.3. La méthode GFCVD	96
II.3. Le Procédé Poudre Modifié.....	98
II.3.1. Principe.....	98
II.3.2. Considérations technologiques	99
II.3.2.1. Impact de la porosité des poudres sur la validité du PPM	100
II.3.2.1.1. Ajout d'une étape de traitement thermique avant fibrage .	100
II.3.2.1.2. Etude théorique de la formation/élimination des bulles	103
II.3.2.2. Homogénéité du cœur des fibres réalisées par PPM	106
II.3.2.2.1. Homogénéité du verre dans le cœur de la fibre.....	106
II.3.2.2.2. Homogénéité de l'indice de réfraction du cœur de la fibre .	107
II.3.2.2.3. Contraintes mécaniques dans les fibres optiques réalisées par PPM.....	108
II.3.2.3. Pertes optiques induites par le PPM.....	108
II.3.3. Etude économique sur les procédés poudre et autres méthodes de fabrication usuelles.....	110
II.4. Conclusion	111
Chapitre III. Réalisation et Caractérisations linéaire et non-linéaire de fibres optiques multimatériaux	115
III.1. Introduction	115
III.2. Réalisation et caractérisation de fibres multimatériaux à structure simple	117
III.2.1. La fibre optique multimatériaux Cordiérite/Silice (FOM-C)	117
III.2.1.1. La cordiérite	117
III.2.1.1.1. Caractéristiques thermomécaniques de la cordiérite.....	117
III.2.1.1.2. Caractéristiques optiques du verre de cordiérite	118
III.2.1.1.3. La poudre de cordiérite utilisée pour la fabrication de la préforme.....	119
III.2.1.1.4. La poudre de silice utilisée pour la fabrication de la préforme	120

III.2.1.2. Réalisation de la fibre optique FOM-C.....	121
III.2.1.3. Caractérisation en optique linéaire de la FOM-C.....	122
III.2.1.3.1. Généralités	122
III.2.1.3.2. Analyse spectrale de la FOM-C	124
III.2.2. Etude de la réalisation d'une fibre optique monomode à l'aide du procédé PPM.....	126
III.2.2.1. Le verre SiO ₂ -GeO ₂ utilisé pour nos essais	127
III.2.2.2. Vitrification des préformes poudre SiO ₂ -GeO ₂	128
III.2.2.3. Réalisation des fibres optiques à cœur SiO ₂ -GeO ₂ (FOM-G1 et 2)	129
III.2.2.4. Mesure des pertes linéiques des fibres FOM-G1 et 2.....	131
III.2.3. Deux fibres optiques multimatériaux à structure simple N-SF6/Silice (FOM-P1 et 2).....	133
III.2.3.1. Le verre N-SF6 de Schott	134
III.2.3.1.1. Caractéristiques thermomécaniques du verre N-SF6	135
III.2.3.1.2. Caractéristiques optiques du verre N-SF6	135
III.2.3.1.3. Etude théorique de la dispersion chromatique de fibres N- SF6/Silice à structure simple	137
III.2.3.1.4. Etude théorique du coefficient non linéaire de FOM N- SF6/Silice à structure simple	140
III.2.3.2. Réalisation de deux FOM N-SF6/Silice à structure simple (FOM- P1 et 2)	142
III.2.3.2.1. La poudre de verre N-SF6 utilisée.....	142
III.2.3.2.2. Réalisation de la préforme par PPM	143
III.2.3.3. Caractérisation en optique linéaire des FOM-P	144
III.2.4. Quatre fibres optiques multimatériaux à structure simple SAL/Silice (FOM-S1 à 3).....	149
III.2.4.1. Le verre lanthano-aluminosilicate SAL.....	149
III.2.4.1.1. Caractéristiques thermomécaniques du verre SAL.....	149
III.2.4.1.2. Caractéristiques optiques du verre SAL	150
III.2.4.1.3. Modularité du Δn des FOM SAL/Silice	152
III.2.4.1.4. La poudre de SAL utilisée	155
III.2.4.2. Réalisation de FOM SAL/silice à structure simple	156
III.2.4.3. Caractérisation en optique linéaire des FOM-S.....	157
III.2.4.3.1. Transmission et atténuation des FOM-S.....	157
III.2.4.3.2. Dispersion chromatique de la fibre FOM-S2.....	159
III.2.4.4. Caractérisation en optique non-linéaire de la FOM-S2	160
III.3. Réalisation et caractérisation d'une fibre optique multimatériaux microstructurée.....	162
III.3.1. Réalisation de la fibre optique multimatériaux microstructurée SAL/air/silice (ou FOM-SAS)	163
III.3.2. Caractérisation linéaire de la FOM-SAS	165
III.3.3. Caractérisation non linéaire de la FOM-SAS	165
III.4. Conclusion	167
Chapitre IV. Développement d'une méthode pour l'estimation de l'indice de réfraction du cœur d'une fibre optique sur une large bande spectrale	171
IV.1. Introduction.....	171
IV.2. Détail de la théorie de la méthode	174
IV.2.1. Les mesures de l'indice de groupe d'un mode sur une large bande spectrale par interférométrie temporelle à faible cohérence	174

IV.2.2. Mesure du profil d'indice de la fibre optique	179
IV.2.3. Estimation de l'indice de réfraction du cœur d'une fibre optique sur une large bande spectrale	180
IV.3. Application de la méthode à une fibre monomode standard	180
IV.4. Estimation expérimentale de l'incertitude de la méthode	183
IV.5. Calcul de l'incertitude de la méthode.....	186
IV.5.1. Incertitude sur la longueur d'onde des mesures interférométriques	186
IV.5.2. Incertitude sur les mesures d'indice de groupe absolu	187
IV.5.3. Incertitude sur la détermination de la constante d'intégration	188
IV.6. Positionnement de la méthode vis-à-vis de l'état de l'art	188
IV.7. Utilisation de la méthode pour la caractérisation du verre SAL (cas de la FOM-S2)	190
IV.8. Exemples d'autres applications possibles de la méthode	192
IV.9. Conclusion	193

CHAPITRE I. ETAT DE L'ART DES FIBRES OPTIQUES ET GENERALITES SUR LES FIBRES OPTIQUES MULTIMATERIAUX

I.1. INTRODUCTION

Le premier paragraphe identifie les avancées technologiques et les principaux axes de recherche (lasers, continua, effets non linéaires etc.) dans le domaine des fibres optiques au cours de ces dernières décennies. L'étude porte aussi bien sur les structures des fibres que sur les matériaux les composant. Chacun de ces paramètres a une influence importante sur la performance de la fibre optique pour une application déterminée. Ce paragraphe permet de placer le contexte de notre recherche grâce à un état de l'art de la fibre optique retracé sur ces trente dernières années. Des premières équations empiriques y sont données qui permettront d'anticiper les performances des fibres avant même leur réalisation. Ce paragraphe (et surtout l'annexe) synthétise(nt) un grand nombre d'expressions théoriques relevées dans des articles scientifiques.

Un cahier des charges sommaire sera établi en fin de première partie pour mettre en avant les paramètres optiques qu'il faut prendre en compte pour la réalisation de guides d'ondes ou de sources à des longueurs d'ondes non conventionnelles, telles que l'infrarouge moyen (2-5 μm).

Le second paragraphe introduira le concept des fibres optiques multimatériaux, structure originale d'abord imaginée par Furniss et coll. [*Furniss*], mais depuis peu exploitée. Nous y expliquerons pourquoi, d'un point de vue optique, nous avons voulu faire renaître l'idée de mélanger au sein d'une même structure plusieurs matériaux optiques.

I.2. L'OPTIQUE DANS LE DOMAINE DES FIBRES OPTIQUES

De leur invention (I. Dubus Bonnel, 1836 pour la fibre de verre et surtout H.M. Hanson, le 11 avril 1951) et suite à l'ouverture de la première entreprise spécialisée dans le domaine (société *Mosaic Fabrications* dans le Massachussets, 1958), la fibre optique a connu au fil des décennies un intérêt scientifique grandissant. De nos jours, il existe un grand nombre de fibres optiques de structures diverses (saut ou gradient d'indice ou fibres optiques microstructurées) composées de différents matériaux (polymères, cristaux, verres) pour de nombreuses applications (domaine des télécommunications, de la défense du territoire, de la médecine, des capteurs etc.).

Il était donc nécessaire d'identifier dans un premier temps toutes ces catégories de fibres optiques existantes et leurs principales applications. La structure d'une fibre optique ainsi que les matériaux la composant sont les deux premiers paramètres essentiels qui régissent le champ d'utilisation de la fibre. Les performances d'une fibre peuvent être d'ailleurs estimées avant sa réalisation connaissant ces deux caractéristiques grâce à de nombreuses formules empiriques, qui seront énoncées dans la troisième partie de ce paragraphe.

I.2.1. Les différentes structures de fibres optiques

La propagation de l'onde lumineuse dans une fibre optique est d'abord régie par la structure de celle-ci. En effet, les indices effectifs des différents modes guidés varient selon la fréquence du signal, les dimensions de la fibre optique et les indices de réfraction des matériaux qui la compose, ce qui engendre inconditionnellement une variation de la dispersion du guide, des pertes linéaires etc. Il est donc important de savoir prévoir le type de structure adéquat à l'application souhaitée et d'estimer numériquement les caractéristiques optiques idéales de la fibre optique envisagée.

La notion de structure 1D, 2D ou 3D est définie par les différents axes de variation d'indices de réfraction des deux matériaux constituant le guide d'ondes, selon qu'il en existe un, deux ou trois. Les deux principales structures rencontrées dans le cas de fibres optiques sont les structures 1D et 2D. Pour chacune d'entre elles, il existe des relations vérifiées caractérisant leurs propriétés de propagation, dont quelques unes seront énoncées plus loin. Quant à la structure 3D pour l'heure, seuls des cristaux photoniques ont pu être réalisés et étudiés [Sievenpiper, Noda].

I.2.1.1. Les structures 1D

Les structures à une seule dimension sont caractérisées par la variation d'indice selon un seul axe du repère général [Oxyz]. Dans le cas de fibres optiques, il s'agit de fibres à saut ou gradient d'indice, qui sont les structures les plus simples envisagées jusqu'alors, puisque les premières réalisées.

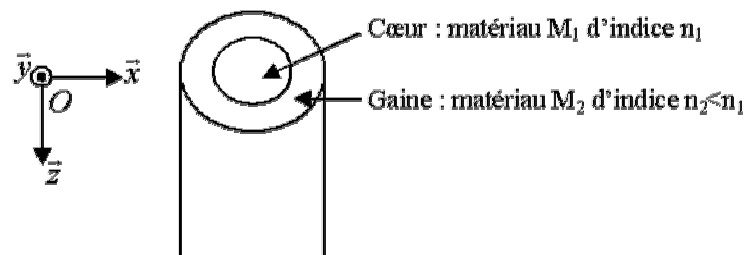


Figure 1.1 : Exemple de structure de fibres optiques de type 1D : ici, variation de l'indice de réfraction du dioptre selon l'axe \vec{x} uniquement

Dans le cas de fibres à saut d'indice, le cœur, d'indice homogène n_1 , est entouré par une gaine optique d'indice $n_2 < n_1$. Les fibres à saut d'indice guident les ondes électromagnétiques dans leur cœur par réflexion totale interne. Elles sont caractérisées par une expression simple de leur profil d'indice.

$$\left\{ \begin{array}{l} n = n_1 \quad \text{pour } 0 < r < r_1 \\ n = n_2 \quad \text{pour } r_1 < r < r_2 \end{array} \right\}$$

Dans le cas des fibres dites à gradient d'indice, le cœur ne présente pas un indice homogène et est noté $n_1(r)$. Il est également entouré d'une gaine optique cylindrique d'indice $n_2 < n_1$. Les fibres à gradient d'indice ont été spécialement conçues pour une application télécom. Elles guident la lumière par réflexion totale interne et leur profil d'indice est plus complexe que dans le cas de fibres à saut d'indice.

$$\left\{ \begin{array}{l} n = n_1 \sqrt{1 - 2 \frac{n_1 - n_2}{n_1} \left(\frac{r}{a}\right)^\alpha} \quad \text{pour } 0 < r < r_1 \\ n = n_2 \quad \text{pour } r_1 \leq r \leq r_2 \end{array} \right\}$$

α est un exposant généralement proche de 2.

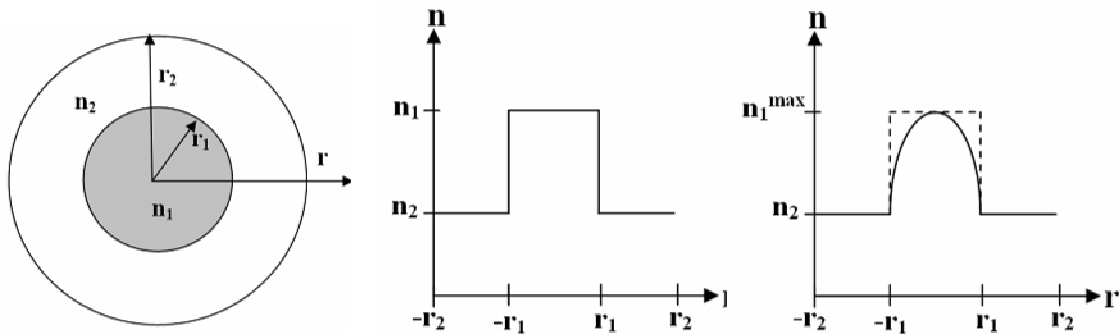


Figure 1.2 : Profils d'indice de fibres optiques à saut et gradient d'indice

I.2.1.2. Les structures 2D

Les structures à deux dimensions sont caractérisées par la variation d'indice selon deux axes du repère général [Oxyz). Dans le cas de fibres optiques, il s'agit de fibres à cristaux photoniques ou de fibres dites de Bragg.

I.2.1.2.1. Les fibres à couches concentriques : les fibres de Bragg

Un réseau de Bragg est une structure dans laquelle alterne des couches de deux matériaux diélectriques d'indices de réfraction différents, ce qui provoque une variation périodique de l'indice effectif dans le guide et engendre un couplage des modes de propagation qui interfèrent de manière constructive ou destructive. D'après la loi de Bragg, la longueur d'onde pour laquelle l'interaction est destructive est définie par la relation : $\lambda_B = 2 n_{EFF} \Lambda$, avec n_{EFF} l'indice effectif du guide et Λ le pas du réseau de Bragg. Ainsi, pour les ondes dont la longueur d'onde est égale à environ quatre fois l'épaisseur d'une couche, les réflexions se combinent par interférences constructives, et les couches agissent comme un miroir. La plage de longueurs d'onde réfléchi est appelée Bande Interdite Photonique (BIP), pour laquelle la lumière ne peut pas se propager dans la structure.

Les premiers réseaux de Bragg étaient plans, de multiples couches minces étaient déposées sur un substrat. En 1978, Yeh et coll. [Yeh] propose l'idée « d'enrouler sur eux-mêmes » ces

miroirs de Bragg pour former un guide cylindrique [Fink, Deopura]. C'est ainsi qu'a été imaginée la première fibre dite de Bragg.

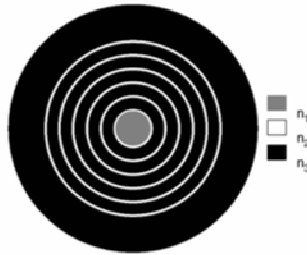


Figure 1.3: Coupe transversale et profil d'indice d'une fibre de Bragg

En analogie avec les guides planaires, la position de la BIP est régie par les valeurs des trois indices, des épaisseurs des couches et du rayon du cœur. Ces fibres de Bragg sont conçues notamment pour des applications de guidage dans des domaines de longueurs d'ondes encore peu exploités (infrarouge moyen ou ultraviolet dans le cas de dépôt de couches très fines – de l'ordre de la dizaine de nanomètres - de diélectriques à faibles 'band-gap' dans le cœur creux de la fibre de Bragg).

I.2.1.2.2. Les fibres microstructurées

Les plus courantes sont des fibres optiques constituées d'un cœur creux ou plein et d'une gaine air/silice. Elles sont communément appelées FMAS pour Fibres Microstructurées Air Silice (ou PCF en anglais pour Photonic Crystal Fibers). En 1996, Knight et coll. [Birks, Knight] ont réalisé la première FMAS, ce qui a constitué une avancée technologique importante.

Les fibres microstructurées sont caractérisées par le diamètre d des trous d'air et la distance Λ (pitch) entre deux centres de trous d'air (voir figure 1.4). Elles se composent d'un réseau de mailles élémentaires agencées de façon périodique. Chaque maille élémentaire est en général de forme triangulaire ou hexagonale.

Les fibres microstructurées à cœur plein

La figure 1.4 compare les structures d'une FMAS à cœur plein et d'une fibre à saut d'indice. La présence d'un défaut dans ce réseau (omission d'un trou d'air par exemple) entraîne un confinement de la lumière qui peut alors être transmise le long de la fibre. Les ondes sont alors guidées par réflexion totale interne dans le cœur plein. La présence de la

gaine air/silice permet notamment d'augmenter le contraste d'indice entre le cœur et la gaine (Δn).

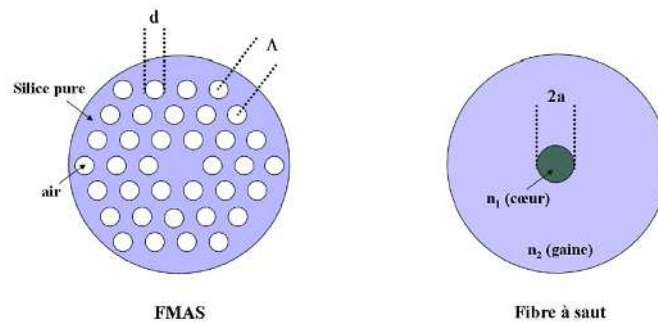


Figure 1.4: Comparaison des structures d'une FMAS à cœur plein et d'une fibre à saut d'indice (Illustration issue de [Jamier]).

Les fibres microstructurées à cœur creux

Les fibres microstructurées peuvent également présenter un indice de cœur inférieur à celui de la gaine. Il s'agit de FMAS à cœur creux : le cœur est constitué d'air d'indice [Edlèn] :

$$n_{air} = 1 + 10^{-4} \left[A + \frac{B}{C - \lambda^{-2}} + \frac{D}{E - \lambda^{-2}} \right]$$

Avec $A = 0.834213$, $B = 240.603$, $C = 130$, $D = 1.5997$ et $E = 38.9$.

L'air présente des effets non linéaires presque nuls et une excellente transmission optique dans le proche UV, le visible et le proche IR.

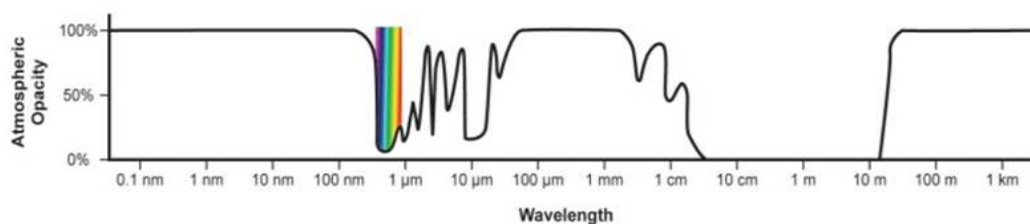


Figure 1.5 : Spectre d'absorption de l'air

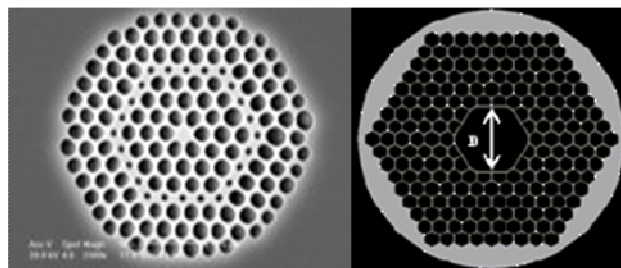


Figure 1.6: Exemples de fibres microstructurées à cœur plein (gauche) et à cœur creux (droite) réalisées au laboratoire XLIM de Limoges

Les FMAS à cœur creux transmettent la lumière par guidage par Bande Interdite Photonique. Elles sont principalement utilisées pour le transport de faisceaux de forte puissance, pour lesquels aucun effet non linéaire ne doit se produire au cours du guidage. Elles permettent aussi de guider la lumière dans des gaz ou des liquides qui sont des matériaux optiques de plus en plus étudiés pour le développement de nouvelles applications des fibres optiques dans le domaine des détections par exemple.

Les fibres microstructurées toutes solides

Feng et coll. [*Feng_01*] présentent en 2003 la première fibre microstructurée toute solide. Dans ce cas de figure, les plots d'air ont été remplacés par un second verre d'indice de réfraction plus faible et de nature thermomécanique proche du matériau utilisé pour le coeur. Les pertes optiques de la fibre ont été mesurées à 5 dB/m à 1550 nm. Ce type de fibre présente une grande différence d'indice entre les deux verres ce qui lui permet de viser des applications non linéaires.

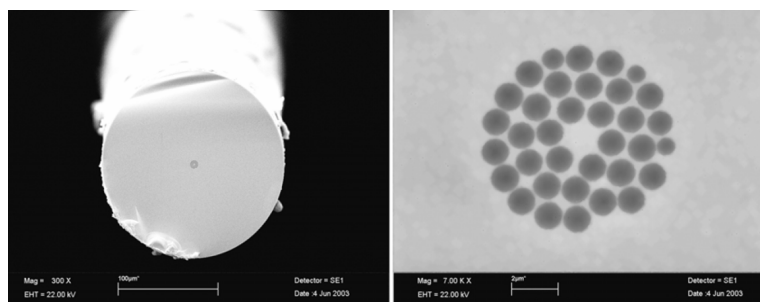


Figure 1.7 : Photographies au Microscope Electronique à Balayage de la fibre optique microstructurée toute solide présentée par Feng en 2003

I.2.2. Les matériaux optiques

Les propriétés des fibres optiques sont donc régies par leur géométrie mais également par les matériaux qui les constituent. C'est dans ce cadre que de nos jours et depuis quelques années, la science des matériaux prend une place de plus en plus importante dans l'optique.

Les propriétés optiques des matériaux utilisés peuvent parfois définir à eux seuls l'application de la fibre optique : effets non linéaires pour la génération de continua, luminescence spontanée pour la conception de laser, faibles pertes de transmission pour le transport de données etc.

La fabrication des fibres optiques actuelles fait appel à différentes familles de matériaux que sont les polymères, les cristaux ou les verres.

I.2.2.1. Les polymères et les fibres optiques plastiques

Le polymère généralement utilisé dans la réalisation de fibres plastiques est le PMMA (polyméthylmétacrylate) de formule $(\text{CH}_2\text{-C}(\text{CH}_3)(\text{COOCH}_3))_n$. Il s'agit d'un thermoplastique amorphe et transparent. Il présente une bonne flexibilité mais a en revanche une résistance médiocre aux contraintes mécaniques [Lalande]. Les fibres plastiques sont peu coûteuses et très flexibles. Néanmoins, leurs pertes aux courbures peut être importante [Yamaguchi]. Elles ne sont donc utilisées que pour des applications locales (éclairage froid, réseaux informatiques, connexions internet Home-to-Home FTTH etc).

I.2.2.2. Les cristaux et les fibres optiques cristallines

Les fibres cristallines, par exemple les fibres saphir (alumine Al_2O_3), sont conçues soit par voie dite de germination - croissance (méthode Czochralski) [Orrera], soit par la technique de micro-pulling-down [Sangla]. La seconde technique est mieux adaptée à la conception de fibres optiques cristallines monomodes car la première ne permet pas de former des cristaux de dimensions inférieures à 50 μm . Les fibres cristallines peuvent être utilisées pour la conception de lasers forte puissance [Sangla], en tant que capteurs [Seat] ou amplificateurs. Toutefois, elles sont très fragiles et coûteuses car quelque soit le mode opératoire utilisé, la cinétique de formation de cristaux est très lente.

Des études sont en cours sur le développement et la fabrication de fibres cristallines à cœur en silicium et gaine silice par exemple [Scott], ce qui limiterait la fragilité de ce type de fibre cristalline à gaine amorphe. Mais leurs pertes optiques sont très élevées et ne peuvent pas être mesurées puisque seuls des tronçons centimétriques permettent un guidage de la lumière.

I.2.2.3. Les verres

Le verre est un matériau isotrope (caractéristiques invariantes selon la direction), transparent sur un large spectre de longueurs d'onde, chimiquement stable dans le temps et très résistant aux chocs thermiques [Scholze, Zarzycki]. Il peut être utilisé dans des conditions extrêmes (immersion totale dans un liquide, hautes températures...). Le verre apparaît donc être le matériau le mieux adapté pour concevoir des fibres optiques performantes, plus résistantes et moins coûteuses que les fibres cristallines.

I.2.2.3.1. Définition des verres

L'état amorphe, appelé également état vitreux, peut être défini comme étant un liquide figé métastable ou un solide amorphe désordonné. En effet, un verre est un composé dont les atomes ne respectent pas un ordre à moyenne ou grande distance, à la différence de l'état cristallin. La structure d'un verre est ordonnée à courte distance (dizaine d'angströms) et manque d'ordre au-delà, tels les liquides, à cause de leur viscosité très élevée. Mais à la différence des liquides, le verre est de consistance solide.

La fabrication et l'utilisation des verres pour diverses applications nécessitent la compréhension de quelques paramètres essentiels que sont :

- sa composition chimique
- sa courbe température/temps/viscosité
- son passé thermique

Composition d'un verre

Le verre est composé de différents éléments, appelés formateurs ou modificateurs de réseau. Tous ces éléments forment le *mélange vitrifiable*.

Les *formateurs* sont des oxydes ou non oxydes qui peuvent à eux seuls former un verre. Les principaux formateurs sont la silice SiO_2 , les oxydes de bore B_2O_3 , de germanium GeO_2 , d'arsenic As_2O_3 etc. Les éléments à la base des cations de ces oxydes appartiennent à la famille des métalloïdes de forte valence (voir le tableau de Mendeleïev figure 1.8). Toutefois, des éléments métalliques ou non métalliques de forte valence peuvent également créer des réseaux amorphes, tels que le phosphore P (oxyde P_2O_5) ou le carbone C (carbone amorphe par exemple). Ces éléments forment entre eux des liaisons dites iono-covalentes (mi-ionique, mi covalente). Les atomes d'oxygènes sont alors appelés oxygènes pontants (atome d'oxygène lié à deux éléments formateurs à la fois).

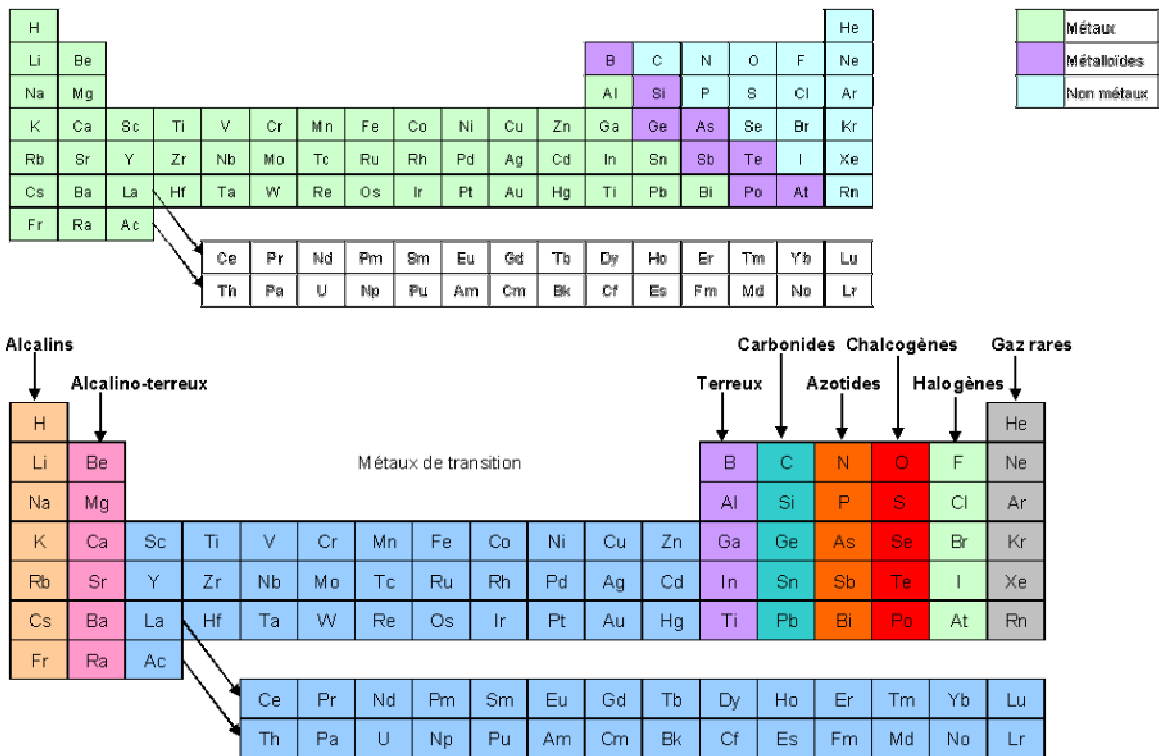


Figure 1.8: Tableau périodique sur lequel figurent les principales familles d'éléments

Les *modificateurs de réseau* d'un verre sont des composés ajoutés à la composition du verre, en quantités maîtrisées, dont l'action est principalement d'abaisser le point de fusion et donc la viscosité d'un verre. Ces éléments sont également appelés composés fondants (Na_2O , K_2O par exemple). Il s'agit principalement d'alcalins, alcalino-terreux, certains éléments de transition ou de certaines terres rares. Les modificateurs forment des liaisons ioniques dans le réseau. Ainsi, les atomes d'oxygène sont dits non-pontants, puisque chaque atome d'oxygène n'est plus lié qu'à un seul élément modificateur. Les liaisons sont donc plus fragiles, d'où une diminution de la température de fusion du verre.

Les éléments appelés *intermédiaires* agissent comme des formateurs ou bien comme des modificateurs de réseau selon la quantité introduite dans le mélange vitrifiable (exemple : l'alumine Al_2O_3).

La viscosité d'un verre

Le verre présente une forte viscosité jusqu'aux températures élevées qui empêche l'arrangement ordonné des atomes et la formation de la structure cristalline.

Les verres présentent de nombreux points caractéristiques qui définissent leur état et sont représentés par des valeurs de viscosité particulières.

Tableau 1.1: Désignation des différents points caractéristiques d'un verre (1 Pa.s = 10 dPa.s ou 10 Poises)

Désignation	Equivalent anglo-saxon	Log η (Pa.s)
Température de fusion	Melting point	1
Température de travail	Working point	3
Température d'enfoncement	Sink point	3,2
Température d'écoulement	Flow point	4
Température de ramollissement	Softening point (Littleton's point)	6,6
Température de ramollissement dilatométrique	Dilatometric point	10,3
Température de recuisson	Annealing point	12
Température de transition vitreuse T_G	Transition point	12 à 12,6
Température de tension (ou de contrainte)	Strain point	13,5

Les températures usuelles de fibrage sont celles pour lesquelles le verre a atteint sa température de ramollissement.

La loi de Vogel-Fulcher-Tammann (dite loi VFT) donne la relation de la viscosité d'un verre par rapport à la température appliquée au système :

$$\log(\eta) = A + \frac{B}{T - T_0}$$

Avec A , B et T_0 constantes propres à chaque verre. T_0 (°C) correspond souvent à la température idéale de transition vitreuse. Sinon il s'agit d'une donnée propre à chaque verre étudié. La viscosité η s'exprime ici en pascal seconde (Pa.s).

Dans le cas de la silice, Brückner a établi en 1970 la relation suivante [Scholze]:

$$\log(\eta) = -2,49 + \frac{15004}{T - 253}$$

Il existe deux types de verres selon la forme de leur courbe viscosité-température : les verres dits courts et ceux dits longs. Dans le cas de verres courts, la pente de la courbe $\eta=f(T)$ est forte et une très légère variation de température peut entraîner une augmentation brutale de

la viscosité du verre. Les verres courts ont en général un faible T_G du à cette forte pente (verres de type chalcogénures par exemple). La silice est quant à elle un verre long, sa zone de formage est plus longue en terme de temps de refroidissement.

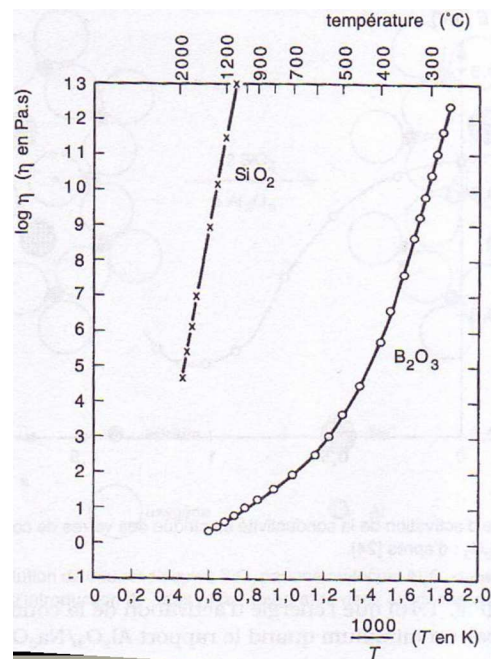


Figure 1.9 : Illustration de courbes viscosité-température de verres court (B_2O_3) et long (SiO_2)

Le passé thermique d'un verre et son comportement thermomécanique

Le verre est rigide et fragile à la fois : la rigidité est garantie par les fortes liaisons à courte distance ; la fragilité est la conséquence de l'accumulation de contraintes qui ne peuvent pas disparaître (dislocations ou défauts comme pour les matériaux cristallins). La rupture intervient brusquement sans déformation plastique, au-delà de la limite élastique. Le passé thermique d'un verre influence beaucoup ce comportement thermomécanique après formage.

Lors de la fabrication d'un verre, le mélange vitrifiable une fois homogénéisé est refroidi et solidifié très rapidement : cette dernière étape est appelée trempe. Si la vitesse de refroidissement est élevée, alors la « peau » du bloc de verre refroidit plus rapidement que le « cœur » du système. Dans ce cas de figure, la trempe crée de fortes contraintes mécaniques qui peuvent être éliminées à l'aide d'un recuit dont la durée et la température seront adaptées au type de verre et à l'application visée.

- La température de recuit se situe légèrement au dessus de la température de transition vitreuse du verre (plus généralement dans l'intervalle de 10^{13} à $10^{14,5}$ poises). A cette

température, les molécules deviennent mobiles, les défauts se déplacent vers la surface du verre mais le verre ne se déforme pas.

- La durée de recuit est de quelques heures (hors montée et descente en température). Toutefois, dans le cas de blocs de petite dimension, le recuit ne peut durer que quelques dizaines de minutes. Par contre, cette étape ne doit pas être trop prolongée au risque de développer la phase cristalline du verre.

Le comportement thermomécanique d'un verre est caractérisé par deux principaux paramètres : le coefficient de dilatation α et le module d'Young E.

- Le coefficient de dilatation thermique

Le coefficient de dilatation thermique exprime la variation du volume total occupé par le verre sous l'action d'échauffement ou de refroidissement du milieu à pression constante dans lequel se trouve le verre. Il est exprimé en K^{-1} ou $^{\circ}C^{-1}$.

$$\alpha_v = \left(\frac{\partial V}{\partial T} \right)_{P_{cst}}$$

Dans le cas de matériaux isotropes tels que les verres, la définition du coefficient de dilatation devient $\alpha_L = \frac{1}{L_0} \left(\frac{\Delta L}{\Delta T} \right)$ avec $\Delta L = L - L_0$, L étant la longueur à la température T et L_0 la longueur initiale de l'échantillon.

La silice pure présente un coefficient de dilatation très faible ($0,5 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ soit une déformation de la longueur de l'échantillon de $0,5 \mu m$ par degré de température). Les verres de silice ont en général un coefficient de l'ordre de quelques centaines de $10^{-6} K^{-1}$. Toutefois, il existe des verres à coefficient α quasi nul [Zérodur]. Certains polymères présentent un coefficient de dilatation thermique négatif (rétraction).



Figure 1.10 : Impact de la dilatation thermique sur les rails de chemin de fer ($\Delta L = 4 \text{ mm}$ pour $\Delta T = 30 \text{ }^{\circ}C$)

Il existe une loi des mélanges, développée par A.A. Appen [Appen], qui permet d'estimer le coefficient de dilatation d'un verre à température ambiante selon sa composition chimique :

$$\alpha = \sum_i^i (x_i^{mol} \cdot A(i, x_i^{mol}))$$

Avec x_i^{mol} la proportion molaire de chaque constituant i et $A(i, x_i^{mol})$ un coefficient de dilatation partiel propre à chaque constituant i . Des oxydes tels que l'alumine, la zircone ou les oxydes de sélénium, césium, yttrium et indium présentent un coefficient A négatif ; ils permettent donc d'abaisser le coefficient de dilatation d'un verre.

La détermination du coefficient de dilatation est très importante dans la conception d'échantillons composés de verres différents. En effet, des contraintes thermiques se forment à l'interface des deux verres lorsqu'une variation de température est appliquée au système. Trois cas de figure se présentent alors (Figure 1.11):

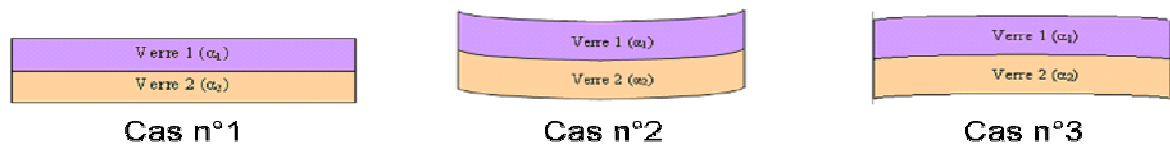


Figure 1.11: Trois cas d'effets des contraintes thermiques sur une interface entre deux verres de coefficients de dilatation égaux (cas n°1) ou différents (cas n°2 et 3)

Dans le cas n°2, $\alpha_1 > \alpha_2$ et le verre 1 est dit en tension par rapport au verre 2.

Dans le cas n°3, $\alpha_1 < \alpha_2$ et le verre 1 est dit en compression par rapport au verre 2.

La silice pure présente une forte résistance à la compression mais une faible résistance à la tension. Si la silice est le verre indexé 2, il est alors préférable qu'elle soit mise en forme comme dans le cas n°2, c'est-à-dire en compression.

- Le module d'Young d'un verre

Le module d'Young est la contrainte mécanique qui engendrerait un allongement de la longueur initiale d'un matériau de 100%, si cette contrainte pouvait être appliquée. En réalité, le matériau se déforme ou se rompt bien avant que cette valeur soit atteinte.

Le module d'Young est notamment défini par la loi de Hooke : $\sigma = E\varepsilon$, avec ε la déformation engendrée par la contrainte σ . Le module d'Young est exprimé en Pascal (en général, MPa ou GPa).

Un matériau dont le module de Young est très élevé est dit rigide. Plus un matériau est rigide, plus il pourra supporter de fortes contraintes en ne compensant que par de faibles déformations. Une loi des mélanges permet de déterminer le module d'Young d'un verre E en fonction des modules d'Young des n oxydes E_i .

$$E = \sum_{i=1}^n x_i^{vol} E_i$$

Avec x_i^{vol} la proportion volumique de chaque constituant i du verre.

Ce paramètre est notamment important pour estimer les contraintes mécaniques dans une fibre optique, ce qui sera explicité plus loin.

Les fibres optiques les plus communes sont constituées de verres pour de nombreuses applications telles que les télécommunications, les détecteurs, les lasers et bien d'autres. Il existe deux grandes familles de verres optiques : la silice et verres à base de silice et les verres exempts de silice.

I.2.2.3.2. La silice

La silice ou dioxyde de silicium, de formule chimique SiO_2 , est un des principaux oxydes formateurs de structures vitreuses. La silice minérale est très abondante dans la nature sous forme de quartz principalement. Elle représente près de 61% de la masse de la croûte terrestre. C'est donc un matériau très répandu et bon marché.

La silice présente une excellente transparence dans le visible et l'infrarouge proche. C'est pourquoi elle a été utilisée dans le début de l'ère des télécoms pour la réalisation de fibres optiques à faibles pertes optiques.

I.2.2.3.3. Rapide état de l'art des fibres optiques à base de silice

Les fibres optiques à base de silice sont les plus répandues à l'heure actuelle. La silice pure est classiquement utilisée dans les télécoms compte tenu de ses faibles pertes optiques dans l'infrarouge proche. C'est ainsi que les fibres silice monomodes (SMF) ont été installées de par le monde pour la transmission de données sur de longues distances (plusieurs millions de kilomètres) [Corning].

Tableau 1.2: Evolution de l'efficacité des fibres silice standards de 1970 à nos jours

Année	Pertes (dB/km)	Longueur d'onde (nm)
1970	20	
1974	2 – 3	1060
1976	0,47	1200
1979	0,2	1550
1986	0,154	1550
2002	0,1484	1570

En 1996, Knight et coll. révolutionnent les fibres silice en présentant les fibres microstructurées air/silice (PCF [Knight]), dont les performances sont désormais reconnues pour la transmission de signaux forte puissance et la conception de fibres fortement non linéaires et/ou lasers entre autres.

La silice pure peut également être dopée à l'aide d'ions terre rare ou de métaux de transition pour l'amplification de signaux. C'est le cas par exemple des fibres silice dopée erbium (EDFA [Desurvire]) ou néodyme pour l'amplification de signaux à 1550 nm ou 1350 nm respectivement.

Le dopage de la silice aux métaux de transition permet quand à lui la réalisation de fibres optiques amplificatrices à fort gain et large bande pour des applications en WDM (Wavelength Division Multiplexing) dans la gamme de longueurs d'onde télécoms (1.55 μm). La silice dopée présente un gain et une bande d'émission optiques assez faible. Les terres rares traditionnelles (ions erbium, ytterbium, europium...) produisent rarement des émissions de bande plus large que 100 nm [Peng], et ce quelque soit le verre hôte (silice pure, silicate, non silicate). Par contre, les métaux de transition permettent de générer des émissions à plus large bande : ions Cr^{4+} et Ni^{2+} (> 200 nm) [Peng] ou ions bismuth (100 à 600 nm selon la composition du verre hôte) [Fujimoto, Murata, Ren].

La silice pure est transparente sur un spectre assez large (UV proche à infrarouge proche) mais elle présente une absorption de la lumière non négligeable en dessous de 400 nm et au dessus de 2 μm . La plupart des verres à base de silice auront également cet inconvénient.

I.2.2.3.4. Rapide état de l'art des fibres optiques à base de verres silicates

Les silicates, verres à base de silice, ont été largement utilisés pour la réalisation de fibres optiques, puis abandonnés au profit de la silice pure (lors de l'époque où minimiser les pertes optiques des fibres monomodes silice était l'objectif principal de la recherche dans le domaine), et un certain intérêt réapparaît depuis quelques années pour ces verres. En effet, la réalisation de fibres non linéaires nécessite l'utilisation de verres à plus fort indice de réfraction que la silice. Mais certains de ces verres présentent des pertes du matériau de l'ordre du dB/m (cas du verre N-SF6 de Schott par exemple [Kumar]). Ces valeurs ne sont pourtant pas un paramètre limitant puisque contrairement au domaine des télécoms, seuls des tronçons métriques à décamétriques sont utilisés qui suffisent à l'exacerbation efficace d'effets non linéaire.

Les verres borosilicatés présentent une température de fibrage plus faible que la silice (aux alentours de 800°C au lieu de 1800°C) et une forte résistance mécanique. D'un point de vue optique, de nombreux borosilicates présentent une biréfringence accrue en cas de non symétrie de la structure (biréfringence sous contrainte mécanique ou thermique) [Varnham]. Les verres borosilicatés ont un indice de réfraction supérieur à celui de la silice pure (1.473 contre 1.458 à 587.6 nm) ce qui permet également d'obtenir des fibres à trous à Δn plus élevé que dans le cas de fibres microstructurées air/silice standards [Carvalho].

Les verres à forts indices de réfraction sont de plus en plus utilisés dans la réalisation de fibres optiques à fort potentiel non-linéaire dans le but de concevoir des sources fibrées par exemple. C'est le cas des verres de type SF ou LASF de Schott (verres au plomb ou lanthane) ou bien des verres bismuthés. Ces deux types de verre présentent des indices de réfraction de l'ordre de 1,6 jusque 2,4 pour certains. Leur spectre de transmission est semblable à celui de la silice pure ce qui représente un inconvénient face aux verres non siliceux, notamment pour la plage de longueurs d'onde au-delà de 2 μm .

I.2.2.3.5. Rapide état de l'art des fibres optiques exempts de silice

Les verres exempts de silice possèdent généralement des propriétés optiques supérieures à celles des verres à base de silice : indices de réfraction élevés, forts coefficients non-linéaires et transparence sur un spectre bien plus large (figure 1.12).

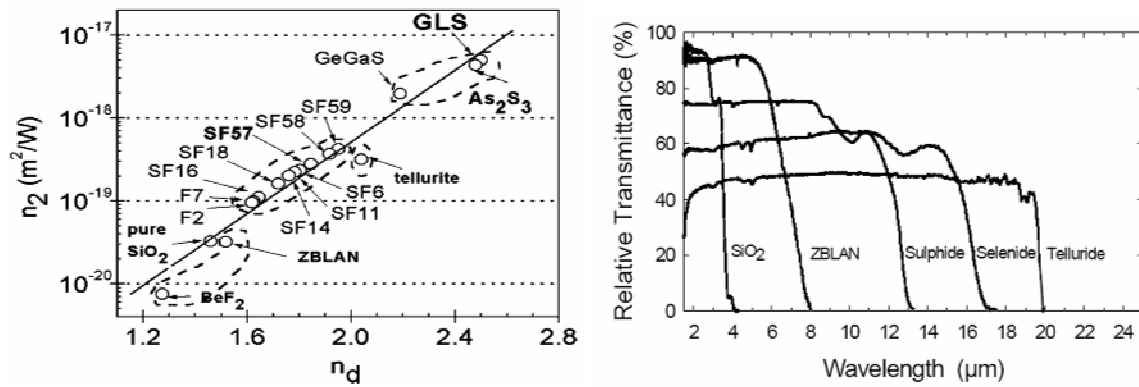


Figure 1.12: Indices non linéaires et spectre de transmission de certains verres (épaisseur 2-3 mm)

Quatre principales familles de verre non siliceux ont été développées dans le cadre de la fabrication des fibres optiques.

- Les verres phosphatés, en général co-dopés Erbium/Ytterbium, permettent soit la réalisation de fibres amplificatrices à fort gain (12% massique de dopants et gain supérieur à 15 dB [Peyghambarian, Lafond, Jiang]), soit la conception de fibres lasers [Martin]. Toutefois, certaines de ces fibres présentent des pertes de transmission de quelques centaines de dB/m [Jiang].
- Les verres fluorés, principalement de base fluor/alumine ou fluor/zircone (verre ZBLAN de formule $ZrF_4-BaF_2-LaF_3-AlF_3-NaF$ [Saad]), présentent une transparence sur un spectre très étendu et peuvent également être fortement dopés par des ions terre rare (jusque 50.000 ppm [Saad]) pour la conception d'amplificateurs ou de lasers dits à up-conversion [RP]. Les fibres fluorées sont utilisées dans des domaines variés : capteurs, spectroscopie IR, imagerie... Toutefois, ces verres sont extrêmement fragiles et chers.
- Les verres chalcogénés, à base de soufre, sélénium ou tellure (famille des chalcogènes ou sulfurides), sont caractérisés par des indices de réfraction élevés, une transparence du visible à l'infrarouge lointain (jusque 20 μm pour certains), des effets non linéaires importants et une atténuation linéique très faible sur le spectre de propagation [Aggarwal, Savage]. Les fibres chalcogénées sont conçues à de faibles températures d'étirage (de 100 à 400°C environ). De par leur large spectre recouvrant les longueurs d'onde de vibration de presque tous les composés existants, ces fibres sont utilisées par exemple pour des analyses spectrales permettant notamment de détecter la présence d'un composé dans une solution [Hocde]. Leur utilisation est néanmoins limitée par leur coût et leur difficulté de mise en œuvre, surtout dans le cas de PCF [Brilland_01,

Brilland_02] mais de plus en plus d'études permettent de surmonter ces difficultés et de promouvoir leur utilisation dans l'infrarouge moyen.

- Les verres à base de germanium permettent de concevoir des fibres résistantes et très flexibles, à faibles pertes linéiques, pouvant supporter de fortes puissances ($> 10^5$ W/cm²) pour des applications dans le médical par exemple (chirurgie laser) [McPherson].

D'autres formateurs de verre peuvent être utilisés : le bore B (volatile), l'arsenic As (toxique), le vanadium V (V₂O₅ classé très dangereux pour la santé et l'environnement), etc.

I.2.2.3.6. Tableau récapitulatif des propriétés optiques des différents verre

Tableau 1.3 : Tableau comparatif des propriétés optiques des différents verres utilisés pour la réalisation de fibres optiques

	Silice	Silicates de plomb	Silicates de Bismuth	Verres fluorés	Verres phosphatés	Verres chalcogènes	Verres telluriques
Indice de réfraction à 1,55 μm	1,44	1,75 → 2,46	1,87 → 2,6	1,45 → 1,7	1,45 → 1,6	2 → 3,2	1,8 → 2,3
Domaine spectral (μm)	0,2 → 2,5	0,4 → 3	0,45 → 5	0,25 → 8	0,25 → 3	0,7 → 16	0,35 → 6
Atténuation de fibres (dB/m)	0,0002 (1,5 μm)	2 (1,2 μm)	0,7 (1,3 μm)	0,1	2	0,03 (2,55 μm)	0,035 (1,23 μm)

I.2.3. Principales propriétés des fibres optiques

De nombreuses études ont permis de déterminer des expressions empiriques caractérisant les performances des fibres optiques en fonction de leur structure et des matériaux la composant. Il s'agit principalement des paramètres liés au guidage des fibres optiques, mais également aux effets non linéaires pouvant être générés et aux pertes optiques liées au fonctionnement de la fibre.

Un formulaire est annexé au manuscrit, pour mémoire, décrivant un plus grand nombre de paramètres optiques (voir l'annexe).

I.2.3.1. Caractéristiques de guidage d'une fibre optique

Le guidage de la lumière est principalement régi par le design et le comportement des modes guidés dans la fibre optique.

I.2.3.1.1. Caractéristiques générales

La dispersion de l'*indice de réfraction* d'un verre (comme pour toute famille de matériau optique) est généralement formulée de la façon suivante :

$$n^2 = 1 + \frac{A\lambda^2}{\lambda^2 - B^2} + \frac{C\lambda^2}{\lambda^2 - D^2} + \frac{E\lambda^2}{\lambda^2 - F^2}$$

Il s'agit d'une formule de Sellmeier, qui traduit de façon très approchée l'indice d'un verre sur une large plage de longueurs d'onde allant de l'UV proche à l'IR proche et parfois moyen.

La *différence d'indice* d'une fibre optique, notée en général Δn , traduit l'écart entre les indices de réfraction du cœur (indice n_1) et de la gaine (indice n_2) d'une fibre optique.

$$\Delta n = n_1 - n_2$$

L'*ouverture numérique ON* d'une fibre optique correspond au sinus de l'angle θ_1 , demi angle au sommet du cône d'acceptance. En sortie de fibre, les rayons lumineux guidés par la fibre optique dessinent un cône de demi-angle au sommet θ_1 , identique au cône d'acceptance.

$$ON = \sin(\theta_1) \text{ ou } ON = \sqrt{n_1^2 - n_2^2}$$

Plus la valeur de cette ouverture numérique sera grande, plus le nombre de rayons lumineux qui pourront être guidés dans la fibre optique sera élevé, le cône lumineux en sortie étant alors élargi. L'ouverture numérique est également un bon indicateur de compatibilité à la soudure avec des fibres silice standards. Plus l'ON sera élevée, plus la soudure sera facile et fiable.

La valeur du Δn influence bon nombre de caractéristiques optiques des fibres : le confinement du champ dans le cœur de la fibre, le coefficient non-linéaire de la fibre, la dispersion chromatique, la longueur d'onde de coupure, la longueur d'onde de dispersion nulle etc. Notons que les Δn sont généralement plus élevés dans le cas de fibres microstructurées air/verre que dans le cas de fibres optiques à structure simple verre/verre (parfois d'un ordre de grandeur).

I.2.3.1.2. Transmission et pertes optiques des verres dans les fibres

Un rayon lumineux guidé dans un verre perd de sa puissance selon une loi exponentielle, à cause de deux phénomènes physiques : l'absorption et la diffusion.

Absorption dans les verres

L'absorption optique des verres (ou autres composés) est due à l'interaction entre la fréquence de l'onde incidente et celle caractéristique des liaisons chimiques ou transition électronique interne au verre.

Par exemple, la longueur d'onde caractéristique d'absorption des hydroxyles OH est 2.73 μm . Il y a également un phénomène d'absorption aux longueurs d'onde 1.38 et 0.93 μm qui sont respectivement la première et seconde harmonique du phénomène de vibration des groupements hydroxyles.

Dans l'ultraviolet, l'absorption est due aux transitions électroniques internes au verre.

Dans l'infrarouge, l'absorption est due aux vibrations moléculaires internes au verre et à l'interaction photon-atome. Par exemple, dans le cas de verres à base de silice notamment, de nombreux pics d'absorption apparaissent sur la plage de longueurs d'ondes allant de 2 à 25 μm . Pour des verres dont les formateurs sont des cations plus lourds, la zone d'absorption est décalée vers les longueurs d'ondes plus élevées (cas des verres fluorés ou chalcogénés).

Diffusion de Rayleigh

La diffusion de Rayleigh provient de l'interaction entre l'onde incidente et la matière. L'onde est alors diffusée dans le matériau isotrope. Ce phénomène intervient principalement dans les milieux amorphes, à cause du désordre de la structure qui entraîne des variations de la densité du matériau sur de courtes distances. Elle est définie par la relation :

$$\alpha_{DR} = \frac{(A + B \cdot \Delta n)}{\lambda^4}$$

La diffusion Rayleigh est exprimée en dB/km ou dB/m.

A et B sont des constantes intrinsèques au matériau ou au dioptre.

Les pertes par diffusion seront donc minimisées si l'utilisation optique du matériau se fait aux longueurs d'ondes plus élevées, telles que dans l'infrarouge. Sinon, il faut déterminer un matériau optique dont les constantes A et B soient propices à la diminution des pertes dues à

cette diffusion. Dans le cas d'analyse macroscopique ou microscopique des matériaux par rétrodiffusion, il sera au contraire recherché des matériaux optiques à forte puissance diffusée.

Pertes internes à la fibre optique

Le couplage de modes est une des premières causes d'atténuation dans une fibre optique. Les fibres monomodes sont donc d'excellents outils pour la transmission de données sur de très longues distances. Toutefois, aux environs de la longueur d'onde de coupure λ_C , un pic peut apparaître sur le spectre d'atténuation des fibres monomodes. En effet, pour une longueur d'onde juste inférieure à λ_C , le mode LP_{11} est guidé dans le matériau mais est fortement atténué. Ce phénomène affecte alors les pertes optiques totales de la fibre.

De plus, aux longueurs d'ondes élevées, en plus du phénomène d'absorption intrinsèque au matériau, le mode LP_{01} s'étale dans la gaine optique de la fibre monomode, entraînant une atténuation assez importante. Ces pertes sont regroupées en une catégorie, nommées pertes de confinement. Elles sont définies pour chaque mode guidé dans la fibre optique d'indice effectif n_{EFF} par la relation suivante :

$$\alpha(\lambda) = \frac{40\pi \operatorname{Im}\langle n_{EFF} \rangle}{\lambda \ln(10)}$$

$\operatorname{Im}\langle n_{EFF} \rangle$ correspond à la partie imaginaire de l'indice effectif du mode considéré.

Les pertes de confinement α sont exprimées en dB/km (ou dB/m).

Pertes optiques causées par des contraintes externes appliquées à la fibre optique

Les fibres optiques sont des composants d'applications diverses utilisés dans des conditions parfois extrêmes : profondeur des océans, températures élevées, courbures etc. Leur force réside dans le fait que l'évolution de la recherche a permis d'adapter les fibres optiques à ces contraintes et d'assurer leur efficacité là où d'autres composants deviennent inutilisables.

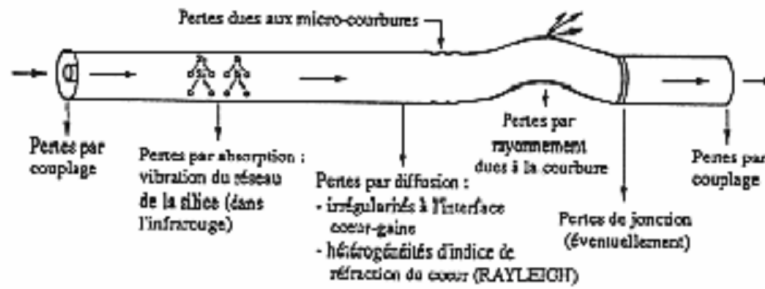


Figure 1.13: Diverses causes de pertes dans les fibres optiques

La figure 1.13 présente les différentes contraintes mécaniques et technologiques qui peuvent affecter les pertes des fibres optiques. Les plus courantes sont les pertes aux courbures. En pratique, l'effet des courbures est négligeable si le rayon de courbure de la fibre optique est localement faible comparé au rayon de courbure appelé critique. Diverses équations sont données dans l'annexe pour l'estimation de ces pertes.

Les pertes aux courbures peuvent être diminuées par l'augmentation du Δn de la fibre et/ou un petit diamètre de cœur. Mais les pertes aux courbures peuvent également être augmentées selon le matériau composant le cœur de la fibre optique. Certains verres sont sensibles aux déformations mécaniques et répercutent facilement ces contraintes en modifiant leur comportement optique (variation de l'indice de réfraction, fissure entraînant une diffraction de la lumière). Dans ce cas de figure, il convient d'étudier le comportement thermomécano-optique du matériau utilisé pour la réalisation de fibres optiques.

I.2.3.1.3. Caractéristiques modales

Constante de propagation d'un mode

La constante de propagation d'un mode est notée β et s'exprime en m^{-1} . Elle traduit l'indice effectif du mode guidé dans une fibre optique : $n_{EFF} = \frac{\beta}{k}$, avec k le nombre d'onde

$$(k = \frac{2\pi}{\lambda}).$$

Coupure des modes

La *longueur d'onde de coupure* λ_c du mode LP_{ij} est définie par $\lambda_c = \frac{2\pi}{V_c} a$ ON, avec a le rayon du cœur de la fibre. La valeur de la fréquence réduite normalisée V_c dépend du mode de telle sorte que, dans le cas de fibres optiques 1D de type saut d'indice :

- La coupure du mode LP_{01} correspond à la 1^{ère} racine de $J_1(V)$, soit $V_c^{LP01} = 0$, donc le mode LP_{01} est toujours guidé.
- La coupure du mode LP_{11} correspond à la 1^{ère} racine de $J_0(V)$, soit $V_c^{LP11} = 2,405$ par exemple dans le cas de fibres optiques à saut d'indice.
- La coupure du mode LP_{21} correspond à la 1^{ère} racine non nulle de $J_1(V)$, soit $V_c^{LP21} \sim 3.9$.
- Etc.

$J_i(x)$ est appelé fonction de Bessel de la fonction x d'ordre i .

Diamètre, surface et puissance de mode

L'approximation de Marcuse permet de déterminer le demi-diamètre de mode ω . Cette expression n'est valable que pour une fibre 1D à faible guidage.

$$\frac{\omega}{a} = 0.65 + 1.619 V^{-3/2} + 2.879 V^{-6}$$

Près de la longueur d'onde de coupure du mode, le diamètre de mode présente une valeur proche du diamètre réel du cœur de la fibre optique. Au-delà de λ_c , le rapport ω/a augmente considérablement. En effet, pour des longueurs d'ondes plus élevées, le mode s'étale de plus en plus dans la gaine de la fibre optique 1D. Dans ce cas, la fibre devient très sensible aux déformations. L'étalement du mode dans la gaine optique peut également être vérifié par le calcul de la *part de puissance P_c contenue dans le cœur* d'une fibre 1D en fonction de la longueur d'onde.

$$\frac{P_c}{P_t} = 1 - \exp\left(-\frac{2a^2}{\omega^2}\right)$$

Avec P_t puissance totale guidée par la fibre optique.

L'*aire effective* du mode est liée au diamètre de mode par l'expression : $A_{eff} = \pi\omega^2$.

Dispersion chromatique d'une fibre optique

Toute fibre optique présente une dispersion qui varie avec la longueur d'onde. Ce paramètre traduit la vitesse de propagation de chaque fréquence guidée le long de la fibre optique et dépend du mode et de la longueur d'onde qui le transporte. La dispersion totale d'une fibre optique est liée d'une part, à la dispersion du matériau composant son cœur (*dispersion du matériau*), et d'autre part, à l'interaction entre différents modes (*dispersion intermodale*) ou à la propagation de chaque mode indépendamment (*dispersion du guide ou modale*).

Dans le cas d'une fibre multimode, tous les rayons n'ont pas le même trajet, ni la même vitesse de propagation. Il y a donc un décalage dans la transmission de tous les modes le long de la fibre optique: il s'agit de la dispersion intermodale. En général, les fibres optiques sont conçues de telle sorte qu'elles soient monomodes sur la plage de longueur d'ondes de travail, dans le but d'annuler ce décalage intermodal.

La dispersion d'un matériau est définie par le développement de Taylor de sa constante de propagation β en fonction de la fréquence de l'onde incidente ω , soit :

$$\beta(\omega) = n(\omega) \frac{\omega}{c} = \beta_0 + \beta_1(\omega - \omega_0) + \frac{1}{2} \beta_2(\omega - \omega_0)^2 + \dots$$

avec $\beta_m = \left(\frac{d^m \beta}{d\omega^m} \right)_{\omega=\omega_0}$ et m entier positif.

Il apparaît dans ce développement limité des termes dispersifs d'ordre dit élevé. L'ordre 1 (β_1) décrit la vitesse de groupe du mode v_G (vitesse de l'ensemble de l'impulsion à travers le matériau). n_G est appelé indice de groupe.

$$\beta_1 = \frac{1}{v_G} = \frac{n_G}{c} = \frac{1}{c} \left(n + \omega \frac{dn}{d\omega} \right)$$

Le terme dispersif d'ordre 2 (β_2) est lié à la dispersion du matériau. Il s'agit de la dispersion de la vitesse de groupe du matériau, dont le terme angliciste est GVD pour Group-Velocity Dispersion.

$$D = -\frac{\lambda}{c} \frac{\partial^2 n}{\partial \lambda^2} = \frac{d\beta_1}{d\lambda} = -\frac{2\pi c}{\lambda^2} \beta_2$$

Dans le cas des fibres optiques, chaque mode est guidé dans le cœur de la fibre pour un indice effectif n_{EFF} vérifiant $n_1 > n_{\text{EFF}} > n_2$. Ainsi, la dispersion chromatique D_C du mode LP_{ij} est liée à la dispersion du second ordre β_2 et est définie par :

$$D_c = -\frac{\lambda}{c} \frac{\partial^2 n_{EFF}(LPi_j)}{\partial \lambda^2}$$

Elle est exprimée en ps/(nm.km). Cette dispersion chromatique peut également être définie comme étant la somme de la dispersion du matériau composant le cœur de la fibre et celle du guide, par approximation du développement de Taylor de la constante de propagation en négligeant des termes croisés.

$$D_C \approx D_{MAT} + D_{GUID} \text{ avec } D_{MAT} = D = -\frac{\lambda}{c} \frac{\partial^2 n}{\partial \lambda^2} \text{ et } D_{GUID} = -\frac{\lambda \cdot \Delta n}{V \cdot c} \frac{\partial^2 (V \cdot \beta)}{\partial V^2}$$

Toute fibre optique présente au moins une dispersion nulle pour une longueur d'onde précise, appelée longueur d'onde de dispersion nulle ou *zero-dispersion wavelength* en anglais (ZDW). En fait, sur un spectre de longueurs d'onde plus ou moins large, les fibres optiques présentent plusieurs zéros de dispersion, mais leurs fréquences peuvent se situer au-delà des domaines de longueurs d'ondes usuels. Mais quelques unes d'entre elles, telles que certaines PCF ou certaines fibres à multicoeurs concentriques, voient leur dispersion chromatique devenir nulle à deux voire trois reprises sur une bande spectrale assez étroite allant du visible à l'infrarouge proche.

Dans le cas de transmission de données sur de longues distances, la fibre doit présenter une dispersion la plus faible possible (positive ou négative) aux longueurs d'onde télécoms. Elle ne doit pas être nulle pour éviter l'exacerbation d'effets non linéaires, néfaste au transfert de l'information. Les fibres monomodes standards ont été développées lorsque la bande télécom étudiée se situait aux alentours de 1300 nm, c'est pourquoi leur ZDW a été positionné à 1310 nm. Le décalage de la bande télécom usuelle de 1300 à 1550 nm a été initié par le développement des amplificateurs fibrés très performants à base de silice dopée aux ions terre rare (et plus particulièrement l'erbium). Ce changement a été réalisé une fois le réseau mondial de fibres optiques installé. Or, la dispersion chromatique des SMF est faiblement positive à 1550 nm, de l'ordre de + 16 ps/nm/km. L'information subit donc un décalage non négligeable sur de très longues distances. Il y a une dizaine d'années, des fibres optiques à forte dispersion négative ont été développées dans le but de compenser ce décalage [Auguste]. Des tronçons de quelques dizaines de mètres de fibres compensatrices soudés entre deux tronçons de fibres télécoms de centaines de kilomètres permettent alors de corriger le décalage temporel de l'information transmise.

Tableau 1.4 : Dispersion chromatique caractéristique des fibres SMF
(données : Norme ITU-T G.652 de 2000)

Longueur d'onde (nm)	Dispersion chromatique (ps/nm/km)
1285 - 1330	< 3
1550	< 18
1625	< 22
1300 - 1322	0

D'autres applications font également appel à de bonnes connaissances et maîtrise de la dispersion modale des fibres optiques. Dans le cas de génération de longueurs d'onde, la fibre est généralement pompée par un faisceau dont la longueur d'onde est légèrement supérieure au ZDW de la fibre pour que certains effets non-linéaires se créent dans la fibre. La génération de continua large bande nécessite plus particulièrement des fibres optiques dont l'allure de la courbe de dispersion chromatique est dite plate, c'est-à-dire qu'elle présente un « pallier » assez étendu en longueurs d'onde autour du ZDW.

L'allure de la courbe de dispersion chromatique peut être adaptée selon des caractéristiques géométriques (diamètre de cœur, pitch, diamètre des trous etc.) et optiques (valeur du Δn , dispersion de l'indice etc.) de la fibre optique. Un travail théorique est donc bien souvent nécessaire avant la réalisation de la fibre pour en ajuster les paramètres selon l'application visée, surtout dans le cas d'exacerbation d'effets non linéaires.

I.2.3.2. Caractéristiques non linéaires d'une fibre optique

Un effet est dit non linéaire (NL) si la réponse à la contrainte d'un système n'est pas proportionnelle (pas linéaire) à la contrainte appliquée.

Dans le cas de l'optique non linéaire, la contrainte correspond à un champ électromagnétique et la réponse est variable selon le milieu traversé par le faisceau : émission de longueurs d'ondes, amplification de signal etc. Les effets NL apparaissent généralement pour des densités surfaciques de puissance relativement élevées.

C'est donc la combinaison de la puissance du faisceau incident, de la géométrie du guide et de la nature du matériau le composant qui joue un rôle déterminant dans le potentiel non linéaire d'une fibre optique. En effet, il faut s'intéresser au produit $n_{NL} \times P_{pompe} \times L_{fibre}$, avec

n_{NL} l'indice non linéaire du verre optique composant le cœur de la fibre, P_{pompe} la puissance du faisceau injecté dans le cœur de la fibre et L_{fibre} la longueur de la fibre testée. Ce produit est lié à la longueur non linéaire L_{NL} qui est la longueur de fibre à partir de laquelle les effets non linéaires deviennent assez importants pour modifier la propagation du signal.

Le paragraphe suivant permet de définir quelques principaux effets non linéaires pour comprendre comment ils sont générés et pourquoi dans certains cas ils sont souhaités (création de longueurs d'onde) ou bien évités (transmission de données sur de longues distances).

I.2.3.2.1. Les différents types d'effets non linéaires

L'optique non linéaire est devenue il y a quelques années une discipline à part entière. Il est toutefois possible de donner de brèves explications de quelques effets non-linéaires et de leurs applications.

L'effet Raman spontané

Il a été mis en évidence expérimentalement en 1928 par le physicien indien Chandrasekhara Venkata Raman, lauréat du prix Nobel en 1930. La lumière est une onde et les liaisons interatomiques des matériaux vibrent sous certaines fréquences, donc sont sensibles à ces ondes. Une interaction (échange d'énergie) peut donc facilement se produire entre un photon issu du faisceau lumineux et un matériau, engendrant la création (raie Stokes) ou l'absorption (raie anti-Stokes) d'un phonon, notion de la physique quantique liée à la vibration des molécules. Si λ_i est la longueur d'onde incidente, alors la raie Stokes sera générée à $\lambda_i + \partial\lambda$ et la raie anti-Stokes à $\lambda_i - \partial\lambda$.

L'effet Raman stimulé

Supposons un tronçon de fibre optique traversé par une onde lumineuse issue d'un faisceau de pompe. Au cours de sa propagation, l'onde incidente alimente en continu la raie Stokes, cette dernière voit donc son amplitude augmenter (amplification). La raie Stokes générée présente alors une puissance plus élevée que l'onde de pompe et devient donc elle-même une onde de pompe, générant de nouvelles raies, et ainsi de suite. En parallèle, l'onde anti-Stokes est peu à peu absorbée et disparaît.

On peut également parler de cascade Raman.

Ces deux premiers phénomènes non-linéaires sont beaucoup utilisés de nos jours pour la caractérisation de matériaux (spectroscopie Raman) ou la génération de longueurs d'ondes en cascade (émission multistokes).

L'effet Brillouin

L'effet Brillouin est défini par une variation de l'indice de réfraction d'un matériau non linéaire par interaction entre l'onde optique incidente et des ondes acoustiques présentes dans le milieu. Il présente un comportement similaire à l'effet Raman, dans le sens où des raies Brillouin Stokes et anti-Stokes sont créées, mais les fréquences de décalage de l'onde sont différentes. Il s'agit par exemple dans le cas de la silice à 1550 nm, de décalage Brillouin de l'ordre de 11 GHz et/ou de décalage Raman de l'ordre de 13 THz.

L'effet Brillouin est sensible aux variations de température et aux contraintes mécaniques. C'est pourquoi il est sollicité dans le cadre de la réalisation de capteurs fibrés dans le domaine du bâtiment par exemple [Lanticq].

L'effet Kerr

La polarisation créée par une onde électromagnétique incidente (onde de pompe) s'écrit sous la forme $\vec{\rho} = \vec{\rho}^{(1)} + \vec{\rho}^{(2)} + \vec{\rho}^{(3)} + \dots$ avec $\vec{\rho}^{(i)}\left(\sum_{k=1}^i \nu_k\right) = \epsilon_0 \chi^{(i)} \prod_{k=1}^i \vec{E}(\nu_k)$. $\vec{\rho}^{(i)}\left(\sum_{k=1}^i \nu_k\right)$ est la polarisation de i ondes électromagnétiques incidentes de fréquences ν_1 à ν_i traversant le matériau, $\vec{E}(\nu_k)$ est la composante électrique de l'onde lumineuse de fréquence ν_k , ϵ_0 est la permittivité du vide et $\chi^{(i)}$ est la permittivité électrique d'ordre i ou coefficient non-linéaire du $i^{\text{ème}}$ ordre.

$$N.B : \epsilon_0 = 8,854\ 187\ 817\ F.m^{-1}$$

Lorsqu'une onde électromagnétique traverse un matériau non linéaire, elle rencontre une variation de l'indice de réfraction du verre au fur et à mesure de sa propagation ce qui entraîne un changement de sa polarisation.

Cet effet non linéaire est à l'origine de phénomènes parfois sollicités dans les fibres optiques notamment pour générer des élargissements spectraux, que sont l'automodulation de phase et le mélange à quatre ondes, car il traduit la dépendance de l'indice de réfraction avec la puissance injectée dans la fibre optique.

Automodulation de phase

En anglais, Self Phase Modulation (SPM)

Lorsque la puissance de pompe est très élevée, l'indice de réfraction du milieu subit une légère variation ∂n , tel que : $\partial n = n_{NL} \frac{E^2}{2} = n_{NL} \frac{Z_0 P_t}{\pi n \omega^2}$, avec E la valeur du champ électrique de l'onde incidente, $\frac{Z_0}{n}$ l'impédance du milieu et P_t la puissance optique totale.

Il convient bien que si la puissance est élevée, l'indice du milieu recevant l'onde incidente augmente. Or, sous la contrainte d'une variation d'indice de réfraction ∂n , la phase de la lumière est modifiée selon la relation suivante :

$$\Delta\phi = \frac{2\pi L}{\lambda} \partial n$$

Ainsi, une augmentation de l'indice de réfraction entraîne une modulation de la phase, et par conséquent, une modulation de fréquence. L'évolution de ce phénomène dépend principalement de la dispersion du matériau. Lorsque le matériau est à dispersion négative ($\lambda < Z_{DW}$), le spectre est élargi puisqu'il y a élargissement temporel de l'onde.

Mélange à quatre ondes

En anglais, Four Wave Mixing (FWM)

Ce phénomène non-linéaire consiste en l'interaction de trois ondes électromagnétiques pour en créer une quatrième de phase et intensité différentes. Soit trois ondes lumineuses de fréquences respectives ν_1 , ν_2 et ν_3 , alors elles peuvent produire par accord de phase une onde de fréquence $\nu_1 \pm \nu_2 \pm \nu_3$. L'accord de phase est obtenu par exemple dans une fibre monomode par injection d'une onde de pompe dont la longueur d'onde est au voisinage de la dispersion nulle de la fibre (λ_{ZDW}). En effet, le mélange à quatre ondes est facilité par l'utilisation de composants à faible dispersion chromatique (positive ou négative).

Applications des effets Raman, SPM et FWM

Ces trois phénomènes de l'optique non-linéaire sont en tout ou partie indispensables à la génération de continua dans les fibres optiques à cristaux photoniques. Le mélange à quatre ondes (FWM) est notamment sollicité lorsque l'impulsion de l'onde de pompe est longue ($\partial\tau < 1ps$). Quant à l'automodulation de phase (SPM), elle est souvent utilisée lorsque l'impulsion est brève et de forte intensité.

I.2.3.2.2. Un exemple d'application : la génération de continua

Un continuum est un élargissement spectral issu d'une onde électromagnétique injectée dans un matériau à potentiel NL.

La génération d'un supercontinuum dans le domaine du visible a été démontrée pour la première fois dans des massifs par Alfano et Shapiro en 1970 [Alfano_01, Alfano_02]. Le premier continuum généré dans une fibre PCF toute silice pompée à 790 nm à l'aide d'un laser femtoseconde a été présenté par Ranka et coll. en 2000 [Ranka]. Depuis, de nombreux autres verres ont été testés, notamment ceux à plus fort potentiel NL que la silice, tels que les fluorures, chalcogénures, tellures et verres silicatés (silicate de bismuth, silicate de plomb...). A noter que pour l'heure, le continuum le plus large a été généré dans un tronçon de 4,5 mètres de fibre ZBLAN pompée à 1555,3 nm (diode laser nanoseconde) et s'étale de 800 nm à 4,5 μm [Xia].

Les mécanismes de génération de supercontinua dépendent de plusieurs paramètres liés à la fibre optique (dispersion chromatique, ZDW) et à la source de pompage (durée d'impulsion, puissance crête) [Dudley].

Dans le cas de faisceau de pompe d'impulsion brève (régime femtoseconde), lorsqu'une fibre optique est soumise à une onde de pompe dont la longueur d'onde coïncide avec son domaine de dispersion anormale, le faisceau guidé subit une instabilité de modulation qui transforme le régime continu en impulsions solitoniques (l'impulsion de départ est scindée en plusieurs impulsions brèves). Un soliton est une onde solitaire qui se propage sans changement de forme ou de vitesse dans un milieu non linéaire et dispersif. Les tsunamis ou les vagues scélérates sont par exemple des manifestations dues à des solitons. Les solitons se propagent vers les hautes longueurs d'ondes (par rapport à celle de pompe) et sont d'autant plus décalés qu'un mécanisme de type Raman stimulé les déplace vers les longueurs d'onde encore plus élevées induisant une dissymétrie de l'élargissement spectral qui est plus étalé vers l'infrarouge. L'existence d'une dispersion d'ordre élevée (β_2 , β_3) dans la fibre optique provoque la création d'ondes dispersives complémentaires vers les basses longueurs d'ondes (inférieures au ZDW de la fibre). En effet, pour une dispersion de type anormale, les courtes longueurs d'onde se propagent plus vite que les hautes fréquences spatiales, ce qui élargit l'impulsion en sortie de fibre.

Dans le cas de faisceau de pompe d'impulsion plus longue (pico à nanoseconde), les phénomènes dominants dans les premiers mètres de fibre optique pompée en régime de

dispersion anormale sont la diffusion Raman en cascade (DR) et surtout le mélange à quatre ondes (FWM). Un phénomène similaire au cas du régime de pompage femtoseconde, assurant l'élargissement spectral (création de solitons dont la propagation vers les hautes longueurs d'ondes est assistée par effet Raman stimulé et création d'ondes dispersives complémentaires vers les basses longueurs) se produit après une certaine longueur de fibre optique pompée. Les pertes optiques de la fibre sont donc un paramètre essentiel à maîtriser dans ce cas de figure.

Dans le cas de pompage en régime de dispersion normale, l'élargissement spectral devient possible par effet solitonique si la longueur d'onde de pompe est assez proche du ZDW de la fibre pour que les ondes créées tour à tour par effet cascade Raman parviennent au régime de dispersion anormale de la fibre optique. Les phénomènes solitoniques et donc d'ondes dispersives complémentaires ne se produisent « spontanément » qu'en régime de dispersion anormale.

Si les ondes ne peuvent pas parvenir au régime anormale, alors un élargissement spectral est quand même possible, mais est de bien plus faible largeur spectrale et se produit de façon plus symétrique autour de la longueur d'onde de pompe. Les phénomènes mis en cause sont alors l'auto-modulation de phase (SPM) pour des durées d'impulsion de pompe brèves (femtosecondes) et la diffusion Raman dans le cas d'impulsions pico ou nanoseconde.

Néanmoins, le pouvoir non linéaire de la fibre optique joue un rôle essentiel pour la génération de continua. En effet, il a été montré que les fibres PCF étaient très appropriées pour ce genre d'applications puisqu'elles présentent un fort confinement du champ dans leur cœur grâce à la forte proportion d'air dans la gaine microstructurée et que leur ZDW peut être décalé par un simple arrangement de leurs paramètres géométriques (diamètre de cœur, des trous, épaisseurs des ponts etc.). C'est pourquoi le développement des PCF dans les années 1990 a relancé l'étude et la réalisation de fibres non linéaires.

Le coefficient non linéaire d'une fibre optique est également un bon indicateur du potentiel de génération de continua. Ce paramètre est lié notamment à l'indice non linéaire du matériau composant le cœur de la fibre.

I.2.3.2.3. Indice de réfraction non linéaire

L'indice de réfraction d'un milieu non linéaire sous l'action d'une onde électromagnétique de forte puissance est défini par $\tilde{n} = n + I \times n_{NL}$ avec I l'intensité du faisceau incident et n_{NL} l'indice non linéaire du milieu. n_{NL} s'exprime en m^2/W . La silice, matériau très couramment

utilisé dans la conception de fibres optiques, présente un très faible indice de réfraction non linéaire comparé à d'autres matériaux (revoir Figure 1.12).

Boling et coll. [Boling] donnent en 1978 une formule empirique qui permet d'estimer l'indice de réfraction non linéaire de matériaux à partir de la dispersion de leur indice de réfraction. Cette méthode, dont le principe est dit discutable par beaucoup d'opticiens (déterminer un paramètre non linéaire à partir d'une valeur linéaire uniquement) présente toutefois des résultats satisfaisants. En effet, l'incertitude de cette méthode est certes estimée à 20% sur 12 matériaux optiques différents étudiés, mais ces valeurs correspondent finalement à un écart moyen de l'ordre de $0,2 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2/\text{W}$ sur des matériaux dont le n_{NL} est de l'ordre de 1 à $2 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2/\text{W}$. Cette différence entre valeurs mesurée et estimée est donc acceptable si l'on souhaite utiliser cette méthode pour se donner une idée de l'ordre de grandeur de l'indice n_{NL} d'un matériau.

I.2.3.2.4. Longueur de fibre nécessaire à l'exacerbation d'effets non linéaires

La longueur de la fibre optique testée pour l'exacerbation d'effets non linéaire doit être supérieure à un paramètre appelé longueur non linéaire L_{NL} , tel que $L_{NL} = \frac{1}{\gamma P_0}$ avec γ coefficient non linéaire de la fibre (défini dans le paragraphe suivant) et P_0 la puissance du faisceau incident. Une fibre optique est également définie par sa longueur de dispersion L_D , tel que $L_D = \frac{\tau_0^2}{|\beta_2|}$ avec τ_0 la durée d'impulsion du signal de pompe et β_2 la dispersion de la fibre optique à la longueur d'onde de pompe.

En fait, il s'agit plus précisément de la longueur efficace de la fibre plutôt que de sa longueur réelle qui doit être comparée à ces deux paramètres. Elle est définie par la relation : $L_{eff} = \frac{1 - \exp(-\alpha L)}{\alpha}$, avec ici, α pertes optiques de la fibre à une longueur d'onde et L la longueur réelle de la fibre.

La génération spontanée d'ondes solitoniques est assurée en sollicitant une fibre optique dont la longueur efficace vérifie $L_{eff} \gg L_{ND} = L_D$ dans son régime de dispersion anormale par une onde de pompe de puissance élevée. Dans ce cas de figure, la dispersion (caractérisée par L_D) est compensée par l'auto-modulation de phase (caractérisée par L_{ND}). C'est en général

dans cette configuration que sont caractérisées les fibres optiques pour la génération de continua large bande.

I.2.3.2.5. Coefficient non linéaire d'une fibre optique

Le coefficient γ , exprimé en $W^{-1}.km^{-1}$, décrit le comportement non linéaire d'une fibre optique et sa capacité à générer des effets NL plus ou moins facilement.

$$\gamma = \frac{2\pi n_{NL}}{\lambda A_{eff}}$$

Une fibre optique dont l'application est la génération de longueurs d'onde doit préférentiellement présenter un fort coefficient non linéaire γ . Pour augmenter ce paramètre, il est nécessaire d'utiliser un matériau à fort indice non linéaire n_2 ($\geq 10^{-15} cm^2/W$) ou de diminuer l'aire effective du cœur de la fibre [*Kikuchi*]. En effet, les fibres à faible aire effective présentent des effets non linéaires beaucoup plus importants, la puissance incidente engendrant une densité de puissance optique plus élevée sur une plus petite surface.

Ces dernières années, de nombreux scientifiques se sont concentrés à réaliser des fibres optiques microstructurées à cœur plein ayant un coefficient γ de plus en plus élevé.

Tableau 1.5: Performances non linéaires des fibres optiques microstructurées actuelles

Matériau composant le cœur de la fibre	Coefficient non linéaire de la fibre	Année de publication	Source
Silice	70 W ⁻¹ .km ⁻¹	2003	[Petropoulos]
Tellure	675 W ⁻¹ .km ⁻¹	2004	[Mori]
Silicate de bismuth	1 100 W ⁻¹ .km ⁻¹	2004	[Ebendorff]
Borate de bismuth	1 360 W ⁻¹ .km ⁻¹	2004	[Sugimoto]
SF57	1 860 W ⁻¹ .km ⁻¹	2006	[Leong]
Verre de bismuth	5 400 W ⁻¹ .km ⁻¹	2008	[Zhang]
Chalcogénure AsSe	15 400 W ⁻¹ .km ⁻¹	2009	[Nguyen]

Dans la plupart des cas illustrés dans le tableau 1.5, le coefficient NL est majoré par l'utilisation de matériaux à fort indice non linéaire. Certains présentent même des fibres (en général de structure Steering Wheel c'est-à-dire à cœur suspendu) dont le diamètre de cœur est inférieur à 1 μm (530 nm par exemple pour [Zhang]). Toutefois, l'injection d'un faisceau de pompe dans de si faibles diamètres de cœur peut s'avérer d'une part très difficile, tant au niveau manipulation qu'équipement nécessaire (lentille...). D'autre part, la taille minimale du faisceau de pompe focalisé à l'injection (appelé col du faisceau ou *waist* en anglais) peut être supérieure au diamètre de ces cœurs, ce qui engendre un faible rendement à l'injection, limitant l'exacerbation efficace d'effets non linéaires.

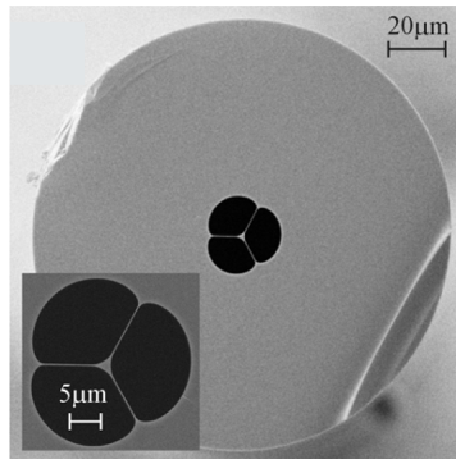


Figure 1.14 : Exemple de PCF à structure de type Steering-Wheel
[Ebendorff]

Chaque fibre optique peut être utilisée pour une application précise et chaque application requiert de la fibre optique qu'elle présente telles ou telles caractéristiques linéaires et non linéaires. La plupart de ces paramètres peuvent être estimés et adaptés avant même la réalisation de la fibre optique (voir équations de l'annexe). Si l'état de l'art des différentes fibres optiques actuelles montre un fort intérêt pour les longueurs d'ondes télécoms et le visible, il apparaît de plus en plus d'intérêt pour l'UV et l'IR moyen.

I.2.4. Un nouvel objectif : atteindre l'ultraviolet et l'infrarouge moyen

De plus en plus de recherches se basent actuellement sur la réalisation de guides d'onde ou de sources de lumière dans des domaines moins exploités que sont l'ultraviolet ou l'infrarouge moyen pour des applications diverses, non moins utiles et dont la demande explose ces dernières années : capteurs, contre-mesures optroniques, lasers pour les domaines de la Défense, de la médecine ou bien de l'environnement.

La silice n'est plus le meilleur candidat pour la réalisation de fibres optiques travaillant à de telles longueurs d'ondes, à cause de sa forte absorption en dehors des spectres du visible et de l'infrarouge proche. Voici donc quelques exemples d'idées de réalisations pour ces domaines de longueurs d'ondes non conventionnels :

- Guide d'ondes dans l'UV : des fibres creuses à couches concentriques de type Bragg sont en cours de développement à XLIM. Les matériaux utilisés sont la zircone et le dioxyde

de titane TiO_2 pour le fort contraste d'indice avec la silice pure. Dans le cas de fines couches alternées (épaisseur de la couche d'oxyde à fort indice de quelques dizaines de nanomètres), la longueur d'onde de Bragg du système peut se trouver dans l'UV [Restoin, Hautreux].

- Guide d'ondes dans l'IR : Certains verres de silice et verres exempts de silice présentent un fort intérêt pour le guidage d'informations dans l'IR lointain. De plus en plus de recherches sont consacrées au développement de fibres à base de tellures, chalcogénures et autres verres dont les pertes optiques sont relativement faibles aux longueurs d'ondes élevées [Hocde, Le Neindre].
- Sources fibrées dans l'UV : La réalisation de sources lasers fait en général appel à deux types de phénomènes optiques : l'exacerbation de phénomènes NL ou la luminescence des matériaux. Lors de son travail de thèse, Gurvan Brasse [Restoin, Brasse_01] a développé le concept original des fibres optiques nanostructurées dont le cœur est constitué de nanocristaux de zircon ZrO_2 dans une matrice vitreuse de silice. En parallèle, il a mis au point un nouveau procédé basé sur la technique sol-gel pour réaliser ses préformes optiques. Il a présenté récemment des fibres optiques nanostructurées dans le système silice-zircon dopé terre-rare (erbium et/ou ytterbium) dont les émissions sous l'effet de pompage dans l'IR proche (917 nm) ou dans l'UV proche (244 nm) montrent des phénomènes dits en cascade offrant des perspectives de réalisation de sources lasers à des longueurs d'ondes non-conventionnelles [Brasse_02].
- Sources fibrées dans l'IR : Dans le cas de génération de longueurs d'ondes par exacerbation d'effets NL, il est nécessaire de « pomper » une fibre optique, de préférence à fort coefficient non linéaire à l'aide d'une autre source ponctuelle, c'est-à-dire d'injecter dans la fibre optique un faisceau monochromatique de puissance relativement élevée. C'est la combinaison de cette impulsion d'excitation et des caractères linéaire (dispersion chromatique) et non linéaire de la fibre qui permet la création de longueurs d'ondes en aval et/ou en amont de la longueur d'onde de pompe. Pour faciliter l'accès à de tels composants, il convient que cette longueur d'onde de pompe soit comprise dans les domaines spectraux conventionnels (visible, IR proche).

Ce travail de thèse a essentiellement été consacré aux fibres optiques pour l'infrarouge.

Pour la réalisation de guides d'ondes aux longueurs d'ondes élevées, il s'agit de concevoir des fibres à base de verres optiques performants dans l'IR qui sont en général fragiles et

chers. Or, seul le cœur des fibres est sollicité optiquement pour la transmission d'information. Il convient alors de se demander si une configuration pour laquelle seul le cœur est constitué du verre optique onéreux et la gaine d'un matériau plus commun et plus résistant tel que la silice est réalisable.

Pour la réalisation de sources pour l'IR, il s'agit de concevoir des fibres optiques à fort coefficient et potentiel non linéaires. Or, la valeur de la différence d'indice cœur/gaine des fibres optiques jouent un rôle important dans l'optimisation du coefficient non linéaire des dites fibres. En effet, un fort Δn aide à l'augmentation de γ . En 2008, Hasegawa et coll. [Hasegawa] proposaient une fibre cœur/gaine ABH160/B027 (verres silice-oxyde de bismuth) ayant un fort coefficient non linéaire γ . Nous avons alors modélisé le comportement optique d'une fibre ABH160/silice qui montre un coefficient non linéaire bien supérieur à celui de la fibre ABH160/B027 (voir tableau 1.6).

Tableau 1.6 : Comparaison théorique des fibres ABH160/B027 et ABH160/SiO₂

Fibre	Diamètres cœur/gaine	$n_{\text{cœur}}$ 1,55 μm	n_{gaine} 1,55 μm	Δn 1,55 μm	Aire effective 1,55 μm	γ (W ⁻¹ .km ⁻¹) 1,55 μm
ABH160/B027	1,7/125 μm	2,219	2,125	0,094	3,07 μm^2	1020
ABH160/Silice	1,7/125 μm	2,219	1,444	0,775	1,33 μm^2	2450

S'il devait être établi un cahier des charges vulgarisé de la fibre optique à fort coefficient non linéaire « idéale » pour la réalisation de sources dans l'infrarouge, il viendrait par exemple :

- Considérations optiques :
 - Un cœur composé d'un verre à fort indice de réfraction non linéaire ;
 - Une fibre optique à fort Δn ;
 - Un cœur de diamètre compris entre 2 et 5 μm (un petit cœur favorise un fort coefficient NL mais l'injection de faisceau de pompe peut être rendu difficile dans le cas de diamètres de cœurs trop faibles);
 - Un zéro de dispersion chromatique de la fibre optique qui devra être adapté selon le matériau utilisé et la structure de la fibre, mais également selon les

types de lasers pouvant être utilisés, pour l'exacerbation d'effets NL et la génération de longueurs d'ondes dans l'infrarouge proche à lointain.

- Considérations technologiques :
 - Une fibre optique dont la réalisation sera moins complexe que dans le cas de fibres cristallines ou PCF composées de verres optiques tels que les chalcogénures [Brilland_01, Brilland_02], tellures ou certains verres de silice;
 - Une fibre optique résistante mécaniquement ;
 - Une fibre optique à coût de fabrication modéré.

Face à ce cahier des charges sommaire, il est apparu judicieux de reprendre le concept des fibres optiques composées de un à plusieurs verres différents telles que proposées par Furniss et coll. [Furniss] en 1997. Dans le cadre du développement de telles fibres à XLIM, il a été décidé qu'elles seraient rebaptisées par le terme de « fibres optiques multimatériaux ».

I.3. LES FIBRES OPTIQUES MULTIMATERIAUX

Seront définies par fibres optiques multimatériaux (FOM) des fibres de structures diverses dont le cœur et la gaine sont composés de matériaux de nature différente (c'est-à-dire aussi bien optiquement que thermomécaniquement différents). Ce type d'arrangement permet de nombreux avantages qui seront explicités dans un premier temps.

Des FOM ont déjà été pensées voire réalisées, il est donc intéressant de discuter de l'état de l'art de ce type de fibres dans un second temps.

I.3.1. Présentation des FOM

Si la silice a beaucoup été utilisée pour la réalisation de fibres optiques pour les télécoms, elle n'est pas un verre intéressant pour des applications au-delà de 2 μm et n'est donc pas adaptée pour la conception de guides d'ondes ou de sources fibrées pour l'infrarouge moyen. Pour ce type d'application, il est nécessaire de faire appel à des verres optiques plus spécifiques, mais qui sont plus fragiles et dont la mise en œuvre peut être difficile notamment dans le cas de PCF.

Les fibres optiques multimatériaux que nous proposons ici, sont constituées d'un cœur composé de ce type de verres optiques spécifiques et d'une gaine optique en silice pour profiter de sa résistance à la compression, de la disponibilité commerciale de ses tubes à coût modéré et de la maîtrise acquise au fil des années des fibrages de préformes à base de silice (figure 1.15).

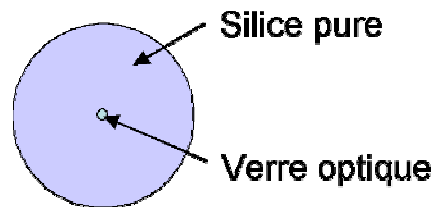


Figure 1.15 : Schéma d'une FOM à structure simple et dont la gaine est composée de silice pure

La différence d'indice de réfraction entre le cœur et la gaine Δn est donc plus élevée que dans le cas des fibres silice standards. Une sélection adéquate du matériau constituant le cœur de la FOM peut permettre alors d'obtenir un Δn comparable à celui d'une PCF toute verre et autoriser par la même une augmentation du potentiel de la fibre optique à présenter des effets non linéaires.

Un autre avantage non négligeable est le fait que dans cette configuration, seul le cœur de la fibre est constitué du verre optique performant et parfois onéreux. La gaine d'une fibre optique présente un rôle certes important puisque son plus faible indice de réfraction permet de confiner la puissance lumineuse dans le cœur de la fibre. Toutefois, il apparaît inutile d'imposer l'utilisation de ce même verre optique coûteux pour la réalisation de la gaine de la fibre. Les FOM présentent donc un intérêt économique évident tout en conservant les performances optiques du verre constituant leurs cœurs.

Le travail de cette thèse consistait donc à imaginer et réaliser de nouvelles fibres optiques multimatériaux, d'abord à structure simple, puis des fibres microstructurées multimatériaux air/verre/silice (telles que représentées figure 1.16) pour des applications principalement non linéaires. Or, la conception d'une fibre optique dont le cœur et la gaine sont constitués de matériaux différents impose de nombreuses contraintes technologiques liées notamment à la différence de température de transition vitreuse et de coefficient de dilatation des deux matériaux.

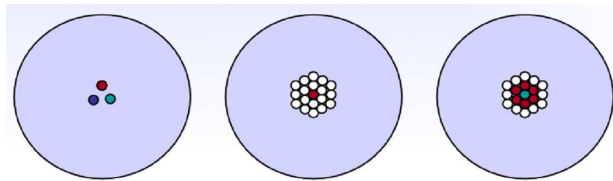


Figure 1.16 : Schémas de diverses FOM microstructurées envisagées : fibre multi-coeurs (colinéaires et/ou concentriques) constitués de verres de nature différente, fibre microstructurée à cœur composé de verre et à gaine air/silice, fibre optique ayant des zones de fort indice de réfraction distribuées

I.3.2. Complexité de réalisation

C'est au cours du refroidissement de la FOM, après le formage, que les contraintes mécaniques sont les plus élevées dans la structure et parfois, même la bonne résistance à la compression de la silice pure de la gaine optique ne suffit pas à compenser ces forces.

Clare et coll. [Clare] montrent que la contrainte mécanique axiale σ présente au sein de la structure d'une fibre optique (à structure simple) dont le cœur et la gaine sont composés de matériaux peu différents (qui possèdent donc un module d'Young E et une température de transition vitreuse T_G très voisins) est régie par la relation suivante :

$$\sigma = \frac{(\alpha_1 - \alpha_2)(T - T_{SP})E}{\left(\frac{r_2}{r_1}\right)^2 (1 - \mu)}$$

sachant que les indices 1 et 2 correspondent respectivement au cœur et à la gaine de la fibre optique, μ est le coefficient de Poisson du cœur de la fibre, T la température à laquelle l'on souhaite connaître la valeur de σ , T_{SP} est la température caractéristique d'un verre appelée le 'Strain Point' (souvent T_{SP} est remplacée par T_G dans ce calcul pour estimer σ car $T_{SP} \approx T_G$ à quelques dizaines de degrés près) et r le rayon.

Dans le cas où le cœur et la gaine d'une fibre optique sont constitués de matériaux différents (c'est-à-dire E et T_G différents), il faut respecter quelques règles élémentaires :

- Le matériau constituant le cœur de la fibre optique doit toujours présenter une température de fibrage plus faible que celle du matériau qui compose la gaine optique. Ainsi, au cours du refroidissement de la fibre optique, dernière étape du fibrage, la gaine se consolide

autour du cœur dont le verre se trouve encore dans un état pâteux. Dans le cas inverse, les dimensions externes de la fibre ne pourront pas être conservés à cause de l'écoulement par effet gravitationnel du verre pâteux autour du cœur consolidé.

- La température de fibrage ne doit pas atteindre la température d'évaporation du verre se trouvant dans le cœur de la fibre optique. De même, à température élevée, certains matériaux connaissent des modifications structurelles dues à des phénomènes tels que diffusion, changement de phase ou interaction à haute température avec un autre matériau environnant (attaque chimique, oxydation). Il faut donc veiller à ce que de tels processus ne se produisent pas, au risque d'altérer les propriétés optiques du verre du cœur de la fibre.
- La gaine de la fibre optique doit présenter un coefficient de dilatation plus faible que celui du cœur, pour assurer la résistance mécanique de la fibre optique.

Si une fibre optique est composée de deux matériaux différents, alors il se crée au sein de la structure des contraintes mécaniques d'autant plus élevées que la différence des coefficients de dilatation thermique entre les deux verres est grande. Ces contraintes se localisent plus spécifiquement à l'interface cœur-gaine et peut conduire à divers effets néfastes tels que :

- Des pertes optiques plus élevées ;
- Une biréfringence non contrôlée due à une déformation voire une dissymétrie du cœur ;
- Une casse nette de la fibre sous l'effet d'une contrainte extérieure (courbure, clivage) ou même fracture spontanée.

Dans certains cas, ces contraintes internes sont au contraire recherchées pour par exemple la réalisation de capteurs fibrés ou de fibres fortement biréfringentes.

Dans le cas d'une fibre optique composée de deux matériaux de nature différente, la contrainte mécanique axiale s'exprime sous la forme [Krohn] :

$$\sigma = \frac{(\alpha_1 - \alpha_2)(T - T_{SP1})E}{\left(\frac{r_2}{r_1}\right)^2 (1 - \mu)} + \frac{(\alpha_1^* - \alpha_2)(T_{SP2} - T_{SP1})E}{\left(1 - \left(\frac{r_2}{r_1}\right)^2\right) \frac{1}{3K_1^*} - \frac{1}{3K_2}}$$

Les paramètres annotés d'une étoile doivent être pris en compte à la température juste au-dessus de T_{SP} , K est le module d'élasticité isostatique (notons que le module d'Young E est

également appelé module d'élasticité longitudinal) tel que $K = \frac{1}{3} \frac{E}{1-2\mu}$ et en général,

$$K^* = \frac{1}{2} K.$$

L'équation de Krohn reprend celle de Clare mais un terme supplémentaire apparaît, représentant la contribution de la tension hydrostatique du verre en fusion dans le cœur de la fibre optique entouré de la gaine optique déjà consolidée lors du refroidissement au cours du fibrage.

La résistance à la compression de la silice pure est donnée à 1.1 GPa. Si la valeur de la contrainte axiale à l'interface cœur/gaine de la fibre optique est bien inférieure à cette valeur alors, *théoriquement*, la fibre est résistante. Au contraire, une forte contrainte σ , si elle n'entraîne pas de cassure de la fibre, peut engendrer un clivage difficile par exemple créant des microfissures dans la structure de la fibre optique et donc des pertes optiques augmentées.

Les équations de Krohn et Clare suivant le cas peuvent également aider *a contrario* à prévoir le ratio minimal des diamètres cœur/gaine d'une fibre optique connaissant la nature et les propriétés thermomécaniques de ces deux parties de la structure. Au-delà de ce ratio seuil, la contrainte mécanique axiale σ serait trop élevée et la fibre serait très fragile, voire la structure serait tellement instable qu'elle casserait sans aucune contribution extérieure. Toutes ces considérations devront donc être prises en compte lors de la conception et de la réalisation de FOM à XLIM.

Il est également possible de prévoir la valeur de ces contraintes à l'aide d'outils de modélisation tels que le logiciel Comsol Multiphysics® (anciennement Femlab®). Ce programme analyse des modèles aussi bien en 2D qu'en 3D. Deux modules sont nécessaires à cette étude : le module « Transfert de Chaleur Général » pour la modélisation du refroidissement de la fibre couplé au module « Contraintes planes » pour l'estimation des forces induites par la variation de température.

Supposons une fibre optique, représentée en 2D dans le logiciel, de diamètre de cœur 8 μm , composée de deux matériaux à T_G semblables mais dont le rapport $\frac{\alpha_1}{\alpha_2}$ vaut 100. Le

matériau constituant la gaine optique de la fibre est la silice pure, celui du cœur reprend les mêmes caractéristiques thermomécaniques que la silice excepté le coefficient de dilatation thermique qui est majoré de deux ordres de grandeur. Cette fibre dont la température initiale est fixée à la température de fibrage de la silice, est placée dans une enceinte à température

ambiante. Observons les contraintes thermomécaniques qui se créent lors du refroidissement brutal de la fibre.

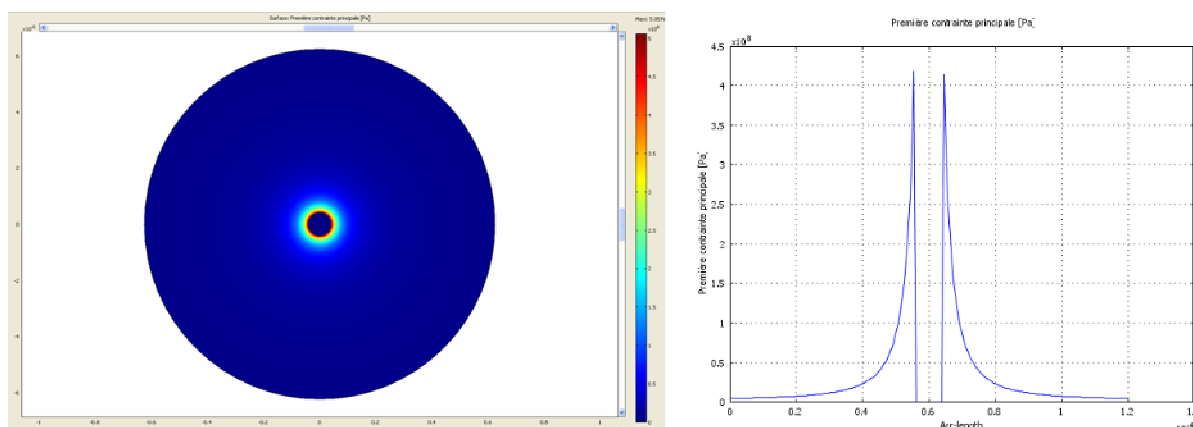


Figure 1.17 : Résultats de la modélisation sous Comsol Multiphysics du refroidissement naturel d'une fibre optique composée de deux verres à fort contraste de coefficients de dilatation thermique. A droite : contraintes thermomécaniques dans la coupe transversale de cette fibre.

La figure 1.17 illustre le champ de contraintes dans la fibre optique le long d'une coupe transversale. Le maximum de contraintes apparaît comme prévu à l'interface entre le cœur et la gaine. La valeur maximale estimée est 0,5 GPa, ce qui est du même ordre de grandeur que le seuil de compression de la silice pure. La fibre optique sera donc très fragile.

L'étude de cette structure peut apparaître comme extrême étant donné le fort rapport des coefficients de dilatation thermique des deux verres, mais elle donne un bon aperçu de l'amplitude des contraintes thermomécaniques qui peuvent être générées dans un système submillimétrique. En effet, diminuer le diamètre du cœur de cette fibre ne modifie que peu la valeur de la contrainte maximale.

Il faudrait donc dans certains cas pouvoir éliminer une partie de ces contraintes internes après fabrication de la fibre optique. Plusieurs idées ont déjà été proposées telles que le recuit à température légèrement supérieure à T_{sp} (Strain Point, $\sim 800^\circ\text{C}$ pour la silice) [López] ou l'injection d'un faisceau issu d'un laser CO_2 [Kim] provoquant une forte élévation de la température dans le cœur de la fibre. A.H. Rose s'est beaucoup intéressé à la méthode du recuit des fibres et a montré qu'une dévitrification de la fibre optique pouvait se produire pour $T \geq T_G$ [Rose_01] et que la fibre devait être dénudée pour éviter la diffusion des groupements hydroxyles OH de la gaine polymère carbonisée vers le cœur de la fibre [Rose_02] ce qui occasionnerait des pertes optiques élevées à 1380 nm. Or, une fibre

optique dénudée est très fragile et ne peut pas être courbée au risque de casser, surtout si le diamètre de la fibre est inférieur à 500 μm .

De toute évidence, il apparaît que chaque fibre optique multimatériaux devra faire l'objet de considérations spécifiques : il faudra tenir compte de la différence des T_G (températures de transition vitreuse) et α (coefficients de dilatation thermiques) et du ratio des diamètres cœur/gaine des deux verres de nature différente pour estimer l'amplitude des contraintes créées dans la structure de la fibre optique après étirage et envisager ou non une étape de relaxation de ces forces.

La réalisation de fibres optiques multimatériaux semble donc imposer des considérations technologiques non négligeables. Mais il est déjà encourageant de constater dans quelques publications que ce type de fibres optiques est réalisable et a déjà été réalisé et que ce concept intéresse de nombreux chercheurs du domaine des fibres optiques pour leurs potentialités dans des branches diverses (effet Faraday, effets non linéaires etc.).

I.3.3. Etat de l'art des FOM

Voici une liste de quelques publications pertinentes relatives à la réalisation et caractérisation de fibres optiques multimatériaux.

En 1995, Ballato et Snitzer [Ballato] présentent l'une des premières fibres optiques composées de matériaux de nature différente. Il s'agit d'une fibre dont la gaine optique est en silice pure et le cœur est constitué d'un verre de silice de composition massique 54% Tb_2O_3 , 27% SiO_2 , 18% Al_2O_3 , 1% Sb_2O_3 . Les diamètres de la fibre et du cœur sont respectivement de 120 et 2 μm . Le coefficient de dilatation thermique du verre au terbium est annoncé dans le papier à $4,4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Ses températures de transition vitreuse et de fusion sont de 880°C et 1340°C respectivement. La grande épaisseur de la gaine optique de la fibre peut donc assurer une bonne compensation des contraintes liées à la différence de la nature des deux verres créées lors du fibrage. De plus, ils n'ont observé ni fissure ni cristallisation à l'interface cœur/gaine de la fibre et ont réalisé un tronçon homogène d'une longueur de 250 mètres. Les pertes optiques de cette FOM sont très élevées, mais leur but était de réaliser une fibre optique ayant un fort coefficient de Verdet sur une faible longueur (10 cm suffisent).

En 1997, Furniss et coll. [Furniss] présentent ce concept comme étant novateur. Leur but était de concevoir une fibre multimatériaux dont le cœur serait constitué du verre ZBLAN et la gaine d'un verre à base de silicate (pour assurer la résistance mécanique de la fibre). Toutefois, ils n'ont pas pu parvenir à réaliser cette fibre car le verre ZBLAN est un verre fluoré qui attaque les silicates à haute température. De plus, le T_G du verre ZBLAN (259°C) est trop faible face à la température de fibrage des verres silicatés qu'ils avaient choisis, entraînant une évaporation des fluorures.

Ils sont parvenus à réaliser à notre connaissance la première FOM à structure simple de composition cœur/gaine 80 PbO - 20 B₂O₃ (% massique) / verre Pyrex (verre borosilicaté). La fibre optique ainsi réalisée subit une contrainte mécanique axiale calculée de l'ordre de 16 MPa. Après clivage, cette fibre présente des stries dans le cœur, qui d'après les auteurs, résultent de la contribution de cette contrainte axiale et/ou d'autres contraintes mécaniques non prises en compte jusque maintenant que sont les contraintes circonférentielles et radiales au sein de la structure d'une fibre optique.

Tableau 1.7 : Quelques caractéristiques des verres utilisés pour la réalisation de la FOM de Furniss

Verre	T_G ($^\circ\text{C}$)	α ($^\circ\text{C}^{-1}$)	α^* ($^\circ\text{C}^{-1}$)	E (Pa)	μ	K (Pa)
PbO-B₂O₃	360	111.10^{-7}	330.10^{-7}	$6,27.10^{10}$	0,27	$3,45.10^{10}$
Pyrex	565	33.10^{-7}		$5,49.10^{10}$	0,2	$4,21.10^{10}$

Dans le cas de cette première FOM, le ratio des coefficients de dilatation des deux verres de la structure est de l'ordre de $\frac{\alpha_{\text{cœur}}}{\alpha_{\text{gaine}}} \approx 3.4$. En ce qui concerne maintenant la différence de température de transition vitreuse, elle est estimée à $\Delta T_G = T_{G_{\text{gaine}}} - T_{G_{\text{cœur}}} \approx 200^\circ\text{C}$. Ces écarts seront comparés à ceux des fibres multimatériaux que nous avons réalisées, présentées dans le chapitre 3.

En 2006, N.K. Goel [Goel] publie dans *Optics Letters* l'une des fibres optiques multimatériaux qu'il a réalisée au cours de sa thèse, lors de laquelle il a développé un procédé original pour la fabrication de fibres optiques, la méthode Core Suction dont le principe sera expliqué dans le chapitre 2. Il s'agit ici d'une fibre dont la gaine optique est en silice et le cœur en verre SF6 de Schott (verre au plomb à fort indice de réfraction). Les diamètres de la

fibre et du cœur sont respectivement de 169 et 22 μm . Les matériaux SF6 et silice pure présentent un ratio $\frac{\alpha_{\text{cœur}}}{\alpha_{\text{gaine}}}$ de l'ordre de 7 et un écart ΔT_G d'environ 400°C (valeurs bien supérieures à celles recensées pour la fibre de Furniss). A température ambiante, la contrainte mécanique axiale σ induite par la différence des propriétés thermomécaniques des deux matériaux composant cette fibre optique a été estimée à 0.4 GPa, ce qui est très proche de la valeur seuil de 1.1 GPa (seuil de rupture de la silice en compression). La photographie de cette fibre montre cependant une fibre sans fissure ni inhomogénéité notamment à l'interface cœur/gaine. Toutefois, les pertes de guidage γ sont très élevées et seuls des tronçons de 4 cm de longueur peuvent être testés, mais ces fibres ont permis l'amplification Raman ponctuelle de signaux.

L'auteur a néanmoins validé la pertinence de son procédé Core Suction en présentant une seconde fibre multimatériaux dont la gaine optique est toujours en silice mais cette fois, le cœur est composé d'un verre complexe, de composition 26% PbO, 33% GeO₂, 30% TeO₂, 5% CaO, 1% Nd₂O₃, 5% Na₂CO₃ (PGTCNN). Les diamètres de la fibre et du cœur sont de 120 et 18 μm respectivement. La fibre présente des contraintes internes modérées puisque des tronçons de fibre non revêtus de 2 mètres de long peuvent être testés, mais des tronçons plus longs deviennent fragiles. Toutefois, une analyse élémentaire a montré que beaucoup de silice avait diffusée dans le cœur de la fibre, rendant la différence d'indice cœur/gaine bien moins élevée que prévu (0,03 contre 0,4 attendus). Il se peut donc que les propriétés thermomécaniques du verre constituant le cœur aient également été modifiées autorisant de plus faibles contraintes internes dans la fibre optique, même pour un ratio de diamètres cœur/gaine assez élevé (1/6).

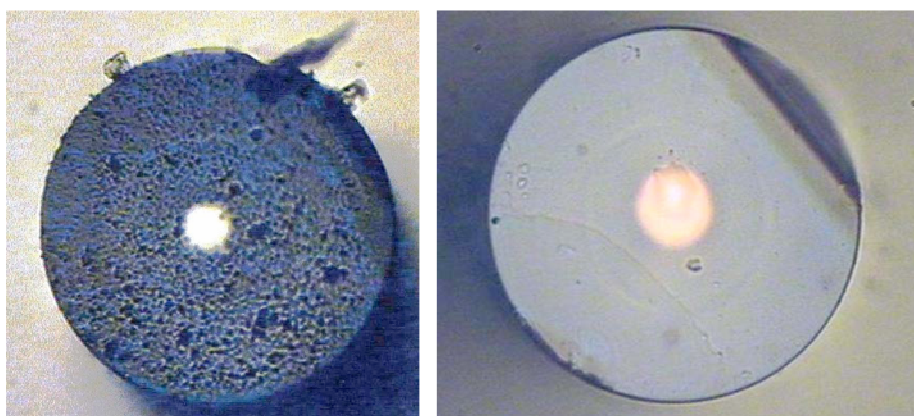


Figure 1.18 : Fibres optiques réalisées par Core Suction [Goel] : Fibre SF6/Silice et Fibre PGTCNN/Silice

Si l'utilisation de certains verres optiques autorisent l'exacerbation d'effets non linéaires au bout de quelques centimètres de fibre optique, les valeurs d'atténuation rencontrées dans les publications de Ballato, Furniss et Goel sont beaucoup trop élevées pour étendre l'application des FOM à la génération de continua large bande ou d'autres applications en régime linéaire (guides d'onde, capteurs etc.) qui nécessitent des tronçons de fibres de longueur métrique à décamétrique.

Lorsque nous avons débuté l'étude des FOM en 2007, nous nous sommes alors fixés l'objectif de réaliser à XLIM des fibres optiques multimatériaux mécaniquement stables et de lever ce verrou technologique lié aux fortes pertes optiques pouvant être rencontrées dans ces fibres.

Dans un même temps que nos travaux, l'équipe de Kay Schuster de l'IPHT de Iena en Allemagne développait une fibre optique multimatériaux microstructurée verre/air/silice composée d'un verre lanthano-aluminosilicate fabriqué par leurs propres moyens [Kobelke].

La composition chimique du verre qu'ils avaient utilisé était 70% SiO₂, 20% Al₂O₃, 10% La₂O₃. Ce verre présente une température de transition vitreuse de 885°C et un coefficient de dilatation thermique de $4,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. A l'aide d'une source de pompe centrée à 1064 nm (impulsion 650 ps, fréquence de répétition 23,5 kHz, puissance crête 14 kW), ils ont généré un continuum dans un tronçon de 2,5 mètres de fibre sur une large bande spectrale (540-2200 nm). La fibre présentée par Kobelke et coll. est un exemple supplémentaire de l'intérêt des fibres optiques multimatériaux (continua plus larges que dans les fibres microstructurées silice standards pour de mêmes longueurs d'onde de pompe). Cette étude montre surtout qu'il est possible d'obtenir des FOM optiquement performantes à faibles pertes de guidage (atténuation de 1,3 dB/m à 1064 nm). Ce qui diffère ici des fibres de Ballato, Furniss ou Goel et pourraient être les causes de cette faible valeur de pertes sont la nature du verre utilisé pour le cœur et le process d'élaboration de la préforme optique. Ces considérations technologiques seront discutées dans le chapitre suivant.

I.4. CONCLUSION

Le domaine de l'Armement porte un intérêt grandissant sur les fibres optiques en tant que structures sources de lumière à des longueurs d'ondes non conventionnelles pour des

applications dans la détection de polluants ou de contre-mesure optronique par exemple, ou bien en tant que structures guidantes pour la transmission d'informations sur ces bandes de fréquence.

Les fibres silice standard ne sont pas performantes dans l'infrarouge moyen. Quant aux fibres à base de verres spéciaux pour ce domaine de longueurs d'ondes, elles sont souvent fragiles, onéreuses et difficiles à réaliser (notamment dans le cas de fibrage de préformes composées de verres courts ou de fibres microstructurées).

Nous proposons une alternative originale, qui consiste à insérer un verre performant dans le cœur d'une fibre de structure simple ou microstructurée et d'entourer cette zone optique active d'une gaine à plus faible indice de réfraction en silice qui protège entre autres le cœur des contraintes mécaniques externes, d'une attaque chimique ou d'une contamination par des impuretés provenant du milieu dans lequel est immergée la fibre.

Une des particularités des FOM est donc la diminution du volume de verre optique performant nécessaire et la résistance mécanique accrue de ces fibres. Les fibres optiques multimatériaux présentent également de forts Δn , supérieurs à ceux de fibres silice standard et parfois comparables à ceux de PCF air/silice. La possibilité de confiner fortement le champ guidé dans le cœur des FOM contribue à augmenter le potentiel non linéaire de ces fibres.

L'état de l'art des fibres multimatériaux d'avant 2007 montre des valeurs d'atténuation très élevées. Il existe donc une barrière technologique à laquelle il faudra trouver des solutions qui permettront de diminuer l'atténuation de ces fibres. Pour des applications d'ordre non linéaire, il serait souhaitable de développer des fibres dont les pertes soient de l'ordre du dB/m.

De plus, des contraintes mécaniques peuvent se former notamment à l'interface entre le cœur et la gaine de la FOM lorsque les deux verres utilisés présentent un fort contraste de coefficient de dilatation thermique ou de température de transition vitreuse. Un choix stratégique des dimensions de la fibre à structure simple ou microstructurée peut diminuer le risque de créer de telles forces internes. Mais, le procédé utilisé pour la conception de la préforme optique joue également un rôle décisif dans le comportement thermomécanique de la fibre.

CHAPITRE II. PROCÉDES DE FABRICATION MIS EN ŒUVRE POUR LA RÉALISATION DES FIBRES OPTIQUES MULTIMATERIAUX

II.1. INTRODUCTION

Il existe de nombreux procédés de fabrication des fibres optiques et des travaux de recherches sont toujours réalisés pour présenter de nouvelles méthodes toujours plus performantes. Une liste non exhaustive de ces techniques est donnée dans le premier paragraphe de ce chapitre.

Une première partie sera consacrée aux étapes successives de l'étirage d'une préforme pour la réalisation d'une fibre optique. Il y sera notamment question d'étudier l'impact de la température élevée de fibrage sur le comportement thermomécanique d'une préforme / fibre optique.

Une seconde partie présentera les différents procédés de fabrication des préformes optiques. Parmi ces méthodes, les procédés dits « poudre » semblent être les mieux adaptés à la réalisation de FOM. Un procédé de fabrication, le Procédé Poudre Modifié, a été développé à XLIM et sera présenté dans un troisième paragraphe.

II.2. LES PROCEDES DE FABRICATION DES PREFORMES ET FIBRES OPTIQUES

Il existe de nombreuses voies pour élaborer des préformes optiques, mais une seule manière de les étirer pour la réalisation de fibres optiques. Les paramètres de fibrage deviennent donc des données essentielles à la fabrication de guides d'ondes aux performances mécaniques et optiques conformes aux prévisions. C'est pourquoi il convient de définir dans un premier temps le déroulement de l'étape de fibrage et les principaux paramètres qui peuvent avoir un impact sur la formation ou non de contraintes thermomécaniques au sein d'une fibre optique. Dans un second temps, les principales méthodes de réalisation des préformes optiques seront présentées.

II.2.1. La tour de fibrage

La première étape de la conception d'une fibre optique est la réalisation d'une préforme, qui placée dans un four, est portée à la température dite de fibrage du verre de la préforme. A cette température, le verre s'écroule sous son propre poids et un cône de coulée amorce le fibrage. Un fil de verre se forme. Un système de trancanage permet l'étirage du fil de verre par action d'entraînement. Une tour de fibrage peut s'élever de quelques mètres (utilisation scientifique) à des dizaines de mètres de hauteur (production industrielle).

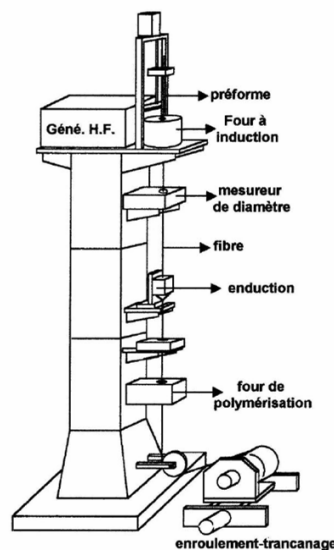


Figure 2.1: Schéma de principe d'une tour de fibrage

L'institut XLIM possède deux tours de fibrage complémentaires.

L'une mesure 6 mètres et est destinée à l'activité de recherche de l'institut. Elle est donc très couramment utilisée pour la réalisation de fibres optiques à structure simple ou microstructurées pour lesquelles le procédé de fabrication des préformes et/ou les paramètres de fibrage ne sont pas encore stabilisés. Cette tour de fibrage est composée d'un four à induction, d'un pyromètre laser pour mesurer la température au sein du four, d'une poulie de renvoi incluant un système de mesure de la tension mécanique que subit la fibre lors de son étirage et d'un système d'enroulement de la fibre (un tambour).

La deuxième tour de fibrage mesure quant à elle 10 mètres et est bi-faces. Une face est destinée à la réalisation de capillaires, de cannes microstructurées ou de fibres à large diamètre. L'autre face est destinée à la réalisation de fibres optiques de grande longueur, pour lesquelles la fabrication de la préforme et les paramètres de fibrage sont maîtrisés. Un four à induction est utilisé dans le cadre de conception des capillaires ; un four résistif est employé côté « fibres optiques ». Cette seconde tour de fibrage fonctionne d'une façon similaire à celles que l'on peut trouver dans l'industrie des fibres optiques : les différents éléments de la tour de fibrage sont automatisés et asservis.

II.2.1.1. Les paramètres de fibrage

Lors de l'étirage d'une préforme, de nombreux paramètres doivent être maîtrisés pour la stabilité du fibrage. Il s'agit de :

- La température de fibrage : cette température correspond à la température de ramollissement ou température de Littleton (en anglais, softening point), pour lequel le verre s'écroule sous son propre poids. A cette température, la viscosité du verre vérifie $\log(\eta) = 6,6 Pa.s$. Il est cependant préférable que la température de fibrage soit légèrement supérieure à cette température de ramollissement mais qu'elle n'excède pas la température d'écoulement pour laquelle $\log(\eta) = 4,5 Pa.s$.
- La vitesse de fibrage : elle correspond à la combinaison de la vitesse de descente de la préforme dans le four et de la vitesse du système qui exerce une traction sur la fibre (c'est le cas de la vitesse de rotation du tambour autour duquel vient s'enrouler la fibre après formage pour la première tour de fibrage d'XLIM).

Le couple température/vitesse de fibrage influence le diamètre de la fibre et sa tension d'étirage mécanique et joue donc un rôle prépondérant sur la formation de contraintes mécaniques internes dans la préforme et/ou dans la fibre optique. Une vitesse de fibrage trop élevée accélère la trempe thermique de la fibre. Une vitesse trop lente amorce la formation de

phases cristallines dans le verre, le fragilisant. C'est pourquoi nous avons débuté une étude axée sur ces deux paramètres et le comportement de la préforme/fibre optique au niveau du four à induction.

II.2.1.1.1. La température de fibrage

Deux des fours utilisent le principe de l'induction et ont été réalisés par le service technique de l'institut. Ces fours sont composés de noyaux de carbone entourés de laine de graphite (voir Figure 2.2). Le chauffage par induction fait partie des techniques électrothermiques qui permettent de chauffer un matériau sans contact direct avec une source d'énergie électrique. Il est induit par effet Joule du à la création d'un courant induit généré par un courant alternatif qui circule dans des spires en cuivre qui entourent le noyau de carbone. La température au sein d'un tel four peut atteindre rapidement les 2000°C sur une zone de chauffe constante de 7 cm. Lorsque le four est en fonctionnement, l'atmosphère dans l'enceinte est rendue neutre par flux d'argon pour éviter l'oxydation des éléments carbonés du four.

Les fours résistifs fonctionnent par effet Joule également, mais par action d'un courant électrique qui circule dans une résistance. Ils sont particulièrement sollicités dans le cadre de production de type industrielle de fibres optiques parce qu'ils autorisent une température de fibrage stable, homogène et reproductible.

Les fours à induction sont, pour leur part, appréciés pour le développement de fibres optiques à un niveau plus académique. En effet, le changement de certains éléments du four (laine de graphite, noyau de carbone par exemple) qui s'usent malgré l'atmosphère neutre qui les protège (cycles mise en chauffe/arrêt ou oxydation des couches aux extrémités du four moins bien protégées) est rapide et peu coûteux, la forme de ces objets étant simple (voir la figure 2.2 - cylindres creux aux bords réguliers). Le système de chauffe présent dans un four résistif nécessite, quant à lui, un façonnage bien plus complexe car la résistance se trouve dans le noyau. De plus, le four à induction consomme moins d'énergie électrique que le four résistif (12 contre 50 kW).

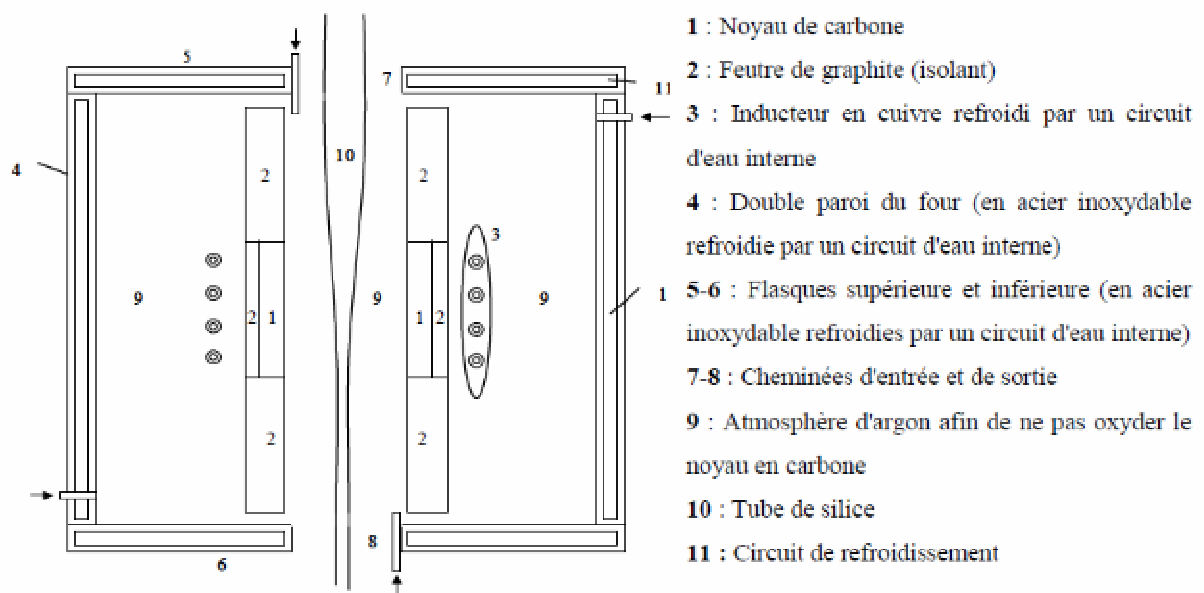


Figure 2.2 : Schéma des fours à induction des tours de fibrage d'XLIM (schéma tiré de [Benjamin])

Il est possible de contrôler le refroidissement de la préforme en diminuant petit à petit la consigne du générateur à la fin du fibrage. La trempe thermique subie par la fibre optique entre la sortie du four et le système d'enroulement peut être maîtrisée par la vitesse de fibrage. Toutefois, la valeur du gradient thermique reste très élevée (plusieurs centaines de degrés par centimètre et donc par seconde) ce qui peut avoir des effets néfastes sur la résistance des fibres optiques (comme vu à la fin du chapitre 1). Selon les matériaux les composant et les conditions de fibrage, les fibres optiques peuvent donc accumuler de fortes tensions par combinaison de cette trempe thermique et de l'étirage mécanique occasionné par le fibrage. Dans certains cas, la fibre optique pourra rompre entraînant un arrêt du fibrage. Dans d'autres cas, le fibrage pourra être réalisé dans des conditions difficiles et la fibre optique fabriquée ne sera pas préhensible car trop fragile.

Pour appréhender ces phénomènes néfastes, nous avons entrepris une étude sur le système de chauffe du four à induction et la tension d'étirage, qui a été débutée en dernière année de mon cursus à l'Ecole Nationale Supérieure de Céramiques Industrielles (ENSCI de Limoges) et a été poursuivie au cours de mon doctorat.

Quelle est la distribution de la température dans le four de la tour de fibrage et dans un tube de silice?

Cette question pose le problème de la conduction de chaleur dans le four à induction et à travers un massif de silice pure (ce matériau a été choisi pour les modélisations puisqu'il est le plus couramment utilisé pour la réalisation de fibres optiques). En effet, comment régler la température du four pour que la viscosité du verre atteigne son point de Littleton sur toute l'épaisseur de la préforme (périphérie et cœur) ? En dessous de cette température, la fibre optique serait tout de même étirée mais de fortes contraintes pourraient apparaître dans la structure à cause de cet étirage « à froid ». Au delà du point de Littleton, le verre s'écoulerait par effet de gravité et la géométrie souhaitée ne serait pas conservée (notamment dans le cas de PCF où une trop forte température occasionne le « collapsage » des trous d'air).

Une modélisation du fonctionnement du four à induction tel que décrit sur la figure 2.2 a donc été réalisée. Ce travail de simulation a été effectué à l'aide du logiciel Comsol Multiphysics® pour lequel le module « Transfert de Chaleur Général Stationnaire » a été sélectionné. Ce module permet de modéliser les phénomènes de transfert de chaleur, qu'ils soient par conduction, convection ou rayonnement, dans une structure 2D ou 3D.

Le transfert de chaleur par conduction se produit lorsque deux milieux voisins (de même nature ou non) ont une température différente. Le phénomène de convection implique quant à lui un transfert de la chaleur par un fluide (liquide ou gaz). Le troisième type d'échange thermique est le rayonnement pour lequel il y a émission ou transmission d'énergie thermique entre deux corps liquides, solides et/ou gazeux. Les deux premiers phénomènes thermiques voient leur flux thermique augmenter linéairement avec la température tandis que pour le troisième, l'expression est en T^4 . Si des échanges thermiques par conduction ou convection pourront être négligés dans la modélisation du four (par exemple, la convection naturelle de l'air autour du four dont le flux a pu être estimé à partir de mesures de température de la paroi du four au cours d'un fibrage et qualifié de faible face à d'autres échanges), tous les phénomènes par rayonnement devront être pris en considération.

Les parties internes du four à induction ont été modélisées en trois dimensions : le noyau de carbone (berceau du chauffage par induction) et les feutres de graphite positionnés au-dessus, en dessous et autour du noyau de carbone pour confiner la chaleur dans la partie centrale du four. Un tube de silice de même longueur que ce système de chauffe a été ajouté au centre de la structure. Les dimensions de ce tube ont été choisies arbitrairement comme étant 20/25 mm.

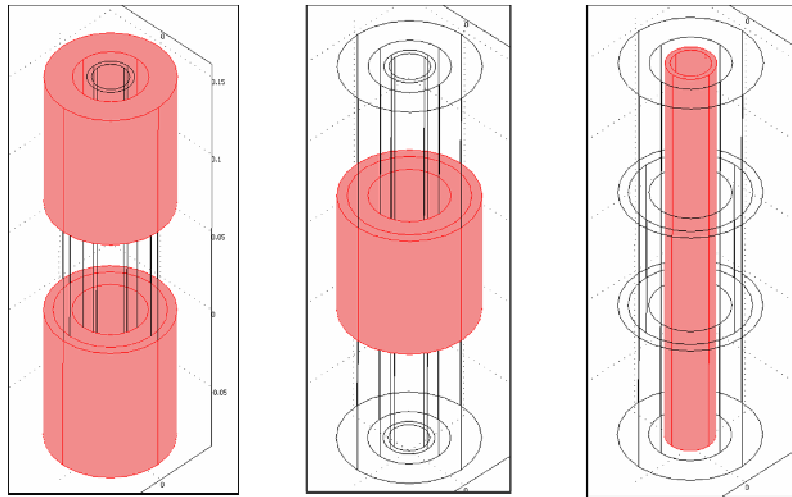


Figure 2.3 : Schéma de la modélisation du four à induction avec de gauche à droite : 1. les feutres de graphite externes, 2. le système de chauffe comprenant le noyau de carbone et le feutre de graphite interne et 3. le tube de silice positionné dans le four

Les échanges thermiques non négligeables se produisant dans l'enceinte du four lors du fibrage d'un tube de silice sont :

- Des phénomènes de conduction de la chaleur dans le noyau de carbone, le feutre de graphite et dans l'épaisseur du tube de silice ;
- Des phénomènes de convection entre le système de refroidissement et les parois du four et de convection de l'argon circulant dans l'enceinte du four ;
- Du rayonnement thermique entre le noyau de carbone dans lequel a lieu le phénomène d'induction et les feutres de graphite ou le tube de silice.

Le module « Transfert de chaleur général » de Comsol Multiphysics[®] propose une modélisation directe de ces phénomènes puisque les équations des flux thermiques générés par conduction, convection et rayonnement sont déjà saisies dans le programme de modélisation. L'utilisateur doit insérer des données sur les matériaux constituant chaque partie du système (densité, conductivité thermique, capacité calorifique, coefficient de transfert de chaleur etc.) et renseigner la température initiale et le type de phénomène thermique présent dans chaque élément (appelé sous-domaine dans le logiciel) et aux frontières entre chaque élément (appelées limites dans Comsol).

Le phénomène d'induction est quant à lui simulé par des équations de type diffusion, qui permettent d'estimer le flux généré en Watt à partir de données telles que le nombre de spires,

la puissance délivrée par le générateur (sélectionnée au pupitre de la tour de fibrage), les dimensions du noyau de carbone et des feutres de graphite (diamètres et épaisseurs) etc.

Le calcul est lancé en mode stationnaire. Il donne la répartition des températures au sein du système de chauffe du four et dans le tube de silice une fois le régime stationnaire atteint.

La limite des expressions empiriques qui décrivent les effets de transfert de chaleur est perceptible ici puisque pour une consigne de température couramment utilisée pour des fibrages à XLIM, la température modélisée au sein du four est bien plus élevée que dans la réalité (le modèle donne une température maximale de 2475°C dans le noyau de carbone). Des sources de pertes thermiques supplémentaires ont dues être négligées. Elles devront être identifiées et intégrées au modèle pour qu'il soit le plus possible en adéquation avec les fibrages réels.

Mais, si les valeurs de température indiquées sont inexactes, l'allure des gradients thermiques au sein de la zone de chauffe semble très cohérente. Nous nous baserons donc sur ces données pour notre étude.

La figure 2.4 illustre la répartition de la température dans le noyau de carbone et les feutres de graphite en considérant une coupe longitudinale du four. La température est constante sur une zone de 7 cm qui correspond au noyau de carbone. Elle chute ensuite très rapidement et de façon linéaire dans les feutres de graphite externes, avec un gradient thermique de l'ordre de 25°C/mm.

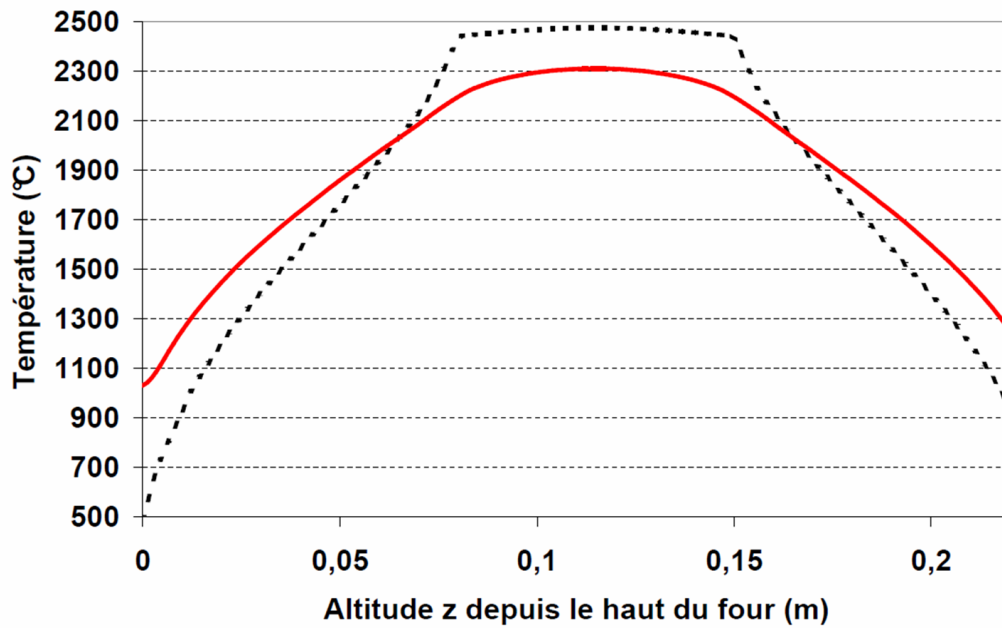


Figure 2.4 : Variation de la température dans le noyau de carbone et les feutres de graphite externes selon une coupe longitudinale (courbe en pointillés noirs) et le long du tube de silice positionné dans le four (courbe pleine rouge)

Le tube de silice présente une zone de chauffe constante bien plus faible. Elle n'est que de 1 mm et explique la formation ponctuelle du cône de coulée.

De plus, la silice est moins bonne conductrice de chaleur que les feutres de graphite. Le gradient thermique le long du tube de la zone de chauffe à l'extrémité du four est inférieur à celui dans le graphite et vaut $18^{\circ}\text{C}/\text{mm}$. Pour une vitesse de descente de la préforme dans le four de l'ordre de $0,5\text{ cm}/\text{min}$ (ce qui correspond à une vitesse usuelle de fibrage de $20\text{ m}/\text{min}$ pour un tube $20/25\text{ mm}$), le tube subit une variation de température linéaire de $1,5^{\circ}\text{C}$ par seconde. Mais après le cône de coulée, le capillaire juste étiré défile à la vitesse de fibrage de $20\text{ m}/\text{min}$ soit cette fois un gradient thermique de $6\ 000^{\circ}\text{C}/\text{s}$. C'est pourquoi nous parlons de trempe thermique, la fibre passe instantanément de la température de ramollissement du verre à la température ambiante.

La figure 2.4 montre également qu'une différence de température apparaît entre le noyau de carbone et le tube de silice pour une même consigne. Ceci signifie que la consigne de température sélectionnée au pupitre n'est pas représentative de la température réelle dans le tube de silice.

La température de fibrage affichée sur le pupitre de commande est-elle celle du tube de silice placé dans le four?

La figure 2.5 montre la répartition de la température pour une coupe transversale du four, à hauteur du noyau de carbone. On retrouve une température constante dans le noyau de carbone et de forts gradients thermiques dans l'épaisseur de silice et dans l'épaisseur du feutre de graphite interne (de l'ordre de 60°C/mm).

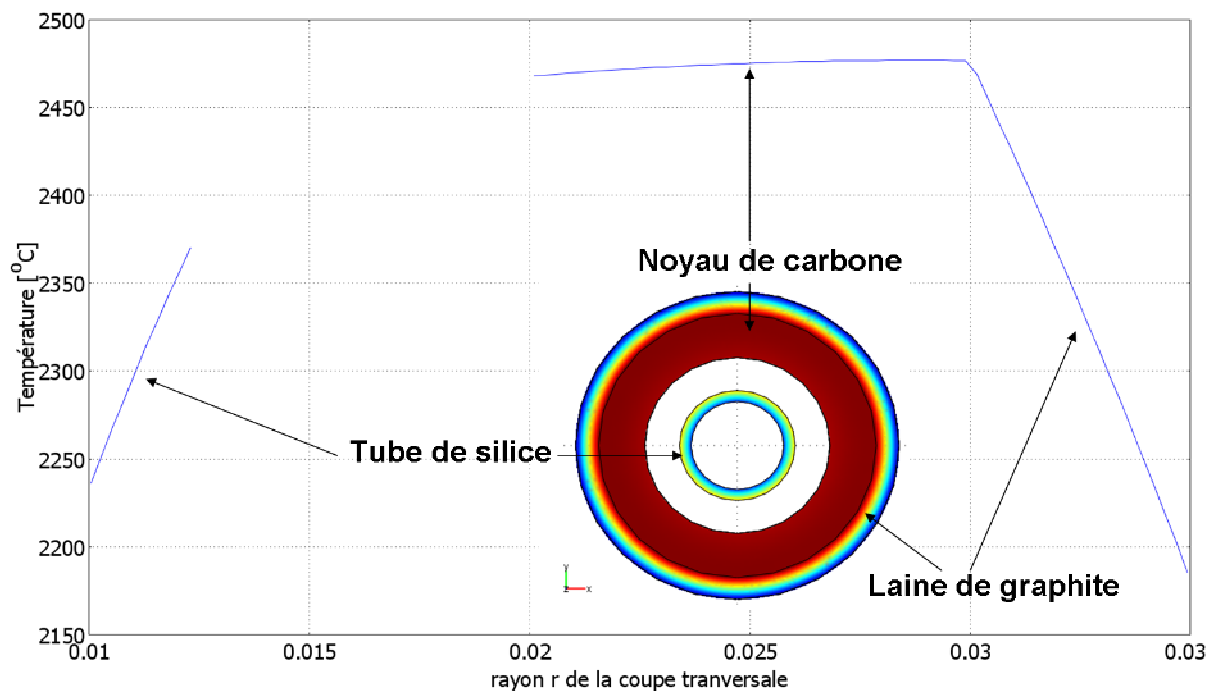


Figure 2.5 : Variation de la température dans le tube de silice, le noyau de carbone et le feutre de graphite interne selon une coupe transversale au milieu du four

La température affichée au pupitre de commande de la tour de fibrage est issue d'une mesure réalisée à la surface externe du feutre de graphite périphérique au noyau de carbone. La figure 2.5 montre alors :

- Une différence entre la température affichée et la température à la surface externe du tube de silice de presque 200°C ;
- Une différence entre la température affichée et celle à la surface interne du tube de silice de 60°C.

La température sur la surface externe du tube est 200°C supérieure à la température affichée au pupitre. Si cette dernière a été sélectionnée pour atteindre la température de fibrage de la silice, alors la température réelle correspondra à une viscosité de la silice de $10^{5,5}$

Pa.s au lieu de $10^{6.6}$ Pa.s. Un écart de 200°C n'aura donc aucune incidence sur la fibrabilité de la silice mais une étude doit être réalisée dans le cas de verres plus courts pour lesquels la surface externe du tube pourrait atteindre le point d'écoulement du matériau.

Quelle est l'influence de l'usure du four sur la température de fibrage ?

Les modélisations présentées précédemment supposaient un état de fonctionnement du four à induction idéal. Mais, au fil des fibrages, le noyau de carbone peut s'user et les feutres de graphite s'altérer. Afin de quantifier l'impact de telles usures, une modélisation supplémentaire a été réalisée en ôtant l'élément de graphite inférieur.

La figure 2.6 illustre la variation de température selon une coupe longitudinale dans le tube de silice qui subit alors un gradient thermique de l'ordre de $35^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ avant d'arriver à la zone de chauffe, trois fois plus important que dans le cas « idéal ». De plus, la température dans la zone de chauffe du four est diminuée de 200°C .

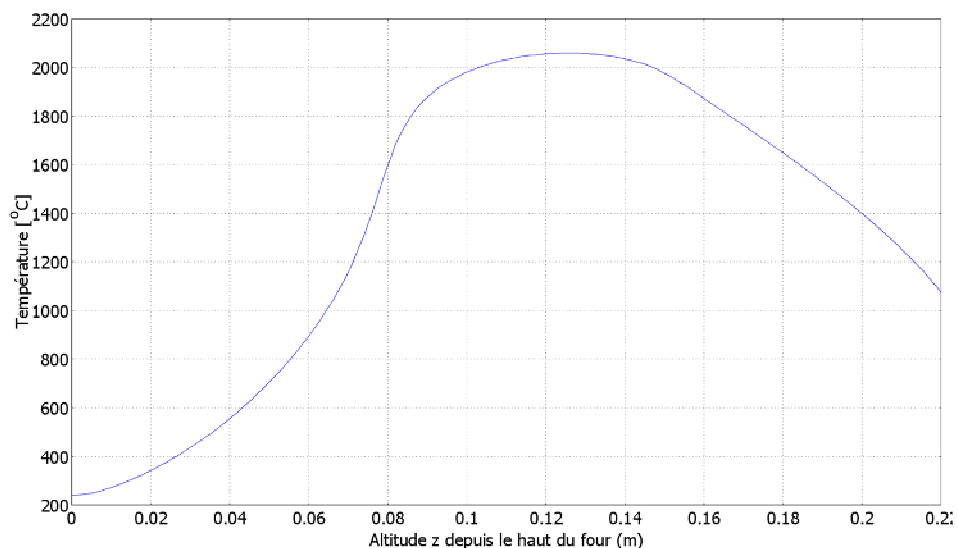


Figure 2.6 : Variation de la température le long du tube de silice positionnée dans le four à induction dont le feutre de graphite supérieur a été retiré

Cette illustration est extrême (la perte d'un des éléments du système de chauffe étant visible par le comportement du four lors de la mise en chauffe), mais montre l'influence de la géométrie du four pour la reproductibilité des essais de fibrage.

II.2.1.1.2. La tension d'étirage mécanique

Etant donné que la température affichée au pupitre n'est pas exactement celle du tube de silice et que l'usure plus ou moins prononcée du système de chauffe du four à induction {noyau de carbone + feutre de graphite} peut modifier la température générée pour une même consigne, la tension d'étirage mécanique de la fibre optique pendant le formage devient le paramètre qu'il faut prendre en compte pour assurer la reproductibilité de la réalisation.

La loi de l'étirage des fibres est définie par la relation suivante :

$$F = \frac{3 \eta Q}{\rho L} \ln(D_R)$$

avec η la viscosité du verre étiré, Q le 'débit' de verre fluidisé, ρ la masse volumique, L et D_R longueur et diamètre caractéristiques respectivement.

Le diamètre caractéristique est défini par une dérivée logarithmique, de telle sorte que :

$$\ln(D_R) = \frac{\ln(D_{final})}{\ln(D_{initial})}$$

Si la force d'étirage créée par les galets ou le tambour (force d'entraînement) est supérieure à la force F , alors la fibre peut se rompre pendant le fibrage. Il est donc important de maîtriser la tension d'étirage. Celle-ci doit donc être assez forte pour que le diamètre de la fibre optique étirée soit adéquat aux attentes, mais ne doit pas être trop élevée pour éviter la rupture du fibrage.

Cette force d'étirage est la résultante de plusieurs actions, telles que la force de masse, la force d'entraînement mécanique créée par le tambour autour duquel vient s'enrouler la fibre et la force de tension superficielle. Cette tension mécanique est générée à la surface externe de tubes ou barreaux de verre sous l'effet de l'étirage et agit comme pour neutraliser les deux premières forces citées. Une étude théorique a permis d'estimer la valeur de ces forces pour l'étirage fictif d'un tube de silice de dimensions 20/25 mm dans des conditions standard. La force résultante d'étirage à la température de fibrage de la silice a été évaluée à 7,5 N, valeur très faible liée à la faible épaisseur du tube.

La modélisation de la formation du cône de coulée a également été réalisée via cette étude des forces d'étirage, qui a permis d'identifier une expression analytique du diamètre de la préforme/fibre en fonction de l'altitude dans l'enceinte du four (et donc de la température). La figure 2.7 illustre un exemple d'application (barreau de silice de diamètre 30 mm).

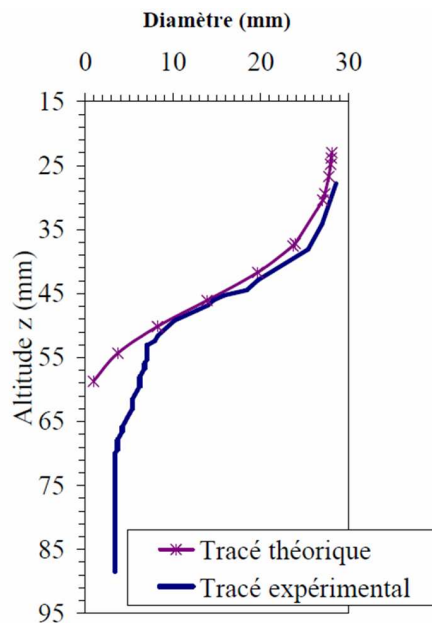


Figure 2.7 : Tracés de l'amincissement d'un barreau de silice au niveau de la zone du cône de coulée selon une expression analytique comparée à des relevés expérimentaux

Ces travaux de modélisation du gradient thermique dans une préforme doivent être approfondis : concordance des températures affichées et réelles, résolution en mode temporel pour observer le refroidissement de la préforme dans le four, fonctionnalité du modèle etc. En effet, il serait très intéressant de disposer d'un modèle qui aiderait soit à la sélection des paramètres de fibrage pour chaque type de préforme, soit à la visualisation du fonctionnement du four selon les paramètres de fibrages choisis et de leur impact sur la préforme et/ou la fibre optique. Il serait également intéressant de pouvoir estimer les contraintes internes générées dans la préforme ou dans la fibre optique au cours de l'étirage en combinant le programme thermique du four au module « Contraintes planes » de Comsol Multiphysics[®]. Ainsi, en faisant varier le couple température/temps de passage de la préforme dans le four lors de ces modélisations, nous pourrions obtenir des abaques propres à chaque géométrie de fibre et/ou chaque matériau utilisé pour l'élaboration de la préforme optique, que l'on consulterait avant chaque réalisation.

Cette étude pourrait ensuite être adaptée à la modélisation du fibrage de préformes multimatériaux à structures simples verre/silice ou microstructurées verre/air/silice en mode stationnaire ou temporel, du départ de goutte à l'enroulement de la fibre autour du tambour, à l'aide d'une combinaison des modules thermique, mécanique et optique. Il serait alors

possible d'appréhender des difficultés possibles de fibrage, de prévoir les performances optiques de la FOM réalisée et d'estimer les paramètres de fibrage adaptés à la diminution des contraintes thermomécaniques dans la structure.

Ces modélisations pourraient également tenir compte de la méthode utilisée pour concevoir la préforme optique qui peut avoir dans certains cas un impact sur l'étape de fibrage et les performances optiques de la fibre. C'est pourquoi il est important de sélectionner le procédé qui est adéquat aux matériaux, géométries et applications visées de la fibre optique.

II.2.2. Etat de l'art des procédés de fabrication de préformes optiques

La première fibre optique à gaine amorphe bas-indice a été réalisée fin 1956 par Larry Curtiss et Basil Hirschowitz. Depuis, de nombreuses méthodes de réalisation de fibres optiques ont été développées. Certaines sont encore utilisées actuellement et de nouvelles méthodes apparaissent encore. Une liste de quelques unes de ces techniques, présentées de manière chronologique, est donnée dans ce paragraphe.

II.2.2.1. Rod-in-Tube

Cette méthode consiste à réaliser une préforme en insérant des barreaux ou tubes dans un tube de maintien. La technique Rod-in-Tube [*Giminobu*] est généralement utilisée dans la réalisation de fibres 1D saut ou gradient d'indice.

L'avantage de ce type de montage est la facilité et la rapidité de l'assemblage d'une préforme. Toutefois, il est nécessaire de posséder des barreaux et tubes de dimensions et de nature appropriées, ce qui est contraignant notamment pour la conception de fibres optiques « hors normes ».

II.2.2.2. La méthode du Double Creuset

Il s'agit de la deuxième plus ancienne (avec le Rod-in-Tube) méthode de réalisation directe de fibres optiques, proposée par Midwinter en 1979 [*Midwinter*]. Deux creusets cylindriques sont encastrés l'un dans l'autre. Celui à la périphérie correspond au matériau constituant la gaine optique; le creuset au centre du système correspond au cœur de la fibre optique. L'augmentation de la température permet la fusion ou le ramollissement des deux matériaux, qui s'écoulent alors à travers les creusets. Un cône de coulée se forme et la fibre est étirée.

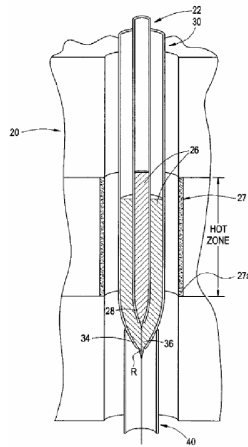


Figure 2.8: Schéma de la méthode du double creuset, breveté par Corning en 2002 [Anderson]

Cette méthode n'est actuellement plus utilisée, mais un procédé dérivé permet la fabrication industrielle de tubes de verre. Un creuset contenant le verre à former est chauffé à sa température de ramollissement et le verre en fusion « s'écoule » par un orifice dans le creuset pour former après trempe thermique un tube de verre. Toutefois, le creuset est constitué d'alliages réfractaires dont certains éléments peuvent réagir avec le verre en fusion. C'est pourquoi les tubes de qualité optique présentent des concentrations certes infimes mais existantes d'impuretés, telles que décrites dans le tableau 2.1 et que les creusets utilisés sont fréquemment renouvelés pour éviter cette contamination notamment amplifiée par les cycles successifs de chauffe.

Tableau 2.1 : Composition du verre ST10 de qualité optique [StGobain]

SiO₂	Al	B	Ca	Cr	Cu	Fe	K	Li	Mg	Na	OH
%	Ppm										
>99,9	16	<0,1	0,55	<0,08	<0,03	0,2	0,6	0,6	0,06	0,9	30

Dans le cas de la technique du Double Creuset, il a été reporté des fortes pertes optiques dans les fibres réalisées. En effet, le phénomène de contamination du verre par certains éléments constituant les creusets était également rencontré mais il y avait aussi contamination par diffusion des espèces entre les deux verres composant le cœur et la gaine optique de la fibre.

Pourtant, la méthode du Double Creuset présente une simplicité dans le concept et certains points forts tels que l'utilisation de matériaux uniquement là où ils sont nécessaires

(contrairement à d'autres méthodes qui imposent un gaspillage de matière lors du fibrage - reste de préforme après fibrage). Certains aspects de ce procédé seront donc repris pour la réalisation de fibres optiques multimatériaux.

II.2.2.3. Les méthodes de dépôts en phase vapeur

Le processus MCVD [*MacChesney*] (*Modified Chemical Vapor Deposition*) est un procédé dérivé du domaine de l'électronique qui consiste à déposer des couches successives de matière à l'intérieur d'un tube de silice extrêmement propre. Les dépôts sont le résultat de l'oxydation de précurseurs gazeux chlorés. Cette méthode est la plus couramment utilisée pour la conception de préformes silice dopée et garantit la pureté des composés. Toutefois, le dispositif est onéreux, la manipulation très longue et le Δn limité à $\sim 40 \cdot 10^{-3}$ au maximum.

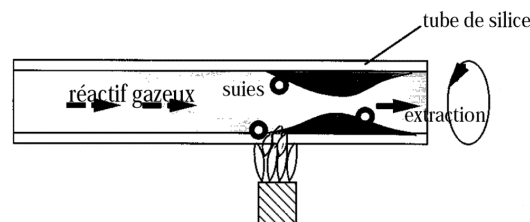


Figure 2.9: Méthode MCVD

D'autres procédés en phase vapeur peuvent être utilisés pour la conception de préformes.

La méthode OVPO (*Outside Vapor Phase Oxidation*) consiste à déposer des couches successives de matériaux, comme dans le cas du procédé MCVD. Néanmoins, ici, il s'agit de dépôts externes sur un barreau de matériau pur.

La méthode PCVD (*Plasma Chemical Vapor Deposition*) [*Lydtin*] est également une variante de la MCVD. Le chalumeau utilisé pour la MCVD est remplacé par un plasma interne induit par un réacteur micro-onde. Ce procédé assure une meilleure pureté des matériaux déposés et est plus rapide que la MCVD. Toutefois, l'investissement est très onéreux. Cette méthode est donc peu utilisée, seules les entreprises Philips et Draka y ont recours.

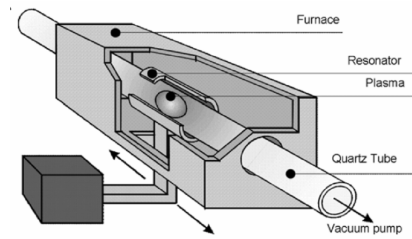


Figure 2.10: Méthode PCVD

Il existe bien d'autres procédés de réalisation de fibres par dépôt en phase vapeur qui n'ont pas été décrits ici, tels que la méthode VAD (Vapor Axial Deposition) qui consiste à réaliser simultanément le cœur et la gaine de la préforme par croissance axiale de la préforme, ou bien des procédés plus élaborés tels que la Flash Vaporization Method [Lenardic].

II.2.2.4. L'extrusion

L'extrusion est l'une des voies les plus basiques pour concevoir des préformes ou même directement des fibres plastiques ou de verres présentant un faible T_G . Pour permettre l'extrusion, il faut que la viscosité du matériau soit suffisante pour s'écouler à travers le moule mais le matériau ne doit pas être trop fluide pour conserver la géométrie imposée. Ceci impose alors un contrôle rigoureux de la température d'extrusion et une connaissance parfaite de l'évolution de la viscosité du matériau à extruder en fonction de la température.

L'extrusion est généralement utilisée pour la réalisation de fibres optiques à structure simple ou microstructurées composées de verres courts ou de polymères, qui présentent un faible T_G (verres chalcogénures, tellures, silicates de type SF de Schott etc.).

II.2.2.5. Le perçage

La technique du perçage [Dai] est utilisée principalement pour la conception de préformes microstructurées. A l'aide d'un foret, un barreau plein est percé en différents points dans le but de créer la structure à trous (holey preforms). Ce foret présente une pointe diamantée dans le cas d'un barreau plein de silice pure ou d'un autre matériau abrasif dans le cas d'un barreau constitué d'un verre plus tendre. Cette technique est très peu utilisée dans l'industrie des fibres optiques, car elle présente un certain nombre d'inconvénients. Il est par exemple impossible de réaliser des ponts de microstructures air/verre fins. Mais également, la préforme réalisée est de faible longueur, les contraintes mécaniques engendrées par l'action du forage peuvent induire des tensions irréversibles dans la préforme et l'état de surface des trous est irrégulier.

II.2.2.6. Assemblage par Stack-and-Draw

Cette méthode, présentée par Knight et coll. en 1996 [*Knight*] consiste à manchonner des capillaires creux de faible diamètre dans un tube extérieur de maintien. Elle présente quelques contraintes :

- La réalisation de préformes par la technique du Stack-and-Draw peut être relativement longue. Certains assemblages contiennent des centaines de capillaires creux agencés de telle façon que la structure de la maille élémentaire de la structure 2D est respectée (triangulaire ou hexagonale).
- L'épaisseur très fine des capillaires utilisés implique une grande fragilité de l'ensemble du montage.
- Enfin, ce procédé demande une grande pureté de la surface des capillaires à empiler : les « Stacks » sont préférentiellement réalisés en salle blanche où un système de ventilation adapté permet d'éviter le dépôt de poussières sur le montage. Si une poussière se trouve dans la préforme optique, elle peut engendrer une diffusion de la lumière dans la fibre optique et causer de fortes pertes optiques.

Néanmoins, il s'agit d'une méthode éprouvée qui permet d'obtenir, après étirage, des fibres microstructurées air/verre performantes.

II.2.2.7. Le procédé de fusion/attaque acide

Ce procédé a été développé par Falkenstein et coll. en 2004 [*Falkenstein*]. Il s'applique aux préformes pour la réalisation de fibres microstructurées air/verre à cœur creux ou plein.

Un « stack » est réalisé à l'aide de barreaux du verre optique et de tubes d'un verre dit attaquable (*etchable glass*) par acide nitrique. Un traitement thermique de la préforme à la température de ramollissement du verre optique est réalisé pour que les espaces interstitiels entre les barreaux se collapsent. La préforme ainsi uniformisée est ensuite plongée dans une solution d'acide nitrique pour que les tubes de verre emprisonnés dans la matrice optique soient attaqués et éliminés, créant la gaine microstructurée air/verre. La préforme est ensuite fibrée comme le serait une canne microstructurée standard.

Les auteurs ont montré que ce procédé était stable dans le temps puisque deux tronçons sélectionnés à une heure d'intervalle lors du fibrage présentaient les mêmes paramètres opto-géométriques. Au contraire, lors du fibrage de préformes Stack-and-Draw, il arrive que la

dimension des trous évolue à cause d'une surpression dans les capillaires qui les fait gonfler ou de la forte température de fibrage qui au contraire les fait se refermer sur eux-mêmes.

Cette méthode est intéressante dans le sens où deux matériaux de nature thermomécanique différente sont insérés dans une même structure et qu'un traitement thermique est réalisé sans que des fissures ou des contraintes thermiques ne se forment à l'interface entre les deux verres. Il se produit au contraire un effet d'adhésion parfaite du verre optique autour des tubes composés du verre attaquant.

Par contre, ce procédé impose une grande limitation dans le choix du verre qui constituera la future fibre optique. En effet, il faut que ce verre soit inattaquant par l'espèce chimique corrosive et qu'il ait une température de ramollissement plus faible (pour l'étape de traitement thermique) et un coefficient de dilatation proche (pour éviter la formation de contraintes) du verre qui sera intégralement attaqué par la même solution acide. De plus, les attaques acides dans les préformes optiques sont des étapes longues et peuvent engendrer l'insertion d'impuretés dans les préformes, qui provoqueraient l'augmentation des pertes optiques de la fibre ainsi réalisée.

II.2.2.8. La méthode Core Suction

La technique dite de Core Suction, développée par Goel dans les années 2000 [Goel], consiste à monter en température au-delà de son T_G le verre qui constituera le cœur de la fibre et à « l'aspirer » dans un tube creux à l'aide d'une pompe à vide. Cette méthode simple nécessite une faible quantité de matériau et ouvre de larges perspectives de réalisation de préformes dont le cœur est composé de matériaux vitreux optiquement intéressants.

Grâce à cette méthode, il est possible de réaliser des fibres optiques amplificatrices (par effet Raman) grâce à de forts dopages en ions terre rare dans le cœur de fibres composé de verres silicatés ou chalcogénés. Toutefois, la longueur des fibres testées en régime non linéaire n'a pas dépassé 5 cm à cause de leurs fortes pertes.

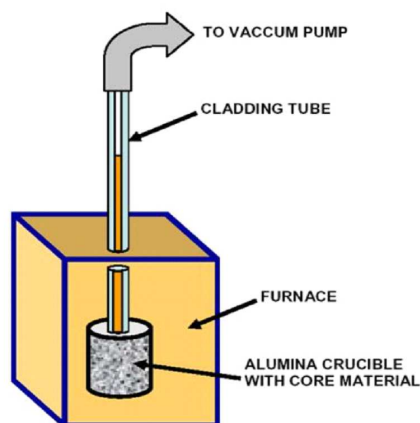


Figure 2.11 : Schéma de principe de la méthode Core Suction d'après [Goel]

La méthode Core Suction semble être adaptée à la réalisation de fibres optiques multimatériaux.

Des premiers tests de fabrication de FOM ont donc été lancés à XLIM avec cette méthode. La silice a été choisie pour la gaine optique et un silicate de plomb pour le cœur de la fibre. Le verre au plomb a été mis en fusion dans un four résistif tubulaire vertical et aspiré dans un tube de silice à l'aide d'une pompe à vide. La fibre optique ensuite étirée de cette préforme a montré des pertes optiques considérables. Cette forte atténuation est imputée en grande partie au matériau lui-même qui présentait une faible transmission optique.

La méthode Core Suction n'a pas été sélectionnée pour la réalisation de FOM pour plusieurs critères. Ce procédé ne permet l'utilisation que de verres à faible T_G car l'étape d'aspiration est réalisée à une température inférieure à celle du ramollissement de la silice qui constitue la gaine optique de la préforme. De plus, la hauteur d'aspiration du verre en fusion est en général faible (et est liée à la zone de chauffe constante des fours), ce qui implique une longueur de préforme fibrable peu importante.

L'idée d'utiliser le procédé Core Suction à XLIM n'est pas pour autant abandonnée et fera sous peu l'objet d'un projet DIL sur la réalisation de fibres optiques multimatériaux à l'aide de verres ou de métaux à faible température d'écoulement / de fusion (inférieure à 1100°C – température maximale de service du four résistif tubulaire vertical disponible à XLIM).

II.2.2.9. La méthode « Inverse Dip Coating »

Ce procédé de réalisation de préformes optiques a été développé à XLIM par Gurvan Brasse durant son doctorat. Cette méthode est basée sur l'élaboration de préformes optiques

par des dépôts successifs de couches minces dans un tube de silice de solution réalisée par voie sol-gel. Le rétreint de la préforme à cœur creux n'est pas réalisé avant mais pendant le fibrage, sous aspiration suffisante, contrairement à la méthode conventionnelle MCVD.

Le procédé sol-gel est une voie de fabrication de matériaux à température ambiante basée sur l'hydrolyse de précurseurs organiques. De fines particules (de l'ordre du nanomètre) se forment très rapidement dans le soluté et forment des agrégats. Lorsque ces amas restent en suspension dans la solution alcoolique, c'est le *sol* (d'apparence liquide visqueux). Au fil du temps, les agrégats occupent une fraction volumique de la solution de plus en plus grande et la viscosité du système augmente. Le liquide finit par se figer : c'est le *gel* (d'apparence massif). Les deux principaux avantages d'une telle technique sont la grande pureté des produits finis et la possibilité de réaliser des verres à température ambiante.

Des verres de silice dopés zircon et/ou ions erbium et/ou ions ytterbium ont déjà été fabriqués à XLIM. Les fibres optiques à structure simple réalisées à partir de ces verres présentaient des pertes optiques de l'ordre du dB/m [*Brasse, Restoin*]. Ce résultat a été très encourageant pour la poursuite du développement de fibres optiques à XLIM à partir du procédé sol-gel. L'état de l'art présente quant à lui une fibre monomode standard de type SMF réalisée en 1989 par voie sol-gel dont les pertes optiques s'élevaient à 0,43 dB/km à 1300 nm [*Kitagawa*]. Ceci montre bien l'aptitude de la voie sol-gel à l'élaboration de composés purs.

Au cours de mon doctorat, j'ai participé à l'élaboration d'une composition sol-gel de silice dopée 5% molaire aux ions bismuths dans le but de réaliser une fibre optique à luminescence large bande pour des applications de transmission de données par multiplexage en longueurs d'onde. Des verres de silice, composés d'alumine et de chaux, dopés aux ions bismuths ont montré des luminescences stimulées large bande allant de 1000 à 1600 nm par excitation centrée à 800 nm [*Ren*]. En règle générale, les ions métalliques autorisent des émissions plus larges bandes que les ions terre rare pour lesquels une largeur spectrale de 100 nm est difficilement atteinte et ne peut pas être dépassée [*Ren*].

Cette solution de silice dopée 5% molaire aux ions bismuths a permis la fabrication d'une préforme optique élaborée par « Inverse Dip Coating » en salle blanche qui a été étirée à 1800°C sous faible aspiration (5 kPa). La fibre optique ainsi réalisée présentait 3 cœurs de petite taille disposés selon un arrangement triangulaire. La dépression appliquée en haut de la préforme a du contribuer à l'obtention d'un cœur en forme de « trèfle à trois feuilles » en provoquant un collapsage du cœur de la préforme dans la zone de chauffe du four. Ce

phénomène était également lié au nombre de couches déposées, trop faible pour conserver la géométrie circulaire du cœur.

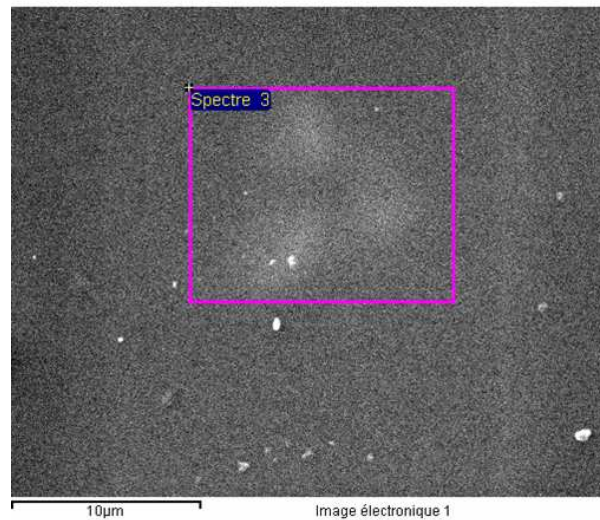


Figure 2.12 : Image au MEB du cœur de la fibre optique SiO_2 :5%mol $\text{Bi}^{3+}/\text{SiO}_2$ réalisée par « inverse dip coating »

Ce travail est actuellement repris au laboratoire par un nouvel étudiant qui a débuté cette année son doctorat sur la réalisation de fibres optiques par voie sol-gel à partir de silice dopée aux nanoparticules de zircon et ions métalliques.

Cette expérience m'a permis de développer des compétences dans la formulation et la préparation de compositions verrières par voie sol-gel. Dans le cadre du développement des FOM, il serait intéressant d'élaborer à XLIM des verres optiques originaux et performants. Toutefois, l'utilisation du procédé « Inverse Dip Coating » pour la fabrication de préformes multimatériaux implique la réalisation du verre par voie sol-gel (plusieurs mois de développement) et le dépôt de nombreuses couches régulières en fonction du diamètre de cœur souhaité.

II.2.2.10. Limites des procédés conventionnels pour la réalisation de FOM

Nous prévoyons de réaliser nos fibres optiques multimatériaux à partir de différents verres performants, commerciaux ou bien issus de compositions verrières originales. Ceci exclut l'élaboration de nos préformes multimatériaux par les procédés Rod-in-Tube, Perçage ou Stack-and-Draw qui requièrent des tubes et/ou barreaux composés de ces verres inédits et

n'existent pas dans le commerce. De plus, nous nous intéresserons plus particulièrement à des verres à forts indices linéaire et non linéaire, ce qui élimine également les voies par dépôt en phase vapeur (MCVD dont la limite est de l'ordre de 40.10^{-3} pour le Δn).

Parmi les procédés non cités dans ce paragraphe, il existe des méthodes qui emploient des matériaux sous forme de poudre pour réaliser des préformes optiques ou directement des fibres. C'est au niveau de ces procédés que nous avons porté notre attention pour la réalisation des FOM.

II.2.3. Les procédés poudre

La plupart des matériaux proposés dans le commerce se trouvent sous forme de poudre. Si un verre est vendu sous une forme massive (cas des verres Schott par exemple), un simple broyage est nécessaire pour le transformer en grains de poudre. Au contraire, la réalisation de barreaux ou de tubes à partir de matières premières sous forme de poudres ou de plaques requiert une étape supplémentaire de fusion/coulage.

L'utilisation de poudres pour la fabrication de préformes optiques autorise donc un bien plus large choix de matériaux comparé aux autres procédés conventionnels.

Deux procédés poudres ont déjà été proposés dans l'état de l'art. L'un fait l'objet d'une utilisation industrielle pour la réalisation de fibres optiques monomodes standard. L'autre est employé à un niveau plus académique. Pour le développement des FOM à XLIM, nous avons fait le choix technologique de développer un troisième procédé poudre original et efficace, basé sur une combinaison du principe des deux méthodes existantes.

Mais l'utilisation de verres sous forme de poudre implique de prendre des précautions particulières lors de l'étape de fibrage. En effet, la pureté, la granulométrie et la porosité des grains de poudre doivent être contrôlées pour autoriser la réalisation de tronçons décimétriques de FOM à faibles pertes optiques. C'est pourquoi il convient de s'intéresser dans un premier temps aux propriétés de l'état granulaire et aux procédés d'élaboration des verres avant de décrire dans un second temps la préparation des préformes multimatériaux à l'aide du Procédé Poudre Modifié développé à XLIM durant mon doctorat.

II.2.3.1. Méthodes de fabrication de poudre de verres

Le procédé le plus couramment utilisé pour la conception de verres est celui qui combine broyage/mélangeage et fusion du mélange vitrifiable. Les étapes successives de concassage assurent un mélange homogène des constituants du verre. Ce procédé se finalise soit par le coulage du verre en fusion dans un moule soit par le broyage du verre sous forme de poudre à granulométrie contrôlée. Dans l'industrie, une seule étape de fusion est en général utilisée avant le formage du verre.

La méthode de broyage/mélangeage et fusion du mélange vitrifiable est dérivée du « melt-quenching » qui correspond à la trempe thermique d'un mélange vitrifiable pour amorcer la vitrification du matériau.

Les matériaux amorphes peuvent également être réalisés à température ambiante par voie sol-gel. Le verre ainsi élaboré est réduit sous forme de poudre lorsque le sol ou le gel est séché à l'étuve (accélération de l'évaporation du solvant). L'institut XLIM dispose d'une salle blanche, d'une boîte à gants à atmosphère contrôlée et du matériel nécessaire à l'élaboration de composés par voie sol-gel. La conception de verres d'une grande pureté en interne combinée à un procédé de fabrication de préforme/fibre optique adapté à ce type de matériaux laisse donc envisager une grande liberté dans le choix des verres optiques pour la réalisation de fibres à faibles pertes, multimatériaux ou non, à structure simple ou microstructurées originales et performantes pour les applications visées.

D'autres méthodes permettent la fabrication académique ou industrielle de poudres de verre. Parmi celles-ci, nous pouvons citer la technologie plasma thermique. L'utilisation des plasmas dans l'industrie du verre connaît ces dernières années un fort essor. Cette technique autorise de fortes températures (3000 à 15000°C) sur des zones très restreintes, par action d'une source électrique (arc électrique ou chauffage par induction) sur un gaz emprisonné dans l'enceinte du four. Les matériaux précurseurs sont insérés dans le four plasma et y sont vaporisés (*flash vaporization*). En sortie de four, ils subissent une trempe thermique entraînant leur nucléation sous forme de « billes » sphériques et denses (non poreuses) de taille micrométrique à submicrométrique. Parmi les entreprises leader de la technologie du plasma inductif, *Tekna Plasma Systems Inc* commercialise des poudres de verres, de céramiques ou de métaux et est également spécialisée dans l'élaboration de nanopoudres.

Dans un rapport du GRASP de l'Université de Liège [*ProjetARC*], il est explicité que les poudres constituent (un peu comme le verre en somme), un état de la matière autre que les solides, les liquides ou les gaz.. En effet, les matériaux granulaires « *s'écoulent dans un récipient à la manière d'un liquide visqueux mais le compactage de granulés dans le récipient conduit à la formation de structures quasi-périodiques proches de celles trouvées dans les solides désordonnés* ». L'utilisation de procédés poudre pour la réalisation de préformes optiques implique alors de bien connaître et comprendre le comportement granulaire des poudres de verre utilisées.

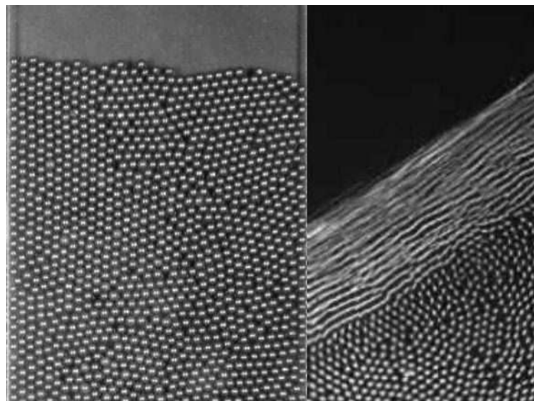


Figure 2.13 : Illustrations de l'Université de Liège quant aux divers comportements de la matière granulaire : empilement quasi-compact tel un solide (à gauche) ; écoulement tel un liquide (à droite)

II.2.3.2. Caractérisation des matériaux granulaires

Une poudre est en général caractérisée par :

- sa composition chimique, sa pureté
- sa granulométrie
- sa porosité / sa compacité.

II.2.3.2.1. La pureté d'une poudre

L'un des principaux facteurs de pertes dans les verres est la concentration en impuretés, et plus spécifiquement celle des groupements hydroxyles. En effet, l'atténuation peut être augmentée de presque un ordre de grandeur sur tout le spectre allant du visible à l'infrarouge proche à cause de la présence de ces -OH. Il a été estimé qu'une concentration d'1 ppm OH correspond à une atténuation de 10 dB/m à la longueur d'onde 2,72 μm [*Humbach*]. Dans le

cas de fibres optiques, une telle contamination peut être due à la diffusion d'espèces de la gaine optique (en général, de moins bonne qualité) vers le cœur de la fibre (et une augmentation de la température du système favorise le déplacement des groupements -OH), à leur présence dans les matières premières utilisées ou à l'humidité ambiante. Un traitement thermique des poudres à haute température et en atmosphère contrôlée (sous hélium et/ou chlorination à chaud par exemple) permet leur élimination en tout ou partie. Pour conserver le faible taux d'impuretés, les poudres recuites doivent ensuite être stockées en atmosphère neutre (ampoule d'argon en général) et manipulées en boîte à gants sous flux d'argon.

La pureté d'une poudre, si elle doit être utilisée pour la réalisation de fibres optiques, est donc un paramètre essentiel.

II.2.3.2.2. La granulométrie d'une poudre

La granulométrie d'une poudre représente la répartition de la taille de ses grains. Ces derniers peuvent être de taille nanométrique (on parle alors de poussière ou de nanopoudre), micrométrique (dénomination de poudre pour des grains de diamètre $< 500 \mu\text{m}$) ou millimétrique (fragments, morceaux).

Elle est généralement mesurée à l'aide d'outils laser. Les grains de la poudre à tester sont mis en suspension dans un courant d'air ou dans un liquide (selon que la poudre soit « collante » ou pas) et traversés par un faisceau laser. Selon la dimension des grains, le rayon est diffracté et l'ensemble des rayons diffractés par l'ensemble des particules de tailles différentes est collecté par des photodiodes. L'analyse de ces données permet d'établir l'étude granulométrique d'une poudre à l'aide de courbes de répartition granulométrique et de courbes dites en « S » ou en semi-log.

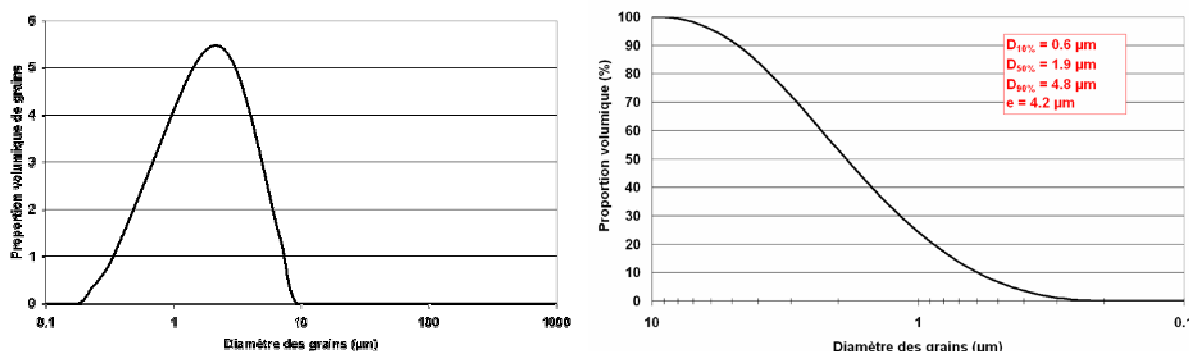


Figure 2.14 : Exemples de courbes granulométriques : courbe de répartition granulométrique à gauche ; courbe en « S » ou en semi-log à droite.

La courbe de répartition granulométrique représente la proportion volumique de chaque taille de grains. Dans la figure 2.14, un peu plus de 4% vol des grains de la poudre ont un diamètre mesuré à 1 μm par exemple. La courbe en « S » ou en semi-log représente la répartition volumique de la taille des grains de la poudre étudiée. C'est sous cette forme qu'est généralement exposée la granulométrie d'une poudre. Cette courbe permet d'extraire des données telles que :

- Le diamètre médian : 50% des grains présentent un diamètre plus faible que la valeur du $D_{50\%}$
- Les diamètres $D_{10\%}$ et $D_{90\%}$ suivent le même principe de définition : 90% des grains ont un diamètre plus petit que $D_{90\%}$
- L'écart granulométrique $e = D_{90\%} - D_{10\%}$ est un bon indicateur de l'homogénéité d'une poudre : plus e sera faible, plus la poudre sera dite homogène.

Une analyse granulométrique de chacune des poudres de verre que nous utiliserons pour la réalisation de nos FOM a été effectuée pour connaître leur comportement granulaire. Ces mesures ont été réalisées à l'aide d'un granulomètre laser disponible à l'ENSCI.

Mais ce type de mesures ne permet pas de déterminer la porosité totale des poudres. Il existe une porosité dite interne, présente dans les grains de poudre eux-mêmes.

II.2.3.2.3. Porosité interne des grains de poudres

Un grain de poudre présente une porosité interne, qui correspond aux aspérités, fissures ou cavités qui se trouvent à la surface ou à l'intérieur du grain.

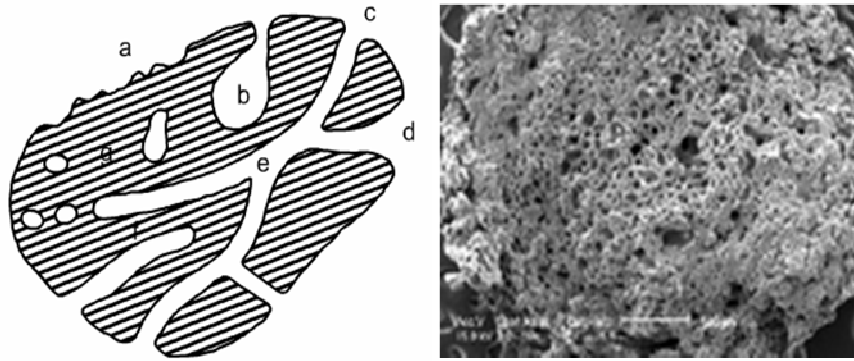


Figure 2.15 : A gauche : illustration d'un grain poreux (notions d'aspérités, de pores ouvert et fermé) ; A droite : Grain de poudre de polystyrène extrudé poreux [STP]

La porosité interne des grains, si elle est élevée, influence beaucoup le comportement de la poudre à haute température. En effet, dans le cas de l'illustration de la figure 2.15, le volume occupé par ce grain poreux une fois fondu, sera bien plus faible que celui à l'état granulaire.

La porosité interne d'une poudre peut être mesurée de manière indirecte en estimant la surface spécifique des grains. Ce paramètre correspond à la superficie réelle d'une particule en tenant compte des aspérités et des pores ouverts (un pore fermé est une cavité à l'intérieur du grain, sans contact avec l'extérieur). Il s'agit de la surface du grain pour laquelle des réactions d'ordre chimique avec d'autres composés sont possibles. Elle traduit donc sa réactivité. Plus la surface spécifique sera élevée et plus la poudre sera réactive et par exemple sera sensible à l'humidité ambiante. C'est pourquoi il faut conserver et manipuler les poudres réactives sous une atmosphère neutre et sèche (boîte à gants).

La surface spécifique S_s d'une poudre s'exprime en m^2/kg . Elle est mesurée à partir d'appareils spéciaux. Par exemple, la méthode de Brunauer, Emmett et Teller (BET) consiste à insérer une certaine quantité de poudre de densité connue dans une enceinte close dans laquelle l'air est remplacé par un gaz (en général de l'azote) et à mesurer le volume de gaz injecté dans l'enceinte.

$$V_{enceinte} = V_{gaz\ injecté} + V_{poudre} - V_{pores}$$

Pour éliminer cette porosité interne, les grains d'une poudre peuvent être densifiés en traitant le matériau à haute température en atmosphère contrôlée. C'est le cas par exemple de la technologie par plasma induit [Boulos].

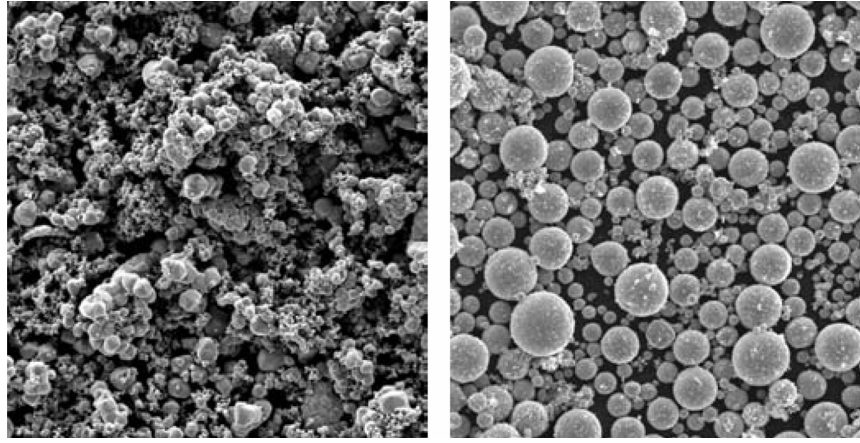


Figure 2.16 : Densification et sphéroïdisation de grains de poudre de molybdène par technologie plasma induit par la société *Tekna Plasma Systems Inc. [Boulos]*

L'utilisation de poudres pour la réalisation de préformes optiques nécessite donc une bonne connaissance de leur porosité qui influence le comportement de la poudre à haute température lors de l'étape de fibrage. La dilatation de l'air emprisonné entre les grains d'une poudre poreuse provoque la formation de bulles néfastes au bon déroulement du fibrage et aux performances optiques de la fibre.

Il faudra donc veiller au compactage de la poudre lors de la préparation de préformes optiques. Ce compactage tend vers un optimum lorsque l'écart granulométrique d'une poudre est soit très faible (poudre homogène), soit très élevé (poudre très inhomogène). Dans le premier cas, tous les grains font la même taille et leur empilement est supposé idéal. Dans le second cas, ceci traduit la présence de très gros grains et de très petits à la fois. Les très petits grains viennent alors combler les interstices formés par l'empilement des très gros grains (en supposant des grains sphériques).

II.2.3.2.4. La compacité d'une poudre

On définit par compacité, dans le cas de matériaux pulvérulents, la proportion de matière solide des grains dans un volume donné. La porosité d'une poudre est donc le terme inverse (proportion d'air ou de fluide emprisonné entre les grains de poudre). La théorie montre que pour les empilements compacts idéaux, la compacité maximale possible est de 74% $\left(\frac{\pi}{3\sqrt{2}} \right)$

mais à ce jour, aucune expérience n'a pu démontrer une compacité de poudre supérieure à 64%.

La compréhension de ces paramètres caractéristiques de l'état granulaire seront nécessaires à la bonne préparation de préformes optiques par des procédés basés sur l'utilisation de poudres de verre et ensuite à la stabilité de l'étape de fibrage.

II.2.3.3. Réalisation de préformes optiques à partir de poudres de verre

Les deux méthodes basées sur l'utilisation de poudres de verre à des niveaux industriel ou académique, que sont les procédés Powder-in-Tube [*Ballato*] et GFCVD [*Pedrido*], seront présentées dans ce paragraphe. Mais nous nous intéresserons dans un premier temps à la technique du Double Creuset qui offre également la possibilité d'utiliser des précurseurs sous forme de poudre.

II.2.3.3.1. Retour sur la méthode du Double Creuset

L'utilisation de matières premières pulvérulentes pour la méthode du Double Creuset illustre bien les deux phénomènes nuisibles les plus courants qui peuvent se produire lors du fibrage de poudres. Et ce sont ces deux actions néfastes, qui, en plus des fortes pertes optiques souvent remarquées, ont contribué à l'abandon de ce procédé pour la réalisation de fibres optiques performantes. Au contraire, ils peuvent être maîtrisés à plus grande échelle lors de la réalisation de tubes de verre de qualité optique.

Toute poudre présente une porosité (nous l'avons vu, d'au moins 26% de son volume total). De l'air est donc emprisonné entre ses grains dont l'empilement est plus ou moins compact. Lorsque la température est élevée, d'autant plus sur une courte durée, l'air se dilate fortement ce qui entraîne la formation de bulles dans le creuset. Ces bulles ne peuvent pas s'évacuer par évaporation à cause de la matière dense qui se trouve dans le réservoir. Elle est donc soit évacuée vers le bas et se trouve emprisonnée dans la fibre optique trempée (si elle se trouve dans le cœur, cela induit de fortes pertes optiques), soit piégée dans le « goulot » du creuset ce qui peut entraîner l'arrêt de l'alimentation du creuset en poudre de verre.

Un deuxième phénomène nuisible à la méthode du Double Creuset correspond cette fois à l'écoulement de la poudre du réservoir vers la partie du creuset qui se trouve dans la zone de chauffe du four haute température. Des effets variés selon la taille ou la composition des grains peuvent se produire lors d'écoulement de poudres, tels que la ségrégation de la poudre, c'est-à-dire la séparation des particules selon leur taille ou bien la formation de « bouchons » qui obstruent l'écoulement [ProjetARC].

Le phénomène de ségrégation peut se produire entre deux poudres de nature différente ou bien au sein d'une même poudre dont la distribution en taille des grains est étendue.



Figure 2.17 : Exemple de ségrégation dans le cas de poudres de densité différente (billes de céramiques blanches plus grosses et plus lourdes que les grains de sable noir) après vibration du mélange homogénéisé. [Projet ARC]

Le procédé du Double Creuset présente de nombreux inconvénients (contamination, mauvais écoulement des poudres, méthode non applicable à la silice pure), mais il a l'avantage de ne nécessiter qu'une faible quantité de matériaux pour la réalisation de fibres optiques. C'est pourquoi le principe d'utiliser des poudres de verre pour la préparation de préformes optiques a été étudié par la suite et que deux autres méthodes ont été développées autour de la thématique des verres sous forme de poudre. L'une est utilisée dans l'industrie et ne concerne que la gaine optique des préformes et l'autre est encore au stade de développement et propose une technique simple de remplissage de tubes épais par de la poudre de verre.

II.2.3.3.2. La méthode Powder-in-Tube

En 1995, Ballato et Snitzer [Ballato] présentent la méthode Powder-in-tube. Ce procédé consiste à remplir un tube épais de silice avec de la poudre de verre dopé.

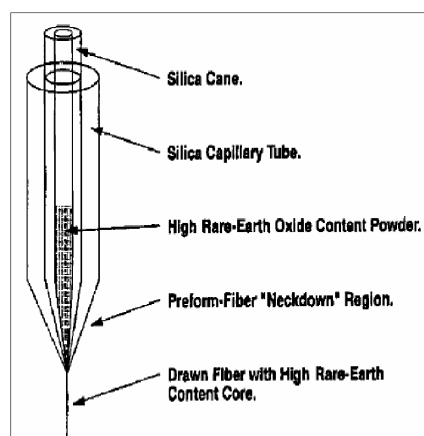


Figure 2.18 : Principe de la méthode Powder-in-Tube [Ballato]

Leur but était de réaliser une fibre optique dont le cœur était fortement dopé aux ions terre rare et la voie MCVD ne pouvait pas convenir à ce type de réalisation, puisque le taux de dopage maximal de cette méthode est limité à 15 % massique à cause de la diffusion des ions terre rare dans les couches déposées et du taux en alumine nécessaire pour stabiliser ces ions dopants. La méthode du double creuset n'était pas non plus adaptée à cause du fort risque de contamination par diffusion des espèces du cœur vers la gaine optique et vice versa.

La méthode Powder-in-Tube ne présente pas de tels inconvénients. Une fibre optique dont le cœur est composée d'un verre de silice très fortement dopé (54% Tb_2O_3 , 27% SiO_2 , 18% Al_2O_3 , 1% Sb_2O_3 en pourcentage massique) a ainsi pu être réalisée avec succès sur une très grande longueur (250 mètres). Malheureusement, les pertes optiques de cette fibre étaient très élevées à tel point qu'elles n'ont pas pu être mesurées. Aucune étude n'a quantifié les pertes liées soit au matériau soit à la méthode elle-même.

Le procédé Powder-in-Tube est repris depuis quelques années pour la réalisation de fibres optiques à cœur cristallin ([Scott], avec un cœur en silicium et une gaine en silice pure pour des applications dans l'électronique – semiconducteurs - ne nécessitant pas des tronçons de grande longueur).

II.2.3.3.3. La méthode GFCVD

Ce procédé industriel de fabrication de fibres optiques a été développé par Carlos Pedrido en 2005 [Pedrido]. Cette méthode consiste à réaliser le cœur de la préforme par voie MCVD

et la gaine optique de la préforme est constituée de poudre de silice d'une grande pureté maintenue dans un tube en silice. Une étape de vitrification est effectuée avant le fibrage pour consolider la gaine de la préforme et uniformiser le compactage de la poudre. Pendant cette étape de vitrification, la préforme est mise en rotation autour de son propre axe central dans un four haute température. Elle est ensuite fibrée dans les conditions habituelles.

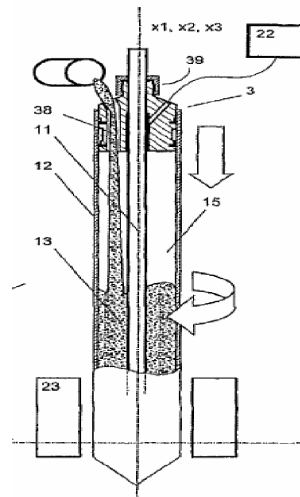


Figure 2.19 : Principe de la méthode GFCVD [Pedrido]

Ce procédé est utilisé par l'entreprise Silitec Fibers SA (anciennement Dätwyler Fibre Optics SA), dépositaire du brevet, pour la réalisation notamment de fibres optiques monomodes standard.

Les deux procédés poudres présentés ici ne font pas l'objet d'une utilisation courante dans l'industrie à cause des fortes pertes optiques vis-à-vis du procédé MCVD pour l'un et de l'exclusivité par dépôt de brevet pour l'autre. De son côté, la réalisation académique de fibres optiques fait peu appel aux procédés cette fois-ci d'utilisation industrielle tels que les voies CVD qui sont très coûteuses et n'autorisent pas la fabrication de préformes à fort Δn , nécessaires pour la réalisation de fibres optiques non linéaires (ce sont généralement des PCF).

Dans le cas des FOM, les très faibles pertes optiques sur un large spectre ne sont pas une condition *sine qua non* puisque certaines applications visées (défense, médical, capteurs etc.) ne nécessitent que des tronçons décimétriques de fibres. Dans ce cas de figure, des pertes de l'ordre de 0,1 à 1 dB/m sont acceptables, contrairement aux applications télécoms pour lesquelles l'atténuation des fibres ne doit pas dépasser quelques dixièmes de dB/km.

Les méthodes poudre présentées ici peuvent être adaptées à la réalisation de fibres optiques multimatériaux car elles autorisent la fabrication de préformes à plus faible coût de production que les voies CVD par exemple et n'imposent aucune limite dans le choix du verre optique pour le ou les cœurs des FOM (grande disponibilité commerciale des poudres). La possibilité de concevoir des matériaux par les voies sol-gel ou melt-quenching à XLIM permettra de plus l'utilisation de verres de grande pureté, et même de verres dopés (dopage ionique de type terre rare ou métaux de transition ou dopage particulière de type nanoparticules métalliques). Il est également possible de combiner un procédé poudre avec les méthodes de Rod-in-Tube ou de Stack-and-Draw. La combinaison de ces techniques consisterait à insérer un ou plusieurs tubes remplis de poudre à la place de capillaires d'un « Stack » pour la réalisation de fibres microstructurées verre(s)/air/silice à forts Δn , coefficient non-linéaires et résistance mécanique.

Toutes ces considérations nous ont invité à relever le défi technologique de développer à XLIM un procédé poudre pour la réalisation de FOM ou de fibres optiques plus conventionnelles. Un grand travail d'ingénierie a été alors nécessaire pour stabiliser et valider le Procédé Poudre Modifié (PPM), dont le principe est issu d'une combinaison des concepts Powder-in-Tube et GFCVD.

II.3. LE PROCEDE POUFRE MODIFIE

II.3.1. Principe

La préforme est exclusivement constituée de matériaux sous forme de poudre qui sont maintenus par deux tubes de silice (un tube extérieur et un tube séparant la gaine et le cœur de la préforme). La disponibilité des tubes et barreaux de silice dans le commerce a positionné notre choix pour le matériau constituant la gaine de nos FOM.

La figure 2.20 schématise une préforme réalisée par le Procédé Poudre Modifiée.

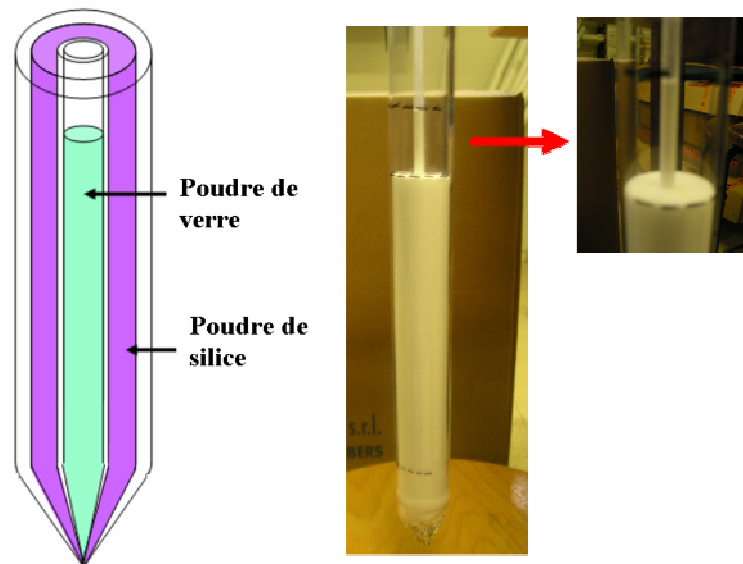


Figure 2.20 : Schéma d'une préforme préparée par le Procédé Poudre Modifié

Le montage d'une préforme optique via ce procédé consiste à positionner un capillaire de silice constitué de poudre de verre optique (cœur de la préforme) et à verser de la poudre de silice pure entre les deux (gaine optique de la préforme).

La préforme présente à son extrémité inférieure un morceau de barreau de silice non poreux. C'est au niveau de ce massif qu'est initié le départ de goutte lors du fibrage. En effet, la rampe de montée en température du four à induction de la tour de fibrage est élevée (souvent de l'ordre de $400^{\circ}\text{C}/\text{min}$). Sous l'effet de ce choc thermique, la porosité d'une poudre provoque le gonflement de la préforme avant même que le cône de coulée ne se forme, fragilisant la préforme et entraînant sa cassure au niveau de la zone de chauffe du four.

L'utilisation de poudres pour ce procédé implique donc de prendre en compte des précautions pour le bon déroulement de l'étape de fibrage et la stabilité mécanique et les performances optiques de la fibre réalisée.

II.3.2. Considérations technologiques

Chaque étape de fabrication d'une préforme à l'aide du Procédé Poudre Modifié doit être adaptée à la nature du verre utilisé (son coefficient de dilatation thermique, sa température de transition vitreuse, sa granulométrie etc.). En effet, certaines configurations requièrent par exemple une étape supplémentaire de traitement thermique de la préforme avant fibrage.

D'autres nécessitent en plus l'application d'une dépression légère ou forte par le haut de la préforme pendant le fibrage.

Ces deux considérations technologiques permettent de limiter la formation de contraintes thermomécaniques ou de bulles dans les fibres optiques réalisées.

II.3.2.1. Impact de la porosité des poudres sur la validité du PPM

La validation d'un procédé de fabrication de fibres optiques passe par l'étude de tous les effets néfastes qui peuvent se produire pendant la conception de la préforme ou son étirage et d'apporter des solutions pertinentes pour éviter ou diminuer l'impact de ces effets sur les performances optiques des fibres réalisées.

La porosité d'une poudre dépend de son homogénéité granulométrique. Elle sera faible dans le cas de poudres très homogènes ou très inhomogènes. Au contraire, une forte porosité dans la poudre initiale peut causer la formation de bulles dans la fibre optique finale. Il convient alors dans ce dernier cas de réaliser une étape de consolidation/vitrification/dégazage de la préforme optique avant fibrage.

II.3.2.1.1. Ajout d'une étape de traitement thermique avant fibrage

Lorsque des poudres de verre sont soumises à une forte température puis refroidies, le comportement du verre en cours de solidification est différent selon que la matière vitreuse soit de type court ou long. Une chute de température de 10°C entraîne une plus forte augmentation de la viscosité du verre court que dans le cas du verre long. L'air emprisonné entre les grains a donc « moins de temps » pour s'évacuer puisque le verre se fige plus rapidement. Le refroidissement brusque au cours du fibrage d'une poudre de verre dit court engendre alors plus facilement la formation de bulles d'air emprisonnées dans le bloc vitreux.

Pour ce type de verres, l'ajout d'une étape de consolidation avant fibrage permet l'élimination d'une grande quantité de bulles dans le cœur de la fibre optique. Il s'agit de porter la poudre de verre, déjà insérée dans la préforme optique, à une température légèrement supérieure à son T_G . La poudre devient alors compactée formant un barreau poreux (que l'on peut comparer grossièrement à une éponge fossilisée). A cette température, le verre ne fond pas mais la surface de ses grains peut se ramollir légèrement, entraînant une adhésion avec les

grains environnants. La préforme est ensuite fibrée sous forte aspiration pour assurer l'évacuation de l'air.

La durée du traitement thermique doit être assez longue pour que le phénomène de compactage se produise mais ne doit pas être trop longue pour éviter le développement de phases cristallines dans le verre.

Sa température doit également être bien maîtrisée puisqu'aux alentours de la transition vitreuse d'un verre, tout refroidissement d'une dizaine de degrés fait doubler la viscosité du verre. Cette zone est celle où la courbe viscosité-température des verres connaît son point d'inflexion.

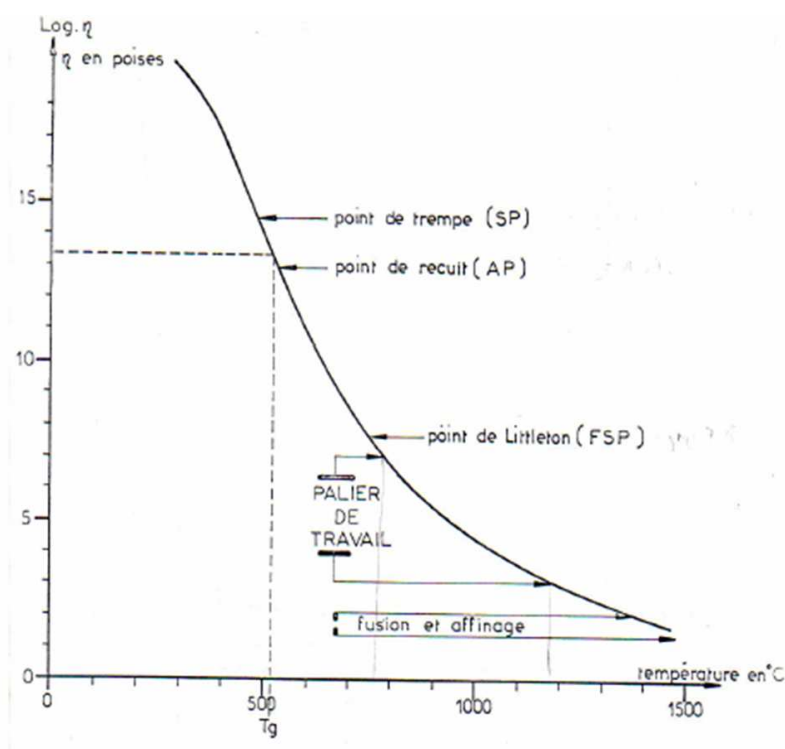


Figure 2.21 : Courbe viscosité-température d'un verre sodocalcique

Dans le cas du verre N-SF6 par exemple (verre silicate de plomb commercialisé par Schott), l'étape de consolidation de la préforme {poudre de verre N-SF6 insérée dans un tube de diamètre interne 3 mm en silice} a été réalisée à 600°C pendant 2 heures (verre dont le T_G est estimé à 589°C).

Cette étape de consolidation peut être réalisée à XLIM à l'aide de deux fours résistifs tubulaires différents (voir tableau 2.2).

Tableau 2.2 : Principales caractéristiques des fours résistifs tubulaires utilisés à XLIM pour la consolidation de poudres avant fibrage

	Marque	Température maximale de service (°C)	Zone de chauffe constante (+/- 2°C)	Rampe de chauffe	Rampe de refroidissement
Four 1	Carbolite	1150°C	26 cm	Max 1000°C/h	400°C/h (naturel)
Four 2	Nabertherm	1850°C	17 cm	Max 200°C/h	400°C/h (naturel)

Prenons maintenant le cas d'un verre long. Nous avons étudié le comportement à haute température d'une poudre de verre silice-oxyde de germanium. GeO_2 est un composé qui se gazéifie facilement, des bulles apparaissent alors rapidement lorsqu'un tel verre est chauffé à haute température. On dit que le verre « dégaze » facilement. Une étape de vitrification est alors conseillée pour éliminer ce gaz (qui n'est pas de l'air) avant fibrage. Elle est effectuée à 1650°C, c'est-à-dire bien au-delà du T_G du verre (estimé à 800°C). En dessous de 1650°C, des tests montrent la présence de bulles dans la poudre qui n'est pas compactée. A partir de 1650°C, la structure de la poudre vitrifiée est compacte, comme en témoigne la figure 2.22. Des « nanobulles » sont toutefois présentes dans la zone vitrifiée, qui après étirage, auront sans doute disparues ou seront trop petites pour entraîner une diffusion de la lumière transmise dans le cœur de la fibre optique.

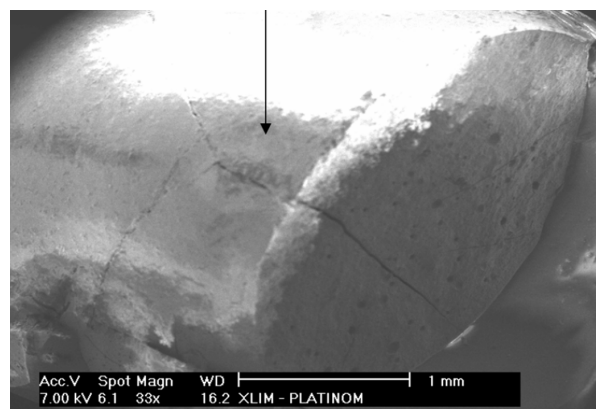


Figure 2.22 : Photographie au MEB d'une préforme poudre composée de verre $\text{SiO}_2/\text{GeO}_2$ après traitement thermique à 1650°C

Les paramètres temps/température sélectionnés pour le traitement thermique de ces deux préformes poudre ont été déterminés à l'aide d'essais appuyés par une étude théorique sur la formation/l'élimination des bulles d'air / de gaz dans un matériau visqueux.

II.3.2.1.2. Etude théorique de la formation/élimination des bulles

Nous ferons une étude analogue à celle réalisée par Liger-Belair [*Liger-Belair_01, Liger-Belair_02*] sur le comportement des bulles de champagne versée dans une coupe. L'équation traduisant le mouvement d'une bulle de champagne qui remonte à la surface du verre avec une vitesse U est :

Force de frottement + Poussée d'Archimède + Force de masse ajoutée = 0

$$-\frac{1}{2}C_D\rho U^2\pi R^2 + \frac{4}{3}\rho g\pi R^3 - \frac{2}{3}\rho\pi R^3\left(\frac{dU}{dt} + \frac{3U}{R}\frac{dR}{dt}\right) = 0$$

avec $C_D = \frac{8gR}{3U^2}$ le coefficient de traînée d'une bulle, ρ et η représentent la densité et la viscosité du fluide, g la constante de pesanteur et R le diamètre de la bulle.

Il montre ainsi que selon le diamètre de la bulle, la vitesse d'ascension est de l'ordre de quelques millimètres par secondes (1 cm/s pour un rayon de 100 μm , 0,2 cm/s pour un rayon de 40 μm). De même, la vitesse augmente au fur et à mesure de la remontée de la bulle vers la surface. Ceci est dû au nombre de Reynolds ($Re = \frac{2\rho RU}{\eta}$) du fluide qui augmente avec la profondeur. Le nombre de Reynolds traduit la nature du régime d'un écoulement : pour de fortes valeurs de Re , le régime est dit turbulent, les forces d'inertie sont prépondérantes aux forces de viscosité. Le phénomène inverse est appelé régime laminaire ($Re < 2000$). Dans le cas du champagne, le nombre de Reynolds a été mesuré à 100 à 10 cms de profondeur et 0,01 en surface du verre.

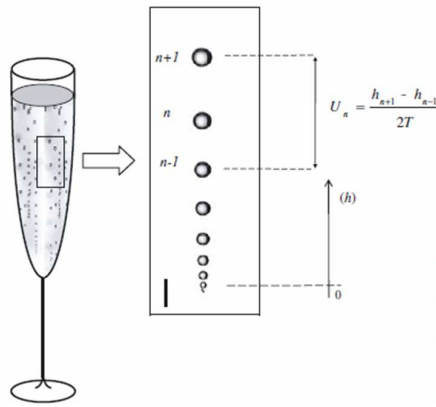


Figure 2.23 : Méthode stroboscopique utilisée par Liger-Belair pour mesurer la variation du rayon des bulles et de leur vitesse [Liger-Belair_02]

En analogie avec cette étude, il est possible de déterminer la vitesse d'ascension d'une bulle d'air/de gaz emprisonnée dans un verre en fusion. Liger-Belair utilise dans son étude une méthode stroboscopique pour mesurer $\frac{dR}{dt}$, ce que nous ne disposons pas à XLIM (Figure 2.23). Il ne paraît pas trop réducteur d'estimer que le rayon des bulles d'air emprisonnées entre les grains varie peu au fur et à mesure de leur élimination. L'équation du mouvement de la bulle dans un verre en fusion devient :

$$\frac{2}{3} \rho \pi R^3 \frac{dU}{dt} = \frac{4}{3} \rho g \pi R^3 - \frac{1}{2} C_D \rho U^2 \pi R^2$$

Soit,

$$U(t) = \sqrt{\frac{8 R g}{3 C_D}} \tanh \left(\left(\frac{3 g C_D}{2 R} \right)^{1/2} \cdot t \right)$$

Prenons le cas d'une poudre de silice dont le diamètre moyen est de 230 μm et supposons les grains sphériques. Entre trois « billes » de silice idéalement empilées (tétraèdre), il peut se loger une sphère (bulle d'air) de rayon moyen 18 μm .

A la température de fibrage de la silice, l'équation précédente estime la vitesse d'ascension maximale d'une bulle de diamètre 36 μm à 2 $\mu\text{m/s}$. Il faut donc 1h20 pour qu'une bulle de cette dimension remonte une hauteur de 1 cm dans de la silice pâteuse. Si la température diminue de 50°C, alors la vitesse maximale n'est plus que de 0,6 $\mu\text{m/s}$. A la température de transition vitreuse de la silice, la vitesse maximale de la bulle d'air est de 0,35 $\mu\text{m/s}$.

La vitesse de fibrage doit donc tenir compte de ces paramètres. Si la vitesse de descente d'une préforme de diamètre extérieur 12 mm dans le four à induction est de l'ordre de 1

cm/min (soit 165 $\mu\text{m/s}$), alors une bulle de quelques dizaines de micromètres de diamètre, si elle se forme dans la poudre de verre en fusion, n'aura pas le temps de s'évacuer avant d'atteindre la zone du cône de coulée et sera donc emprisonnée dans la fibre optique.

Au contraire, limiter la vitesse de descente de la préforme dans le four à 2 $\mu\text{m/s}$ semble aberrant et contre productif, même dans le cas académique. Ceci impliquerait une vitesse de fabrication de fibre de l'ordre de 1 m/min et une exposition de la préforme à une haute température pendant une longue durée engendrant la formation de phases cristallines dans le verre.

L'étude de la combinaison granulométrie de la poudre/température/temps passé par la préforme dans le four propose des solutions pour faciliter la remontée d'une bulle d'air dans de la silice pâteuse :

- un diamètre de la bulle de 1,5 mm ce qui est disproportionné face d'une part aux dimensions des tubes utilisés en production académique de fibres optiques (max. 30 mm de diamètre externe) et d'autre part, à la taille des trois grains de silice nécessaires pour emprisonner une telle poche d'air (diamètre 10 mm) ;
- une température de fibrage très proche du point de fusion du verre (pour laquelle la viscosité de la silice serait de $10^{2,5}$ Pa.s, soit environ 2850°C pour la silice pure), rendant le fibrage impossible.

N.B : Pour comparaison, à cette température, le verre a la consistance du miel à 20°.

Effectuer un traitement thermique des préformes avant fibrage est donc l'unique solution pour évacuer ces bulles. Le temps des recuits proposé dans la partie précédente avait été estimé à partir du calcul de la vitesse d'ascension d'une bulle de dizaines de micromètres de diamètre en fonction de la viscosité de la matrice vitreuse traitée à la température sélectionnée.

Reprenons le cas de la préforme poudre composée de silice dopée germanium pour laquelle il a été montré qu'un traitement thermique à 1650°C permettait l'élimination des bulles de gaz. Ce verre est composé de 12% molaire d'oxyde de germanium. La viscosité d'un tel verre à 1650°C est de l'ordre de $10^{2,5}$ Pa.s. La vitesse d'ascension d'une bulle de 36 μm de diamètre dans cette matrice vitreuse portée à cette température atteint 65 $\mu\text{m/s}$. Une heure à 1650°C suffit donc pour qu'une bulle remonte une hauteur de 20 cm de verre pâteux.

Reprenons maintenant le cas de la préforme composée d'une poudre de verre court, le verre N-SF6, consolidée par traitement thermique 10°C au dessus de sa température de transition vitreuse. Dans ce cas de figure, il faudrait presque 8000 heures pour qu'une bulle

d'air remonte une hauteur de 1 cm dans la préforme. L'étape de consolidation à $T > T_G$ permet donc d'obtenir une préforme solide poreuse ce qui facilitera l'élimination des bulles d'air par aspiration pendant l'étape de fibrage. Ce n'est en aucun cas un mécanisme d'évacuation des bulles d'air avant fibrage.

Le Procédé Poudre Modifié est donc sensible à la porosité des poudres qui peut causer la formation de bulles d'air ou de gaz dans la fibre optique finale, sources de fortes pertes optiques par diffraction de la lumière en contact avec leur surface. Des solutions sont proposées pour éviter tant que possible la formation de ces bulles : forte homogénéité ou inhomogénéité des poudres utilisées, traitement thermique à différents points de viscosité caractéristiques et/ou dépression appliquée dans la préforme lors du fibrage.

Pour poursuivre l'étude qui permet de valider la pertinence du Procédé Poudre Modifié, pour la réalisation de fibres optiques, nous avons ensuite porté notre attention sur l'homogénéité du cœur et les pertes optiques de ces fibres.

II.3.2.2. Homogénéité du cœur des fibres réalisées par PPM

II.3.2.2.1. Homogénéité du verre dans le cœur de la fibre

L'homogénéité du matériau composant le cœur de fibres optiques est un paramètre très important, puisque tout agrégat peut entraîner une diffraction de la lumière guidée en dehors du cœur ce qui engendre des pertes optiques.

Il a été remarqué lors des tests de stabilisation du procédé poudre modifié qu'en cours de fibrage, des points lumineux apparaissaient dans la fibre optique, diffusant la lumière induite par rayonnement thermique du four à induction. Ces points étaient dus à des agrégats de poudre dans le cœur ou dans la gaine optique des fibres et apparaissaient de façon aléatoire et non contrôlable.

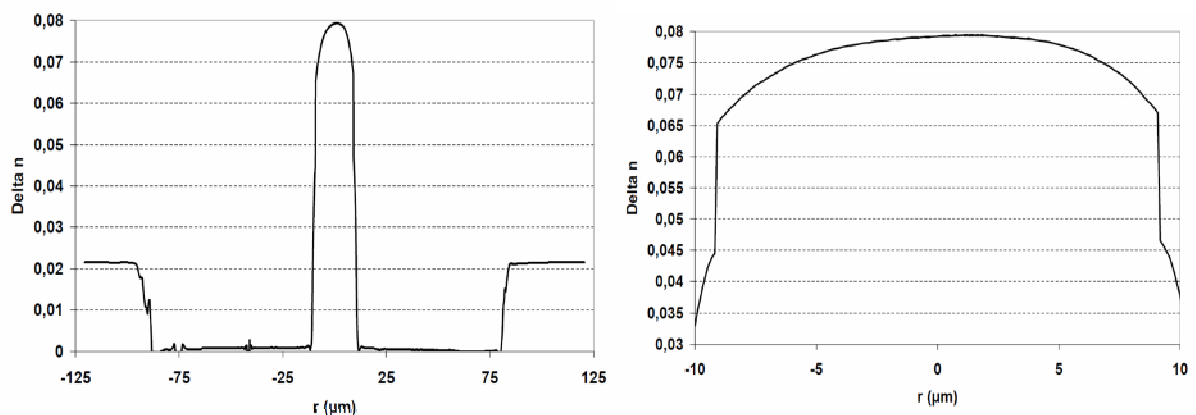
Les poudres présentent rarement des grains de taille identique. Or, les plus petits grains auront tendance à fondre plus rapidement que les gros grains. La dynamique de fibrage pouvant être assez rapide (la fabrication de fibres peut être réalisée à la vitesse de 30

mètres/minute soit une « consommation » de la préforme de l'ordre du centimètre/minute), ces agrégats dans la poudre n'ont pas le temps de fondre.

L'application d'une légère dépression dans le cœur de la préforme lors du fibrage procède à une légère ségrégation des grains de poudre, les plus petits étant les plus légers et permet alors de diminuer le nombre de points diffusants dans le cœur de la fibre optique. Ainsi, des tronçons de fibres homogènes de plusieurs dizaines de mètres peuvent être réalisés. Des tronçons de longueur bien supérieure peuvent être obtenus pour une combinaison granulométrie/dépression/paramètres de fibrage idéale.

II.3.2.2.2. Homogénéité de l'indice de réfraction du cœur de la fibre

Il est possible de mesurer à XLIM le profil d'indice transversal de fibres optiques à l'aide d'une mesure en champ proche réfracté réalisée par un appareil de type EXFO NR-9200 travaillant à 667,94 nm. Cet appareil présente une résolution spatiale de 0.5 μm et une précision sur la valeur du Δn mesuré de 1.10^{-4} . La mesure a été faite sur chacune des FOM réalisées à XLIM à l'aide du Procédé Poudre Modifié. La figure 2.24 en est un exemple (cas de la FOM Cordiérite/Silice présentée dans le chapitre 3). L'homogénéité du cœur de la fibre optique y est bien visible puisque dans la partie centrale du profil (qui correspond au cœur), la courbe du Δn mesuré est continue et ne présente ni irrégularité ni dissymétrie. La fibre étudiée ici présente une configuration de type saut d'indice et un indice de réfraction relativement constant dans tout le cœur, montrant l'homogénéité de l'indice dans le cœur des fibres optiques réalisées par le PPM.



Au niveau de l'interface cœur/gaine, l'indice de réfraction ne suit pas exactement la configuration de type saut d'indice. Nous avons attribué ce pallier transitoire à la présence de contraintes mécaniques mineures.

II.3.2.2.3. Contraintes mécaniques dans les fibres optiques réalisées par PPM

Des contraintes mécaniques peuvent apparaître lors de la réalisation de fibres optiques, multimatériaux ou non, par le procédé poudre ou une autre méthode, et plus particulièrement à l'interface cœur/gaine. Elles sont dues à la différence plus ou moins importante entre les coefficients de dilatation thermique et les températures de transition vitreuse des deux verres utilisés. La valeur de ces contraintes peut être estimée par des expressions numériques ou des modélisations à l'aide de logiciels pluridisciplinaires tels que Comsol Multiphysics®.

Dany Ralph OBIANG OBAME a étudié et développé durant son stage à XLIM en 2010 un banc de caractérisation des contraintes mécaniques transverses dans des fibres optiques. Un faisceau est injecté perpendiculairement à l'axe longitudinal de la fibre qui est plongée dans une solution étalonnée d'indice proche et légèrement supérieur de celui de la gaine optique de la fibre pour éviter la réflexion du faisceau sur la surface de la fibre. Lorsque ce faisceau rencontre une zone indicielle sous contrainte mécanique, il est retardé et sa polarisation est modifiée. La mesure de l'angle de retard permet de remonter à la valeur de la contrainte mécanique.

Ce banc de caractérisation ayant été tout récemment développé, aucune des FOM réalisées durant ce travail de thèse n'y a encore été testée. Mais il deviendra un outil de mesure incontournable pour la caractérisation de toutes les fibres optiques multimatériaux (ou non) désormais réalisées à XLIM.

II.3.2.3. Pertes optiques induites par le PPM

Une des FOM réalisée à XLIM durant cette thèse est composée d'une gaine optique en silice et d'un cœur constitué d'un verre à fort indice de réfraction, le verre N-SF6 de Schott (la caractérisation optique de cette fibre sera plus amplement détaillée dans le chapitre suivant).

Les pertes optiques de cette fibre ont été mesurées à l'aide de la méthode du cut-back en ôtant 3,4 mètres de fibre entre deux mesures de transmission optique sur une large bande

spectrale. La courbe d'atténuation linéique de cette fibre est comparée à des données de pertes trouvées dans la littérature. En effet, le verre SF6 (ou N-SF6) a été déjà largement étudié en optique et notamment dans la fabrication de fibres optiques microstructurées.

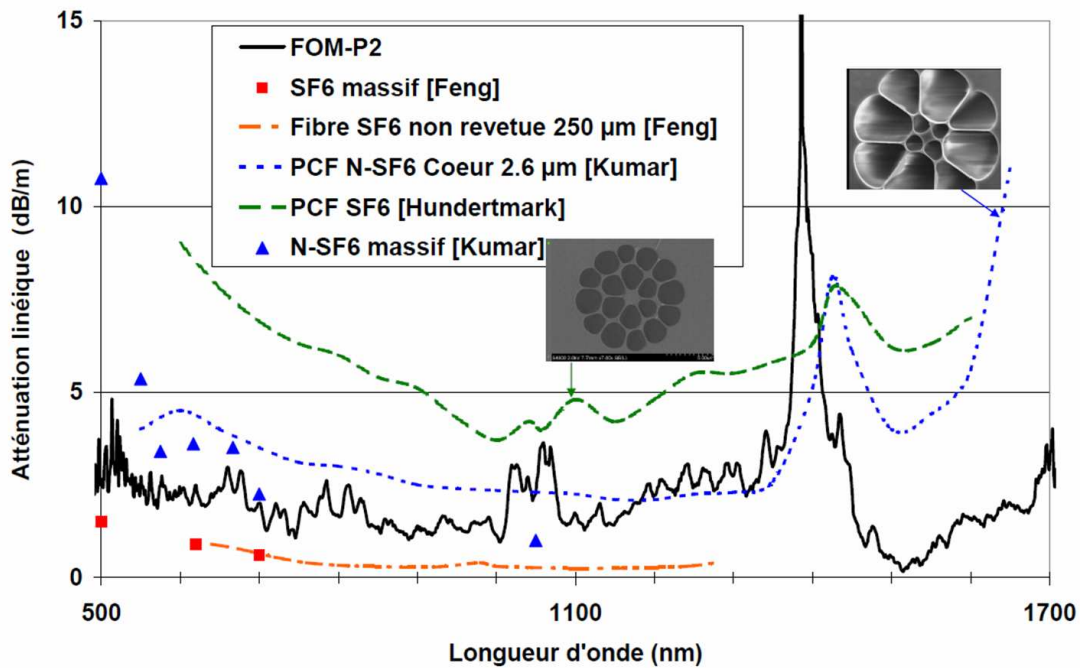


Figure 2.25 : Atténuation linéique de la FOM SF6/silice réalisée à XLIM comparée à des données trouvées dans la littérature

La fibre réalisée par la voie PPM présente une atténuation très proche des pertes du matériau composant le cœur de la FOM. Feng et coll. [Feng_02] ont mesuré les pertes optiques du verre SF6 à différentes longueurs d'ondes du visible et de l'infrarouge proche par une méthode en transmission sur un massif et dans une fibre non-revêtue de type « unclad ». Entre la courbe d'atténuation de la FOM N-SF6/silice et la courbe de Feng, il y a un écart constant de 1 dB/m. Les valeurs des pertes du verre SF6 de la figure 2.25 issues du papier de Kanth Kumar et coll. [Kumar] proviennent de la fiche technique du fournisseur Schott. Si on compare ces données à la courbe d'atténuation linéique de la FOM N-SF6/silice, il apparaît une véritable similitude, ce qui prouve la pertinence du procédé PPM pour la réalisation de fibres optiques à faibles pertes. Cette méthode n'induit pas de pertes optiques supplémentaires aux pertes intrinsèques du matériau constituant le cœur des fibres optiques ainsi réalisées.

La pertinence du Procédé Poudre Modifié est montrée ici par le biais de différentes études sur l'homogénéité et les pertes optiques des fibres réalisées à l'aide de cette méthode.

Une dernière étape pour valider le procédé consiste à estimer le coût de fabrication de préformes poudres et comparer ces valeurs avec celles de techniques plus conventionnelles.

II.3.3. Etude économique sur les procédés poudre et autres méthodes de fabrication usuelles

Il s'agit ici de déterminer le prix de revient de la fabrication de préformes optiques selon différentes voies. Ne seront donc pas considérés les frais de développement, de personnel, les charges etc., juste le coût d'achat des poudres, tubes et barreaux.

Le tableau 2.3 dénombre le matériel nécessaire à la réalisation d'une préforme optique selon le procédé de fabrication choisi. Les dimensions ont été choisies arbitrairement mais chacune des préformes présente un diamètre de cœur de 5,12 mm, un diamètre externe de 80 mm et une longueur de 1 mètre (ce qui pourrait correspondre à une préforme industrielle pour la réalisation de fibre monomode standard). Le cœur de ces préformes est composé de silice dopée 5% volumique d'oxyde de germanium GeO_2 et la gaine optique de silice.

Le chiffrage du coût de revient de chaque préforme ainsi défini montre d'une part, un grand intérêt économique pour les procédés poudres plutôt que pour la voie MCVD ou bien la méthode Rod-in-Tube. D'autre part, le procédé PPM présente le coût de revient le moins élevé des 5 procédés étudiés. Cette étude économique met donc en valeur le procédé PPM développé à XLIM durant cette thèse qui permettra de réaliser des FOM homogènes non seulement à faibles pertes optiques mais également à faible coût de revient.

Tableau 2.3 : Estimation du coût de revient de préformes optiques de diamètre externe 80 mm et de longueur 1 mètre pour la réalisation de fibres monomodes standard, selon le procédé de fabrication utilisé

Procédé de fabrication	Matériel nécessaire	Estimation du coût de revient moyen d'une préforme optique
MCVD	Une préforme réalisée par MCVD	22 500 €
Rod-in-Tube	Cœur : un barreau réalisé par MCVD (\varnothing 5,12 mm) Gaine : un tube de silice épais (5,12/80 mm)	14 000 €
Powder-in-Tube	Cœur : 20 mL de poudre de SiO ₂ -GeO ₂ Gaine : un tube de silice épais (5,12/80 mm)	8 000 €
GFCVD	Cœur : un barreau réalisé par MCVD (\varnothing 5,12 mm) Gaine : 3,8 L de poudre de SiO ₂ + un tube de silice fin (70-80 mm)	12 000 €
PPM	Cœur : 20 mL de poudre de SiO ₂ -GeO ₂ + un tube de silice fin (5,12-10 mm) Gaine : 3,8 L de poudre de SiO ₂ + un tube de silice fin (70-80 mm)	6 200 €

II.4. CONCLUSION

Ce deuxième chapitre présente les différents procédés de fabrication des fibres optiques actuellement utilisés dans la recherche ou l'industrie. Il apparaît que ces procédés ne sont pas adéquats ou suffisants pour la réalisation de fibres optiques multimatériaux pour diverses raisons, dont :

- Des barreaux ou tubes ne sont pas disponibles dans le commerce pour tous les verres optiques envisagés ;

- Certains procédés sont complexes et coûteux ;
- Les voies de dépôt en phase vapeur n'autorisent pas des Δn supérieurs à 40.10^{-3} .

Il a donc fallu se tourner vers une méthode originale basée sur l'utilisation de matériaux en poudre pour la réalisation de ces fibres optiques. Le Procédé Poudre Modifié développé à XLIM permet désormais la fabrication de préformes optiques :

- conventionnelles ou multimatériaux,
- de manière simple et rapide,
- et ce, à partir de poudres de verres commerciaux ou de compositions originales élaborées dans notre laboratoire ou par des instituts spécialisés,
- qui s'adapte au comportement granulaire de chaque poudre utilisée,
- et permet d'associer des verres très différents d'un point de vue thermomécanique.

Une attention particulière doit toutefois être apportée au fibrage de ces préformes poreuses qui peuvent nécessiter une étape préliminaire de traitement thermique pour consolider ou vitrifier la/les poudres et éviter la formation de bulles d'air/de gaz dans le cœur de la fibre, sources de fortes pertes optiques par diffusion de la lumière. Ces recuits doivent être maîtrisés en temps et en température selon le matériau inséré dans la préforme optique et sa granulométrie. Nous avons recensé au fil de nos essais trois catégories de préformes optiques :

- celles fibrées directement après leur conception : c'est notamment le cas de verres aux propriétés thermodynamiquement proches de celles de la silice pure composant la gaine optique et dont la granulométrie est très homogène (empilement compact idéal des grains) ou très inhomogène (les petits grains combler les espaces laissés par les gros grains) (cas de la cordiérite) ;
- celles recuites à une température légèrement supérieure au T_G du verre en poudre : la préforme présente après recuit un cœur spongieux qui sera collapsé sous forte aspiration lors du fibrage ; ce cas de figure concerne les verres courts (cas du verre N-SF6) ;
- celles traitées thermiquement à un point proche de la température de fibrage du verre en poudre pour le vitrifier. Ce recuit est donc de plus longue durée et concerne surtout les verres plus longs à fort potentiel de dégazage à haute température et/ou ceux dont la poudre présente une forte porosité interne et/ou externe (cas du verre $\text{SiO}_2 : \text{GeO}_2$).

Le Procédé Poudre Modifié a été validé par diverses études théoriques et appliquées, montrant la réalisation de FOM verre/silice ou verre/air/silice :

- de longueurs décamétriques,
- homogènes (cohésion des matériaux constituant le cœur et la gaine optique, absence de fissure à l'interface cœur/gaine, de bulle ou de point diffusant dans le cœur),
- dont les pertes optiques sont du même ordre de grandeur que celles mesurées dans le matériau massif.

Quelques FOM, plus longuement présentées dans le chapitre suivant, ont été réalisées grâce au procédé PPM qui a été développé sur 3 années et fait encore l'objet d'études, notamment sur l'élimination des bulles fines et des groupes hydroxyles (responsables de la forte absorption dans l'infrarouge proche) et sur la réalisation de structures toujours plus originales et optiquement performantes (diminution des pertes optiques sur un très large spectre, maîtrise des microstructures pour une précision accrue de la dispersion chromatique de la fibre etc.).

Le laboratoire XLIM investit actuellement dans un système automatisé pour la vitrification des préformes poudre. Il est également prévu d'élaborer en interne de compositions verrières originales, d'une grande pureté et optiquement performantes par la voie sol-gel qui est déjà implantée à XLIM ou par melt-quenching, technique qui devra être développée. Ces prévisions permettront la généralisation du Procédé Poudre Modifié pour la réalisation de FOM, de fibres plus conventionnelles ou au contraire de fibres de nouvelle génération.

A ce sujet, XLIM valorise le PPM depuis un an pour la conception de fibres optiques dont le cœur est composé de nanoparticules métalliques emprisonnées dans une matrice vitreuse de silice ou bien de verre silicate et de fibres optiques à gaine amorphe et à cœur métallique (projet porté par XLIM, Silitec Fibers SA et l'IAP de Berne).

CHAPITRE III. REALISATION ET CARACTERISATIONS LINEAIRE ET NON-LINEAIRE DE FIBRES OPTIQUES MULTIMATERIAUX

III.1. INTRODUCTION

Dans le cadre du développement des fibres optiques multimatériaux, de nombreuses FOM ont été réalisées à XLIM durant ces trois années de thèse et ce, à l'aide du Procédé Poudre Modifié.

Un premier matériau, la cordiérite, a été utilisé pour la validation de la technologie poudre. Ce matériau présente des propriétés thermomécaniques très proches de celles de la silice pure, ce qui nous a affranchi de la formation de contraintes mécaniques sévères entre le cœur en verre de cordiérite et la gaine en silice. Cette fibre a permis de relever le défi technologique que nous nous étions posé en 2007, c'est-à-dire de montrer d'une part qu'il est possible de réaliser des tronçons décimétriques de fibres optiques multimatériaux et ce, à l'aide du Procédé Poudre Modifié d'autre part.

Une fois les concepts des FOM et du PPM validés, nous avons utilisé d'autres verres dont l'intérêt optique était plus important pour caractériser des tronçons de fibres en régime linéaire et non linéaire.

Le verre N-SF6, verre commercial à fort indice de réfraction et des verres de silice dopée germanium ont été employés pour réaliser des FOM à structure simple. La silice dopée germanium a fait l'objet de nombreuses publications dans le domaine des fibres optiques et compose notamment le cœur des fibres optiques monomodes standards de type SMF. Quant au verre SF6, il a beaucoup été utilisé pour la réalisation de PCF unimatériau pour l'exacerbation d'effets NL.

Ces deux verres ont été sélectionnés pour comparer les performances optiques de nos FOM vis-à-vis de fibres qui existent déjà (longueurs d'onde de coupure, de dispersion nulle, pertes optiques, Δn et coefficients non linéaires etc.).

La silice dopée germanium présentait des propriétés thermomécaniques similaires à celles de la silice composant la gaine optique des FOM. Il n'en a au contraire pas été le cas du verre N-SF6, qui est un verre court à fort coefficient de dilatation thermique. Des considérations techniques spécifiques ont donc été envisagées pour éviter la formation de contraintes mécaniques élevées dans la fibre optique après formage.

Un dernier verre a été à l'étude durant mon doctorat. Il s'agit d'un verre de composition originale, à base de silice, alumine et oxyde de lanthane (SAL) qui a été fabriqué par l'Institut IPHT de Iena et qui nous a été confié dans le cadre d'une collaboration avec ce laboratoire. Des fibres à structure simple et microstructurée ont été réalisées à partir de ce verre montrant des performances optiques encourageantes. Ce type de réalisation montre surtout qu'il est possible d'utiliser des poudres de verre de composition originale développées ou non à XLIM.

Rappelons que le concept des FOM a été proposé pour répondre au besoin de réaliser des fibres optiques pour des applications de guidage et/ou de génération de longueurs d'ondes dans le domaine de l'infrarouge (domaines des détecteurs thermiques, contre mesure optronique...).

Les FOM présentées ci-dessus seront décrites tour à tour, de leur réalisation (conception de la préforme, poudre de verre utilisée, étape de traitement thermique de la préforme, fibrage) à leur caractérisation en optique linéaire et non-linéaire. Dans le cadre de développement de sources pour l'IR, il serait judicieux de pouvoir générer des longueurs d'onde en sortie de nos FOM à l'aide de lasers de pompage accessibles, tels que le laser titane-saphir accordable (850 à 980 nm environ), le micro-chip Nd :YAG d'impulsion nanoseconde (1064 nm) ou bien le laser fibré dopé erbium (1550 nm) d'impulsion femtoseconde. C'est pourquoi la caractérisation linéaire de ces FOM portera essentiellement sur les pertes optiques et la longueur d'onde de dispersion nulle de ces fibres qui sont les paramètres essentiels pour prévoir les phénomènes non-linéaires (NL) pouvant être générés dans les FOM étudiées.

III.2. REALISATION ET CARACTERISATION DE FIBRES MULTIMATERIAUX A STRUCTURE SIMPLE

III.2.1. La fibre optique multimatériaux Cordiélite/Silice (FOM-C)

La réalisation de cette première fibre optique multimatériaux à XLIM a été une étape cruciale de mes travaux puisqu'elle a été un outil de stabilisation du procédé PPM. Elle a en effet permis de développer et de valider le procédé pour la conception de tronçons decamétriques de FOM. Le choix de la cordiélite n'a pas été fait en fonction de ses performances optiques mais plus par rapport à son comportement thermomécanique similaire à celui de la silice.

III.2.1.1. La cordiélite

III.2.1.1.1. Caractéristiques thermomécaniques de la cordiélite

La cordiélite est un silicate d'aluminium et de magnésium de composition $5 \text{ SiO}_2, 2 \text{ Al}_2\text{O}_3, 2 \text{ MgO}$ (ou $\text{Si}_5\text{Al}_4\text{Mg}_2\text{O}_{18}$).

Il s'agit d'un matériau céramique réfractaire qui est un bon conducteur thermique et son faible coefficient de dilatation thermique ($\alpha = 2,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) lui permet d'être très résistant aux chocs thermiques et mécaniques ($E = 130 \text{ GPa} > E_{\text{silice}}$) (voir tableau 3.1). C'est pourquoi la cordiélite est souvent utilisée pour des applications statiques à chaud : pièces pour les fours (sa durée de vie en cycle chauffe/refroidissement est plus longue que d'autres céramiques calorifuges telles que la porcelaine) ou encore pour des applications chimiques, en tant que support de catalyse des filtres à particules. Elle est souvent utilisée également pour la réalisation de pièces à usage électrique.

Le tableau 3.1 résume les principales propriétés thermomécaniques du verre de cordiélite. Une comparaison rapide avec celles de la silice permet d'expliquer le choix de ce matériau pour la stabilisation du Procédé Poudre Modifié. En effet, le coefficient de dilatation de la

cordiérite est plus élevé que celui de la silice (condition *sine qua non* pour que la gaine optique soit en compression et assure la résistance mécanique de la fibre), mais il est du même ordre de grandeur que celui de la silice.

Tableau 3.1 : Principales caractéristiques du verre de cordiérite et comparaison avec celles de la silice pure

	Densité (kg/m ³)	Module d'Young (GPa)	Coefficient de dilatation thermique (K ⁻¹)	Module de Poisson	T _G (°C)	Température de fusion (°C)
Verre de cordiérite	2300	130	25.10 ⁻⁷	0,26	~ 800	1470
Silice	2200	70	5.10 ⁻⁷	0,17	~1220	-

III.2.1.1.2. Caractéristiques optiques du verre de cordiérite

Il faut remonter à 1967 [Farrell] pour obtenir un spectre de transmission de la cordiérite minérale ferrugineuse de composition approximative $\text{Si}_5\text{Al}_4\text{Mg}_{1.8}\text{Fe}_{0.2}\text{O}_{18}$, présenté dans la figure 3.1.

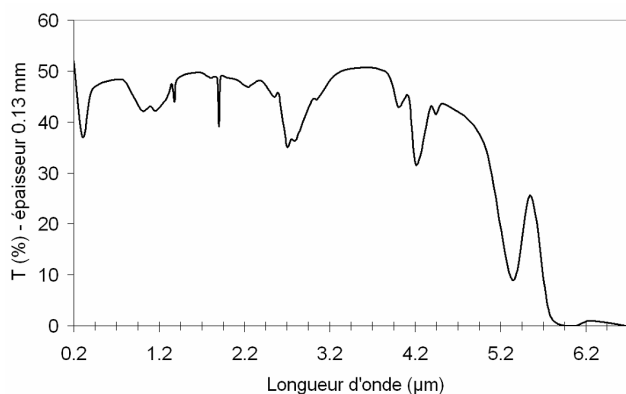


Figure 3.1: Spectre de transmission d'un échantillon plan de cordiérite naturelle

Sur la figure 3.2, les transmissions optiques de la cordiérite naturelle et de la silice pure sont comparées. L'important pic d'absorption de la cordiérite naturelle aux alentours de 900 nm est dû aux ions ferreux. Le pic d'absorption centré à 1380 nm est lié aux groupements hydroxyles -OH présents dans les structures de la cordiérite et de la silice (en tant

qu'impuretés). La cordiérite présente une transmission optique plus faible que la silice dans le visible et l'infrarouge proche mais plus élevée sur la plage de longueurs d'onde 1.6-2.5 µm.

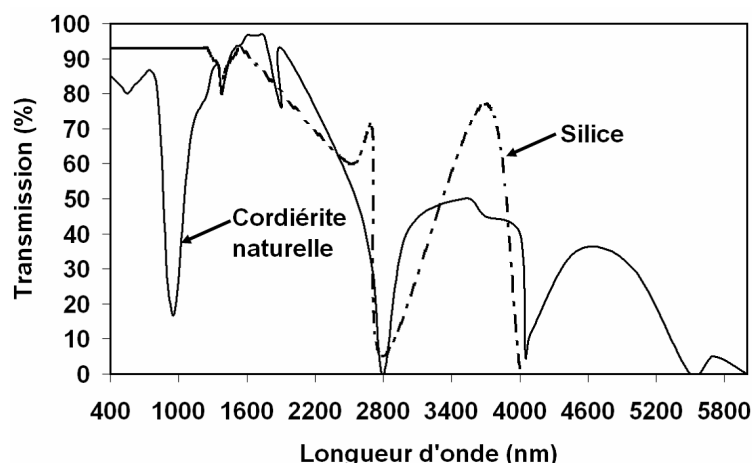


Figure 3.2 : Comparaison de la transmission optique de la cordiérite naturelle avec celle de la silice pure

En 1997, Medenbach et Shannon [Medenbach] établissent une formule de Sellmeier de l'indice de réfraction de la cordiérite minérale transparente de composition $\text{Na}_{0.03}\text{Mg}_{1.97}\text{Fe}_{0.03}\text{Al}_{3.97}\text{Fe}_{0.03}\text{Si}_5\text{O}_{18}[(\text{H}_2\text{O})_{0.41}(\text{CO}_2)_{0.07}]$:

$$\frac{1}{n_{\text{cordiérite}}^2} = 0.758 - \frac{75 \cdot 10^{-16}}{\lambda^2}$$

Dans cette formule, la longueur d'onde est exprimée en mètres.

Ne disposant d'aucune autre donnée sur ce type de matériau, nous avons considéré dans toute la suite de ce travail que cette relation de Sellmeier était applicable au cas du verre de cordiérite pur. Nous faisons alors l'approximation sévère que le faible taux d'impuretés présent dans le minéral étudié par Medenbach et Shannon joue un rôle minime dans la variation de l'indice de réfraction.

L'indice de réfraction de la cordiérite est de 1,54 à 587,6 nm. Ceci autorise donc une différence d'indice de l'ordre de $80 \cdot 10^{-3}$ avec la silice.

III.2.1.1.3. La poudre de cordiérite utilisée pour la fabrication de la préforme

La poudre de cordiérite que nous avons utilisée pour la stabilisation du Procédé Poudre Modifié est une poudre commerciale (CORCR Baikowski, Annecy, France).

- Pureté :

Ce composé n'est pas pur et contient 10% d'oxyde de titane TiO_2 et 2.5% d'oxyde de sodium Na_2O .

- Granulométrie :

La poudre de cordiérite commerciale est homogène (figure 3.3) puisque son écart granulométrique est faible. Le diamètre médian des grains de la poudre est de l'ordre de $2 \mu m$.

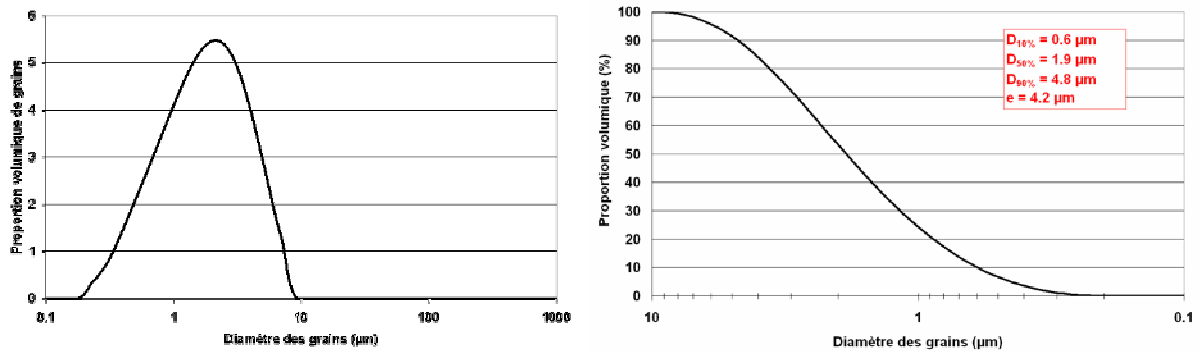


Figure 3.3 : Répartition granulométrique des grains de la poudre de cordiérite commerciale utilisée pour la stabilisation du Procédé Poudre

III.2.1.1.4. La poudre de silice utilisée pour la fabrication de la préforme

Pour constituer la gaine optique de la préforme, nous avons utilisé de la poudre de silice pure qui nous a été fournie par l'entreprise suisse Silitec Fibers SA.

- Pureté :

Ce composé présente une pureté de 99,995 %. Nous pouvons donc considérer que ce matériau présente les mêmes caractéristiques optiques, thermiques et mécaniques que la silice pure.

- Granulométrie :

Une analyse granulométrique a été réalisée, montrant un diamètre médian de $230 \mu m$ environ (poudre assez grossière).

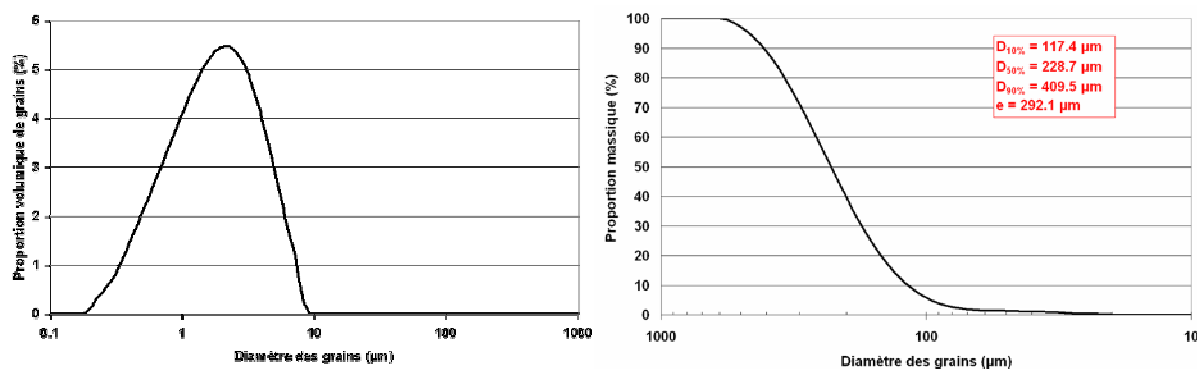


Figure 3.4 : Répartition granulométrique de la poudre de silice utilisée pour la réalisation de FOM

La figure 3.5 compare les granulométries des poudres de cordiérite et de silice commerciales.

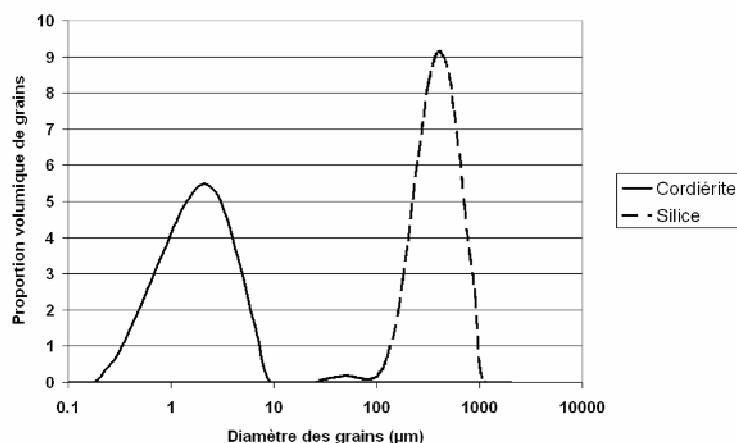


Figure 3.5 : Courbes de granulométrie de la cordiérite et de la silice

Malgré son fort écart granulométrique (290 μm), la poudre de silice montre un rapport $e/D_{50\%}$ plus faible que celui de la poudre de cordiérite. De plus, la forme sphérique de ses grains favorise le compactage de la poudre. La poudre de cordiérite que nous avons utilisée sera au contraire plus « collante », surtout en cas de forte humidité ambiante.

III.2.1.2. Réalisation de la fibre optique FOM-C

La préforme optique a été réalisée par Procédé Poudre Modifié et a été étirée sans traitement thermique préalable. En effet, les températures de fibrage et de fusion de la cordiérite et de la silice sont proches et l'homogénéité de la poudre de cordiérite est élevée.

Une légère dépression est cependant appliquée durant l'étape de fibrage pour aider à l'élimination de bulles d'air qui pourraient se former dans le verre en fusion.

La figure 3.6 illustre la FOM Cordiérite/Silice de dimensions 25/170 μm . Il apparaît quelques bulles d'air dans la gaine en silice mais aucune dans le cœur de la fibre optique. Aucune fissure n'apparaît à l'interface cœur-gaine.



Figure 3.6 : Fibre optique multimatériaux cordiérite/silice photographiée au microscope optique

Cette première fibre optique multimatériaux permet de valider deux concepts essentiels pour la poursuite de ce travail :

- L'état de surface de la face clivée montre qu'il est possible de réaliser de telles structures complexes ;
- Cette fibre a été utilisée pour développer et stabiliser le procédé PPM et des dizaines de mètres de fibres ont donc été réalisés au fil des essais : chaque tronçon présente le même ratio diamètres cœur/gaine et le même profil d'indice, assurant la reproductibilité du Procédé Poudre Modifié.

III.2.1.3. Caractérisation en optique linéaire de la FOM-C

III.2.1.3.1. Généralités

Le profil d'indice de la FOM-C a été mesuré en champ proche réfracté (figure 3.7). Le Δn de la fibre à 670 nm est de $80 \cdot 10^{-3}$, ce qui représente une valeur très élevée (deux fois la valeur limite de dopage de la silice par voie MCVD). De plus, elle correspond à la valeur attendue ce qui confirme la conservation des propriétés optiques de la cordiérite durant l'étape de fibrage.

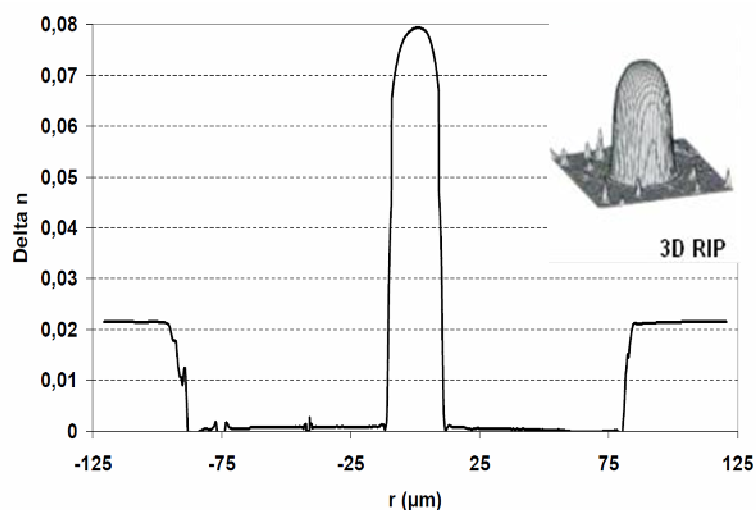


Figure 3.7 : Profil d'indice transversal de la fibre optique cordiérite/silice mesuré à 667,9 nm

L'ouverture numérique théorique de la FOM-C a été estimée à 0,5. Cette valeur a été confirmée par imagerie en champ lointain à l'aide d'un faisceau issu d'un laser He-Ne (632,8 nm) injecté dans le cœur de la FOM-C. La longueur d'onde de coupure théorique est donc estimée à 16 μm , rendant la fibre FOM-C très fortement multimode du visible à l'infrarouge proche.

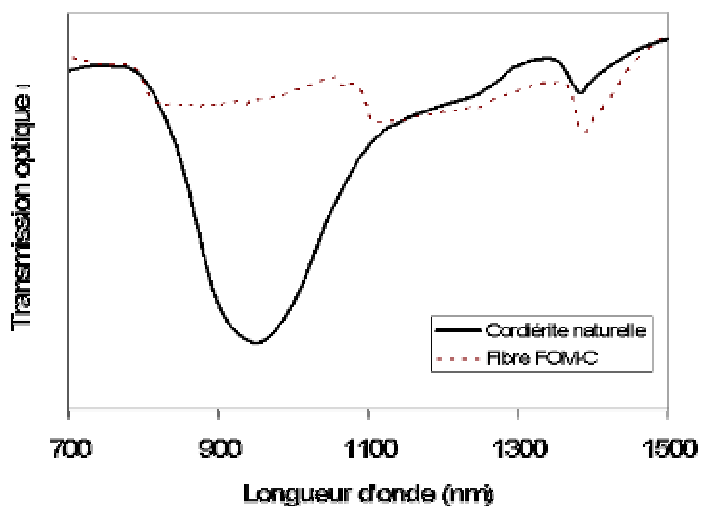


Figure 3.8 : Spectres de transmission de la fibre FOM-C et de la cordiérite naturelle (axe des ordonnées d'unité arbitraire pour positionner les deux courbes)

III.2.1.3.2. Analyse spectrale de la FOM-C

Un mètre de fibre FOM-C a été testé à l'aide d'une source continuum et d'un analyseur de spectre. La source utilisée est issue de la génération d'un supercontinuum dans une fibre optique microstructurée pompée par un laser Nd :YAG qui émet des impulsions d'une durée de 600 ps à 1064 nm. Le spectre d'émission de la source est très large (350 à 2000 nm). L'analyseur de spectre (OSA) utilisé est de type ANDO AQ6315A et permet de collecter des données de 350 à 1750 nm.

La courbe de transmission de la fibre FOM-C est comparée au spectre de la cordiérite naturelle sur la figure 3.8. Les mesures montrent que la transmission de la fibre est en adéquation avec celle de la cordiérite naturelle. La courbe mesurée ne présente pas de pics d'absorption à 900-1100 nm parce que la poudre de cordiérite que nous avons utilisée ne contenait pas de fer. Toutefois, la présence d'autres impuretés dans la poudre de cordiérite engendre tout de même une légère chute de transmission aux alentours de 800 et 1100 nm.

L'atténuation linéique de la fibre FOM-C a été mesurée sur la bande spectrale 500-1700 nm par la méthode du cut-back sur 75 cm de fibre (voir figure 3.9). Dans le domaine du visible, les pertes optiques sont de l'ordre de 5 dB/m. Cette valeur est élevée puisqu'elle signifie qu'environ $\frac{3}{4}$ du signal optique est atténué au bout d'un mètre de fibre. Toutefois, ce résultat est très encourageant vu la pureté de la cordiérite utilisée. Les pertes de la fibre FOM-C augmentent largement dans l'infrarouge proche et approchent 35 dB/m aux alentours de 1400 nm. La forte concentration en groupements hydroxyles -OH a une forte influence sur l'atténuation de la fibre dans l'infrarouge proche.

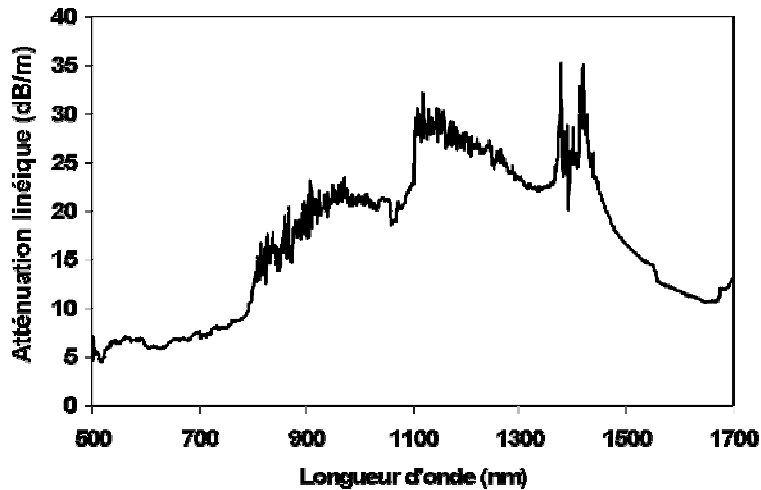


Figure 3.9 : Courbe d'atténuation de la fibre FOM-C sur le spectre 500-1700 nm mesurée par la méthode du cut-back sur 75 cm de fibre

Une seconde préforme a donc été réalisée à l'aide du Procédé Poudre Modifié. Elle a été traitée thermiquement 1 heure à 1600°C avant fibrage pour initier l'élimination de ces groupements hydroxyles sources de fortes pertes optiques. La fibre ainsi obtenue, représentée sur la figure 3.10, n'a pas la même valeur de Δn que la FOM-C ($50 \cdot 10^{-3}$ au lieu de $80 \cdot 10^{-3}$). Il semblerait que dans le cas de la cordiérite, l'étape supplémentaire de traitement thermique de la préforme avant fibrage ait été néfaste à la conservation des propriétés optiques du matériau constituant le cœur de la fibre. Une analyse élémentaire par EDS (microanalyse par rayons X - Energy Dispersive X-Ray Spectrometry) n'a pas montré de changement de composition atomique du cœur entre la fibre FOM-C et cette seconde fibre cordiérite/silice. Il se pourrait donc qu'un réarrangement microstructural à haute température soit à l'origine d'une variation d'indice de réfraction de la cordiérite.

N.B : L'EDS permet d'estimer qualitativement et quantitativement la composition chimique élémentaire d'un composé. Cette technique est basée sur la fluorescence des rayons X. Lors d'interaction entre de la matière et des rayons X, la matière peut réémettre de l'énergie sous la forme, entre autres, de rayons X. Le spectre des rayons X émis par cette matière est caractéristique de sa composition et l'analyse de ce spectre permet de déduire la composition élémentaire, c'est-à-dire les concentrations massiques de chaque élément (atome) composant la matière étudiée.

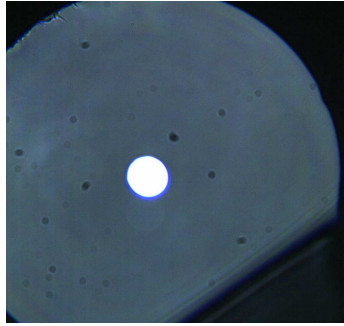


Figure 3.10 : Photographie au microscope optique de la face clivée de la FOM Cordiérite/Silice dont la préforme a été traitée thermiquement 1h à 1600°C avant fibrage

La FOM Cordiérite/Silice réalisée à XLIM est homogène sur des longueurs décimétriques et ne présente aucune contrainte mécanique à l'interface cœur/gaine qui puisse pénaliser le guidage de la lumière. Sa réalisation lève le verrou technologique de la faisabilité de telles structures originales par le Procédé Poudre Modifié. Il s'agit ici de notre première FOM à structure simple et fort Δn (80.10^{-3}).

Il convient maintenant d'étudier des verres plus standard pour comparer les performances optiques des FOM avec celles de fibres optiques déjà réalisées et poursuivre la validation des FOM et du procédé PPM. Nous avons sélectionné par exemple un verre de silice dopée germanium de même composition que les fibres monomodes standard.

III.2.2. Etude de la réalisation d'une fibre optique monomode à l'aide du procédé PPM

Il s'agit ici de réaliser à l'aide de la méthode PPM une fibre optique à structure simple dont le cœur soit composé de silice dopée germanium, la longueur d'onde de coupure avoisine les 1300 nm et les pertes optiques soient faibles du visible à l'infrarouge proche.

Nous avons choisi de nous baser sur les caractéristiques optogéométriques d'une fibre silice monomode standard de type SMF. Dans ce cas de figure, il est nécessaire de disposer d'une poudre de verre de composition molaire 96,65% SiO_2 , 3,35% GeO_2 . Ce type de matériau n'a pas été trouvé dans le commerce.

Le développement de fibres optiques multimatériaux invite à l'utilisation de verres optiques de plus en plus originaux. C'est pourquoi il devient très intéressant de se rapprocher de technologues de verre et de profiter de ce sujet de thèse pour créer des collaborations efficaces avec des instituts spécialisés dans les matériaux. Nous avons donc contacté Daniel Neuville de l'IPGP de Jussieu pour la réalisation de la poudre de verre $\text{SiO}_2\text{-GeO}_2$, son équipe étant expérimentée dans la fabrication et la caractérisation de verres.

III.2.2.1. Le verre $\text{SiO}_2\text{-GeO}_2$ utilisé pour nos essais

Il s'agit d'un verre de composition molaire 88% SiO_2 , 12% GeO_2 . Le taux d'oxyde de germanium a volontairement été augmenté dans la composition de ce verre car des pertes en GeO_2 sont souvent constatées lors de traitements thermiques à haute température. En effet, le dioxyde de germanium se dissocie facilement dès 1200°C pour devenir GeO qui se vaporise juste au-delà de cette température [Dorn]. Il y a une perte en masse estimée de l'ordre de 7% et formation de bulles de monoxyde de germanium gazeux qui, si elles ne peuvent pas être évacuées, seront emprisonnées dans la matrice vitreuse une fois refroidie. Dorn et coll. proposent un bon compactage de la poudre composée de germanium et une exposition de courte durée de cette poudre à haute température pour éviter ces phénomènes néfastes.

Les principales propriétés optiques et thermomécaniques de ce verre ont été estimées à partir du papier de Birch et coll. [Birch]. Ils ont étudié les composés binaires du système silice-oxyde de germanium. Le tableau 3.2 recense ces données dans le cas des verres contenant 3,35% mol (type SMF) ou bien 12% mol en GeO_2 .

Tableau 3.2 : Quelques propriétés optiques et thermomécaniques de verres de silice dopée oxyde de germanium

Verre	Densité (kg/m^3)	T_g ($^\circ\text{C}$)	α ($10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$)	Indice de réfraction
$\text{SiO}_2\text{-3,35\% mol GeO}_2$	2,22	950	0,9	1,463
$\text{SiO}_2\text{-12\% mol GeO}_2$	2,235	750	1,3	1,475

Il est clairement visible dans le tableau 3.2 que l'oxyde de germanium agit comme un fondant, il abaisse la température de transition vitreuse du verre. Les verres de silice dopée

germanium présentent des coefficients de dilatation relativement faibles et donc compatibles avec la silice pure pour la réalisation de fibres multimatériaux à gaine silice. Mais leurs températures de transition vitreuse sont faibles face à celle de la silice pure (~1220°C).

La granulométrie de la poudre de verre 88% SiO₂, 12% GeO₂ a été analysée à l'aide d'un sédigraphe laser. Le diamètre moyen des grains est de 120 µm et la répartition de la taille des grains est très inhomogène.

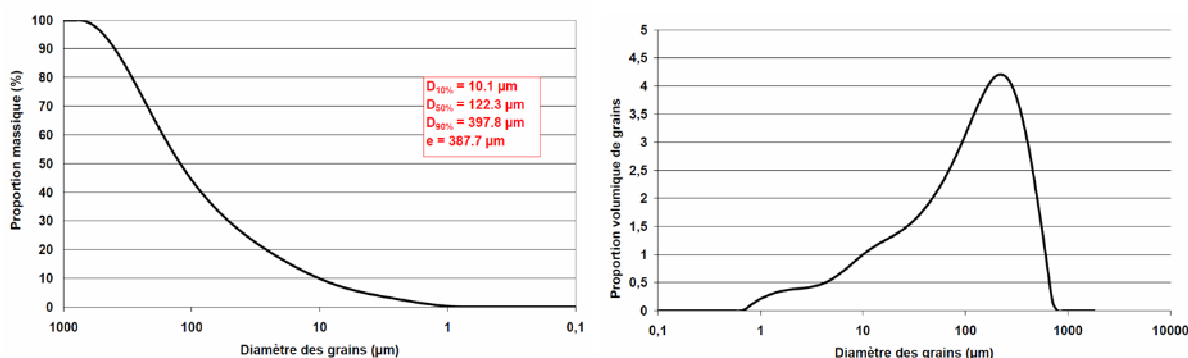


Figure 3.11 : Analyse granulométrique de la poudre de verre 88% SiO₂, 12% GeO₂ réalisée par l'équipe de D. Neuville de l'IPGP de Jussieu

La préforme poudre a été vitrifiée avant fibrage pour dégazer le verre (élimination des GeO). Une deuxième préforme a été réalisée en parallèle, qui n'a pas été vitrifiée avant fibrage, pour comparaison.

III.2.2.2. Vitrification des préformes poudre SiO₂-GeO₂

La combinaison temps/température de traitement thermique retenue pour la vitrification de la préforme SiGe est de 1650°C pendant 1,5 heures. Une légère dépression est appliquée lors du traitement thermique pour aider l'évacuation de bulles d'air ou de GeO gazeux qui pourraient se former dans la poudre de verre en fusion.

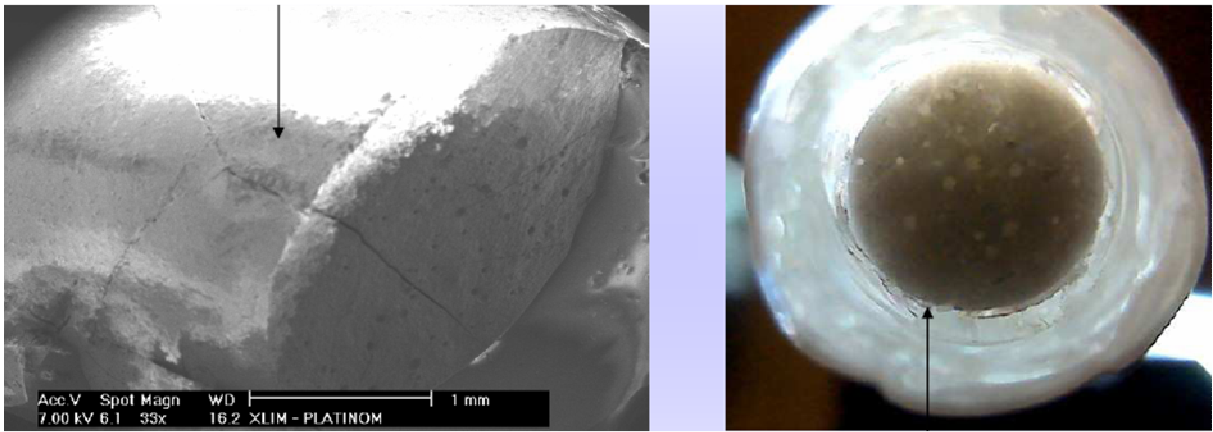


Figure 3.12 : Photographies de la préforme 88% SiO₂, 12% GeO₂ ayant subi une étape de vitrification de 1,5 heures à 1650°C ; A gauche : photographie MEB ; A droite : photographie en transmission.

Les deux photographies de la figure 3.12 montrent la présence d'un solide compact dans le cœur de la préforme. La photographie de droite présente la vue supérieure de cette préforme. Il est possible d'y percevoir des « vestiges » de bulles qui sont venues mourir à la surface de la poudre en fusion. Un tronçon de préforme a été analysé au MEB. La photographie de gauche de la figure 3.12 montre la présence de bulles de taille submicrométrique dont la dimension sera diminuée par l'action d'étirage de la préforme. Ces cavités de taille submicrométrique dans la poudre de verre solidifiée ne sont donc pas inquiétantes.

III.2.2.3. Réalisation des fibres optiques à cœur SiO₂-GeO₂ (FOM-G1 et 2)

Les deux préformes réalisées par le Procédé Poudre Modifié ont été étirées dans les mêmes conditions de fibrage.

La fibre FOM-G1 est issue de la préforme non vitrifiée. Elle présente un diamètre de cœur de 20 μm pour un diamètre de fibre de 160 μm. Les paramètres optogéométriques de la fibre ne sont pas ceux attendus (diamètre de cœur élevé donc fibre fortement multimode). Ceci est dû à la porosité de la poudre non vitrifiée qui a provoqué la formation de zones creuses dans la préforme par dilatation de l'air emprisonné entre les grains et par antagonisme, d'autres zones avec un cœur plus élargi.

La fibre FOM-G2, réalisée à partir de la préforme vitrifiée, présente quant à elle un diamètre de cœur de 3,8 μm pour un diamètre de fibre de 130 μm. Ces dimensions sont

cohérentes avec une longueur d'onde de coupure théorique de 1300 nm, comme en atteste la figure 3.14.

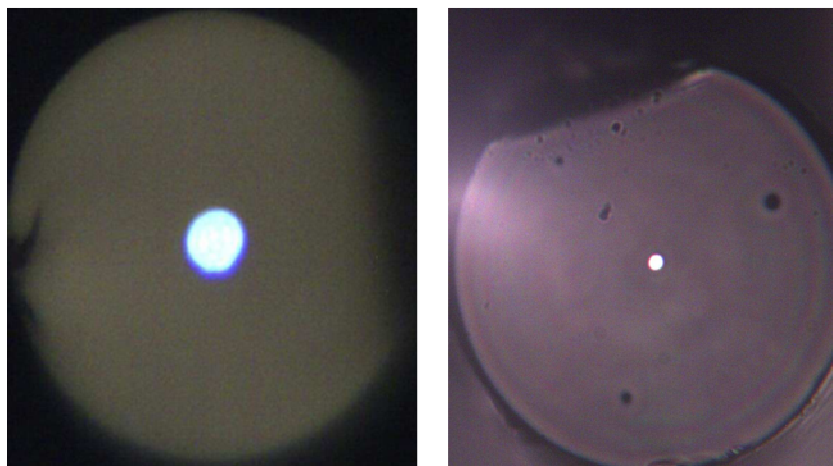


Figure 3.13 : Photographies au microscope optique des fibres à cœur 88% SiO₂, 12% GeO₂ et gaine silice ; A gauche : FOM-G1 ; A droite : FOM-G2.

Les photographies des deux fibres ne montrent aucune fissure à l'interface cœur-gaine, ni aucune bulle ou point diffusant dans leur cœur. L'état de surface de ces fibres est très homogène, ce qui prouve qu'il n'y a pas de fortes contraintes mécaniques dans la structure et que le clivage de telles fibres est net et efficace.

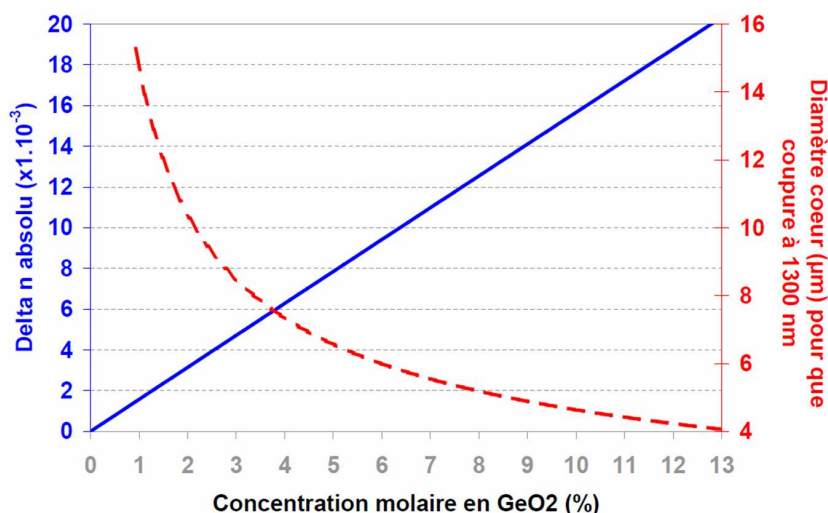


Figure 3.14 : Influence de la teneur en GeO₂ dans le verre de silice utilisé sur le Δn de la fibre réalisée et sa longueur d'onde de coupure

Une mesure de profil d'indice a été réalisée sur la fibre FOM-G1. La valeur du Δn a été estimée à $14 \cdot 10^{-3}$. Une mesure en champ lointain de l'ouverture numérique de la fibre FOM-

G1 à 632 nm (laser He :Ne) a permis de valider cette valeur du Δn de 14.10^{-3} . La figure 3.14 prévoyait un Δn de presque 19.10^{-3} pour une concentration de 12% mol GeO_2 . Un tronçon de fibre FOM-G1 a été analysé à l'EDS pour étudier la composition élémentaire de son cœur de silice dopée germanium. Il apparaît pour trois échantillons des valeurs molaires de 10%, 12% et 12,5% en GeO_2 . Aucune perte en oxyde de germanium ne s'est donc produite lors de l'étape de fibrage de la préforme non vitrifiée.

La valeur du Δn de la fibre FOM-G2 a été estimée à 18.10^{-3} grâce à une mesure à l'analyseur EXFO et a été confirmée par une mesure de l'ouverture numérique en champ lointain. Nous sommes également proches de la valeur de 19.10^{-3} attendue. Cette fibre ne présente donc pas non plus de perte en oxyde de germanium qui aurait pu se produire durant la vitrification à 1650°C ou bien durant l'étape de fibrage à environ 1800°C .

Des expériences sont en cours avec un verre de composition molaire 95% SiO_2 , 5% GeO_2 réalisé par l'équipe de D. Neuville. La concentration de ce nouveau verre en oxyde de germanium a été diminuée puisqu'aucune perte en GeO_2 ne semble se produire même à haute température. Mais il est préférable de conserver une marge d'erreur et d'utiliser un verre légèrement plus dopé en oxyde de germanium par rapport aux 3,35% mol des fibres SMF.

Dans l'attente de ces résultats, la transmission et les pertes optiques des fibres FOM-G1 et 2 ont été caractérisées pour appréhender les performances de ces fibres multimatériaux réalisées à XLIM par Procédé Poudre Modifié.

III.2.2.4. Mesure des pertes linéiques des fibres FOM-G1 et 2

La fibre FOM-G1 a été testée à l'aide d'une source continuum et d'un analyseur de spectre. Ses pertes optiques ont été mesurées par la méthode du cut-back sur 0,5 mètre de fibre. Les valeurs de l'atténuation linéique de cette fibre sont très élevées du visible à l'infrarouge proche.

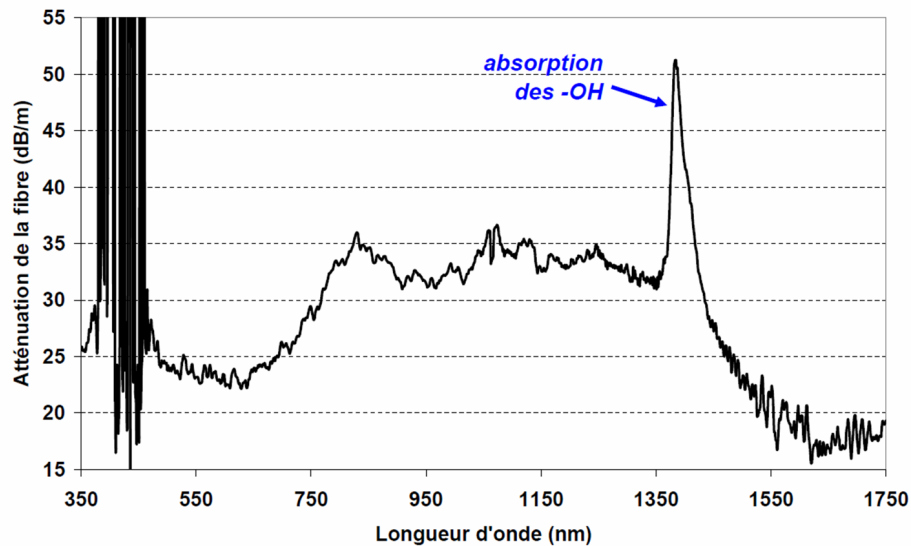


Figure 3.15 : Pertes optiques de le FOM-G1 mesurées par cut-back sur 0,5 mètre de fibre

Un fort pic d'absorption apparaît à 1380 nm et est attribué aux groupements hydroxyyles. L'atténuation de la FOM-G1 diminue fortement entre 1500 et 1650 nm et atteint 15 à 20 dB/m. Toutefois, ces valeurs sont considérables et pénalisent à elles seules l'utilisation de la FOM-G1 même pour des applications non linéaires pour lesquelles des tronçons métriques auraient suffi. La forte concentration en groupements hydroxyyles a augmenté les pertes de la fibre non seulement autour de 1380 nm mais elle a également décalé toute la courbe d'atténuation d'au moins un ordre de grandeur sur tout le spectre étudié.

Ces –OH peuvent être éliminés par un traitement thermique à haute température. Nous ne devrions donc pas obtenir de telles valeurs de pertes optiques lors de la caractérisation de la FOM-G2 qui est issue de la préforme vitrifiée à 1650°C avant fibrage.

Une unique mesure d'atténuation a été réalisée à 632 nm (laser He:Ne) par la méthode du cut-back sur 0,5 mètre de fibre montrant une atténuation de 29 dB/m, ce qui comparable avec les pertes mesurées dans la FOM-G1.

Ce constat montre que si l'étape de vitrification dans le cas du verre de composition 88% SiO₂, 12% GeO₂ a un effet bénéfique sur la stabilité du fibrage des préformes, elle n'a au contraire aucun impact sur les pertes optiques du mode guidé dans leur cœur. La validité du Procédé Poudre Modifié n'est pas pour autant remise en cause étant données les valeurs d'atténuation linéique d'autres FOM réalisées au cours de cette thèse (voir plus loin) qui sont du même ordre de grandeur que celles du matériau qui compose leur cœur (revoir paragraphe II.3.5). C'est pourquoi nous attribuons ces fortes pertes au verre 88% SiO₂, 12% GeO₂ lui-

même. Ce matériau peut contenir des impuretés qui se sont introduites dans la matrice vitreuse suite à son exposition à l'air ambiant et humide ou bien lors du broyage du verre (si broyeur à billes, dépôt d'autres espèces sur les billes issues d'un broyage précédent ou bien altération des billes etc.).

Si ces premiers résultats sont somme toute encourageants, nous attendons du verre 95% SiO₂, 5% GeO₂ qu'il présente des pertes propres au matériau plus faibles, qu'il conviendrait de mesurer dans le verre massif. Il est prévu la réalisation d'une préforme qui sera vitrifiée à 1650°C puis fibrée à un diamètre adapté pour obtenir un Δn de l'ordre de $5 \cdot 10^{-3}$ pour une coupure aux alentours de 1300 nm. Il paraîtrait exagéré d'espérer de cette fibre optique des pertes de l'ordre du dB/km. Par contre, une atténuation inférieure au dB/m serait déjà très satisfaisante pour valider le Procédé Poudre Modifié.

Nous avons donc décidé de tester un verre commercial pour s'affranchir des pertes du matériau.

III.2.3. Deux fibres optiques multimatériaux à structure simple N-SF6/Silice (FOM-P1 et 2)

Il a été prouvé la faisabilité des FOM à l'aide de la cordiérite. Nous avons voulu ensuite comparer les performances optiques de ce type de fibres originales en réalisant une FOM dont le cœur était composé de silice dopée germanium, tel que dans le cas de fibres monomodes standards. Mais les fortes pertes du matériau ont pénalisé les performances optiques de la FOM présentée précédemment. Nous avons donc décidé de travailler en parallèle avec un autre verre optique, cette fois-ci d'origine commerciale, pour s'affranchir du phénomène des pertes liées au matériau.

De plus, ce verre présente des propriétés thermomécaniques très différentes de celles de la silice qui se trouve dans la gaine optique de la FOM. L'utilisation d'un tel verre permettra donc de valider le PPM dans le cas de verres à forts contrastes de coefficients de dilatation thermique, de constater la création et l'effet de contraintes mécaniques qui pourront alors se créer dans la structure et de trouver des moyens pour éviter leur apparition ou les éliminer après formage.

III.2.3.1. Le verre N-SF6 de Schott

Le verre SF6 de Schott est un silicate de plomb à fort indice de réfraction ($n_D=1,80518$). Sa composition massique est de 27% SiO₂, 71% PbO, 1% K₂O, 0,5% Na₂O, 0,3% As₂O₃ [Long]. Or la directive européenne 2002/95/EC sur les « RoHS : Restrictions of the use Of certain Hazardous Substances » publiée le 27 Février 2003 impose une limite de la présence de composés tels que le plomb dans les composants électriques et électroniques [Schott_01] (moins de 0,1% massique de PbO). Les technologues du verre ont donc conçu les verres N-SF pour remplacer les verres SF de Schott. Les compositions chimiques des deux gammes de verres sont différentes mais un maximum de paramètres optiques et thermomécaniques reste inchangé. Dans le cas du verre SF57 par exemple, l'oxyde de plomb a été remplacé par l'oxyde de titane [Jedamzik]. Dans le cas du verre SF6, il existe tout de même un léger décalage entre les deux courbes de transmission et d'indice de réfraction des verres SF6 et N-SF6 [Öko-Institut] montrant cette variation de la composition entre les deux verres. A noter que le verre N-SF6 est transparent dans l'infrarouge jusqu'à 2,5 µm alors que le verre SF6 l'est jusqu'à 2,8 µm.

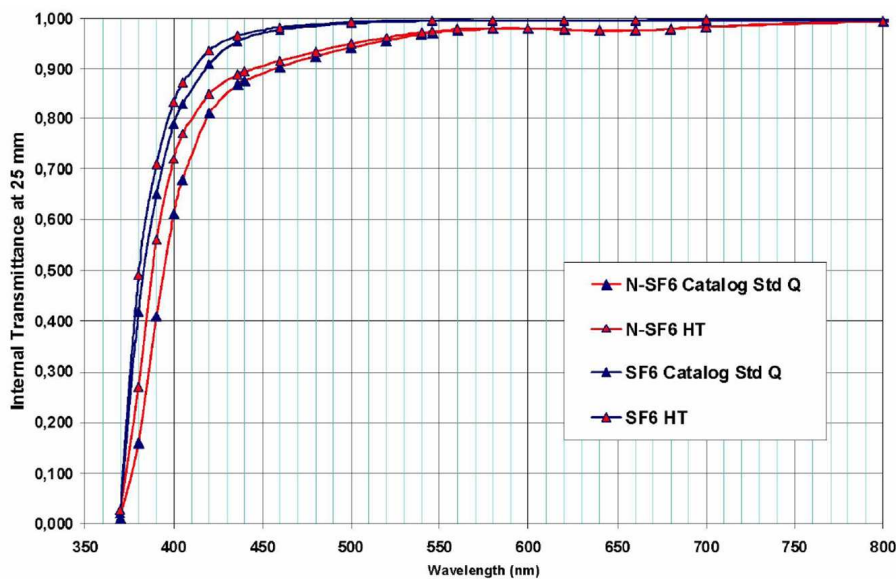


Figure 3.16 : Transmission optique des verres SF6 (silicate de plomb – courbes du haut) et N-SF6 (silicate exempt de plomb – courbes du bas)

Nous avons utilisé pour nos tests le verre N-SF6, exempt d'oxydes de plomb et d'arsenic. Les données optiques et thermomécaniques du verre sont consultables sur le catalogue des verres optiques de Schott [Schott_02].

III.2.3.1.1. Caractéristiques thermomécaniques du verre N-SF6

Le verre N-SF6 est un verre dit court : sa courbe de viscosité-température présente une pente bien plus prononcée que pour la courbe de la silice pure par exemple. La température de transition vitreuse du verre N-SF6 est de 589°C (soit un écart de 630°C avec la silice). Son coefficient de dilatation est de $10,3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, ce qui est assez élevé (20 fois supérieur à celui de la silice). Son module d'Young est estimé à 93 GPa, ce qui confère au verre N-SF6 une bonne résistance mécanique aux contraintes. Pour comparaison, la silice présente un module de 70 GPa et la cordiérite, 130 GPa.

A température ambiante, la contrainte mécanique axiale σ induite par la différence des propriétés thermomécaniques des deux matériaux composant une FOM N-SF6/Silice de dimensions 20/120 μm (dimensions prises arbitrairement) a été estimée à 0.1 GPa, ce qui est très proche de la valeur seuil de 1.1 GPa (seuil de rupture de la silice en compression). Si la gaine optique en silice pure de cette FOM garantit une bonne résistance mécanique de la fibre, il se pourrait que dans ce cas de figure, la fibre soit tout de même sensible à certaines opérations de manipulation telles que le clivage ou les courbures par exemple. Si maintenant le diamètre du cœur est diminué d'un ordre de grandeur, la valeur de cette contrainte axiale devient 1 MPa, bien inférieure à la valeur de rupture de la silice. Il serait donc plus judicieux pour la bonne manipulation de la fibre optique multimatériaux de se positionner dans cette configuration.

III.2.3.1.2. Caractéristiques optiques du verre N-SF6

Il est transparent du visible à l'infrarouge proche (voir figure 3.18), domaines de longueurs d'onde sur lesquels il présente un fort indice de réfraction comparé à la silice (voir figure 3.17).

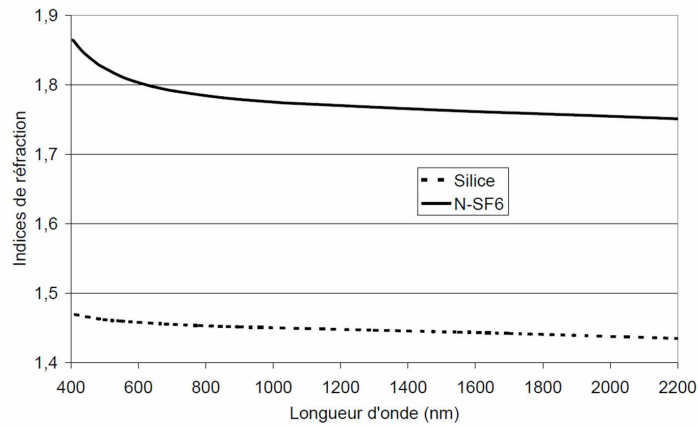


Figure 3.17 : Indices de réfraction linéaires de la silice pure et du verre N-SF6 de Schott du visible à l'infrarouge proche

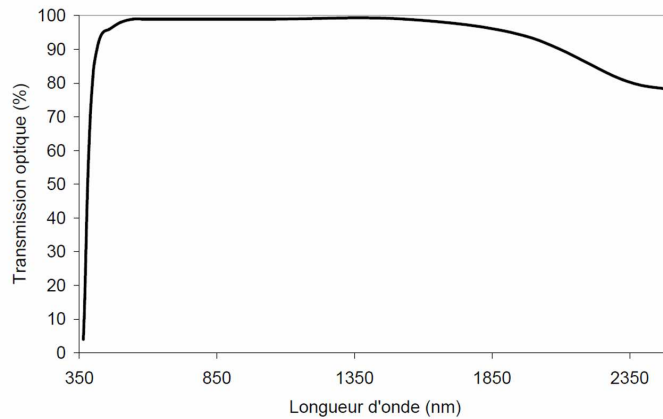


Figure 3.18 : Transmission optique du verre N-SF6 (échantillon massif d'épaisseur 10 mm)

Le verre N-SF6 présente un écart d'indice de $0,35 (350 \cdot 10^{-3})$ avec la silice, ce qui représente une valeur très élevée pour le domaine des fibres optiques. Une FOM N-SF6/Silice à structure simple présenterait donc une valeur de Δn semblable aux fibres microstructurées air/silice standard. Dans ce cas, nous ne nous trouvons plus dans l'hypothèse du guidage faible et de nombreuses équations théoriques ne pourront pas être appliquées (estimation du diamètre de mode par exemple).

Ce verre présente un fort indice non linéaire ($2,2 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2/\text{W}$ [Chase] contre $2,5 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2/\text{W}$ pour la silice à 1500 nm). La réalisation d'une FOM N-SF6/Silice autoriserait donc l'exacerbation efficace d'effets non linéaires dans l'infrarouge proche à moyen (jusqu'à la limite du domaine de transmission du verre N-SF6).

La dispersion du matériau montre un zéro de dispersion aux alentours de $1,75 \mu\text{m}$. Ce ZDW devra être décalé dans la FOM en dessous de 1550 nm pour une exacerbation d'effets

NL à cette longueur d'onde. Pour cela, il est nécessaire d'utiliser une configuration de guide d'ondes à faible dispersion négative à 1550 nm, pour autoriser le décalage du ZDW vers les basses longueurs et la géométrie à saut d'indice et petit cœur peut alors convenir.

III.2.3.1.3. Etude théorique de la dispersion chromatique de fibres N-SF6/Silice à structure simple

La position du zéro de dispersion d'une fibre optique dépend entre autres de son Δn et du diamètre de son cœur.

Pour de forts Δn tels que dans le cas de fibres microstructurées, le ZDW aura tendance à se déplacer vers les hautes longueurs d'onde si le diamètre du cœur augmente.

Pour de faibles Δn tels que dans le cas de fibres optiques à structure simple de type silice standards, le ZDW de la fibre est souvent très proche de celui du matériau composant le cœur de la fibre car la dispersion du guide de type saut d'indice est en général très faiblement négative et varie peu avec la longueur d'onde. Il est donc difficile d'obtenir une fibre à saut d'indice dont le ZDW se situe vers 980 ou 1064 nm par exemple (lasers titane :saphir ou micro-chip Nd :YAG) si le matériau qui compose le cœur de la fibre présente une dispersion nulle à 1750 nm (cas du verre N-SF6). Au contraire, il suffit d'ajuster le diamètre de cœur, la taille des trous et l'épaisseur des ponts d'une PCF pour obtenir un ZDW à 1060 nm, ce qui est de nos jours bien acquis au niveau technologique dans le cas de PCF toute silice ou SF6 [Hundertmark].

Les fibres multimatériaux à structure simple, même à fort Δn , ne peuvent donc aucunement concurrencer les fibres microstructurées à 980 ou 1064 nm. Par contre, elles peuvent atteindre des ZDW de l'ordre de 1550 nm et concurrencer les PCF dans ce domaine de longueurs d'onde.

La figure 3.19 illustre la variation de la position du ZDW en fonction du diamètre du cœur de fibres optiques selon qu'elles soient microstructurées de type air/silice ou bien à saut d'indice et pour différentes valeurs de Δn par rapport à la silice. Dans le cas de structures à guidage faible, l'augmentation du diamètre du cœur des fibres déplace le ZDW vers les basses longueurs d'ondes. Le phénomène est inverse dans les structures à guidage fort. Il est donc possible qu'une PCF à gros cœur ait le même ZDW qu'une fibre à saut d'indice et plus faible Δn de petit cœur.

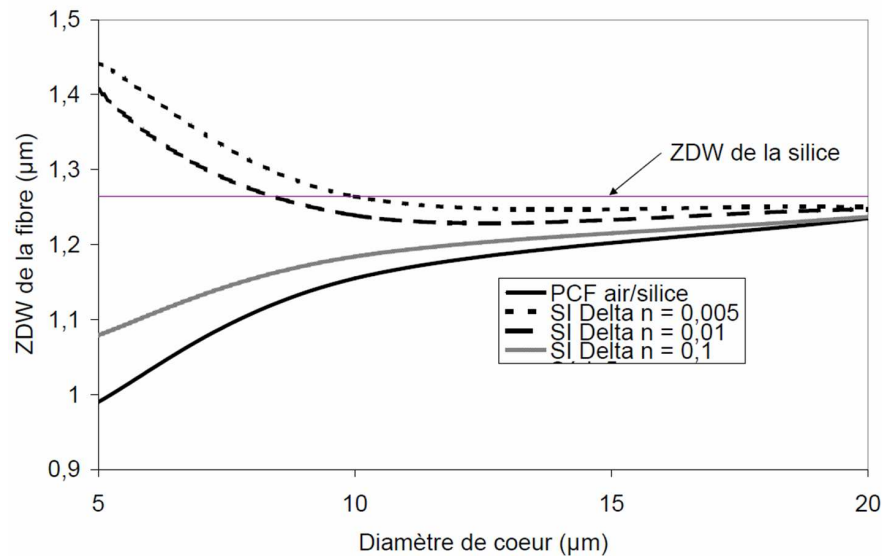


Figure 3.19 : Variation de la position du ZDW de fibres optiques à structure simple et à différentes valeurs de Δn par rapport à la silice et d'une fibre microstructurée air/silice (annotation : SI = Saut d'Indice)

Nous avons estimé numériquement la position des longueurs d'onde de dispersion nulle de fibres optiques multimatériaux N-SF6/Silice à structure simple en fonction du diamètre de leur cœur.

La figure 3.20 montre qu'il est impossible qu'une fibre optique N-SF6/Silice à structure simple ait un ZDW en dessous de 1064 nm. Par contre, il peut être approché de 1550 nm en augmentant le diamètre de la FOM.

Le comportement de la longueur d'onde de dispersion nulle de cette fibre à structure simple et fort Δn est donc comparable à celui des fibres microstructurées, à la seule différence qu'ici seul le diamètre du cœur est modifié alors que dans le cas de PCF, il faut ajuster aussi bien le diamètre du cœur que celui des trous et l'épaisseur des ponts, ce qui est plus complexe d'un point de vue technologique.

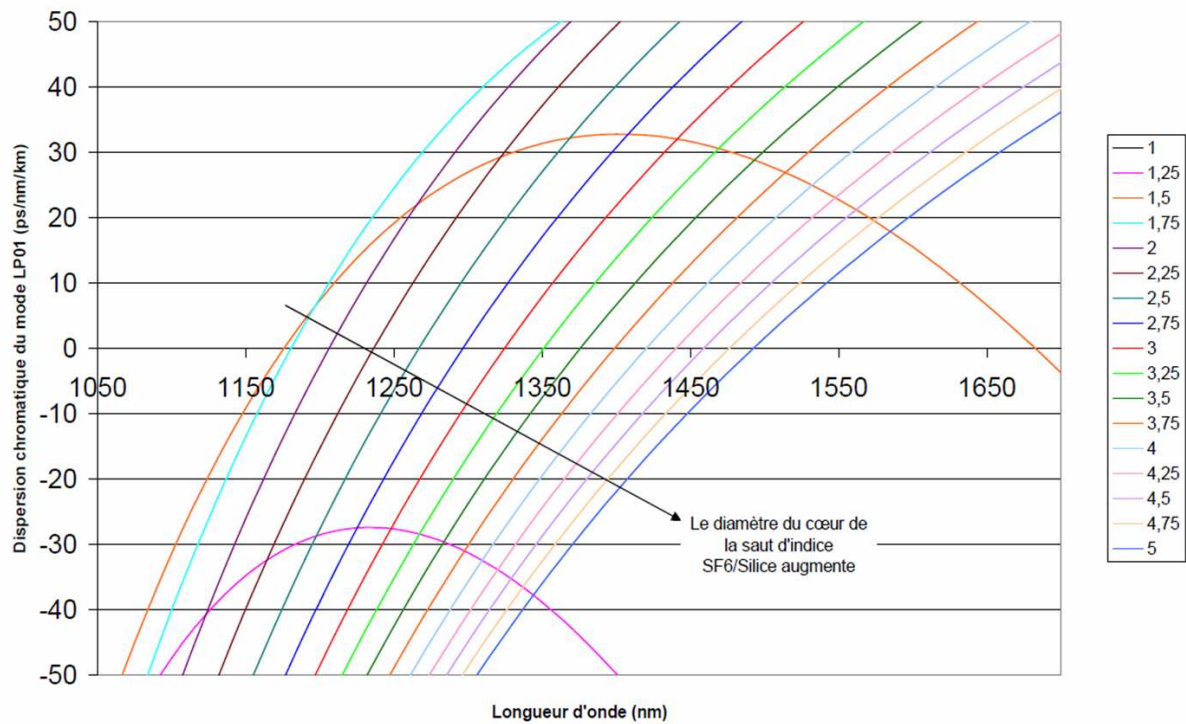


Figure 3.20 : Courbes théoriques de dispersion chromatique de FOM N-SF6/Silice à structure simple dans l'infrarouge proche déterminées en fonction du diamètre de leur cœur

En sélectionnant un diamètre de cœur de 5 μm , il est possible de concevoir une fibre à structure simple et fort Δn dont la dispersion chromatique soit légèrement positive à 1550 nm.

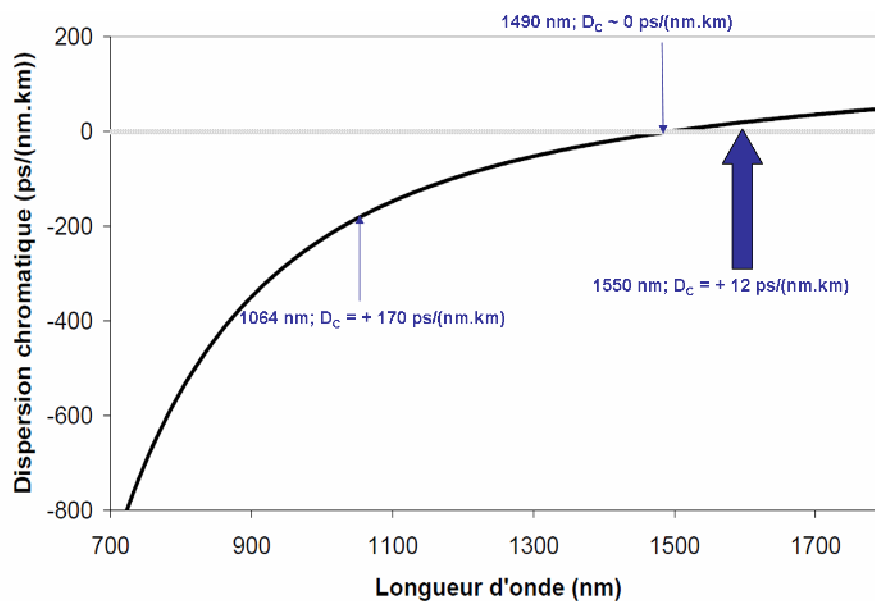


Figure 3.21 : Dispersion chromatique théorique d'une FOM N-SF6/Silice de diamètre de cœur 5 μm

Pour valider l'intérêt d'une telle fibre pour des applications non linéaires, il faut prendre en compte la valeur de son coefficient NL γ à la longueur d'onde de pompe prévue (1550 nm).

III.2.3.1.4. Etude théorique du coefficient non linéaire de FOM N-SF6/Silice à structure simple

Le verre N-SF6 possède un indice non linéaire dix fois plus élevé que celui de la silice pure ($2,2 \cdot 10^{-19} \text{ m}^2/\text{W}$ [Chase] contre $2,5 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2/\text{W}$ pour la silice à 1500 nm).

Etant donnée la forte valeur du Δn des FOM N-SF6/Silice, la relation de Marcuse ne peut pas être utilisée pour estimer le diamètre effectif du mode fondamental (cette équation n'est valable que dans la condition de guidage faible). Il faut prendre en compte la vraie définition de l'aire effective d'un mode guidé dans le cœur d'une fibre optique, pour laquelle :

$$A_{eff} = \frac{\left(\iint |E|^2 \cdot dA \right)^2}{\iint |E|^4 \cdot dA}$$

E étant le champ électrique du mode guidé dans le cœur de la fibre qui présente une section efficace dA .

L'aire effective du mode fondamental guidé dans le cœur de la fibre à fort Δn est modélisée à l'aide du logiciel Comsol Multiphysics® (module RF section « Ondes perpendiculaires de mode hybride ») dans lequel le calcul intégral sur sous-domaine (surface) de la composante transversale du champ électrique est possible.

Ce calcul est réalisé pour différents diamètres de cœur de fibres N-SF6/Silice. La figure 3.22 donne l'allure de ces abaques et positionne quelques valeurs mesurées ou estimées dans des fibres microstructurées toutes SF6 (ou N-SF6) ou SF57 pour comparaison.

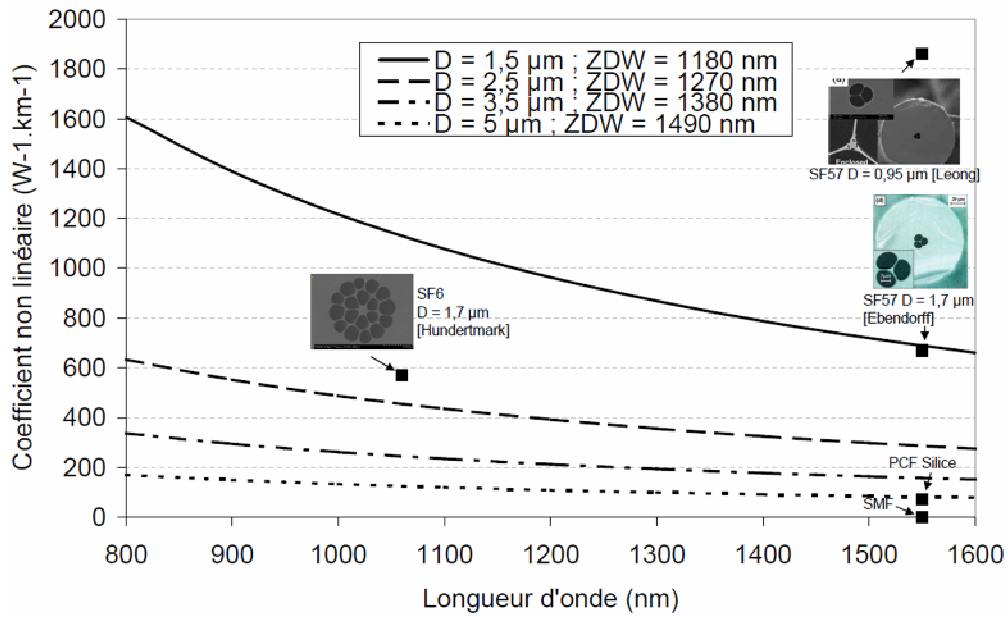


Figure 3.22 : Coefficients non linéaire de fibres optiques à saut d'indice SF6/Silice estimés par la méthode du calcul intégral de l'aire effective

Pour chaque courbe de $\gamma = f(\lambda)$, il est spécifié dans la légende le diamètre du cœur de la fibre (D) et la valeur théorique de sa longueur d'onde de dispersion nulle (ZDW). Le but de cette étude est d'identifier les paramètres optogéométriques idéaux de la FOM pour qu'elle soit testée à 1550 nm dans son régime de dispersion faiblement anormale.

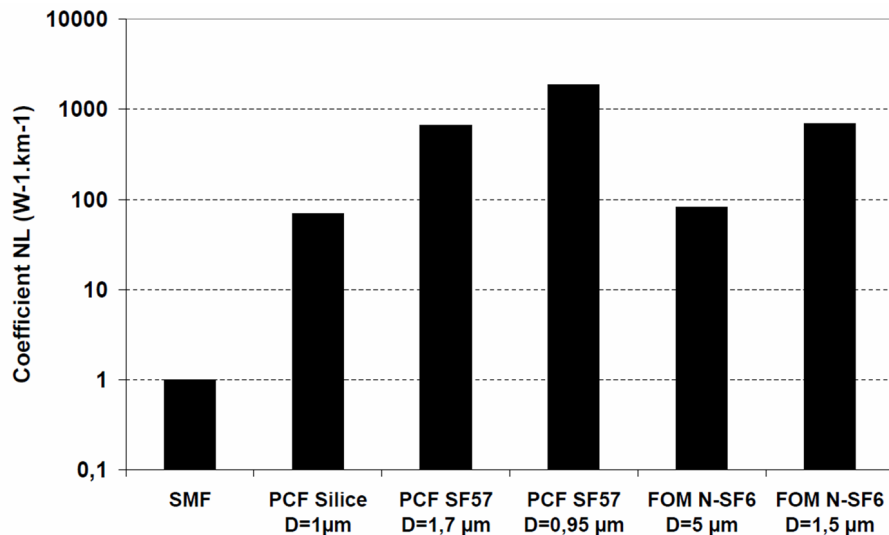


Figure 3.23 : Comparaison du coefficient non linéaire de FOM N-SF6/Silice à structure simple de diamètres 1,5 μm et 5 μm avec des PCF toute silice ou toute SF57 à la longueur d'onde 1,55 μm

La figure 3.23 montre que des fibres multimatériaux à structure simple peuvent présenter des coefficients non linéaires du même ordre de grandeur que leurs homologues microstructurées. L'exacerbation d'effets NL fait beaucoup appel aux PCF pour leur fort confinement du champ guidé dans leur cœur qui permet d'obtenir des coefficients γ élevés. La réalisation de fibres optiques multimatériaux à structure simple pourrait donc être une alternative aux PCF NL qui présentent un plus faible seuil de dommage aux fortes puissances (du à la finesse des ponts de silice entourant le cœur de petit diamètre) et une élaboration plus complexe (technique Stack-and-Draw ou extrusion) que les fibres de type saut d'indice.

De plus, une FOM N-SF6/Silice à saut d'indice pour laquelle $D = 5 \mu\text{m}$ présente un coefficient NL similaire à celui d'une PCF air/silice de diamètre de cœur $1 \mu\text{m}$. Le rendement à l'injection du faisceau de pompe sera plus élevé dans le cas de grands cœurs, ce qui plaide une fois de plus en faveur des FOM à structure simple et fort Δn .

La fibre dont le diamètre de cœur et le ZDW sont de 5 et $1,49 \mu\text{m}$ respectivement, apparaît être un bon compromis pour des tests non linéaires à l'aide d'un laser de pompe émettant à 1550 nm .

III.2.3.2. Réalisation de deux FOM N-SF6/Silice à structure simple (FOM-P1 et 2)

III.2.3.2.1. La poudre de verre N-SF6 utilisée

Une analyse granulométrique a été réalisée sur la poudre de verre N-SF6, broyée par l'équipe de D. Neuville de l'IPGP. Ce verre est commercialisé sous forme de plaquettes de dimensions centimétriques et nous ne disposons pas à l'époque de broyeur à XLIM. Les courbes de cette analyse granulométrique montre un diamètre médian de l'ordre de $55 \mu\text{m}$ et une très forte inhomogénéité de la poudre de verre N-SF6.

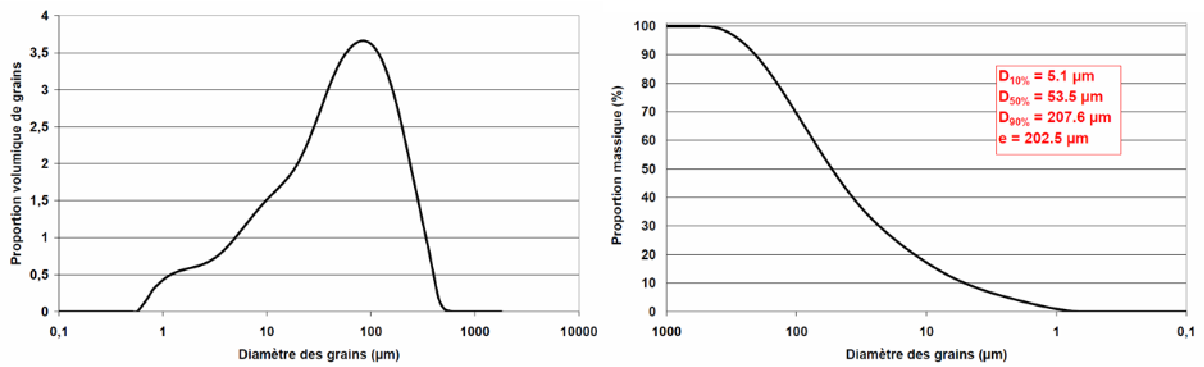


Figure 3.24 : Courbes de l'analyse granulométrique de la poudre de verre N-SF6

III.2.3.2.2. Réalisation de la préforme par PPM

Comme le verre N-SF6 est court, la préforme poudre a été traitée thermiquement pour consolider la poudre de verre à 650°C durant 2 heures dans un four résistif tubulaire. L'étirage de la préforme a été ensuite réalisé sous une forte aspiration appliquée en haut de la préforme à l'aide d'une pompe à vide (de l'ordre de -0,2 bar pour collapser le barreau poreux de verre N-SF6 issu de l'étape de consolidation à 650°C).

Malgré le fort contraste entre les coefficients de dilatation thermique du verre optique et de la silice, des tronçons décamétriques homogènes de fibre N-SF6/Silice à saut d'indice ont été réalisés et montrent une résistance mécanique suffisante à la préhension et manipulation de la fibre. Ceci a été rendu possible en adaptant l'épaisseur de la gaine en silice qui est grande devant les diamètres de cœur.

Tableau 3.3 : Comparaison des propriétés optiques et thermomécaniques de la silice et du verre N-SF6

	Diamètre moyen des grains	Indice de réfraction (670 nm)	T_G	Coefficient de dilatation thermique
Verre N-SF6	55 µm	1,795	589°C	103.10 ⁻⁷ K ⁻¹
Silice	230 µm	1,456	~1220°C	5.10 ⁻⁷ K ⁻¹

La figure 3.25 illustre la FOM N-SF6/Silice de diamètre de cœur 5 μm pour un diamètre de fibre de 250 μm (FOM-P2).

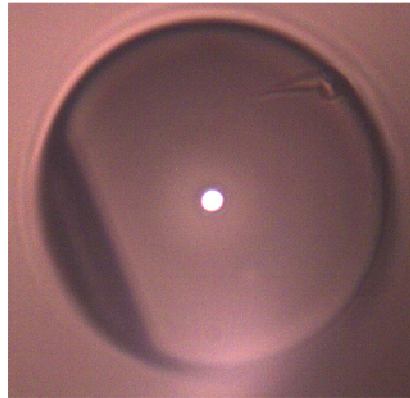


Figure 3.25 : Photographie au microscope optique de la FOM N-SF6/Silice à saut d'indice

Des tronçons avec un diamètre de cœur de 2 μm ont également été réalisés (FOM-P1) pour que le diamètre de la fibre soit de 110 μm (compatible avec le matériel disponible standard pour caractériser les fibres optiques de diamètre 125 μm).

III.2.3.3. Caractérisation en optique linéaire des FOM-P

Nous avons tout d'abord voulu vérifier la forte valeur théorique du Δn de ces FOM-P qui est 0,35.

Une mesure du profil d'indice de la fibre montre une différence d'indice d'un ordre de grandeur inférieure à celle attendue ($35 \cdot 10^{-3}$ au lieu de 0,35) et ce constat a été vérifié par des mesures d'ouverture numérique à différentes longueurs d'onde.

Nous expliquons cet écart par la forte température de fibrage, qui est bien supérieure à la température de fusion du verre N-SF6 située aux alentours de 1000°C. Nous prévoyons la réalisation d'une FOM avec une gaine en verre borosilicaté (tubes désormais disponibles à XLIM) pour abaisser la température de fibrage à moins de 1000°C. Nous espérons que dans cette configuration, le verre N-SF6 ne sera pas altéré et nous pourrions prétendre à une valeur de Δn de 0,33.

Tableau 3.4 : Caractéristiques générales des fibres FOM-P1 et 2 attendues et réalisées

	Diamètre du cœur	Δn	λ_c	ZDW estimé
FOM-P1 attendue	2 μm	0,35	$\sim 7 \mu\text{m}$	$\sim 1205 \text{ nm}$
FOM-P1 réelle	2 μm	0,035	$\sim 2 \mu\text{m}$	$\sim 2000 \text{ nm}$
FOM-P2 attendue	5 μm	0,35	$\sim 18 \mu\text{m}$	$\sim 1495 \text{ nm}$
FOM-P2 réelle	5 μm	0,035	$\sim 5 \mu\text{m}$	$\sim 1690 \text{ nm}$

Finalement, la longueur d'onde de dispersion nulle de la FOM N-SF6/Silice dont le diamètre de cœur mesure 5 μm n'est pas inférieure à 1550 nm. Le pompage de cette fibre à cette longueur d'onde ne sera donc pas réalisé.

Si ces fibres ne peuvent démontrer les forts potentiels non linéaires qui avaient été annoncés, leur réalisation a permis de montrer qu'il était possible de fabriquer des fibres multimatériaux à partir de deux verres qui ont deux comportements thermomécaniques fortement différents. Ce constat ne fait qu'amplifier la pertinence du procédé développé à XLIM et ouvre de larges perspectives vers l'utilisation de verres de toute sorte pour la réalisation de fibres optiques de nouvelle génération (gaine en silice et cœur amorphe, métallique ou cristallin).

Mais, la valeur de Δn obtenue à $35 \cdot 10^{-3}$ est tout de même intéressante puisqu'elle équivaut à 7 fois celle d'une fibre silice monomode standard. La caractérisation de ces fibres en régime linéaire a donc été effectuée pour mesurer leurs pertes optiques du visible à l'infrarouge proche.

La fibre FOM-P2 ($D=5\mu\text{m}$) a été testée à l'aide d'une source continuum et d'un analyseur de spectre. Les pertes optiques de la fibre ont été estimées par la méthode du cut-back sur 3,4 mètres de fibre.

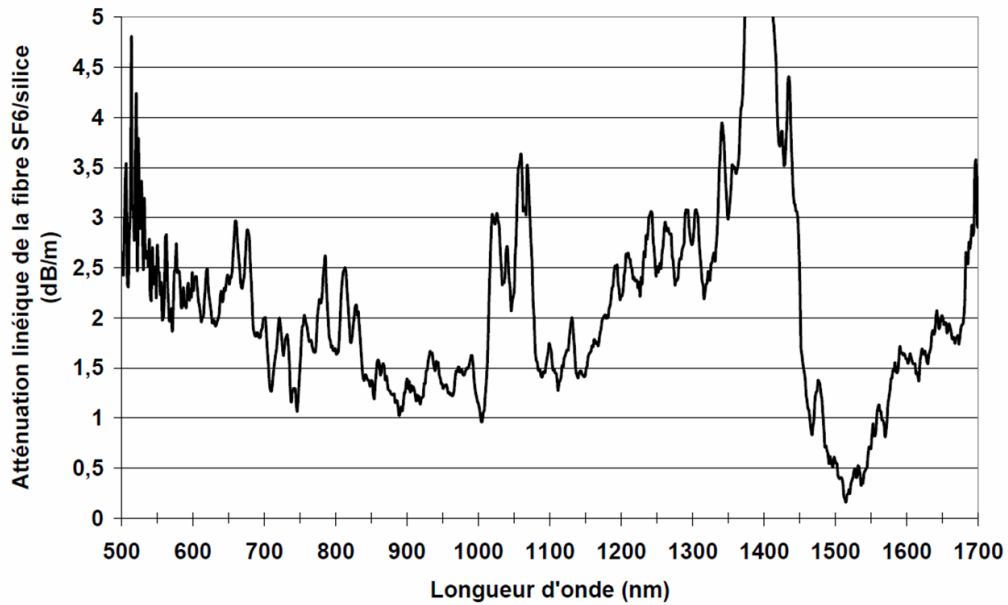


Figure 3.26 : Pertes optiques de la fibre FOM-P2 par la méthode du cut-back sur 3,4 mètres de fibre

L'atténuation linéique de la FOM-P2 est de l'ordre de $1,5 \pm 0,5$ dB/m sur le visible et l'infrarouge proche, avec un fort pic d'absorption aux alentours de 1400 nm (groupements hydroxyles) qui pénalise par la même le guidage dans le cœur de la FOM pour les longueurs d'ondes allant de 1200 à 1450 nm (pertes optiques de l'ordre de 2,5 à 3 dB /m).

La présence d'un fort pic d'absorption dû à la présence d'eau nous a incité à réaliser une seconde fibre optique en ajoutant une étape de séchage du tube de silice avant qu'il ne soit rempli par la poudre de verre N-SF6. Ce traitement thermique est effectué dans le même four résistif tubulaire que l'étape de consolidation de la poudre. Il correspond à un temps de chauffe de 1h30 à 350°C.

Les pertes optiques de cette seconde fibre N-SF6/Silice ont été mesurées par la méthode du cut-back en ôtant 2,5 mètres de fibre entre deux mesures en transmission. La figure 3.27 illustre ces résultats qui sont comparés à l'atténuation de la première fibre réalisée.

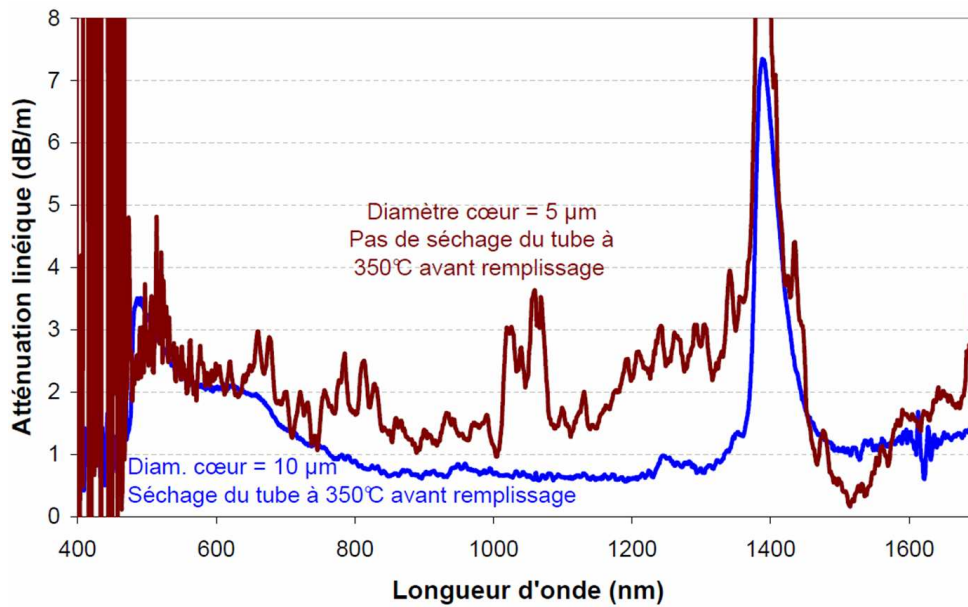


Figure 3.27 : Pertes optiques de la fibre FOM-P2 et d’une seconde fibre optique N-SF6/Silice

Un écart significatif d’environ 1 dB/m apparaît entre les deux courbes d’atténuation. L’étape de séchage permet donc d’éliminer des groupements hydroxyles et sans doute d’autres impuretés contenues dans le tube de silice et qui peuvent diffuser dans le cœur de la fibre lors des étapes à haute température.

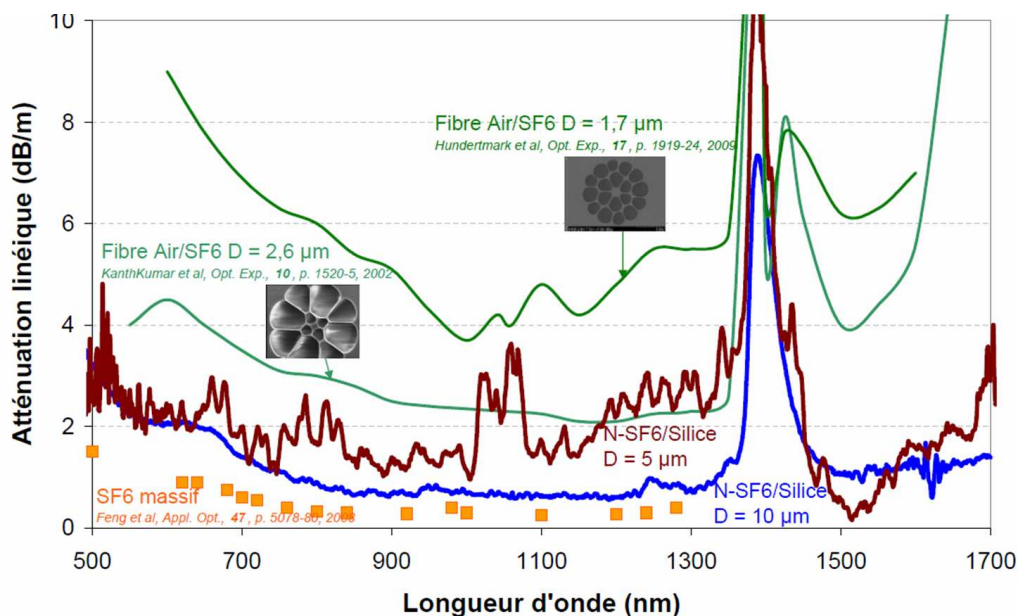


Figure 3.28 : Atténuations linéiques des fibres N-SF6/Silice comparées à des données trouvées dans la littérature

Des valeurs d'atténuation trouvées dans des articles relatifs à des fibres optiques microstructurées SF6 déjà réalisées ont été ajoutées dans le graphique de la figure 3.28.

Cette illustration a déjà fait l'objet de commentaires dans la partie II.3.5 au sujet de l'influence du procédé PPM sur les pertes optiques des fibres réalisées. Les fibres N-SF6/Silice présentent des atténuations du même ordre de grandeur que celles de fibres microstructurées SF6/air ou que celle d'un massif SF6 mesurée par Kumar et coll. [Kumar]. Les pertes de la fibre multimatériaux sont donc optimum puisque l'atténuation est similaire à celle du matériau. Ces deux fibres permettent donc de valider la pertinence du procédé basé sur l'utilisation de poudres de verre pour la réalisation de fibres optiques à faibles pertes optiques.

S'il est possible de réaliser une FOM N-SF6/Silice à fort Δn , alors ces fibres à structure simple et petits cœurs présenteraient un intérêt certain pour la conception de fibres optiques non linéaires pour l'infrarouge, grâce à leurs faibles pertes optiques à 1550 nm, fréquence qui pourrait être utilisée pour un pompage en dispersion anormale des fibres.

En parallèle des verres $\text{SiO}_2:\text{GeO}_2$ et N-SF6, nous nous étions intéressés à un verre de composition inédite et de grande pureté élaboré par l'équipe de Kay Schuster de l'IPHT de Iena en Allemagne, avec laquelle XLIM collabore dans le cadre de projets internationaux (le projet NEODIN pour une durée de trois ans jusque fin 2012 et le projet NEMATECH qui est en cours d'examen) pour la réalisations de fibres optiques performantes dans l'infrarouge.

Maintenant qu'il a été prouvé qu'il était possible de réaliser des fibres optiques, et plus particulièrement des FOM, à faibles pertes optiques du visible à l'infrarouge proche à partir de poudres de verres connus, il convient d'explorer deux autres possibilités de réalisation :

- L'extension du procédé poudre développé à XLIM vers la réalisation de fibres microstructurées verre/air/silice en combinant le PPM et les méthodes Rod-in-Tube ou Stack-and-Draw ;
- La fabrication d'une structure dont le cœur serait composé d'un verre de composition inédite, aux propriétés optiques et thermomécaniques inconnues.

III.2.4. Quatre fibres optiques multimatériaux à structure simple SAL/Silice (FOM-S1 à 3)

Le verre lanthano-aluminosilicate (SAL) nous a été proposé par l'IPHT dans le cadre d'une collaboration sur le sujet des FOM.

En effet, ils ont développé de leur côté des PCF multimatériaux et sont compétents dans la fabrication de verres optiques via un procédé de type melt-quenching. Ils procèdent généralement à un façonnage du verre brut obtenu par coulage pour lui donner la forme d'une barre dense qu'ils insèrent ensuite dans des tubes de silice de qualité optique pour l'élaboration de préformes optiques. Leur procédé de fabrication des verres/préformes permet de concevoir des matériaux/fibres à faibles pertes optiques et forts potentiels non linéaires [Schuster, Tombelaine]. Mais, leur technique de réalisation des préformes optiques demandent plus de temps et d'étapes par rapport au PPM. C'est pourquoi les deux instituts se sont rapprochés pour établir une collaboration efficace pour la réalisation de FOM optiquement performantes à partir de poudres de verre original.

III.2.4.1. Le verre lanthano-aluminosilicate SAL

III.2.4.1.1. Caractéristiques thermomécaniques du verre SAL

La composition molaire en oxydes de ce verre SAL est 70 à 80% de silice SiO_2 , 10 à 20% d'alumine Al_2O_3 et 5 à 10% d'oxyde de lanthane La_2O_3 . Il présente des températures caractéristiques assez proches de celles de la silice pure. Par exemple, la température de transition vitreuse du verre SAL contenant 70% de silice est de l'ordre de 885°C . Celui que nous avons utilisé pour la réalisation de FOM avoisine 80% de silice, son T_G est donc plus élevé que 885°C et se rapproche du T_G de la silice pure ($\sim 1200^\circ\text{C}$). La différence entre les T_G des deux verres est donc inférieure à 300°C .

Le coefficient de dilatation thermique du verre SAL a été estimé à $2,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ d'après la loi des mélanges d'Appen (soit un rapport de 5,6 par rapport à la silice – ratio voisin de celui de la FOM-C).

Il s'agit donc ici de tester un verre dont les paramètres thermomécaniques sont proches de ceux de la silice qui compose la gaine optique des FOM. Nous nous affranchissons ainsi de la formation de fortes contraintes mécaniques dans la structure de la fibre qui pourraient nuire aux performances optiques de la FOM. Ceci nous permet alors de nous concentrer uniquement sur le caractère original du verre employé et d'adapter le procédé PPM à ce type de réalisations.

III.2.4.1.2. Caractéristiques optiques du verre SAL

L'équipe de Kay Schuster qui s'intéressait également ces dernières années aux fibres multimatériaux, a présenté en 2009 une fibre microstructurée verre/air/silice composée d'un autre verre lanthano-aluminosilicate fabriqué à Iena également [*Kobelke*].

La composition chimique du verre qu'ils avaient utilisé était 70% SiO₂, 20% Al₂O₃, 10% La₂O₃. Ce verre présentait une température de transition vitreuse de 885°C, un coefficient de dilatation thermique de $4,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, des indices linéaire et NL de respectivement 1,6 et $7 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2/\text{W}$. Les pertes optiques du matériau ont été mesurées à 0,6 dB/m à 1,2 μm. La fibre microstructurée réalisée était composée de 5 couronnes de trous d'air agencés en maille hexagonale dans une matrice silice et d'un cœur composé du verre lanthano-aluminosilicate. Il s'agit donc bien d'une fibre multimatériaux microstructurée verre/air/silice. Les caractéristiques optogéométriques de cette fibre étaient les suivantes : diamètres de fibre, des trous, du cœur, du cœur inscrit de verre lanthano-aluminosilicate de respectivement 150, 8, 4,5 et 3,2 μm, épaisseur de pont de 0,4 μm, d/Λ de 0,95, ZDW des modes LP₀₁ et LP₁₁ de respectivement 1140 et 970 nm. A l'aide d'une source de pompe centrée à 1064 nm (impulsion 650 ps, fréquence de répétition 23,5 kHz, puissance crête 14 kW), ils avaient généré un continuum dans un tronçon de 2,5 mètres de fibre sur une large bande spectrale (540-2200 nm).

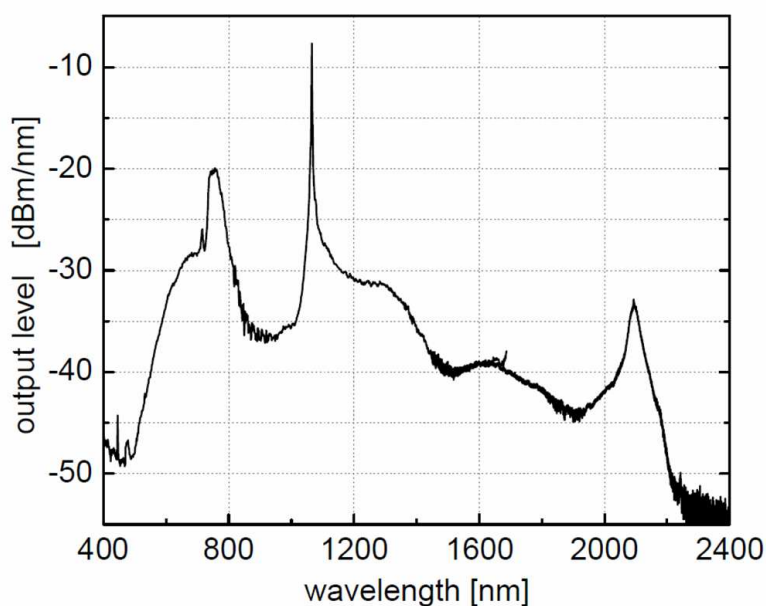


Figure 3.29 : Supercontinuum généré dans une fibre à trous verre lanthano-aluminosilicate/air/silice réalisée à l'IPHT de Iena [Kobelke]

La fibre présentée par Kobelke et coll. est un exemple supplémentaire de l'intérêt des fibres optiques multimatériaux (continua plus larges que dans les fibres microstructurées silice standards pour de mêmes conditions d'injection de pompe notamment). Et c'est dans cette démarche que nos deux laboratoires ont choisi d'établir une étroite coopération pour développer ce type original de fibres optiques.

Le verre SAL qui nous a été proposé par l'institut allemand présente une composition molaire de 82% SiO_2 , 11,6% Al_2O_3 , 6,4% La_2O_3 . Son indice de réfraction est estimé à 1,545 à 580 nm par une loi des mélanges. La réalisation de fibres optiques à cœur SAL et gaine silice valide le cahier des charges posé en fin du chapitre 1 pour des applications de sources dans l'infrarouge. En effet, la valeur du Δn SAL/Silice est élevée ($86 \cdot 10^{-3}$ avec la silice), ce qui autorise un fort confinement du champ dans le cœur de la fibre et donc l'exacerbation d'effets non-linéaires sous l'impulsion d'un faisceau de forte puissance injecté dans le cœur. Toutefois, le phénomène induit dépend de la dispersion chromatique de la fibre optique, selon que le pompage se fasse en dispersion normale (négative) ou anormale (positive).

La dispersion de l'indice de réfraction du verre SAL nous était inconnue. Une méthode a donc été développée à XLIM pour estimer ces données sur une large bande spectrale à l'aide d'un montage d'interférométrie à faible cohérence et d'un analyseur de fibres optiques (voir Chapitre 4). Une fois la formule de Sellmeier du verre SAL connue, il a été possible de prévoir quelques propriétés optiques du verre et des futures fibres multimatériaux.

La dispersion du verre SAL montre un zéro de dispersion aux alentours de 1650 nm. Le fort Δn prévu pour les fibres multimatériaux SAL/Silice à structure simple pourrait autoriser d'abaisser le ZDW des fibres à moins de 1550 nm pour un pompage en régime de dispersion anormale à cette longueur d'onde.

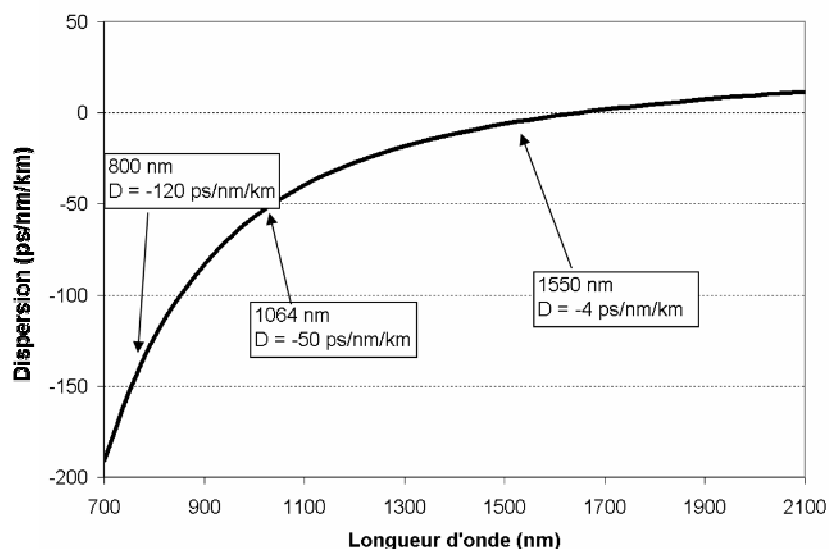


Figure 3.30 : Dispersion du verre SAL

Toutefois, la réalisation de FOM SAL/Silice à structure simple a révélé une modularité de la valeur du Δn d'une fibre à une autre et la valeur théorique de $86 \cdot 10^{-3} n$ n'a jamais été atteinte.

III.2.4.1.3. Modularité du Δn des FOM SAL/Silice

13 FOM SAL/Silice à saut d'indice et de paramètres géométriques différents ont été réalisées lors de cette thèse. Chacune de ces fibres présente une valeur de Δn différente. Ces 13 FOM sont issues de 6 fibrages différents et la différence d'indice cœur/gaine n'est pas la même au cours d'un même fibrage.

Un premier test a consisté à faire varier la température de fibrage lors d'un même étirage. 5 tronçons ont été alors étudiés, montrant différentes valeurs de Δn mais aucune corrélation avec la variation de température.

Une seconde série de tests a permis cette fois d'exclure la tension d'étirage comme facteur de variation du Δn de ces fibres.

Un troisième essai a été effectué en faisant varier le diamètre externe de la fibre optique pour une température et une tension d'étirage constantes tout au long du fibrage. 5 nouveaux

tronçons ont été étudiés, montrant une corrélation de la variation du Δn des FOM SAL/Silice avec la variation de diamètre de la fibre et donc du diamètre de leur cœur.

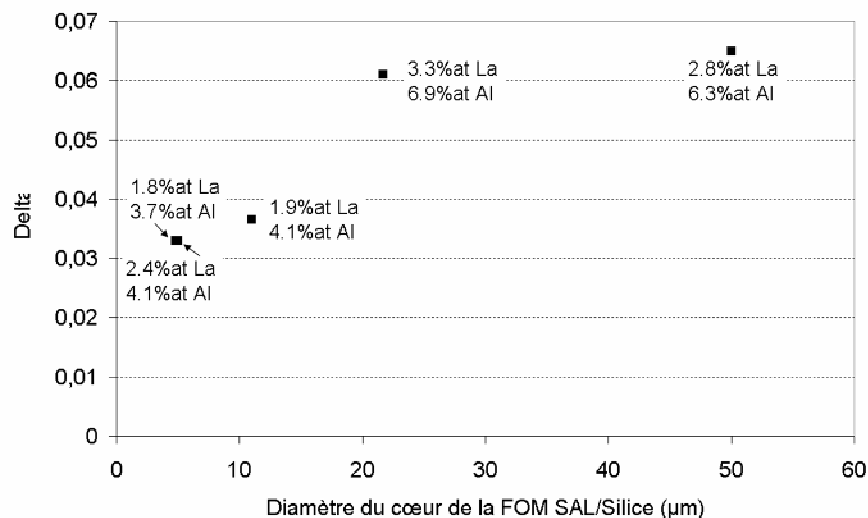


Figure 3.31: Variation du Δn de 5 FOM SAL/Silice issues d'un même fibrage soumis aux mêmes température et contrainte d'étirage (%at = pourcentage atomique)

Une analyse par EDS a été réalisée pour chacun de ces cinq tronçons pour mettre en évidence ou non une variation de la composition chimique du cœur de ces fibres avec la variation de leur Δn . La figure 3.31 montre l'évolution du Δn en fonction du diamètre du cœur des 5 FOM, et ce sans aucune dépendance non plus avec la composition atomique du cœur de ces FOM, même si elle diffère très légèrement d'un tronçon à un autre (de 1,8 à 3,3% atomique pour La et de 3,7 à 6,9% at pour Al).

La modularité du Δn des FOM SAL/Silice à structure simple n'est donc due qu'à la variation du diamètre de leur cœur, comme en atteste la figure 3.32 qui regroupe les 13 fibres multimatériaux à saut d'indice réalisées avec le verre SAL.

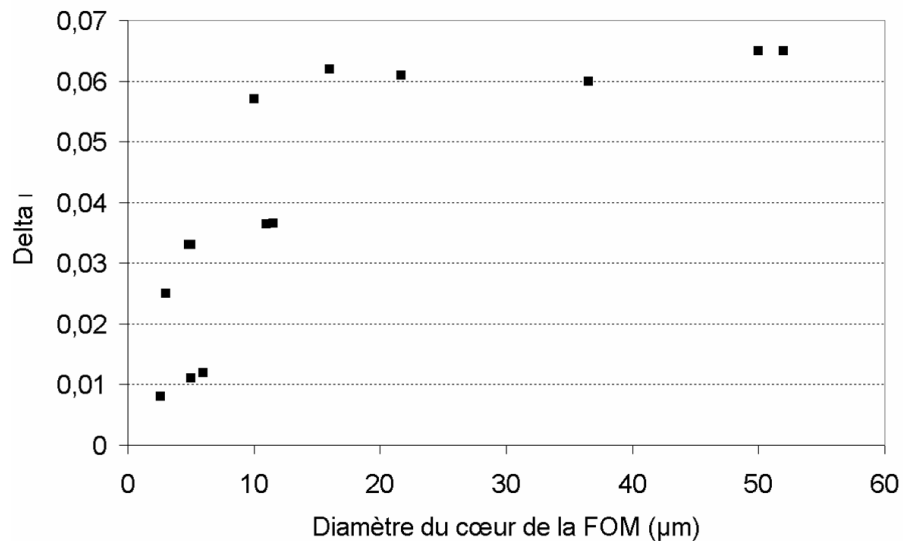


Figure 3.32 : Variation du Δn des FOM SAL/Silice en fonction du diamètre du cœur de ces fibres

Cette étude a été primordiale pour la prévision des performances optiques des fibres réalisées. La dispersion du verre SAL reste inchangée malgré cette variation du Δn avec la silice, car son calcul ne tient compte que de l'allure de la courbe de l'indice de réfraction en fonction de la longueur d'onde. Toutefois, la valeur du Δn joue un rôle important dans la détermination de la dispersion du guide et donc de la dispersion chromatique du mode fondamental et de son zéro de dispersion (voir figure 3.33). Les causes précises de cette modularité du Δn de ces fibres restent encore des inconnues. Elles font l'objet d'un des objectifs du projet NEODIN.

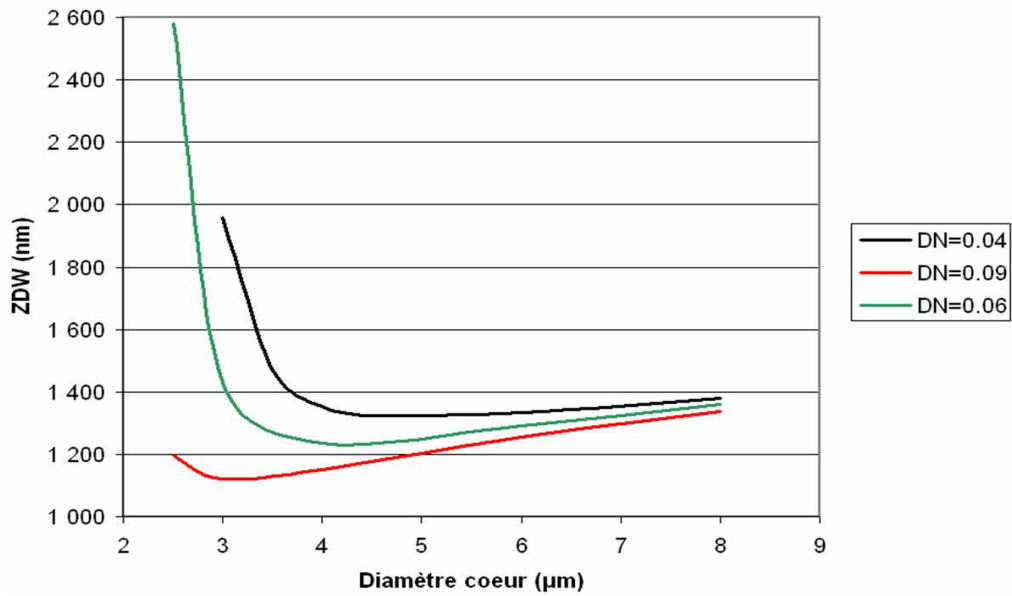


Figure 3.33 : Exemples de variation du ZDW de FOM SAL/Silice à structure simple selon le Δn (ici noté DN dans la légende) et le diamètre du cœur de la fibre

III.2.4.1.4. La poudre de SAL utilisée

L'analyse granulométrique de la poudre du verre SAL montre un diamètre moyen de l'ordre de 255 µm, semblable à celui des grains de la poudre de la silice (230 µm). Son rapport $e/D_{50\%}$ est de 2,8 et elle présente une très grande inhomogénéité qui lui confère un fort pouvoir de compactage

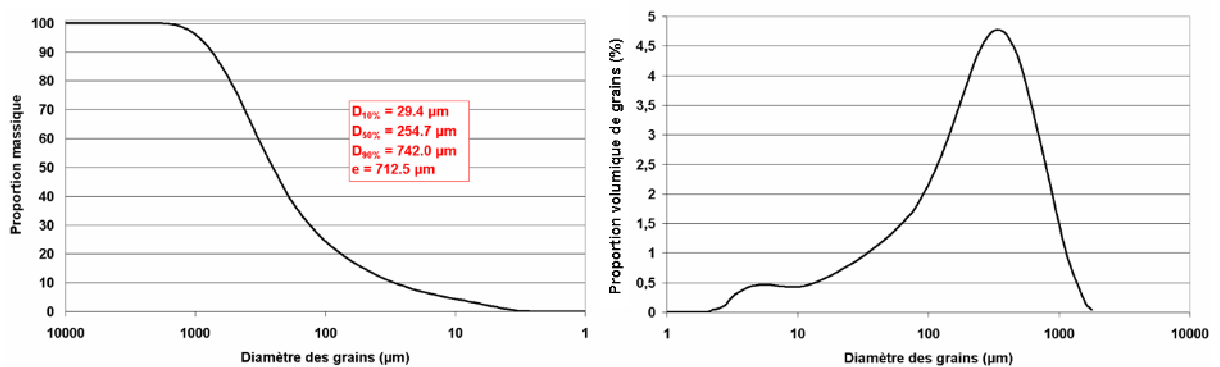


Figure 3.34 : Analyse granulométrique de la poudre de verre SAL

La différence de comportement granulaire de cette poudre SAL vis-à-vis des verres SiGe et N-SF6 est due au fait que le verre SAL n'a pas été concassé avec le même broyeur (toutes les étapes de l'élaboration du verre SAL ont été effectuées à l'IPHT).

Le tableau 3.5 regroupe et compare les principales propriétés du verre SAL et de la silice utilisés pour la réalisation de FOM à structure simple.

Tableau 3.5 : Comparaison des propriétés optiques et thermomécaniques de la silice et du verre SAL

	Diamètre moyen des grains	Indice de réfraction (670 nm)	T_G	Coefficient de dilatation thermique
Verre SAL	255 µm	1,545	> 885°C	28.10 ⁻⁷ K ⁻¹
Silice	230 µm	1,456	~1220°C	5.10 ⁻⁷ K ⁻¹

III.2.4.2. Réalisation de FOM SAL/silice à structure simple

Les préformes optiques réalisées par le procédé PPM ont été directement fibrées, sans passer par un étape de traitement thermique avant fibrage. Une légère dépression (-5 kPa) est appliquée au sommet de la préforme lors de l'étirage à l'aide d'une pompe à vide.

13 FOM à structure simple ont donc été réalisées à partir du verre SAL : fibres optiques à large ou petit cœur. La figure 3.35 présente deux échantillons de ces réalisations. Aucune contrainte mécanique ne semble affecter l'état de surface de ces fibres et ce, même après clivage, puisqu'aucune fissure n'apparaît entre le cœur et la gaine optique. De plus, aucune bulle ne s'est formée dans le cœur ou dans la gaine de la fibre, montrant l'efficacité de la seule dépression appliquée lors de l'étirage. L'observation des 11 autres fibres SAL/Silice à structure simple au microscope optique a montré le même constat.

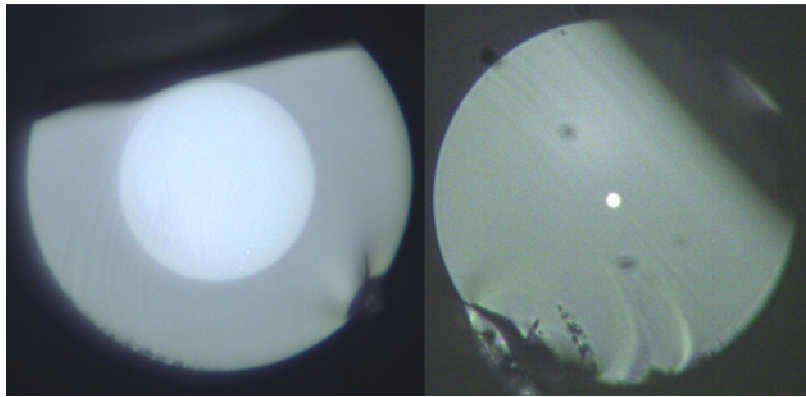


Figure 3.35 : Photographies au microscope optique de deux FOM SAL/Silice à structure simple : à gauche, fibre de diamètres cœur/gaine 50/94 μm et $\Delta n=65.10^{-3}$; à droite : fibre 2,6/110 μm et $\Delta n=8.10^{-3}$.

Trois tronçons de fibres ont particulièrement retenu notre attention. Il s'agit des fibres FOM-S1 à 3. Le tableau 3.6 regroupe les principales informations concernant ces trois fibres.

Tableau 3.6 : Caractéristiques générales des fibres FOM-S1 à 3

	Diamètre du cœur	Δn mesuré à 667,9 nm	λ_c estimé à partir du Δn
FOM-S1	2,6 μm	8.10^{-3}	520 nm
FOM-S2	5 μm	11.10^{-3}	1160 nm
FOM-S3	10 μm	57.10^{-3}	5530 nm

III.2.4.3. Caractérisation en optique linéaire des FOM-S

III.2.4.3.1. Transmission et atténuation des FOM-S

Chacune des trois fibres a été testée à l'aide d'une source continuum et d'un analyseur de spectre. Les pertes optiques des fibres ont été estimées par la méthode du cut-back.

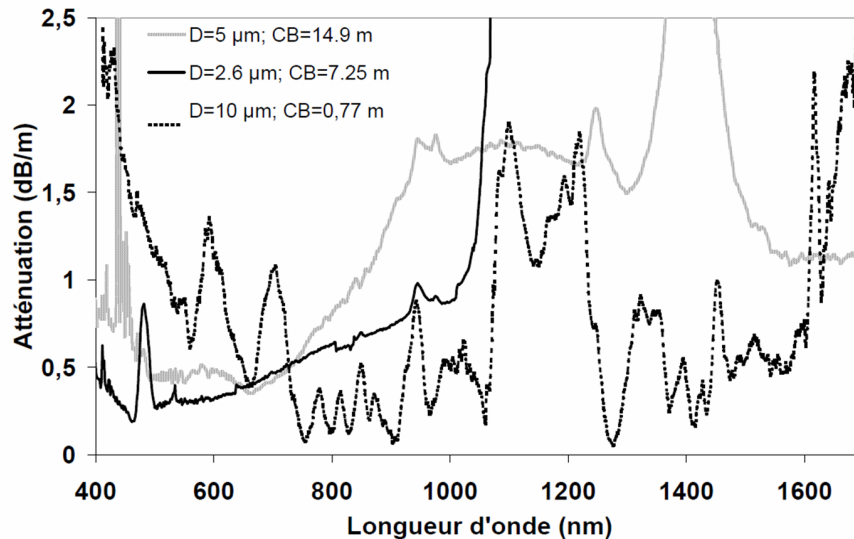


Figure 3.36 : Pertes optiques des FOM-S1 à 3 par la méthode du Cut-Back sur une longueur de fibre notée CB dans la légende

Les trois fibres FOM-S1 à 3 présentent des pertes optiques inférieures à 2 dB/m sur une large bande spectrale. Elles sont même inférieures au dB/m principalement dans le domaine du visible pour les deux fibres à petits cœurs et jusque dans l'infrarouge proche pour la fibre multimode.

La forte absorption de FOM-S1 au-delà de 1050 nm environ est due à l'étalement du champ du mode fondamental dans la gaine optique de la fibre à partir de deux fois sa longueur d'onde de coupure.

La fibre FOM-S2 présente de faibles pertes optiques également dans le visible mais une forte absorption centrée sur 1380 nm. Il s'agit du pic d'absorption des groupements hydroxyyles. Les valeurs des pertes optiques de la FOM-S2 sont 1,8 dB/m à 1060 nm et 1,2 dB/m à 1550 nm.

La fibre FOM-S3, de diamètre de cœur 10 µm, présente de faibles pertes dans le visible et l'infrarouge proche. Elles sont inférieures au dB/m entre 600 et 1100 nm et entre 1300 et 1600 nm (0,2 dB/m à 1060 nm et 0,4 dB/m à 1550 nm). L'augmentation des pertes dans le bas visible et au-delà de 1600 nm peut être imputées à l'absorption des verres de silice à ces longueurs d'ondes et aux limites de détection de l'analyseur de spectre.

Les faibles valeurs d'atténuation linéique de ces trois fibres SAL/Silice à structure simple valident une fois de plus les concepts des FOM et du PPM. Elles sont notamment de l'ordre du dB/m à des longueurs d'ondes telles que 850-980, 1064 et 1550 nm, qui correspondent aux fréquences de lasers couramment utilisées pour le pompage de fibres optiques non linéaires.

De plus, la fibre FOM-S2 présente un comportement monomode dès 1160 nm, ce qui permet d'éviter des phénomènes tels que le couplage de mode ou la dispersion des modes d'ordres élevés parfois responsables de pertes optiques ou de perturbation du pompage.

III.2.4.3.2. Dispersion chromatique de la fibre FOM-S2

La dispersion chromatique de la FOM-S2 a été mesurée à XLIM à l'aide d'un banc d'interférométrie à faible cohérence de type Mach-Zehnder. La source est issue de la génération d'un continuum large bande dans une fibre microstructurée de type « endlessly monomode » par pompage à l'aide d'un microship Nd:YAG (1064 nm, 1 ns, $P_{\text{moy}} > 100$ mW). Le fonctionnement d'un tel montage sera plus longuement explicité dans le chapitre 4.

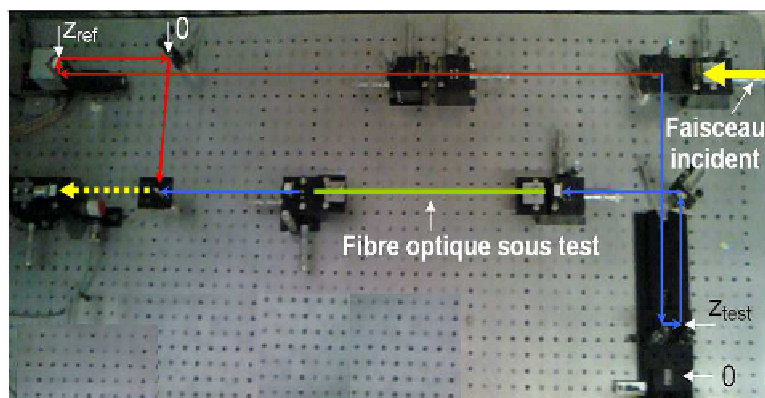


Figure 3.37 : Montage de mesure de dispersion chromatique à XLIM

Ce montage permet de mesurer la vitesse de groupe d'un mode sur une large bande spectrale (au moins 600 à 1750 nm), et donc de remonter à la dispersion chromatique de ce mode guidé dans le cœur de la fibre.

La caractérisation interférométrique de la FOM-S2 a montré un zéro de dispersion aux alentours de 1445 nm. Il serait donc intéressant de réaliser des tests NL à l'aide d'un laser émettant à 1550 nm pour mettre en évidence la possibilité d'exacerber des effets non linéaires dans une telle FOM à structure simple, et ce même si le diamètre de cœur est de 5 μm et le Δn assez faible ($11 \cdot 10^{-3}$).

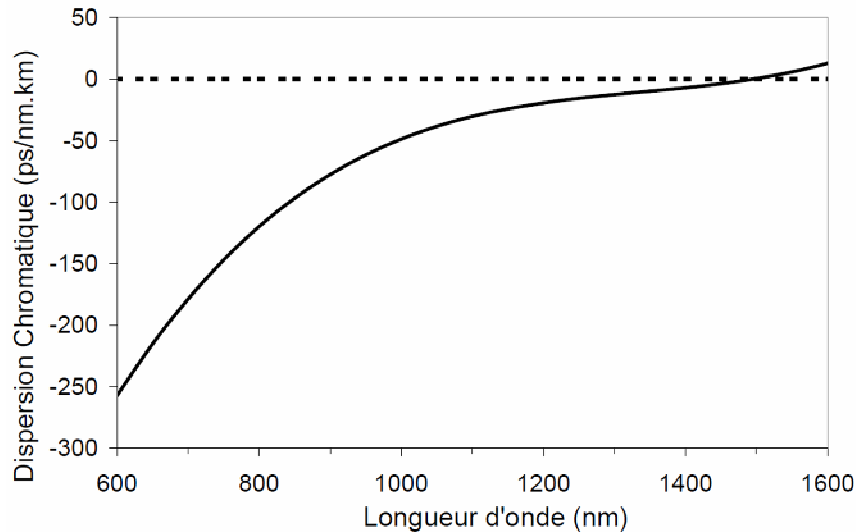


Figure 3.38 : Courbe de dispersion chromatique de la FOM-S2 mesurée par interférométrie spatiale à faible cohérence à XLIM

III.2.4.4. Caractérisation en optique non-linéaire de la FOM-S2

Le verre SAL présente un indice non linéaire plus élevé que celui de la silice pure. La méthode de Boling [Boling] présentée dans le chapitre 1 indique une valeur de n_2 de l'ordre de 5.10^{-20} m²/W à 1500 nm (contre $2,5.10^{-20}$ m²/W pour la silice pure à la même longueur d'onde). Pour information, le verre lanthano-aluminosilicate proposé par Kobelke et coll. pour leur fibre multimatériaux microstructurée avait un indice NL de 7.10^{-20} m²/W [Kobelke].

L'aire effective du mode fondamental guidé dans le cœur de la FOM-S2 a été modélisée à partir de la formule de Marcuse définie dans le chapitre 1. Ces équations peuvent être appliquées dans notre cas parce que la valeur du Δn des FOM SAL/Silice autorise l'hypothèse de guidage faible. L'aire effective du mode fondamental guidé dans le cœur de la FOM-S2 à 1550 nm est estimée aux alentours de 30 μm^2 .

Le coefficient NL de la FOM-S2 à saut d'indice est alors estimé à $6,2 \text{ W}^{-1}.\text{km}^{-1}$ à 1500 nm. C'est 6 fois plus qu'une SMF standard mais 11 fois moins qu'une fibre microstructurée air/silice standard [Leong].

Cette valeur peut être augmentée en diminuant le diamètre du cœur de la fibre. Mais dans le cas des FOM SAL/Silice à structure simple, la combinaison d'un petit diamètre de cœur avec un faible Δn entraîne un phénomène de guidage à pertes dès l'infrarouge proche, ce qu'il faudrait bien évidemment éviter. Un diamètre de cœur de 5 μm est donc un bon compromis entre longueurs d'onde de coupure et de dispersion nulle et coefficient non linéaire.

La FOM-S2 a donc été testée dans son régime de dispersion anormale à 1550 nm à l'aide d'un laser fibré émettant des impulsions de quelques dizaines de femtosecondes (puissance moyenne de 200 mW, puissance crête de 23 kW et fréquence de répétition de 110 MHz).

Rappelons que cette fibre optique présente des pertes de 1,2 dB/m à 1550 nm et une longueur d'onde de coupure à 1145 nm.

La figure 3.39 illustre l'injection du faisceau à 1550 nm dans le cœur d'un tronçon d'un mètre de fibre FOM-S2 (longueur choisie arbitrairement) et la réponse en sortie de fibre en fonction de la puissance d'injection.

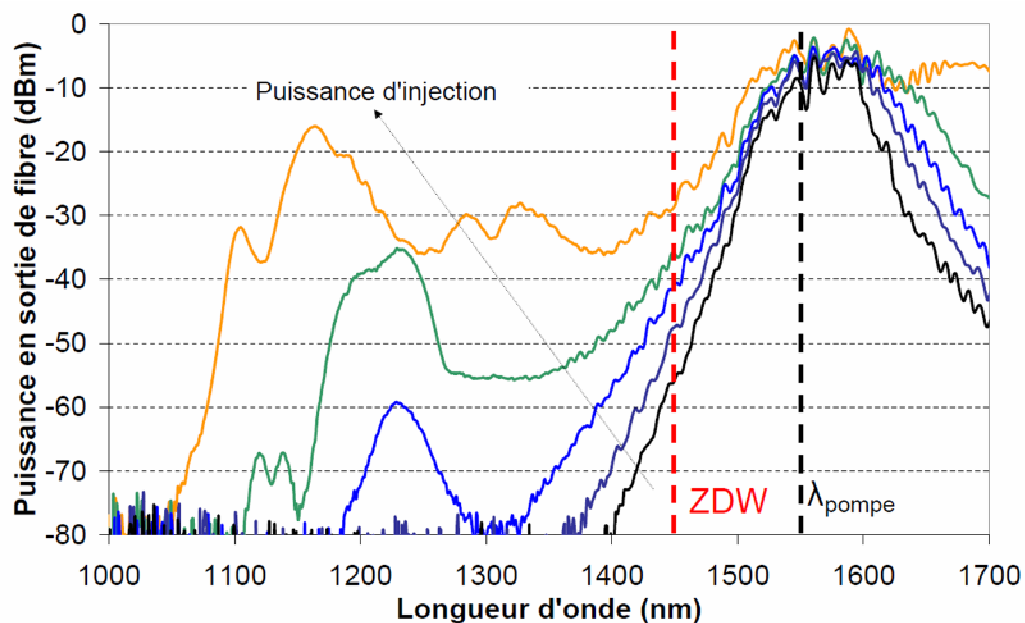


Figure 3.39 : Génération d'un continuum dont l'élargissement spectral évolue avec la puissance d'injection du faisceau femtoseconde à 1550 nm

Un continuum est créé dans la fibre SAL/Silice dont la largeur augmente avec la puissance injectée. Le processus de formation de ce continuum est en cours d'étude. De premières conclusions impliquent la génération d'un soliton et de son onde dispersive complémentaire. La formation de cette dernière est notamment visible sur la figure 3.39 entre 1150 et 1250 nm selon la puissance de pompage.

Pour de fortes puissances de pompe, le continuum s'étend au-delà de 1700 nm, limite de mesure de l'analyseur de spectre de type ANDO utilisé. Une étude complémentaire sera réalisée dans l'infrarouge avec du matériel adapté (non disponible à XLIM) dans le cadre du projet NEODIN (collaboration entre XLIM, l'IPHT de Berne et L'Institut FEMTO de Besançon).

Il est néanmoins souvent recherché de positionner le ZDW des fibres optiques en dessous de 1064 nm pour un pompage à cette longueur d'onde. En effet, l'utilisation de lasers de type Nd:YAG est courante pour l'exacerbation d'effets non linéaires dans des fibres microstructurées air/silice.

Une fibre microstructurée SAL/air/silice a donc été réalisée dont les paramètres optogéométriques ont été adaptés pour que sa longueur d'onde de dispersion nulle soit la plus proche possible (et inférieure) à 1064 nm. Il s'agit de la première fibre optique multimatériaux microstructurée réalisée à XLIM à l'aide du Procédé Poudre Modifié. Cette fibre prouve que les procédés poudre, Rod-in-Tube et Stack-and-Draw sont complémentaires pour la réalisation de telles structures originales.

III.3. REALISATION ET CARACTERISATION **D'UNE FIBRE OPTIQUE MULTIMATERIAUX** **MICROSTRUCTUREE**

Il s'agit là de réaliser des géométries verre/air/silice pour combiner les performances optiques des fibres optiques multimatériaux SAL/Silice et celles des fibres optiques microstructurées verre/air qui font chaque jour l'objet de publications pertinentes (forte non linéarité, guidage à des longueurs d'ondes non conventionnelles, faibles pertes optiques, élargissement spectraux, émissions exotiques, applications pour des détections de liquide ou gaz etc).

Pour ce faire, il a été décidé d'utiliser le verre SAL qui présente une bonne compatibilité thermomécanique avec la silice. De plus, la relation de Sellmeier de ce verre est désormais connue grâce à une méthode de mesures développée durant cette thèse. Il a donc été possible d'estimer de façon théorique la position de la longueur d'onde de dispersion nulle de la fibre en fonction des paramètres géométriques de la PCF.

III.3.1. Réalisation de la fibre optique multimatériaux microstructurée SAL/air/silice (ou FOM-SAS)

Cette fibre microstructurée SAL/air/silice a été réalisée en combinant le Procédé Poudre Modifié à la méthode de Stack-and-Draw.

Une canne microstructurée dite « blanche », c'est-à-dire à cœur creux, a été réalisée par la méthode Stack-and-Draw à partir de capillaires à bords minces de silice manchonnés dans un tube de maintien épais de silice. La géométrie sélectionnée correspond à un cœur entouré de 7 couronnes de capillaires creux agencés selon une maille triangulaire. Un premier étirage effectué à froid, pour conserver la géométrie, a permis la fabrication de cannes de diamètre millimétrique (3,75 mm) et de longueur 1 mètre. Le diamètre des trous d'air a été mesuré à l'aide du microscope optique et vaut 200 μm environ.

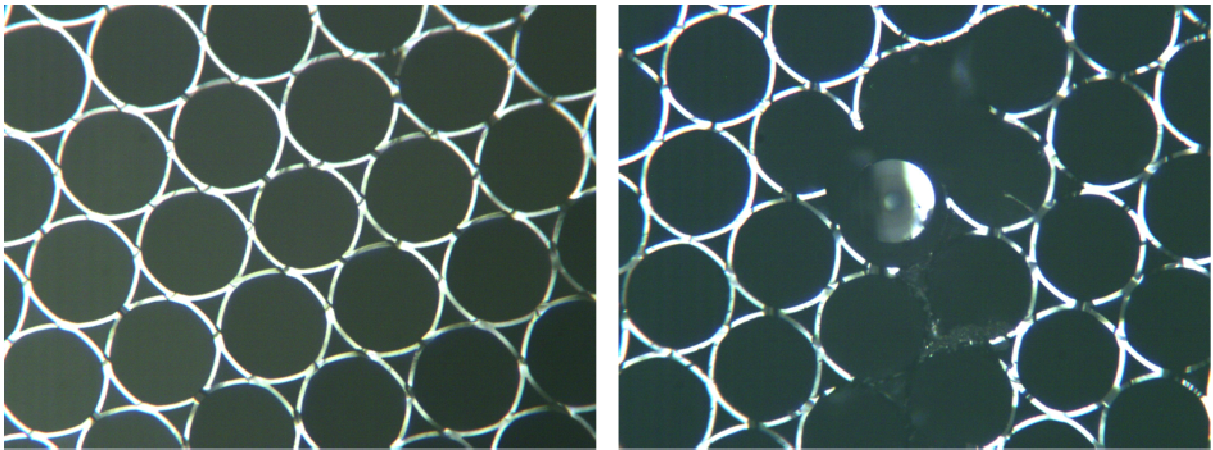


Figure 3.40 : A gauche : Détail de la microstructure de la canne blanche ; A droite : Fibre à structure simple SAL/Silice insérée dans le cœur creux de la canne millimétrique.

Tous les trous de cette canne, excepté celui situé au centre, ont été bouchés à l'aide d'un enduit époxyde à prise rapide qui résiste à des températures relativement élevées. Lors du fibrage, une surpression va donc se créer naturellement dans ces capillaires qui vont gonfler par dilatation de l'air à haute température. Cela permet également aux interstices entre les capillaires de se collapser pour obtenir une microstructure à forte proportion d'air (larges trous et faible épaisseur des ponts de silice). Ce type de géométrie permet un meilleur

confinement du champ guidé dans le cœur en créant une forte isolation du cœur par rapport à la gaine microstructurée en silice [Birks].

La seconde étape de fabrication de la préforme a consisté à insérer un tronçon de fibre à saut d'indice SAL/Silice réalisé par le Procédé Poudre Modifié, dénudée sur une longueur de 1 mètre, dans le trou non bouché de la canne microstructurée. Cette fibre présentait un Δn de 65.10^{-3} mesuré à 667,9 nm et des dimensions cœur/gaine 50/145 μm . Son rôle est de constituer le futur cœur de la PCF multimatériaux.

La canne a ensuite été manchonnée dans un tube de silice de dimensions 4/6 mm et l'ensemble a été fibré sous forte aspiration (-0,02 bar) pour collapser l'espace entre la fibre à structure simple et la canne creuse. Le diamètre de la fibre était prévu à 150 μm pour obtenir un zéro de dispersion de la fibre proche de 1050 nm. La figure 3.41 illustre la fibre FOM-SAS réalisée.

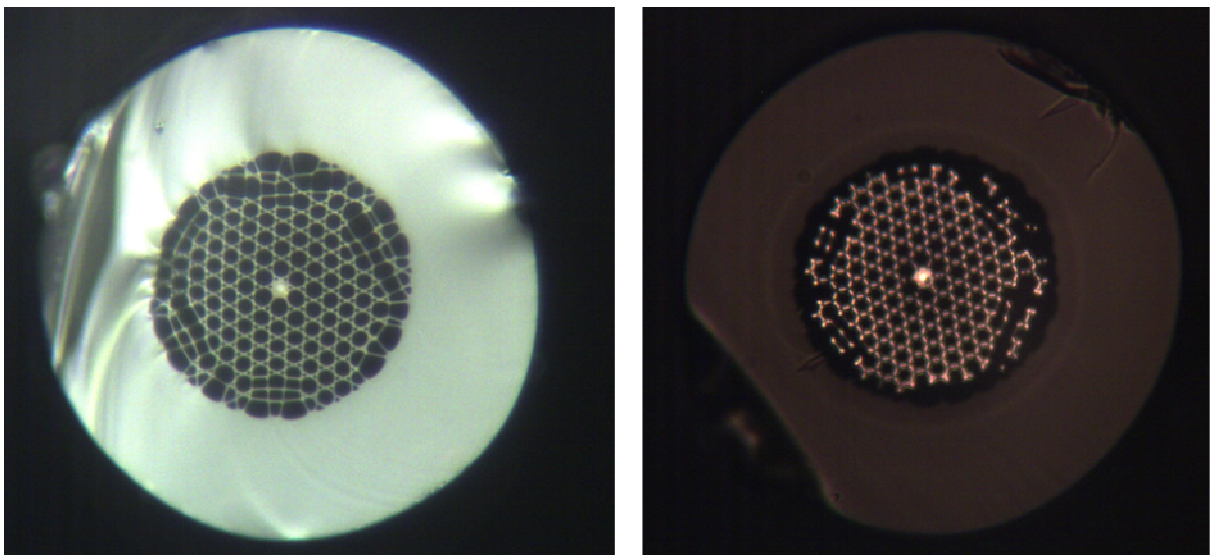


Figure 3.41 : Images au microscope optique en mode réflexion (à gauche) ou transmission (à droite) de la FOM-SAS réalisée à XLIM (objectif x 20)

L'imagerie en transmission permet de distinguer les zones d'indice de réfraction différent. Nous pouvons bien distinguer sur la figure 3.39 le cœur en verre SAL des ponts de silice.

La FOM-SAS présente un diamètre de cœur de 5,6 μm dans lequel est inscrit un cœur en verre SAL de diamètre 1,25 μm .

La valeur du Δn SAL/Silice n'a pas été vérifiée au mesureur de profil d'indice EXFO à cause de la trop petite taille du cœur de la fibre comparée à la résolution spatiale de l'appareil (0,5 μm).

III.3.2. Caractérisation linéaire de la FOM-SAS

Les pertes optiques de la fibre ont été estimées par la méthode du cut-back sur 2 mètres de fibre à 4,5 dB/m à la longueur d'onde 1064 nm, ce qui signifie une atténuation de plus de 70% du signal transmis dans la fibre au bout d'un mètre. Cette valeur est relativement élevée mais reste acceptable étant donné qu'il s'agit de la première fibre multimatériaux microstructurée réalisée à XLIM à l'aide de procédés poudre et que son utilisation (application NL) n'implique que l'utilisation de tronçons métriques. La PCF verre lanthano-aluminosilicate/air/silice présentée par l'équipe de Kay Schuster en 2009 avait quant à elle une atténuation de 1,3 dB/m à 1064 nm. Ils avaient estimé les pertes de leur matériau à 0,6 dB/m à 1,2 μm .

III.3.3. Caractérisation non linéaire de la FOM-SAS

Deux tronçons de longueur différente de FOM-SAS ont été testés sous l'impulsion nanoseconde d'un micro-chip Nd :YAG émettant à 1064 nm. Un système de lames quart et demies ondes permettent de régler la puissance et/ou la polarisation du signal de pompe.

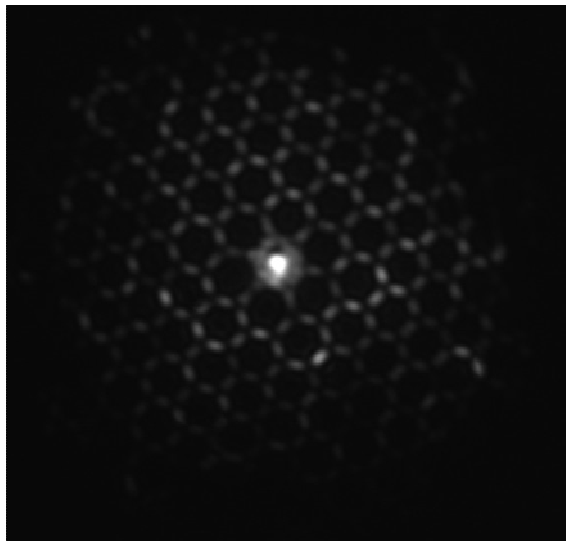


Figure 3.42 : Photographie de l'image en sortie de fibre FOM-SAS de l'injection d'un faisceau de pompe à 1064 nm

La figure 3.42 montre que le champ guidé n'est pas intégralement confiné dans le cœur de la fibre. Le faible diamètre de cœur de la fibre ($1,25 \mu\text{m}$) empêche un bon rendement de l'injection du faisceau.

Au fur et à mesure que la puissance du faisceau injecté dans le FOM-SAS est augmentée, des pics se créent de part et d'autre de la longueur d'onde de pompe. Il y a donc un effet Raman qui est généré dans la structure. Pour un tronçon de faible longueur de FOM-SAS, on voit la génération de pics Raman à intervalles de fréquence réguliers de l'ordre de 4 à 4,5 THz. Nous attribuons ce décalage à la signature Raman du verre lanthano-aluminosilicate. Au contraire, pour des tronçons plus longs, la réponse au faisceau de pompe correspond à un effet Raman stimulé dans la silice, avec des décalages en fréquence réguliers de 13 THz environ. Ceci est dû à l'étalement du champ guidé dans la couronne périphérique du cœur en silice.

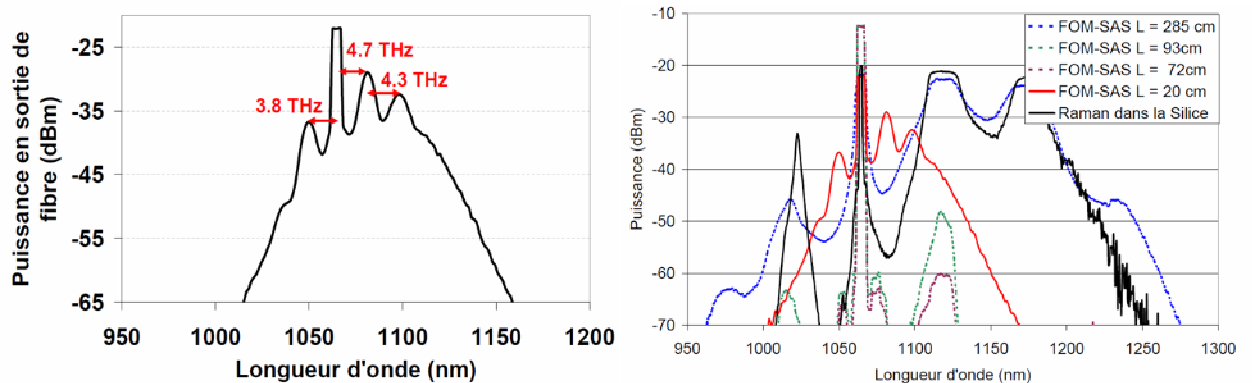


Figure 3.43 : Réponse en sortie de fibre FOM-SAS pompée à 1064 nm en régime ns ; A gauche : Génération Raman dans le cœur en verre SAL ; A droite : Evolution des pics Raman selon la longueur de la fibre testée.

Aucun élargissement spectral ne s'est formé lorsqu'un tronçon de courte longueur de fibre FOM-SAS a été pompé à 1064 nm. Ceci pose la question sur la position réelle de la longueur d'onde de dispersion nulle de cette fibre, qui n'est sans doute pas située à 1050 nm. Il était attendu de cette fibre un diamètre de cœur en verre SAL de $1,25 \mu\text{m}$ et des diamètres de cœur en silice et des trous d'air de $3,6 \mu\text{m}$ dans une fibre de $150 \mu\text{m}$ de diamètre. Finalement, les trous d'air sont plus gros que prévus, ainsi que la couronne périphérique du cœur ($5,6 \mu\text{m}$). La géométrie réelle de la FOM-SAS a été modélisée grâce au logiciel Comsol Multiphysics® et la longueur d'onde de dispersion nulle estimée est alors de 1125 nm. Cette valeur n'a pas été vérifiée par des mesures d'interférométrie temporelle mais semble cohérente avec les résultats obtenus par les expériences de pompage à 1064 nm, qui ont été finalement réalisées en régime de dispersion normale de la fibre.

Cette étude doit donc être poursuivie pour finaliser la réalisation de fibres optiques multimatériaux microstructurées performantes à partir de procédés poudre originaux.

Dans le cadre de l'utilisation de tronçons métriques ou décimétriques de fibres optiques pour des applications NL par exemple, nous proposons la géométrie originale des FOM qui, aux vues des résultats présentés dans ce manuscrit, présentent de nombreux avantages. Ces derniers seront explicités dans un dernier paragraphe qui permet de conclure sur le potentiel des FOM et du Procédé Poudre Modifié associé, qui ont fait l'objet de cette thèse et ouvrent de nombreuses perspectives de réalisation puisqu'elles sont sources de création de plusieurs projets internationaux et d'une thèse débutée l'an dernier à XLIM.

III.4. CONCLUSION

Ce troisième chapitre a présenté la réalisation et la caractérisation en optique linéaire et non linéaire de différentes fibres optiques multimatériaux conçues durant mon doctorat. Chacune de ces FOM a joué un rôle déterminant dans ce travail et chacune d'entre elles valide une étape technologique des concepts des FOM et du PPM.

En effet, la FOM à cœur en cordiérite a permis de stabiliser le procédé PPM et de montrer qu'il était possible de réaliser des fibres optiques mécaniquement stables et de longueurs décimétriques à l'aide de cette méthode. Cette fibre a donc permis de lever un premier verrou technologique concernant la réalisation de fibres optiques à partir de deux verres de nature thermomécanique différente.

Une seconde étape a consisté à réaliser des FOM aux performances optiques linéaires satisfaisantes pour des applications nécessitant des tronçons décimétriques de fibres (exacerbation d'effets NL, détection, lasers etc.). La pertinence du Procédé Poudre Modifié a été démontrée par la réalisation de la FOM à cœur N-SF6 pour laquelle nous avons observé des pertes optiques du même ordre de grandeur que celles mesurées dans le verre massif. Ce résultat prouve que le procédé PPM n'induit pas de pertes optiques supplémentaires.

De plus, le verre N-SF6 présentait des caractéristiques thermomécaniques très différentes de celles de la silice qui compose la gaine optique des FOM. Il a été montré qu'un petit diamètre de cœur de verre N-SF6 entouré d'une épaisse gaine de silice pure (fibre de dimensions 2/110 μm) autorisait une bonne résistance mécanique de la fibre, et ce même

après clivage ou torsion de la fibre. Il est donc possible d'insérer deux verres de natures peu à très différentes au sein d'une même fibre optique.

Des solutions pour lever un troisième verrou technologique, concernant le potentiel non linéaires des FOM, sont toujours à l'étude. Le travail théorique effectué sur la structure N-SF₆/Silice de type saut d'indice à fort Δn a montré une similitude du comportement de la longueur d'onde de dispersion nulle et du coefficient non linéaire de ces fibres avec ceux de PCF air/silice ou air/verre. L'avantage des FOM N-SF₆/Silice est la facilité avec laquelle il est possible de déplacer le ZDW de la fibre en ajustant un unique paramètre qui est le diamètre du cœur de la structure simple. Dans le cas de fibres microstructurées, il faut trouver la combinaison idéale du trio de paramètres {diamètre de cœur + diamètre des trous des premières couronnes + épaisseur des ponts de verre}, ce qui est plus complexe d'un point de vue technologique. De plus, les FOM à structure simple autorisent de forts coefficients non linéaires pour des diamètres de cœur plus grands que dans le cas de PCF, rendant l'injection de faisceaux plus facile et efficace.

L'utilisation d'un verre de silice dopée germanium a également été à l'étude. Ce type de verre a été beaucoup utilisé pour la réalisation de fibres optiques monomodes standards à très faible atténuation sur les bandes télécoms (jusque 0,14 dB/km à 1550 nm par voie MCVD).

La voie poudre développée à XLIM présente un intérêt certain pour la réalisation de barreaux de silice dopée à l'oxyde de germanium à plus faible coût de production que dans le cas de méthode par CVD. Au contraire, le procédé poudre ne pourra autoriser des valeurs de pertes optiques comparables à la méthode MCVD. Mais les verres SiO₂:GeO₂ sont parfois utilisés pour des applications NL pour lesquelles des pertes de l'ordre de quelques dixièmes de dB/m sont tolérées.

Un quatrième verrou technologique a été levé par la réalisation de FOM dont le cœur était composé d'un verre lanthano-aluminosilicate de composition unique et dont les propriétés optiques et thermomécaniques nous étaient inconnues. Ces fibres ont montré des pertes optiques de l'ordre du dB/m sur une large bande spectrale et une réponse Raman à des sollicitations de pompage dans son régime de dispersion anormale. Nous avons attribué la formation de pics Raman décalés de 4 à 4,5 THz à la nature même du verre SAL.

Une fibre SAL/Silice de type saut d'indice et faible Δn ($11 \cdot 10^{-3}$) a été testée dans son régime de dispersion anormale à 1550 nm sous des impulsions femtosecondes montrant la formation d'un continuum large bande à partir de 1050 nm. Des études complémentaires nous permettront de définir sa borne supérieure qui se situe au-delà de 1700 nm.

Il est donc possible de réaliser des fibres optiques performantes mais néanmoins à géométrie simple à partir de verres de composition originale sous forme de poudre.

Ces résultats sur les verres originaux ont notamment suscité l'intérêt de développer à XLIM des compositions verrières inédites et de grande pureté par les voies sol-gel ou melt-quenching. Les deux méthodes proposées autoriseront l'élaboration de verres d'oxydes silicatés ou non mais également de verres dopés aux ions terre rare ou métalliques (pour le démultiplexage en longueurs d'onde) ou bien aux nanoparticules métalliques. Cette dernière possibilité vise des applications dans le domaine térahertz par exemple.

Enfin, un dernier obstacle a été levé par la réalisation d'une fibre optique multimatériaux microstructurée, en couplant le procédé poudre développé à XLIM et des méthodes plus conventionnelles que sont le Rod-in-Tube et le Stack-and-Draw. Ceci ouvre la voie à la fabrication de fibres optiques composées de plus de deux verres différents pour un couplage des performances de ces verres ou bien un enchaînement des performances de chacun (par exemple, enchaînement des transmissions optiques pour des guides d'ondes « super » large bande).

Toutes ces réalisations ont permis de montrer que les FOM peuvent présenter des performances optiques intéressantes dans le visible et l'infrarouge proche. Elles semblent également être de bonnes candidates pour la génération de longueurs d'onde dans l'infrarouge moyen.

Nous proposons de poursuivre le développement de fibres optiques multimatériaux à l'aide du procédé poudre développé durant mon doctorat, notamment sur la finalisation des FOM $\text{SiO}_2:\text{GeO}_2$ et N-SF6/Silice.

De plus, il serait intéressant d'étudier la possibilité de diminuer les pertes des matériaux sélectionnés pour la réalisation des FOM à pertes optiques de l'ordre de quelques dixièmes de dB/m. différentes voies seraient à explorer, telles que :

- La réalisation en interne de composés d'une grande pureté ;
- La sélection de matières premières pures ;
- L'élimination des groupements hydroxyles dans les poudres ;
- La préparation et le fibrage des préformes poudre en atmosphère propre ;
- L'utilisation de tubes de silice de grande qualité optique (tels que les tubes Heraeus Suprasil 300 dont la concentration en OH n'excède pas 1 ppm ($\mu\text{g/g}$)).

CHAPITRE IV. DEVELOPPEMENT D'UNE METHODE POUR L'ESTIMATION DE L'INDICE DE REFRACTION DU CŒUR D'UNE FIBRE OPTIQUE SUR UNE LARGE BANDE SPECTRALE

IV.1. INTRODUCTION

Le verre SAL que nous avons utilisé pour composer le cœur de fibres optiques multimatériaux réalisées durant mon doctorat était un verre de composition originale. Nous ne connaissions donc pas son indice de réfraction sur une large bande spectrale. Ce paramètre est pourtant indispensable pour la conception de fibres optiques dont les paramètres optogéométriques sont adaptés à une application visée (estimations de la longueur d'onde de coupure du mode fondamental, de la courbe de dispersion chromatique, du coefficient non linéaire etc.).

Cet indice de réfraction peut être mesuré à l'aide de plusieurs méthodes, dont :

- Un réfractomètre d'Abbe (erreur absolue de $\pm 2 \cdot 10^{-3}$) [*Simmons*] ;
- Un goniomètre ($\pm 5 \cdot 10^{-6}$) [*Simmons*] ;

- Par interférométrie de phase ($\pm 3.6.10^{-5}$) [*Jian*] : il s'agit de la mesure de la phase d'un faisceau dont le chemin optique est modifié par la présence d'un massif sur un des bras de l'interféromètre;
- Par interférométrie hétérodyne ($\pm 1.10^{-3}$) [*Chiu*] : il s'agit de la mesure combinée de l'intensité et de la phase d'un faisceau dont le chemin optique est modifié par la présence d'un massif sur un des bras de l'interféromètre.

Ces méthodes sont applicables à des matériaux massifs, et nous ne disposons que de poudre de verre SAL.

Pour déterminer l'indice de réfraction de ce verre, nous avons alors mesuré le profil d'indice des fibres multimatériaux que nous avons réalisées durant mon doctorat à l'aide d'un analyseur de fibres optiques de type EXFO NR 9200 dont le principe de fonctionnement (mesure en champ proche réfracté) a déjà été défini dans ce manuscrit (paragraphe II.3.2.2.2). Nous avons alors observé lors de ces mesures, que le Δn des FOM et donc l'indice de réfraction du verre SAL se trouvant dans leurs cœurs variait avec le diamètre du cœur des fibres. Cette constatation a été faite à une longueur d'onde, celle de la mesure du profil d'indice des fibres, mais il se pourrait que cette variation d'indice évolue en fonction de la longueur d'onde d'un diamètre de cœur à un autre.

Nous devons donc trouver un moyen pour caractériser ce verre optique inédit pour :

- D'une part, quantifier l'impact de l'étape de fibrage sur les valeurs et l'allure de la courbe de l'indice de réfraction du verre SAL en fonction de la longueur d'onde ;
- D'autre part, et surtout, prévoir les performances et concevoir des fibres optiques à partir de ce matériau.

Dans les deux cas, le réfractomètre EXFO n'était plus suffisant puisqu'il ne permet la mesure de profil d'indice d'une fibre optique qu'à une unique longueur d'onde.

Nous proposons alors la démarche suivante :

- Les indices de réfraction de cœur et de gaine d'une fibre optique sont liés à la constante de propagation β d'un mode guidé par la fibre par l'équation d'Helmholtz, soit :

$$\frac{\partial^2 E}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial E}{\partial r} + \left(k_0^2 n(r)^2 - \beta^2 - \frac{\kappa^2}{r^2} \right) \cdot E = 0$$

E représente la composante transversale du champ électrique du mode considéré, k_0 est le nombre d'onde tel que $k_0 = \frac{2\pi}{\lambda}$ et κ est l'ordre azimutal du mode (il est nul pour le mode fondamental, ce qui simplifie l'expression).

Il est possible d'extraire de cette équation l'indice de réfraction du cœur de la fibre optique en connaissant l'évolution en fonction de la longueur d'onde de la constante de propagation et de l'indice de réfraction de la gaine de la fibre.

- La constante de propagation β d'un mode peut être extrapolée de l'évolution du temps de groupe absolu de ce mode comme le montre le développement de Taylor de β en fonction de la fréquence ω du faisceau incident :

$$\beta(\omega) = \beta_0 + \beta_1(\omega - \omega_0) + \frac{1}{2}\beta_2(\omega - \omega_0)^2 + \dots$$

avec $\beta_m = \left(\frac{d^m \beta}{d\omega^m} \right)_{\omega=\omega_0}$ et m entier positif.

Le terme dispersif d'ordre 1 (β_1) vérifie :

$$\beta_1 = \frac{d\beta}{d\omega} = \tau_G = \frac{n_G}{c}$$

Il vient alors,

$$\beta(\lambda) = -2\pi \int \frac{n_G(\lambda)}{\lambda^2} d\lambda + CI$$

- L'extrapolation de cette constante de propagation à partir du temps de groupe absolu mesuré nécessite donc un calcul intégral dont la résolution numérique fait apparaître une constante d'intégration (notée CI dans la dernière équation). Nous proposons de déterminer la valeur de cette constante d'intégration par une résolution analytique de l'équation d'Helmholtz à partir d'une mesure du profil d'indice de la fibre optique à une longueur d'onde.
- Le temps de groupe absolu τ_G d'un mode peut être mesuré sur une large bande spectrale à XLIM à l'aide d'un banc de mesures interférométriques à faible cohérence de type Mach Zehnder. Ce montage est couramment utilisé pour l'estimation expérimentale de la courbe de dispersion chromatique D_C de fibres optiques.

$$D_C = \frac{\partial \tau_G}{\partial \lambda}$$

IV.2. DETAIL DE LA THEORIE DE LA METHODE

IV.2.1. Les mesures de l'indice de groupe d'un mode sur une large bande spectrale par interférométrie temporelle à faible cohérence

Le banc d'interférométrie à faible cohérence de type Mach Zehnder, illustré sur la figure 4.1, a été monté à XLIM par Georges Humbert.

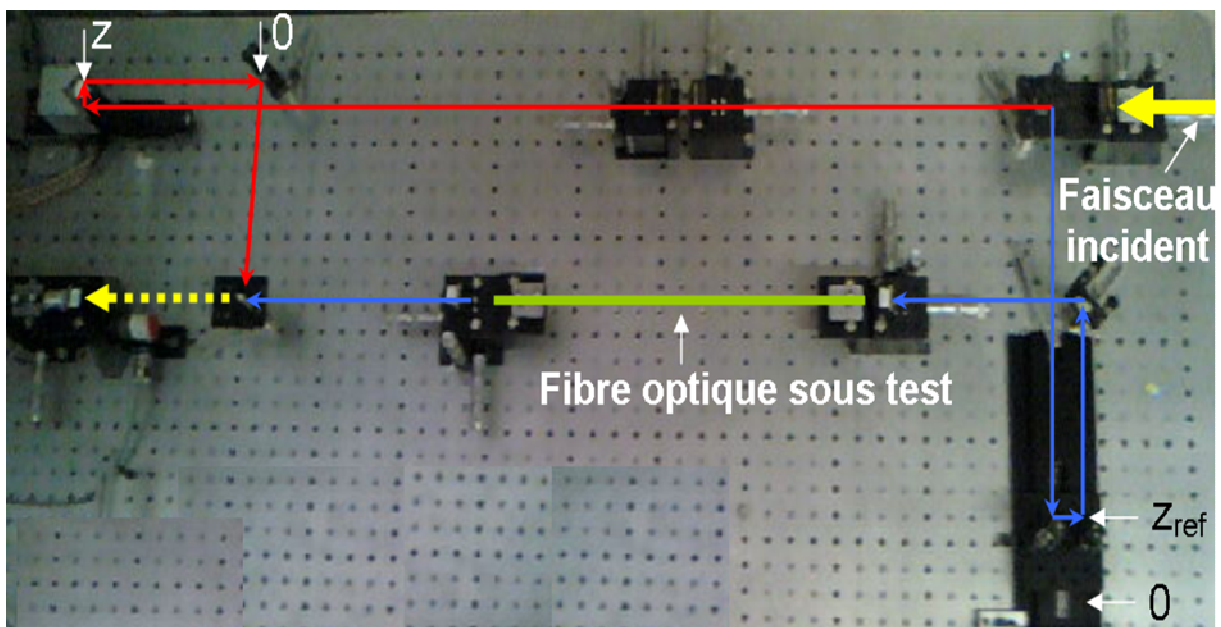


Figure 4.1 : Montage interférométrique large bande d'XLIM

Le faisceau incident est issu de la génération d'un continuum dans une fibre microstructurée air/silice pompée par un laser Nd :YAG émettant à 1064 nm des impulsions nanosecondes de puissance moyenne 100 mW.

Il est scindé à l'entrée du banc d'interférométrie à l'aide d'un cube séparateur 50/50. L'un des deux faisceaux suit le chemin tracé en rouge sur la figure 4.1 : il s'agit du bras de référence. Un système de miroirs dont le déplacement est motorisé (position notée z), permet de modifier le chemin optique du faisceau. Cette ligne à retard motorisée est pilotée par un programme Labview réalisé en interne et peut se déplacer avec un pas minimal de 100 nm.

La fibre optique sous test, d'une longueur de 40 cm environ, est insérée dans le deuxième bras de l'interféromètre. Une deuxième ligne à retard réfléchit le faisceau avant qu'il ne soit injecté dans la fibre. Elle est positionnée manuellement (position notée z_{ref}) et est fixée pour toutes les mesures réalisées avec la fibre optique. L'injection du faisceau dans la fibre est réglée pour sélectionner le mode étudié (vérification par imagerie en champ proche du mode à l'extrémité de la fibre). Il s'agit en général du mode fondamental.

Les deux faisceaux se recombinaient au niveau d'un système de collection, composé d'un cube qui réunit les deux faisceaux, d'une fibre optique monomode dans laquelle sont collimatés les signaux superposés et d'un photodétecteur femtowatt (*New Focus*, modèles 2151 pour le visible et 2153 pour l'infrarouge proche).

Pour chaque mesure interférométrique, un filtre passe bande est positionné entre la sortie de la source polychromatique et le cube séparateur 50/50. Ces filtres permettent de sélectionner la longueur d'onde de la mesure, avec une bande passante pouvant aller jusque 10 nm et une incertitude sur la longueur d'onde de +/- 2 nm. Le spectre allant de 400 à 1650 nm peut être balayé avec un pas de 50 nm.

Il y a interférence lorsqu'il y a égalité des chemins optiques des deux faisceaux traversant les deux bras de l'interféromètre, soit :

$$L_1 + 2z + L_2 = L_3 + 2z_{ref} + L_4 + n_G * L$$

n_G est l'indice de groupe du mode sélectionné et L est la longueur de la fibre optique testée.

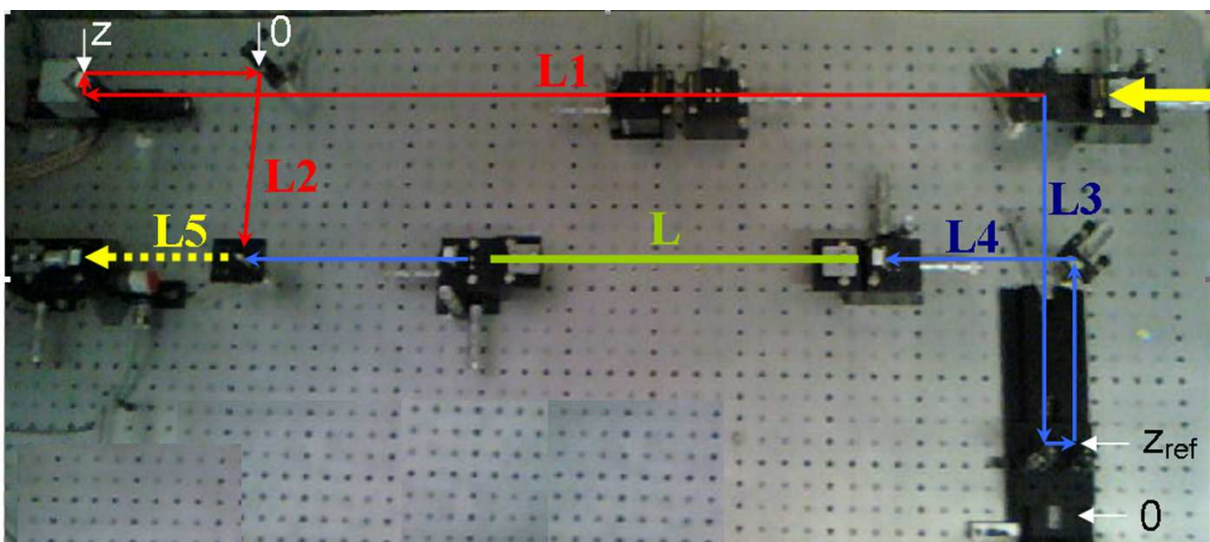


Figure 4.2 : Définition des longueurs caractéristiques des deux bras du banc de mesures interférométriques d'XLIM

Une mesure supplémentaire est au préalable réalisée avant que la fibre optique soit installée sur le banc de caractérisation. Ceci permet d'étalonner la valeur d'origine de l'axe z (déplacement motorisé des miroirs sur le bras de référence). Pour cette mesure, on note z' la position des miroirs du bras de référence et z_{ref}' celle des miroirs sur le bras où la fibre optique sera ensuite placée. Les deux faisceaux issus des deux bras du banc de mesures interfèrent lorsque leurs chemins optiques sont identiques, soit:

$$L_1 + 2z' + L_2 = L_3 + 2z_{ref}' + L_4 + L$$

L'indice de groupe absolu n_G du mode considéré est alors solution du système d'équations:

$$\begin{cases} L_1 + 2z + L_2 = L_3 + 2z_{ref}' + L_4 + n_G^{abs} * L \\ L_1 + 2z' + L_2 = L_3 + 2z_{ref}' + L_4 + L \end{cases}$$

soit :

$$n_G = 1 + \frac{2(z_{ref}' - z_{ref}') + 2(z - z')}{L}$$

Le type d'interférence présentée ici est dit *temporel* car il traduit le retard de transmission du signal le long de la fibre optique pour une bande spectrale sélectionnée. Pour chaque mesure, nous supposons la longueur d'onde exacte et fixe. La ligne à retard motorisée est mise en mouvement sur l'axe z avec un pas réglable. Plus la valeur du chemin optique du bras de référence approche celle du bras de la fibre, plus l'intensité de l'interférence augmente. Il se crée alors un paquet de franges d'interférence, tel que montré sur la figure 4.3.

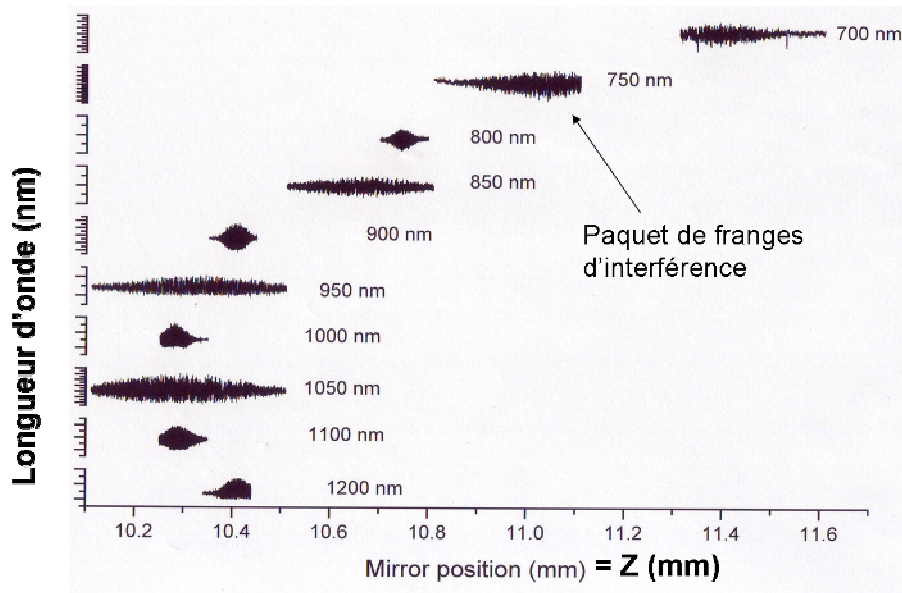


Figure 4.3 : Franges d'interférence détectées lors de mesures d'interférométrie de type temporelle (PCF endlessly monomode)

La largeur de ces paquets de franges est liée à celle de la bande passante des filtres utilisés. Plus la largeur de bande sera étroite et plus le paquet de franges sera étendu (somme des fréquences guidées dont le nombre augmente avec la bande passante du filtre). Dans le cas de la figure 4.3, la variation de la largeur des paquets de franges d'une longueur d'onde à une autre est liée à l'utilisation à la fois de filtres passe-bande (*Thorlabs FB* de bande passante 10 nm) ou d'un monochromateur (de marque *Jobin Yvon*) de résolution 3 nm (donc des paquets de franges plus larges) lors de la caractérisation de la fibre.

La position spatiale des paquets de franges d'interférence évolue avec la longueur d'onde comme le ferait le temps de groupe absolu du mode considéré. Cette courbe présente donc un minimum à la longueur d'onde de dispersion nulle pour laquelle la dispersion chromatique (dérivée du temps de groupe) du mode change de signe.

La valeur de z pour chaque intervalle spectral testé est extraite des mesures d'interférométrie en estimant la position centrale du paquet de franges d'interférences correspondant (pour lesquelles l'enveloppe des franges montre ses extrema).

Ce montage interférométrique à faible cohérence peut également être utilisé pour faire des mesures suivant une méthode de type *spectrale*. Dans ce cas de figure, la source est laissée polychromatique et la position de la ligne à retard motorisée est fixée. L'acquisition du spectre de transmission de la fibre de collection est réalisée à l'aide d'un analyseur de spectre optique (*OSA* en anglais). La zone spectrale d'interférence est repérée par la forme

sinusoïdale de la courbe de transmission autour de la longueur d'onde d'interférence. Plusieurs mesures sont effectuées pour différentes positions z des miroirs du bras de référence.

Cette technique permet des temps d'acquisition plus faibles que dans le cas d'interférométrie temporelle. Mais elle nécessite que la fibre optique testée soit monomode sur la plage de longueurs d'onde étudiée. En effet, les interférences entre deux modes différents et le faisceau de référence peuvent se superposer et entraîner une déformation du spectre de transmission. Dans ce cas de figure, la longueur d'onde d'interférence pour chaque mode ne peut plus être déterminée.

Dans le cas d'interférométrie temporelle, le déplacement de la ligne à retard est fin (pas de quelques centaines de nanomètres) rendant possible la discrétisation des différents modes pouvant être guidés et interférer. Chaque paquet de franges d'interférences est propre à chaque mode guidé. Ce constat est également valable concernant la polarisation des modes.

Dans notre cas, ne connaissant ni l'indice de réfraction du verre composant le cœur de la fibre optique ni sa longueur d'onde de coupure (du mode fondamental), nous avons choisi d'utiliser ce banc de mesures de façon temporelle.

Ces mesures interférométriques de l'indice de groupe d'un mode sur une large bande spectrale permettent d'estimer l'allure de la courbe de la constante de propagation du mode en fonction de la longueur d'onde. En effet, rappelons que :

$$n_G = 1 + \frac{2(z'_{ref} - z_{ref}) + 2(z - z')}{L}$$

Pour cette fois, obtenir les valeurs pour chaque longueur d'onde de cette constante de propagation, il est nécessaire de déterminer la constante d'intégration CI . C'est dans ce but qu'une mesure du profil d'indice est réalisée sur le tronçon de fibre optique testé sur le banc d'interférométrie.

Le second élément essentiel à l'application de notre méthode est donc le réfractomètre EXFO NR 9200.

IV.2.2. Mesure du profil d'indice de la fibre optique

Une mesure du profil d'indice de la fibre optique est réalisée à l'aide de l'EXFO NR 9200 disponible à XLIM pour déterminer, à la longueur d'onde $\lambda_0 = 667,94$ nm, l'indice du cœur et de la gaine de la fibre avec des incertitudes de 1.10^{-4} pour les indices et $0,5 \mu\text{m}$ pour le rayon du cœur de la fibre.

Ces données sont nécessaires pour calculer la valeur de β à λ_0 à partir de l'équation d'Helmholtz et déterminer ensuite la constante d'intégration, telle que :

$$CI = \beta(\lambda_0) + 2\pi \left[\int \frac{n_G(\lambda)}{\lambda^2} d\lambda \right]_{\lambda_0}$$

Nous avons élaboré un algorithme à l'aide du logiciel de calcul Matlab 6.5 qui permet de résoudre analytiquement l'équation d'Helmholtz dans le cas de fibres optiques à saut d'indice et gaine infinie dont le Δn est peu élevé (condition du guidage faible). Dans ce cas de figure, la solution de cette expression se présente sous la forme :

$$\left(\frac{J'_\kappa(u)}{u.J_\kappa(u)} + \frac{K'_\kappa(v)}{v.K_\kappa(v)} \right) \left(\frac{k_0^2 n_{\text{cœur}}^2 J'_\kappa(u)}{u.J_\kappa(u)} + \frac{k_0^2 n_{\text{gaine}}^2 K'_\kappa(v)}{v.J_\kappa(v)} \right) = \beta^2 \kappa^2 \left(\frac{1}{u^2} + \frac{1}{v^2} \right)$$

avec :

$$V^2 = u^2 + v^2 = a^2 k_0^2 (n_{\text{cœur}}^2 - n_{\text{gaine}}^2)$$

$$u^2 = a^2 k_0^2 (n_{\text{cœur}}^2 - n_{\text{EFF}}^2)$$

$$v^2 = a^2 k_0^2 (n_{\text{EFF}}^2 - n_{\text{gaine}}^2)$$

V est la fréquence réduite normalisée. a représente le rayon du cœur de la fibre optique. J_κ est la fonction de Bessel d'ordre κ et K_κ est la fonction de Bessel modifiée de seconde espèce d'ordre κ . n_{EFF} est l'indice effectif du mode considéré, tel que $\beta = k_0 n_{\text{EFF}}$.

Notre programme utilise le principe de la dichotomie et sa résolution a été fixée à 10^{-12} . Il permet soit d'estimer β à partir de $n_{\text{cœur}}$ et n_{gaine} ou au contraire, $n_{\text{cœur}}$ à partir de β et n_{gaine} .

Grâce à la mesure du profil d'indice de la fibre optique et à cet algorithme, nous avons désormais accès à l'évolution de l'indice effectif du mode fondamental sur une large bande spectrale :

$$n_{EFF}(\lambda) = \frac{-\lambda}{c} \int \frac{n_G(\lambda)}{\lambda^2} d\lambda + CI$$

Cette technique peut être étendue aux modes d'ordres supérieurs. Il suffit de sélectionner l'ordre étudié lors des mesures d'interférométrie spectrale en modifiant l'injection du faisceau incident dans la fibre optique.

IV.2.3. Estimation de l'indice de réfraction du cœur d'une fibre optique sur une large bande spectrale

Nous connaissons la nature du verre qui compose la gaine optique de nos FOM. Il s'agit de silice pure dont la formule de Sellmeier est bien connue.

Nous connaissons grâce à notre méthode, l'évolution de la constante de propagation du mode fondamental sur une large bande spectrale.

La résolution de l'équation d'Helmholtz permet alors de déterminer l'indice de réfraction du cœur de la fibre optique testée sur un large intervalle spectral (allant d'au moins 600 à 1650 nm) dans le cas d'une géométrie simple de type saut d'indice.

Nous avons testé cette méthode sur une fibre silice monomode standard pour vérifier la pertinence d'une telle technique de caractérisation de verres / fibres optiques.

IV.3. APPLICATION DE LA METHODE A UNE FIBRE MONOMODE STANDARD

La fibre monomode standard que nous avons testée, a été fabriquée par l'entreprise suisse *Silitec Fibers SA* (référence DFS02U). Cette fibre est composée d'une gaine optique en silice (que nous considérerons pure) et d'un cœur constitué de silice dopée germanium (structure caractéristique d'une fibre de type SMF de Corning).

Tableau 4.1 : Principales caractéristiques de la fibre monomode standard DFS02U proposée par *Silitec Fibers SA*

Dimensions	Ouverture Numérique	λ_c	λ_{ZDW}
9/125 μm	0,13	1289-1297 nm	1314 nm

Les mesures d'interférométrie ont été effectuées sur un tronçon de 38,4 +/- 0,025 cm de fibre sur la bande spectrale allant de 600 à 1600 nm.

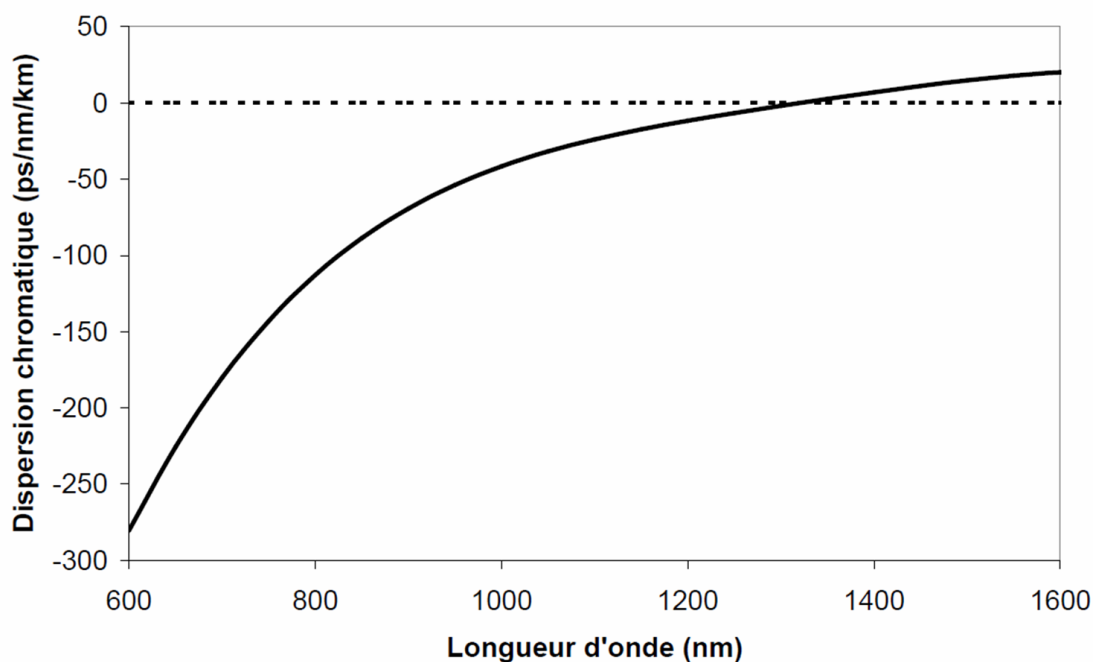


Figure 4.4 : Courbe de dispersion chromatique de la fibre monomode testée sur le banc d'interférométrie à faible cohérence

La longueur d'onde de dispersion nulle déduite des mesures d'interférométrie est 1320 nm. Le faible écart avec la donnée du fabricant (1314 nm) confirme la précision du banc de caractérisation (erreur relative de 0,5%).

Nous avons ensuite estimé l'évolution de l'indice effectif du mode fondamental et de l'indice de réfraction du cœur de la fibre à partir de ces mesures interférométriques. La mesure de profil d'indice réalisée sur ce tronçon de fibre a confirmé les valeurs de Δn et du diamètre du cœur données par le fournisseur.

La figure 4.5 montre l'allure de la courbe de l'indice de réfraction du verre de silice dopée germanium qui compose le cœur de la fibre monomode standard.

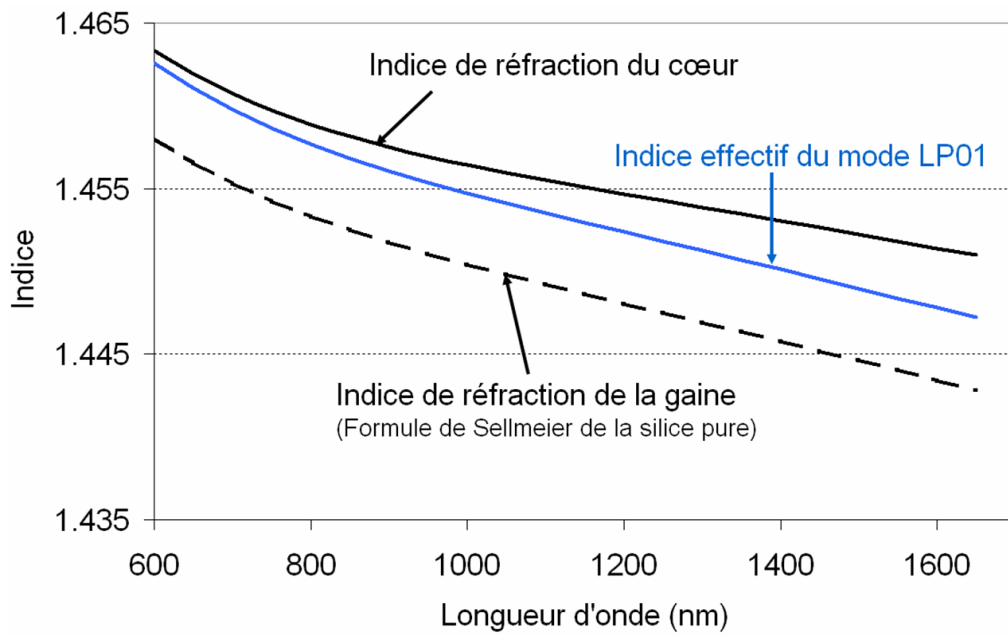


Figure 4.5 : Courbes des indices effectifs du mode fondamental et de réfraction du verre $\text{SiO}_2 : \text{GeO}_2$ composant le cœur de la fibre monomode standard

Il existe une formule de Sellmeier pour les verres de silice dopée GeO_2 pour laquelle l'indice de réfraction dépend à la fois de la longueur d'onde et de la concentration en oxyde de germanium dans le verre. Dans le cas de la fibre optique testée, nous considérons que la concentration de cet oxyde dans le verre est de 3,35% molaire, ce qui est le cas des fibres de types SMF.

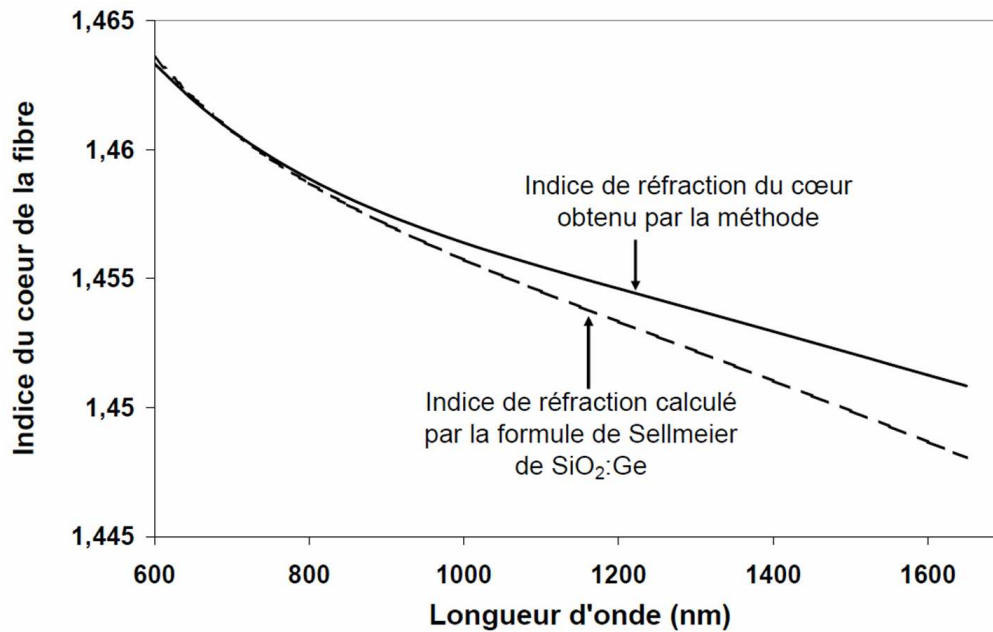


Figure 4.6 : Comparaison des courbes des indices de réfraction du même verre selon que ces valeurs soient estimées par notre méthode ou bien par une formule de Sellmeier

La figure 4.6 présente les courbes d'indice de réfraction du verre $\text{SiO}_2 : \text{GeO}_2$ qui compose le cœur de la fibre silice monomode testée dans le cas où une formule de Sellmeier est utilisée et dans le cas où les valeurs ont été déterminées par notre méthode. La similitude des deux courbes montre que notre technique donne des résultats satisfaisants. Nous avons profité de ce premier test pour déterminer l'incertitude expérimentale de cette technique de caractérisation d'indice de réfraction sur une large bande spectrale.

IV.4. ESTIMATION EXPERIMENTALE DE L'INCERTITUDE DE LA METHODE

Une modélisation de la fibre optique monomode standard est réalisée en utilisant la formule de Sellmeier de $\text{SiO}_2 : 3,35\% \text{ GeO}_2$ pour l'indice de réfraction du cœur. L'évolution de l'indice de groupe du mode fondamental sur une bande spectrale allant de 600 à 1650 nm a ainsi été estimée de façon théorique. Ces valeurs sont comparées à l'indice de groupe absolu mesuré sur le banc interférométrique. La figure 4.7 décrit l'erreur absolue entre les valeurs de ces deux indices.

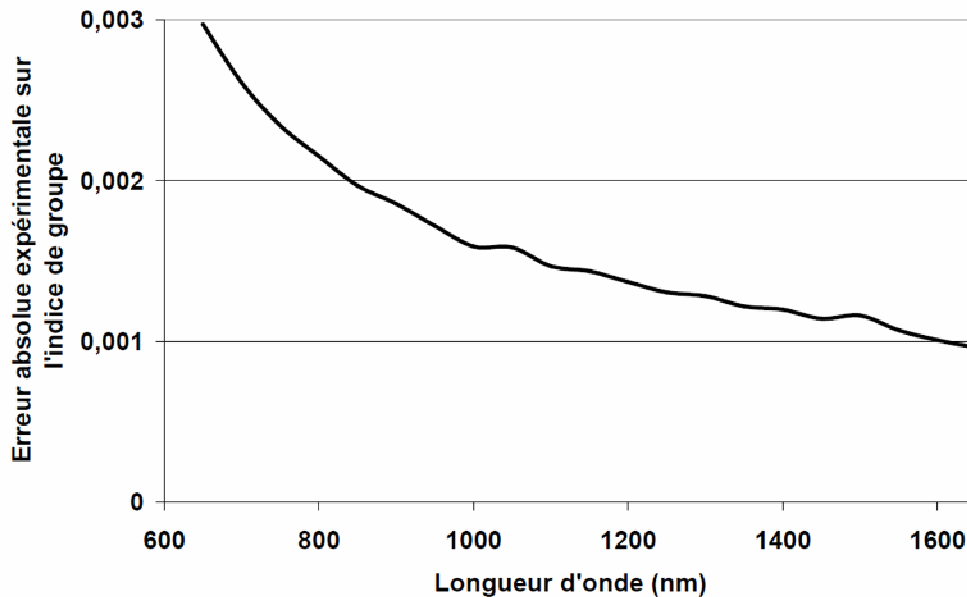


Figure 4.7 : Erreur absolue de la méthode sur n_G déterminée de façon expérimentale sur une fibre silice monomode standard

L'incertitude de la méthode sur l'indice de groupe est donc supérieure à 1.10^{-3} sur la bande spectrale étudiée. Cette valeur est élevée, mais des solutions correctives seront proposées plus loin qui permettront de diminuer cette erreur.

Nous avons ensuite repris les deux courbes d'indice de réfraction de la figure 4.6. L'illustration montrait que les valeurs d'indice théorique et expérimentale étaient similaires mais un écart de plus en plus significatif se crée entre elles dès que la longueur d'onde s'éloigne de λ_0 (fréquence spatiale à laquelle la mesure de profil d'indice a été réalisée et la constante d'intégration été déterminée), comme le montre la figure 4.8.

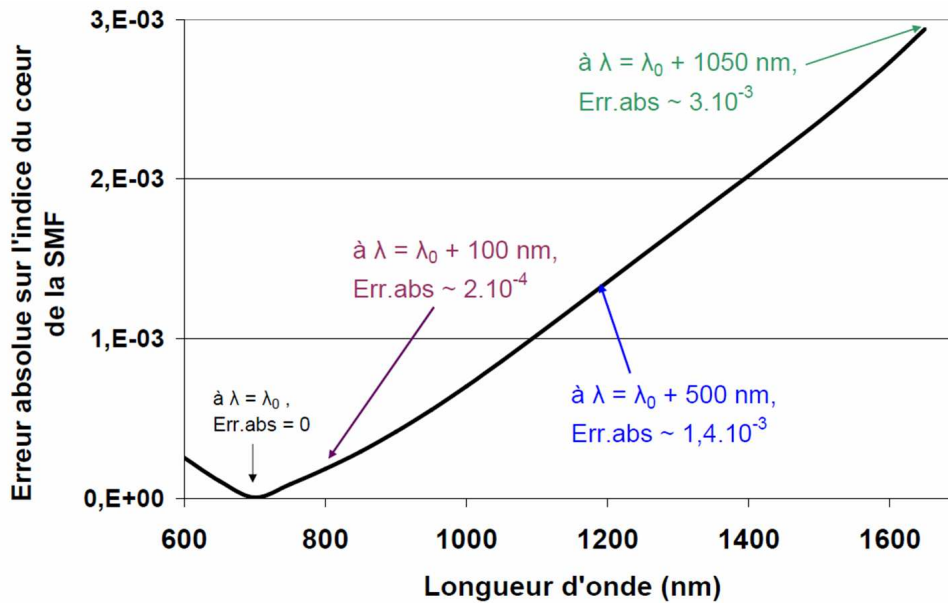


Figure 4.8 : Erreur absolue sur l'estimation de l'indice de réfraction du cœur d'une fibre monomode standard par rapport à une formule de Sellmeier adaptée au verre étudié

L'erreur absolue sur l'indice de réfraction du cœur de la fibre est nulle à la longueur d'onde λ_0 . Ce paramètre a en effet été déterminé par une mesure à cette longueur d'onde. Nous remarquons également que la courbe de l'erreur absolue de l'indice de réfraction du verre présente des valeurs symétriques autour de λ_0 .

L'incertitude de la méthode est inférieure à 1.10^{-3} sur une bande spectrale de largeur d'au moins 500 nm (de 600 à 1100 nm). Elle diminue jusqu'à 2.10^{-4} pour $\lambda = \lambda_0 \pm 100$ nm et est de l'ordre de 10^{-3} pour une longueur d'onde distante de 1 μ m de λ_0 .

L'erreur absolue de cette méthode pourrait être inférieure à 1.10^{-3} sur une bande spectrale de largeur utile d'au moins 800 nm en décalant la longueur d'onde de mesure du profil d'indice vers les plus hautes longueurs d'ondes. Ceci serait rendu possible grâce à la symétrie de la courbe d'incertitude sur l'indice de réfraction autour de la longueur d'onde λ_0 .

L'incertitude expérimentale de notre méthode est donc de l'ordre de 10^{-3} pour les mesures d'indice de groupe absolu et pour l'estimation de l'indice de réfraction du verre qui compose le cœur de la fibre optique.

Nous avons étudié la possibilité de calculer de façon théorique l'incertitude de cette méthode en prenant en compte l'incertitude de chaque paramètre optogéométrique de la fibre et des bancs de caractérisation.

IV.5. CALCUL DE L'INCERTITUDE DE LA METHODE

L'estimation de l'incertitude d'une méthode expérimentale suit des règles de calcul, telles que :

- Si $c = a \pm b$, alors $\Delta c = \Delta a + \Delta b$;
- Si $c = a \times b$ ou $c = a/b$, alors $\frac{\Delta c}{c} = \frac{\Delta a}{a} + \frac{\Delta b}{b}$.

Nous avons :

$$\beta(\lambda) = -2\pi \int \frac{n_G(\lambda)}{\lambda^2} d\lambda + CI$$

L'incertitude de la méthode sur l'indice de réfraction du cœur de la fibre est liée à celle sur la constante de propagation telle que :

$$\beta = k n_{EFF} \Leftrightarrow \Delta[n] \approx \Delta[n_{EFF}] = \frac{\Delta[\beta] \cdot n_{EFF}}{\beta}$$

Nous considérons que $\Delta[n] \approx \Delta[n_{EFF}]$ car l'indice de réfraction est déterminé à partir des valeurs d'indice effectif à l'aide d'un algorithme dont la résolution est de 10^{-12} .

L'incertitude sur l'indice de réfraction du verre estimé par notre méthode est donc principalement liée aux erreurs sur la longueur d'onde (ou plutôt la bande spectrale) de chaque mesure interférométrique $\Delta[\lambda]$ et les mesures d'indice de groupe absolu $\Delta[n_G]$ associées et sur la détermination de la constante d'intégration $\Delta[CI]$.

Nous avons donc identifié les incertitudes de ces trois facteurs d'erreur pour voir leur contribution propre à l'incertitude de la méthode sur l'indice de réfraction estimé.

IV.5.1. Incertitude sur la longueur d'onde des mesures interférométriques

$\Delta[\lambda]$ correspond à l'incertitude sur la bande passante des filtres utilisés pour les mesures interférométriques. Sa valeur est donnée par le fabricant et vaut 2 nm.

Il est possible de réduire cette valeur et donc limiter son impact sur $\Delta[n]$ en :

- utilisant des filtres passe bande pour lesquelles $\Delta[\lambda]$ serait plus faible ;

- étalonnant les filtres disponibles à l'aide d'un analyseur de spectre optique pour connaître une valeur plus précise de la longueur d'onde de mesure.

IV.5.2. Incertitude sur les mesures d'indice de groupe absolu

$\Delta[n_G]$ est liée à l'incertitude sur les mesures de z (position de la ligne à retard motorisée pour chaque λ), z_{ref} (position de la ligne à retard manuelle), z' et z'_{ref} (positions des lignes à retard pour l'étalonnage du banc interférométrique) et L (longueur de la fibre testée) en utilisant la relation d'équivalence des chemins optiques du montage étalonné. Il vient :

$$\Delta[n_G] = n_G \cdot \left(\frac{2(\Delta[z'_{ref}] + \Delta[z_{ref}]) + \Delta[z] + \Delta[z']}{2(z'_{ref} - z_{ref} + z - z')} + \frac{\Delta[L]}{L} \right)$$

Or $\Delta[z] = \Delta[z'] = 100 \text{ nm}$ (pas minimal de déplacement de la ligne à retard motorisée), $\Delta[z_{ref}] = \Delta[z'_{ref}] = 0,5 \text{ mm}$ (lecture de la règle graduée de la ligne à retard manuelle) et $\Delta[L] = 0,5 \text{ mm}$ (mesure manuelle au réglet). Le calcul de $\Delta[n_G]$ dans le cas d'une fibre silice de longueur d'environ 40 cm donne une valeur moyenne de l'ordre de 10^{-3} sur la bande spectrale allant de 600 à 1650 nm, ce qui correspond à l'ordre de grandeur de l'erreur absolue déterminée expérimentalement.

Pour réduire $\Delta[n_G]$, il faudrait par exemple :

- utiliser un programme qui identifierait les enveloppes des paquets de franges pour extrapoler de façon plus précise la position de leur extrema. Pour l'heure, cette position est définie manuellement sur le graphique des franges ;
- remplacer la ligne à retard manuelle positionnée sur le bras de la fibre du banc d'interférométrie par une ligne à retard motorisée, identique à celle disposée sur le bras de référence, pour laquelle la résolution spatiale est de 100 nm ;
- améliorer la qualité de la mesure de la longueur du tronçon de fibre testé par un autre moyen que le réglet ;
- augmenter la longueur de la fibre optique testée.

Dans ces conditions, nous avons estimé que l'incertitude sur les mesures d'indice de groupe absolu serait inférieure à 10^{-4} , ce qui est très encourageant.

IV.5.3. Incertitude sur la détermination de la constante d'intégration

$\Delta[CI]$ est déterminée à partir de la constante de propagation du mode fondamental calculée à l'aide des résultats de la mesure du profil d'indice de la fibre optique à 667,94 nm, soit :

$$\Delta[CI] \approx \Delta[\beta(\lambda_0)]$$

Or,

$$\Delta[\beta(\lambda_0)] = \beta(\lambda_0) \frac{\Delta[n_{EFF}(\lambda_0)]}{n_{EFF}(\lambda_0)}$$

Donc,

$$\Delta[\beta(\lambda_0)] \approx \beta(\lambda_0) \frac{\Delta[n(\lambda_0)]}{n(\lambda_0)}$$

L'incertitude moyenne sur la constante d'intégration est estimée dans le cas d'une fibre de type SMF à quelques 10^3 m^{-1} . Pour comparaison, les valeurs usuelles de la constante de propagation du mode fondamental guidé dans une telle fibre sont de l'ordre de 10^6 à 10^7 m^{-1} .

La contribution de l'incertitude sur la détermination de la constante d'intégration à l'erreur de la méthode sur l'indice de réfraction est donc estimée à quelques 10^{-4} . Cette erreur est liée à l'appareil de mesure et pour l'heure, aucun autre système de mesure de profil d'indice ne donne à notre connaissance de meilleurs résultats en terme d'incertitude de mesure.

L'incertitude théorique $\Delta[n]$ de la méthode ne pourra donc pas être diminuée en dessous de 10^{-4} malgré les mesures correctives proposées car elle sera limitée par $\Delta[CI]$. Mais une telle valeur positionnerait notre méthode à un niveau très satisfaisant face à l'état de l'art des techniques de caractérisation des verres/fibres optiques sur une large bande spectrale.

IV.6. POSITIONNEMENT DE LA METHODE VIS-A-VIS DE L'ETAT DE L'ART

La méthode présentée ici propose d'estimer l'indice de réfraction du cœur d'une fibre optique sur une large bande spectrale à l'aide de mesures interférométriques.

Son incertitude théorique ou expérimentale est de l'ordre de 10^{-3} pour l'indice de réfraction et l'indice effectif du mode fondamental sur une large bande spectrale.

Notre méthode est donc aussi pertinente que la mesure d'indice de réfraction sur matériaux massifs par réfractométrie dont l'incertitude de mesure est estimée à 2.10^{-3} pour chaque longueur d'onde testée.

Nous proposons également une erreur sur l'indice de groupe qui peut être inférieure à 10^{-4} en modifiant quelques éléments du banc de mesures interférométriques.

Dans le cas de fibres optiques, Kardas et Radzewicz [*Kardas*] ont présenté en 2009 une méthode qui permet d'estimer les indices de groupe et effectif du mode fondamental sur la plage de longueurs d'onde 1000-1700 nm en utilisant une méthode interférométrique de type spectrale. Ils ont rapporté une erreur sur l'indice effectif de 2.10^{-4} dans le cas d'une fibre optique à structure simple, 6.10^{-4} dans le cas d'une PCF et une incertitude inférieure à 9.10^{-4} sur l'indice de groupe mesuré.

Nous présentons des valeurs d'incertitudes similaires aux leurs (dans le cas où nous effectuons les mesures correctives proposées plus haut).

Par contre, les auteurs n'exploitent pas entièrement les résultats de leur technique interférométrique tel que nous le faisons. Ils n'ont pas poursuivi leurs calculs pour estimer l'indice de réfraction du verre composant le cœur des fibres optiques qu'ils avaient testées. Dans notre cas, c'est essentiellement cette donnée qui nous intéressait. De plus, ils ont utilisé une méthode interférométrique à faible cohérence de type spectrale, ce qui limite l'application de leur technique aux fibres qui sont unimodales sur le domaine de longueurs d'onde étudié. Les deux polarisations du mode fondamental LP_{01} doivent également être correctement distinguées dans ce cas de figure.

Dans notre cas, la méthode est applicable aux fibres optiques monomodes ou multimodes, et donc elle est valable sur une plus large bande spectrale. Elle est également adaptée aux verres à faible ou fort indice de réfraction et aux géométries simples ou microstructurées.

Dans l'attente des mesures correctives envisagées, nous avons appliqué notre méthode à une FOM réalisée durant mon travail de thèse, celle dont le cœur est composée du verre SAL pour estimer l'évolution en fonction de la longueur d'onde de l'indice de réfraction de ce verre de composition inédite.

IV.7. UTILISATION DE LA METHODE POUR LA CARACTERISATION DU VERRE SAL (CAS DE LA FOM-S2)

Le tableau 4.2 rappelle les principales caractéristiques optogéométriques de la FOM-S2. Cette fibre est composée d'un cœur en verre SAL (verre lanthano-aluminosilicate) et d'une gaine optique en silice.

Tableau 4.2: Caractéristiques générales de la fibre FOM-S2

	Diamètre du cœur	Δn mesuré à 667,9 nm	λ_c estimé à partir du Δn
FOM-S2	5 μm	$11 \cdot 10^{-3}$	1160 nm

La dispersion chromatique de la fibre FOM-S2 a été mesurée à l'aide du banc d'interférométrie. La longueur d'onde de dispersion nulle de cette fibre a été mesurée à 1445 nm.

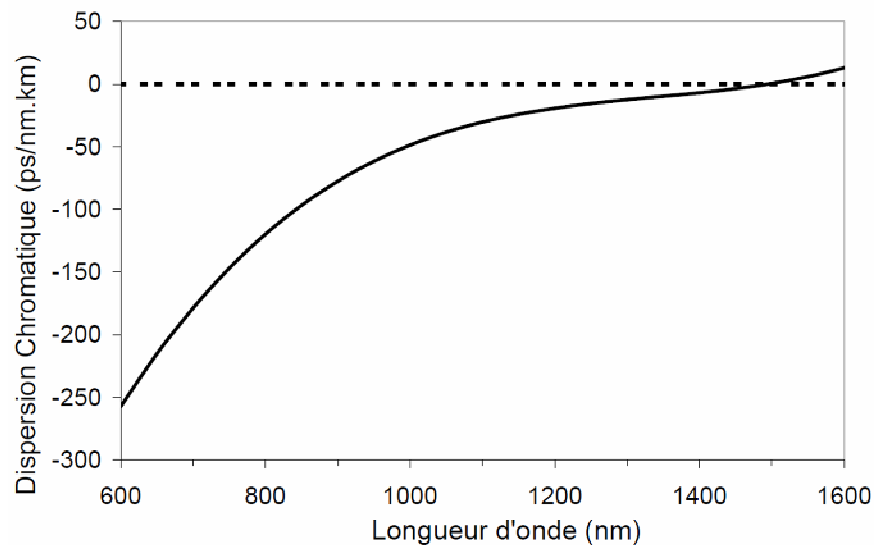


Figure 4.9 : Courbe de dispersion chromatique de la FOM-S2 mesurée par interférométrie temporelle à faible cohérence à XLIM

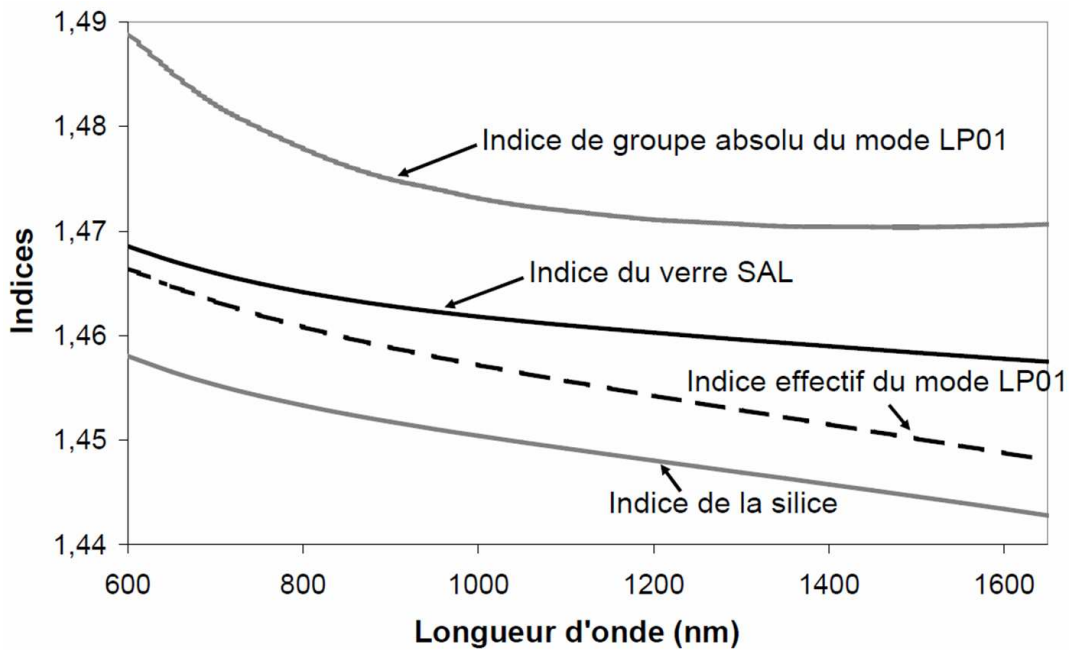


Figure 4.10 : Dispersions des indices de groupe absolu et effectif du mode fondamental et de l'indice de réfraction du verre SAL constituant le cœur de la FOM-S2

A partir de ces données et d'une mesure de profil d'indice de la fibre réalisée grâce à l'EXFO (résultats donnés dans le tableau 4.2), il a été possible d'estimer l'évolution de l'indice effectif du mode fondamental guidé dans le cœur de la FOM-S2, ainsi que de l'indice du verre SAL sur la bande spectrale allant de 600 à 1650 nm, comme le montre la figure 4.10.

L'indice effectif du mode LP_{11} a été déterminé à partir de l'équation d'Helmholtz dans laquelle ont été insérés l'indice du verre SAL estimé par la méthode et celui de la gaine de la fibre optique (formule de Sellmeier de la silice pure). Le résultat a permis de déterminer la longueur d'onde de coupure de ce mode à 1150 nm ce qui correspond à la valeur calculée à partir de la mesure du profil d'indice à 667,94 nm (1160 nm).

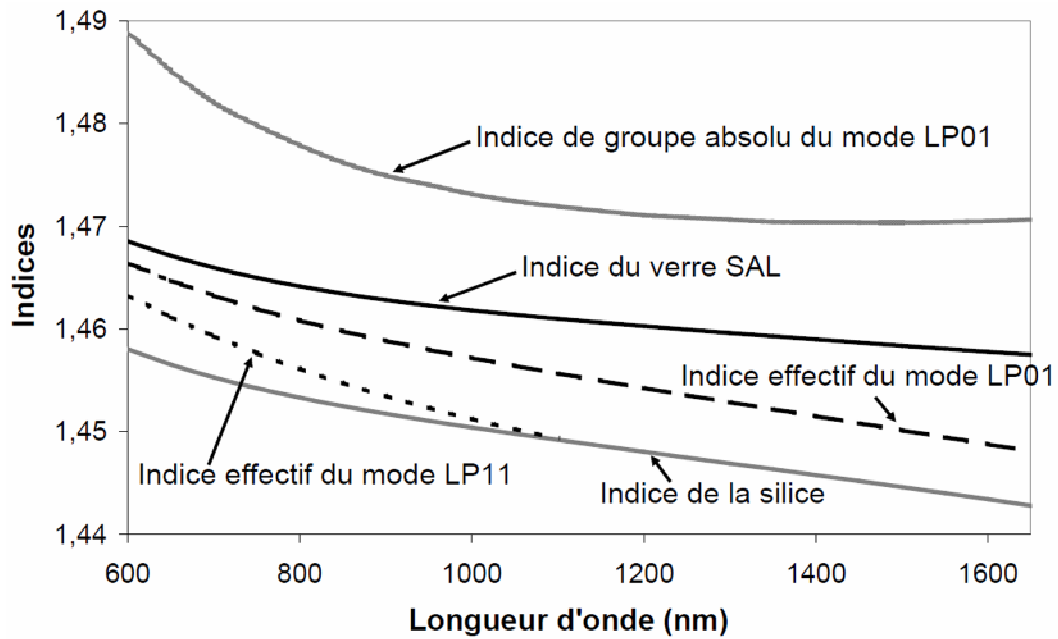


Figure 4.11 : Dispersion des indices n_G , $n_{EFF}(LP_{01})$, $n_{EFF}(LP_{11})$ et n_{coeur} de la fibre FOM-S2, déterminées à l'aide de notre méthode interférométrique

La caractérisation de la FOM-S2 et plus spécifiquement du verre SAL nous a permis d'estimer de nombreux paramètres tels que la dispersion chromatique de fibres multimatériaux composées de ce même verre. Grâce à cette méthode, nous avons pu prévoir et adapter les paramètres géométriques de notre première fibre optique multimatériaux microstructurée verre/air/silice (la FOM-SAS présentée en fin de chapitre 3) dont l'application visait la génération d'effets non linéaires.

IV.8. EXEMPLES D'AUTRES APPLICATIONS

POSSIBLES DE LA METHODE

Outre la prévision des performances optiques des fibres, cette méthode permettra de caractériser des verres de compositions inédites. Notre technique peut en effet être adaptée à l'étude de matériaux massifs. Ce constat est d'autant plus important qu'il est envisagé à XLIM l'élaboration de verres optiques qui devront être caractérisés avant d'être utilisés pour la fabrication de fibres.

Trois autres idées peuvent également être proposées.

Dans un premier temps, cette méthode peut vérifier la conservation de l'indice de réfraction de matériaux au cours de l'étape de fibrage en comparant l'indice mesuré dans un verre massif et celui lorsque le verre a été étiré et se trouve dans le cœur d'une fibre optique. Lors du fibrage à haute température, la matière peut se modifier sous l'action de phénomènes tels que la diffusion, l'évaporation de composés volatiles, la contamination par l'humidité ambiante du verre fondu etc., pouvant entraîner une variation de l'indice de réfraction du matériau sur un large spectre.

Dans un second temps, notre méthode peut quantifier la variation d'indice liée à des contraintes mécaniques qui se sont créées lors du fibrage à cause par exemple de la présence de deux verres de nature thermomécanique différente. Ces tensions peuvent influencer l'indice de réfraction du verre sous tension. L'amplitude des contraintes mécaniques présentes dans le cœur de la fibre pourrait être indirectement déduite de ces mesures. Un test pourrait être envisagé avec une fibre optique de type *Panda* pour valider ce propos.

Cette proposition n'est pertinente que si la différence d'indice générée par les contraintes mécaniques est supérieure d'au moins un ordre de grandeur à l'incertitude de la méthode que nous proposons.

Dans un troisième temps, la température du milieu influence l'indice de réfraction d'un verre optique. Cette méthode pourrait aussi être utilisée pour définir la sensibilité au gradient thermique de l'indice d'un verre de composition originale.

IV.9. CONCLUSION

Nous avons présenté dans ce dernier chapitre une méthode basée sur l'interférométrie temporelle à faible cohérence qui permet de mesurer l'indice de groupe absolu et d'estimer l'indice effectif d'un mode sur une large bande spectrale dans une fibre optique de structure simple ou microstructurée et par extension, de l'indice de réfraction du verre qui compose le cœur d'une fibre à structure simple sur le même intervalle de longueurs d'onde.

Cette technique nous a été très utile pour caractériser un verre de composition originale, le verre SAL, qui a été utilisé pour la réalisation de FOM. Cette étape a été indispensable pour la fabrication de notre première fibre optique multimatériaux microstructurée (la FOM-SAS).

Nous prévoyons de tester d'autres fibres multimatériaux réalisées à partir de ce verre inédit pour quantifier l'impact de l'étape de fibrage et du diamètre du cœur de ces fibres sur l'indice de réfraction du verre SAL.

Nous avons estimé l'incertitude de cette méthode expérimentalement et théoriquement à 10^{-3} sur l'indice de réfraction du cœur de fibres optiques à structure simple sur une large bande spectrale. Elle a été déterminée expérimentalement à 1.10^{-3} pour les mesures d'indices de groupe mais nous proposons des solutions qui permettent de diminuer cette valeur à 10^{-4} voire moins. L'incertitude de notre méthode est du même ordre de grandeur que l'état de l'art des techniques de caractérisation des indices de groupe ou effectif de mode et d'indice de réfraction de verres ou de fibres optiques.

Quelques unes des modifications suggérées pour la diminution de l'erreur de notre méthode seront réalisées dans les prochains mois (remplacement de la ligne à retard manuelle, étalonnage des filtres passe bande etc.). Nous prévoyons également de tester une fibre microstructurée pour valider l'utilisation de notre méthode à ce type de géométrie mettant en jeu de forts Δn .

J'ai mis en évidence au cours des trois années de mon doctorat qu'il est d'une part possible de réaliser des fibres optiques multimatériaux composées de plusieurs matériaux de natures optique et thermomécanique différentes, et d'autre part, que ces FOM présentaient des performances optiques dans le domaine linéaire (pertes optiques, dispersion chromatique) et non linéaire (génération de longueurs d'ondes, potentiel NL équivalent à celui de PCF air/silice) très satisfaisantes. Ces fibres offrent de larges perspectives de réalisations originales débouchant sur le développement de guides d'ondes, capteurs ou sources fibrés pour l'infrarouge moyen, domaine de longueur d'ondes encore peu accessible.

Pour la fabrication de nos FOM, nous avons intégralement développé un procédé basé sur l'utilisation de poudres de verre. Une grande partie de mon doctorat a été consacrée à étudier l'impact de la granulométrie, du coefficient de dilatation et des températures caractéristiques des poudres de verre utilisées sur la stabilité de l'étape de fibrage et de la structure fibrée. Ce procédé est aujourd'hui validé et nous savons désormais prévoir au cas par cas les conditions idéales de préparation des préformes poreuses (dimensions du cœur et de la gaine, traitement thermique avant fibrage ou pas etc.).

Grâce à cette méthode, nous avons réalisé des tronçons décimétriques de fibres optiques multimatériaux à structure simple ou microstructurées, dont les pertes optiques sont semblables aux pertes du matériau guidant (autour du dB/m).

Ces fibres ont été réalisées à partir de différents verres dans le but de valider la diversité des possibilités qu'offre notre procédé poudre. Les verres utilisés étaient soit de type commercial (tels que la cordiérite ou le verre N-SF6) soit des compositions verrières originales élaborées en laboratoire (tels que la silice dopée à l'oxyde de germanium – IPGP - et le verre lanthano-aluminosilicate - IPHT). L'utilisation de ces verres inédits a été effectuée dans le cadre de collaborations et de projets de recherche avec ces instituts.

La réalisation de FOM SAL/Silice à structure simple et microstructurées conçues en collaboration avec l'IPHT de Iena sont supportés par un projet international en cours (NEODIN). Il est attendu des fibres à structure simple dont les pertes sont faibles sur un large spectre et le cœur est composé d'un verre ayant un indice non linéaire plus élevé que celui de la silice, de générer des longueurs d'ondes dans l'infrarouge proche à moyen par pompage à 1550 nm. Nous avons prouvé la création d'un tel élargissement spectral dans un mètre de fibre dont le mécanisme de formation et la borne supérieure doivent encore être définis. La méthode de caractérisation interférométrique développée lors de ma thèse sera très utile pour caractériser les fibres multimatériaux réalisées.

La réalisation de fibres optiques à base de silice dopée germanium est toujours à l'étude et permet un rapprochement avec l'institut IPGP de Paris, qui est spécialisé dans les verres et contribue également à l'étude technique de l'impact de la porosité ou de la nature des verres sur les procédés de fabrication de préformes optiques.

La fibre à structure simple N-SF6/Silice est toujours en cours de développement. Une étude théorique a montré que ce type de structure présentait un fort coefficient non linéaire et une longueur d'onde de dispersion nulle ajustable, et donc un comportement similaire à celui de PCF air/silice, à l'exception près que la FOM présente un diamètre plus grand et un seuil de dommage aux fortes puissances d'injection plus élevé. Nous proposons d'utiliser une gaine en verre borosilicaté pour diminuer la température de fibrage de la FOM et réaliser une fibre à saut d'indice, fort Δn et faibles pertes optiques qui pourrait être testée dans son régime de dispersion anormale à 1550 nm à l'aide d'un laser de type erbium, pour la création de longueurs d'ondes dans l'infrarouge moyen.

Cette thèse a été un travail d'ouverture vers le développement de fibres optiques multimatériaux et vers la généralisation du Procédé Poudre Modifié. S'il n'a pas permis la réalisation concrète d'un guide d'onde ou d'une source pour l'infrarouge moyen, objectif de départ de ce doctorat, utile pour des applications de détection ou de contre-mesures optroniques, il a permis de relever le défi technologique que nous nous étions posé en 2007 sur la réalisation de ces structures inédites à l'aide de poudre de verres. Nous avons rencontré au fil de l'avancement de nos travaux de nombreux verrous technologiques que nous avons tenté de lever un à un. Ces interrogations portaient aussi bien sur les domaines de l'optique, de la mécanique et de la thermique, avec une grande dominante d'ingénierie pour le développement du Procédé Poudre Modifié. Beaucoup d'informations sont donc présentes dans ce manuscrit et même si des solutions ne sont pas encore apportées à tous les problèmes soulevés, nous avons su proposer de nombreuses voies de réflexion pour que ce travail suscite l'intérêt et la curiosité d'acteurs des domaines de l'optique et des matériaux et tisse peu à peu un lien étroit entre ces thématiques de recherche.

Le concept des FOM et du PPM ouvre de nombreuses perspectives de réalisation de nouveaux composants pour de nouvelles applications. Une thèse a débuté à XLIM sur la conception de fibres optique multimatériaux très originales composées d'un cœur métallique ou amorphe dopé aux nanoparticules métalliques. Il s'agit de concevoir des composants miniaturisés pour des applications dans le domaine TéraHertz ou électronique. Un projet

international porté par XLIM, Silitec Fibers SA et l'IAP de Berne est actuellement en cours sur ce sujet.

Mais de nombreuses autres perspectives de travail peuvent être citées telles que la réalisation de fibres multimatériaux à cœur cristallin pour des applications dans l'électronique, ou bien la réalisation de fibres multiverres pour réaliser des guides d'onde très large bande (chacun des verres est sélectionné pour d'une part, sa transmission dans un domaine de longueurs d'onde spécifique et d'autre part, de telle sorte que tous les domaines transmis de tous les verres se succèdent parfaitement) ou bien la généralisation des lasers polychromatiques par multiluminescence de différents verres dopés aux ions terre rare ou métalliques, ou bien la réalisation de fibres optiques verre/silice ou verre/air/silice dont le potentiel non linéaire est décuplé par dopage du verre déjà à fort indice non linéaire (de type N-SF6) aux particules métalliques de taille adaptée (micro à nano) etc.

Annexe : Expressions analytiques de quelques performances des fibres optiques

Paramètres		Fibre Saut d'Indice	Fibre Microstructurée
Matériau	Indice de réfraction	$\frac{1}{n^2 - 1} = \frac{a}{\lambda^2} + b$	
	Dispersion du matériau	$D_c = \frac{-\lambda}{c} \frac{\partial^2 n}{\partial \lambda^2}$	
Comportement non linéaire	Coefficient n_2 , $\chi^{(1)}$ et $\chi^{(3)}$	$n_2 = \frac{g_s (n^2 + 2)^2 (n^2 - 1)^2}{48\pi n \hbar \omega_0 N_s}$ $\chi^1 = \frac{(n^2 - 1)}{4\pi}$ $\chi^3 = \frac{n_2 n}{12\pi}$	
	Coefficient non linéaire	$\gamma = \frac{2\pi n_2}{\lambda A_{eff}}$	
Propriétés de guidage	Δn	$\Delta n = n_{coeur} - n_{gaine}$	$\Delta n = n_{coeur} - n_{FSM}$ $n_{FSM}^2 = F \cdot n_{air}^2 + (1 - F) n_{silice}^2$
	ON	$ON = \sqrt{n_{coeur}^2 - n_{gaine}^2}$	$ON = \left(1 + \pi \frac{A_{eff}}{\lambda^2}\right)^{-1/2}$
	Fréquence normalisée	$V = \frac{2\pi}{\lambda} a ON$ Coupure $\rightarrow V=2.405$	$V_{eff} = \frac{2\pi}{\lambda} a_{eff} \sqrt{n_{coeur}^2 - n_{FSM}^2}$ Coupure $\rightarrow V=2.405$
	Constante de propagation transverse normalisée	$W = \frac{2\pi}{\lambda} a \sqrt{n_{eff}^2 - n_{gaine}^2}$	$W_{eff} = \frac{2\pi}{\lambda} a_{eff} \sqrt{n_{eff}^2 - n_{FSM}^2}$
	Constante d'atténuation normalisée	$U = \frac{2\pi}{\lambda} a \sqrt{n_{coeur}^2 - n_{eff}^2}$	$U_{eff} = \frac{2\pi}{\lambda} a_{eff} \sqrt{n_{coeur}^2 - n_{eff}^2}$

Diamètre de mode	$\frac{\omega}{a} = 0.65 + 1.619 V^{-3/2} + 2.879 V^{-6}$	$\frac{\omega_{eff}}{a_{eff}} = 0.65 + 1.619 V_{eff}^{-3/2} + 2.879 V_{eff}^{-6}$
Dispersion chromatique de mode	$D_c = \frac{-\lambda}{c} \frac{\partial^2 n_{eff}}{\partial \lambda^2}$	
Aire effective de mode	$A_{eff} = \pi \omega^2$	$A_{eff} = \pi \omega_{eff}^2$
Pertes par point de soudure	$\alpha_s = -20 \log_{10} \frac{2 \omega \cdot \omega_{SMF}}{\omega^2 + \omega_{SMF}^2}$ (fibres monomodes)	$\alpha_s = -20 \log_{10} \frac{2 \omega_{eff} \cdot \omega_{SMF}}{\omega_{eff}^2 + \omega_{SMF}^2}$ (fibres monomodes)
Pertes de confinement	$\alpha = \frac{40\pi \text{Im}\langle n_{eff} \rangle}{\lambda \ln(10)}$	
Pertes aux courbures	$\alpha_c = 10 \log \left(\frac{R}{R - R_C} \right)$ $R_C = 20 \frac{\lambda}{(n_1 - n_2)^{3/2}} \left(2.75 - \frac{\lambda}{\lambda_c} \right)^{-3}$ (fibres monomodes) $R_C = \frac{2an_1^2}{ON^2}$ (fibres multimodes)	$\alpha_c = 4.343 \left(\frac{\pi}{4aR_C} \right)^{1/2} \left(\frac{U_{eff}}{V_{eff} K_1(W_{eff})} \right)^2$ $\left(\frac{1}{W_{eff}} \right)^{3/2} \exp \left(- \frac{4W_{eff}^3 R_C \Delta n / n_{coeur}}{3V_{eff}^2 a} \right)$

Liste des références bibliographiques

A

Aggarwal: I.D. Aggarwal, J.S. Sanghera, « Development and applications of chalcogenide glass optical fibres at NRL », Journal of Optoelectronics and Advanced Materials, volume 4, pages 665-78, 2002.

Alfano_01: R.R. Alfano, S.L. Shapiro, "Emission in the region 4000 to 7000 Å via four-photon coupling in glass", Physical Review Letters, volume 24, pages 584-7, 1970.

Alfano_02: R.R. Alfano, S.L. Shapiro, "Observation of self-phase modulation and small-scale filaments in crystals and glasses", Physical Review Letters, volume 24, pages 592-4, 1970.

Anderson: J.G. Anderson, E.E. Brand, A.J.G. Ellison, J.P. Trentelman, for Corning Incorporated, « A process for drawing optical fiber from a double crucible apparatus », Brevet WO 020418, 2002.

Appen: A.A. Appen, Calculation of the physical properties of silicate glasses from their composition, Doklady Akad. Nauk SSSR, volume 69, pages 841-844, 1949.

Auguste: J.L. Auguste, J.M. Blondy, J. Maury, J. Marcou, B. Dussardier, G. Monnom, R. Jindal, K. Thyagarajan, B.P. Pal, "Conception, realization and characterization of a very high negative chromatic dispersion fiber", Optical Fiber Technology, volume 8, pages 89-105, 2002.

B

Ballato: J. Ballato, E. Snitzer, "Fabrication of fibres with high rare-earth concentrations for Faraday isolator applications", Applied Optics, volume 34, ppages 6848-54, 1995.

Benjamin: E. Benjamin, S. Hauteux, M. Pierron, « Dynamique de fibrage de tubes capillaires », rapport de projet industriel, ENSCI-XLIM, Limoges, 89 pages, 2006.

Birtch : E.M. Birtch, J.E. Shelby, J.M. Whalen, « Properties of binary GeO₂-SiO₂ glasses », Physical and Chemical Glasses : European Journal of Science and Technology B, volume 47, n°2, pages 182-5, 2006.

Birks: T.A. Birks, J.C. Knight, P.S. Russell, « Endlessly single-mode photonic crystal fiber », Optics Letters, volume 22, pages 961-3, 1997.

Boling: N.L. Boling, A.J. Glass, A. Owyong, "Empirical Relationships for predicting nonlinear refractive index changes in optical solids", IEEE Journal of Quantum Electronics, volume QE-14, pages 601-8, 1978.

Boulos: M. Boulos, "Powder densification and spheroidization using induction plasma technology", document technique de l'entreprise Tekna Plasma Systems Inc., Sherbrooke, Quebec, Canada, www.tekna.com.

Brasse_01: G. Brasse, « Fibres optiques nanostructures par voie sol-gel dans le système silice-zircone dope terre rare: élaboration, caractérisation microstructurale et étude des propriétés de luminescence », Manuscrit de thèse, XLIM, université de Limoges, 174 pages, 2009.

Brasse_02: G. Brasse, C. Restoin, P. Roy, J.L. Auguste, J.M. Blondy, « Exotic emissions of erbium and ytterbium doped silica-zirconia nanostructured optical fibres », Conférence ECOC, 35th European Conference on Optical Communication, Autriche, 2009.

Brilland_01: L. Brilland, J. Troles, P. Houizot, F. Désévéday, Q. Coulombier, G. Renversez, T. Chartier, T.N. NGuyen, J.L Adam, N. Traynor, « Interfaces impact on the transmission of chalcogenides photonic crystal fibres », Journal of the Ceramic Society of Japan, volume 116, n°10, pages 1024-7, 2008.

Brilland_02: L. Brilland, F. Smektala, G. Renversez, T. Chartier, J. Troles, T. Nguyen, N. Traynor, A. Monteville, « Fabrication of complex structures of holey fibers in chalcogenide glass », Optics Express, volume 14, pages 1280-5, 2006.

C

Carvalho: Isabel C.S. Carvalho, Michael Fokine, Cristiano M.B. Cordeiro, Helio Carvalho, Raman Kashyap, « Borosilicate glass for photonics applications », Optical Materials, volume 30, pages 1816-21, 2008.

Chase: L.L. Chase, E.W. Van Stryland, « Nonlinear Optical Properties », in *CRC Handbook of Laser Science and Technology Suppl. 2*, M.J. Weber Ed, CRC Press, Boca Raton, 1995.

Chiu: M.H. Chiu, J.Y. Lee, D.C. Su, "Refractive index measurements based on the effects of total internal reflection and the uses of heterodyne interferometry", *Applied Optics*, volume 36, page 2936, 1997.

Clare: A.G. Clare, J.M. Parker, "The effect of refractive index modifiers on the thermal expansion coefficient of fluoride glasses", *Physics and Chemistry of Glasses*, volume 30, pages 205-10, 1989.

Cohen: L.G. Cohen, C. Lin, "Pulse delay measurements in the zero material dispersion wavelength region for optical fibers", *Applied Optics*, volume 16, n°12, page 3136-9, 1977.

Corning: SMF 28 Corning, Datasheet, <http://www.corning.com/docs/opticalfibre/pi1470.pdf>

D

Dai: G. Dai, S. Solinas, F. Veronelli, M. Arimondi, pour Pirelli S.p.A., « Method and apparatus for drilling preforms for holey optical fibres », Brevet US 10562857, 2003.

Deopura: M. Deopura, C.K. Ullal, B. Temelkuran, Y. Fink, « Dielectric omnidirectional visible reflector », *Optics Letters*, volume 26, pages 1197-9, 2001.

Desurvire: E. Desurvire, « Erbium-doped fibre amplifier », Brevet US 5005175, 1991.

Diddams: S. Diddams, J.C. Diels, "Dispersion measurements with white-light interferometry", *Journal of Optical Society of America B*, volume 13, n°6, pages 1120-9, 1996.

DiLabio: L. Di Labio, W. Lüthy, V. Romano, F. Sandoz, T. Feurer, "Broadband emission from a multicore fiber fabricated with granulated oxides", *Applied Optics*, volume 47, n°10, pages 1581-4, 2008.

Dorn: R. Dorn, A. Baumgärtner, A. Göth, A. Gutu-Nelle, J. Koppenborg, W. Rehm, R. Schneider, S. Schneider, J. Von Wirth, D. Weber, « 0,27 dB/km attenuation achieved by MSP preform process », *Journal of Lightwave Technology*, volume 9, n°6, pages 709-14, 1991.

Dudley : J.M. Dudley, G. Genty, S. Coen, "Supercontinuum generation in photonic crystal fiber", *Reviews of Modern Physics*, volume 78, pages 1135-84, 2006.

E

Ebendorff: H. Ebendorff-Heidepriem, P. Petropoulos, S. Asimakis, V. Finazzi, R.C. Moore, K. Frampton, F. Koizumi, D.J. Richardson, T.M. Monro, « Bismuth glass holey fibres with high nonlinearity », *Optics Express*, volume 12, pages 5082-7, 2004.

Edlèn: B. Edlèn, « The refractive index of air », *Metrologia*, volume 2, pages 71-80, 1996.

Estaunié: E. Estaunié, "Traité pratique de telecommunication électrique", 1904.

F

Farrel: E.F. Farrell, R.E. Newnham, "Electronic and vibrational absorption spectra in cordierite", *The American Mineralogist*, volume 52, pages 380-8, 1967.

Feng_01: X. Feng, T.M. Monro, P. Petropoulos, V. Finazzi, D. Hewak, "Solid microstructured optical fiber", *Optics Express*, Volume 11, n°18, pages 2225-30, 2003.

Feng_02: X. Feng, W.H. Loh, D.J. Richardson, "Comment on the reported fiber attenuations in the visible region in : "Fabrication of glass photonic crystal fibers with a die-cast process"", *Applied Optics*, volume 47, pages 5078-80, 2008.

Fink: Y. Fink, J.N. Winn, S. Fan, C. Chen, J. Michel, J.D. Joannopoulos, E.L. Thomas, "A dielectric omnidirectional reflector", *Science*, volume 282, pages 1679-82, 1998.

François: P.L. François, M. Monerie, C. Vassallo, Y. Durtteste, F.R. Alard, « Three ways to implement interferencial techniques : application to measurements of chromatic dispersion, birefringence and non linear susceptibilities", *Journal of Lightwave Technology*, volume 7, n°3, pages 500-13, 1989.

Fujimoto: Y. Fujimoto, N. Nakatsuka, "Optical amplification in bismuth-doped silica glass", *Applied Physics Letters*, volume 82, pages 3325-6, 2003.

Furniss: D. Furniss, J.D. Shepard, A.B. Seddon, « A novel approach for drawing optical fibers from disparate core/clad. glasses", *Journal of Non-Crystalline Solids*, volume 213-214, pages 141-6, 1997.

G

Giminobu: Y. Giminobu, « Preparation method of optical fibre preform », Brevet KR 9000002526B, 1990.

Goel: N.K. Goel, R.H. Stolen, S. Morgan, J.K. Kim, D. Kominsky, G. Pickrell, "Core-suction technique for the fabrication of optical fiber preforms", *Optics Letters*, volume 31, n°4, pages 438-40, 2006.

H

Hasegawa: T. Hasegawa, T. Nagashima, N. Sugimoto, "Determination of nonlinear coefficient and group-velocity-dispersion of bismuth-based high nonlinear optical fiber by four-wave-mixing", *Optics Communications*, volume 281, page 782, 2008.

Hautreux: S. Hautreux, C. Restoin, J.L. Auguste, G. Brasse, J.M. Blondy, B. Desruelle, « Etude et réalisation de fibres optiques composites à l'aide de procédés et de matériaux originaux », Poster pour les Doctoriales DGA-X 2008, France, 2008.

Hlubina : P. Hlubina, D. Ciprian, L. Knyblova, « Direct measurement of dispersion of the group refractive indexes of quartz crystal by white-light spectral interferometry", *Optics Communications*, volume 269, n°1, pages 8-13, 2007.

Hocde: S. Hocde, C. Boussard-Pledel, G. Fonteneau, D. Lecoq, H.L. Ma, J. Lucas, « Recent developments in chemical sensing using infrared glass fibres », *Journal of Non Crystalline Solids*, volume 274, pages 17-22, 2000.

Humbach: O. Humbach, H. Fabian, U. Grzesik, U. Haken, W. Heitmann, "Analysis of OH absorption bands in synthetic silica", *Journal of Non-Crystallin Solids*, volume 203, page 19-26, 1996.

Hundertmark: H. Hundertmark, S. Rammler, T. Wilken, R. Holzwarth, T.W. Hänsch, P.St.J. Russell, « Octave-spanning supercontinuum generated in SF6 glass PCF by a 1060 nm mode-locked fiber laser delivering 20 pJ per pulse », *Optics Express*, volume 17, pages 1919-24, 2009.

J

Jamier: Raphaël Jamier, « Propriétés linéaires des fibres optiques à cristal photonique à cœur solide », Manuscrit de thèse, Institut de Recherche XLIM, Université de Limoges, 2007.

Jedamzik: R. Jedamzik, B. Hladik, P. Hartmann, « Tailored properties of optical glasses », Proceedings of Spie, volume 5965, Optical Fabrication, Testing and Metrology II, 2005.

Jian: Z.C. Jian, P.J. Hsieh, H.C. Hsieh, H.W. Chen, D.C. Su, "A method from measuring two-dimensional refractive index distribution with the total internal reflection of p-polarized light and the phase shifting interferometry", Optics Communications, volume 268, n°1, pages 23-26, 2006.

Jiang: C. Jiang, W. Hu, Q. Zeng, "Improved gain performance of high concentration Er³⁺-Yb³⁺ codoped phosphate fiber amplifier", IEEE Journal of Quantum Electronics, volume 41, pages 704-8, 2005.

Jouenne: C.A. Jouenne, "Traité de céramiques et matériaux minéraux », Editions Septima, Paris, 657 pages, 2001.

K

Kalashnikov: V.L. Kalashnikov, E. Sorokin, I.T. Sorokina, "Raman effects in the infrared supercontinuum generation in soft-glass PCFs", Applied Physics B, volume 87, pages 37-44, 2007.

Kardas: T.M Kardas, C. Radzewicz, « Broadband near-infrared fibers dispersion measurement using white-light spectral interferometry", Optics Communication, volume 282, n°22, pages 4361-5, 2009.

Kikuchi: K. Kikuchi, K. Taira, N. Sugimoto, « Highly non-linear bismuth-oxide based glass fibres for all-optical signal processing", Electronics Letters, volume 38, pages 166-7, 2002.

Kim: B.H. Kim, Y. Park, T.J. Ahn, D.Y. Kim, B.H. Lee, Y. Chung, U.C. Paek, W.T. Han, "Residual stress relaxation in the core of optical fiber by CO₂ laser irradiation", Optics Letters, volume 26, pages 1657-9, 2001.

Kitagawa: K. Kitagawa, S. Shibata, M. Horiguchi, "Fabrication of single-mode optical fiber perform by sol-gel method", Trans. I.E.C.E, J.C.1, n°7, pages 403-8, 1989.

Knight: J.C. Knight, T.A. Birks, P.St. Russell, D.M. Atkin, "All-silica single-mode optical fiber with photonic crystal cladding", Optics Letters, volume 21, pages 1547-9, 1996.

Kobelke: J. Kobelke, K. Schuster, D. Litzkendorf, A. Schwuchow, J. Kirchhof, H. Bartelt, V. Tombelaine, P. Leproux, V. Couderc, A. Labruyère, "Microstructured fibers with high lanthanum oxide glass core for nonlinear applications", Photonic Crystal Fibers III, Proceedings of Spie, volume 7357, article 735702, pages 1-12, 2009.

Kominsky: D. Kominsky, G. Pickrell, R. Stolen, "Generation of random-hole optical fiber", Optics Letters, volume 28, pages 1409-11, 2003.

Krohn: D.A. Krohn, "Determination of axial stress in clad glass fibers", Journal of the American Ceramic Society, volume 53, pages 505-7, 1970.

Kumar: V.V.R. Kanth Kumar, A.K. George, W.H. Reeves, J.C. Knight, P.St.J. Russell, F.G. Omenetto, A.J. Taylor, "Extruded soft glass photonic crystal fiber for ultrabroad supercontinuum generation", Optics Express, volume 10, pages 1520-5, 2002.

L

Labonte: L. Labonte, P. Roy, D. Pagnoux, F. Louradour, C. Restoin, G. Mélin, E. Burov, "Experimental and numerical analysis of the chromatic dispersion dependence upon the actual profile of small core microstructured fibres", Journal of Optics A : Pure Applied Optics, volume 8, n°11, page 933, 2006.

Lafond : C. Lafond, J. Osouf, P. Laperle, J.L. Soucy, C. Desrosiers, S. Morency, A. Croteau, A. Parent, « Er³⁺-Yb³⁺ codoped phosphate glass optical fibre for amplification at 1,54µm » Proceedings of SPIE, volume 6343, Photonics North, 2006.

Lalande: L. Lalande, « Structure et mécanismes de microdéformation de polyméthylméthacrylates renforcés au choc », Thèse n°3891, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, Suisse, 2007.

Lanticq : V. Lanticq, « Mesure répartie de température et de déformations par diffusion Brillouin : de la fibre optique au capteur pour le génie civil », Manuscrit de

thèse, Ecole Doctorale d'Informatique, Télécommunications et Electronique de Paris, soutenance du 12 Juin 2009 à Télécom Paris Tech, 2009.

Lenardic: B. Lenardic, H. Guillon, S. Bonnafous, M. Kveder, « Fabrication of specialty optical fibers using Flash Vaporization Method », APOC, Asia-Pacific Optical Communications, Conférence SPIE, Chine, 2008.

Le Neindre : L. Le Neindre, F. Smektala, K. Le Foulgoc, X.H. Zhang, J. Lucas, « Tellurium halide optical fibers », Journal of Non-Crystallin Solids, volume 242, pages 99-103, 1998.

Leong: J.Y.Y. Leong, P. Petropoulos, J.H.V. Price, H. Ebendorff-Heidepriem, S. Asimakis, R.C. Moore, K.E. Frampton, V. Finazzi, X. Feng, T.M. Monro, D.J. Richardson, «High-nonlinearity dispersion-shifted lead-silicate holey fibres for efficient 1 μm pumped supercontinuum generation », Journal of Lightwave Technology, volume 24, pages 183-90, 2006.

Liger-Belair_01: G. Liger-Belair, "La physique des bulles de champagne", Annales de Physique, volume 27, n°4, 2002.

Liger-Belair_02: G. Liger-Belair, « Nucléation, ascension et éclatement d'une bulle de champagne", Annales de Physique, volume 31, n°2, 2006.

Long: X.C Long, S.R.J. Brueck, "Composition dependence of the photinduced refractive index change in lead silicate glasses", Optics Letters, volume 24, n°16, 1999.

López: José Miguel López-Higuera, "Handbook of optical fibre sensing technology", John Wiley and Sons, 795 pages.

Lydtin: H. Lydtin, « PCVD: a technique suitable for large-scale fabrication of optical fibers », Journal of Lightwave Technology, volume 4, pages 1034-8, 1986.

M

MacChesney: D.J.B. MacChesney, P.B. O'Connor, H.M. Presby, "A new technique for preparation of low loss and graded index optical fibres", Proceedings IEEE, volume 62, page 1278, 1974.

McPherson: McPherson, Murray, "Germanate glass in the mid IR for medical optical fibre", Brevet WO/1995/030916, 1995.

Martin: R.A. Martin, J.C. Knight, « Silica clad neodymium doped lanthanum phosphate fibres and fibre lasers », IEEE Photonics Technology Letters, volume 18, pages 574-6, 2006.

Medenbach: O. Medenbach, R.D. Shannon, "Refractive indices and optical dispersion of 103 synthetic and mineral oxides and silicates measured by a small-prism technique", Journal of the Optical Society of America B, volume 14, pages 3299-318, 1997.

Midwinter: J.E Midwinter, C.R. Day, "Drawing dielectric optical waveguides", Brevet US US4101305, 1978.

Mori: A. Mori, K. Shikano, W. Enbutsu, K. Oikawa, K. Naganuma, M. Kato, S. Aozasa, "1,5 μm band zero-dispersion shifted tellurite photonic crystal fibre with a non-linear coefficient of $675 \text{ W}^{-1} \cdot \text{km}^{-1}$ ", Présentation orale reference Th 3.3.6, ECOC 2004, Stockholm, Suède, 2004.

Murata: T. Murata, T. Mouri, « Matrix effect on absorption and infrared fluorescence properties of Bi ions in oxide glasses », Journal of Non Crystalline Solids, volume 353, pages 2403-7, 2007.

N

Noda: S. Noda, K. Tomoda, N. Yamamoto, A. Chutinan, "Full three-dimensional photonic bandgap crystals at near-infrared wavelengths", Science, volume 289, pages 604-6, 2000.

O

Öko-Institut: Rapport interne de l'entreprise Öko Institut e.V., « Lead and cadmium in optical and filter glass », 2004.

Orera: V.M. Orera, A. Larrea, « NaCl-assisted growth of micrometer-wide long single crystalline fluoride fibers », Optical Materials, volume 27, pages 1726-9, 2005.

P

Pedrido: C. Pedrido, "Optical fiber and its preform as well as method and apparatus for fabricating them", Brevet WO-102947 (2005).

Petropoulos: P. Petropoulos, H. Ebendorff-Heidepriem, V. Finazzi, R.C. Moore, K. Frampton, D.J. Richardson, M. Monro, « Highly non-linear and anomalously

dispersive lead silicate glass holey fibres », Optics Express, volume 11, pages 3568-73, 2003.

Peyghambarian: N. Peyghambarian, S. Jiang, « Er and Yb co-doped phosphate glass optical fibre amplifiers using short active fibre length », Brevet W06611372, 2000.

ProjetARC: Projet « Ségrégation et compaction de poudres et de matières granulaires », Université de Liège, voir le lien : <http://www.grasp.ulg.ac.be/arc/>

R

Ranka: J.K. Ranka, R.S. Windeler, A.J. Stentz, "Visible continuum generation in air-silica microstructure optical fibers with anomalous dispersion at 800 nm", Optics Letters, volume 25, pages 25-7, 2000.

Ren: J. Ren, J. Qiu, D. Chen, X. Hu, X. Jiang, C. Zhu, « Luminescence properties of bismuth-doped lime silicate glasses », Journal of Alloys and Compounds, volume 463, pages L5-8, 2008.

Restoin: C. Restoin, J.L. Auguste, G. Brasse, S. Leparmentier, A. Boulle, A. Lecomte, S. Février, J.M. Blondy, « Advances in original fibres fabrication using innovative techniques », Optical and Quantum Electronics, volume 39, pages 1033-45, 2007.

Rivero: C. Rivero, K. Richardson, R. Stegeman, G. Stegeman, T. Cardinal, E. Fargin, M. Couzi, V. Rodriguez, "Quantifying Raman gain coefficients in tellurite glasses", Journal of Non Crystallin Solids, volume 345 & 346, pages 396-401, 2004.

Rose_01: A.H. Rose, "Devitrification in annealed optical fiber", Journal of Lightwave Technology, volume 15, pages 808-14, 1997.

Rose_02: A.H. Rose, T.J. Bruno, "The observation of OH in annealed optical fiber", Journal of Non Crystalline Solids, volume 231, pages 280-5, 1998.

RP: RP Photonics Consulting GmbH, article "Fluoride fibres", http://www.rp-photonics.com/fluoride_fibers.html

S

Saad: M. Saad, J.S. Tassé, « Fluoride glasses draw fibre into the mid IR », IR Photonics, LaserFocusWorld, 2007.

Saitoh: K. Saitoh, M. Koshiba, "Empirical relations for simple design of photonic crystal fibers", Optics Express, volume 13, n°1, pages 267-74, 2005.

Sangla: D. Sangla, "Laser de haute puissance à fibre cristalline en Nd:YAG élaboré par la technique de micro-pulling-down", Présentation JNCO Optique Grenoble 2007, Grenoble, France, 2000.

Savage: J.A. Savage, « Optical properties of chalcogenide glasses », Journal of Non Crystalline Solids, pages 101-15, 1982.

Scholze: H. Scholze, « Le verre, nature, structure, propriétés », Ouvrage de l'Institut du Verre, Paris, 364 pages, 1980.

Schott_01: Schott, « EC directive RoHS-Hazardous Substances in Glasses", Technical Information, TIE n°34, 2004.

Schott_02: Schott, "Optical Glasses, Data Sheets", édition du 13 septembre 2004.

Schuster : K. Schuster, J. Kobelke, S. Grimm, A. Schwuchow, J. Kirchhof, H. Bartelt, A. Gebhardt, P. Leproux, V. Couderc, W. Urbanczyk, « Microstructured fibers with highly nonlinear materials », Optical and Quantum Electronics, volume 39, pages 1057-69, 2007.

Scott: B.L. Scott, K. Wang, G. Pickrell, "Fabrication of n-type silicon optical fibers", IEEE Photonics Technology Letters, volume 21, n°24, pages 1798-1800, 2009.

Seat: H.C. Seat, J.H. Sharp, « Er³⁺ + Yb³⁺-codoped Al₂O₃ crystal fibres for high temperature sensing », Measurement Science & Technology, volume 14, pages 279-85, 2003.

Shang: H.T. Shang, "Chromatic dispersion measurement by white-light interferometry on metre-length single-mode optical fibres", Electronics Letters, volume 17, n°17, page 603, 1981.

Sievenpiper: DF Sievenpiper, ME Sickmiller, E Yablonovitch, « 3D wire mesh photonic crystals », Physical Review Letters, volume 76, pages 2280-3, 1996.

Simmons: J.H. Simmons, K.S. Potter, "Optical Materials", Academic Press, 391 pages, 2000.

STP: Ecole des Mines d'Albi, Cours sur la Science et Technologie des poudres,

Sugimoto: N. Sugimoto, T. Nagashima, T. Hasegawa, S. Ohara, K. Taira, K. Kikuchi, "Bismuth-based optical fibre with non-linear coefficient of $1360 \text{ W}^{-1} \cdot \text{km}^{-1}$ ", Présentation orale OFC 2004, papier PDP26, Los Angeles, Californie, Etats Unis, 2004.

Sugimura: A. Sugimura, K. Daikoku, « Wavelength dispersion of optical fibers directly measured by « difference method » in the $0,8\text{-}1,6 \mu\text{m}$ », Review of Scientific Instruments, volume 50, n°3, page 343, 1979.

T

Tombelaine: V. Tombelaine, A. Labruyère, J. Kobelke, K. Schuster, V. Reichel, P. Leproux, R. Jamier, H. Bartelt, « Nonlinear photonic crystal fiber with a structured multi-component glass core for Four Wave Mixing and supercontinuum generation », Optics Express, volume 17, n°18, pages 15392-401, 2009.

V

Varnham : M.P. Varnham, D.N. Payne, R.D. Birch, E.J. Tarbox, « Single-polarization operation of highly birefringent bow-tie optical fibres », Electronics Letters, volume 25, pages 542-4, 1989.

W

Watekar: P.R. Watekar, S. Moon, A. Lin, S. Ju, W.T. Han, "Linear and nonlinear optical properties of Si nanoparticles/Er-ions doped optical fiber", Journal of Lightwave Technology, volume 27, n°5, pages 568-75, 2009.

X

Xia : C. Xia, M. Kumar, O.P. Kulkarni, M.N. Islam, F.L. Terry Jr, M.J. Freeman, M. Poulain, G. Mazé, « Mid-infrared supercontinuum generation to $4,5 \mu\text{m}$ in ZBLAN fluoride fibers by nanosecond diode pumping », Optics Letters, volume 31, pages 2553-5, 2006.

Y

Yamaguchi: Y. Yamaguchi, Y. Ueba, "Procédé et dispositif de fabrication d'une fibre optique en matière plastique", Brevet FR 2543311, 1984.

Yeh : P. Yeh, A. Yariv, E. Marom, "Theory of Bragg fibers", Journal of Optical Society of America, volume 68, page 1196, 1978.

Youk : Y. Youk, D.Y. Kim, "A simple reflection-type two-dimensional refractive index profile measurement technique for optical waveguides", Optics Communications, volume 262, pages 206-10, 2006.

Z

Zarzycki: J. Zarzycki, "Les verres et l'état vitreux", Editions Masson, 391 pages, 1982.

Zerodur :

http://www.schott.com/advanced_optics/english/our_products/zerodur/

Zhang : W.Q. Zhang, S. Afshar V., H. Ebendorff-Heidepriem, T.M. Monro, "Record nonlinearity in optical fibre", Electronics Letters, volume 44, pages 1453-5, 2008.

Liste des figures

Figure 1.1 : Exemple de structure de fibres optiques de type 1D : ici, variation de l'indice de réfraction du dioptre selon l'axe \bar{x} uniquement	17
Figure 1.2 : Profils d'indice de fibres optiques à saut et gradient d'indice	18
Figure 1.3 : Coupe transversale et profil d'indice d'une fibre de Bragg	19
Figure 1.4 : Comparaison des structures d'une FMAS à cœur plein et d'une fibre à saut d'indice (Illustration issue de [Jamier]).....	20
Figure 1.5 : Spectre d'absorption de l'air	20
Figure 1.6 : Exemples de fibres microstructurées à cœur plein (gauche) et à cœur creux (droite) réalisées au laboratoire XLIM de Limoges	20
Figure 1.7 : Photographie au Microscope Electronique à Balayage de la fibre optique microstructurée toute solide présentée par Feng en 2003	21
Figure 1.8 : Tableau périodique sur lequel figurent les principales familles d'éléments	24
Figure 1.9 : Illustration de courbes viscosité-température de verres court (B_2O_3) et long (SiO_2).....	26
Figure 1.10 : Impact de la dilatation thermique sur les rails de chemin de fer ($\Delta L = 4$ mm pour $\Delta T = 30$ °C)	27
Figure 1.11 : Trois cas d'effets des contraintes thermiques sur une interface entre deux verres de coefficients de dilatation égaux (cas n°1) ou différents (cas n°2 et 3)	28
Figure 1.12 : Indices non linéaires et spectre de transmission de certains verres (épaisseur 2-3 mm)	32
Figure 1.13 : Diverses causes de pertes dans les fibres optiques	37
Figure 1.14 : Exemple de PCF à structure de type Steering-Wheel [Ebendorff]	50
Figure 1.15 : Schéma d'une FOM à structure simple et dont la gaine est composée de silice pure	54
Figure 1.16 : Schémas de diverses FOM microstructurées envisagées : fibre multi-cœurs (colinéaires et/ou concentriques) constitués de verres de nature différente, fibre microstructurée à cœur composé de verre et à gaine air/silice, fibre optique ayant des zones de fort indice de réfraction distribuées	55
Figure 1.17 : Résultats de la modélisation sous Comsol Multiphysics du refroidissement naturel d'une fibre optique composée de deux verres à fort contraste de coefficients de dilatation thermique. A droite : contraintes thermomécaniques dans la coupe transversale de cette fibre.	58
Figure 1.18 : Fibres optiques réalisées par Core Suction [Goel] : Fibre SF6/Silice et Fibre PGTCNN/Silice	61
Figure 2.1 : Schéma de principe d'une tour de fibrage.....	66
Figure 2.2 : Schéma des fours à induction des tours de fibrage d'XLIM (schéma tiré de [Benjamin])	69
Figure 2.3 : Schéma de la modélisation du four à induction avec de gauche à droite : 1. les feutres de graphite externes, 2. le système de chauffe comprenant le noyau de carbone et le feutre de graphite interne et 3. le tube de silice positionné dans le four	71
Figure 2.4 : Variation de la température dans le noyau de carbone et les feutres de graphite externes selon une coupe longitudinale (courbe en pointillés noirs) et le long du tube de silice positionné dans le four (courbe pleine rouge)	73
Figure 2.5 : Variation de la température dans le tube de silice, le noyau de carbone et le feutre de graphite interne selon une coupe transversale au milieu du four	74
Figure 2.6 : Variation de la température le long du tube de silice positionnée dans le four à induction dont le feutre de graphite supérieur a été retiré.....	75
Figure 2.7 : Tracés de l'amincissement d'un barreau de silice au niveau de la zone du cône de coulée selon une expression analytique comparée à des relevés expérimentaux	77

Figure 2.8: Schéma de la méthode du double creuset, breveté par Corning en 2002 [Anderson].....	79
Figure 2.9: Méthode MCVD.....	80
Figure 2.10: Méthode PCVD	81
Figure 2.11 : Schéma de principe de la méthode Core Suction d'après [Goel].....	84
Figure 2.12 : Image au MEB du cœur de la fibre optique SiO ₂ :5%mol Bi ³⁺ /SiO ₂ réalisée par « inverse dip coating ».....	86
Figure 2.13 : Illustrations de l'Université de Liège quant aux divers comportements de la matière granulaire : empilement quasi-compact tel un solide (à gauche) ; écoulement tel un liquide (à droite).....	89
Figure 2.14 : Exemples de courbes granulométriques : courbe de répartition granulométrique à gauche ; courbe en « S » ou en semi-log à droite.	90
Figure 2.15 : A gauche : illustration d'un grain poreux (notions d'aspérités, de pores ouvert et fermé) ; A droite : Grain de poudre de polystyrène extrudé poreux [STP]	92
Figure 2.16 : Densification et sphéroïdisation de grains de poudre de molybdène par technologie plasma induit par la société Tekna Plasma Systems Inc. [Boulos]	93
Figure 2.17 : Exemple de ségrégation dans le cas de poudres de densité différente (billes de céramiques blanches plus grosses et plus lourdes que les grains de sable noir) après vibration du mélange homogénéisé. [Projet ARC]	95
Figure 2.18 : Principe de la méthode Powder-in-Tube [Ballato].....	96
Figure 2.19 : Principe de la méthode GFCVD [Pedrido]	97
Figure 2.20 : Schéma d'une préforme préparée par le Procédé Poudre Modifié	99
Figure 2.21 : Courbe viscosité-température d'un verre sodocalcique	101
Figure 2.22 : Photographie au MEB d'une préforme poudre composée de verre SiO ₂ /GeO ₂ après traitement thermique à 1650°C	102
Figure 2.23 : Méthode stroboscopique utilisée par Liger-Belair pour mesurer la variation du rayon des bulles et de leur vitesse [Liger-Belair_02]	104
Figure 2.24 : A gauche : Profil d'indice de la FOM Cordiérite/Silice ; A droite : Zoom sur le cœur de le FOM.....	107
Figure 2.25 : Atténuation linéique de la FOM SF6/silice réalisée à XLIM comparée à des données trouvées dans la littérature	109
Figure 3.1: Spectre de transmission d'un échantillon plan de cordiérite naturelle	118
Figure 3.2 : Comparaison de la transmission optique de la cordiérite naturelle avec celle de la silice pure	119
Figure 3.3 : Répartition granulométrique des grains de la poudre de cordiérite commerciale utilisée pour la stabilisation du Procédé Poudre	120
Figure 3.4 : Répartition granulométrique de la poudre de silice utilisée pour la réalisation de FOM	121
Figure 3.5 : Courbes de granulométrie de la cordiérite et de la silice	121
Figure 3.6 : Fibre optique multimatériaux cordiérite/silice photographiée au microscope optique.....	122
Figure 3.7 : Profil d'indice transversal de la fibre optique cordiérite/silice mesuré à 667,9 nm.....	123
Figure 3.8 : Spectres de transmission de la fibre FOM-C et de la cordiérite naturelle (axe des ordonnées d'unité arbitraire pour positionner les deux courbes).....	123
Figure 3.9 : Courbe d'atténuation de la fibre FOM-C sur le spectre 500-1700 nm mesurée par la méthode du cut-back sur 75 cm de fibre.....	125
Figure 3.10 : Photographie au microscope optique de la face clivée de la FOM Cordiérite/Silice dont la préforme a été traitée thermiquement 1h à 1600°C avant fibrage	126
Figure 3.11 : Analyse granulométrique de la poudre de verre 88% SiO ₂ , 12% GeO ₂ réalisée par l'équipe de D. Neuville de l'IPGP de Jussieu.....	128
Figure 3.12 : Photographies de la préforme 88% SiO ₂ , 12% GeO ₂ ayant subi une étape de vitrification de 1,5 heures à 1650°C ; A gauche : photographie MEB ; A droite : photographie en transmission.....	129
Figure 3.13 : Photographies au microscope optique des fibres à cœur 88% SiO ₂ , 12% GeO ₂ et gaine silice ; A gauche : FOM-G1 ; A droite : FOM-G2.....	130

Figure 3.14 : Influence de la teneur en GeO ₂ dans le verre de silice utilisé sur le Δn de la fibre réalisée et sa longueur d'onde de coupure.....	130
Figure 3.15 : Pertes optiques de le FOM-G1 mesurées par cut-back sur 0,5 mètre de fibre.....	132
Figure 3.16 : Transmission optique des verres SF6 (silicate de plomb – courbes du haut) et N-SF6 (silicate exempt de plomb – courbes du bas)	134
Figure 3.17 : Indices de réfraction linéaires de la silice pure et du verre N-SF6 de Schott du visible à l'infrarouge proche	136
Figure 3.18 : Transmission optique du verre N-SF6 (échantillon massif d'épaisseur 10 mm)	136
Figure 3.19 : Variation de la position du ZDW de fibres optiques à structure simple et à différentes valeurs de Δn par rapport à la silice et d'une fibre microstructurée air/silice (annotation : SI = Saut d'Indice)	138
Figure 3.20 : Courbes théoriques de dispersion chromatique de FOM N-SF6/Silice à structure simple dans l'infrarouge proche déterminées en fonction du diamètre de leur cœur.....	139
Figure 3.21 : Dispersion chromatique théorique d'une FOM N-SF6/Silice de diamètre de cœur 5 μm	139
Figure 3.22 : Coefficients non linéaire de fibres optiques à saut d'indice SF6/Silice estimés par la méthode du calcul intégral de l'aire effective	141
Figure 3.23 : Comparaison du coefficient non linéaire de FOM N-SF6/Silice à structure simple de diamètres 1,5 μm et 5 μm avec des PCF toute silice ou toute SF57 à la longueur d'onde 1,55 μm	141
Figure 3.24 : Courbes de l'analyse granulométrique de la poudre de verre N-SF6	143
Figure 3.25 : Photographie au microscope optique de la FOM N-SF6/Silice à saut d'indice.....	144
Figure 3.26 : Pertes optiques de la fibre FOM-P2 par la méthode du cut-back sur 3,4 mètres de fibre.....	146
Figure 3.27 : Pertes optiques de la fibre FOM-P2 et d'une seconde fibre optique N-SF6/Silice	147
Figure 3.28 : Atténuations linéiques des fibres N-SF6/Silice comparées à des données trouvées dans la littérature	147
Figure 3.29 : Supercontinuum généré dans une fibre à trous verre lanthano-aluminosilicate/air/silice réalisée à l'IPHT de Iena [<i>Kobelke</i>].....	151
Figure 3.30 : Dispersion du verre SAL	152
Figure 3.31 : Variation du Δn de 5 FOM SAL/Silice issues d'un même fibrage soumis aux mêmes température et contrainte d'étirage (%at = pourcentage atomique).....	153
Figure 3.32 : Variation du Δn des FOM SAL/Silice en fonction du diamètre du cœur de ces fibres.....	154
Figure 3.33 : Exemples de variation du ZDW de FOM SAL/Silice à structure simple selon le Δn (ici noté DN dans la légende) et le diamètre du cœur de la fibre	155
Figure 3.34 : Analyse granulométrique de la poudre de verre SAL	155
Figure 3.35 : Photographies au microscope optique de deux FOM SAL/Silice à structure simple : à gauche, fibre de diamètres cœur/gaine 50/94 μm et $\Delta n=65.10^{-3}$; à droite : fibre 2,6/110 μm et $\Delta n=8.10^{-3}$	157
Figure 3.36 : Pertes optiques des FOM-S1 à 3 par la méthode du Cut-Back sur une longueur de fibre notée CB dans la légende.....	158
Figure 3.37 : Montage de mesure de dispersion chromatique à XLIM.....	159
Figure 3.38 : Courbe de dispersion chromatique de la FOM-S2 mesurée par interférométrie spatiale à faible cohérence à XLIM	160
Figure 3.39 : Génération d'un continuum dont l'élargissement spectral évolue avec la puissance d'injection du faisceau femtoseconde à 1550 nm.....	161
Figure 3.40 : A gauche : Détail de la microstructure de la canne blanche ; A droite : Fibre à structure simple SAL/Silice insérée dans le cœur creux de la canne millimétrique.	163
Figure 3.41 : Images au microscope optique en mode réflexion (à gauche) ou transmission (à droite) de la FOM-SAS réalisée à XLIM (objectif x 20)	164

Figure 3.42 : Photographie de l'image en sortie de fibre FOM-SAS de l'injection d'un faisceau de pompe à 1064 nm	165
Figure 3.43 : Réponse en sortie de fibre FOM-SAS pompée à 1064 nm en régime ns ; A gauche : Génération Raman dans le cœur en verre SAL ; A droite : Evolution des pics Raman selon la longueur de la fibre testée.	166
Figure 4.1 : Montage interférométrique large bande d'XLIM	174
Figure 4.2 : Définition des longueurs caractéristiques des deux bras du banc de mesures interférométriques d'XLIM	175
Figure 4.3 : Franges d'interférence détectées lors de mesures d'interférométrie de type temporelle (PCF endlessly monomode)	177
Figure 4.4 : Courbe de dispersion chromatique de la fibre monomode testée sur le banc d'interférométrie à faible cohérence	181
Figure 4.5 : Courbes des indices effectifs du mode fondamental et de réfraction du verre SiO ₂ :GeO ₂ composant le cœur de la fibre monomode standard	182
Figure 4.6 : Comparaison des courbes des indices de réfraction du même verre selon que ces valeurs soient estimées par notre méthode ou bien par une formule de Sellmeier	183
Figure 4.7 : Erreur absolue de la méthode sur n _G déterminée de façon expérimentale sur une fibre silice monomode standard	184
Figure 4.8 : Erreur absolue sur l'estimation de l'indice de réfraction du cœur d'une fibre monomode standard par rapport à une formule de Sellmeier adaptée au verre étudié	185
Figure 4.9 : Courbe de dispersion chromatique de la FOM-S2 mesurée par interférométrie temporelle à faible cohérence à XLIM	190
Figure 4.10 : Dispersions des indices de groupe absolu et effectif du mode fondamental et de l'indice de réfraction du verre SAL constituant le cœur de la FOM-S2	191
Figure 4.11 : Dispersions des indices n _G , n _{EFF} (LP ₀₁), n _{EFF} (LP ₁₁) et n _{cœur} de la fibre FOM-S2, déterminées à l'aide de notre méthode interférométrique	192

Liste des tableaux

Tableau 1.1: Désignation des différents points caractéristiques d'un verre (1 Pa.s = 10 dPa.s ou 10 Poises)	25
Tableau 1.2: Evolution de l'efficacité des fibres silice standards de 1970 à nos jours ...	30
Tableau 1.3 : Tableau comparatif des propriétés optiques des différents verres utilisés pour la réalisation de fibres optiques	33
Tableau 1.4 : Dispersion chromatique caractéristique des fibres SMF (données : Norme ITU-T G.652 de 2000)	41
Tableau 1.5: Performances non linéaires des fibres optiques microstructurées actuelles	49
Tableau 1.6 : Comparaison théorique des fibres ABH160/B027 et ABH160/SiO ₂	52
Tableau 1.7 : Quelques caractéristiques des verres utilisés pour la réalisation de la FOM de Furniss	60
Tableau 2.1 : Composition du verre ST10 de qualité optique [<i>StGobain</i>]	79
Tableau 2.2 : Principales caractéristiques des fours résistifs tubulaires utilisés à XLIM pour la consolidation de poudres avant fibrage	102
Tableau 2.3 : Estimation du coût de revient de préformes optiques de diamètre externe 80 mm et de longueur 1 mètre pour la réalisation de fibres monomodes standard, selon le procédé de fabrication utilisé	111
Tableau 3.1 : Principales caractéristiques du verre de cordiérite et comparaison avec celles de la silice pure.....	118
Tableau 3.2 : Quelques propriétés optiques et thermomécaniques de verres de silice dopée oxyde de germanium	127
Tableau 3.3 : Comparaison des propriétés optiques et thermomécaniques de la silice et du verre N-SF6.....	143
Tableau 3.4 : Caractéristiques générales des fibres FOM-P1 et 2 attendues et réalisées	145
Tableau 3.5 : Comparaison des propriétés optiques et thermomécaniques de la silice et du verre SAL	156
Tableau 3.6 : Caractéristiques générales des fibres FOM-S1 à 3	157
Tableau 4.1 : Principales caractéristiques de la fibre monomode standard DFS02U proposée par <i>Silitec Fibers SA</i>	181
Tableau 4.2: Caractéristiques générales de la fibre FOM-S2	190

Résumé : La réalisation de guides d'onde ou de sources pour l'infrarouge moyen nécessite l'utilisation de verres optiques autres que la silice qui sont souvent fragiles, chers et difficiles à mettre en œuvre, surtout pour la conception de PCF. Nous avons proposé de développer la géométrie inédite des fibres optiques multimatériaux dont seule la zone active est composée du verre performant. Une gaine en silice protège le cœur d'attaque mécanique ou chimique possible. Certains verres optiques permettent la réalisation de fibres verre/silice à forts Δn et des coefficients NL similaires à ceux de PCF air/verre. Un procédé, basé sur l'utilisation de poudres, a été développé pour la réalisation de FOM et de fibres plus conventionnelles dont les pertes optiques sont de l'ordre des pertes intrinsèques au matériau. Cette méthode peut être adaptée à tout type de verre sous forme de poudre et est compatible aux procédés Rod-in-Tube et Stack-and-Draw pour la conception de fibres multimatériaux microstructurées. Une méthode interférométrique a également été développée pour caractériser l'indice de réfraction de verres originaux présents dans le cœur de ces fibres sur une large bande spectrale.

Mots-clés : Fibres optiques multimatériaux, poudres de verre, optique, matériaux, thermique et mécanique

Abstract: The realization of far infrared optical fibres as waveguides or light sources need special optical glasses which are sometimes expensive, brittle and difficult to use for PCF's drawing. To overcome those drawbacks, we purposed the realization of multimaterials optical fibres for which only the core material is composed of the performed glass and the high fibre strength is allowed thanks to the pure silica cladding. Such glass/silica fibres present high Δn and non linear coefficients comparable to all glass PCF. We have also developed a process to realize these fibres, based on the use of powdered materials and compatible with PCF realizations. Optical losses of the multimaterials fibres presented here are a few dB/m in the near infrared band. Moreover, an interferometric method has also been developed to estimate the optical fibre core material refractive index on a wide wavelength band.

Keywords: Multimaterials optical fibres, glass powder, optical, material, thermal and mechanical considerations