50376
1995
37

50376
1995
37

N° d'ordre : 1389

THESE DE DOCTORAT

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

BIBLIOTHÈQUE INTERUNIVERSITAIRE
SECTION DE SCIENCES
LILLE

pour obtenir le titre de

DOCTEUR EN PHYSIQUE

discipline :

LAsers, MOlécules, Rayonnements Atmosphériques

par

Eric FERTEIN

CONTRIBUTION A L'ETUDE DES MECANISMES DE LA PHOTOREFRACTION DANS DES FIBRES OPTIQUES DOPEES A L'OXYDE DE GERMANIUM

Soutenue le 1er Février 1995 devant la commission d'examen :

J. CORSET	Directeur de Recherche au CNRS, Université de Lille I	Président
M. MONERIE	Ingénieur en Chef, CNET Lannion B	Rapporteur
B. POUMELLEC	Chargé de Recherche, Université de Paris Sud	Rapporteur
P. CORDIER	Maître de Conférences, Université de Lille I	Examinateur
F. LAUNAY	Ingénieur de recherche au CNRS, Observatoire de Paris, section Meudon	Examinateur
M. WARENGHEM	Professeur, Université d'Artois	Examinateur
P. BERNAGE	Professeur, Université de Lille I	Co-Directeur de thèse
P. NIAY	Professeur, Université de Lille I	Co-Directeur de thèse

" Certains (...) se demandaient même s'ils n'étaient pas plongés en plein rêve : rien d'étonnant à cela car je ne sais comment vous faire ressentir ce que nous avons ressenti nous-même dans une situation jamais vue par personne, jamais entendue et peut-être jamais imaginée. "

Bernal Diaz Del Castillo
Historia verdadera de la conquista de la nueva-Espana

A mes parents

REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Dynamique Moléculaire et Photonique (LDMP) de Lille sous la direction de messieurs les professeurs P. NIAY et P. BERNAGE. Je les remercie vivement de m'avoir fait bénéficier de leurs compétences scientifiques et de leurs nombreux conseils. Je les remercie également pour leur patience et leur disponibilité de tous les instants.

Je voudrais remercier tout particulièrement Mr J. CORSET, Directeur de Recherche au CNRS et Directeur du LAboratoire de Spectrochimie Infrarouge et Raman (LASIR). Dans le cadre de la collaboration nouée entre le "LASIR" et le "LDMP", Mr. CORSET s'est intéressé aux expériences relatives à la photosensibilité des fibres et m'a fait profiter de l'étendue de ses connaissances dans le domaine de la spectrométrie Raman. Je suis très sensible à l'honneur qu'il m'a fait en acceptant de présider le jury de thèse.

Ce travail n'aurait pas vu le jour sans la collaboration étroite de notre laboratoire avec le laboratoire RIO/TSO du Centre National d'Etude des Télécommunications (CNET) de Lannion. Mr. M. MONERIE, Directeur du laboratoire RIO/TSO, a suivi de très près l'avancement de nos travaux et nous a fait bénéficier de nombreuses discussions scientifiques. Il a accepté d'être rapporteur de mon travail, je tiens à lui exprimer ici toute ma gratitude.

Notre laboratoire a établi une collaboration très active avec Mr. B. POUMELLEC, Docteur agrégé et Chargé de Recherche à l'Université de Paris sud. Le sujet de cette collaboration concerne la compréhension des mécanismes des effets photoréfractifs. Je le remercie vivement pour l'aide qu'il nous a apportée et pour sa contribution à ce travail. Je lui sais gré d'avoir accepté la charge de rapporteur.

Pendant la réalisation de ces recherches, j'ai été amené à travailler avec M^{lle}. F. LAUNAY, Ingénieur de Recherche à l'Observatoire de Paris section de Meudon. Elle m'a fait bénéficier de ses connaissances et de ses compétences dans le domaine de la spectrométrie U.V. du vide. Je voudrais lui exprimer ici toute ma gratitude et la remercier de participer au jury.

Mr. P. CORDIER, Maître de Conférences à l'Université de Lille, a participé au développement de ce travail et a accepté d'examiner le mémoire. Sa collaboration et ses conseils m'ont été fort utiles. Ses expériences de MET, réalisées sous la direction de Mr. le professeur J.C. DOUKHAN ont fait progresser notre compréhension du sujet. Je tiens à leur exprimer toute ma reconnaissance.

Un grand merci à Mr. le professeur M. WARENGHEM, Directeur du Centre de Recherche de l'Université d'Artois à Lens (CRUAL), pour avoir accepté de participer au jury.

Je voudrais remercier vivement M^{me}. A. LORRIAUX qui a su mener à bien les expériences de spectrométrie Raman. Je la remercie aussi pour les

nombreuses discutions fructueuses que nous avons eues sur le sujet et pour le temps qu'elle a bien voulu me consacrer.

Je tiens à remercier tout aussi vivement les membres du laboratoire RIO/TSO du CNET de Lannion et plus particulièrement Mr. J.F. BAYON pour la réalisation des préformes et des fibres.

Grâce à une collaboration avec P. FERDINAND, Ingénieur de Recherche au laboratoire de mesures optiques du "CEA" de Saclay, nous avons été en mesure d'effectuer des irradiations γ de fibres. Je tiens à le remercier pour sa contribution à la compréhension du sujet.

Ma reconnaissance va aussi à messieurs J.M. BLONDEAU, M. DOUAY, W.X. XIE pour leur aide lors de certaines expériences présentées dans ce travail de thèse.

Je suis heureux de pouvoir exprimer ma gratitude

- à Mr. J.M. ROBBE, professeur et directeur du "LDMP" pour son accueil dans le laboratoire
- à G. MARTINELLI pour les encouragements qu'il n'a cessé de me prodiguer
- à J. PESEZ pour son aide technique
- à S. BUISINE, S. FLEMAL, M. T. LEDEE - WALASIAK pour la frappe de ce mémoire. Elles ont fait preuve de beaucoup de gentillesse et de patience
- à toute l'équipe du "LDMP" avec laquelle j'ai passé des années enrichissantes et agréables
- à l'équipe des mécaniciens, F. DEBACKER, J. L. GUEUSQUIN, D. LESAGE (sans oublier Mr. P. VIRY, maintenant retraité), pour la réalisation de nombreuses pièces de mécaniques
- aux services de photocopie, reliure, dessin et magasin qui ont permis la réalisation de ce document

Enfin, je tiens à exprimer à mes collègues et amis de thèse S. LEGOUBIN, D. PUREUR et T. TAUNAY mes sentiments très cordiaux.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION

CHAPITRE I : DIFFERENTS MODELES MICROSCOPIQUES PROPOSES POUR RENDRE COMPTE DE LA PHOTOSENSIBILITE

I - Introduction

II - Les modèles locaux

II - 1 - Modèle de type Kramers Kronig reliant les variations du coefficient d'absorption aux variations d'indices
II - 2 - Modèle supposant la création de dipoles au voisinage des centres de défaut
II - 3 - Hypothèse de compaction

III - Les modèles non locaux

III - 1 - Modèle de charges d'espace
III - 2 - Modèle de relachement de contraintes

IV - Conclusion

CHAPITRE II : CONTRIBUTION A L'ETUDE EXPERIMENTALE DE LA PHOTOSENSIBILITE DES FIBRES GERMANOSILICATES

I - Introduction

II - Description du montage utilisé pour inscrire et caractériser les réseaux de Bragg

II - 1 - Méthodologie
II - 2 - Description des montages mis au point pour inscrire les réseaux de Bragg
II - 3 - Description des montages permettant de déterminer la reflectivité spectrale des réseaux de Bragg
II - 4 - Caractéristiques des fibres optiques utilisées dans l'étude

III - Etude de la dynamique d'inscription d'un réseau de Bragg

III - 1 - Mise en évidence d'une variation d'indice moyen

III - 1 - 1 - Objectif de l'étude
III - 1 - 2 - Méthodologie
III - 1 - 3 - Résultats

III - 1- 3 - a - *Variation de la longueur d'onde de Bragg observée lors de l'inscription de réseaux dans la fibre C (FPG2034)*
III - 1- 3 - b - *Variation de la longueur d'onde de Bragg observée lors de l'inscription de réseaux dans la fibre E (FPGA489Er)*
III - 1- 3 - c - *Variation de la longueur d'onde de Bragg observée lors de l'inscription de réseaux dans la fibre A (FPGA469PrII) et D (BPG285)*

III - 1 - 4 - Discussion

III - 2 - Mise en évidence d'une efficacité de diffraction dans le second ordre

III - 2 - 1 - Objectif de l'étude
III - 2 - 2 - Méthodologie
III - 2 - 3 - Résultats

III - 2 - 3 - a - *Mise en évidence d'un spectre correspondant au second ordre de diffraction dans la fibre A (FPGA469PrII)*
III - 2 - 3 - b - *Mise en évidence d'un spectre correspondant au second ordre de diffraction dans la fibre B (FPGA473Nd)*
III - 2 - 3 - c - *Mise en évidence d'un spectre correspondant au second ordre de diffraction dans la fibre C (FPG2034)*
III - 2 - 3 - d - *Mise en évidence d'un spectre correspondant au second ordre de diffraction dans la fibre D (BPG285) après un nombre de tirs élevé*

III - 2 - 4 - Discussion

III - 3 - Mise en évidence d'une évolution dynamique complexe de formation de spectres

III - 3 - 1 - Objectif de l'étude
III - 3 - 2 - Méthodologie
III - 3 - 3 - Résultats

III - 3 - 3 - a - *Évolution de la transmission spectrale de réseaux inscrits dans les fibres C et D; (FPG2034 et BPG285). L'étude est effectuée dans le premier ordre de diffraction*
III - 3 - 3 - b - *Enregistrement de l'évolution d'un réseau dans l'ordre 1 et l'ordre 2 lors de son inscription dans la fibre A (FPGA469PrII)*

III - 3 - 4 - Discussion

III - 4 - Présentation de trois modèles phénoménologiques élaborés afin d'expliquer l'évolution des spectres en transmission de réseaux de Bragg au cours de l'irradiation

III - 4 - 1 - Introduction

III - 4 - 2 - Premier modèle phénoménologique développé pour rendre compte de la saturation du spectre de diffraction dans l'ordre un ainsi que de l'apparition d'un second ordre de diffraction

III - 4 - 3 - Modèles développés pour rendre compte de la dynamique d'évolution des transmissions spectrales enregistrées dans l'ordre 1 et 2 ainsi que de l'évolution des longueurs d'onde de Bragg

III - 4 - 4 - Discussion

III - 5 - Evolution de la transmission spectrale de réseaux inscrits dans la fibre C préalablement soumise à une irradiation ultraviolette

III - 5 - 1 - Objectif de l'étude
III - 5 - 2 - Méthodologie
III - 5 - 3 - Expériences
III - 5 - 4 - Discussion

IV - Action de différents paramètres physiques sur les caractéristiques des réseaux de Bragg

IV - 1 - Fibres soumises à des élévations thermiques

IV - 1 - 1 - Evolution de la transmission spectrale

IV - 1 - 1 - a - Objectifs de l'étude
IV - 1 - 1 - b - Méthodologie
IV - 1 - 1 - c - Expériences
IV - 1 - 1 - d - Discussion

IV - 1 - 2 - Evolution de la longueur d'onde de résonance

IV - 1 - 2 - a - Objectifs de l'étude
IV - 1 - 2 - b - Méthodologie
IV - 1 - 2 - c - Expériences
IV - 1 - 2 - d - Discussion

IV - 2 - Fibres soumises à des irradiations lumineuses

IV - 2 - 1 - Irradiation transverse des réseaux de Bragg par le flux lumineux uniforme issu d'un laser pulsé dont la longueur d'onde est accordée vers 243 nm

IV - 2 - 1 - a - Objectif de l'étude
IV - 2 - 1 - b - Méthodologie
IV - 2 - 1 - c - Expériences
IV - 2 - 1 - d - Discussion

IV - 2 - 2 - Irradiation longitudinale de réseaux de Bragg par un faisceau visible issu d'un laser à argon ionisé

IV - 2 - 2 - a - Objectif de l'étude
IV - 2 - 2 - b - Méthodologie

IV - 2 - 2- c - *Résultats des expériences*
IV - 2 - 2- d - *Discussion*

IV - 3 - Fibres soumises à un rayonnement gamma

IV - 3 - 1 - Objectif de l'étude
IV - 3 - 2 - Méthodologie
IV - 3 - 3 - Résultats
IV - 3 - 4 - Discussion

IV - Conclusion du chapitre II

CHAPITRE III : CONTRIBUTION A L ETUDE DES MECANISMES MICROSCOPIQUES RESPONSABLES DE LA PHOTOSENSIBILITE DES FIBRES OU DES PREFORMES

I - Introduction

II - Etude comparée de la photosensibilité d'une fibre et du cœur de sa préforme

II - 1 - Objectif de l'étude
III - 2 - Méthodologie
III - 3 - Résultats et discussions
III - 4 - Conclusion

III - Mise à l'épreuve du modèle de Kramers Kronig

III - 1 - Principe des expériences
III - 2 - Description du protocole expérimental
III - 3 - Caractéristiques des matériaux étudiés
III - 4 - Montages expérimentaux utilisés pour enregistrer la densité optique dans les lames de préformes et la variation d'absorption induite par l'irradiation ultraviolette de fibres ou de lames découpées dans des préformes

III - 4 - 1 - Mesure de $\Delta\alpha(\lambda)$ dans des fibres optiques : le domaine spectral analysé est compris entre 350 nm et 700 nm
III - 4 - 2 - Mesure de $D(\lambda)$ et $\Delta\alpha(\lambda)$ dans des lames de préforme : le domaine spectral analysé est compris entre 210 nm et 300 nm
III - 4 - 3 - Mesure de $D(\lambda)$ et $\Delta\alpha(\lambda)$ dans une lame de préforme : le domaine spectral analysé est compris entre 165 nm et 225 nm

III - 5 - Etude dynamique de la variation d'absorption induite $\Delta\alpha(\lambda)$ et de la variation d'indice $\Delta n(\lambda)$ au cours d'irradiations ultraviolettes. Le calcul de $\Delta n(\lambda)$ est effectué à l'aide des relations de Kramers-Kronig

III - 5 - 1 - Introduction

III - 5 - 2 - Présentation des dynamiques d'évolution de l'absorption induite dans chaque échantillon par l'irradiation ultraviolette
III - 5 - 3 - Comparaison entre les dynamiques d'évolution des variations d'indice calculées à partir des variations du coefficient d'absorption ou à partir de la mesure de la réflectivité spectrale d'un réseau

III - 6 - Calcul de la variation d'indice à partir des variations du coefficient d'absorption induit dans une lame de préforme G; étude spectrale entre 165 nm et 355 nm
III - 7 - Etude du photochromisme induit dans les domaines visible et ultraviolet par irradiation ultraviolette de fibres ou de préformes

III - 7 - 1 - Introduction
III - 7 - 2 - Présentation des résultats
III - 7 - 3 - Essai d'identification des bandes mises en évidence dans nos expériences
III - 7 - 4 - Discussion
III - 7 - 5 - Conclusion

III - 8 - Conclusions du paragraphe III

IV - Mise en évidence par microscopie électronique par transmission de variations structurales liées à l'irradiation de la préforme D (BPG285)

IV - 1 - Objectif de l'étude
IV - 2 - Présentation du microcope électronique par transmission (M.E.T)
IV - 3 - Préparation des échantillons
IV - 4 - Présentation des résultats
IV - 5 - Discussion
IV - 6 - Conclusion

V - Spectrométrie Raman de fibres et des préformes germanosilicates

V - 1 - Introduction : objectif de l'étude et méthodologie
V - 2 - Principe de la diffusion Raman spontanée : utilité de la spectrométrie Raman

V - 2 - 1 - Description phénomènologique du phénomène de diffusion Raman spontanée
V - 2 - 2 - Interprétation physique effectué en utilisant un modèle microscopique simplifié

V - 3 - Présentation et étude des dispositifs expérimentaux utilisés pour enregistrer les spectres de diffusion Raman spontanée

V - 3 - 1 - Description des différents éléments du dispositif expérimental

V - 3 - 1 - a - La source laser
V - 3 - 1 - b - Les optiques de focalisation
V - 3 - 1 - c - Les échantillons
V - 3 - 1 - d - Les spectromètres Raman
V - 3 - 1 - e - Le système de détection

V - 3 - 2 - Expériences

V - 3 - 2 - a - Enregistrements des spectres de diffusion Raman effectués à l'aide du RT30 : spectromètrie Raman par transmission

V - 3 - 2 - b - Enregistrements des spectres de diffusion Raman effectués à l'aide de la microsonde

V - 4 - Résultats

V - 4 - 1 - Présentation des spectres de diffusion Raman de verres de silice dopés : le taux d'oxyde de germanium des verres constitue le paramètre de l'étude

V - 4 - 2 - Présentation de l'évolution des spectres Raman de verres irradiés par un faisceau ultraviolet : la fluence totale incidente sur la fibre constitue la variable de l'expérience

V - 5 - Discussion

V - 5 - 1 - Identification des spectres de diffusion Raman de la silice et de la silice dopée par de l'oxyde de germanium

V - 5 - 1 - a - Spectre Raman de la gaine mécanique en silice

V - 5 - 1 - b - Spectre Raman du cœur

V - 5 - 1 - c - Résumé

V - 5 - 2 - Discussion relative à l'évolution des bandes mises en évidence dans les spectres Raman en fonction de la nature de l'échantillon : tentative d'identification des bandes ayant pour origine la liaison Ge-Ge ou Ge-Si

V - 5 - 3 - Discussion relative à l'évolution des bandes de diffusion Raman observée lors de l'irradiation ultraviolette des fibres C et D et de la préforme G

V - 6 - Conclusion

VI - Conclusion du chapitre III

CONCLUSION

ANNEXE A : PRESENTATION A L'ECHELLE MICROSCOPIQUE DES PRINCIPAUX DEFAUTS DE LA SILICE AMORPHE PURE OU DOPEE PAR DE L'OXYDE DE GERMANIUM

I - Introduction

II - Principaux défauts présents dans la silice amorphe pure

II - 1 - Les centres diamagnétiques

II - 1 - 1 - Défaut résultant d'une lacune d'oxygène ("neutral oxygen monovacancy")
II - 1 - 2 - Défaut résultant de deux lacunes d'oxygènes ("neutral oxygen divacancy" ou Si(II))

II - 2 - Les centres paramagnétiques

II - 2 - 1 - Le centre E'_1
II - 2 - 2 - L'oxygène non pontant porteur d'un trou (non bridging oxygen hole center - NBOHC -)

II - 2 - 3 - Le radical peroxyde (ou radical superoxyde)

III - Défauts présents dans la silice amorphe pure dopée par de l'oxyde de germanium

III - 1 - Les centres diamagnétiques

III - 1 - 1 - Défaut résultant d'une lacune d'oxygène
III - 1 - 2 - Défaut résultant de deux lacunes d'oxygènes

III - 2 - Les centres paramagnétiques

III - 2 - 1 - Le centre Ge(E') ou E'(Ge)
III - 2 - 2 - Le centre Ge(1)
III - 2 - 3 - Le centre Ge(2)

ANNEXE B : CARACTERISATION DE RESEAUX EPAIS INSCRITS DANS LE CŒUR DE LAMES A FACES PARALLELES DECOUPEES DANS DES PREFORMES

I - Introduction

II - Méthodologie

II - 1 - Conditions nécessaires à l'obtention d'un faisceau diffracté dans l'ordre -1
II - 2 - Calcul de la variation d'indice à partir de la mesure du rendement de diffraction η
II - 3 - Dispositif expérimental

ANNEXE C : PUBLICATIONS ET COMMUNICATIONS

INTRODUCTION

Les travaux présentés dans ce mémoire traitent d'une contribution à l'étude des mécanismes de la photosensibilité des fibres optiques germanosilicates.

L'oxyde de germanium est largement utilisé dans la fabrication des fibres optiques en silice. Inséré dans le cœur d'une fibre, ce dopant permet d'en élever l'indice de réfraction. L'indice de réfraction du coeur peut ainsi être rendu supérieur à celui de la gaine optique dopée par des constituants tels que, par exemple, du fluor, du phosphore ou du bore. Il est donc possible de réaliser ainsi une structure guidante. L'insertion du dopant modifie aussi d'autres propriétés optiques de la silice. Elle se traduit, en particulier, par l'apparition d'une bande d'absorption intense située dans l'ultraviolet vers 243 nm. Il est communément admis, après les travaux effectués dans les années 1950-1960 dans les laboratoires de la Société Saint-Gobain, que cette bande provient d'un défaut structural provoqué par une lacune d'oxygène [1].

La mise en évidence d'un effet photoréfractif permanent dans une fibre monomode germanosilicate a été décrite pour la première fois par K.O. Hill et al [2] : une radiation lumineuse de longueur d'onde 514,5 nm issue d'un laser à argon ionisé monomode, injectée dans la fibre, forme un réseau d'indice épais de type Bragg accordé à 514,5 nm. Bien que la dynamique de la formation de ces réseaux ne soit pas encore complètement expliquée, l'expérience peut être interprétée qualitativement de la façon suivante. L'éclairement dans le coeur de la fibre suit une loi de distribution périodique le long de son axe car il résulte de la figure d'interférences que forment l'onde optique couplée dans la fibre et l'onde réfléchie par la face de sortie. K.O. Hill et al. ont formulé l'hypothèse que l'indice du matériau constituant le cœur de la fibre se modifie sous l'action de l'irradiation

lumineuse [2]. **Cette modification permanente d'indice constitue la signature d'un effet photoréfractif. On dit que la fibre est photosensible.** Dans ces conditions, l'effet photoréfractif conduit à l'inscription du **réseau de phase de type Bragg.**

Les mécanismes microscopiques à l'origine de la photosensibilité des fibres germanosilicates font, depuis cette époque, l'objet d'une recherche active. Ils ne sont toutefois toujours pas complètement élucidés.

La photosensibilité d'une fibre s'accompagne de l'apparition d'une transformation des propriétés de transparence de la fibre. Une radiation de longueur d'onde située dans le domaine visible ($\lambda \leq 550$ nm) provoque, en effet, **un phénomène de photochromisme** au cours de sa propagation dans la fibre. Des centres colorés sont formés par l'irradiation lumineuse si bien que la transparence de la fibre, et donc la puissance optique qu'elle transmet, diminuent au cours du temps [3]. En particulier, le pompage optique de la bande d'absorption ultraviolette ($\lambda = 244$ nm) selon un schéma de transition à deux photons ($\lambda_p = 488$ nm) constitue l'étape initiale de la formation des centres colorés [3].

G. Meltz et al. établissent une corrélation entre l'effet photoréfractif et la bande d'absorption ultraviolette [4]. Ils démontrent expérimentalement que le pompage optique direct de cette bande (selon un schéma de transition à un photon) produit l'effet photoréfractif avec une efficacité augmentée de six ordres de grandeur environ par rapport à la photo-inscription provoquée par la radiation de longueur d'onde visible utilisée dans l'expérience de K.O. Hill. Les conséquences pratiques de cette découverte s'avèrent très importantes. L'irradiation latérale d'une fibre par des radiations de longueurs d'onde situées vers 243 nm permet d'augmenter localement, de façon contrôlée, l'indice de réfraction d'un matériau en silice dopée à l'oxyde de germanium. L'augmentation Δn d'indice s'avère permanente. Elle peut atteindre $1{,}8.10^{-3}$ vers 1,2 µm [5] dans certaines fibres particulièrement photosensibles. Des procédés d'augmentation de la photosensibilité des fibres ont été mis au point récemment. Ils permettent d'augmenter ce chiffre encore d'un ordre de grandeur [6].

En 1990, le groupe photonique du " *Laboratoire de Dynamique Moléculaire et Photonique* " décide de s'intéresser à ce sujet et initie, en France, la technique d'inscription de réseaux grâce à une collaboration étroite avec le laboratoire RIO/TSO du *C.N.E.T.-Lannion*. Ainsi, deux types

de source ultraviolette (une source fonctionnant en régime impulsionnel et une source continue) sont construites et mises au point afin d'inscrire des réseaux photoréfractifs en utilisant la méthode holographique de G. Meltz et al. [4]. Cette méthode consiste à placer la fibre dans un champ d'interférences ultraviolettes réalisé avec la source laser de sorte que les franges soient perpendiculaires à l'axe de la fibre. Par ailleurs, des bancs d'inscription des réseaux ainsi que des bancs de caractérisation de leurs propriétés spectrales sont construits au laboratoire.

Deux objectifs sont poursuivis dans les études développées au laboratoire. Le premier présente un caractère appliqué. Il s'agit d'inscrire des réseaux de Bragg dans divers types de fibres afin, par exemple, de réaliser des miroirs pour laser à fibre à réponse sélective en longueur d'onde ou des composants permettant d'obtenir des fonctions de filtrages utiles dans le domaine des télécommunications optiques. La responsabilité d'une partie des expériences concernant ce sujet a été confiée à S. Legoubin dans le cadre de sa thèse [7]. L'autre objectif présente un caractère fondamental : il s'agit d'élucider les mécanismes microscopiques qui sont à l'origine de la photosensibilité des fibres germanosilicates. L'étude des propriétés des réseaux de Bragg fournit le support expérimental à ce projet.

Lorsque nous avons abordé le sujet, nous nous sommes rendus compte que les moyens propres du laboratoire étaient insuffisants pour nous permettre d'effectuer toutes les investigations nécessaires. Nous avons donc noué des collaborations avec des laboratoires disposant des techniques d'analyse complémentaires de celles dont nous disposions. Ces collaborations ont, bien sur, très rapidement dépassé le simple cadre technique. Les nombreuses discussions auxquelles elles ont conduites se sont révélées très fructueuses pour ce qui concerne la compréhension du sujet.

Ainsi, une première collaboration a été effectuée avec B. Poumellec du *"Laboratoire des composés non stoechiométriques"* d'Orsay. Des expériences de microscopie électronique par transmission ont été réalisées au *"Laboratoire des Structures et Propriétés de l'État Solide"* de Lille par P. Cordier sous la direction de J.C. Doukhan. Une collaboration avec F. Launay du *"Département Atomes et Molécules en Astrophysique de l'Observatoire de Paris-Meudon"* a été établie afin de pouvoir disposer du spectromètre sous vide de l'Observatoire. Une quatrième collaboration avec A. Lorriaux du *"Laboratoire de Spectrochimie Infrarouge et Raman"* dirigé

par J. Corset nous a permis de bénéficier des techniques de spectrométrie Raman propres à ce laboratoire. Les irradiations γ des fibres ont été réalisées au *C.E.A. de Saclay* avec la collaboration de P. Ferdinand.

Le mémoire de thèse est organisé de la façon suivante.

Dans le chapitre I, nous présentons une étude bibliographique comparée des différents mécanismes microscopiques proposés pour expliquer la photosensibilité des verres germanosilicates.

Le chapitre II fournit une contribution à l'étude expérimentale de la photosensibilité des fibres germanosilicates. Nous décrivons tout d'abord les résultats d'une série d'expériences originales traitant de la dynamique d'inscription de réseaux de Bragg. Nous nous intéressons ensuite à la permanence de l'effet photoréfractif sous l'action de divers paramètres physiques tels que des élévations thermiques ou des irradiations effectuées dans les domaines visible, ultraviolet ou γ. Nous présentons les deux modèles originaux que nous avons mis au point afin de rendre compte des dynamiques complexes d'inscriptions de réseaux observées lorsque les temps d'irradiations deviennent longs. Nous discutons des résultats des expériences en terme de test de validité des deux modèles élaborés.

Le chapitre III propose une contribution à l'étude des mécanismes microscopiques responsables de la photosensibilité des fibres ou des préformes. Nous décrivons les résultats d'expériences réalisées afin de mettre à l'épreuve des modèles particuliers tels que le modèle de Kramers-Kronig ou celui faisant appel à des modifications structurales du matériau.

Introduction
Bibliographie

---

[1] V. Garino Canina
"Oxyde de germanium vitreux, silice vitreuse"
Verres Réfractaires, **vol. 6**, 1958, pp. 313-323.

[2] K.O. Hill, Y. Fujii, D. C. Johnson, B.S. Kawasaki
"Photosensitivity in optical waveguides : application to reflection filter fabrication"
Appl. Phys. Lett., **vol. 32**, n° 10, May 1978, pp. 647-649.

[3] L.J. Poyntz-Wright, P.St. Russell
"Spontaneous relaxation processes in irradiated germanosilicate optical fibres"
Elect. Lett., **vol. 25**, n° 7, March 1989, pp. 478-480.

[4] G. Meltz, W.W. Morey, W.H. Glenn
"Formation of Bragg gratings in optical fibers by a transverse holographic method"
Opt. Lett., **vol. 14**, n° 15, Aug. 1989, pp. 823-825.

[5] E. Fertein, S. Legoubin, M. Douay, S. Canon, P. Bernage, P. Niay, J.F. Bayon, T. Georges
"Shifts in resonance wavelengths of Bragg gratings during writing or bleaching experiments by U.V. illumination within a germanosilicate fibre"
Elect. Lett., **vol. 27**, n° 20, 26 Sept. 1991, pp. 953-955.

[6] P.J. Lemaire, A.M. Vengsarkar, W.A. Reed, V. Mizrahi, K.S. Kranz
" Refractive index changes in optical fibers sensitized with molecular hydrogen "
O.F.C. 94 Technical digest, p. 47.

[7] S. Legoubin
"Etude expérimentale et théorique de la réponse spectrale de composants photoinscrits dans des fibres optiques"
Thèse de Doctorat présentée à l'Université des Sciences et Technologies de Lille, 7 Oct. 1994.

CHAPITRE I

DIFFERENTS MODELES MICROSCOPIQUES PROPOSES POUR RENDRE COMPTE DE LA PHOTOSENSIBILITE

I - 1 - Introduction

Différentes tentatives d'interprétations des origines de la photosensibilité mise en évidence pour la première fois par K.O. Hill [1] ont été publiées à ce jour. Ces interprétations, que nous appelons *"Modèles de l'effet photoréfractif"*, peuvent être classées selon deux catégories :

— **les modèles locaux** impliquant des mécanismes physico-chimiques qui se produisent sur les zones irradiées du matériau sans que soient invoqués des phénomènes de transport ou de propagation entre zones irradiées et zones non irradiées. Pour fixer les ordres de grandeur des échelles spatiales, rappelons que dans l'expérience de K.O. Hill et al, l'inscription d'un réseau accordé à une longueur de Bragg de 0,5145 μm nécessite que le matériau soit irradié par un système de franges de pas égal à 0,18 μm [1].

— **les modèles non locaux** impliquant des processus de transport tels que par exemple des déplacements de charges.

Il est le plus souvent admis que deux mécanismes précurseurs sont communs à tous les modèles [2].

1) L'irradiation lumineuse du verre germanosilicate provoque l'absorption du rayonnement par un mécanisme à un ou deux photons selon la longueur d'onde de la radiation. Une transition excitée dans ce processus d'absorption est photo-dissociative. Le processus d'absorption provoque la rupture d'une liaison covalente Ge-X où X représente un atome de silicium (Si) ou de germanium (Ge)*.

---

* Un modèle structural correspondant au défaut est présenté dans l'annexe A

2) La rupture d'une liaison Ge-X s'effectue en libérant un des électrons mis en jeu dans la liaison Ge-X (photo-ionisation). Elle entraîne la création d'un centre Ge (E')*.

Comme nous l'avons vu dans l'introduction, la présence de germanium dans la matrice de silice se traduit par un excès de pertes dans le domaine ultraviolet, vers 244 nm [3]. Plusieurs interprétations ont été avancées pour expliquer l'augmentation du coefficient d'absorption du verre, provoquée dans cette région spectrale par le dopage au germanium.

Ainsi, Hosono et al montrent que l'absorption en excès peut être décomposé en une somme de deux bandes distinctes centrées respectivement à 240,3 nm et 245 nm [4]. L'origine de la bande centrée à 240,3 nm n'est encore pas clairement établie. Elle est attribuée dans la référence [4] à la présence de défauts de coordinence du germanium (ions Ge^{2+}) et dans les références [5] et [6] à celle de défauts correspondant à deux lacunes d'oxygène situées autour d'un atome de germanium* . La bande centrée à 245 nm est attribuée en [4] [6] [7] à la présence de défauts correspondant à des lacunes neutres d'oxygène (liaison Ge - Ge [4] [6][7] ou Ge - Si [6][7])*. Ainsi L.J. Poinzt-Wright et al supposent que le coefficient d'absorption vers 240 nm est proportionnel à la concentration des défauts Ge-Ge ou Ge-Si [8] [9].

La première hypothèse repose sur l'observation suivante :

Le coefficient d'absorption du matériau, mesuré vers 244 nm, diminue lorsque le verre germanosilicate est exposé à une radiation ultraviolette dont la longueur d'onde est égale à λ_p (λ_p = 193 nm [10] ; 242 nm [11] ; 248 nm [10] [12] ; 257 nm [13] ; 266 nm [10] ou large bande 220 nm < λ_p < 360 nm [4]).
Hosono et al ont montré que seule l'intensité de la bande d'absorption attribuée aux défauts Ge-Ge diminue sous l'effet de l'irradiation ultraviolette [4].

La production de centres Ge (E') résultant d'une irradiation ultraviolette (hypothèse 2) a été clairement mise en évidence par résonance paramagnétique de spin (R.P.E.). Les échantillons étudiés étaient constitués par des verres massifs [14], par des préformes [10] ou par des fibres [15].

Par ailleurs, dans [16], T.E. Tsaï et al ont mis en évidence qu'une augmentation de la concentration des centres Ge(E') peut être reliée à la photo-inscription de réseaux de Bragg.

---

* Un modèle structural correspondant au défaut est présenté dans l'annexe A

II - Les modèles locaux

II - 1 - Modèle de type Kramers-Kronig reliant les variations du coefficient d'absorption aux variations d'indices.

Les électrons libérés par la photo-dissociation de la liaison Ge-Ge [4] [7] ou Ge-Si [8] peuvent se recombiner avec un centre Ge(E') pour former un centre de défaut appelé défaut de tirage [17]. Ils peuvent également être piégés par un atome de germanium, formant ainsi des centres paramagnétiques Ge(1) où Ge(2)* [18] [19].

L'évolution de la concentration des différents défauts sous l'effet de l'irradiation ultraviolette provoque des modifications du spectre d'absorption du coeur de la fibre ou de la lame de préforme. Ainsi, l'intensité de chacune des bandes d'absorption liées aux centres Ge(E') , Ge(1) et Ge(2) augmente tandis que la bande d'absorption attribuée aux liaisons Ge-Ge ou Ge-Si est blanchie par l'irradiation [12].

Les équations de Kramers-Kronig traduisent la relation biunivoque qui existe entre les variations du coefficient d'absorption du matériau et les variations de son indice de réfraction. Elles s'expriment en fonction de la partie réelle ε' et de la partie imaginaire ε'' de la constante diélectrique ε à la pulsation ω [20] selon les relations (1).

$$\varepsilon'(\omega) - 1 = \frac{1}{\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\varepsilon''(x)}{x - \omega} dx \qquad (1a)$$

$$\varepsilon''(\omega) = - \frac{1}{\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\varepsilon'(x) - 1}{x - \omega} dx \qquad (1b)$$

Les fonctions $\varepsilon'(\omega)$ et $\varepsilon''(\omega)$ possèdent un point singulier lorsque x est égal à ω. Nous posons :

* Un modèle structural correspondant au défaut est présenté dans l'annexe A

$$\int_{-\infty}^{+\infty} \frac{1}{x-\omega}\,dx = \int_{-\infty}^{\omega-\xi} \frac{1}{x-\omega}\,dx + \int_{\omega+\xi}^{+\infty} \frac{1}{x-\omega}\,dx \qquad \text{avec } \xi \to 0.$$

$\varepsilon'(\omega)$ et $\varepsilon''(\omega)$ dépendent de l'indice de réfraction $n(\omega)$ du matériau conformément aux relations (2).

$$\varepsilon'(\omega) = n^2(\omega) - \frac{\alpha^2(\omega)}{4}\frac{c^2}{\omega^2} \tag{2a}$$

$$\varepsilon''(\omega) = n(\omega)\,\alpha(\omega)\frac{c}{\omega} \tag{2b}$$

Dans (2), $\alpha(\omega)$ correspond au coefficient d'absorption linéaire d'une onde d'intensité $I(\omega)$. c représente la vitesse de propagation de la lumière dans le vide.

En utilisant des formes différentielles des relations (1) et (2), nous pouvons exprimer la variation d'indice $\Delta n(\omega)$ en fonction de la variation de l'absorption $\Delta\alpha(\omega)$ par l'intermédiaire de la relation (3).

$$\Delta n(\omega) = \frac{1}{2n(\omega)}\left[\frac{c^2}{2\omega^2}\,\alpha(\omega)\Delta\alpha(\omega) + \frac{2}{\pi}\int_0^{\infty} \frac{x}{x^2-\omega^2}\left\{\frac{c}{x}\left[\Delta n(x)\alpha(x)+n(x)\Delta\alpha(x)\right]\right\}dx\right] \tag{3}$$

La vérification du modèle de Kramers-Kronig semble donc simple sur le plan du principe. Il suffit d'irradier le verre germanosilicate par une radiation ultraviolette et de mesurer d'une part la variation d'indice $\Delta n(\omega)$ qui en résulte d'autre part la variation du coefficient d'absorption du matériau sur une zone spectrale s'étendant depuis $\omega = 0$, jusqu'à $\omega \to \infty$. La relation intégrale (3) peut alors être utilisée pour vérifier le modèle.

En réalité, la mesure de $\Delta\alpha(\omega)$ n'est effectuée que sur une zone spectrale nécessairement limitée si bien que la contribution des différentes bandes d'absorption n'est pas prise en compte complètement.

Certains auteurs (par exemple D.P. Hand et P.St.J. Russel [19]) procèdent d'une façon légèrement différente. Ils supposent que N bandes d'absorption repérées par un indice k ont été formées (ou blanchies) par une irradiation lumineuse. La bande numérotée "k" est centrée à la longueur d'onde $\lambda_k = \frac{c}{\nu_k}$. Ils supposent également que le coefficient d'absorption à la fréquence lumineuse

correspondant à chaque bande peut être représenté par une gaussienne de largeur à mi-hauteur $\Delta\nu_k$.

$$\Delta\alpha_k(\nu) = \Delta\alpha_{ok} \exp\left\{-\left(\frac{\nu - \nu_k}{\Delta\nu_k}\right)^2 4\mathrm{Ln}2\right\} \qquad (4a)$$

La variation d'indice qui résulte de l'irradiation peut être exprimée sous une forme approchée à la longueur d'onde $\lambda >> \lambda_k$.

$$\Delta n(\lambda) = \sum_{k=1}^{N} \frac{A_k}{\left\{1 - \left(\frac{\lambda_k}{\lambda}\right)^2\right\}} \qquad (4b)$$

Un programme de décomposition en gaussiennes du spectre d'absorption induite permet de calculer les 3N paramètres $\{\Delta\alpha_{ok}, \Delta\nu_k, \nu_k\}$ (k = 1 à N). Il est ainsi possible de calculer les paramètres A_k qui interviennent dans la relation (4b).

$$A_k = \frac{(n^2+2)^2 \lambda_k}{36\,\pi^{3/2}\,\sqrt{\mathrm{Ln}2}}\,\Delta\alpha_{ok}\,\frac{\Delta\nu_k}{\nu_k} \qquad (4c)$$

La vérification du modèle consiste alors à comparer la valeur de $\Delta n(\lambda)$ calculée à l'aide de la relation (4b) à celle déduite des expériences.

Nous avons choisi d'utiliser la première méthode qui présente, selon nous, l'avantage de ne formuler aucune hypothèse sur la forme du coefficient $\Delta\alpha(\nu)$ en fonction de $\nu - \nu_k$. Ces travaux sont présentés dans le chapitre III.

II - 2 - Modèle supposant la création de dipôles au voisinage des centres de défaut.

La photo-dissociation de la liaison Ge-Ge ou Ge-Si donne naissance à un centre Ge(E') chargé positivement et libère un électron. Lorsque l'électron libre est piégé par un atome de germanium proche voisin, il se forme soit un centre Ge(1) soit un centre Ge(2). Ces centres sont chargés négativement. Le centre Ge(1) (ou Ge(2)) est alors placé au voisinage d'un centre Ge(E'). L'ensemble des deux centres constitue donc un dipôle [21].

Si la densité de dipôles $\rho(r)$ est faible ($\rho(r) \leq 10^{19}\mathrm{cm}^{-3}$ [21]), chaque dipôle peut être considéré comme isolé. Il créé un champ statique E_{dip} qui décroît en

$1/r^3$ [19]. La présence du champ électrique statique induit une variation locale de l'indice de réfraction du matériau par effet Kerr statique [19][21]

$$\Delta n(r) = \rho(r)\, X^{(3)} \int_v E_{dip}.E_{dip}dv \qquad (5)$$

où $X^{(3)}$ représente la susceptibilité Kerr quadratique et v le volume d'intégration.

J.P. Bernardin et N.M. Lawandy ont calculé la variation de concentration de centre Ge(E') nécessaire à l'obtention d'une augmentation d'indice égale à 10^{-5} [21]. Afin de faire ce calcul, ils ont émis l'hypothèse suivante : chaque dipôle est composé par des centres Ge(E') et Ge(1) (ou Ge(2)). Ainsi, l'augmentation de densité des centres Ge(E') est égale à la densité de dipôles créés $\rho(r)$. En utilisant une susceptibilité Kerr égale à $10^{-22}m^2/V^2$ (susceptibilité Kerr de la silice), le calcul numérique prédit une concentration de dîpole (et donc une création de centres Ge(E')) $\rho(r) = 4.10^{18}cm^{-3}$ [21].

Cependant, de telles valeurs de densité de centres Ge(E') n'ont pas encore été mesurées lors d'expériences de spectrométrie par résonance paramagnétique de spin [21] (le nombre de défauts Ge(E') créés par une irradiation γ est de l'ordre de $10^{16}cm^{-3}$ [22]).

II - 3 - Hypothèse de compaction

Une forme différentielle de la relation de Lorenz-Lorentz montre qu'une augmentation de la densité d'un matériau peut induire une croissance de son indice de réfraction [23].

$$\frac{\Delta n}{n} = \frac{(n^2-1)(n^2+2)}{6n^2}\left(\frac{\Delta\alpha'}{\alpha'} + \frac{\Delta\rho}{\rho}\right) \qquad (6a)$$

Dans (6a), n représente l'indice du matériau et $\frac{\Delta n}{n}, \frac{\Delta\alpha'}{\alpha'}, \frac{\Delta\rho}{\rho}$ les variations relatives de l'indice, de la polarisabilité et de la densité du verre respectivement [23]. Pour établir cette expression, nous avons pris la différentielle totale de la relation de Lorentz-Lorenz où N_A représente le nombre d'Avogadro et v' le volume molaire :

$$\alpha' = \left(\frac{n^2-1}{n^2+2}\right)\frac{3}{4\pi N_A}v' \qquad (6b)$$

L'hypothèse de compaction a été suggérée pour la première fois par J.P. Bernardin et N.M. Lawandy [21] pour expliquer la variation d'indice observée dans le coeur des fibres germanosilicates. Ces auteurs établissent une analogie entre l'augmentation d'indice observée dans le coeur de fibre irradié et l'augmentation d'indice mesurée par C. Fiori et R.A.B. Devine lors d'irradiation à λ = 248 nm de films fins de SiO_2 amorphe [24].

C. Fiori et R.A.B. Devine montrent que la variation d'indice observée croit quasi-linéairement avec la densité du matériau [24]. Ils établissent également que leurs résultats expérimentaux ne peuvent pas s'interpréter par la création de défauts ponctuels. Ils formulent donc l'hypothèse que l'irradiation change la structure locale du matériau en modifiant la distribution statistique de l'ordre n d'anneaux selon lesquels les molécules SiO pourraient s'assembler [27].

J.P. Bernardin et N.M. Lawandy supposent que l'hypothèse formulée par C. Fiori et R.A.B. Devine pourrait aussi s'appliquer à des verres germanosilicates. Ainsi la rupture des liaisons Ge-Ge ou Ge-Si favoriserait la formation d'anneaux d'ordre faible (n = 2 ou 4) [21].

Cependant, la compaction d'un verre germanosilicate n'avait jamais été mise en évidence expérimentalement avant les expériences de B. Poumellec et al [25] et de P. Cordier et al [26]. Les résultats de ses expériences sont présentés dans le chapitre III.

III - Les modèles non locaux

III - 1 - Modèle de charges d'espace.

Le modèle est présenté par F.P. Payne [28] et commenté par P.St. Russell et al [9]. Il rend compte de la variation d'indice mesurée lors de la formation de réseaux. Le raisonnement s'inspire des modèles de la photoréfractivité observés dans certains cristaux non centro-symétriques [29].

Un verre photoréfractif (le coeur d'une fibre optique germanosilicate par exemple) est irradié latéralement par un système de franges d'interférences de longueur L et d'intensité I(z). Ce système de franges présente une distribution spatiale parfaitement sinusoïdale de période Λ le long de l'axe $\vec{Oz}$ de la fibre.

$$I(z) = I_o\left(1 + m\cos\left(\frac{2\pi z}{\Lambda}\right)\right) \qquad 0 < z < L \qquad (7)$$

Dans (7), 2m représente l'amplitude crête à crête de la modulation (figure I-1-a, m=1).

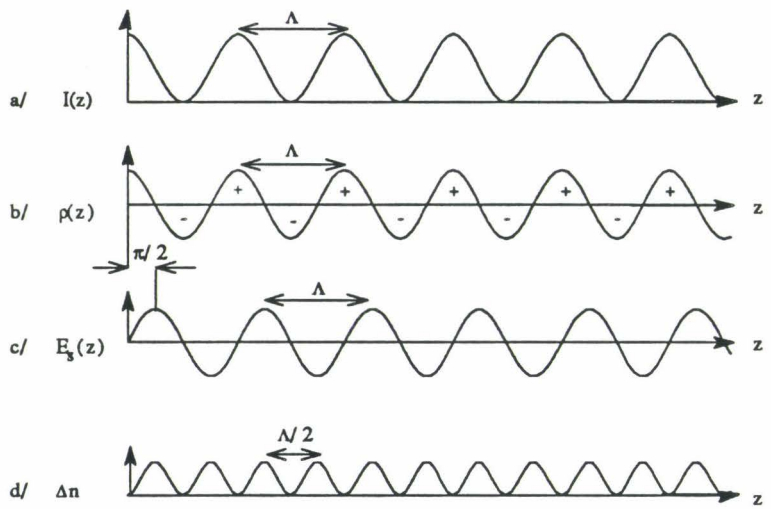


Figure I-1 : *Modèle de charges d'espace.*
Représentation, le long d'un axe Oz :
a/ de l'intensité du système de franges
b/ des charges
c/ du champ électrique statique
d/ de la variation d'indice

L'ionisation des liaisons Ge-Ge ou Ge-Si se produit dans les zones illuminées. Elle s'accompagne d'un déplacement des électrons vers les régions sombres du champ d'interférences. Les électrons sont piégés par des centres accepteurs. Il se crée alors une distribution permanente de charges $\rho(z)$ périodiquement alternée le long de l'axe Oz de période Λ (figure I-1-b).

La redistribution des charges dans le coeur de la fibre a pour conséquence la création d'un champ électrique statique de charge d'espace noté $\vec{E_S}$ tel que

$$\text{div}\,\vec{E_S} = \frac{\rho(z)}{\varepsilon} = \frac{\rho_0}{\varepsilon}\cos\left(2\pi\frac{z}{\Lambda}\right) \qquad (8a)$$

Dans (8a), ρ_0 représente l'amplitude de la variation de densité de charge et ε correspond à la constante diélectrique du matériau.

La composante du champ électrique suivant l'axe $\overrightarrow{Oz}$ s'exprime par la relation (8b)

$$E_S(z) = \frac{\Lambda \rho_0}{2\pi\varepsilon} \sin(2\pi \frac{z}{\Lambda}) \qquad (8b)$$

La périodicité du champ $E_S(z)$ reste égale à Λ. Néanmoins, il apparaît un déphasage de $\Delta\phi = \pi/2$ par rapport à la distribution de charges $\rho(z)$ (figure I-1-c).

Ce champ alterné induit un changement d'indice de réfraction proportionnel à $X^{(3)} E^2_S$ où $X^{(3)}$ représente la susceptibilité Kerr quadratique [9] (figure I-1-d). *Cependant, le pas du réseau d'indice est, d'après ce raisonnement, deux fois plus petit que l'interfrange du système d'interférences.*

De plus, le modèle ne permet pas d'expliquer que des irradiations uniformes (sans franges) de fibre sur des longueurs de plusieurs millimètres conduisent à des variations d'indice moyen supérieures à 10^{-4} [9] (à moins que les électrons ne diffusent dans la gaine).

III - 2 - Modèle de relâchement de contraintes.

M.G. Sceats et S.B. Poole sont les premiers à avoir émis l'hypothèse selon laquelle une irradiation ultraviolette peut induire des relaxations des contraintes présentes dans le coeur des fibres germanosilicates [30].

L'existence de ces contraintes dans le coeur avant toute irradiation lumineuse s'explique de la façon suivante : le coefficient de dilatation thermique d'un verre de silice dopé par de l'oxyde de germanium est supérieur au coefficient de dilatation thermique d'un verre de silice pure. Par conséquent, le coeur des fibres germanosilicates se trouve le plus souvent sous contraintes tensives dès que la température de la fibre est inférieure à une température de transition vitreuse T_v (T_v représente la température pour laquelle l'échantillon passe de l'état de liquide à l'état de solide vitreux) [30].

Ainsi, S.G. Sceat et collaborateurs estiment l'ordre de grandeur de la valeur des contraintes par l'équation (9) [7][17]

$$\sigma_z = 2\sigma_r = 2\sigma_\theta = \frac{E}{1-\nu}(\alpha_{co} - \alpha_{cl})(T_v - T), \; r < r_{co} \qquad (9)$$

Dans un système de coordonnées cylindriques, r_{co} représente le rayon du coeur de la fibre et $\overrightarrow{Oz}$ l'axe de symétrie de la fibre. E et ν sont les modules

d'Young et de Poisson, α_{co} et α_{cl} les coefficients de dilatation du coeur et de la gaine de la fibre optique respectivement ($\alpha_{co} > \alpha_{cl}$). Ces contraintes sont égales à environ 100 MPa dans le coeur de fibres très photosensibles ([GeO_2] > 10 %) [17].

Appelons n_o l'indice de réfraction du coeur de la fibre soumis à aucune contrainte. L'introduction des contraintes σ_x, σ_y et σ_z a pour effet d'abaisser la valeur de n_o suivant l'équation [7][17] :

$$n_x = n_o - C_1\sigma_x - C_2(\sigma_z + \sigma_y) \qquad (10)$$

Dans (10), C_1 et C_2 sont des coefficients photo-élastiques positifs.

D'après M.G. Sceats et S.B. Poole [30], une irradiation ultraviolette du matériau induit des *relaxations des contraintes tensives* et donc *une augmentation de l'indice de réfraction du coeur*. Ces relâchements de contraintes sont provoqués par la photo-ionisation des liaisons Ge-Si ou Ge-Ge [30]. Il en résulte une dilatation de la structure vitreuse autour des liaisons rompues [30]. La variation d'indice calculée à partir des relations (9) et (10) est égale à 18.10^{-4} lorsque le coeur photosensible est dopé par 20 % de germanium. Cette variation est supérieure d'un facteur sept à celles obtenues expérimentalement dans ce type de fibre [17].

La densité du matériau formant le coeur de la fibre reste quasi constante puisque les dimensions géométriques de la gaine sont peu modifiées par l'irradiation. M.G. Sceats et S.B. Poole ont, de ce fait, émis l'hypothèse suivante : la relaxation des différentes contraintes s'accompagne de l'apparition de nanocavités dans la structure du verre [7]. La formation des nanocavités contribue à réduire les contraintes tensives. Elle modifie, de ce fait, la polarisabilité du verre et donc l'indice du matériau.

IV - Conclusion

A ce jour, aucune des tentatives d'interprétations des origines de la photosensibilité ne donne satisfaction. Cet échec provient probablement du fait que l'augmentation d'indice observée lors de l'irradiation lumineuse trouve son origine dans plusieurs effets physiques simultanés. La prise en compte séparée des effets ne permet donc pas d'expliquer la variation d'indice mesurée expérimentalement.

CHAPITRE I

Bibliographie

[1] K.O. Hill, Y. Fujii, D.C. Johnson, B.S. Kawasaki
"Photosensitivity in optical waveguides : application to reflection filter fabrication"
Appl. Phys. Lett., **vol. 32**, n° 10, May 1978, pp. 647-649

[2] P. St. J. Russell, D.P. Hand, Y.T. Chow, L.J. Poyntz-wright
"Optically-induced creation, transformation and organization of defects in colour-centres in optical fibres"
Proc. of Int. works. in photo. self-orga. in opt. fib., S.P.I.E., Quebec 1991, pp. 1516-1529

[3] V. Garino Canina
"Oxyde de germanium vitreux, silice vitreuse"
Verres réfractaires, **vol. 6**, 1958, pp. 313-323

[4] H. Hosono, Y. Abe, D.L. Kinser, R.A. Weeks, K. Muta, H. Kawazoe
"Nature and origin of the 5 eV band in SiO_2 : GeO_2 glasses"
Phys. Rev. B, **vol. 46**, n° 18, 1 Nov. 1992, pp. 11445-11451.

[5] M. Kohketsu, K. Awazu, H. Kawazoe, M. Yamane
"Photoluminescence in VAD SiO2 : GeO2 glasses sintered under reducing or oxidizing conditions"
Jpn. J. of Appl. Phys., **vol. 28**, n°4, Apr. 1989, pp. 622-631

[6] T.E. Tsaï, E.J. Friebele, M. Rajaram, S. Mulkhapadhyay
"Structural origin of the 5, 16 eV optical absorption band in silica and Ge doped silica"
Appl. Phys. Lett., **vol. 64**, n° 12, 21 Mar. 1994, pp. 1481-1483

[7] M.G. Sceats, P.A. Krug
"Photoviscous annealing dynamics and stability of photorefractivity in optical fibres"
Proc. S.P.I.E., **vol. 2044**, int. works.on Photo.Self. Org. in Opt. Fib., 1993, pp. 113-120

[8] L.J. Poyntz-Wright, P.St. Russell
"Spontaneous relaxation processes in irradiated germanosilicate optical fibres"
Elect. Lett., **vol. 25**, n° 7, Mar. 1989, pp. 478-480

[9] P.St. J. Russell, L. J. Poyntz-wright, D.P. Hand
"Frequency doubling, absorption and grating formation in glass fibres. Effective défects or defective effects?"
Proc. S.P.I.E., **vol. 1373**, Fiber laser sources and amplifiers II, 1990, pp. 126-139

[10] V.B. Neustruev, E.M. Dianov, V.M. Kim, V.M. Maskinsky, M.V. Romanov, A.N. Guryanov, V.F. Khopin, V.A. Tikhomirov
"Ultraviolet radiation-and γ radiation induced color centers in germanium doped silica glass and fibers".
Fiber and integrated optics, **vol. 8**, 20 Jan. 1989, pp. 143-156

[11] R.M. Atkins, V. Mizrahi
"Observation of changes in U.V. absorption bands of single mode germanosilicate core optical fibres on writing and thermally erasing refractive index gratings"
Elec. Lett., **vol. 28**, n° 18, Aug. 1992, pp. 1743-1745

[12] R.M. Atkins, V. Mizrahi, T. Erdogan
"248 nm induced vacuum U.V. spectral changes in optical fibre preform cores : support for a colour centre model of photosensitivity"
Elect. Lett., **vol. 29**, n° 4, 18 Feb. 1993, pp. 385-387

[13] D.L. Williams, S.T. Davey, R. Kashyap, J.R. Armitage, B.J. Ainslie
"U.V. Spectroscopy of optical fibres and preforms"
S.P.I.E., **vol. 1516**, Int. works. on Photo. Self-Org. Eff. in Opt. Fib., 1991, pp. 29-37

[14] R.N. Schwartz, G.L. Tangonan, G.R. Blair, W. Chamulitrat and L. Kevan
"Electron paramagnetic resonance and optical study of radiation-induced defect centers in doped silica glasses"
Mat. Res. Soc. Symp. Proc., **vol. 61**, 1986, pp. 197-204

[15] J. Simpson, J. Ritger, F. Dimarcello
"U.V. radiation induced colour centers in optical fibers"
Mat. Res. Soc. Symp. Proc., **vol. 61**, 1986, pp. 333-338

[16] T.E. Tsaï, C.G. Askins, E.J. Friebele
"Photoinduced grating and intensity dependence of defect generation in Ge doped silica optical fiber"
Appl. Phys. Lett., **vol. 61**, n° 4, 27 Jul. 1992, pp. 390-392

[17] M.G. Sceats, G.R. Atkins, S.B. Poole
"Photolytic index changes in optical fibers"
Annu. Rev. Mater. Sci., 1993, pp. 381-410

[18] E.J. Friebele, D.L. Griscom
"Color centers in glass optical fiber waveguides"
Mat. Res. Symp. Proc., **vol. 61**, 1986, pp. 319-331

[19] D.P. Hand, P. St. J. Russell
"Photoinduced refractive index changes in germanosilicate fibers"
Opt. Lett., **vol. 15**, n° 2, 15 Janv. 1990, pp. 102-104

[20] L. Landau, E. Lifchitz
"Electrodynamique des milieux continus"
Editions Mir, Moscou 1969

[21] J.P. Bernardin, N.M. Lawandy
"Dynamics of the formation of Bragg gratings in germanosilicate optical fibers"
Opt. Com., **vol. 79**, n° 3-4, 15 Oct. 1990, pp. 194-199

[22] G. Kordas, R.A. Weeks, D.L. Kinser
"The influence of fusion temperature on the defect center concentration of Ge02 glass"
J. Appl. Phys., **vol. 54**, n° 9, Sept. 1983, pp. 5394-5399

[23] D. Barbier, M. Green, S.J. Madden
"Waveguide fabrication for integrated optics by electron beam irradiation of silica"
J. of Ligh. Tech., **vol 9**, n°6, June 1991, pp. 715-720.

[24] C. Fiori, R.A.B. Devine
"Ultraviolet irradiation induced compactation and photo-etching in amorphous, thermal Si02"
Mat. Res. Soc. Symp. Proc., **vol. 61**, 1986, pp. 187-195

[25] B. Poumellec, P. Guenot, P. Sansonetti, I. Riant, P. Niay, P. Bernage
"U.V. induced densification during Bragg grating inscription"
soumis à Opt. Mat.

[26] P. Cordier, J.C. Doukhan, E. Fertein, P. Bernage, P. Niay, J.F. Bayon, T. Georges
"T.E.M. characterization of densification associated to Bragg grating inscription in germanosilicate optical fibre preform"
Opt. Comm., vol. 111, Oct. 1994, pp. 269-275

[27] F.L. Galeener
"Planar rings in glasses"
Sol. Stat. Comm., **vol. 44**, n° 7, 1982, pp. 1037-1040

[28] F.P. Payne
"Photorefractive gratings in single-mode optical fibres"
Elec. Lett., **vol. 25**, n° 8, Apr. 1989, pp. 498-499

[29] A. Yariv
"Quantum electronics"
John Wiley and Sons
N.Y. 1989

[30] M.G. Sceats, S.B. Poole
"Stress relief - the mechanisme of photorefractive index control in fibre cores"
Proceeding of the Sixt. Aust. Conf. on Opt. Fib. Tech. pp. 302-305

CHAPITRE II

CONTRIBUTION A L'ETUDE EXPERIMENTALE DE LA PHOTOSENSIBILITE DES FIBRES GERMANOSILICATES

I - Introduction

Le phénomène de photosensibilité des fibres germanosilicates découvert par K.O. Hill et al a été présenté dans l'introduction du mémoire [1]. Cet effet a été mis en évidence dans une vaste gamme spectrale qui s'étend depuis l'infrarouge (λ_s <2100 nm ; limite supérieure de transmission des fibres) jusqu'au domaine visible ($\lambda_s \approx 480$ nm) [2][3].

Des méthodes variées de mise en évidence et de mesure de $\Delta n(\lambda_s)$ dans les fibres optiques ont été décrites par les différents groupes travaillant sur le sujet. On distingue les méthodes directes (de type interférométrique) des méthodes indirectes.

Les méthodes interférométriques reposent sur le principe suivant. Un interféromètre à deux ondes est réalisé selon une technologie "tout fibre" dans une fibre germanosilicate. L'interféromètre est soit de type Young, soit de type Michelson ou encore Mach Zehnder. Une radiation de sonde de longueur d'onde λ_s est injectée dans l'interféromètre de façon à obtenir un système de franges. La méthode de mesure de $\Delta n(\lambda_s)$ consiste à compter le nombre de franges qui défilent lorsque la radiation de longueur d'onde λ_p irradie un bras (et un seul) de l'interféromètre. Il s'agit là de méthodes très sensibles et de ce fait d'une mise en oeuvre délicate. En effet, la sensibilité de la mesure de $\Delta n(1\mu m)$ est égale à $\pm 2.10^{-6}$ lorsque la mesure est effectuée à l'aide d'un interféromètre de Mach Zehnder [4].

Dans les méthodes indirectes, l'irradiation de la fibre modifie un paramètre caractéristique de la propagation guidée tel que par exemple le diamètre de mode ou la réflectivité spectrale de la fibre. La valeur de $\Delta n(\lambda_s)$ se déduit (après modélisation de l'effet) de la mesure des variations du paramètre

caractéristique. Le tableau II-1 rassemble quelques valeurs typiques relevées dans la littérature scientifique traitant du domaine.

L'efficacité du processus photoréfractif, qui peut être défini par la valeur maximale que peut atteindre Δn, dépend de nombreux paramètres expérimentaux. La plupart de ces paramètres sont clairement identifiés. Il s'agit, par exemple, de la nature de la source laser de pompe (continue ou pulsée) de la longueur d'onde λ_p de la source (visible ou ultraviolette) ou du procédé d'irradiation de la fibre (par un champ de franges ou par un éclairement uniforme). D'autres paramètres s'avèrent plus difficilement quantifiables. Il en est ainsi, par exemple, des concentrations de défauts préexistants dans le matériau, de la distribution de contraintes dans le coeur et la gaine des fibres. Ce manque de maîtrise de tous les paramètres expérimentaux explique en partie la disparité des résultats relevés dans la littérature (tableau II-1).

Il apparaît cependant que le choix d'une longueur d'onde de pompe en résonance avec une bande de défaut des verres germanosilicates située vers 243 nm conduit à des variations d'indice très supérieures à celles relevées lorsque la longueur d'onde du laser de pompe est située dans le visible [5]. L'inscription de réseaux de Bragg par des sources ultraviolettes pulsées s'avère également plus efficace que l'inscription par des sources ultraviolettes continues [6].

La comparaison des efficacités de l'effet photoréfractif selon que le matériau est irradié par un éclairement à profil sinusoïdal ou par un éclairement uniforme n'a pas fait l'objet d'une étude systématique. Il semble cependant, d'après les travaux de Y. Duval et collaborateurs, que les ordres de grandeur de $\Delta n(\lambda_s)$ dépendent assez peu du mode d'éclairement du matériau [7].

Comme le montre le tableau II-1, $\Delta n(\lambda_s)$ peut atteindre exceptionnellement $+10^{-3}$ dans des fibres à usage des télécommunications ([Ge] = 3%) [8] et quelques $+10^{-2}$ dans des fibres germanosilicates fortement dopées à l'oxyde de germanium ([GeO_2] = 19 % molaire) dont la photosensibilité a été augmentée par un traitement à l'hydrogène gazeux sous pression [9].

Dans ce chapitre, nous nous proposons de présenter une contribution à l'étude expérimentale des propriétés de photosensibilité des fibres germanosilicates. Nous limitons notre champ d'investigation aux variations d'indice $\Delta n(\lambda_s)$ photoinduites lors d'irradiations effectuées par un laser ultraviolet fonctionnant selon un régime d'impulsions. Nous avons choisi de déterminer $\Delta n(\lambda_s)$ à l'aide d'une méthode de mesure indirecte : nous exposons le coeur de la fibre (au travers de la gaine) par un champ de franges ultraviolettes selon la méthode holographique de G. Meltz et al [5]. La périodicité des franges

Longueur d'onde d'irradiation λp (nm)	type de laser utilisé	. % molaire de GeO_2 dans le coeur .Traitement	variation d'indice Δn	Longueur d'onde à laquelle Δn est observée λs (nm)	références
Méthode de mesure de Δn :		Mesures interférométriques			
488	continu	NA = 0,26	$1,9.10^{-4}$	784	[10]
249	pulsé	3,65 %	$2,3.10^{-5}$	700	[4]
Méthode de mesure de Δn :		Mesure de la variation du diamètre de mode			
$244 \leq \lambda \leq 260$	pulsé	21 %	$1,5.10^{-3}$	1530	[7]
Méthode de mesure de Δn :		Mesure des caractéristiques d' un réseau de Bragg			
244	pulsé	6,6 %	3.10^{-5}	$577<\lambda<591$	[5]
242	pulsé	8 %	$5,5.10^{-4}$	1550	[2]
243	pulsé	11,5 %	$1,8.10^{-3}$	1200	[3]
240	pulsé	3 %	$1,2.10^{-3}$	1300	[8]
257,3	continu	10 %	5.10^{-4}	1530	[11]
248	pulsé	15 %	5.10^{-4}	1550	[12]
249	pulsé		$1,6.10^{-4}$	1540	[13]
241	pulsé	3 % hydrogénée	$5,9.10^{-3}$	1550	[14]
248	pulsé	19% hydrogénée	3.10^{-2}	1550	[9]

Tableau II - 1: Valeurs des variations d'indice induites par une irradiation visible ou ultraviolette. Différentes méthodes de mesure ont été utilisées pour mesurer la variation d'indice. Elles sont indiquées dans le tableau.

fixe le pas de la modulation d'indice à l'origine de la création d'un réseau de type Bragg. Une étude spectroscopique de la transmission spectrale $T(\lambda)$ de la fibre au voisinage de la longueur d'onde de résonance λ_B du réseau, conduit au profil spectral de la réflectivité $R(\lambda)$ du réseau (on admet que l'inscription du réseau ne produit aucune perte dans la fibre, si bien que $R(\lambda) + T(\lambda) = 1$). Les mesures de la longueur d'onde de Bragg du réseau et de sa réflectivité $R(\lambda_B)$ permettent de déterminer Δn ($\lambda_s \approx \lambda_B$) moyennant quelques hypothèses simplificatrices.

Le contrôle spectroscopique des caractéristiques des réseaux de Bragg constitue donc un outil adapté à l'étude de la photosensibilité des fibres. Il s'agit d'une méthode simple qui bénéficie de la grande précision des mesures de spectroscopie. La sensibilité de la méthode de mesure de Δn peut être modifiée par un choix convenable des paramètres de l'inscription (longueur du réseau, valeur de $\frac{\lambda_B}{\lambda_c}$; λ_c représente la longueur d'onde de coupure du mode LP_{11}).

Les données qui sont rassemblées dans le tableau II - 1 correspondent le plus souvent à des mesures effectuées lorsqu'une saturation de l'effet photoréfractif est atteinte. A mesure que l'irradiation ultraviolette est prolongée, Δn augmente ($\Delta n > 0$) et atteint une valeur Δn_{max} de saturation pour laquelle le pouvoir réflecteur du réseau est maximal. **Nous nous sommes proposés d'examiner le comportement de réseaux de Bragg lorsque l'irradiation est poursuivie au-delà des durées pour lesquelles on observe le phénomène de saturation.** Ces études se sont révélées très fécondes puisqu'elles nous ont permis d'observer des dynamiques d'effacement puis de reconstruction des réseaux. Nous avons interprété nos diverses observations en formulant l'hypothèse que deux effets photoréfractifs au moins sont simultanément créés par l'irradiation de la fibre.

Nous avons également étudié la permanence des effets photoréfractifs sous l'action de paramètres physiques tels que, par exemple, une élévation thermique ou une irradiation par un rayonnement électromagnétique. Ces expériences fournissent des renseignements précieux sur les mécanismes microscopiques responsables de l'organisation macroscopique du réseau d'indice. Elles s'avèrent aussi indispensables pour définir les conditions d'utilisation des divers composants qu'il est possible de photoinscrire dans les fibres.

Dans le paragraphe II de ce chapitre II, nous décrivons le montage interférométrique utilisé pour produire les réseaux ainsi que les moyens de spectroscopie mis en oeuvre pour relever leurs caractéristiques spectrales ($T(\lambda)$ et λ_B).

Dans le paragraphe III, nous présentons l'étude de la dynamique de croissance d'un réseau de Bragg. Nous montrons que la longueur d'onde de Bragg d'un réseau évolue au cours de son inscription. Nous montrons également que, selon les conditions expérimentales, un réseau de Bragg peut présenter une efficacité de diffraction importante dans l'ordre deux de diffraction. Il est alors possible de définir deux longueurs d'onde de Bragg correspondant à ces deux résonances. Nous présentons une étude de la dynamique de formation des spectres du réseau autour de ces deux résonances. Nous détaillons ensuite deux modèles phénoménologiques que nous avons élaborés pour rendre compte de nos observations.

Le paragraphe IV est consacré à l'étude de la permanence de l'effet photoréfractif sous l'action de divers paramètres physiques. A cet effet, nous avons tout d'abord soumis des réseaux à des impulsions thermiques isochrones. Nous décrivons les effets réversibles et irréversibles qu'induisent ces élévations thermiques sur les caractéristiques spectrales des réseaux. Nous présentons ensuite des expériences d'irradiation latérale de réseaux de Bragg par un rayonnement ultraviolet uniforme. Nous discutons des résultats des expériences de destruction thermique des réseaux ou de leur blanchiment par le rayonnement ultraviolet uniforme en terme de tests de validité des deux modèles phénoménologiques que nous avons élaborés. Nous présentons ensuite des expériences d'irradiation de réseaux par des radiations lumineuses en provenance d'un laser continu du domaine visible. Nous décrivons également l'influence d'une irradiation des réseaux par un rayonnement γ.

Les conclusions qui peuvent être tirées de ces différentes expériences font l'objet du paragraphe V du chapitre.

II - Description du montage utilisé pour inscrire et caractériser les réseaux de Bragg.

II - 1 - Méthodologie

Nous supposons tout d'abord qu'une impulsion ultraviolette incidente sur une fibre germanosilicate induit une variation permanente d'indice $\Delta n'$ du coeur de la fibre. Nous nous proposons de chercher la loi d'évolution de $\Delta n'$ en fonction du nombre d'impulsions N incidentes sur la fibre. Les paramètres régissant cette loi d'évolution sont multiples. Il s'agit par exemple de la fluence moyenne par tir incidente sur la fibre, de la cadence des tirs, de la longueur

d'onde lumineuse à laquelle $\Delta n'$ est mesurée, de la longueur d'onde du laser de pompe, de la distribution spatio-temporelle de l'impulsion utilisée pour créer $\Delta n'$. Devant la complexité du problème qui se pose, nous avons été amenés à formuler un grand nombre d'hypothèses simplificatrices afin d'être en mesure de définir une méthodologie compatible avec nos moyens expérimentaux.

Nous supposons que la fibre est irradiée latéralement par un système de franges d'interférences d'intensité I(z) constante pendant la durée τ de l'impulsion (I s'exprime en W/m^2). Le système de franges présente une distribution spatiale parfaitement sinusoïdale de période Λ le long de l'axe $o\vec{z}$ de la fibre

$$I(z, t) = I_o \left(1+V\cos\frac{2\pi z}{\Lambda}\right) \qquad \begin{cases} 0 < t < \tau \\ 0 < z < L \end{cases} \qquad (1)$$

Dans (1),V représente la visibilité du système de franges et L la longueur du réseau. Les paramètres V et Λ sont supposés indépendants de t et de z. Cette hypothèse revient à supposer :

i/ que l'on se place dans le cas d'interférences formées entre ondes planes par un système interférométrique ne présentant aucune évolution au cours du temps
ii/ que l'ordre d'interférences est suffisamment faible pour qu'il ne soit pas nécessaire de prendre en compte la cohérence chromatique nécessairement limitée de la source.

La fluence moyenne Fl par tir est définie à l'aide de la relation (2a).

$$Fl = I_o \tau \qquad (2a)$$

La fluence moyenne cumulée Fc après un nombre N d'impulsions est définie par (2b).

$$Fc = N\ Fl \qquad (2b)$$

Fl et Fc s'expriment en J/cm^2. La fluence s'obtient en pratique en mesurant l'énergie incidente sur la fibre et en divisant le résultat de cette mesure par l'aire du faisceau au point de focalisation.

En absence de modèle cohérent et d'expériences concluantes permettant de calculer la variation d'indice permanente en fonction de I(z, t) et de N, nous

supposons que le seul effet de l'irradiation est d'inscrire une variation d'indice $\Delta n'$ **fonction périodique de z le long de la zone irradiée.** La perturbation d'indice n'affecte pas la gaine optique. Elle est uniforme dans un plan perpendiculaire à oz. Elle est indépendante de l'état de polarisation de la lumière (photosensibilité isotrope*).

$$\begin{aligned} &\Delta n'(z+\Lambda) = \Delta n'(z) && \forall z \in \{0, L\},\ x^2 + y^2 \leq a^2 \\ &= 0 && \text{partout ailleurs} \end{aligned} \qquad (3)$$

a représente le rayon du coeur.

Nous supposons aussi que $\Delta n'$ ne dépend que de λs, N et Fl. La longueur d'onde du laser de pompe est fixée à λp. Un développement de (3) en série de Fourier arrêté au terme d'harmonique deux conduit à la relation (4) :

$$\Delta n'(z) = \Delta n'_0 + \Delta n'_1 \cos\left(\frac{2\pi z}{\Lambda} + \beta_1\right) + \Delta n'_2 \cos\left(\frac{4\pi z}{\Lambda} + \beta_2\right) + \ldots \qquad (4)$$

Dans (4) $\Delta n'_0$, $\Delta n'_1$ et $\Delta n'_2$ représentent les amplitudes respectives des termes de Fourier d'ordre 0, 1 et 2, alors que β_1 et β_2 désignent les phases des réseaux d'indice de périodes Λ et $\Lambda/2$.

La signification physique des termes $\Delta n'_0$, $\Delta n'_1$ et $\Delta n'_2$ apparaît clairement : i/ $\Delta n'_0$ (N, λs, Fl) représente la variation d'indice moyen du coeur de la fibre dans la zone irradiée.

ii/ $\Delta n'_1$ (N, λs, Fl) représente l'amplitude d'un réseau à profil d'indice sinusoïdal, résonnant à la longueur d'onde de Bragg λ_{B1} (ordre 1) [1]

$$\lambda_{B1} = 2\, n_{eff}(\lambda_{B1})\, \Lambda \qquad (5)$$

Dans (5) $n_{eff}(\lambda_{B1})$ désigne l'indice effectif du mode pour lequel la résonance se produit à λ_{B1}.

iii/ $\Delta n'_2$ (N, λs, Fl) représente l'amplitude d'un réseau à profil d'indice sinusoïdal résonnant à la longueur d'onde de Bragg λ_{B2} (ordre 2)

---

* Cette hypothèse n'est pas toujours conforme aux observations expérimentales. Elle n'est formulée que par souci de cohérence avec la suite du mémoire dans lequel il est implicitement supposé que la propagation guidée maintient l'état de polarisation du mode LP_{01}

$$\lambda_{B2} = 2n_{eff}(\lambda_{B2})(\Lambda/2) \qquad (6)$$

Dans cette expression, l'indice effectif du mode pour lequel la résonance se produit est désigné par $n_{eff}(\lambda_{B2})$.

Nous limitons notre étude au cas d'un réseau inscrit dans une fibre monomode, non biréfringente, parfaite, à saut d'indice, dont les caractéristiques optiques sont compatibles avec les conditions de validité de l'approximation de la propagation des modes LP [15]. Nous supposons donc que l'énergie lumineuse injectée dans la fibre se propage suivant le mode LP01. Le réseau de Bragg se comporte comme un réflecteur sélectif résonnant aux deux longueurs d'onde λ_{B1} et λ_{B2} (ordres 1 et 2 respectivement). La limitation du développement à l'ordre 2 résulte de contraintes expérimentales exposées plus loin.

Notre méthodologie expérimentale consiste à mesurer simultanément la longueur d'onde λ_{B1} et la réflectivité spectrale $R(\lambda_{B1})$, et, lorsque cela s'avère nécessaire, λ_{B2} et $R(\lambda_{B2})$. Ces données, mesurées au cours de l'inscription du réseau, permettent d'estimer $\Delta n'_0(\lambda_{B1}, N)$, $\Delta n'_1(\lambda_{B1}, N)$ et $\Delta n'_2(\lambda_{B2}, N)$.

En effet, l'indice effectif $n_{eff}(\lambda_{B1})$ s'exprime par la relation (7) [15] :

$$n_{eff}^2(\lambda_{B1}) = n_1^2(\lambda_{B1}) - \frac{\lambda_{B1}^2}{4\pi^2 a^2} u^2(\lambda_{B1}) \qquad (7)$$

Dans (7), n_1 représente l'indice du coeur de la fibre et a le rayon du coeur. u désigne la constante de propagation transverse normalisée et s'exprime en fonction de la fréquence normalisée V à l'aide de la relation approchée (8) [14]

$$u = [V^2 - (1{,}1428V - 0{,}996)^2]^{1/2} \quad 1{,}5 \leq V \leq 2{,}4 \qquad (8a)$$

avec
$$V = \frac{2\pi a}{\lambda}\sqrt{n_1^2 - n_2^2} \qquad (8b)$$

n_2 représente l'indice de la gaine.

Les relations (5) et (7) conduisent à la relation approchée (9a)

$$\frac{\Delta\lambda_{B1}}{\lambda_{B1}} = \frac{\Delta n_{eff}}{n_{eff}} \approx \frac{\Delta n'_0}{n_{eff}} \qquad (9a)$$

$$\Delta\lambda_{B1} = \lambda_{B1}(N) - 2\, n_{eff}^{\circ}\, \Lambda \approx \lambda_{B1}(N) - \lambda_{B1}(N_0) \qquad (9b)$$

Dans (9b), $\lambda_{B1}(N)$ et $\lambda_{B1}(N_0)$ symbolisent les longueurs d'onde de résonance mesurées dans l'ordre 1 après N tirs et après quelques tirs respectivement, n_{eff}° l'indice effectif du mode avant les tirs.

Nous supposons qu'après N_0 tirs le réseau est suffisamment réflecteur pour que la résonance puisse être détectée. Il devient alors possible de mesurer $\lambda_{B1}(N_0)$. La relation approchée (10) est d'autant plus exacte que N_0 est faible.

$$\Delta n'_0 \approx n_{eff}\, [\lambda_{B1}(N) - \lambda_{B1}(N_0)]/\lambda_{B1} \qquad (10)$$

Par ailleurs, la théorie des modes couplés permet de relier l'amplitude de la variation d'indice au coefficient de réflexion mesuré à λ_B [5] [16]. Les hypothèses formulées dans ce calcul correspondent à celles que nous avons déjà présentées. Elles supposent également que le couplage qu'établit le réseau vers les modes radiatifs est négligeable.

$$R(\lambda_{B1}) = \tanh^2\left(\frac{\pi\Delta n'_1\, \eta(V_1)}{\lambda_{B1}}\, L\right) \qquad (11a)$$

$$R(\lambda_{B2}) = \tanh^2\left(\frac{\pi\Delta n'_2\, \eta(V_2)}{\lambda_{B2}}\, L\right) \qquad (11b)$$

où $\eta(V)$ est le rapport entre la puissance lumineuse guidée dans le coeur de la fibre et la puissance totale guidée dans la fibre [17]. Les chiffres 1 ou 2 en indice de V indiquent que V est mesurée dans le premier ou le deuxième ordre de diffraction.

$$\eta(V) = \frac{V^2 - u^2}{V^2}\left\{1 + \frac{J_0(u)}{J_1(u)}\right\} \qquad (12)$$

$J_0(u)$ et $J_1(u)$ désignent les fonctions de Bessel de première espèce d'ordres respectifs 0 et 1. V et u se calculent à l'aide des expressions (8).

Nous montrerons au paragraphe III qu'il est commode d'un point de vue expérimental de mesurer le facteur de transmission des réseaux de préférence au facteur de réflexion.

$$T(\lambda) = 1 - R(\lambda) \qquad (13)$$

La validité de la relation (13) repose sur l'hypothèse que l'inscription du réseau n'introduit aucune perte telle que, par exemple, des pertes provoquées par augmentation du facteur de diffusion ou du coefficient d'absorption de la fibre.

Les relations (11a), (11b) reliées à la relation (12) permettent d'estimer $|\Delta n'_1|$ et $|\Delta n'_2|$.

L'incertitude affectant la mesure de $\Delta(\Delta n')$ est présentée dans la relation (13). ΔT représente l'incertitude de mesure de la transmission spectrale.

$$\Delta(\Delta n') = \frac{\Delta T}{T\sqrt{1-T}} \frac{\lambda_B}{2\pi\eta(V)L} \qquad (14)$$

La relation (14) montre que si l'on admet que ΔT ne dépend pas de T, il convient de choisir les conditions d'inscription pour que $0,4 < T < 0,9$ $(0,1 < R < 0,6)$ afin de minimiser l'incertitude affectant la mesure de $\Delta n'$.

Remarques :

i/ Nous avons limité notre étude au cas d'une fibre monomode afin d'éviter les problèmes expérimentaux délicats de mesure des réflectivités spectrales d'un réseau dans une fibre multimode. De telles mesures impliquent en effet que le rapport des puissances optiques couplées dans chaque mode n'évolue pas au cours des tirs et que ce rapport est déterminé.

L'hypothèse de propagation unimodale est peu compatible avec une mesure de $\Delta n'(z)$ jusqu'à l'harmonique trois. En effet la propagation d'une radiation de longueur d'onde λ_{B1} correspondrait dans ce cas à une excitation de la fibre à une longueur d'onde supérieure à $3\lambda c$ ($\lambda_{B3} \geq \lambda c$). Dans ces conditions $\eta(V_1)$ serait voisin de zéro.

ii/ Notre méthodologie expérimentale ne permet pas de mesurer les phases β_1 et β_2 intervenant dans la relation (4). Une valeur approchée de $\Delta n'$ (z, N) ne peut donc être estimée à partir de nos mesures qu'en fixant ces phases à partir d'hypothèses "raisonnables".

II - 2 - Description des montages mis au point pour inscrire les réseaux de Bragg.

Dans ce paragraphe, nous décrivons le montage interférométrique que nous avons utilisé pour inscrire les réseaux. Nous limitons notre présentation à la description des éléments essentiels à la compréhension de la suite de notre mémoire. Pour plus de détails, nous invitons le lecteur à se référer au mémoire de thèse de S. Legoubin [18]. Il convient cependant de préciser en préambule que les choix des éléments critiques du montage optique ont été effectués pour que ce dernier soit le plus stable possible pendant des irradiations de longue durée (1 heure environ).

Le schéma du montage expérimental est présenté sur la figure II-1.

La fréquence du laser visible est doublée à l'aide d'un cristal de B.B.O. long de 9 mm. La méthode d'adaptation des vitesses de phase correspond à une méthode de type I [19]. La direction de polarisation rectiligne du faisceau visible et l'orientation de l'axe optique du cristal sont choisies de façon à ce que l'onde lumineuse ultraviolette soit polarisée rectilignement selon une direction verticale. Ce cristal joue le rôle d'un filtre sélectif en fréquences temporelles et spatiales. Le faisceau ultraviolet est séparé du faisceau pompe visible à l'aide d'un prisme en silice P_1.

Après passage dans un télescope afocal à lentilles sphériques de grandissement x4, le faisceau ultraviolet est traité par une opération de filtrage spatial afin que sa structure spatiale soit la plus proche possible d'une structure d'onde plane dans une direction horizontale perpendiculaire à l'axe optique du montage. Le filtrage spatial est réalisé à l'aide d'une fente rectiligne F_1 verticale, à ouverture variable, placée dans le plan focal de deux lentilles cylindriques en silice disposées de façon à former un télescope afocal. Les génératrices des deux lentilles cylindriques sont verticales. Suivant le choix des distances focales de ces deux lentilles, le grandissement du télescope peut être choisi entre 3 et 15. La stabilité angulaire du faisceau ultraviolet dans un plan horizontal se trouve donc améliorée par le passage du faisceau dans les deux télescopes.

Un prisme isocèle P_2 en silice, à angle droit suivant l'arête C joue le rôle d'un interféromètre à séparation de front d'onde sur la face CB. Les longueurs AC et CB sont égales à 50mm. Le prisme constitue donc un interféromètre massif particulièrement stable. L'interfrange Λ est choisie en fixant la valeur de l'angle d'incidence i_o du faisceau sur la face AB du prisme. A cet effet, le prisme est

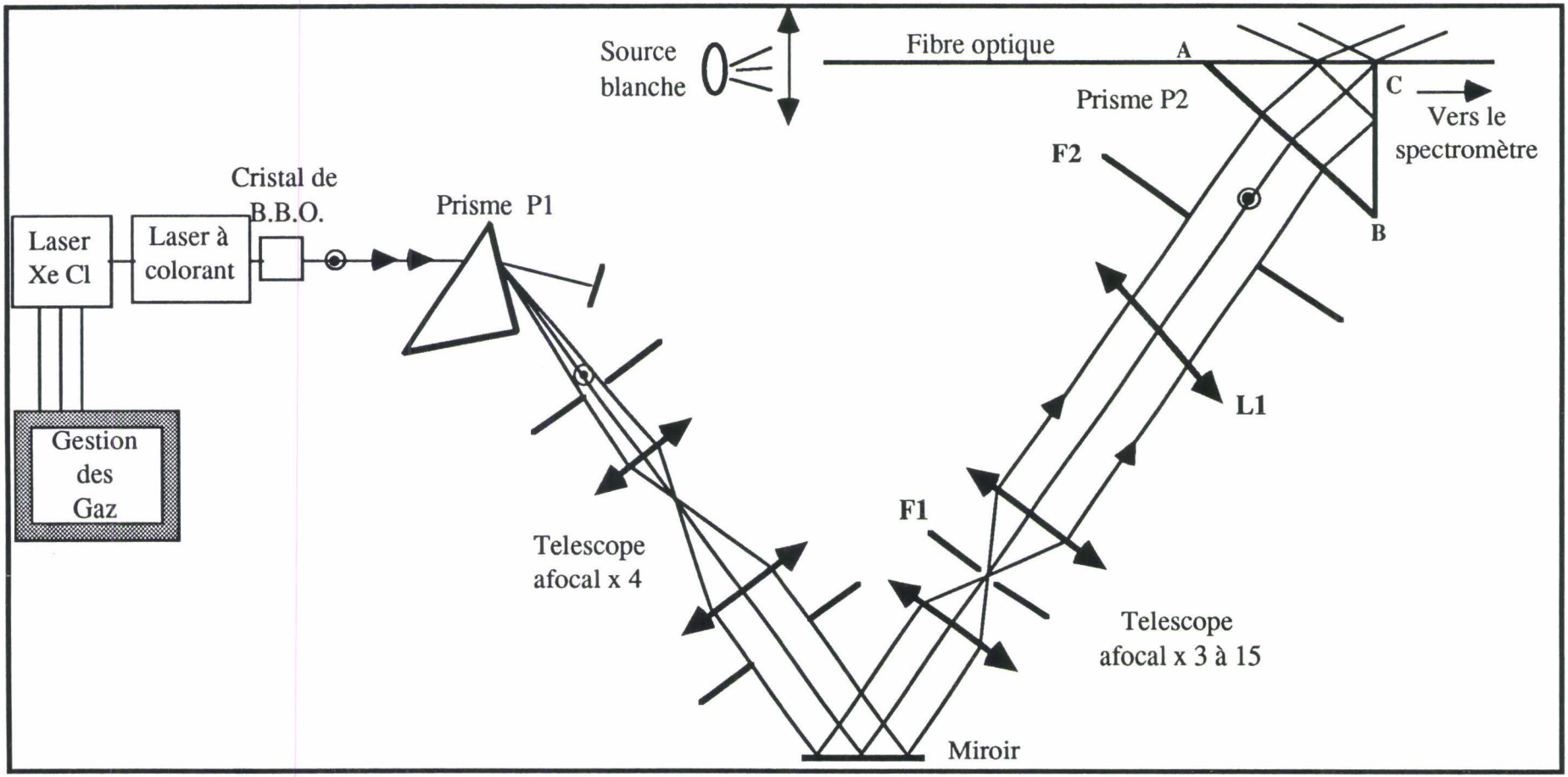


Figure II-1: Montage expérimental utilisé pour inscrire des réseaux de Bragg

disposé sur une platine de rotation dont la position angulaire, fixe au cours d'une expérience, est pilotée au moyen d'un micro-ordinateur [20].

Une fente rectiligne F_2 à ouverture variable, placée en sortie du télescope, permet de limiter la largeur l du faisceau incident et donc la largeur L du champ de franges.

La fibre est mise en position au contact de la face AC du prisme, perpendiculairement à l'arête C dont l'orientation est verticale.

Une lentille L_1 dont la direction de génératrice est horizontale, permet de focaliser le faisceau ultraviolet incident sur la fibre et donc d'augmenter la fluence des impulsions laser. La lentille L_1 est inclinée par rapport à une perpendiculaire à l'axe optique du montage de façon à ce que la mise au point du spot de focalisation du faisceau ultraviolet soit nette sur la longueur L de fibre. La largeur L du champ de franges sur la fibre est reliée à l par la relation (15a) [17].

$$\frac{L}{l} = \frac{\cos\left\{\arcsin\left[\frac{\sin(i_o)}{n(\lambda_p)}\right]\right\}}{2\cos(i_o)\cos\left\{\frac{\pi}{4} - \arcsin\left(\frac{\sin(i_o)}{n(\lambda p)}\right)\right\}} \qquad (15a)$$

ou i_o et λ_p représentent respectivement l'angle d'incidence du faisceau sur le prisme et sa longueur d'onde.

La position du centre de la lentille L_1 par rapport à l'arête C du prisme dépend de l'angle i_o donc de la valeur de la longueur d'onde de Bragg λ_B du réseau que l'on cherche à inscrire. L'angle i_o est relié à la longueur d'onde de Bragg λ_B par la relation (15b) [18].

$$\lambda_B = \frac{n_{eff}(\lambda_B)}{n(\lambda_p)} \frac{\lambda_p}{\sin\left(\frac{\pi}{4} - r\right)} \qquad (15b)$$

où r représente l'angle de réfraction défini par la relation de Fresnel :

$$\sin i_o = n(\lambda_p) \sin r \qquad (15c)$$

Lorsque la position et l'orientation de la lentille L_1 (de focale 300 mm) sont correctement réglées, la hauteur du faisceau incident sur la fibre (et donc du système de franges) est égale à environ 15µm. Cette valeur est mesurée sur un

papier photosensible préalablement disposé à la place de la fibre et exposé à une impulsion laser. Les dimensions de la trace du spot sont mesurées au moyen d'un microscope. Le résultat de cette mesure se trouve confirmé par différentes observations directes de réseaux photoinscrits dans des lames découpées dans des préformes (microscopie de force atomique ou microscopie classique en lumière polarisée ou en lumière naturelle). La hauteur des traits du réseau est égale à 15 µm environ.

II - 3 - Description des montages permettant de déterminer la réflectivité spectrale des réseaux de Bragg.

Nous avons montré dans le paragraphe II-1 que les enregistrements simultanés des réflectivités spectrales $R_1(\lambda)$ et $R_2(\lambda)$ d'un réseau de Bragg dans les ordres 1 et 2 permettent d'estimer une valeur approchée de $\Delta n'_1$ et de $\Delta n'_2$. Lorsque les enregistrements sont effectués à intervalle de temps régulier, on dispose d'un ensemble discret de valeurs de $R_1(\lambda)$ et $R_2(\lambda)$ permettant de calculer l'évolution de $\Delta n'_1$ et de $\Delta n'_2$ en fonction du nombre de tirs incidents sur la fibre. Deux procédés ont été utilisés pour déterminer $R(\lambda)$. La première méthode consiste à mesurer $R(\lambda)$ directement. Le schéma du montage utilisé est représenté sur la figure II-2.

Le flux lumineux issu d'une source à spectre large (de type super-luminescente par exemple) est injecté dans la fibre correspondant au port 1 d'un coupleur 50/50. Le réseau est inscrit sur une fibre connectée au port 3. L'extrémité de la fibre port 4 est placée dans un liquide d'indice. Le flux lumineux réfléchi dans la fibre port 2 est dispersé au moyen d'un spectromètre à haute résolution (R_0 = 240000), puis détecté par un ensemble composé d'un détecteur et d'un amplificateur à détection synchrone. Notre choix porte sur un détecteur au germanium refroidi par de l'azote liquide lorsque le spectre est enregistré dans la gamme spectrale 1,7µm - 0,8µm. Il s'agit d'un photomultiplicateur dans la gamme spectrale 0,8µm - 0,6µm où d'un détecteur InAs refroidi par de l'azote liquide dans la gamme spectrale 2,1µm - 1,7µm*.

La méthode de mesure de $R(\lambda)$ s'avère très sensible : il s'agit d'une méthode de détection sur "fond noir". Cependant cette méthode d'analyse présente quelques inconvénients. Sa mise en oeuvre nécessite l'emploi de

---

* Dans cette gamme spectrale, la source lumineuse doit être nécessairement une source super luminescente. Une source de type lampe à incandescence ne permet pas d'obtenir un niveau de signal suffisant lorsque l'inscription du réseau est réalisée dans une fibre monomode

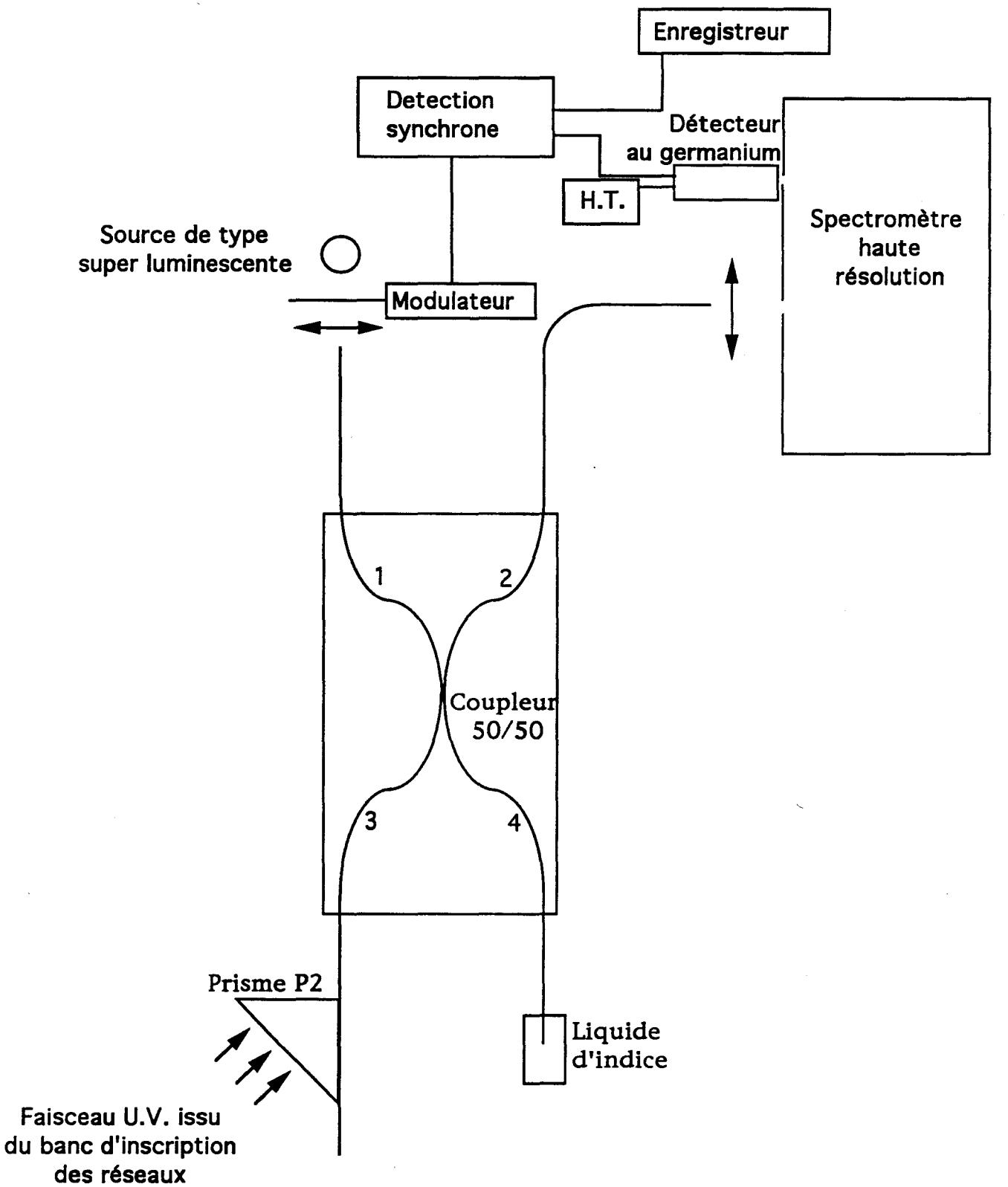


Figure II-2: Banc de caractérisation du profil spectral des réseaux de Bragg en réflexion

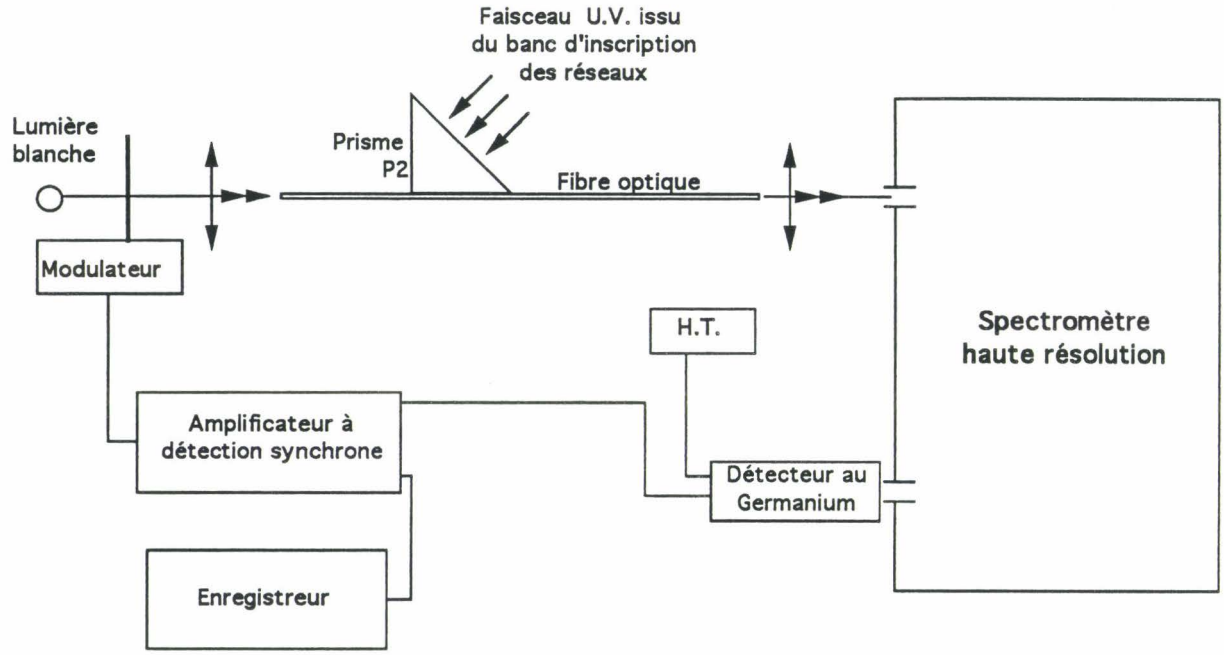


Figure II-3: Banc d'enregistrement du profil spectral
des réseaux de Bragg en transmission

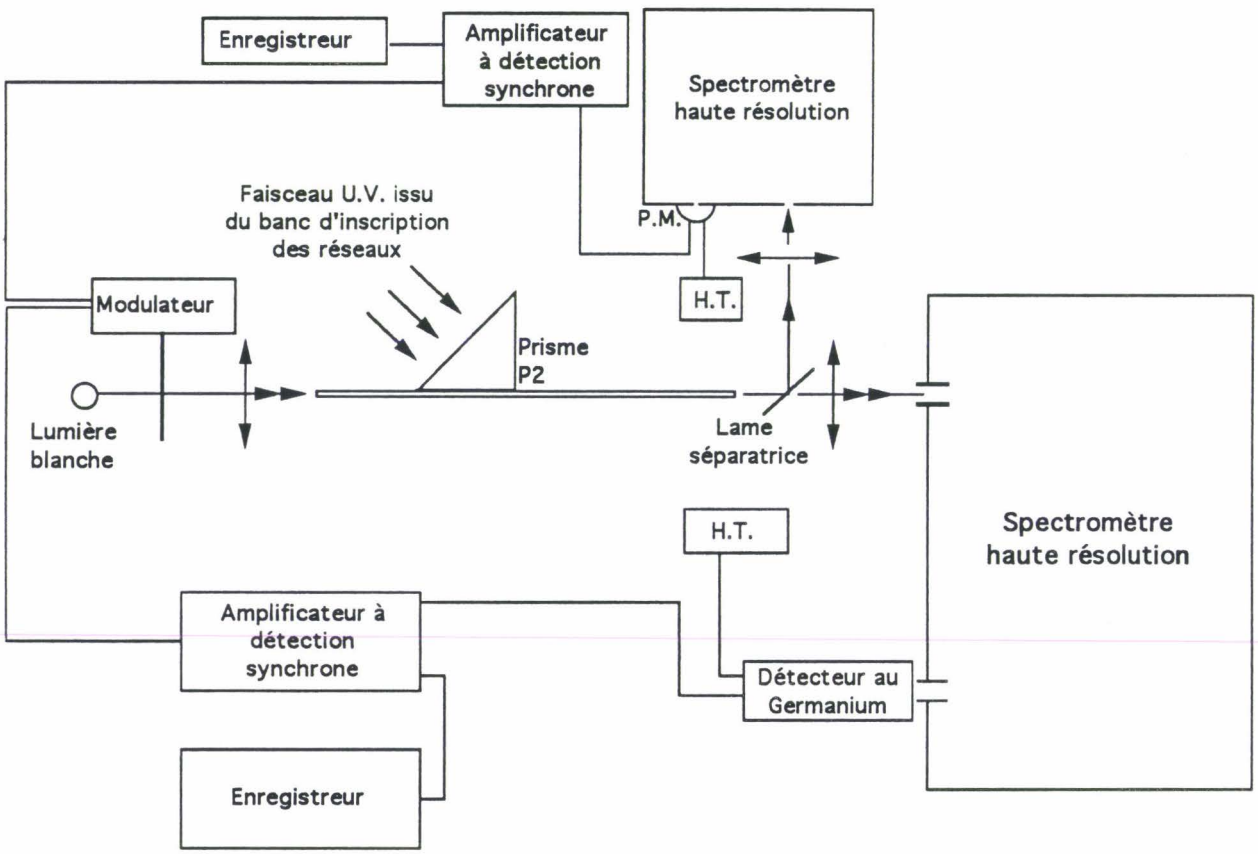


Figure II-4: Dispositif permettant l'enregistrement du profil spectral
des réseaux dans le premier et dans le deuxième ordre de diffraction

connecteurs ou un assemblage des fibres par fusion. Par ailleurs, les caractéristiques du coupleur ne sont garanties que dans une gamme spectrale étroite, si bien qu'il n'est pas possible d'utiliser simplement ce montage pour enregistrer $R(\lambda)$ autour de λ_{B1} et λ_{B2}.

La réflectivité $R(\lambda)$ n'est déterminée en fonction du temps d'irradiation qu'à un facteur d'échelle près. Il est donc nécessaire de mesurer de façon absolue une valeur de $R(\lambda)$ afin d'être en mesure de normaliser l'ensemble des enregistrements. A cet effet, il faut disposer d'un "miroir" de référence de réflectivité étalonnée.

Devant ces difficultés, nous utilisons plus couramment une deuxième méthode de mesure qui fait appel à l'enregistrement de la transmission spectrale $T(\lambda)$ de la fibre autour de λ_B. La réflectivité $R(\lambda)$ se déduit des mesures de $T(\lambda)$ à l'aide de la relation (13). Le montage correspondant est représenté sur la figure II-3.

Un montage plus élaboré dont le schéma est représenté sur la figure II-4 est utilisé lors des enregistrements simultanés de la transmission spectrale du réseau dans le premier et deuxième ordre de diffraction. Le flux lumineux issu d'une lampe blanche (filament de tungstène chauffé) est modulé à l'aide d'un modulateur mécanique. Il est injecté dans la fibre dans laquelle un réseau est en cours d'inscription (ou se trouve inscrit). En sortie de fibre, une lame séparatrice réfléchit les radiations dont les longueurs d'onde situées dans le domaine visible correspondent à l'ordre 2 du réseau. La lame séparatrice transmet les radiations infrarouges de l'ordre 1 du réseau. Les spectres visibles et infrarouges sont analysés séparément au moyen de deux spectromètres. Les pouvoirs de résolution $\lambda/\Delta\lambda$ résolu de ces spectromètres dépendent en pratique du niveau de signal optique issu de la fibre et donc des caractéristiques de cette dernière. En général :

$$\frac{\lambda}{\Delta\lambda_{résolu}} \geq 5 \times 10^4.$$

La transmission spectrale du réseau est enregistrée en forme vraie sans qu'il soit nécessaire d'effectuer une opération de déconvolution de la fonction d'appareil du spectromètre à la condition que l'inégalité (16a) soit vérifiée.

$$\frac{\Delta\lambda}{\lambda} = \frac{\lambda}{\pi n_1 L}\left\{\pi^2 + \left(\frac{\pi \Delta n' L \eta(V)}{\lambda}\right)^2\right\}^{1/2} >> 2.10^{-5} \qquad (16a)$$

Dans (16a), $\Delta\lambda$ représente la largeur de la courbe de la transmission spectrale $T(\lambda)$, définie comme différence entre les deux valeurs de λ situées de part et d'autre de λ_B, pour lesquelles $T(\lambda) = 1$. Ces valeurs de λ sont respectivement désignées par λ' et λ''.

$$\Delta\lambda = \lambda'' - \lambda' \qquad (16b)$$

Lorsque les conditions d'inscription sont telles que la réflectivité des réseaux n'est pas saturée ($R<<1$) l'inégalité (16a) s'écrit

$$\frac{\lambda}{n_1 L} >> 2 \times 10^{-5} \qquad (16c)$$

Comme le montre une application numérique simple, la relation (16c) est vérifiée à la condition de limiter la longueur L à quelques millimètres.

Dans la plupart de nos expériences portant sur des inscriptions de longue durée, nous limitons L à cet ordre de grandeur. En effet, lorsque cette condition est remplie, l'homogénéité du faisceau est satisfaisante sur la dimension transverse du champ, l'ordre maximum des franges d'interférences reste inférieur à 5 000 environ.

Nous pouvons alors supposer que les hypothèses formulées dans le paragraphe II-2 ne sont pas trop éloignées de la réalité expérimentale (modulation d'indice parfaitement périodique le long du champ d'interférences).

II - 4 - Caractéristiques des fibres optiques utilisées dans l'étude

Les 6 fibres retenues dans l'étude ont été fabriquées au CNET par J.F. Bayon. Leurs caractéristiques optogéométriques sont rassemblées dans le tableau II-2.

Comme il apparaît dans ce tableau, les fibres A, B et E sont codopées avec du germanium, de l'aluminium et des ions de terres rares. (des ions Pr^{3+} dans la fibre A, Nd^{3+} dans la fibre B et Er^{3+} dans la fibre E). La gaine de chaque fibre est codopée par du fluor et du phosphore à l'exception de la fibre D dont la gaine contient du bore et du phosphore.

Référence CNET de la fibre	référence adoptée dans le mémoire	paramètres opto-géométriques	dopants du coeur	dopants de la gaine optique
FPGA469 Pr II	A	$\phi ext = 110\ \mu m$ $\phi coeur = 1,8\ \mu m$ $\lambda_c = 0,68\ \mu m$	17,5% GeO_2 molaire Pr^{3+} 500 ppm mass. Al 0,5% molaire $\Delta n = 26,5.10^{-3}$	F, P
FPGA 473 Nd	B	$\phi ext = 125\ \mu m$ $\phi coeur = 1,8\ \mu m$ $\lambda_c = 0,74\ \mu m$	19% GeO_2 molaire Nd^{3+} Al_2O_3 $\Delta n = 2,9.10^{-2}$	F, P
FPG2034	C	$\phi ext = 125\ \mu m$ $\phi coeur = 2,2\ \mu m$ $\lambda_c = 1,15\ \mu m$	28% GeO_2 molaire $\Delta n = 3,9.10^{-2}$	F, P
BPG 285	D	$\phi ext = 125\ \mu m$ $\phi coeur = 5 \mu m$ $\lambda_c = 1,15\ \mu m$	11,5% GeO_2 molaire $\Delta n = 1,33.10^{-2}$	B, P
FPGA489 Er	E	$\phi_{ext} = 125\ \mu m$ $\phi_{coeur} = 2,7 \mu m$ $\lambda_c = 0,96 \mu m$	16,5% GeO_2 molaire Er^{3+} 50ppm mass. $\Delta n = 2,9.10^{-2}$ Al 1,8% molaire	F, P

Tableau II - 2: Caractéristiques optogéométriques des fibres. Nature et concentration des dopants utilisés.

III - Étude de la dynamique d'inscription d'un réseau de Bragg.

La variation de l'indice de réfraction $\Delta n'$ induite dans le coeur d'une fibre lors de son irradiation est exprimée par l'équation (4). Dans ce chapitre, nous nous proposons d'étudier expérimentalement les lois dynamiques d'évolution des amplitudes des différents termes de Fourier lorsque le temps d'irradiation est important. Nous présentons ensuite un modèle phénoménologique permettant

de décrire ces évolutions. Les résultats présentés ici ont fait l'objet de quatre publications [3] [21] [22] [23].

III - 1 - Mise en évidence d'une variation d'indice moyen.

III - 1 - 1 - Objectif de l'étude

L'expérience consiste à mesurer la longueur d'onde de Bragg d'un réseau au cours de son inscription dans une fibre optique monomode. La variation $\Delta n'_0$ de l'indice effectif moyen du coeur de la fibre est estimée à partir de la relation (10) [3] [21].

III - 1 - 2 - Méthodologie

Une mesure précise de la variation de la longueur de Bragg au cours de l'inscription du réseau nécessite de disposer d'une référence absolue de longueur d'onde. Nous avons choisi deux types de références.

Pour le premier type, deux réseaux G_1 et G'_1 sont inscrits successivement à deux longueurs d'onde proches l'une de l'autre λ_{B1} et λ'_{B1} [9]. Les portions de fibre sur lesquelles les réseaux sont inscrits sont spatialement séparées par une distance variant de plusieurs centimètres à plusieurs mètres. La longueur d'onde de résonance λ_{B1} du premier réseau sert de référence pour une mesure de la translation de la longueur d'onde de Bragg λ'_{B1} du deuxième réseau en cours d'inscription. Les conditions d'inscription de G_1 sont choisies pour que son profil spectral soit fin ($\Delta\lambda < 0{,}2$ nm).

Afin d'éviter des variations incontrôlées de la longueur d'onde λ_{B1}, le premier réseau est maintenu sans contrainte à température ambiante ($\theta = 21°C \pm 2°C$). La reproductibilité des mesures est de l'ordre de $\pm 3.10^{-2}$ nm ce qui induit une incertitude sur la mesure de la variation d'indice de l'ordre de 2.10^{-5}.

Cependant, lors de l'inscription d'un réseau, chaque impulsion ultraviolette incidente sur la fibre est suivie temporellement par l'émission d'une fluorescence. Le spectre de ce signal de fluorescence se compose d'au moins deux bandes centrées à $\lambda = 290$ nm et $\lambda = 400$ nm [24][25]. Les signaux de fluorescence se propagent dans la fibre et irradient le réseau de référence G_1 au cours de l'inscription du réseau G'_1. Il était donc important de vérifier que l'intensité des signaux de fluorescence est suffisamment faible pour que l'on puisse considérer

que la variation d'indice moyen de la fibre à l'emplacement de G_1 est négligeable au cours de l'inscription de G'_1.

Cette vérification a été effectuée en choisissant un deuxième type de référence spectrale : il s'agit d'une raie atomique (ou moléculaire ; raie d'absorption ou d'émission). Nous avons alors constaté que λ_{B1} reste fixe et que les variations de λ'_{B1} mesurées à partir de la référence atomique peuvent être confondues, à notre précision de mesure près, avec les mesures effectuées en référence à la longueur d'onde de Bragg de G_1.

III - 1 - 3 - Résultats

Des évolutions caractéristiques de la longueur d'onde de Bragg observées lors de l'inscription de réseaux dans les fibres A, C, D et E (respectivement FPGA469PrII, FPG2034, BPG285 et FPGA489Er) sont commentées dans les paragraphes qui suivent.

III - 1 - 3 - a - Variation de la longueur d'onde de Bragg observée lors de l'inscription de réseaux dans la fibre C (FPG2034) [21].

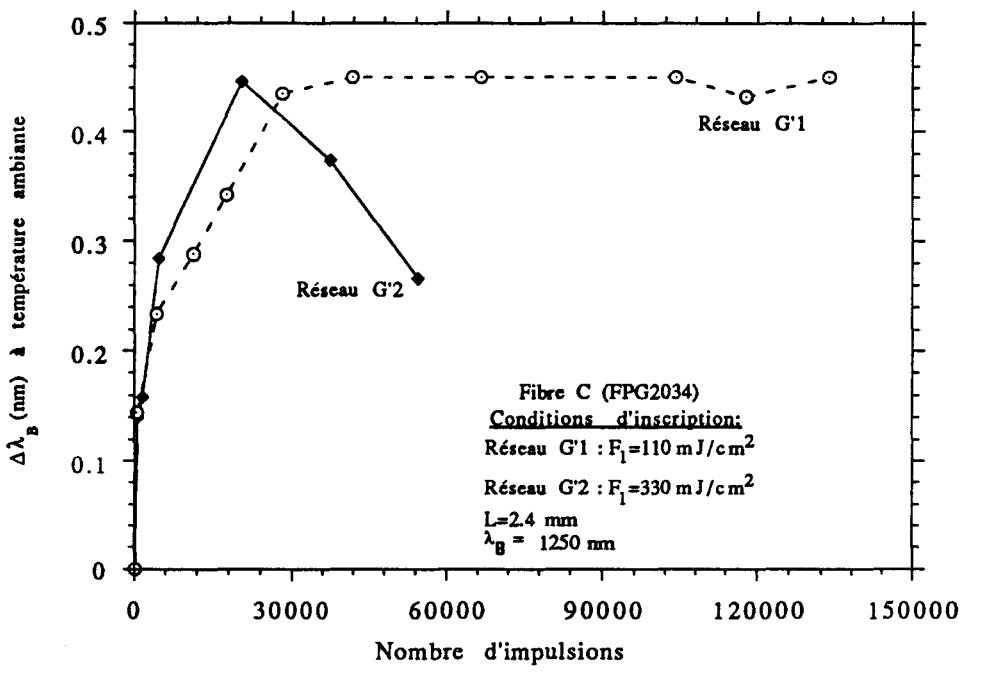


Figure II-5 : Evolution de la longueur d'onde de Bragg de réseaux pendant leur inscription dans la fibre C

La figure II-5 représente l'évolution de la longueur d'onde de Bragg $\Delta\lambda_B$ en fonction du nombre N d'impulsions incidents sur la fibre ($\Delta\lambda_B$ est définie par la relation (9b) : $\Delta\lambda_B \approx \lambda_B(N) - \lambda_B(N_o)$).

Deux réseaux G'_1 et G'_2 sont inscrits dans la fibre C. Le pas des deux réseaux est choisi afin que la longueur d'onde de Bragg soit d'environ 1250 nm.

Le réseau G'_1 est inscrit à l'aide d'un faisceau dont la fluence est de 110 mJ/cm^2. Au début de l'inscription, $\Delta\lambda_B$ croit rapidement et sature vers 30000 tirs. Compte tenu des incertitudes de mesure, $\Delta\lambda_B$ reste égale à 0,45 nm jusqu'à 130000 tirs.

Le réseau G'_2 est inscrit avec les mêmes conditions expérimentales que le réseau G'_1 à la différence suivante : la fluence est dans cette expérience trois fois plus élevée (Fl = 330 mJ/cm^2). Au bout de 20000 impulsions, la longueur d'onde de Bragg a augmenté de 0,45 nm. Elle diminue ensuite pour atteindre la valeur de 0,25 nm à 55000 tirs.

III- 1 - 3 - b - Variation de la longueur d'onde de Bragg observée lors de l'inscription de réseaux dans la fibre E (FPGA489Er) [21]

Des dynamiques d'évolution similaires à celles observées dans la fibre C sont enregistrées pour deux réseaux inscrits dans la fibre E. La fluence utilisée pour inscrire le premier réseau est d'environ 210 mJ/cm^2 tandis que celle retenue pour l'écriture du deuxième réseau est quatre fois plus grande. Les longueurs d'onde de Bragg des deux réseaux sont égales à environ 1250 nm.

La translation de la longueur d'onde de résonance du premier réseau croit jusqu'à 15000 impulsions. $\Delta\lambda_B$ atteint une valeur maximale égale à 0,68 nm après 80000 tirs.

La translation de la longueur d'onde de Bragg du deuxième réseau, inscrit par le faisceau de fluence égale à 840 mJ/cm^2, atteint une valeur de 0,7 nm au bout de 40000 tirs (translation vers le rouge) puis décroît jusqu'à une valeur de 0,5 nm (translation vers le bleu).

III - 1 - 3 - c - Variation de la longueur d'onde de Bragg observée lors de l'inscription de réseaux dans les fibres A (FPGA469PrII) et D (BPG285).

Un réseau, dont la longueur d'onde est accordée vers 1397 nm, est inscrit dans la fibre A. Dans cette expérience, l'inscription a été poursuivie jusqu'à

8.10^5 tirs. De ce fait, nous n'avons pas été en mesure de maintenir constante la fluence par impulsion pendant toute la durée de l'irradiation. Elle décroît de 350 mJ/cm^2 à 200 mJ/cm^2 au cours de l'irradiation. La variation de la longueur d'onde de Bragg atteint une valeur maximale à 46000 impulsions ($\Delta\lambda_B$ = 0,4 nm) puis diminue progressivement pour atteindre 0,07 nm au bout de 800000 impulsions [20].

L'évolution de la longueur d'onde de résonance d'un réseau accordé vers 1335 nm est enregistrée au cours de son inscription dans la fibre D (Fl = 250 mJ/cm^2). La longueur d'onde de Bragg augmente de façon monotone jusqu'à ce que $\Delta\lambda_B$ atteigne 2 nm vers 150000 impulsions. Elle reste ensuite stationnaire jusqu'à la fin de l'inscription (510000 impulsions).

III - 1 - 4 - Discussion

Si l'on admet que le profil d'indice du réseau est parfaitement périodique le long de l'axe de la fibre et que le pas de ce réseau reste constant au cours du temps, la variation de la longueur d'onde de Bragg provient d'un changement de l'indice effectif du coeur de la fibre moyenné sur toute la région irradiée. Le calcul de $\Delta n'_0$ est réalisé à partir de la relation (10). Les valeurs de $\Delta n'_0$ sont présentées dans le tableau II-3.

On se place dans l'hypothèse où l'irradiation de la fibre se traduit par une augmentation de l'indice du milieu. D'autres mécanismes pourraient être invoqués pour expliquer les sens de variation de la longueur d'onde de Bragg du réseau. On peut ainsi, par exemple, supposer que la période de la modulation, son amplitude et son contraste évoluent le long de l'axe de la fibre (réseau présentant un "chirp" et un "tapering"). Si nous admettons que la variation d'indice se sature à mesure que les temps d'irradiation s'écoulent, il est possible d'imaginer que différentes régions du réseau contribuent de façon principale, selon le temps, à la formation du spectre. Si la région de la fibre où le pas est petit se sature la première, on conçoit que l'irradiation prolongée révèle des zones de fibre de plus grand pas. La longueur d'onde de Bragg se translate alors vers le rouge. Dans le cas contraire, c'est à dire si la région de la fibre où le pas est grand se sature la première, l'irradiation prolongée révèle des régions de pas plus petits. Le sens de déplacement de la longueur d'onde de Bragg dépend du sens de la variation du produit $\Delta n'_0 . \Lambda$. Il peut donc être positif ou négatif.

Nous pensons cependant que la translation de la longueur d'onde de Bragg provient **principalement** d'une variation de l'indice moyen du coeur de la fibre. En effet, les mesures de déplacement de λ_B se révèlent très peu dépendantes de la

Type de fibre	Conditions d'inscriptions	. Valeur maximale de la variation de la longueur d'onde de Bragg $\Delta\lambda_B$. Indice effectif moyen maximum	Remarques
A (FPGA469 PrII)	$200 < Fl < 350 mJ/cm^2$ λ_B = 1397 nm 800000 impulsions L = 1,7 mm	$\Delta\lambda_{Bmax}$ = 0,4 nm $\Delta n'_o = 4,2.10^{-4}$	La longueur d'onde de Bragg atteint λ_{max} après 46000 impulsions puis diminue progressivement. ($\Delta\lambda_B$= 0,07nm à 800000 impulsions).
C (FPG2034)	$Fl = 110 mJ/cm^2$ λ_B = 1 250 nm 130000 impulsions L = 2,4 mm	$\Delta\lambda_{Bmax}$ = 0,45 nm $\Delta n'_o = 5,2.10^{-4}$	La longueur d'onde de Bragg reste fixe lorsque $\Delta\lambda_B = \Delta\lambda_{Bmax}$ (N=29000tirs, Fc=3,12kJ/cm2)
	$Fl = 330 mJ/cm^2$ λ_B = 1 250 nm 55000 impulsions L = 2,4 mm	$\Delta\lambda_{Bmax}$ = 0,45 nm $\Delta n'_o = 5,2.10^{-4}$	Après 20000 impulsions (Fc=6,6kJ/cm2), la longueur d'onde de Bragg a atteint sa valeur maximale et décroît progressivement ($\Delta\lambda_B$= 0,25 nm à 55000 tirs).
D (BPG285)	$Fl = 250 mJ/cm^2$ λ_B = 1 337 mm 510000 impulsions L = 2,4 mm	$\Delta\lambda_{Bmax}$ = 2 nm $\Delta n'_o = 2,18.10^{-3}$	Croissance monotone de la longueur d'onde de Bragg jusqu'à 150000 impulsions environ (Fc=37,5kJ/cm2). $\Delta\lambda_{Bmax}$ reste ensuite fixée jusqu'à la fin de l'irradiation
E (FPGA489 Er)	$Fl = 210 mJ/cm^2$ λ_B = 1 250 nm 200000 impulsions L = 2,4 nm	$\Delta\lambda_{Bmax}$ = 0,68 nm $\Delta n'_o = 7,8.10^{-4}$	La longueur d'onde de Bragg reste fixe lorsque $\Delta\lambda_B = \Delta\lambda_{Bmax}$ (N > 80000 impulsions, Fc>16,8kJ/cm2)
	$Fl = 840 mJ/cm^2$ λ_B =1250 nm > 40000 tirs L = 2,4 mm	$\Delta\lambda_{Bmax}$ = 0,7 nm $\Delta n'_o = 8.10^{-4}$	La longueur d'onde de Bragg décroît après avoir atteint λ_{Bmax}. (N > 40000 impulsions, Fc>33,6kJ/cm2)

Tableau II - 3 : Présentation des variations typiques de la longueur d'onde de résonanc de réseaux lors de leur fabrication. Mesure de l'indice effectif moyen.

longueur du réseau. Par exemple, le fait de diviser par deux la longueur du réseau, sans changer les autres conditions expérimentales, ne modifie ni l'ordre de grandeur ni le sens de la translation. La dynamique et les ordres de grandeur de la translation sont reproductibles lorsque les expériences sont recommencées après un nouveau réglage du banc d'inscription. La translation de la longueur d'onde de Bragg s'avère, dans la plupart des expériences, significativement supérieure à la largeur spectrale du spectre du réseau. Enfin, le changement de sens de la translation de la longueur d'onde de Bragg accompagne un phénomène d'effacement total ou partiel du spectre du réseau. Le déplacement s'effectue toujours vers le rouge lors d'une première irradiation de la fibre par un système de frange pour laquelle le spectre du réseau se construit puis s'efface. Lors de la reconstruction d'un nouveau spectre lorsque l'irradiation est prolongée, la longueur d'onde de Bragg n'évolue plus ou se translate vers le bleu. Il est difficile d'imaginer que dans toutes nos expériences la saturation se produit d'abord là où le pas du réseau est grand. Nous supposerons donc par la suite que le pas du réseau est constant et que la translation de la longueur d'onde de Bragg provient uniquement de la variation de $\Delta n'_0$ avec le nombre d'impulsions incidentes sur la fibre.

Nous remarquons que les dynamiques d'évolution de la longueur d'onde de Bragg de réseaux inscrits dans les fibres C et E (FPG2034 et FPGA489Er) diffèrent suivant la fluence utilisée. Pour de faibles fluences, la longueur d'onde de Bragg augmente puis se maintient à un niveau de saturation lorsque le nombre d'impulsions augmente. Une croissance suivie d'une diminution de λ_B est enregistrée pour les fortes fluences. Cette dernière évolution s'interprète en supposant que la variation d'indice moyen induite dans le coeur de la fibre diminue au cours de l'irradiation.

La variation de l'indice effectif moyen du coeur de la fibre D est environ dix fois plus élevée que les $\Delta n'_0$ calculées dans les autres fibres. Nous pouvons considérer que la valeur maximale de $\Delta n'_0$ caractérise la photosensibilité de la fibre étudiée. *La fibre D peut donc être considérée comme très photosensible.* La valeur maximale de la variation d'indice est atteinte après un nombre d'impulsions et une fluence cumulée beaucoup plus importants que dans le cas des autres fibres.

III - 2 - Mise en évidence d'une efficacité de diffraction dans le second ordre [20] [21]

III - 2 - 1 - Objectif de l'étude

La représentation de la variation d'indice par l'équation (4) nous amène à considérer un terme de Fourier d'ordre 2 d'amplitude $\Delta n'_2$.

Physiquement, ce terme représente l'amplitude d'une variation sinusoïdale de l'indice qui est à l'origine d'un réseau accordé dans le second ordre de diffraction. Nous présentons ici les lois dynamiques de croissance typiques de réseaux de Bragg enregistrées dans le premier et dans le second ordre de diffraction au cours de leur inscription dans une fibre optique monomode. Nous en déduisons les termes de Fourier dans l'ordre 1 ($\Delta n'_1$) et dans l'ordre 2 ($\Delta n'_2$).

III - 2 - 2 - Méthodologie

Des réseaux sont inscrits dans les fibres A, B, C et D (respectivement FPGA469PrII, FPGA473Nd, FPG2034, BPG285). La périodicité Λ du champ d'interférences est choisie pour que la longueur d'onde de résonance dans le premier ordre $\lambda_{B1} = 2n_{eff}(\lambda_{B1})\ L$ soit supérieure à $2\lambda_c$ (où λ_c représente la longueur d'onde de coupure du mode LP_{11} et $n_{eff}(\lambda_{B1})$ l'indice effectif du mode LP_{01} à λ_{B1}). Le régime de propagation est donc monomode dans la fibre vers λ_{B1} et $\lambda_{B1}/2$.

Deux méthodes sont utilisées afin d'observer la diffraction dans le second ordre.

La première méthode consiste à enregistrer **simultanément** le spectre de transmission de la fibre autour de λ_{B1} et autour de $\lambda_{B2} \approx \lambda_{B1/2}$. Le montage est présenté sur la figure II-4. Il fait l'objet de nos commentaires présentés dans le paragraphe III-3.

Cette méthode permet de déduire simultanément $\Delta n'_1(N)$ et $\Delta n'_2(N)$ de l'enregistrement des spectres. Elle n'a été cependant utilisée qu'avec les réseaux inscrits dans la fibre A. En effet, dans ce type d'expérience, la longueur d'onde de Bragg λ_{B1} doit être inférieure à 1600 nm pour que l'on soit en mesure d'enregistrer la croissance du réseau dans les premier et deuxième ordres au moyen des deux systèmes de détection. Cette condition implique que λ_{B2} soit inférieure à 800 nm mais néanmoins supérieure à la longueur d'onde de coupure du mode LP_{11}. Les longueurs d'onde de coupure des fibres C et D s'avèrent trop importantes (λ_c = 870 nm et λ_c = 1150 nm respectivement) pour

que cette condition soit remplie. La longueur d'onde de coupure de la fibre B nécessite l'inscription de réseaux accordés dans des domaines spectraux en limite de sensibilité du détecteur et du photomultiplicateur (λ_c = 740 nm). La longueur d'onde de coupure du mode LP_{11} est par contre dans la fibre A égale à 680 nm. La fibre A est donc parfaitement adaptée à l'expérience.

Pour les fibres B, C, D, une autre méthode de mise en évidence d'un spectre correspondant au second ordre de diffraction a été employée. Un réseau dont la longueur d'onde de Bragg dans l'ordre un est accordée vers $\lambda_{B3} = 2\lambda'_{B2}$ est inscrit dans la fibre. λ_{B3} est choisie de sorte que $\lambda_{B3} > 2\lambda_c$. La chaîne de mesure ne permet pas de détecter le spectre d'ordre un. Le spectre de transmission du réseau est donc enregistré dans l'ordre deux autour de λ'_{B2}.

L'incertitude inhérente à la mesure de la transmission s'avère de l'ordre de $\Delta T = \pm 0{,}05$.

III - 2 - 3 - Résultats

III- 2 - 3 - a - Mise en évidence d'un spectre correspondant au second ordre de diffraction dans la fibre A (FPGA469PrII).

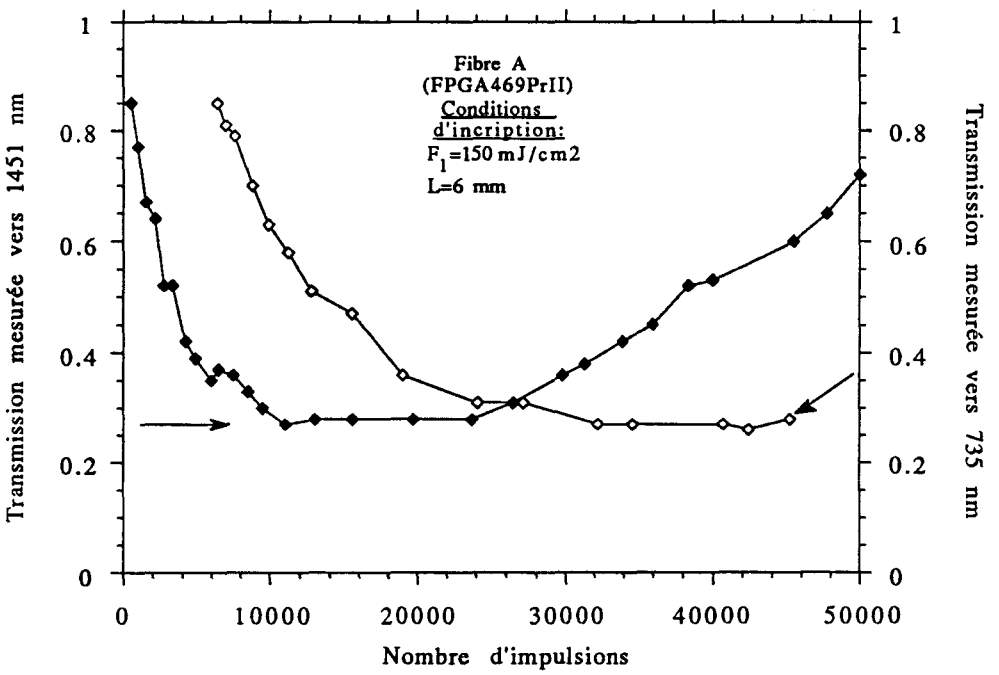


Figure II-6 : Evolution, à deux longueurs d'onde de Bragg, de la transmission d'un réseau lors de son inscription

Un réseau dont la longueur d'onde de résonance est accordée vers 1451 nm est inscrit dans le coeur de la fibre A avec une fluence de 150 mJ/cm^2 (figure II-6).

Après environ 10000 impulsions, la transmission du réseau mesurée vers 1451 nm (ordre 1) atteint un niveau de saturation et demeure stationnaire jusqu'à 24000 tirs. La transmission augmente au-delà de 24000 tirs.

Après 5000 tirs, une décroissance monotone de la transmission vers 735 nm (ordre 2) est enregistrée. Elle atteint un niveau de saturation après environ 30000 tirs.

La largeur à mi-hauteur du spectre de transmission du réseau (λ_B = 1451 nm) augmente lors de la formation du réseau jusqu'à une valeur de 0,49 nm. **La largeur à mi-hauteur décroît progressivement de 0,49 nm à 0,24 nm lorsque le nombre d'impulsions passe de 5000 à 24000.**

III - 2 - 3 - b - Mise en évidence d'un spectre correspondant au second ordre de diffraction dans la fibre B (FPGA473Nd).

La figure II-7 présente l'évolution de la transmission de deux réseaux inscrits successivement dans la fibre B avec un faisceau dont la fluence est égale à 300 mJ/cm^2.

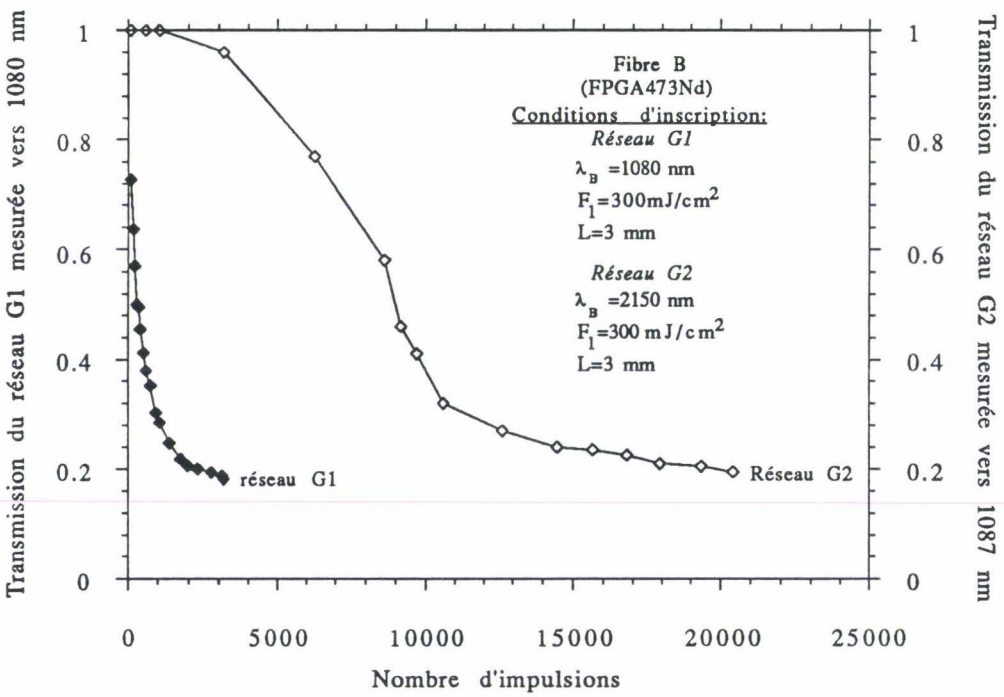


Figure II-7: Evolution des transmissions de deux réseaux au premier ordre (réseau G1) ou au deuxième ordre (réseau G2) lors de leur inscription

La longueur d'onde de résonance du premier réseau est accordée vers $\lambda_{B1} \approx 1080$ nm (ordre 1) tandis que le second réseau est inscrit avec une période Λ correspondant à une longueur d'onde de Bragg de $\lambda_{B3} = 2150$ nm.

L'inscription du second réseau est mise en évidence par l'observation d'une chute de la transmission vers 1087 nm (ordre 2) lorsque le nombre d'impulsions atteint 4000. Pour ce nombre de tirs la transmission du premier réseau est saturée.

III- 2 - 3 - c - Mise en évidence d'un spectre correspondant au second ordre de diffraction dans la fibre C (FPG2034).

Nous avons inscrit un réseau accordé vers $\lambda_{B3} = 2300$ nm dans la fibre C dont le cœur est dopé uniquement par de l'oxyde de germanium. La fluence du faisceau incident sur la fibre est égale à 330 mJ/cm^2. La transmission de la fibre à $\lambda'_{B2} \approx 1169$ nm diminue avec le nombre de tirs et atteint 0,8 après 13000 impulsions. La création d'un réseau est donc mise en évidence par l'intermédiaire d'une efficacité de diffraction dans l'ordre 2.

Un réseau de Bragg accordé vers 1192 nm est ensuite inscrit dans les mêmes conditions que le réseau précédent. Sa transmission atteint un niveau de saturation après 6500 impulsions (T = 0,18).

III - 2 - 3 - d - Mise en évidence d'un spectre correspondant au second ordre de diffraction dans la fibre D (BPG285) après un nombre de tirs élevé.

Un spectre d'ordre 2 dont la transmission est égale à 0,94 est observée à λ'_{B2} lorsqu'un réseau est inscrit en 50000 tirs dans la fibre D à $\lambda_{B3} \approx 2000$ nm (Fl = 260 mJ/cm^2, L = 18 mm). Il faut remarquer que ce spectre peu intense est mis en évidence dans l'ordre 2 après un grand nombre de tirs correspondant à une fluence cumulée de l'ordre de 13 kJ/ cm2.

La transmission d'un spectre d'ordre 1 inscrit vers 1335 nm dans le premier ordre atteint un niveau de saturation au bout de 20000 impulsions puis reste stationnaire jusqu'à 80000 tirs (Fl = 250 mJ/cm2). La transmission est alors inférieure au niveau du bruit (réseau de réflectivité maximale).

III - 2 - 4 - Discussion

Le coeur de la fibre C est dopé uniquement par de l'oxyde de germanium tandis que le coeur des fibres A et B est codopé par des ions aluminium et des ions de terre rare (Pr^{3+} et Nd^{3+} respectivement). **Un spectre correspondant au**

second ordre de diffraction a été mis en évidence dans chacune de ces fibres lorsque la transmission du réseau enregistrée dans le premier ordre atteint un niveau de saturation. *L'incorporation d'ions de terre rare ou d'aluminium dans le coeur de la fibre ne constitue pas une condition nécessaire à la formation d'un spectre de diffraction dans le 2ème ordre.*

Nous pouvons expérimentalement remarquer que les longueurs d'onde λ'_{B2} et λ_{B2} ne sont pas exactement égales à la moitié de λ_{B3} et λ_{B1} respectivement (relations (17)). Cette observation est liée au fait que l'indice effectif varie en fonction de la longueur d'onde.

$$\lambda'_{B2} = \frac{1}{2} \cdot \frac{n_{eff}(\lambda'_{B2})}{n_{eff}(\lambda_{B3})} \cdot \lambda_{B3} \qquad (17a)$$

et

$$\lambda_{B2} = \frac{1}{2} \cdot \frac{n_{eff}(\lambda_{B2})}{n_{eff}(\lambda_{B1})} \cdot \lambda_{B1} \qquad (17b)$$

Les termes de Fourier d'amplitude $\Delta n'_1$ et $\Delta n'_2$ rendent compte de la résonance du réseau dans l'ordre 1 et 2 respectivement (paragraphe du chapitre I). $\Delta n'_1$ et $\Delta n'_2$ peuvent être calculées à partir des relations (11a), (11b) et (13).

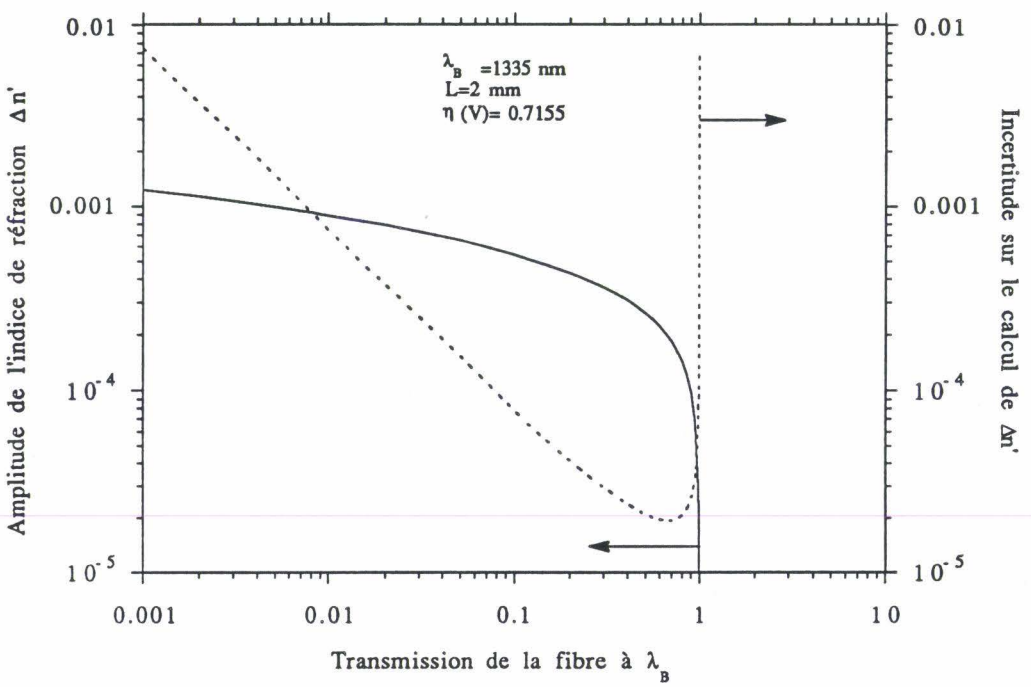


Figure II-8 : Calcul de l'amplitude de l'indice de réfraction et de son incertitude à partir des mesures de la transmission d'un réseau de Bragg à sa longueur d'onde de résonance

L'estimation des $\Delta n'$ à partir des relations (11a) et (11b) est entachée d'une incertitude résultant de l'incertitude de mesure de la transmittivité du réseau ($\Delta T = \pm 0.05$). L'évolution de l'amplitude de la modulation d'indice en fonction de la transmission spectrale T du réseau est présentée sur la figure II-8. Les valeurs numériques des paramètres nécessaires au calcul (λ_B, λ_C, et L) sont choisies identiques à celles retenues lors de l'inscription d'un réseau dans la fibre D. L'incertitude $\Delta(\Delta n')$ déduite de la relation (14) est également représentée sur cette figure en fonction de T. Nous remarquons que l'incertitude sur la mesure $\Delta n'$ est supérieure à $\Delta n'$ lorsque $T < 0.01$ (réseau de réflectivité très saturée) ou lorsque $T > 0.95$ (réseau de réflectivité très faible).

Les amplitudes maximales des variations d'indices sont présentées dans le tableau II-4.

Type de fibre	Fluence (mJ/cm^2)	Caractéristiques du réseau enregistré dans le premier ordre	Caractéristiques du réseau enregistré dans le second ordre	Remarques
A FPGA469PrII	150	16000 impulsions T = 0,3 λ_{B1} = 1 451 nm $\Delta n'_1 = 3{,}5.10^{-4} \pm 3.10^{-5}$	40000 impulsions T = 0,26 λ_{B2}=734 nm $\Delta n'_2 = 6.10^{-5} \pm 8.10^{-6}$	La transmission de la fibre est enregistrée simultanément autour de λ_{B1} et de λ_{B2}
B FPGA473Nd	300	3400 impulsions T = 0,2 λ_{B1} = 1080 nm $\Delta n'_1 = 2{,}7.10^{-4} \pm 3.10^{-5}$	20500 impulsions T = 0,2 λ_{B3}=2150 nm $\Delta n'_2 = 2{,}7.10^{-4} \pm 8.10^{-5}$	Inscription de deux réseaux de Bragg autour de λ_{B1} et de λ_{B3} respectivement
C FPG2034	300	6800 impulsions T = 0,18 λ_{B1} = 1192 nm $\Delta n'_1 = 2{,}5.10^{-4} \pm 3.10^{-5}$	13000 impulsions T = 0,8 λ_{B3}=2320 nm $\Delta n'_2 = 7{,}9.10^{-5} \pm 1.10^{-5}$	Inscription de deux réseaux de Bragg autour de λ_{B1} et de λ_{B3} respectivement
D BPG285	250	Calculs effectués à partir de la mesure de $\Delta\lambda_B$ (voir le tableau II - 3).	50000 impulsions λ_{B3}=2000 nm $\Delta n'_2 = 4{,}9.10^{-5} \pm 1.10^{-5}$	Inscription de deux réseaux de Bragg autour de λ_{B1} et de λ_{B3} respectivement

Tableau II - 4 : Présentation des caractéristiques spectrales de réseaux typiques mesurées dans les deux ordres de diffraction.

Dans la fibre B, les amplitudes de modulation d'indice, calculées à partir des spectres mesurés dans les deux ordres de diffraction, sont comparables. $\Delta n'_2$ est significativement inférieure à $\Delta n'_1$ dans les autres fibres.

III - 3 - Mise en évidence d'une évolution dynamique complexe de formation de spectres

III - 3 - 1 - Objectif de l'étude

Il apparaît sur la figure II-6 que l'évolution temporelle de la transmission d'un réseau lors de son inscription est complexe. Après 24000 tirs, le spectre de transmission du réseau enregistré dans le premier ordre s'efface.

Nous nous proposons de présenter l'évolution de la transmission spectrale de réseaux de Bragg lorsque le nombre d'impulsions nécessaire à leur inscription devient supérieur à celui pour lequel nous observons un phénomène de saturation de la réflectivité spectrale enregistrée dans le premier ordre.

III - 3 - 2 - Méthodologie

Les spectres de réseaux inscrits dans les fibres C et D (FPG2034 et BPG285) ont été observés dans le premier ordre de diffraction. L'évolution des caractéristiques spectrales du réseau inscrit dans la fibre A (FPGA469PrII) est enregistrée simultanément dans les deux ordres de diffraction.

Nous avons enregistré la transmission spectrale des fibres C et D à l'aide du montage présenté sur la figure II-3 du paragraphe II-3. La méthodologie utilisée pour mesurer l'évolution de la longueur d'onde de Bragg du réseau inscrit dans la fibre C est identique à celle présentée dans le paragraphe III-1-2.

La transmission du réseau inscrit dans la fibre A est enregistrée simultanément dans le premier et dans le second ordre de diffraction à l'aide du montage présenté sur la figure II-4 et discuté dans le paragraphe II-B-3.

III - 3 - 3 - Résultats

III - 3 - 3 - a - Évolution de la transmission spectrale de réseaux inscrits dans les fibres C et D (FPG2034 et BPG285). L'étude est effectuée dans le premier ordre de diffraction.

La figure II-9 présente l'évolution de la transmission à λ_{B1} d'un réseau inscrit dans la fibre D et accordé vers 1335 nm. (Fl = 250 mJ/cm^2). Après 10000 tirs, la transmission de la fibre est inférieure au niveau de bruit et reste stationnaire jusqu'à 90000 impulsions. Une augmentation monotone de la transmission est ensuite observée jusqu'à 240000 tirs. Celle-ci diminue à nouveau entre 240000 et 510000 tirs.

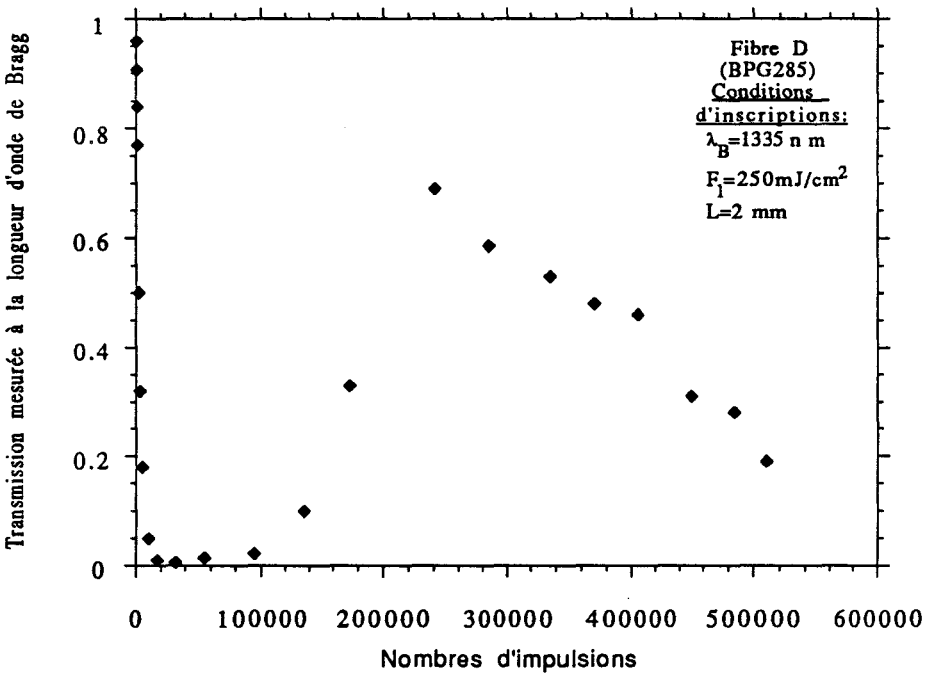


Figure II-9 :Evolution de la transmission d'un réseau lors de son inscription dans la fibre D

La figure II-10 montre les évolutions de la transmission de deux réseaux de Bragg au cours de leur inscription dans la fibre C.

Le réseau g_1 est inscrit avec une fluence égale à 140 mJ/cm^2 par impulsion et une fréquence des tirs de 50 Hz tandis que le réseau g_2 est créé avec une fluence importante (Fl = 220 mJ/cm^2) et une fréquence des tirs moins élevée (F = 10 Hz).

La transmission du réseau g_2 atteint un niveau de saturation au bout de 5000 impulsions. La saturation de la transmission de g_1 est atteinte après 7500 impulsions.

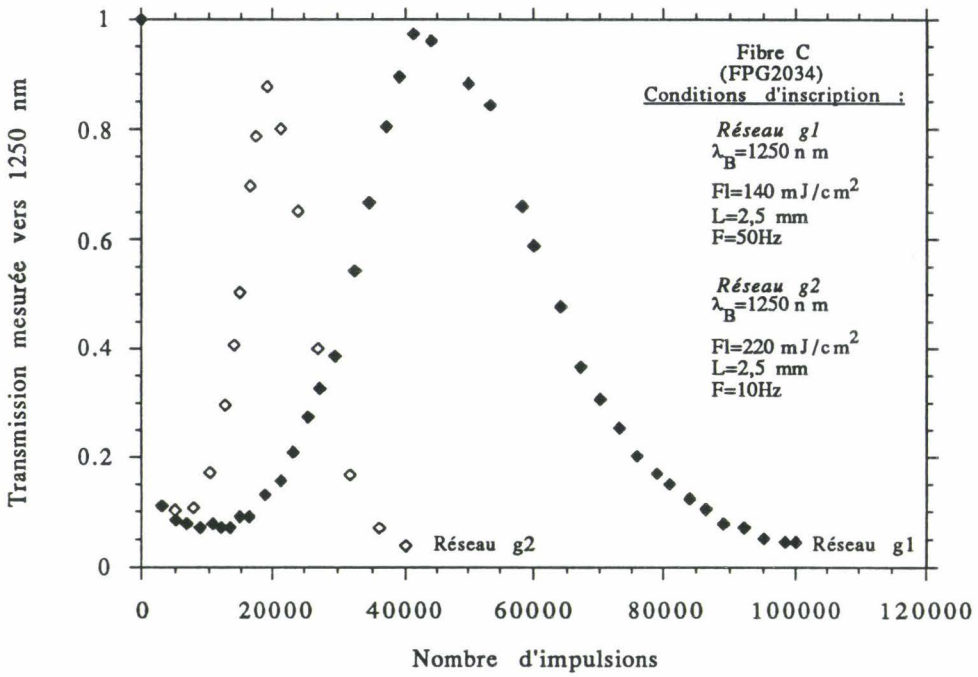


Figure II-10 : Evolution des transmissions de deux réseaux lors de leur inscription dans la fibre C

Nous remarquons que le niveau de saturation atteint par la transmission du réseau g_2 inscrit avec une fluence élevée est supérieur au niveau de saturation du réseau g_1 écrit avec une fluence plus faible (T_{max} = 0,14 à 220 mJ/cm^2 ; T_{max} = 0,07 à 140 mJ/cm^2). La valeur de cette différence est du même ordre de grandeur que l'incertitude de mesure. Néanmoins, des expériences répétées complémentaires ont confirmé ce résultat.

Une augmentation de la transmission des réseaux est ensuite observée. La dynamique d'effacement des spectres des réseaux est plus lente pour le réseau g_1 que pour le réseau g_2. La transmission atteint une valeur maximale et diminue à nouveau vers 40000 et 20000 tirs respectivement.

La nouvelle croissance des spectres de ces réseaux est plus lente que celle enregistrée lors de la première inscription. Les chutes de transmission mesurées à la saturation lors de la deuxième inscription sont supérieures à celles mesurées lors de la première inscription du réseau.

III - 3 - 3 - b - Enregistrement de l'évolution d'un réseau dans l'ordre 1 et l'ordre 2 lors de son inscription dans la fibre A (FPGA469PrII)

Un réseau, dont la longueur d'onde de Bragg dans le premier ordre est de 1397 nm est inscrit dans la fibre A en utilisant une fluence de 350 mJ/cm^2. Après 6000 impulsions, la transmission mesurée à la longueur d'onde de Bragg atteint un niveau de saturation (T = 0,68) et demeure stationnaire jusqu'à N = 10000 tirs (figure II-11-a). La transmission du réseau commence ensuite à croître.

Après environ 3300 impulsions, la transmission de la fibre vers 709 nm commence à diminuer. Le niveau de saturation de la transmission du réseau enregistrée dans l'ordre 2 est atteint après 20000 impulsions. Le spectre du réseau n'est alors plus détectable dans l'ordre 1.

La transmission à 709 nm reste saturée pendant 3000 impulsions puis le réseau dans l'ordre 2 commence à s'effacer tandis que le réseau dans le premier ordre croît à nouveau.

Dans le deuxième ordre, la transmission atteint une valeur maximale vers 70000 impulsions et décroît ensuite de façon monotone.

III - 3 - 4 - Discussion

Le spectre enregistré lors des premiers tirs qui sera appelé **spectre de type I.**

Après l'effacement du spectre de type I, nous avons observé, pour un nombre de tirs croissant, l'apparition d'un nouveau spectre qui sera appelé **spectre de type IIA.**

Le tableau II-5 présente les fluences cumulées nécessaires pour atteindre la saturation de la transmission du spectre de type I et de l'apparition d'un spectre de type IIA dans les fibres A, C et D. La fibre D est très photosensible, nous remarquons que le spectre de type IIA apparaît dans cette fibre après une fluence cumulée très élevée (Fc = 60 kJ/cm2). cette valeur est supérieure d'un ordre de grandeur à celle nécessaire à l'inscription d'un spectre de type IIA dans la fibre C.

Une façon d'expliquer l'effacement du réseau pourrait consister à invoquer une instabilité du montage expérimental. En effet, le temps d'irradiation d'une fibre est, dans ces expériences, compris entre 30 minutes et 3 heures. Un déplacement longitudinal progressif du système de franges dans le champ d'interférences pourrait donc provoquer un brouillage inhomogène de la modulation d'indice créée le long de l'axe de la fibre et donc un effacement du réseau. Des vibrations ou de la lumière diffusée sont susceptibles de provoquer le même effet.

Type de fibre	•Fluence du faisceau incident (mJ/cm^2) •Longueur du réseau (mm)	Fluence cumulée afin que la transmission du spectre de type I atteigne un niveau de saturation (kJ/cm^2) (Nombre de tirs)	Fluence cumulée afin qu' un spectre de type IIA soit détecté (kJ/cm^2) (Nombre de tirs)
A FPGA469 Pr II	350 (1,7)	2.1 (6000)	9.8 (28000)
C FPG2034	140 (2,5) 220 (2,5)	1.05 (7500) 1.1 (5000)	5.6 (40000) 4.4 (20000)
D BPG 285	250 (2)	3.3 (20000)	60 (240000)

Tableau II - 5: Ordres de grandeur des fluences cumulées nécessaires à l'incription des spectres de type I et de type IIA

Au voisinage de l'arête du prisme, la modulation d'indice est assez peu sensible à une variation de longueur d'onde de pompe ou à un léger changement d'orientation du prisme. En extrémité du réseau, là où l'ordre d'interférences est important (typiquement 6000), les instabilités sont susceptibles de perturber significativement le profil d'indice. On pourrait donc admettre que ce brouillage rend compte de la disparition du spectre d'ordre 1 du réseau. Cependant, il ne permet pas d'expliquer pourquoi la modulation d'ordre 2 présente une intensité maximale lorsque la modulation d'ordre 1 est minimale.

D'autres observations montrent que la prise en compte d'instabilités ne peut à elle seule expliquer la disparition et la reconstruction du spectre du réseau. Pour une fibre donnée et des conditions expérimentales fixées, la disparition du spectre d'ordre 1 du réseau se produit de façon reproductible pour des doses irradiant la fibre comparables.

Les comportements que nous venons de décrire n'ont jamais été observés lors de la construction de réseaux dans des fibres ne comportant pas d'oxyde de germanium (fibre fluorée ou fibre en silice dopée par du cérium) et ceci, bien que les temps d'expériences soient en général plus long dans ces matériaux.

Le changement de sens du déplacement ou la stabilité de la longueur d'onde de Bragg après la disparition du spectre d'ordre 1 s'avère inexplicable par de seules instabilités. En effet, une diminution de la longueur d'onde de Bragg au cours des tirs provient soit d'une diminution de l'indice effectif du mode LP_{01}, soit d'une diminution du pas du réseau. Il est difficile d'admettre qu'une instabilité se traduise systématiquement par une diminution de l'interfrange du système de franges. Enfin, l'effacement du spectre du réseau s'accompagne d'une diminution de la largeur spectrale de la transmission. D'après la relation (16a), cette observation ne peut s'interpréter par une diminution de longueur effective du réseau résultant d'instabilités.

Nous avons signalé au paragraphe III-1-4 que le déplacement vers les courtes longueurs d'onde de la longueur d'onde de Bragg lors de la deuxième construction du spectre. Ce déplacement pourrait s'interpréter par un effet de saturation portant sur un réseau dont le pas et l'amplitude de la variation d'indice varient entre ses extrémités. Des calculs de la réponse spectrale d'un tel réseau ont été présentés dans le mémoire de thèse de S. Legoubin [18]. Ils montrent que la réflectivité spectrale du réseau ne s'annule pas lorsque le déplacement de la longueur d'onde de Bragg change de sens.

En se basant sur la relation (4), la première croissance des spectres des réseaux enregistrée dans le premier ou second ordre peut s'expliquer aisément en considérant que la variation d'indice $\Delta n'_1$ (ou $\Delta n'_2$ respectivement) induite dans le coeur de la fibre augmente avec la fluence accumulée dans la fibre. De même, l'effacement de ces spectres après la saturation peut s'expliquer par une diminution de $\Delta n'_1$ ou $\Delta n'_2$. Nous nous sommes placés dans cette hypothèse. La figure II-11-b représente les évolutions des amplitudes des profils d'indice $\Delta n'_1$ et $\Delta n'_2$ au cours de l'inscription du réseau dans la fibre A. $\Delta n'_1$ et $\Delta n'_2$ sont calculées à partir des transmissions présentées sur la figure II-11-a. $\Delta n'_2$ commence à croître lorsque $\Delta n'_1$ se stabilise à une valeur de $5{,}2.10^{-4}$ (N = 3300 tirs) et atteint une valeur maximale lorsque le réseau n'est plus détecté dans l'ordre 1 ($\Delta n'_1 < 1{,}8.15^{-4}$). Cette valeur maximale n'est pas quantifiable car l'erreur effectuée sur la mesure est très importante (par exemple, pour N = 18000 tirs, $\Delta n'_2 = 5{,}3.10^{-4} \pm 8.10^{-4}$). Nous pouvons cependant affirmer que la valeur de $\Delta n'_2$ est supérieure à 4.10^{-4} entre 13000 et 30000 tirs. $\Delta n'_2$ diminue ensuite jusqu'à une valeur de 6.10^{-5} atteinte en 60000 impulsions puis augmente de nouveau jusqu'à une valeur de $1{,}3.10^{-4}$ (N = 200000 tirs). $\Delta n'_1$ augmente de façon monotone entre 27000 et 195000 tirs.

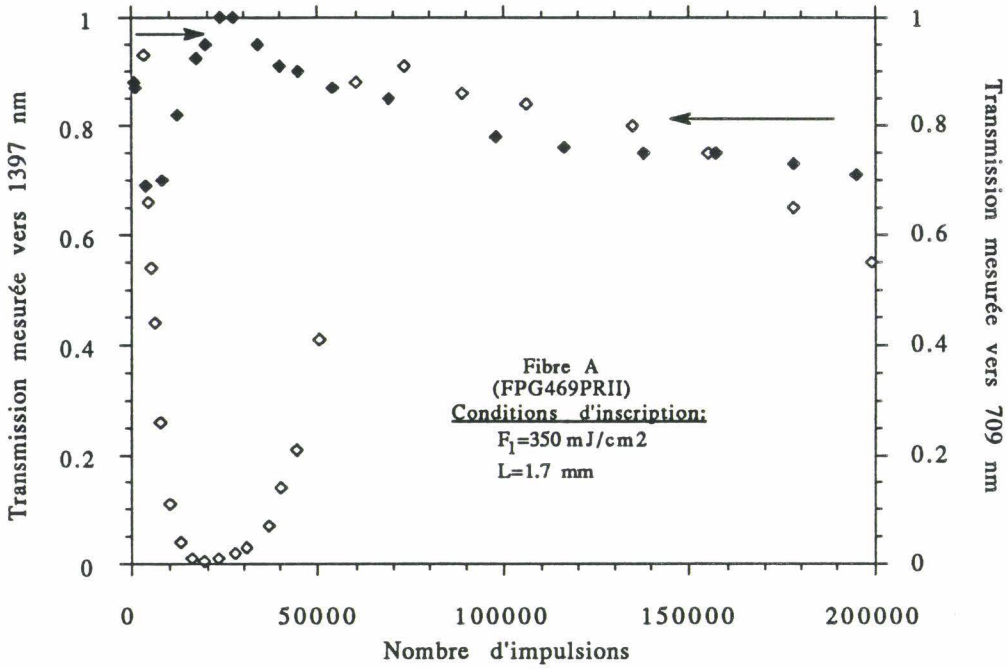


Figure II-11-a : Evolution de la transmission d'un réseau au premier et au second ordre de diffraction lors de son incription

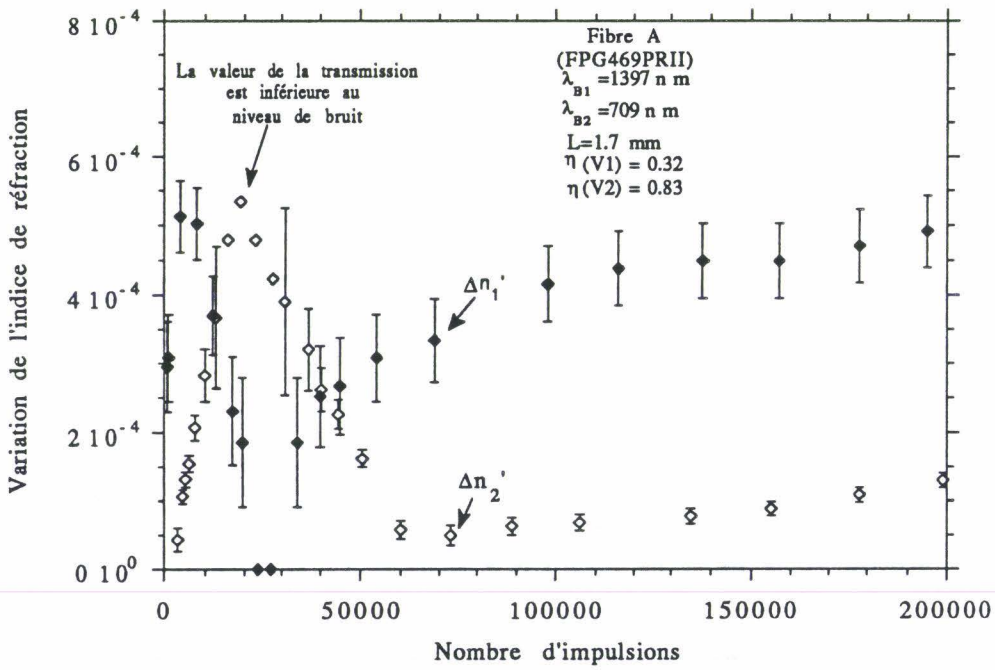


Figure II-11-b : Evolution des amplitudes de variation d'indice $\Delta n_1'$ et $\Delta n_2'$ calculées à partir des mesures des transmissions à la longueur d'onde de Bragg dans le premier et le second ordre de diffraction

Il s'agit d'une évolution typique des modulations d'indice dans les deux ordres de diffraction : une dynamique d'évolution similaire est observée lors de l'inscription d'un réseau dans le second ordre dans la fibre C.

Deux évolutions typiques de $\Delta n'_1$ et $\Delta n'_o$ sont représentées sur les figures II-12-a et II-12-b. Les réseaux G_1 et G_2 sont inscrits dans la fibre C. Les paramètres des expériences d'inscription sont résumés sur les deux figures. Lors de l'inscription de G_1, $\Delta n'_1$ et $\Delta n'_o$ suivent des lois dynamiques de croissance identiques pendant les 5000 premiers tirs. $\Delta n'_1$ et $\Delta n'_o$ atteignent une valeur de 5.10^{-4} vers respectivement 17700 et 28300 impulsions. $\Delta n'_o$ garde cette valeur jusqu'à la fin de l'expérience tandis que $\Delta n'_1$ décroît jusqu'à une valeur inférieure à $1,26.10^{-4}$ ($T < 0,05$) puis augmente à nouveau pour atteindre $\Delta n'_1 = 3.10^{-4}$ à N = 13500 impulsions.

Lors des 11600 premiers tirs destinés à inscrire le réseau G_2, les lois dynamiques de croissance de $\Delta n'_o$ et $\Delta n'_1$ sont identiques compte tenu des incertitudes de mesure. Vers 20300 impulsions, $\Delta n'_o$ obtient la valeur maximale de $5,2.10^{-4}$ tandis que $\Delta n'_1$, qui diminue entre 11600 et 20300 impulsions, atteint une valeur minimale de $1,5.10^{-4}$. En fin d'irradiation, $\Delta n'_1$ est supérieur à $\Delta n'_o$.

Durant l'inscription du réseau, l'évolution respective des termes $\Delta n'_0$, $\Delta n'1$ et $\Delta n'2$ de l'équation (4) peut donc être décomposée en cinq parties :

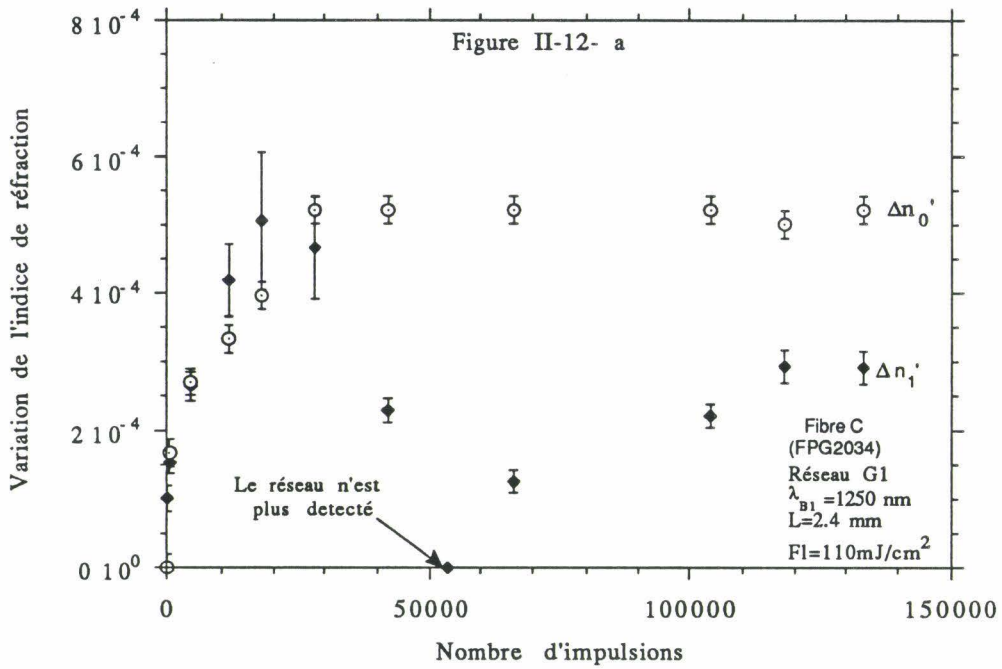
1) $\Delta n'_0$ et $\Delta n'_1$ augmentent de façon monotone et comparable (à notre précision près) avec le nombre d'impulsions lors de la formation du premier spectre dans l'ordre 1.

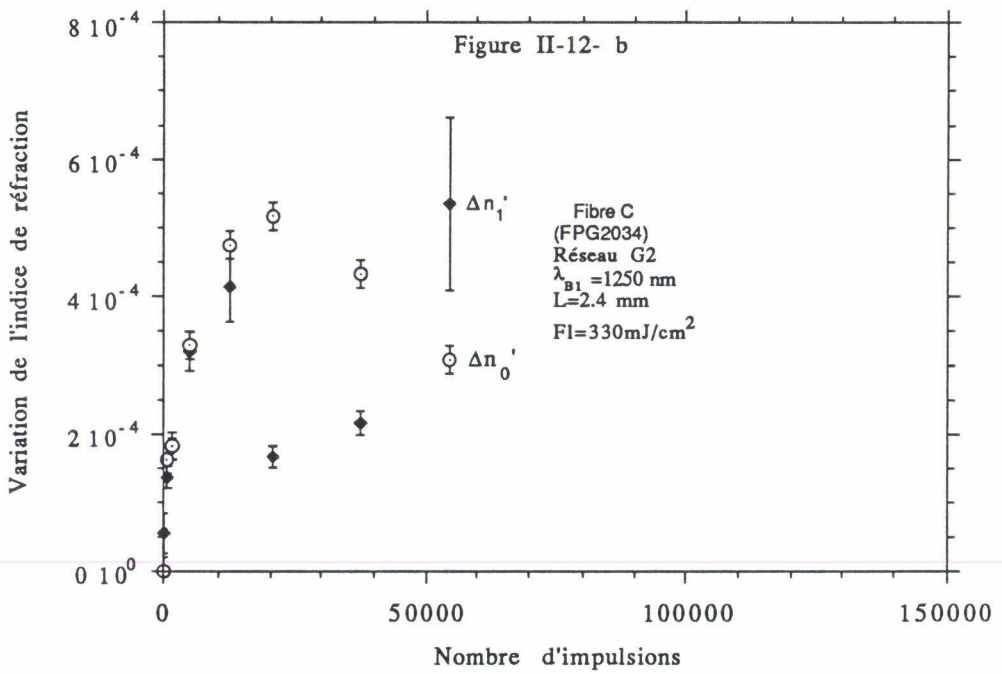
2) $\Delta n'_2$ croit lorsque $\Delta n'_1$ à atteint sa valeur maximale (niveau de saturation).

3) $\Delta n'_1$ diminue lors de l'effacement du spectre d'ordre 1 tandis que $\Delta n'_2$ continue de croître. $\Delta n'_0$ atteint alors un niveau de saturation.

4) $\Delta n'_2$ prend sa valeur maximale lorsque $\Delta n'_1$ a atteint sa valeur minimale.

5) $\Delta n'_1$ croît au cours de l'inscription d'un second réseau tandis que $\Delta n'_0$ diminue où reste stationnaire. $\Delta n'_2$ diminue, atteint une valeur minimale puis croit à nouveau.





Figures II-12 : Evolutions de l'indice effectif moyen $\Delta n'_0$ et de l'amplitude de la variation d'indice $\Delta n'_1$ calculées à partir des mesures de T et de $\Delta\lambda_B$ effectuées dans le premier ordre de diffraction

III - 4 - Présentation de trois modèles phénoménologiques élaborés afin d'expliquer l'évolution des spectres en transmission de réseaux de Bragg au cours de l'irradiation.

III - 4 - 1 - Introduction

Nous nous proposons de rendre compte de la dynamique de formation des spectres des réseaux au cours de leur fabrication. Suivant une idée formulée par B. Poumellec, nous supposons que la variation d'indice est induite par l'apparition ou la disparition d'espèces physico-chimiques dans la matrice de silice dopée. Cette notion d'espèce physico-chimique peut résulter d'une grande variété de phénomènes physiques, par exemple, la formation ou la destruction de défauts ponctuels ou de microstructures de densité différente de celle du verre les environnant. D'autres modèles, non présentés dans le mémoire, avaient été auparavant mis au point au laboratoire par P. Niay, W.X. Xie, P. Bernage et moi-même. Ces modèles se basaient sur des équations d'évolution de la concentration de défauts ponctuels détruits par l'insolation. Nous avons choisi de présenter les modèles faisant appel à la notion d'espèces physico-chimiques en raison de leurs plus grandes généralités. A partir d'équations de cinétique, nous nous proposons de développer trois modèles phénoménologiques.

III - 4 - 2 - Premier modèle phénoménologique développé pour rendre compte de la saturation du spectre de diffraction dans l'ordre 1 ainsi que l'apparition d'un second ordre de diffraction.

Lors de la création d'un réseau de Bragg, nous avons observé une saturation de la transmission spectrale de la fibre dans l'ordre 1 suivie de l'apparition d'un spectre dans le second ordre de diffraction. Pour rendre compte de ces résultats expérimentaux, nous avons tout d'abord développé un modèle phénoménologique simplifié. Dans ce modèle, nous supposons que l'irradiation provoque la destruction d'un constituant A au profit d'un constituant B par un processus d'absorption à un photon tel que :

$$A \rightarrow B$$

cette réaction est à l'origine d'une variation positive de l'indice de réfraction.

Nous exprimons l'évolution de la concentration de chacun des constituants au cours de l'irradiation en fonction de la section efficace de transition σ_1 et de l'intensité ultraviolette I(z) incidente sur la fibre :

$$\frac{\partial [A]_t}{\partial t} = - \sigma_1 I(z) [A]_t \qquad (18a)$$

$$\frac{\partial [B]_t}{\partial t} = \sigma_1 I(z) [A]_t \qquad (18b)$$

où $[A]_t$ et $[B]_t$ représentent la concentration en constituant A et B après un temps t d'irradiation.
Si nous prenons comme hypothèse que le constituant B est inexistant dans la silice dopée non irradiée et que $[A]_0$ est la concentration initiale du constituant A, la résolution des équations différentielles (18a) et (18b) nous permet d'exprimer $[A]_t$ et $[B]_t$:

$$[A]_t = [A]_0 \exp (-\sigma_1 I(z) t) \qquad (19a)$$

$$[B]_t = [A]_0 [1 - \exp (-\sigma_1 I(z) t)] \qquad (19b)$$

Nous supposons que la variation de l'indice de réfraction $\Delta n'$ peut être calculée à l'aide de la relation (20). Celle ci exprime une simple proportionnalité entre $\Delta n'$ et [A] et [B]. Dans (20), α_A et α_B représentent les facteurs de proportionnalités positifs.

Cette relation suppose que la disparition d'un défaut A induit une variation d'indice négative alors que la création d'un défaut B produit une variation d'indice positive. Cette hypothèse nous est suggérée par le modèle de type Kramers-Kronig (paragraphe II-1 du chapitre I) dans lequel l'irradiation ultraviolette "blanchit" la bande d'absorption centrée à 5,06 eV (attribuée aux liaisons Ge-Si ou Ge-Ge), pour produire des défauts Ge(1), Ge(2) et Ge(E') et donc de nouvelles bandes d'absorption. Le modèle de Kramers-Kronig montre qu'une disparition d'une bande ultraviolette diminue l'indice de réfraction mesuré dans le visible ou le proche infrarouge, alors que la création de bandes d'absorption ultraviolettes se traduit par une augmentation d'indice.

$$\Delta n' = \alpha_A ([A]_t - [A]_0) + \alpha_B [B]_t$$
$$= (\alpha_B - \alpha_A) [1 - \exp (-\sigma_1 I(z) t)] \qquad (20)$$

L'expression de I(z) est donnée par la relation (1) du chapitre II-1 :

$$I(z) = I_0 \left(1 + V\cos\frac{2\pi z}{\Lambda}\right)$$

Nous avons supposé que la visibilité V est indépendante du temps et de la coordonnée longitudinale z. La variation d'indice peut donc être exprimée par une relation de saturation monoexponentielle :

$$\Delta n'(z, N) = \Delta n_{so} \{1 - \exp[-k_o(z).N]\} \qquad (21)$$

Dans la relation (19), Δn_{so} représente la valeur maximale de la variation d'indice égale à $(\alpha_B - \alpha_A)$ et $k_o(z)$ la constante de réaction locale définie par la relation (22)

$$k_o = k\left(1 + V.\cos\frac{2\pi z}{\Lambda}\right) \qquad (22)$$

où
$$k = \frac{\sigma_1}{f}.I_0 \qquad (23)$$

k est un paramètre ajustable proportionnel à l'intensité moyenne du faisceau ultraviolet. Le nombre N d'impulsions est relié au temps t d'irradiation par la relation

$$N = f.t \qquad (24)$$

où f représente le taux de répétition des impulsions.

Plusieurs hypothèses simplificatrices ont été effectuées :

1) l'intensité moyenne du faisceau reste constante sur toute la longueur du réseau $(\frac{dI_0}{dz} = 0)$.

2) la variation de l'indice de réfraction est uniquement une fonction de la coordonnée longitudinale z et ne dépend pas des coordonnées transverses x et y

3) la variation d'indice reste périodique en z de période constante Λ sur toute la longueur de l'irradiation.

4) $\alpha_B - \alpha_A > 0$, afin que la variation d'indice $\Delta n'_0$ soit positive.

5) Les concentrations de A et B n'évoluent pas entre les impulsions ce qui nous permet de passer de la variable continue t à la variable discrète N.

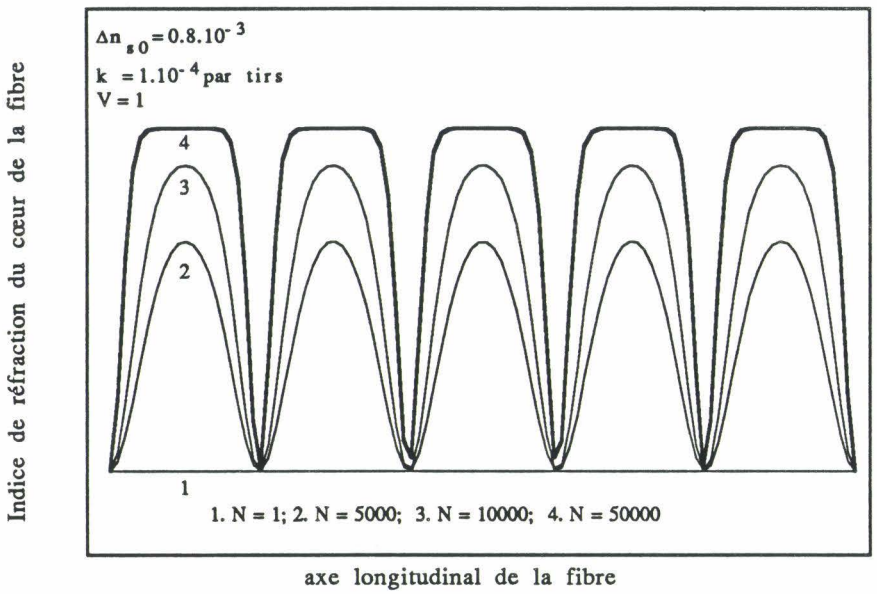


Figure II-13-a : Profil longitudinal de l'indice de réfraction du cœur irradié aprés N impulsions

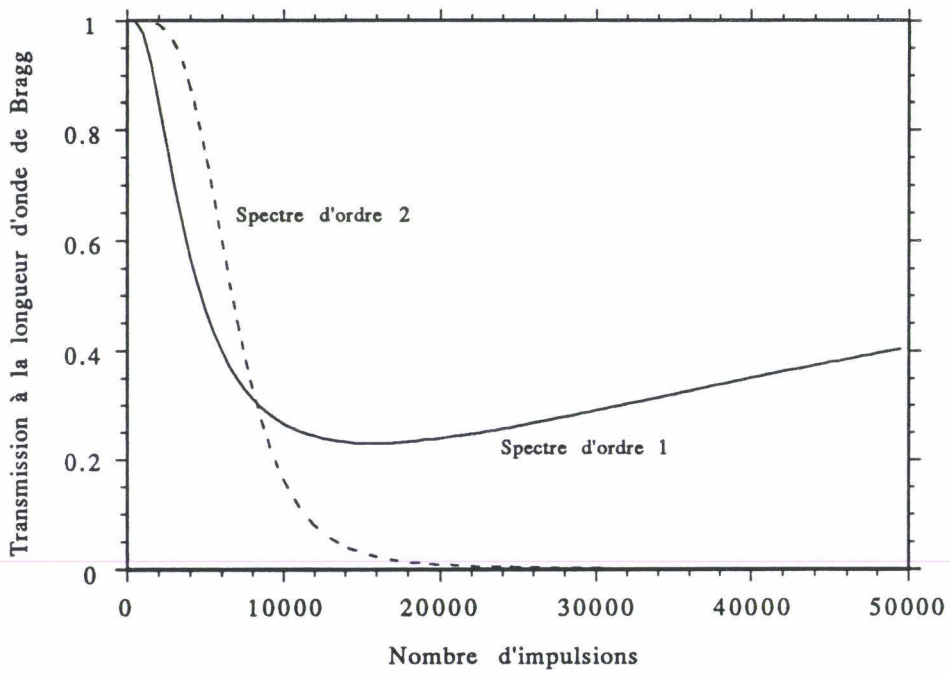


Figure II-13-b: Evolutions des transmissions d'un réseau de Bragg calculées dans le premier et dans le deuxième ordre de diffraction

L'évolution de la modulation d'indice est représentée par différentes valeurs de N sur la figure II-13-a pour des valeurs de Δn_{so} et de k égales à 8.10^{-4} et 1.10^{-4} par impulsion respectivement. La visibilité V des franges est choisie égale à 1.

La relation (21) représente une fonction périodique de z. De ce fait, $\Delta n'(z)$ peut être développée en série de Fourier (équation 4). Les amplitudes des termes de Fourier d'ordres 0, 1 et 2 sont définis analytiquement par les relations (25a), (25b) et (25c).

$$\Delta n_{0'}(N) = \frac{1}{\Lambda} \int_0^{\Lambda} \Delta n'(z, N)\, dz \qquad (25a)$$

$$\Delta n_{1'}(N) = \frac{2}{\Lambda} \int_0^{\Lambda} \Delta n'(z, N) \cos \frac{2\pi z}{\Lambda} dz \qquad (25b)$$

$$\Delta n_{2'}(N) = \frac{2}{\Lambda} \int_0^{\Lambda} \Delta n'(z, N) \cos \frac{4\pi z}{\Lambda} dz \qquad (25c)$$

En utilisant les relations (11a), (11b) et (13), nous calculons l'évolution des transmissions à la longueur d'onde de résonance correspondant au premier et au second ordre de diffraction en fonction de N. La figure II-13-b montre l'évolution de la transmission spectrale des réseaux obtenue numériquement dans les conditions suivantes :

λ_{B1} = 1,45 mm ; λ_{B2} = 0,735 mm ; $\eta_1(V)$ = 0,3 ; $\eta_2(V)$ = 0,8 ; k = 1.10^{-4} et $\Delta n_{so} = 8.10^{-4}$.

Le modèle phénoménologique simplifié permet de rendre compte de la saturation des réseaux dans l'ordre un et permet d'expliquer la création d'un réseau dans le second ordre : *les variations de la transmission obtenues sur la figure II-13-b sont qualitativement en bon accord avec les mesures expérimentales présentées sur la figure II-6.*

Cependant, le modèle ne rend compte ni de la décroissance de la longueur de la longueur d'onde de Bragg ni de la création d'un spectre de type IIA.

III - 4 - 3 - Modèles développés pour rendre compte de la dynamique d'évolution des transmissions spectrales enregistrées dans l'ordre 1 et 2 ainsi que l'évolution des longueurs d'onde de Bragg.

Devant l'insuffisance de ce modèle simplifié, nous avons été amenés à supposer que deux effets photoréfractifs au moins sont responsables des évolutions des spectres enregistrées dans les ordres 1 et 2 en fonction du nombre d'impulsions incidentes. Nous formulons les hypothèses suivantes :

1/ Un premier effet photoréfractif induit une variation d'indice positive qui est à l'origine de la croissance du spectre de type I. Un second effet induit une variation d'indice négative : il est à l'origine de la décroissance du spectre de type I et de la croissance du spectre de type IIA. Chaque effet photoréfractif peut être pris en compte par une réaction physico-chimique simple.

2/ Nous envisageons tout d'abord le cas où les deux effets sont représentés par deux réactions découplées (26) correspondant à des processus d'absorption à un photon* .

$$A \rightarrow B \qquad (26a)$$

$$C \rightarrow D \qquad (26b)$$

3/ La première équation est à l'origine d'une variation positive de l'indice. $[A]_t$ et $[B]_t$ sont les concentrations des constituants A et B après un temps t d'irradiation. Le constituant A est détruit au profit d'un constituant B par une absorption à un photon. Avant l'irradiation, la densité du constituant B est nulle tandis que celle du constituant A vaut $[A]_0$. L'évolution de la concentration des deux constituants est représentée par les relations (19a) et (19b).

4/ La seconde équation est à l'origine d'une variation négative de l'indice. Les hypothèses effectuées sur les concentrations initiales de C et D sont identiques à celle adoptées pour les constituants A et B respectivement. Les évolutions temporelles des densités de population des centres C et D sont données par (25a) et (25b)

---

* Cette hypothèse n'est pas étayée par des expériences. Elle n'est formulée ici que parce qu'elle correspond au cas le plus simple

$$[C]_t = [C]_0 \exp(-\sigma_2 I(z)\, t) \quad (27a)$$

$$[D]_t = [C]_0 [1 - \exp(-\sigma_2 I(z)\, t)] \quad (27b)$$

où σ_2 est la section efficace de la transition C $\rightarrow$ D (transition à un photon).

5/ Nous supposons que la variation d'indice $\Delta n'$ peut être calculée à l'aide de la relation (28) qui traduit une proportionnalité entre $\Delta N'$ et les concentrations. La variation d'indice induite par l'évolution de $[C]_t$ a été supposée négligeable. α_A, α_B et α_D sont des constantes de proportionnalité reliant la concentration des constituants A, B et D à $\Delta n'$ (α_A et α_B sont positifs tandis que α_D est négatif).

$$\Delta n' = \alpha_A ([A]_t - [A]_0) + \alpha_B [B]_t + \alpha_D [D]_t$$

$$= (\alpha_B - \alpha_A) [A]_0 [1 - \exp(-\sigma_1 I(z)\, t)] + \alpha_D [C]_0 [1 - \exp(-\sigma_2 I(z)\, t)] \quad (28)$$

$(\alpha_B - \alpha_A) [A_0]$ est supposée égal Δn_{s1}, $\alpha_D [C_0]$ est supposée égal à $- \Delta n_{s2}$

$$\Delta n'(z, N) = \Delta n_{S1} [1 - \exp(-k_1(z)\, N)] - \Delta n_{S2} [1 - \exp(-k_2(z)\, N)] \quad (29)$$

Dans l'expression (29), $k_1(z)$ et $k_2(z)$ représentent les constantes de vitesse spécifiques à chacune des réactions.

D'après le tableau II-5, nous remarquons que le nombre d'impulsions nécessaires à la création des spectres de type I est inférieure au nombre d'impulsions nécessaire à la création des spectres de type IIA. Nous en déduisons que $k_2(z) < k_1(z)$.

6/ La constante $k_1(z)$ est proportionnelle au coefficient d'absorption. La figure II-10 montre que l'évolution de la réflectivité spectrale du réseau (ordre 1) au début de l'irradiation dépend assez peu de la fluence incidente par tir. Cette constatation se trouve confirmée par de nombreuses autres expériences réalisées sur l'ensemble des fibres étudiées. Nous supposons donc qu'un processus de saturation intervient dans le mécanisme d'absorption. Nous choisissons arbitrairement l'expression analytique de la constante de vitesse $k_1(z)$ en supposant que le processus de saturation est du type inhomogène

$$k_1(z) = k' \frac{XM(z)}{\sqrt{1+XM(z)}} \text{ et } k_2(z) = k'' I_o M(z) \qquad (30)$$

Dans la relation (30), k' et k" sont des paramètres ajustables ; $X = \frac{I_o}{I_{sat}}$ et $M(z) = 1 + V\cos(2\pi z/\Lambda)$ où I_{sat} représente l'intensité de saturation.

Par souci de simplicité, nous admettrons ici encore que l'intensité moyenne I_o du faisceau et la visibilité V des franges reste constante sur toute la longueur du réseau.

L'évolution longitudinale du profil d'indice au cours de tirs est représentée sur la figure II-14-a.

$\Delta n'(z, N)$ est une fonction périodique en z. Elle peut donc être décomposée en série de Fourier. Les coefficients $\Delta n'_0(N)$, $\Delta n_1(N)$ et $\Delta n'_2(N_2)$ sont définis par les relations (25). Leurs évolutions sont présentées sur la figure II-14-b en fonction du nombre de tirs. Les évolutions calculées de la longueur d'onde de Bragg et de la transmission à la longueur d'onde de Bragg sont présentées en fonction du nombre N d'impulsions sur les figures II-14-c. Les valeurs des différents paramètres ont été choisies pour que les trois courbes obtenues numériquement soient qualitativement en bon accord avec les mesures présentées dans le paragraphe II-3.

Sur la figure II-14-a, nous observons tout d'abord une augmentation de l'indice de réfraction autour de l'endroit ou la densité de puissance optique est maximum (courbe 1). Cette croissance est provoquée par la réaction (26a) qui est plus efficace que la réaction (26b) pour des temps d'irradiation court (en effet, la vitesse spécifique k_1 de la réaction (26a) est supérieure à k_2).

Un mauvais contraste de franges ($V \neq 1$) provoque, durant toute la durée de l'irradiation, un accroissement de l'indice de réfraction dans les régions de faibles densités de puissance*.

La réaction (26a) atteint un niveau de saturation autour des zones de fortes densités de puissance lorsque le temps d'exposition s'accroît (courbe 2 de la figure II-14-a).

---

* Cette condition n'est plus nécessaire si le modèle rendant compte de la photosensibilité est un modèle non local.

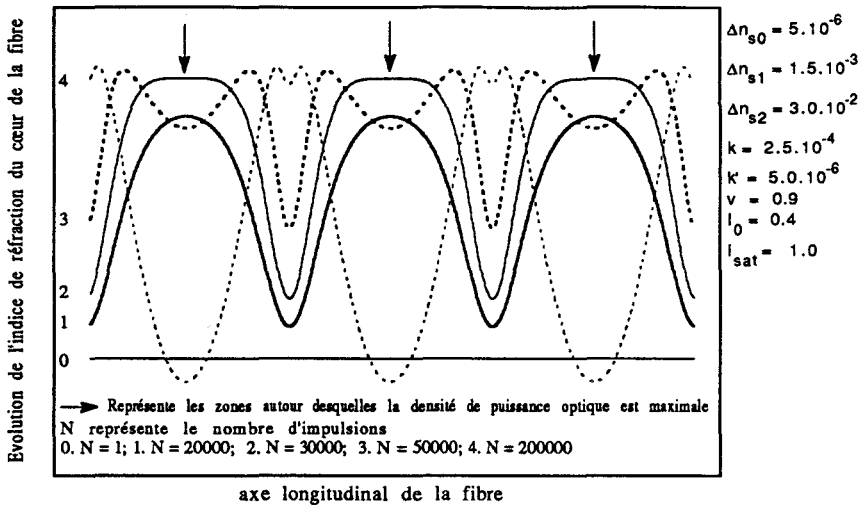


Figure II-14-a : Profil de l'indice de réfraction du cœur irradié aprés N impulsions

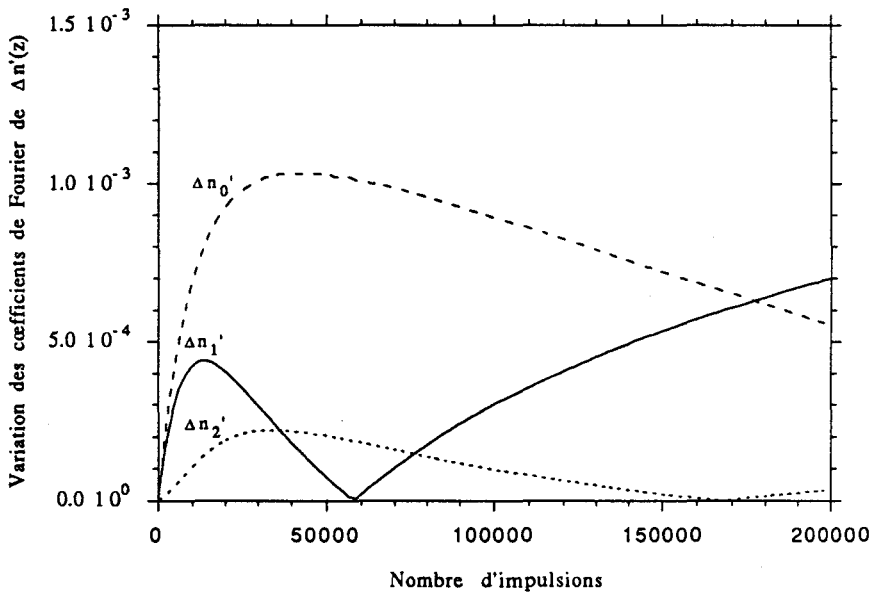


Figure II-14-b : Variation des cœfficients de Fourier de $\Delta n'(z)$ au cours de l'inscription d'un réseau de Bragg

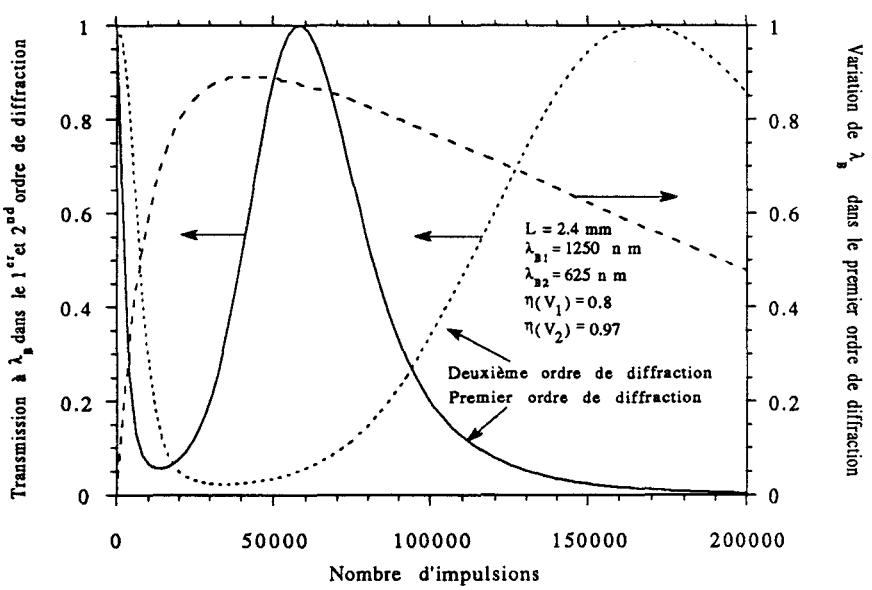


Figure II-14-c : Evolution de la transmission et de la longueur d'onde de résonance d'un réseau de Bragg calculée au premier et au second ordre de diffraction

Durant cette période d'inscription, nous observons une augmentation de la longueur d'onde de Bragg ainsi qu'une diminution jusqu'à un niveau de saturation de la transmission enregistrée dans le premier ordre de diffraction (figure II-14-c).

La réaction (26b), dont la vitesse spécifique de réaction est inférieure à celle de (26a), induit une variation d'indice négative dans les régions irradiées. Cette variation implique une augmentation de $\Delta n'_2$ et donc la croissance d'un spectre dans le second ordre de diffraction (figure II-14-b et II-14-c, N < 25000 impulsions).

La décroissance de l'indice autour des zones de fortes densités de puissance a pour conséquence de réduire de moitié le pas du réseau (courbe 3 de la figure II-14-a) : le spectre est totalement effacé dans le premier ordre de diffraction et atteint une transmission maximale dans le second ordre. La longueur d'onde de Bragg diminue (figure II-14-c, N = 50000 impulsions).

Pour des temps d'irradiation importants, la décroissance de l'indice dans la région irradiée et sa croissance dans les régions faiblement irradiées provoquent la création d'un nouveau spectre dans le premier ordre de diffraction et la disparition du spectre enregistré dans le second ordre (courbe 4 de la figure II-14-a et N > 50000 dans les figures II-14-b et c).

L'évolution des transmissions calculées dans le premier et second ordre de diffraction sont similaires à celles mesurées lors de l'inscription d'un réseau dans la fibre A (figure II-11-a). Les variations calculées de l'indice effectif moyen sont similaires aux résultats présentés sur la figure II-5.

Une autre façon de rendre compte des deux effets photoréfractifs consiste à considérer deux réactions chimiques successives.

$$\underset{}{A} \xrightarrow{(31a)} \underset{}{B} \xrightarrow{(31b)} \underset{}{C'} \qquad (31)$$

La destruction du constituant A, suivie de l'apparition du constituant B donne lieu à une variation positive de l'indice de réfraction. La destruction du constituant B au profit de C' est à l'origine de la variation négative de l'indice.

$[A]_t$, $[B]_t$ et $[C']_t$ représentent les concentrations des constituants A, B et C' après un temps t d'irradiation. Les concentrations des centres B et C' sont supposées nulles avant l'irradiation ($[B]_0 = [C']_0 = 0$).

En supposant que les réactions sont provoquées par un processus d'absorption à un photon, les évolutions des densités de populations des trois centres sont données par les expressions (32a) (32b) et (32c).

$$[A]_t = [A]_0 \exp(-\sigma_1 I(z)\, t) \tag{32a}$$

$$[B]_t = [A]_0 \frac{\sigma_1}{\sigma_2 - \sigma_1} \{\exp(-\sigma_1 I(z)\, t) - \exp(-\sigma_2 I(z)\, t)\} \tag{32b}$$

$$[C']_t = [A]_o \frac{1}{\sigma_2 - \sigma_1}$$
$$\{\sigma_2 [1 - \exp(-\sigma_1 I(z)\, t)] - \sigma_1 [1 - \exp(-\sigma_2 I(z)\, t)]\} \tag{32c}$$

σ_1 et σ_2 représentent les sections efficaces des transitions 1 et 2 et I(z) (définie par la relation (1) du chapitre II) l'intensité du faisceau incident sur la fibre.

La valeur de $\Delta n'$ est supposée proportionnelle à la concentration de chaque constituant. Les termes de proportionnalités correspondant aux constituants A et B sont désignés par α_A et α_B. Nous supposons que l'augmentation de la concentration du constituant C influe de façon négligeable sur $\Delta n'(\alpha_c = 0)$.

$$\Delta n' = \alpha_A ([A]_t - [A_o]) + \alpha_B [B]_t$$
$$= -\alpha_A [A]_o \{1 - \exp(-\sigma_1 I(z)\, t)\}$$
$$+ \alpha_B [A]_o \frac{\sigma_1}{\sigma_2 - \sigma_1} \{\exp(-\sigma_1 I(z)\, t) - \exp(-\sigma_2 I(z)\, t)\} \tag{33}$$

Soit encore :

$$\Delta n'(z, N) = -\Delta n'_{s1} \{1 - \exp(-k'_1(z)\, N)\} + \Delta n'_{s2} \{\exp(-k'_1(z)\, N)$$
$$- \exp(-k'_2(z)\, N)\} \tag{34}$$

avec :

$$\Delta n'_{s1} = \alpha_A [A]_o$$

$$\Delta n'_{s2} = \alpha_B [A]_o \frac{\sigma_A}{\sigma_B - \sigma_A}$$

Les variations d'indice $\Delta n'_{s1}$ et $\Delta n'_{s2}$ sont supposées positives. $k'_1(z)$ et $k'_2(z)$ sont les constantes de vitesses spécifiques tel que $k'_2(z) < k'_1(z)$. $k'_1(z)$ est proportionnel au coefficient d'absorption saturé.

$$k'_1(z) = q \frac{XM(z)}{\sqrt{1+XM(z)}} \text{ et } k'_2(z) = q' I_o M(z)$$

q et q' sont des paramètres ajustables ; $X = \frac{I_o}{I_{sat}}$; $M(z) = 1+V \cos\left(\frac{2\pi z}{\Lambda}\right)$.

I_o et I_{sat} représentent les intensités moyennes du faisceau hors saturation et à la saturation respectivement.

$\Delta n'(z, N)$ est alors décomposée en série de Fourier (relations (4) et (25)). Les évolutions de $\Delta n'_0$, $\Delta n'_1$ et $\Delta n'_2$ en fonction du nombre de tirs sont similaires à celles présentées dans le cas des deux équations chimiques non couplées (26a) et (26b).

III - 4 - 4 - Discussion

Nous venons de montrer que deux modèles phénoménologiques permettent de rendre compte qualitativement de l'évolution en cours d'inscription des spectres de réseaux inscrits dans des fibres fortement dopées à l'oxyde de germanium. Les modèles supposent simplement que deux types d'espèces chimiques contribuent à la variation d'indice chacune avec des signes opposés. D'autres modèles, non présentés dans le mémoire, partent de la même hypothèse mais font appel à des réactions plus compliquées ou à des mécanismes d'absorption multiphotoniques. Ils conduisent également à une description correcte de la dynamique de formation ou de destruction des spectres [26]. A ce niveau de discussion, les différents résultats expérimentaux que nous avons présentés ne permettent pas de faire un choix entre toutes ces possibilités. Nous avons donc arbitrairement décidé de ne présenter que les solutions les plus simples.

L'hypothèse qui suppose que la réaction A $\rightarrow$ B est provoquée par un mécanisme à un photon nous a été suggérée par le fait qu'il est souvent admis [27] qu'un mécanisme précurseur de l'effet photoréfractif de type I provient du blanchiment de la bande d'absorption ultraviolette sur la résonance de laquelle la longueur d'onde du laser de pompe est accordée. Comme nous l'avons décrit dans le premier chapitre, le blanchiment de cette bande trouve son origine dans la rupture d'une liaison covalente attribuée à une lacune d'oxygène dans la matrice germanosilicate : la liaison Ge-Si ou Ge-Ge. M. Mizrahi et R. M. Atkins ont remarqué que la diminution de la concentration de ces défauts atteignait un niveau de saturation pour des fluences cumulées supérieures à 1,5 kJ/cm^2 [28].

Nous avons observé que le niveau de saturation de l'amplitude de la variation d'indice mesurée dans le premier ordre était atteint pour des fluences comparables ($F_c = 6,6$ kJ/cm^2 , tableau II-3). Cette saturation pourrait donc être associée à celle de la disparition des liaisons Ge-Ge ou Ge-Si.

Le modèle de Kramers-Kronig présenté dans le paragraphe II-I du chapitre I suppose la création de centres Ge(1) et Ge(2). Le constituant B peut-il être identifié à ces centres ? Les densités de population des centres Ge(1) et Ge(2) augmentent et atteignent un niveau de saturation pour des fluences totales de l'ordre de 6J/cm^2 [29]. Cette valeur est inférieure de trois ordres de grandeur à nos résultats expérimentaux (tableau II-3) : le mécanisme de saturation des réactions (26a) et (29a) n'est donc pas directement relié à la saturation de la concentration des centres Ge(1) et Ge(2). Le centre B ne peut pas être directement relié aux défauts Ge(1) ou Ge(2).

Les réactions (26b) et (31b) sont responsables de la création des spectres de type IIA. Ces réactions impliquent probablement le défaut Ge(E') car il s'agit du seul centre à être détecté (avec l'ion O_2^- qui demeure en faible concentration) après une irradiation à forte fluence cumulée [30].

Cependant, il apparait que l'hypothèse selon laquelle la première réaction serait provoquée par un mécanisme à un photon est contredite par des expériences effectuées dans le laboratoire [6] [8]. En effet, des réseaux ont été inscrits dans différentes fibres en utilisant une source ultraviolette fonctionnant soit en régime d'impulsions, soit en régime continu. Bien qu'il soit délicat de comparer le résultat d'expériences effectuées dans des conditions expérimentales différentes, il apparaît systématiquement que l'efficacité de l'inscription est plus importante avec la source pulsée qu'avec la source continue. Ainsi, par exemple, au début de l'inscription d'un spectre de type I, il est nécessaire d'irradier la fibre C(FPG2034) en régime pulsé avec une fluence cumulée égale à 1,1 kJ/cm^2 pour obtenir une variation d'indice égale à $3,6.10^{-4}$. Pour obtenir la même variation d'indice, il est nécessaire d'irradier la fibre au moyen du laser continu avec une fluence égale à environ 95 kJ/cm^2 ce qui correspond à une fluence supérieure de deux ordres de grandeur environ à celle appliquée en régime pulsé.

Clairement le détail des mécanismes qui conduisent à la formation des deux espèces chimiques n'est donc pas élucidé.

Cet état de fait s'explique en partie par les difficultés de mise en oeuvre de la technique d'inscription des réseaux. En absence de contrôle permanent de la visibilité des franges , la méthode interférométrique d'irradiation latérale des fibres ne permet pas en effet, de garantir une reproductibilité parfaite des

expériences d'inscription de réseaux. Il est de ce fait illusoire, avec cette technique expérimentale, de rechercher à préciser les lois liant $\Delta n'$ à N et à F afin que les modèles puissent être bâtis sur des bases expérimentales plus rigoureuses. Il faut noter que cette situation se trouve maintenant profondément modifiée par l'introduction des nouvelles techniques d'inscription de réseaux avec masque de phase [31] [32].

Devant cette situation, nous avons choisi d'adopter un point de vue pragmatique en concevant de nouvelles expériences qui servent de mise à l'épreuve de l'hypothèse de l'existence de deux types de photosensibilité. L'une de ces expériences est décrite dans le paragraphe III-5. Il s'agit d'inscrire un réseau de Bragg sur une fibre préalablement irradiée par un faisceau ultraviolet présentant un éclairement uniforme (sans frange). Les autres expériences, présentées dans le paragraphe IV, consistent à soumettre les réseaux de Bragg à différents paramètres physiques tels que des élévations thermiques, ou des irradiations par un faisceau dont la longueur d'onde est accordée dans les domaines visibles, ultraviolets ou gamma.

III - 5 - Evolution de la transmission spectrale de réseaux inscrits dans la fibre C(FPG2034) préalablement soumise à une irradiation uniforme ultraviolette

III - 5 - 1 - Objectif de l'étude

Nous nous proposons d'inscrire un réseau de Bragg sur une fibre irradiée uniformément dans des conditions telles que la réaction A $\rightarrow$ B soit saturée. Dans ces conditions, l'irradiation de la fibre par un système de franges doit, selon nos hypothèses, faire appel au deuxième type de photosensibilité.

III - 5 - 2 - Méthodologie

Le tableau II-5 montre qu'il est nécessaire d'irradier la fibre C avec une fluence cumulée supérieure à 4,4 kJ/cm^2 pour obtenir un réseau de type II A.

La fibre C est tout d'abord exposée au flux lumineux uniforme issu d'un laser pulsé. L'irradiation est effectuée avec une fluence cumulée de 8 kJ/cm^2 (100000 impulsions, Fl = 80 mJ/cm^2). L'irradiation selon un éclairement uniforme est réalisée en masquant la partie du faisceau incident qui subit une réflexion totale sur la face C B du prisme (figure II-1). La partie de la fibre

contenant le réseau est alors irradiée uniquement par le faisceau directement transmis sur la face AC du prisme. Ses dimensions sont identiques aux dimensions du faisceau ayant servi à l'inscription.

Un réseau est ensuite inscrit sur la portion de fibre préalablement irradiée. Ses caractéristiques spectrales sont enregistrées dans le premier ordre de diffraction (figure II-3).

III - 5 - 3 - Expériences

La figure II-15 présente l'évolution de la transmission spectrale et de la longueur d'onde de Bragg ($\lambda_{B1} \approx 1339$ nm) lors de son inscription avec une fluence Fl = 160 mJ/cm^2.

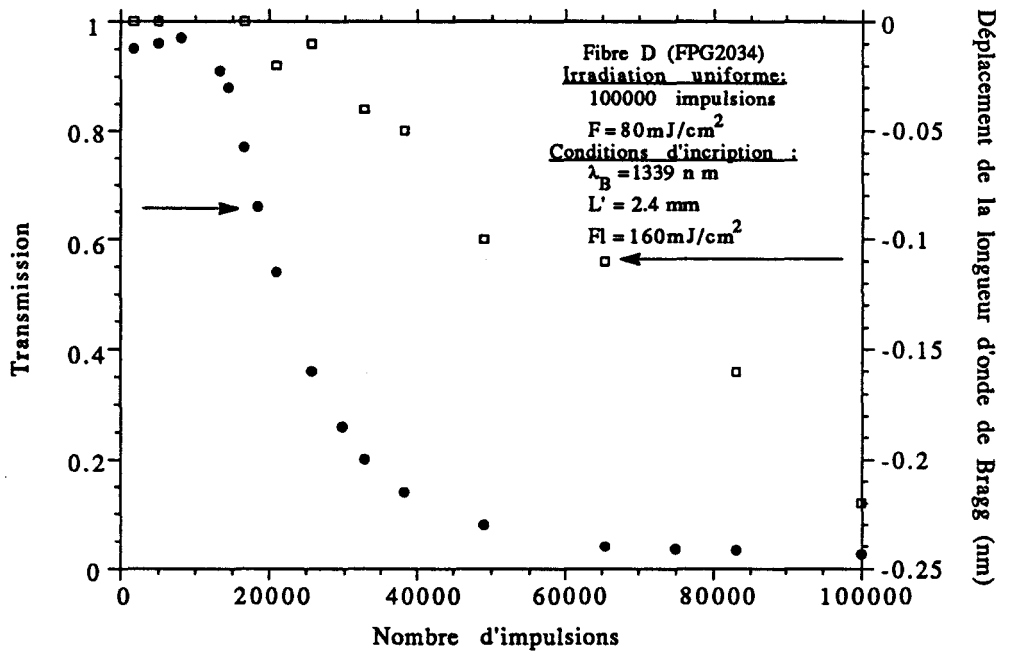


Figure II-15 : Evolution des différentes caractéristiques d'un spectre lors de son inscription dans la fibre C. La fibre a été préalablement irradiée par un rayonnement U.V. d'intensité uniforme.

Après 2000 tirs, la transmission spectrale du réseau atteint une valeur T = 0,95 puis augmente légèrement jusqu'à T = 0,98 (N = 8000 impulsions). La transmission diminue après 13000 tirs et atteint un niveau de saturation vers 80000 tirs.

Le spectre se translate vers le bleu au cours de l'inscription du réseau : la variation de la longueur d'onde de Bragg atteint 0,22 nm à 100000 impulsions.

III - 5 - 4 - Discussion

Cette expérience s'interprète de la façon suivante :

L'irradiation de la fibre à l'aide d'un faisceau d'intensité uniforme amène la réaction A→B à son niveau de saturation (saturation de l'effet photoréfractif de type I).

L'exposition de la fibre par un faisceau dont l'intensité présente un profil sinusoïdal induit tout d'abord l'apparition d'un spectre de type I. Sa transmission spectrale est importante (T=0,95). Cette observation s'explique de la façon suivante : l'irradiation ultraviolette provoque une variation d'indice positive de faible amplitude ($\Delta n'_1 \approx 5{,}3.10^{-5}$).

Une irradiation prolongée de la fibre (N>2000 impulsions) induit ensuite une variation négative de l'indice à l'emplacement des franges brillantes et donc une diminution de l'indice moyen. Nous observons alors l'apparition d'un spectre de type IIA ainsi qu'une diminution de la longueur d'onde de Bragg du réseau (figure II-15).

Les réactions (26a) et (26b) ou (31a) et (31b) nous permettent donc de décrire les phénomènes observés.

IV - Action de différents paramètres physiques sur les caractéristiques des réseaux de Bragg

L'étude de la dynamique de croissance d'un réseau de Bragg nous a conduit à postuler l'existence de deux types d'effets photoréfractifs. Deux modèles phénoménologiques ont été avancés pour rendre compte de nos observations.

L'étude de l'évolution des caractéristiques spectrales de réseaux soumis à des élévations thermiques ainsi qu'à des irradiations ultraviolettes d'intensité uniforme va constituer une mise à l'épreuve de ces modèles.

Les fibres seront aussi exposées à des radiations dont les longueurs d'onde sont situées dans le domaine visible ou γ.

L'étude de la permanence des effets photoréfractifs sous l'action de ces différents paramètres physiques présente également un intérêt du point de vue

des applications. En effet, il permet de préciser les conditions d'utilisation des réseaux.

IV - 1 - Fibres soumises à des élévations thermiques

IV - 1 - 1 - Evolution de la transmission spectrale

IV- 1 - 1 - a - Objectifs de l'étude

Nous avons observé que l'évolution temporelle de la transmission spectrale des réseaux enregistrée au cours de leur inscription dans le premier ordre de diffraction est complexe.

Dans les fibres étudiées, l'évolution peut être décomposée en quatre phases (figures II-9 et II-10)

1) La phase d'inscription du spectre de type I
2) La phase de saturation et d'effacement du spectre de type I
3) La phase d'inscription du spectre de type IIA
4) La phase de saturation du spectre de type IIA

La saturation du spectre de type I s'accompagne de l'apparition d'un spectre dans le deuxième ordre.

Nous nous proposons de présenter ici une étude de l'évolution de la transmission spectrale de réseaux sous l'effet d'un chauffage de la fibre.

Des réseaux dont la fabrication est arrêtée à chacune de ces phases font l'objet des tests.

IV- 1 - 1 - b - Méthodologie

Des réseaux sont inscrits à température ambiante dans les fibres C et D (FPG2034 et BPG285) (T = 21 ± 2° C) puis sont placés dans un four. Les deux fibres sont monomodes à la longueur d'onde de résonance des réseaux dans l'ordre un.

Le schéma du montage expérimental est présenté sur la figure II-16.

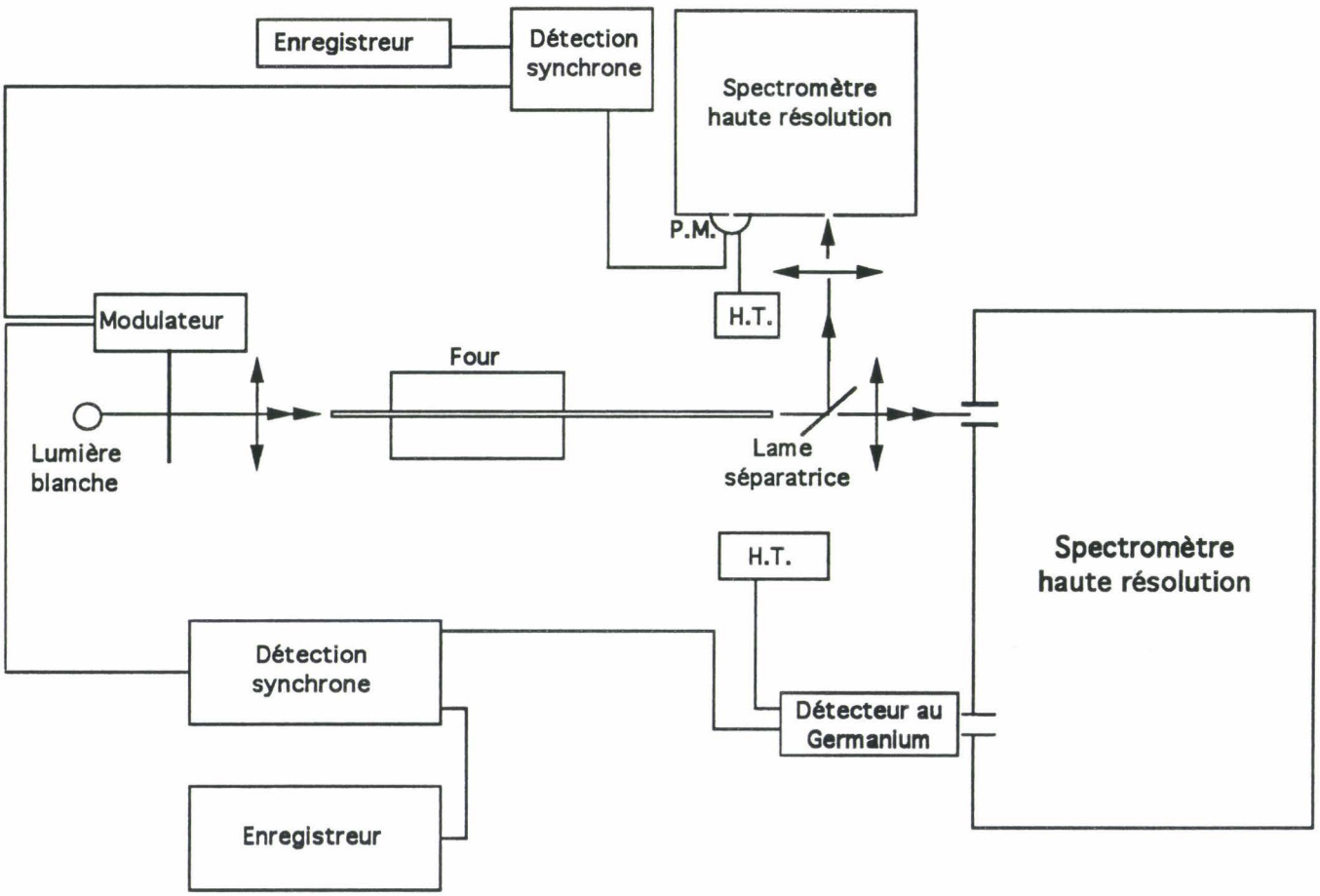


Figure II-16 : Dispositif permettant l'enregistrement de la transmission spectrale dans les deux ordres de diffraction ainsi que l'évolution de la longueur d'onde de Bragg lors d'élévations thermiques

Le faisceau lumineux issu d'une lampe blanche à filament de tungstène est incident sur une lame séparatrice de type "miroir froid". La lame séparatrice réfléchit la lumière correspondant à une bande spectrale {400 nm - 800 nm} et transmet le flux lumineux de longueur d'onde supérieure à 900 nm. La transmission spectrale de la fibre au voisinage des longueurs d'onde de Bragg correspondant au premier et au deuxième ordre de diffraction du réseau est enregistrée à l'aide d'une chaîne de mesure identique à celle décrite dans le paragraphe II-3.

Les réseaux sont placés dans un tube en silice pure sur lequel un four peut coulisser. Le revêtement en polymère situé sur la partie de fibre soumise aux variations de températures est enlevé avant la première élévation thermique. En général, les mesures portent sur plusieurs réseaux séparés par une distance d'environ un centimètre sur la fibre. La température des réseaux est mesurée par un capteur de température composé d'un thermocouple en chrome et en nickel. Les réseaux sont inscrits sur une portion de fibre longue de 3 cm au maximum. Nous formulons l'hypothèse que la température de tous les réseaux est identique. Cependant, plus la température du four est élevée, plus le gradient de température à l'intérieur de celui-ci est important ($\Delta\theta = 1°\ C/_{cm}$ à 500° C).

Les élévations thermiques sont réalisées selon deux lois cinétiques :

Loi A : La température du four est progressivement élevée par échelon thermique. La transmission spectrale de la fibre est enregistrée après un délai de trente minutes pendant lequel la température du four est maintenue constante (rampe thermique en échelon).

Loi B : La température du four est élevée à une température T, maintenue à cette température pendant trente minutes, puis abaissée à l'ambiante (créneau de température). Les enregistrements des spectres sont réalisés à température ambiante. Après application de ce premier cycle thermique la température de la fibre est portée à T' > T afin de réaliser un nouveau créneau thermique.

IV- 1 - 1 - c - Expériences

Les figures II-17-a et II-17-b représentent les évolutions thermiques de la transmission à la longueur d'onde de résonance de réseaux inscrits respectivement dans les fibres C et D (FPG2034 et BPG285) (réseau G_{1C} ; G_{2C} dans la fibre C ; G_{1D} ; G_{2D} dans la fibre D).

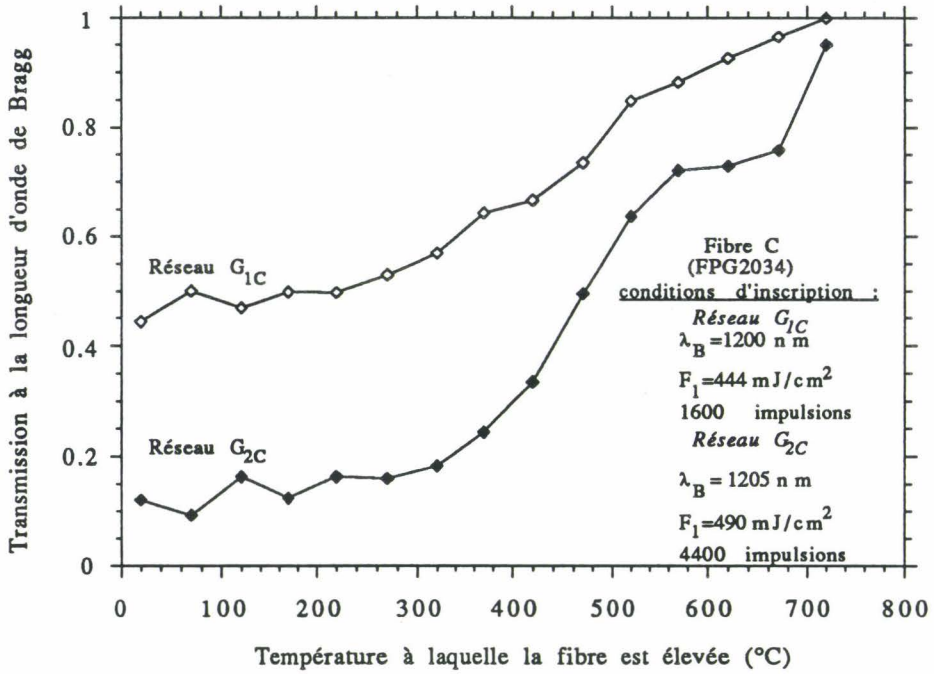


Figure II-17-a :Evolution thermique de la transmission de deux réseaux de Bragg inscrits dans la fibre C et soumis à des échelons de température (la durée d'un échelon est égale à 30min.)

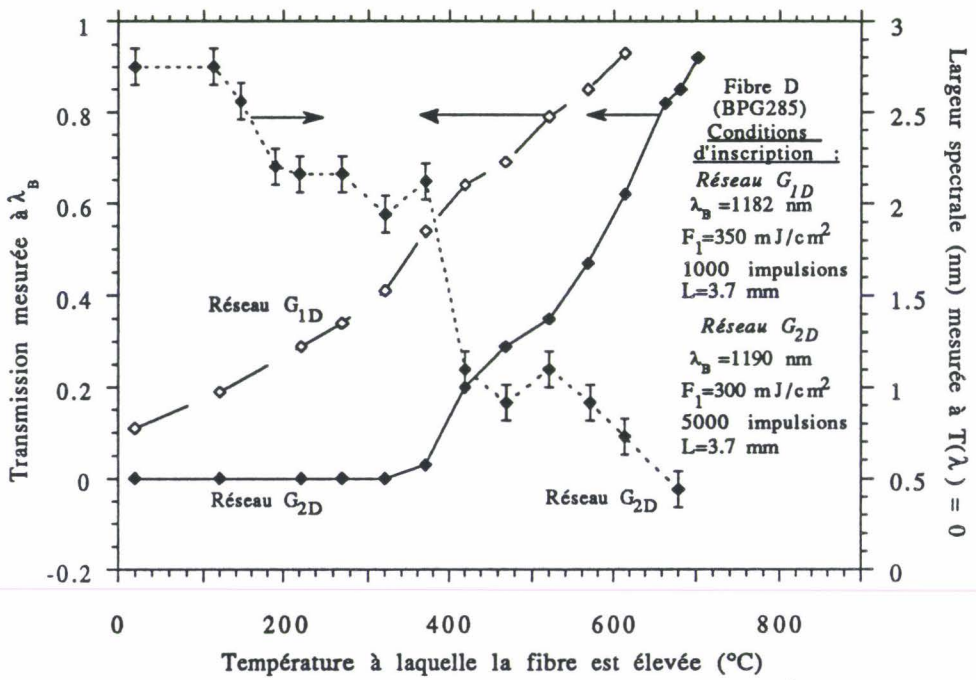


Figure II-17-b :Evolution thermique de la transmission et de la largeur spectrale de réseaux inscrits dans la fibre D et soumis à des échelons de température (la durée d'un échelon est égale à 30min.)

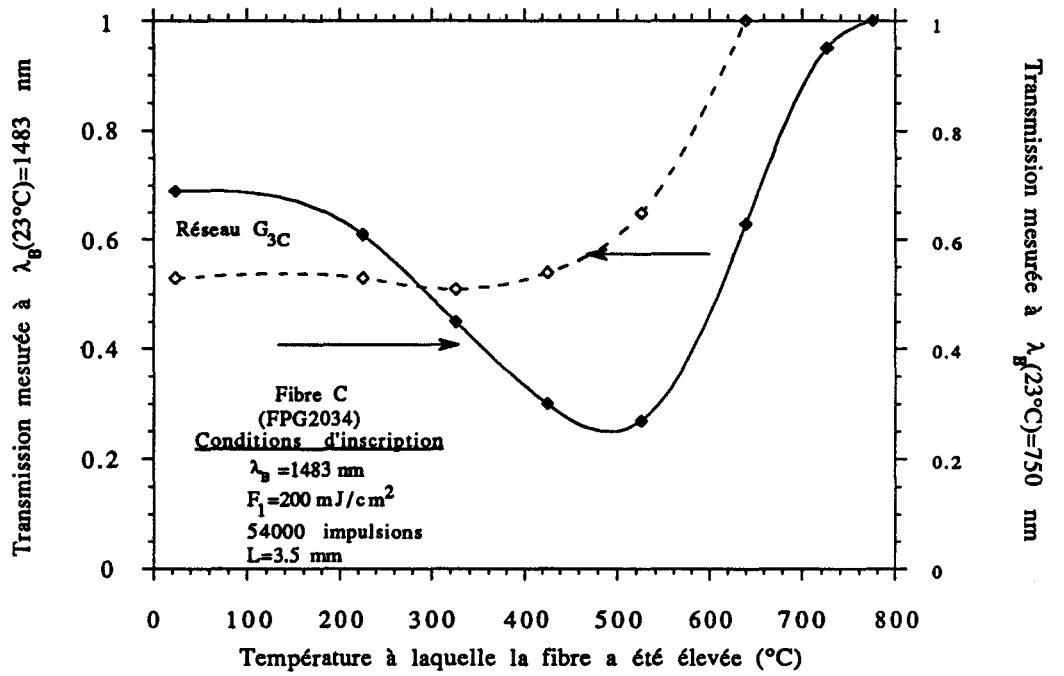


Figure II-17-c : Evolution thermique de la transmission d'un réseau soumis à des créneaux de température et mesurée dans le premier et le deuxième ordre de diffraction

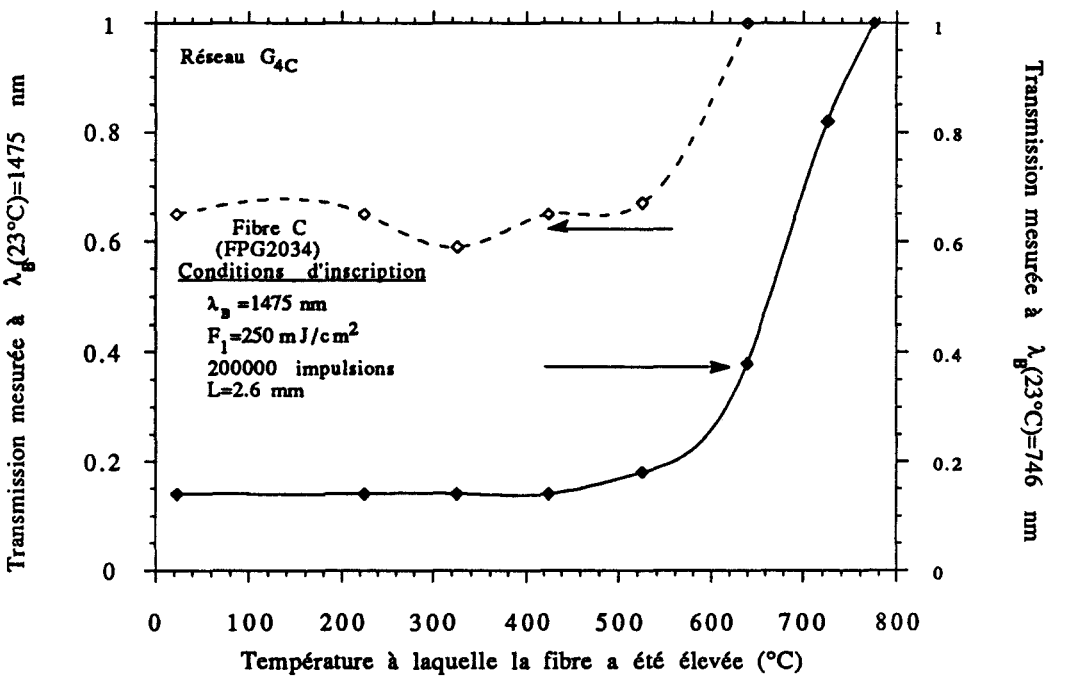


Figure II-17-d :Evolution thermique de la transmission d'un réseau soumis à des créneaux de température et mesurée dans le premier et le deuxième ordre de diffraction

Les inscriptions des réseaux G_{1C} et G_{1D} sont arrêtées au début de la croissance du spectre de type I (dans la phase 1). Les fluences totales cumulées sont de 0,7 kJ/cm^2 dans la fibre C et de 0,35 kJ/cm^2 dans la fibre D.

Les inscriptions des réseaux G_{2C} et G_{2D} sont poursuivies jusqu' à ce que les réflectivités spectrales des réseaux atteignent un niveau de saturation. Les fluences totales accumulées dans les fibres C et D sont respectivement égales à 2,16 kJ/cm^2 et à 1,5 kJ/cm^2.

Dans la fibre C, la fluence cumulée correspond aux conditions de saturation de la photosensibilité de type I. Dans la fibre D, la fluence cumulée est plus faible d'un ordre de grandeur que la fluence nécessaire pour obtenir la saturation de la photosensibilité de type I.

Les quatre réseaux sont soumis à des échelons de température selon la loi A.

L'examen de la figure II-17-a montre que les transmissions spectrales des réseaux G_{1C} et G_{2C} augmentent très légèrement dès l'application des premiers échelons thermiques. La croissance de la transmission spectrale devient significative dès que la température θ est supérieure à 230° C pour le réseau G_{1C} et supérieure à 350° C pour le réseau G_{2C}. Les spectres des deux réseaux ne sont plus détectés pour des températures supérieures à 700° C.

Dans la fibre D (figure II-17b), la transmission de G_{1D} croit significativement dès l'application du premier échelon thermique (θ > 120° C). Le spectre du réseau G_{1D} n'est plus détecté pour des températures supérieures à 620° C.

La transmission saturée de G_{2D} reste nulle jusque θ = 320° C. La largeur spectrale du réseau diminue de manière significative dès que θ > 150° C.

La relation 16 a du chapitre montre que lorsque la réflectivité d'un réseau est saturée, la largeur de la courbe de réflectivité spectrale est proportionnelle à $\Delta n'_1$. La diminution de la largeur spectrale du réseau signifie que $\Delta n'1$ décroît sous l'effet de l'élévation thermique. L'effet reste cependant suffisamment faible pour que la transmission de G_{2D} reste nulle lorsque θ < 320° C.

Les figures II-17-c et II-17-d montrent l'évolution de transmissions des réseaux G_{3C} et G_{4C} enregistrées dans le premier et le deuxième ordre lorsque les réseaux sont soumis à des créneaux de température (loi B). Les transmissions sont enregistrées à température ambiante. Les deux réseaux sont inscrits dans la fibre C avec des fluences totales respectives de 10,8 kJ/cm^2 et 50 kJ/cm^2. Ces conditions d'irradiation correspondent, dans le premier ordre, à l'apparition

d'un réseau de type IIA dont la transmission est arrêtée à une valeur T = 0,7 (réseau G_{3C}) et à l'inscription d'un réseau de type IIA dont la transmission a atteint un niveau de saturation T = 0,15 (réseau G_{4C}).

A θ = 23°C, la longueur d'onde de Bragg du réseau G_{3C} est située vers 1483 nm dans le premier ordre et vers 750 nm dans le deuxième ordre. La longueur d'onde de résonance du réseau G_{4C} à cette température est égale à 1475 nm. Dans l'ordre deux, le réseau est détecté à une longueur d'onde égale à 746 nm.

Le régime de propagation vers 750 nm n'est plus monomode puisque la longueur d'onde de coupure du mode LP_{11} est située à 970 nm. Nous supposons que le chauffage de la fibre ne modifie pas la répartition de la puissance optique distribuée entre les modes LP_{01} et le mode LP_{11}.

La transmission du réseau G_{3C} enregistrée dans le premier ordre de diffraction diminue de T = 0,7 à T = 0,25 lorsque la température augmente jusqu'à 500°C. En tenant compte des erreurs de mesures, la transmission dans le second ordre reste égale à T = 0,52. Pour des températures supérieures à 525°C, les transmissions dans le premier et second ordre diminuent. Les deux ordres du réseau G_{3C} ne sont plus détectés pour des températures θ > 770°C.

La transmission du réseau G_{4C} dans le premier ordre reste inchangée, compte tenu des erreurs de mesure, jusqu'à θ = 520°C environ puis croît régulièrement pour devenir sensiblement égale à 1 vers 800°C.
Dans le second ordre, la transmission reste égale à T = 0,63 ± 0,05 nm jusqu'à 520°C. Le spectre du réseau n'est plus détecté pour des températures supérieures.

IV- 1 - 1 - d - Discussion

Les résultats obtenus sur la fibre C sont résumés dans le tableau II-6. L'examen de ce tableau fait apparaître un résultat dont les conséquences pratiques sont importantes. La transmission spectrale d'un réseau de type IIA ne commence à évoluer de façon significative ($\Delta T \approx 0.05$) qu'après application de créneaux thermiques portant le réseau à une température supérieure ou égale à 520° C. Les autres transmissions spectrales évoluent à des températures significativement plus basses.

Phase dans laquelle l'inscription est arrêtée	Cinétique de l'élévation thermique	Evolution de la transmission T dans le 1er ordre de diffraction	Evolution de la transmission T dans le 2ème ordre de diffraction
Phase 1 Début de l'inscription du spectre de type I	Echelons de température	•Augmentation significative de T à partir de θ>230°C ••Disparition du spectre à θ=700°C	
Phase 2 La transmission du spectre de type I a atteint son niveau de saturation mais la photosensibilité de type I n'est pas saturée	Echelons de température	•Augmentation significative de T à partir de θ>350°C ••Disparition du spectre à θ=700°C	
Phase 3 La transmission du spectre de type IIA commence à augmenter	creneaux de température	•Diminution de T pour 20°C<θ<525°C puis augmentation de T pour θ>525°C ••disparition du spectre à θ = 770°C	•Augmentation de T pour θ>450°C ••disparition du spectre à θ = 640°C
Phase 4 La transmission du spectre de type IIA a atteint un niveau de saturation	creneaux de température	•Augmentation de T à partir de θ>520°C ••disparition du spectre à θ = 770°C	•Augmentation de T pour θ<520°C ••disparition du spectre à θ ≈620°C.

tableau II-6 : Evolution de la transmission spectrale de réseaux inscrits dans la fibre C (FPG2034) lors d'élévations thermiques.

Les deux modèles phénoménologiques développés à partir des réactions (26) et (31) permettent de prévoir les différentes cinétiques d'effacement suivant la phase dans laquelle l'inscription du réseau est arrêtée, **à la condition toutefois de formuler une série d'hypothèses supplémentaires.** Le sens des réactions (26) ou (31) est inversé par l'élévation thermique. La réaction (26a) ou (31a) inversée commence à se produire significativement entre 150° C et 250° C suivant la nature des fibres. Elle est complètement inversée par chauffage de la fibre vers 450 - 500° C. La réaction (26b) ou (31b) commence à s'inverser vers 550° C. Elle est complètement inversée vers 750° C - 800° C.

Dans la première phase de l'inscription d'un réseau, la modulation d'indice provient essentiellement de l'effet photoréfractif de type I (courbe 1 de la figure II-14). Pour des températures supérieures à 200°C, la destruction réversible de cet effet provoque une diminution de l'amplitude de la variation d'indice $\Delta n'_1$. Il en résulte une augmentation de la transmission du réseau ainsi qu'une diminution de la largeur du spectre mesurées dans le premier ordre de diffraction. Ces dynamiques sont conformes aux observations représentées sur les figures II-17-a et II-17-b.

Au début de la phase 3 de l'inscription d'un réseau, la modulation d'indice provoquée par la photoréfractivité de type I présente une surmodulation provoquée par la variation d'indice négative liée à l'effet photoréfractif de type IIA (courbe 3 de la figure II-14-a). La périodicité de la modulation d'indice est diminuée de moitié : le spectre enregistré dans le premier ordre a disparu alors que l'intensité du spectre mesuré dans l'ordre deux est maximale. Le chauffage du réseau à une température comprise entre 230°C et 550°C provoque l'effacement de la variation d'indice saturée induite par la photoréfractivité de type I. Seule subsiste à 550° C la contremodulation de la photoréfractivité de type IIA. Sa périodicité est égale à Λ : la transmission spectrale enregistrée dans l'ordre un décroît lors de l'élévation de température alors que la transmission spectrale dans l'ordre deux croît. L'effet photoréfractif de type II-A disparaît progressivement pour des températures supérieures à 550°C entraînant la disparition des spectres mesurés dans les deux ordres de diffraction. *L'évolution générale des transmissions spectrales en fonction de la température, présentée sur la figure II-17-c est conforme à ce résultat.*

Dans la phase 4 de l'inscription d'un réseau, nous allons suivre l'évolution de la transmission du spectre d'ordre 1 en considérant les variations de la densité de population des constituants A, B, C ou C' et D (relations (26) ou (31)). La dynamique d'évolution thermique de la transmission spectrale du réseau est différente suivant le modèle envisagé. Nous allons ainsi pouvoir choisir le modèle qui conduit à des résultats conformes à nos observations.

Dans cette phase, l'effet photoréfractif de type I est saturé. Le premier modèle (décrit par les deux réactions (26a) et (26b)) prévoit une concentration identique du constituant B en chaque point sur la fibre sur toute la longueur L du réseau. Une forte densité de population du constituant D est localisée dans les zones où l'indice est minimum. Le second modèle (réactions (31a) et (31b)) prédit une forte concentration du constituant B dans les régions où l'indice est maximum (frange noire) et une forte concentration en constituant C' où l'indice est minimum (frange brillante).

La photoréfractivité de type I disparaît progressivement lorsque la température de la fibre est élevée entre 150°C jusqu'à 500°C. Dans les deux modèles, la disparition de l'effet photoréfractif de type I est reliée à une diminution de la concentration du constituant B.

Selon le premier modèle, cette diminution n'influe pas sur l'amplitude de la modulation d'indice. La transmission du spectre d'ordre 1 reste constante dans ce domaine de température. Selon le second modèle, la disparition du constituant B provoque une diminution de l'amplitude de la modulation d'indice. La transmission du spectre d'ordre 1 diminue alors entre 250°C et 500°C.

Expérimentalement, les transmissions spectrales mesurées au premier ordre de diffraction restent constantes jusqu'à 520°C environ. Cette dynamique d'évolution nous permet de privilégier le premier modèle décrit par les réactions :

$$A \rightarrow B \qquad (26a) \qquad \text{et} \qquad C \rightarrow D \qquad (26b)$$

La concentration du constituant D décroît pour des températures supérieures à 550°C. Cette décroissance entraîne une diminution de l'amplitude de la variation d'indice : le spectre d'ordre 1 disparaît entre 550°C et 800°C.

T.E. Tsaï, E.J. Friebele et D.L. Griscom ont mesuré l'évolution thermique de la concentration des centres paramagnétiques présents dans une préforme germanosilicate préalablement irradiée par un rayonnement ultraviolet [33]. Dans cette expérience, l'échantillon est irradié avec une radiation dont la longueur d'onde est accordée à 248 nm. La fluence totale cumulée sur la préforme est égale à 0,25 kJ/m^2. Les échantillons sont soumis à des créneaux thermiques de dix minutes et la concentration en spins est enregistrée à température ambiante par spectroscopie R.P.E. Si nous prenons comme hypothèse que la concentration de défauts induits dans la préforme est identique à celle induite à une même dose dans la fibre [34], les cinétiques d'effacement thermique des spectres des réseaux peuvent être comparées aux variations de concentration des défauts mesurées dans [33].

Dans nos expériences, les spectres de type I commencent à s'effacer à 200°C, la cinétique d'effacement augmente entre 300°C et 400°C, l'effacement est total au-delà de 650°C. Les spectres de type IIA commencent à s'effacer vers 550°C et ne sont plus détectés vers 800°C.

Dans les expériences de Tsaï et al, les centres Ge (1) et Ge (2) commencent à disparaître vers 200°C. La cinétique de destruction augmente fortement entre

300°C et 400°C. A 350°C (ou 400°C respectivement), leur concentration à diminué d'un ordre de grandeur par rapport à la concentration initiale [28].

Les centres Ge(E'), Ge(E'$_{d1}$) et Ge(E'$_{d2}$) présentent une résistance thermique supérieure à celle des centres Ge(1) et Ge(2). Les centres de type Ge(E') commencent à être détruits faiblement lorsque les températures deviennent supérieures à 400°C, la destruction totale étant achevée vers 750°C.

A partir de ces observations, nous pouvons formuler un certain nombre d'hypothèses :

1) Les centres Ge (1) et Ge (2) ne sont directement responsables que d'une faible proportion de la photoréfractivité de type I. Cette hypothèse est étayée par la constatation suivante. L'irradiation ultraviolette modifie le spectre d'absorption du matériau : une bande d'absorption induite centrée à 280 nm est attribuée aux centres Ge (1) alors qu'une bande centrée vers 210 nm est attribuée aux centres Ge (2). Ces modifications dans le spectre d'absorption se traduisent par une augmentation de l'indice du matériau (relations de Kramers-Kronig). Une destruction des deux centres ramène le spectre d'absorption à son état initial, le réseau est alors complètement effacé pour des températures supérieures à 400°C. Ce point est contraire à nos observations.

Néanmoins, d'après J.L. Archambault, des réseaux de type I inscrits par une irradiation ultraviolette appliquée selon une dose inférieure à 6,75 J/cm^2 ont été effacés après une exposition de quelques secondes à une température de 450°C [12]. Dans ce cas, la destruction de ces réseaux semble bien corrélée à la formation des centres Ge (1) et Ge (2).

Nous pouvons donc supposer que, selon les types de fibre, l'irradiation ultraviolette induit les phénomènes à l'origine d'une part des centres Ge (1) et Ge(2) et d'autre part de centres inconnus selon des proportions notablement différentes.

2) L'évolution de la destruction thermique des centres de type Ge (E') reproduit assez mal celle de la destruction thermique du spectre de type I alors qu'elle reproduit assez bien celle qui correspond au spectre de type IIA [33]. Cette observation ne signifie pas que ces centres sont directement responsables de la photoréfractivité de type IIA.

IV - 1 - 2 - Evolution de la longueur d'onde de résonance

L'évolution de la longueur d'onde de Bragg de réseaux soumis à des élévations thermiques a fait l'objet d'un article présenté dans la référence [35].

IV- 1 - 2 - a - Objectifs de l'étude

La longueur d'onde de Bragg d'un réseau augmente avec la température à laquelle la fibre est élevée. Cette augmentation est provoquée par une modification réversible des propriétés de la fibre (dilatation mécanique, effet thermo-optique) [8]. Elle est aussi provoquée par une modification irréversible de la variation moyenne d'indice qui a été induite lors de l'inscription des réseaux.

Notre objectif consiste à mettre en évidence la modification irréversible de l'effet photoréfractif en mesurant :

- le déplacement de la longueur d'onde de Bragg lorsque la température de la fibre est élevée à une température T
- le déplacement de la longueur d'onde de Bragg lorsque la température de la fibre a été élevée à une température T puis ramenée à la température ambiante.

IV- 1 - 2 - b - Méthodologie

Trois réseaux notés I, II, III sont inscrits à température ambiante dans les fibres A et C (FPGA469PrII ou FPG2034). Les réseaux I et II, espacés d'environ un centimètre, sont soumis à des élévations thermiques. Le réseau III fournit une référence de longueur d'onde. Il est maintenu à une température ambiante ($\Delta\theta = \pm 2°C$) ou dans une enceinte thermostatée ($\Delta\theta < 0{,}1°C$). A 20°C, les longueurs d'ondes de résonance sont choisies afin que la longueur d'onde de Bragg du réseau de référence soit spectralement proche des autres réseaux ($\lambda_B - \lambda_{Bref} < 5nm$ où λ_B représente la longueur d'onde de Bragg du réseau étudié et λ_{Bref} est la longueur d'onde de Bragg du réseau de référence).

Un éventuel allongement indésiré de la fibre peut entraîner une variation des longueurs d'onde de résonance. Afin d'éviter ce problème, la partie de fibre dans laquelle les réseaux sont inscrits est placée dans un tube de quartz. La fibre est collée à chacune des extrémités du tube en prenant soin qu'elle ne soit soumise à aucune tension.

Les conditions d'inscription des réseaux faisant l'objet de l'étude sont présentées dans le tableau II-7. Les spectres des réseaux a, b, c et d sont de type I. Le spectre du réseau $G4_C$ est de type IIA.

Nous nous sommes tout d'abord proposé de mesurer les déplacements de la longueur d'onde de résonance des réseaux c, d lorsque la fibre est soumise à une rampe thermique en échelon selon la loi A décrite au paragraphe IV-1-1-b.

Type de fibre	Nom du réseau λB	Nombre d'impulsions	Transmission Longueur du réseau	Évolution de λ_B après une élévation de température de 250° C
Fibre A FPGA469PrII	a 730,366 nm	5600 tirs	0,02 6,25 nm	- 0,053 nm
	b 729,943 nm	545 tirs	0,15 6,25 nm	- 0,036 nm
	c 1103,88 nm	1700 tirs	0,29 2,4 nm	non mesurée
	d 1105,17 nm	14400 tirs	0,09 2,4 nm	non mesurée
Fibre C FPG2034	G4c 1475 nm	200000 tirs	0,14 2,6 nm	- 0,15 nm

Tableau II-7 : Caractéristiques des fibres et des réseaux de Bragg utilisés dans l'étude

L'enregistrement de la transmission spectrale et la mesure de la longueur d'onde de Bragg des réseaux c et d sont effectués à la température θ dans le premier ordre de diffraction. Le déplacement de la longueur d'onde de Bragg du réseau $G4c^*$ est enregistré à la température ambiante après l'application de chaque créneau thermique (loi B du paragraphe IV-1-1-b). Le montage utilisé pour enregistrer l'évolution des caractéristiques spectrales des réseaux est présenté sur la figure II-16. La température du réseau de référence est maintenue à 21°C ± 2°C. La précision des mesures de la longueur d'onde de Bragg est estimée à $\pm 3.10^{-2}$nm.

Cette précision s'est avérée insuffisante pour mettre en évidence des variations significatives de la longueur d'onde de Bragg mesurée à température ambiante après une élévation thermique de la fibre inférieure à 100°C.

Nous avons donc mis au point une méthode spectroscopique offrant une précision améliorée. Les mesures ont été effectuées sur les spectres des réseaux a et b après que ces derniers aient été soumis à un créneau thermique. Les réseaux a

* L'évolution de la transmission spectrale de ce réseau a été présentée en fonction de la température dans le paragraphe IV-1-1

BU LILLE

et b sont placés dans le four dont la température est stabilisée tandis que le réseau de référence est laissé à la température ambiante. Après trente minutes de chauffage, le tube de quartz est enlevé du four et installé dans une enceinte thermostatée de façon à ce que les fluctuations de la température de la fibre soient inférieures à 0,1°C.

Le montage permettant la mesure des longueurs d'onde de Bragg des réseaux utilise un laser à colorant dont la cavité est en anneau (figure II-18). La longueur d'onde du faisceau issu de ce laser est balayée continûment de façon à rentrer successivement en résonance avec les longueurs d'onde de Bragg des trois réseaux. La largeur de la raie laser est de 1MHz. La puissance optique transmise par la fibre est mesurée par un détecteur au silicium noté S_2. Les longueurs d'onde de Bragg des réseaux sont supérieures à la longueur d'onde de coupure λ_c si bien que le régime de propagation est monomode. Une partie de la puissance optique du faisceau incident sur la fibre est prélevée au moyen d'une lame séparatrice puis détectée par un détecteur au silicium S_1. Un amplificateur à détection synchrone permet la détection et l'amplification des deux signaux reçus. Afin de s'affranchir en partie des variations de la puissance du faisceau incident, un rapport des deux signaux est effectué pour chaque longueur d'onde.

La mesure de la longueur d'onde du laser à colorant est réalisée à l'aide d'une série d'étalons de type Fabry-Perot d'épaisseurs variées stabilisées en température. Cette mesure est contrôlée par un micro-ordinateur.

Une série d'expériences préliminaires a montré que la reproductibilité des mesures de la longueur d'onde est égale à 3.10^{-4} nm à la condition que la fibre ne soit pas déplacée (sortie de l'enceinte, puis remise en place de la fibre dans l'enceinte). Dans le cas où la fibre est déplacée, un changement de l'état de polarisation du faisceau en sortie de fibre [8] entraîne une chute de la précision des mesures : l'incertitude de mesure est alors estimée à $\pm 3.10^{-3}$nm.

IV- 1 - 2 - c - Expériences

Expérience n°1 : comportement des caractéristiques spectrales d'un réseau soumis à deux séries d'échelons thermiques. Montage expérimental représenté sur la figure II-16

Les courbes présentées en traits pleins sur la figure II-19 montrent l'évolution de la longueur d'onde de Bragg des réseaux c et d lorsqu'ils sont soumis à une première série d'échelons de température. La forme de ces courbes s'avère légèrement parabolique : nous pouvons alors représenter l'évolution de

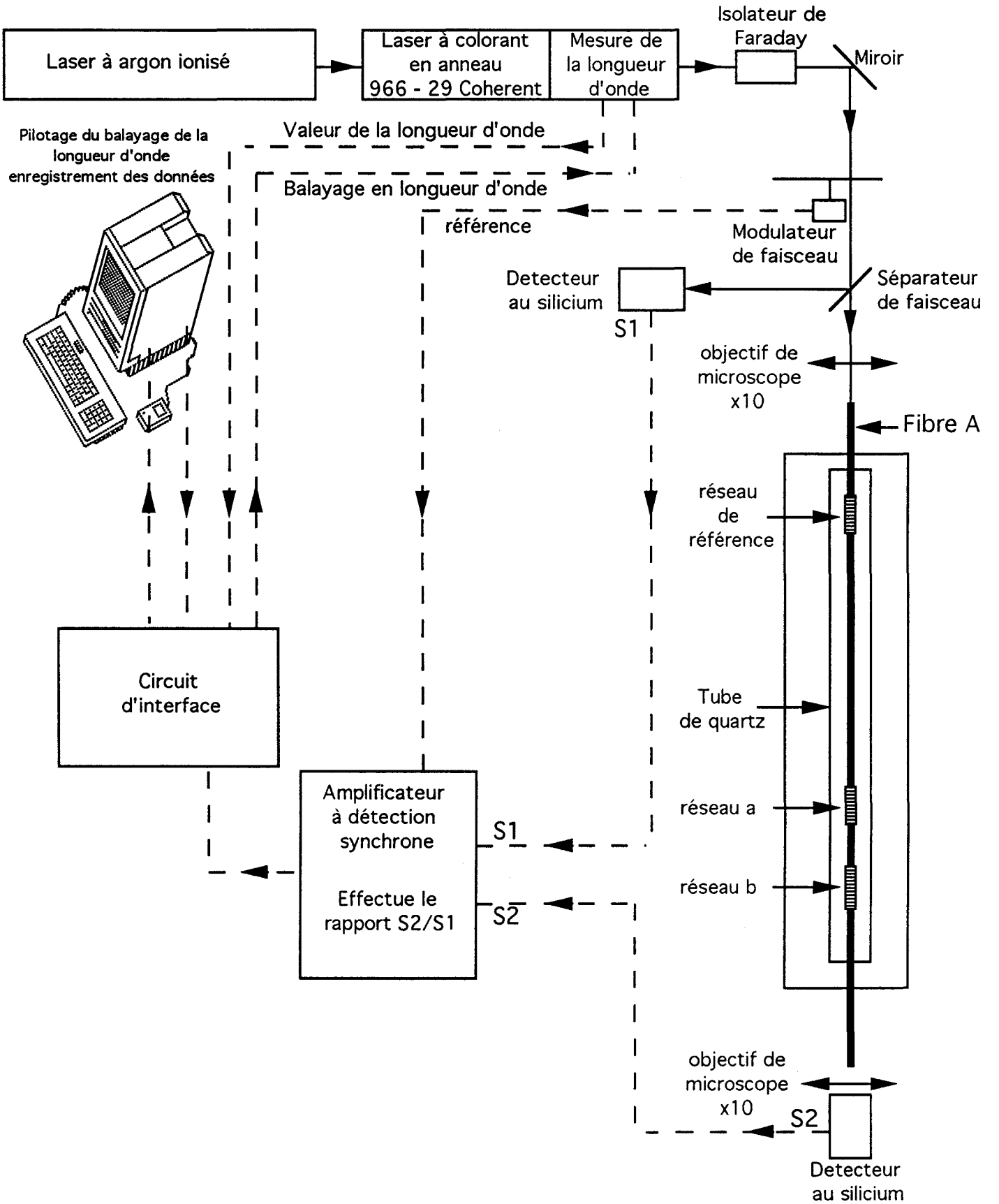


Figure II-18 : Dispositif permettant l'enregistrement de l'évolution de la longueur d'onde de Bragg (précision des mesures de longueur d'onde 3.10-3 nm)

la longueur d'onde de Bragg par la relation (34) :

$$\lambda_B = M_0 + M_1\theta + M2\theta^2 \qquad (34)$$

θ représente la température de la fibre exprimée en ° C. Les coefficients M_0, M_1 et M_2 sont obtenus en ajustant les résultats expérimentaux à l'aide de la méthode des moindres carrés. Les résultats sont reportés dans le tableau II-8. Le dernier chiffre entre parenthèses représente l'erreur standard. Le chi carré est représenté par la relation (35) :

$$\chi^2 = \sum_{i=1}^{N} \left(\frac{y_i - y(x_i)}{\sigma_i} \right)^2 \qquad (35)$$

Les points (x_i, y_i) sont obtenus à partir de la courbe expérimentale. $y(x_i)$ représente la valeur de la courbe ajustée en x_i, σ_i la précision sur la $i^{ème}$ mesure (cette valeur est considérée constante).

Nous remarquons que les coefficients M_2 obtenus lors du premier cycle de chauffage sont différents pour les réseaux c et d même si l'on prend en compte l'erreur standard. Les transmissions des réseaux c et d commencent à croître lorsque les températures deviennent supérieures à 150°C (la transmission du réseau c passe de T = 0,29 à 150°C à T = 0,48 à 425°C).

Après un dernier créneau thermique de 425°C, nous recommençons un second cycle de chauffage des réseaux c et d. L'évolution des longueurs d'onde de Bragg de ces réseaux est une nouvelle fois mesurée entre 25°C et 425°C. La courbe est représentée en ligne pointillée sur la figure II-19. Les valeurs des coefficients M_2 correspondant à chaque réseau sont cette fois identiques, compte-tenu des erreurs numériques (tableau II-8).

Durant le second cycle de chauffage, les transmissions des réseaux c et d restent sensiblement constantes à la sensibilité de mesures près ($\Delta T = \pm 0,05$).

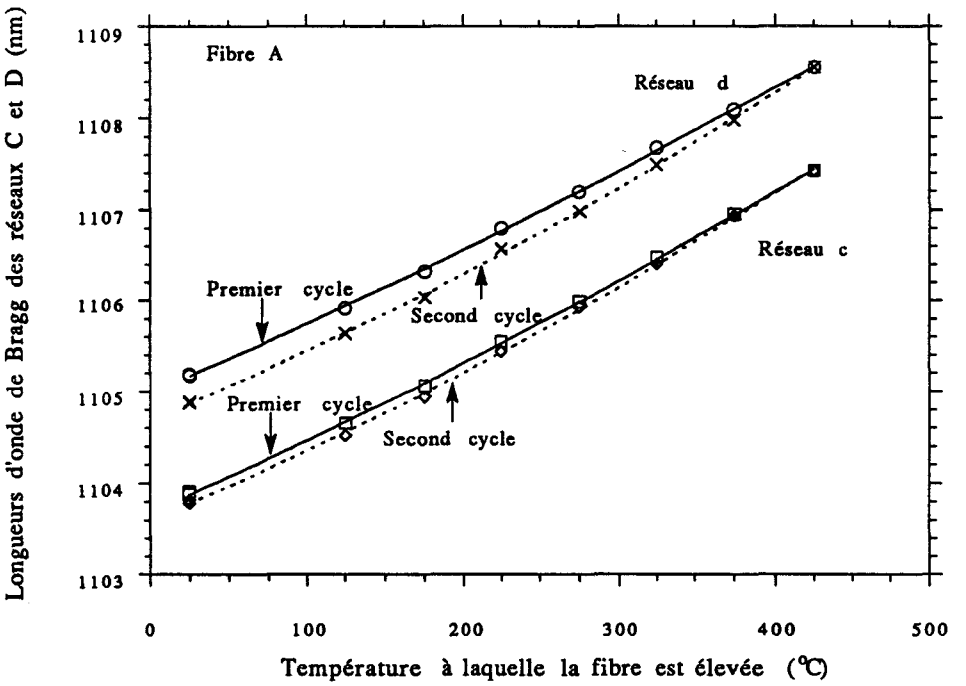


Figure II-19 : Evolution de la longueur d'onde de Bragg des réseaux c et d soumis à des échelons de température suivant un premier puis un second cycle thermique. (Mesures effectuées avec le montage expérimental de la figure II-16)

	premier cycle		second cycle	
Coefficients	c	d	c	d
M0	1103,694 (3)	1104,983 (2)	1103,406 (3)	1104,896 (3)
M1 (x 10-3)	7,38 (7)	7,40 (6)	7,02 (8)	7,01 (8)
M2 (x 10-6)	2,5 (2)	3,4 (2)	4,8 (2)	4,8 (2)
χ^2	0,0045	0,0033	0,0052	0,0061

Tableau II-8 : Coefficients obtenus en ajustant les résultats expérimentaux présentés sur la figure II-19

Expérience n°2 : mesure avec une précision améliorée du comportement thermique des caractéristiques spectrales de réseaux de Bragg après plusieurs recuits successifs. Montage expérimental représenté sur la figure II-18

Une seconde série d'expériences consiste à mesurer, avec une incertitude estimée à $\pm$ 3.10^{-3} nm, l'évolution de la longueur d'onde de résonance des réseaux a et b après l'application de plusieurs créneaux thermiques successifs.

L'expérience est conduite selon le protocole suivant. La fibre est tout d'abord soumise à une série de trois créneaux thermiques à la température θ_1. Un créneau consiste à élever la température de la fibre à θ_1 = 100° C pendant 30 mn puis à la refroidir à la température ambiante afin de mesurer les longueurs d'onde de Bragg des réseaux. Une deuxième série de trois créneaux thermiques est alors appliquée en élevant la fibre à la température θ_2 (θ_2 = 150° C), puis une troisième à θ_3 = 200 ° C et enfin une quatrième à θ_4 = 250° C.

Cette expérience permet d'effectuer les observations suivantes :

♦ un phénomène d'hystérésis est mis en évidence après l'application d'un **premier** créneau thermique dans chaque série et ceci dès la première série effectuée à θ_1 = 100°C. La longueur d'onde de Bragg de chaque réseau est plus faible après application du premier créneau thermique qu'avant. L'écart entre la longueur d'onde de Bragg initiale et la longueur d'onde de Bragg mesurée après l'application du premier créneau de chaque série augmente avec le numéro de la série, c'est-à-dire avec θ. Cet effet est représenté sur la figure II-20-a.

♦ Nous ne décelons, par contre, plus de changement significatif de la longueur d'onde de Bragg après l'application des deuxième et troisième créneaux de chaque série (θ est fixée). Cette observation permet de conclure que, dans le domaine d'élévation thermique étudié, 30 minutes d'échauffement du réseau à la température θ suffisent pour que les effets d'hystérésis, mis en évidence par le déplacement de la longueur d'onde de Bragg, puissent être considérés comme négligeables.

Expérience n°3 : Mesure de l'évolution de la longueur d'onde de Bragg d'un spectre de type IIA lorsque la fibre est soumise à des créneaux de température.

Sur la figure II-20-b, nous présentons l'évolution de la longueur d'onde de résonance d'un réseau de type IIA saturé inscrit dans la fibre C. Ses conditions d'inscriptions sont présentées dans le tableau II-7.
La longueur d'onde de Bragg diminue de 0,58 nm entre 20°C et 525°C puis augmente de 0,55 nm entre 525°C et 725°C. La transmission de ce réseau reste stationnaire à T = 0,14 jusqu'à 525°C puis augmente de façon monotone jusqu'à 770°C. A cette température, les spectres des réseaux d'ordre 1 et 2 ne sont plus détectés [20] (figure II-17-d).

IV - 1 - 2 - d - Discussion

Évolution de la longueur d'onde de Bragg de spectres de type I (λ_B est mesurée à température ambiante).

Une augmentation de la longueur d'onde de Bragg a été mesurée lors de l'inscription des réseaux de type I. Elle est liée à une augmentation de l'indice effectif moyen du coeur de la fibre lors de la photoinscription du réseau (relation 10).

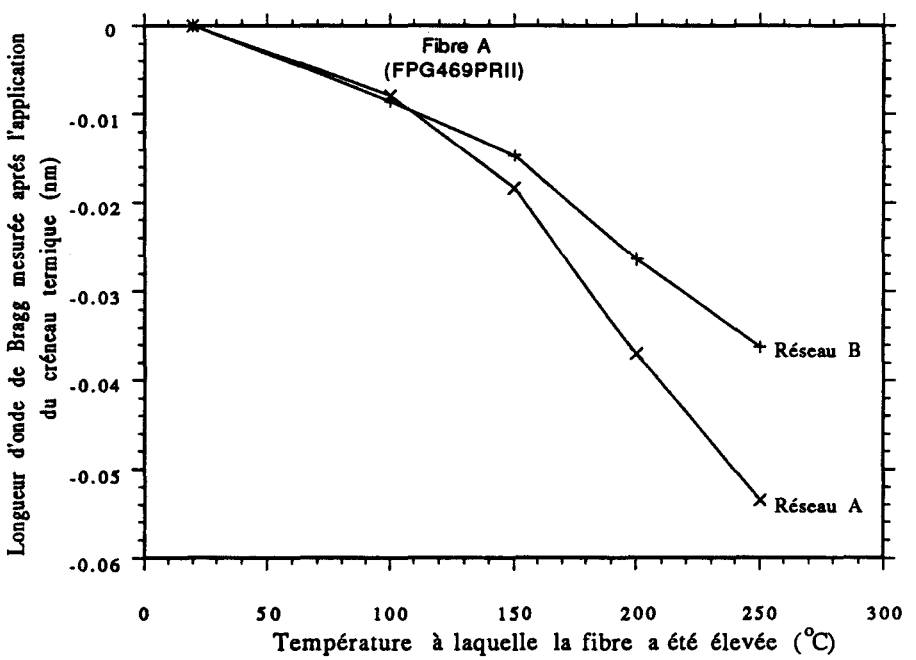


Figure II-20-a : Translation de la longueur d'onde de Bragg mesurée à température ambiante dans la fibre A aprés l'application de créneaux thermiques

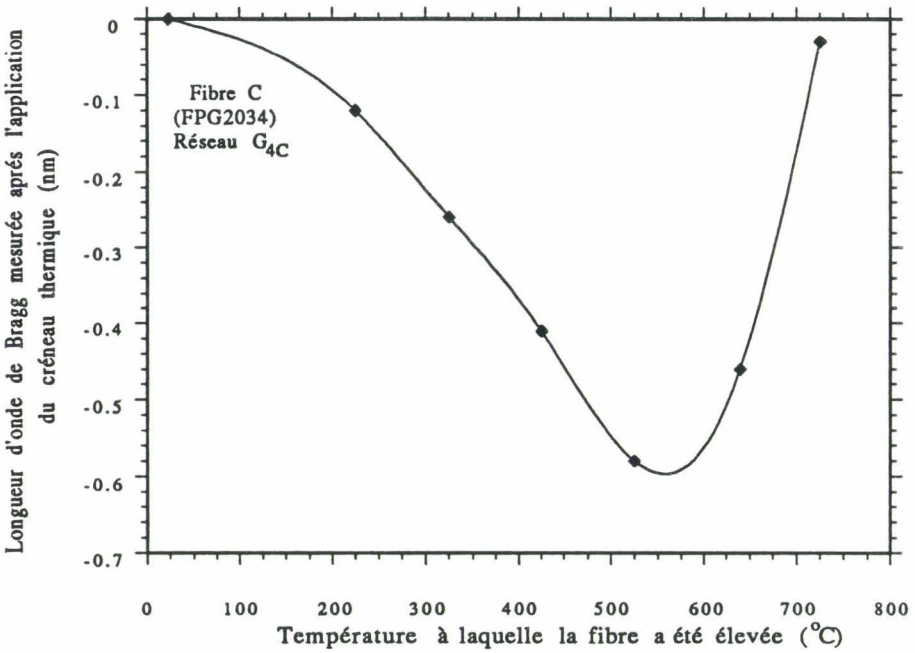


Figure II-20-b :Translation de la longueur d'onde de Bragg mesurée à température ambiante dans la fibre C aprés l'application de créneaux thermiques

Après l'application d'un premier créneau thermique, la longueur d'onde de Bragg d'un spectre de type I mesurée à température ambiante s'avère inférieure à celle mesurée à température ambiante juste avant l'application du créneau. Cette évolution permanente est d'autant plus importante que le nombre d'impulsions lors de l'inscription est élevé (tableau II-7). Par exemple, la longueur d'onde de Bragg du réseau a, inscrit en 5600 tirs, diminue de 0.053 nm après une élévation thermique à 250°C tandis que celle du réseau b, inscrit en 545 tirs, décroît de 0.036 nm après élévation de la fibre à la même température.

D'après notre modèle, la modulation d'indice provient essentiellement de la photoréfraction de type I, produite lors des premiers tirs laser. Son amplitude s'accroît au cours des tirs, augmentant de ce fait l'indice moyen. L'effet est d'autant plus important que le nombre d'impulsions est élevé et que la visibilité des franges est faible*. Un chauffage de la fibre se traduit par la transformation des constituants B en constituants A. Il en résulte une diminution de l'amplitude de la variation d'indice et de l'indice moyen. Ces diminutions sont proportionnelles

* Bien que par souci de simplification nous avons supposé que $\frac{\partial V}{\partial t} = 0$, il est vraisemblable que la visibilité des franges diminue au cours du temps.

à l'amplitude initiale de la variation d'indice. Elles sont donc une fonction croissante du nombre d'impulsions ayant été utilisé pour inscrire le réseau.

Évolution de la longueur d'onde de Bragg d'un spectre de type IIA (λ_B est mesurée à température ambiante).

Nous comparons l'évolution de la longueur d'onde de Bragg à celle que nous pouvons déduire de l'évolution de la concentration des différents constituants utilisés dans les réactions (26).

Le modèle retenu envisage une concentration uniforme du constituant B sur toute la longueur du réseau et une forte concentration du constituant D dans les régions ou l'indice est minimum (paragraphe IV-1-1-d). Pour des températures comprises entre 150°C et 550°C, la destruction du constituant B entraîne une diminution uniforme le long de l'axe z de l'indice de réfraction et donc une décroissance de l'indice moyen. Cette description phénoménologique est étayée expérimentalement : la figure II-20-b montre une diminution de la longueur d'onde de Bragg pour des températures comprises entre 20°C et 550°C.

Vers 550°C, l'indice est minimum aux points de la fibre où se trouvent les constituants D. Il est inférieur à l'indice moyen du coeur de la fibre. Pour des températures supérieures à 550°C, la transformation du constituant D en constituant C provoque une diminution de l'amplitude de la variation d'indice si bien que l'indice des régions où se trouvent les constituants D augmente. Il en résulte une augmentation de l'indice moyen. Sur la figure II-20-b, nous remarquons une augmentation de la longueur d'onde de résonance lorsque le spectre de type IIA commence à disparaître.

Les évolutions observées sont donc conformes à celles prévues par le modèle.

Étude de la variation de la longueur d'onde de Bragg d'un réseau en fonction de la température à laquelle il est porté.

Une élévation thermique provoque une dilatation de la fibre et un accroissement de l'indice du coeur et de la gaine (effet thermo-optique). Ces phénomènes induisent une augmentation de la longueur d'onde de Bragg $\Delta\lambda_B$ proportionnelle à la variation de température $\Delta\theta$ suivant la relation (36)

$$\Delta\lambda_B = \lambda_B \, (\bar{\alpha} + \xi) \, \Delta\theta \qquad (36a)$$

ou $\bar{\alpha}$ est le coefficient de dilatation thermique de la fibre et ξ le coefficient thermo-optique du coeur de la fibre. Il est supposé identique à celui de la silice [2] [36].

$$\bar{\alpha}_{silice} = 5{,}4.10^{-7}\ K^{-1} \quad (273\ K < T < 873\ K) \qquad (36b)$$
$$\xi_{silice}\ (\lambda = 0{,}64\ \mu m) = 6{,}7.10^{-6}\ K^{-1} \quad (293\ K < T < 313\ K)$$

Dans une même fibre, la relation (36a) prévoit des variations thermiques identiques de la longueur d'onde de Bragg quelles que soient les conditions d'inscription du réseau. Ce point est contraire aux observations que nous avons effectuées lors d'un premier cycle d'élévation thermique (tableau II-8). Les évolutions de la longueur d'onde de Bragg déduites de (36a) sont réversibles en fonction de la température. Elles ne peuvent donc pas expliquer les évolutions irréversibles enregistrées à température ambiante. La variation de la longueur d'onde de Bragg à la température θ n'est donc pas uniquement provoquée par une dilatation mécanique de la fibre et un effet thermo-optique.

En effet, lors du premier cycle de température, nous observons deux effets opposés :

- une variation positive de la longueur d'onde de Bragg induite par la dilatation et l'effet thermo-optique (réversible)
- une variation négative de la longueur d'onde de Bragg induite par une diminution de l'indice effectif moyen (permanente).

La variation négative s'avère permanente et provoque la variation de la longueur d'onde de Bragg mesurée à température ambiante. Néanmoins, nous avons montré que ce deuxième effet n'est plus décelé lors d'un second chauffage réalisé dans les mêmes conditions que le premier : la longueur d'onde de Bragg mesurée à température ambiante retrouve la valeur mesurée à la fin du premier cycle ; son évolution lors d'une élévation de température ne dépend plus des conditions d'inscription. L'évolution thermique des réseaux dépend maintenant uniquement du type de fibre utilisé [35]. Δn dépend de la température maximale atteinte lors de la première élévation thermique.

IV - 2 - Fibres soumises à des irradiations lumineuses

IV - 2 - 1 Irradiation transverse des réseaux de Bragg par le flux lumineux uniforme issu d'un laser pulsé dont la longueur d'onde est accordée vers 243 nm [9] [20]

IV - 2 - 1 - a - Objectif de l'étude

Nous présentons dans ce paragraphe les évolutions des caractéristiques spectrales de réseaux irradiés transversalement par un faisceau ultraviolet d'intensité uniforme de longueur d'onde accordée vers 243 nm.

Ces expériences ont été réalisées pour mettre à l'épreuve le modèle des deux effets photoréfractifs présenté dans les paragraphes précédents.

IV- 2 - 1 - b - Méthodologie

Deux réseaux sont inscrits respectivement dans les fibres C et E (FPG2034 et FPGA465Er). L'inscription du premier réseau est arrêtée lors de la phase d'effacement du spectre de type I tandis que l'inscription du deuxième réseau est poursuivie jusqu'à ce que la transmission du spectre de type IIA atteigne un niveau de saturation.

L'uniformité du flux lumineux est obtenue par une technique décrite dans le paragraphe III-5-2. Nous avons vérifié que les effets décrits dans ce paragraphe ne proviennent pas de franges "parasites" de même périodicité que celles qui ont été utilisées pour inscrire le réseau. Ces franges pourraient provenir par exemple de réflexions sur le dioptre que constitue la face arrière de la fibre. **Nous avons donc vérifié que nos observations sont indépendantes de l'angle d'incidence du faisceau ultraviolet sur la fibre.**

L'enregistrement du spectre de transmission de la fibre E au cours de l'irradiation est effectué dans le premier ordre de diffraction (figure II-3) tandis que le spectre de transmission de la fibre C est enregistré simultanément dans le premier et dans le second ordre de diffraction (figure II-4). Les montages sont décrits dans le paragraphe II-3.

Pour interpréter nos observations effectuées dans le second ordre de diffraction, nous supposons que l'irradiation n'introduit pas de couplage entre le mode LP_{01} et le mode LP_{11}.

IV- 2 - 1 - c - Expériences

Un premier réseau de longueur d'onde de Bragg 1480 nm est inscrit dans la fibre C. Son inscription est arrêtée après que 24000 impulsions aient été envoyées sur la fibre (Fl = 150 mJ/cm^2). Ces conditions correspondent à l'effacement partiel du spectre de type I (la transmission spectrale du réseau a déjà augmenté jusqu'à 0,55).

Un réseau est inscrit dans la fibre E par 100000 impulsions incidentes sur la fibre avec une fluence égale à 560 mJ/cm^2. Ces conditions correspondent à la formation d'un spectre de type IIA saturé. La longueur d'onde de Bragg est située vers 1083 nm.

Les figures II-21 et II-22 montrent respectivement les évolutions des différentes caractéristiques des réseaux de type I et de type IIA en fonction du nombre d'impulsions ou de la fluence totale cumulée lors d'une irradiation uniforme de la fibre.

Le réseau correspondant au spectre de type I est irradié uniformément avec une fluence de 75 mJ/cm^2. Les figures 21-a, b et c représentent respectivement :

- l'évolution de la transmission du spectre d'ordre 1
- l'évolution de la transmission du spectre mesuré dans le deuxième ordre de diffraction
- l'évolution de la longueur d'onde de Bragg du premier ordre de diffraction

Comme il apparaît sur la figure II-21-a, lorsque le nombre d'impulsions est inférieur à 10000, nous observons un effacement partiel du spectre du premier ordre. Un nouveau spectre se forme dès que le nombre de tirs devient supérieur à 10000. La transmission correspondant à ce nouveau spectre décroît et atteint un niveau de saturation de l'ordre de 0,1 puis croît lentement après 300000 impulsions. La figure II-21-c représente la variation de la longueur d'onde de Bragg du spectre d'ordre 1. La longueur d'onde de Bragg augmente tout d'abord au cours de l'effacement du spectre du réseau. Elle diminue ensuite continûment dès que le nombre d'impulsions devient supérieur à 10000 : après 10^6 impulsions, la longueur d'onde de Bragg est inférieure de 0,18 nm par rapport à la longueur d'onde de Bragg mesurée au début de l'inscription du réseau.

La figure II-21-b montre que les irradiations par éclairement ultraviolet uniforme effacent le spectre du réseau dans le second ordre de diffraction.

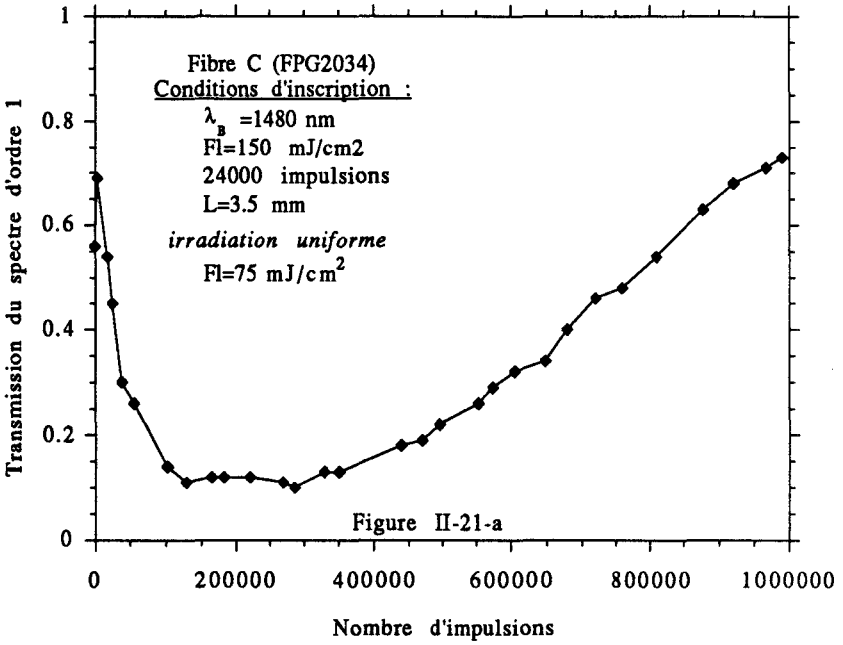


Figure II-21-a

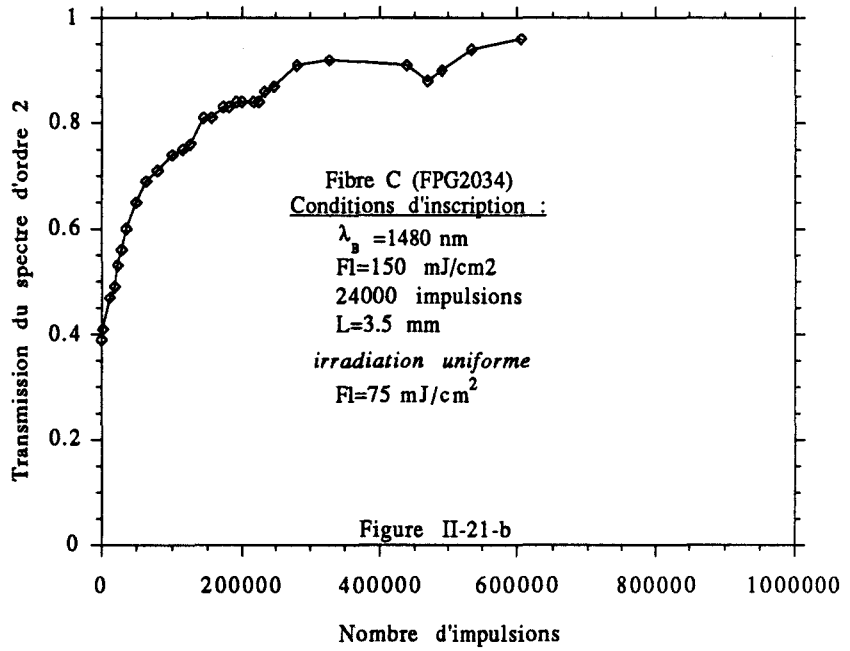


Figure II-21-b

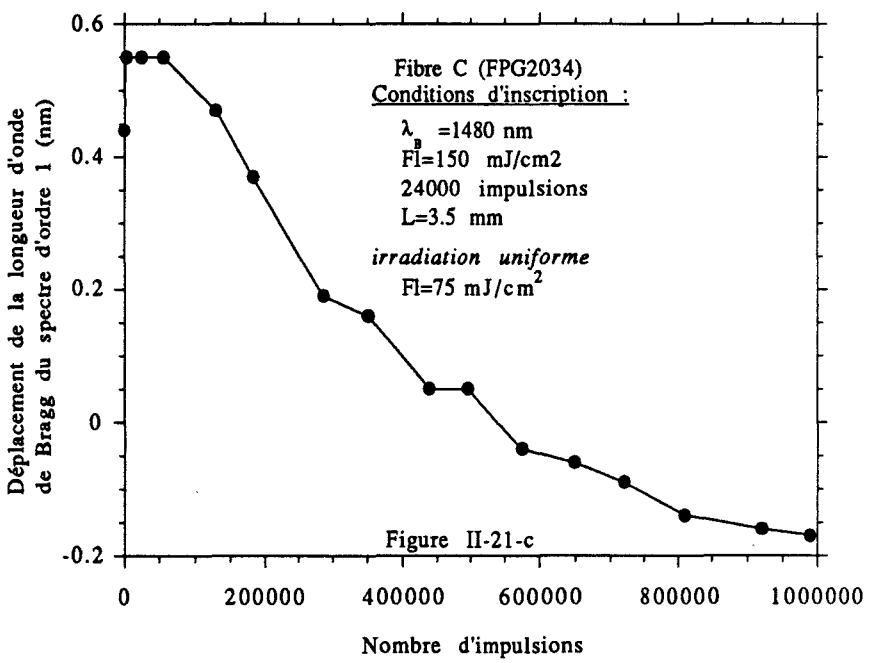


Figure II-21-c

Figures II-21 : Evolution des différentes caractéristiques d'un spectre de type I lors de l'irradiation uniforme de la fibre C par un faisceau U.V.

Le réseau correspondant au spectre de type IIA est tout d'abord irradié avec une fluence de 300 mJ/cm^2. Celle ci est augmentée à 500 mJ/cm^2 à partir de 150000 impulsions (figure II-22). La cinétique d'effacement du spectre d'ordre 1 reste lente même après une augmentation de la fluence. Sa longueur d'onde de résonance décroît de façon monotone pendant l'irradiation. A la fin de l'irradiation uniforme, l'écart entre la longueur d'onde de Bragg et la longueur d'onde de Bragg du réseau mesurée au début de son inscription reste supérieur à 0,1 nm.

IV- 2 - 1 - d - Discussion

Le comportement des caractéristiques des réseaux de Bragg lors d'une irradiation uniforme diffère suivant la phase dans laquelle est arrêtée la fabrication du réseau (figures 21 et 22). L'irradiation uniforme d'un réseau de type I détruit le spectre du deuxième ordre alors qu'un spectre du premier ordre se reconstruit.

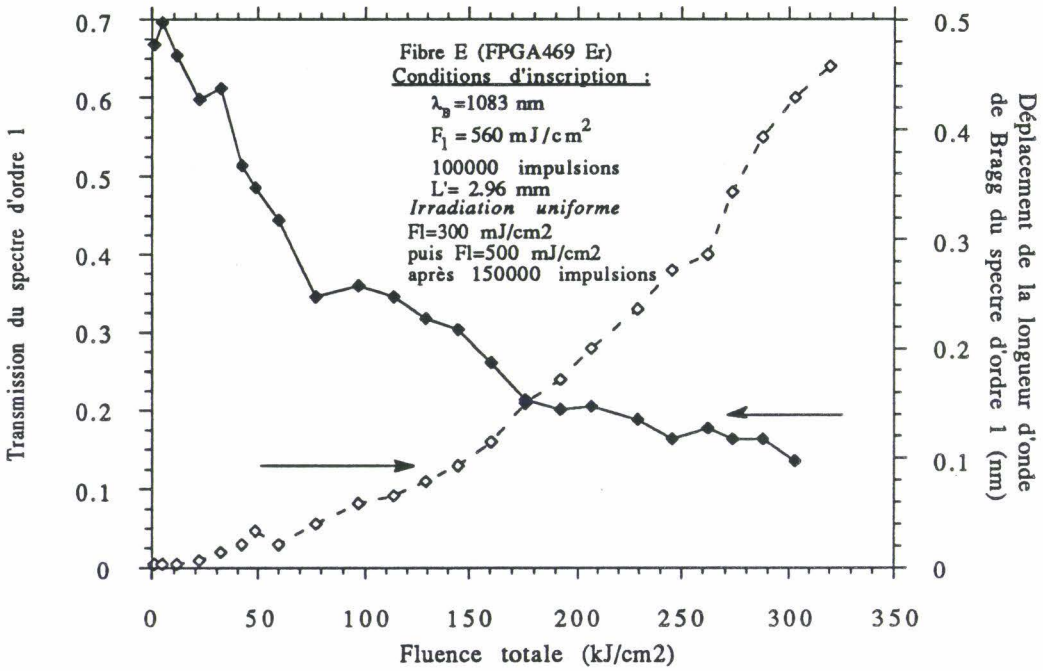


figure II-22 : Evolution des différentes caractéristiques d'un spectre de type IIA irradié "uniformément" par un faisceau U.V.

Cette irradiation provoque l'effacement du spectre de type IIA dans le premier ordre de diffraction.

D'après le modèle, présenté dans le paragraphe III-4-3, deux effets photoréfractifs sont induits par les réactions (26a) et (26b) :

$$A \rightarrow B \quad (26a)$$
$$C \rightarrow D \quad (26b)$$

Nous supposons que le modèle reste adapté au cas d'une irradiation uniforme (sans frange). Nous avons donc modifié l'équation (29) du paragraphe III-4-2 pour prendre en compte le cas d'une irradiation sans frange.

N_0 représente le nombre d'impulsions utilisées pour l'inscription du réseau et $k_1(z)$, $k_2(z)$ sont les constantes de vitesse spécifiques des réactions (26a) et (26b) définies par les relations (30). Après l'inscription, le réseau est irradié par N impulsions issues d'un faisceau d'intensité supposée uniforme et constante I'_0 sur toute la longueur du réseau. La modulation locale de l'indice de réfraction suivant l'axe z est alors représentée par l'équation (37) :

$$\Delta n'(z, N_0, N) = \Delta n_{s1}\,[1 - \exp(-k_1(z)N_0 - k''_1 N)] - \Delta n_{s2}\,[1 - \exp(-k_2(z)N_0 - k''_2 N)] \quad (37)$$

Dans (37), k''_1 et k''_2 désignent les constantes spécifiques de réaction lorsque la fibre est irradiée par un faisceau d'intensité uniforme :

$$k''_1 = k' \frac{X'}{\sqrt{1+X'}} \quad \text{et} \quad k''_2 = k''I'o \quad (38)$$

Dans les relations (38) k', k'' représentent des paramètres ajustables. $X' = \frac{I'o}{Isat}$ est le rapport entre l'intensité moyenne du faisceau uniforme et l'intensité de saturation.

Les profils d'indice correspondants au spectre de type I sont présentés sur les figures II-23 (No = 17000 impulsions). La modulation d'indice est provoquée essentiellement par la photoréfraction de type I (spectre de type 1 saturé).

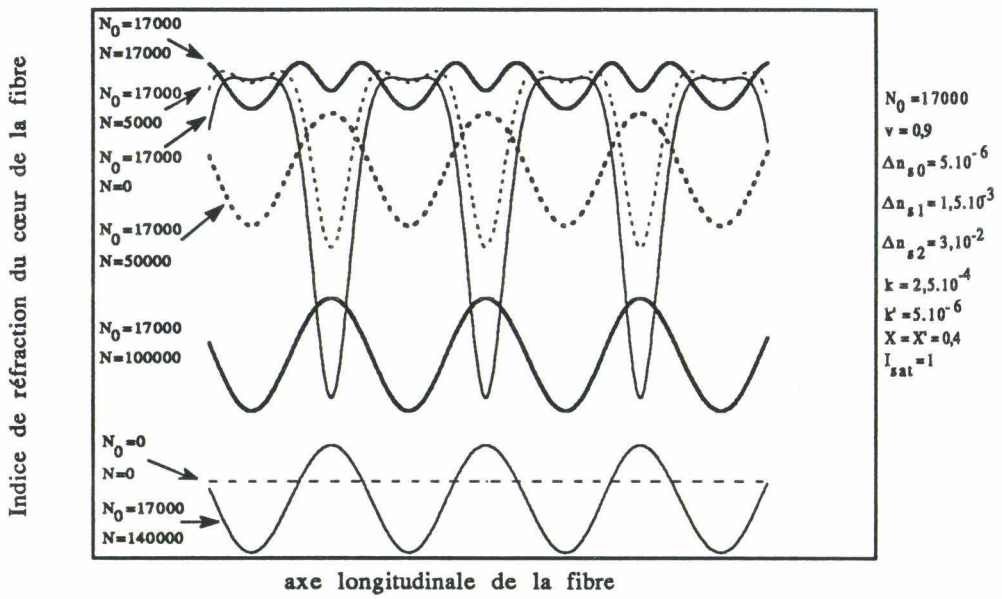


Figure II-23 : Evolution du profil d'indice d'un réseau inscrit en N_0 = 17000 tirs (spectre de type I saturé) et irradié uniformément par N impulsions

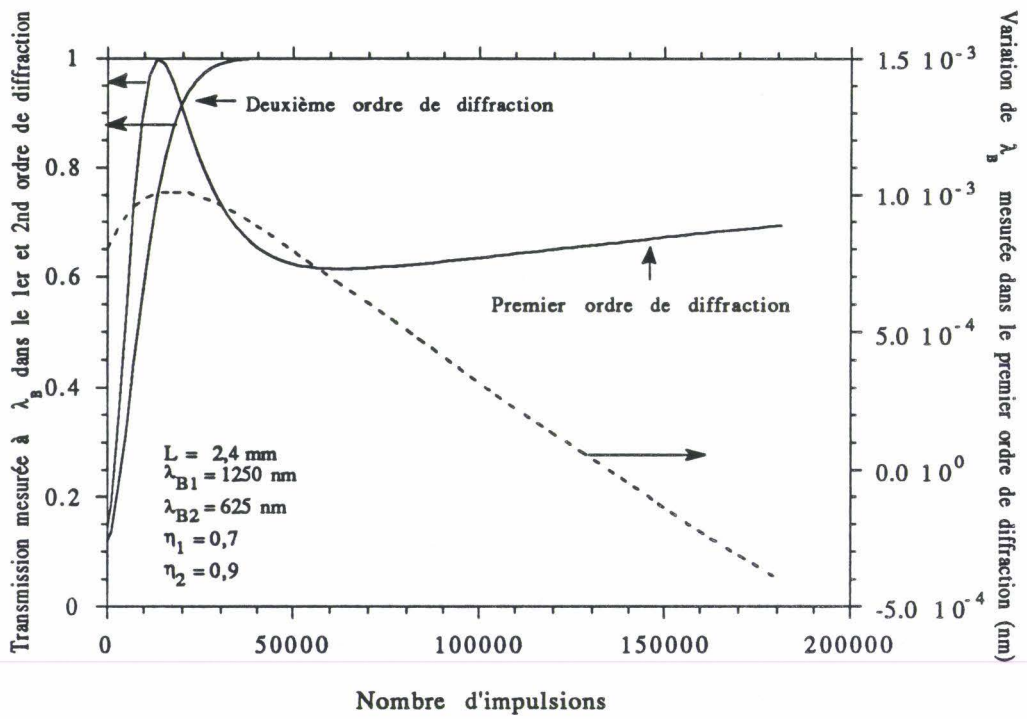


Figure II-24 : Evolution de la transmission et de la longueur d'onde de résonance d'un réseau de Bragg calculée dans le premier et le deuxième ordre de diffraction. Réseau inscrit en N_0= 17000 et irradié uniformément par N impulsions

La variation d'indice $\Delta n'(z,N_0,N)$ peut être décomposée en série de Fourier. Nous obtenons alors l'équation (4) où les coefficients $\Delta n'_0(N)$, $\Delta n'_1(N)$ et $\Delta n'_2(N)$ sont définis numériquement par les relations présentées en (25) dans le paragraphe III-4-2. Les valeurs de ces coefficients permettent de calculer respectivement la variation de l'indice moyen du coeur ainsi que les transmissions des réseaux dans le premier et deuxième ordre de diffraction.

La figure II-24 présente les résultats numériques rendant compte de l'évolution des différentes caractéristiques des spectres de type I irradié par un faisceau d'intensité uniforme en fonction du nombre d'impulsions incident sur la fibre. L'accord entre les résultats expérimentaux et les résultats déduits du modèle est qualitativement satisfaisant.

IV - 2 - 2 Irradiation longitudinale de réseaux de Bragg par un faisceau visible issu d'un laser à argon ionisé [30] [32]

IV- 2 - 2 - a - Objectif de l'étude

L'irradiation longitudinale d'une fibre germanosilicate par un faisceau issu d'un laser à Argon ionisé émettant des radiations de longueurs d'onde situées dans le domaine visible (457,9 nm < λ < 514,5 nm) [33] provoque une augmentation de l'indice de réfraction de la fibre [1][10][16][38][39][40]. Elle est donc susceptible de modifier la réflectivité spectrale d'un réseau écrit par la méthode externe.

L'étude de l'évolution des différentes caractéristiques spectrales d'un réseau irradié longitudinalement par le faisceau issu d'un laser à argon ionisé présente un intérêt dans le domaine des applications. En effet, de nombreux lasers à fibre sont réalisés en fermant la cavité par deux réseaux photoinscrits dans une fibre germanosilicate. Les lasers sont pompés longitudinalement à l'aide d'une radiation en provenance d'un laser de pompe. Beaucoup de laboratoires disposent de lasers à argon ionisé et les utilisent pour pomper des lasers à fibre à cavité massive. Il est utile d'examiner si les lasers à cavité fermée par des réseaux peuvent également être pompés par des lasers à argon ionisé sans que les réseaux se soient détruits par la radiation de pompe. La résistance des réseaux exposés à des radiations du domaine visible constitue donc une donnée technologique importante pour ce type d'applications.

IV - 2 - 2 - b - Méthodologie

Quatre réseaux de type I sont inscrits respectivement dans les fibres C et D (FPG2034, BPG285). La longueur moyenne de chaque fibre est égale à deux mètres. Le réseau est inscrit à l'une de ses extrémités. Les conditions d'inscription de chaque réseau sont indiquées dans le tableau II-9. Le flux lumineux en provenance du laser à argon ionisé accordé à 488 nm ou 514,5 nm est injecté dans la fibre. La durée de l'irradiation varie entre 9 heures et 18 heures.

La puissance optique est mesurée en sortie de fibre. Le réseau est gravé à quelques centimètres de cette extrémité. La puissance optique irradiant le réseau est ainsi déterminée par valeur inférieure. Elle est maintenue constante pendant toute la durée de l'irradiation.

Après l'irradiation longitudinale, la valeur de la transmission spectrale du réseau est enregistrée à l'aide du banc de caractérisation décrit au chapitre II-3.

IV- 2 - 2 - c - Résultats des expériences

L'ensemble des résultats est rassemblé dans le tableau II-9. Prenons comme exemple un réseau inscrit dans la fibre C. Il est irradié pendant 17h30 par un rayonnement à 488 nm dont la puissance est fixée à 100 mW. Nous observons une baisse de sa transmission à la longueur d'onde de Bragg égale à environ 0,01, c'est-à-dire à la limite de sensibilité du système de mesure.

Le système d'injection du rayonnement issu du laser à Argon ionisé est stable pendant toute l'expérience. Cependant, au cours de l'irradiation, nous observons une baisse de la puissance optique mesurée à l'autre extrémité de la fibre. La puissance du laser est alors augmentée afin que la puissance optique irradiant le réseau soit maintenue constante.

IV - 2 - 2 - d - Discussion

L'injection d'une radiation de longueur d'onde égale à 488 nm ou à 514,5 nm dans le coeur d'une fibre provoque une augmentation de l'indice de réfraction du coeur. Cet effet photoréfractif a été mis en évidence par la création d'un réseau dont la longueur d'onde de Bragg est accordée sur la longueur d'onde du laser de pompe [1][16][38][39][40] ou par des mesures interférométriques [10]. La modulation d'indice peut atteindre $1{,}9.10^{-4}$ [10]. Les durées d'irradiations varient entre 1 minute [40] et 10 minutes [1].

Type de fibre	• Conditions d'inscription	Longueur d'onde du laser Ar^+ (nm)	Puissance optique en sortie de fibre	Durée de l'irradiation	Transmission avant l'irradiation	Transmission après l'irradiation
C FPG2034	λ_B = 1195 nm F_l = 450 mJ/cm^2 7600 impulsions L = 2,22 mm	514,5	100 mW pendant 4 h puis 300 mW	9 h00	0,52±0,05	0,6±0,05
	λ_B = 1195 nm F_l = 450 mJ/cm^2 8500 impulsions L = 2,22 mm	488	100 mW	17h30	0,32±0,05	0,31±0,05
D BPG285	λ_B = 1188 nm F_l = 900 mJ/cm^2 6470 impulsions L' = 2,22 mm	514,5	100 mW	10 h00	0,49±0,05	0,46±0,05
	λ_B = 1189 nm F_l = 670 mJ/cm^2 2670 impulsions L' = 2,22 mm	488	100 mW	18 h00	0,12±0,05	0,2±0,05

Tableau II-9: Résumés des résultats obtenus lors de l'exposition des réseaux à des radiations dont la longueur d'onde est accordée dans le visible.

Lors de nos expériences, les longueurs d'onde du laser de pompe et les puissances injectées sont analogues à celles présentées dans la littérature. Bien que la durée de nos irradiations soit nettement supérieures à celles utilisées par nos prédécesseurs, les variations de la transmission et de la largeur spectrale à mi-hauteur des réseaux de Bragg s'avèrent le plus souvent inférieures aux incertitudes de mesures.

Il faut cependant remarquer que l'irradiation de la fibre induit la création de bandes d'absorptions situées dans le domaine ultraviolet ou visible. L'apparition de ces bandes provoque une diminution de la transparence de la fibre.

Nos expériences montrent donc qu'il est, a priori, possible de pomper un laser à cavité photoinscrite par le rayonnement issu d'un laser à argon ionisé. Pour éviter que l'excès de pertes induit par l'irradiation ne soit prohibitif, il faut concevoir la cavité de la façon suivante. Les réseaux sont inscrits sur une partie de fibre photosensible de courte longueur (1 à 2 cm) (coeur dopé par du germanium par exemple). Le milieu actif est réalisé dans une fibre non photosensible. Les fibres contenant les réseaux sont alors soudées sur la fibre active pour fermer la cavité.

IV - 3 - Fibres soumises à un rayonnement gamma [41]

IV - 3 - 1 - Objectif de l'étude

L'un des mécanismes avancé pour expliquer l'origine des effets photoréfractifs suppose que l'irradiation ultraviolette crée des centres colorés (modèle de type Kramers-Kronig). La création de ces centres colorés se manifeste par l'apparition d'un photochromisme important. Elle se traduit donc par une variation d'indice comme le montrent les relations de Kramers-Kronig. Il est clairement établi que des défauts ponctuels sont également créés par des irradiations γ [42]. Ils sont responsables d'un photochromisme dont les caractéristiques spectrales sont semblables à celles qui résultent de l'irradiation ultraviolette [42].

L'étude de la variation des caractéristiques spectrales de réseaux de Bragg soumis à des irradiations a donc été réalisée afin :

1) de mieux comprendre les mécanismes de la photosensibilité des fibres germanosilicates.

2) de tester la résistance de capteurs assistés par réseaux en environnement hostile (enceinte de confinement par exemple).

Les irradiations ont été effectuées au C.E.A. de Saclay par P. Ferdinand, S. Rougeault et P. Cetier. Ce paragraphe a donné lieu à un article [41].

IV - 3 - 2 - Méthodologie

Trois réseaux sont inscrits dans la fibre C (FPG2034) avec une fluence par impulsion de 250 mJ/cm^2. Les longueurs d'onde de Bragg sont comprises entre 1329 nm et 1333 nm. L'inscription de chacun d'entre eux est arrêtée à un stade différent de la fabrication : un réseau de type I créé en 3200 impulsions, un réseau de type IIA créé en 80000 tirs et un réseau dont la transmission maximale correspond à l'effacement du type I et à la création de type IIA (en 33800 tirs).

Deux réseaux sont inscrits dans quatre fibres D (BPG285) en 5000 tirs et 30000 tirs. Chacun de ces réseaux est accordé autour du pic d'absorption de l'eau à 1335,6 nm (1329 nm < λ_B < 1338 nm).

Les fibres sont ensuite exposées à des radiations γ issues d'une source au cobalt 60. Les doses incidentes sur ces fibres sont mesurées à l'aide de pastilles d'alanines placées près de chaque réseau.

Les évolutions des caractéristiques spectrales de réseaux soumis à des irradiations γ effectuées à des doses et débits de dose variés sont enregistrées suivant les deux méthodologies suivantes :

1/ l'évolution des caractéristiques spectrales des réseaux inscrits dans la fibre C irradiée avec un débit de dose de 113,8 Gy/h est enregistrée *"in situ"* en fonction de la dose d'irradiation. Le faisceau issu d'une diode laser est injecté dans la fibre. La puissance optique est de l'ordre de quelques microwatts. Le spectre de transmission autour des longueurs d'onde de Bragg est analysé en cours d'irradiation par un spectromètre Jobin-Yvon HR640 ayant une résolution de 10 pm. Le signal est détecté par une cellule As-Ga.

L'évolution des longueurs d'ondes de résonance des trois réseaux soumis aux irradiations γ est mesurée par rapport à la longueur d'onde de Bragg d'un réseau de référence inscrit vers 1334 nm et placé en dehors de l'enceinte d'irradiation. La température de l'enceinte est maintenue à 21°C ± 1°C tandis que le réseau de référence est placé à une température de 17°C ± 1,5°C. La reproductibilité des mesures est alors réalisée à ± 0,03 nm près.

2/ la deuxième méthodologie consiste à irradier les fibres D avec les doses et débits de doses suivants : 380 Gy à 47 Gy/h ; 1080 Gy à 11 Gy/h ; 3370 Gy à 34 Gy/h et 12,2 kGy à 122 Gy/h. Les spectres de transmission sont enregistrés après un délai compris entre quelques jours et quelques mois qui suit l'exposition aux rayonnements γ. Le banc de caractérisation, identique à celui utilisé lors de

l'enregistrement des spectres de transmission avant l'irradiation γ, est décrit dans le paragraphe II-3 (figure II-3). Le pic d'absorption de l'eau sert de référence pour une mesure de la translation éventuelle de la longueur d'onde de Bragg. Les mesures sont effectuées à une température de 21 ± 2° C avec une incertitude de ± 0,1 nm liée aux états de déformation de la fibre dont nous ne pouvons garantir la reproductibilité.

IV - 3 - 3 - Résultats

La figure II-25 montre l'évolution de l'intensité lumineuse transmise par la fibre C. Elle montre également la transmission spectrale du réseau en fonction de la dose de radiation γ incidente sur la fibre. Les variations de la transmission du spectre de type I restent inférieures à l'erreur de mesure ($\Delta T = \pm 0,05$ c'est à dire $\Delta n'_1 < 10^{-5}$). Aucune translation significative de la longueur d'onde de Bragg n'est observée. Cependant, une forte atténuation de la transmission de la fibre est mise en évidence dans le domaine spectral étudié (nous présentons ici l'évolution de l'intensité lumineuse à 1330 nm).

La figure II-26 présente les spectres de transmission de deux réseaux (inscrits en 5000 et 30000 tirs) avant et après une exposition aux rayons γ. La dose reçue par les réseaux de 12,2 kGy et le débit de dose est de 122 Gy/h.

IV - 3 - 4 - Discussion

Les pertes créées par irradiation γ de fibres optiques monomodes dans le proche infrarouge sont liées à la présence de phosphore dans la gaine optique [43] et de germanium dans le coeur de la fibre. V.B. Neustruev et al ont montré qu'une irradiation γ de fibres germanosilicates produit des variations du coefficient d'absorption similaires à celles qui résultent d'une irradiation ultraviolette à 248 nm. L'irradiation γ est réalisée avec un débit de dose de 9,72 kGy/h. La gamme spectrale analysée est comprise entre 190 nm et 355 nm. Ils en déduisent que les concentrations de défauts induits par les deux irradiations sont comparables [42].

Nous pouvions donc nous attendre à ce que l'évolution des caractéristiques spectrales d'un réseau lors d'une irradiation γ soit similaire à celle observée dans le paragraphe III lors d'une irradiation ultraviolette uniforme [22][44].

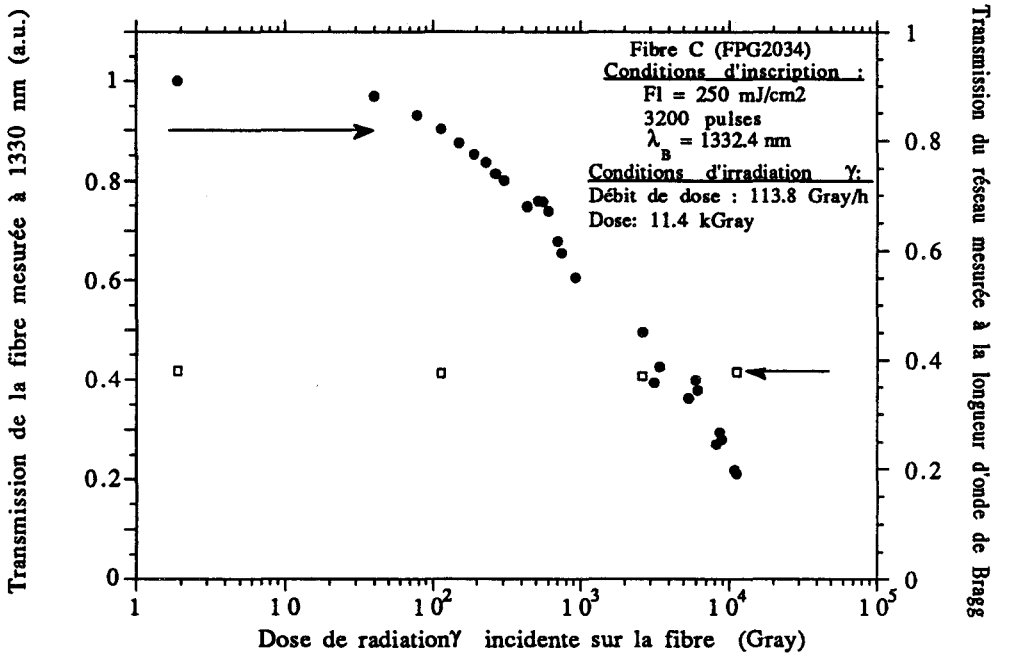


Figure II-25 :- Evolution de l'intensité lumineuse transmise par la fibre C lors de son irradiation
- Comportement de la transmission à la longueur d'onde de résonance d'un réseau inscrit dans cette fibre

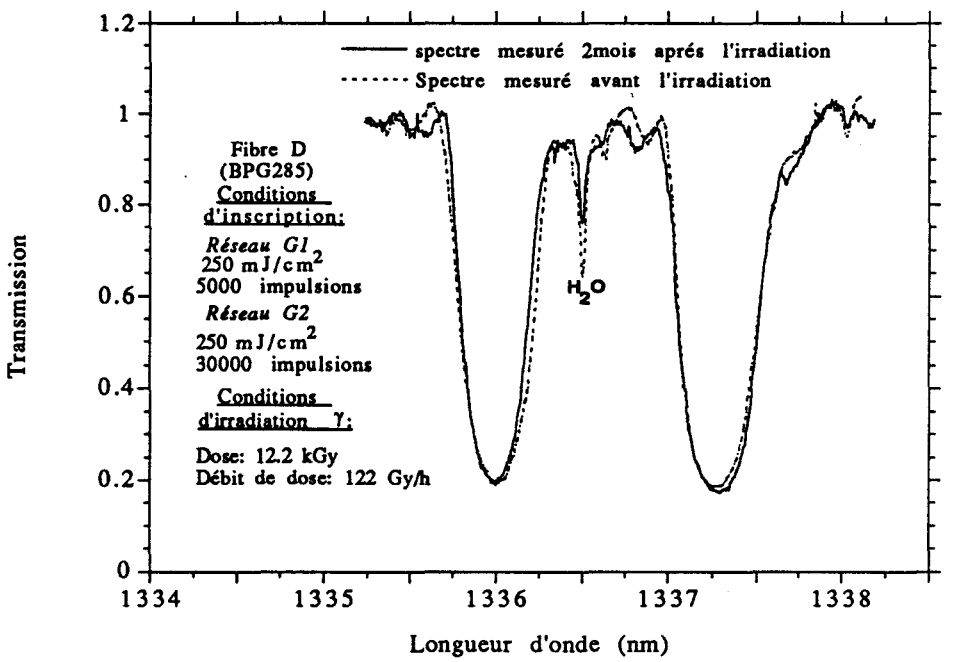


Figure II-26 :Profil spectral de deux réseaux enregistré avant et aprés les irradiations γ

Dans l'étude que nous venons de présenter, les irradiations γ sont effectuées avec des débits de dose de deux ordres de grandeur inférieurs à ceux utilisés par l'équipe de V.B. Neustruev. Les fluences ultraviolettes sont par contre comparables dans nos expériences à celles utilisées par V.B. Neustruev et al. Les variations de concentrations de défauts induites par l'irradiation γ dans des fibres germanosilicates dépendent du débit de dose utilisé [44].

Des irradiations effectuées à forte dose (412 kGy) ont donc été réalisées avec des débits de doses égales à 2,45 kGy/h. Les résultats de ces expériences, présentées dans le rapport de D.E.A de F. Lahoreau [45], montrent que la réflectivité des réseaux de Bragg n'est là encore pratiquement pas modifiée par l'irradiation γ. La limite supérieure de la variation d'indice $\delta(\Delta n'_1)$ induite par l'irradiation γ a été estimée $\delta(\Delta n'_1) \leq 10^{-5}$. De même, la longueur d'onde de Bragg d'un réseau irradié à forte dose n'est pas modifiée à notre incertitude de mesure près ($\delta(\Delta\lambda_B) = \pm 0{,}1$ nm).

Afin de mieux comprendre les phénomènes, nous avons effectué les deux expériences suivantes :

1/ le cœur d'une lame de préforme D (BPG285) d'épaisseur 147 µm a été irradié par 100000 impulsions en provenance d'un faisceau ultraviolet (λp = 243 nm, Fl = 200 mJ/cm^2 par tir). Ces conditions d'irradiation correspondent à la saturation de l'effet photoréfractif dans ce type d'échantillon. Le spectre d'absorption induit par l'irradiation ultraviolette est enregistré dans un domaine spectral compris entre 225 nm et 290 nm. La méthodologie utilisée pour obtenir ce spectre est décrite dans le chapitre III. La lame est ensuite exposée à une irradiation γ selon une dose égale à 3,37 kGy avec un débit de dose égal à 34 Gy/h. Une nouvelle mesure du spectre d'absorption induit est effectuée un mois après l'irradiation γ. L'irradiation γ induit un excès de pertes $\Delta\alpha$ croissant de façon monotone de 15 cm^{-1} pour λ = 280 nm à 40 cm^{-1} pour λ = 230 nm. Cette atténuation provient probablement d'une augmentation du cœfficient d'absorption d'une bande de défaut centrée dans l'ultraviolet du vide.

2/ le cœur d'une nouvelle lame de préforme D d'épaisseur 126 µm est irradié par un rayonnement γ avec une dose et un débit de dose identiques à ceux utilisés dans l'expérience 1/. Le spectre d'absorption induit par l'irradiation γ est enregistré dans une gamme spectrale {225 nm - 290 nm}. L'allure spectrale de ce spectre d'absorption induite est similaire à celle correspondant à $\Delta\alpha$ (enregistré dans l'expérience 1/). Néanmoins, nous détectons maintenant une bande de

faible intensité centrée vers 260 nm. Le cœfficient d'absorption induit croit de 10 cm^{-1} pour λ = 280 nm à 30 cm^{-1} pour λ = 230 nm.

Ces deux expériences prouvent qu'une irradiation γ provoque une croissance de la densité de population de centres de défauts peu modifiée par une irradiation ultraviolette préalable. Aucune saturation de la concentration de ces défauts n'est mise clairement en évidence.

La réflectivité du spectre d'un réseau ne varie pas de façon significative sous l'effet de l'irradiation gamma. Cette observation peut être expliquée de la manière suivante si l'on admet la validité du modèle qui suppose que la variation d'indice provient d'une variation du spectre d'absorption. L'ordre de grandeur de la concentration de défauts induits par l'irradiation gamma est identique en tous points de la fibre c'est-à-dire sur les emplacements des franges ultraviolettes brillantes et sur les emplacements des franges sombres du champ d'interférence. De ce fait, $\Delta n'_1$ n'évolue pas. Cependant, nos expériences montrent alors que cette augmentation ne contribue pas de façon significative à la variation de l'indice effectif moyen $\Delta n'_0$. Cette dernière constatation amène à se poser la question suivante : pourquoi $\Delta n'_0$ est elle négligeable ? La réponse à ce problème passe par une étude du spectre d'absorption induit par l'irradiation γ dans l'ultraviolet du vide.

D'un point de vue pratique, nos expériences montrent que les réseaux de Bragg peuvent être utilisés pour des applications en environnement nucléaire.

V - Conclusion du chapitre II

Différents types de fibres ont été irradiés latéralement par un système de franges d'interférences dont la longueur d'onde est accordée vers 243 nm.

Les dynamiques d'évolution des différentes caractéristiques spectrales des réseaux de Bragg lors de leur inscription ont permis de postuler l'existence de deux types d'effets photoréfractifs.

Deux modèles phénoménologiques ont été développés afin de rendre compte des deux effets. Le premier modèle décrit de façon cohérente le comportement spectral des réseaux soumis à des impulsions thermiques

isochrones à la condition de supposer que le sens des réactions mises en jeu est inversé par l'élévation thermique.

Dans ce modèle, le premier effet photoréfractif (appelé photoréfraction de type I) à pour origine une réaction chimique décrite par la relation (26a) tandis que le second effet (appelé photoréfraction de type IIA) a pour origine la réaction (26b).

$$A \rightarrow B \quad (26a)$$
$$C \rightarrow D \quad (26b)$$

Ces réactions chimiques sont très générales. Elles peuvent représenter, en particulier des créations de défauts ponctuels, des mécanismes de relaxation structurale, une densification du matériau. Il faut rappeler que des réactions plus compliquées permettraient d'obtenir des résultats analogues à ceux que nous avons présentés. Nous avons donc choisi les réactions (26) par souci de simplicité.

Les évolutions de la réponse spectrale de réseaux soumis à des irradiations ultraviolettes d'intensité uniforme sont compatibles avec le modèle [22] [35] [44].

Aucune évolution significative des effets photoréfractifs n'est observée lors de l'irradiation longitudinale des fibres dans le domaine visible où lors d'irradiation γ. Ces différents tests de qualification nous ont permis de définir les conditions d'utilisations des réseaux de Bragg.

Néanmoins, les mécanismes physiques microscopiques à l'origine des deux effets photoréfractifs ne sont pas encore élucidés. Il semble que le mécanisme précurseur de la photoréfractivité de type I soit constitué par la rupture d'une liaison composée d'un oxygène vacant (liaison Ge - Ge où Ge - Si). Les modèles locaux impliquant la création de centres colorés ne rendent pas complètement compte de la dynamique d'évolution des deux effets.

CHAPITRE II

Bibliographie

---

[1] K.O. Hill, Y. Fujii, D.C. Johnson, B.S. Kawasaki,
" Photosensitivity in optical waveguides : application to reflection filter fabrication "
Appl. Phys. Lett., **vol.32**, n° 10, 15 May 1978, pp. 647-649.

[2] G. Meltz, W.W. Morey
"Bragg grating formation and germanosilicate fiber photosensitivity "
Spie, international workshop on photoinduced self organization effects in optical fiber, **vol.1516** ,1991, pp. 185 - 199

[3] E. Fertein, S. Legoubin, M. Douay, S. Canon, P. Bernage, P. Niay J.F. Bayon, T. Georges
" Shifts in resonance wavelengths of Bragg gratings during writing or bleaching experiments by U.V. illumination within a germanosilicate fibre "
Elec. Lett, **vol. 27**, n°20, 26 Sept. 1991, pp. 1838 - 1839

[4] B. Malo, K.A. Vineberg, F. Bilodeau, J. Albert, D.C. Johnson, K.O. Hill
" Utraviolet light photosensitivity in Ge-doped silica fibers : wavelenght dependence of the light-induced index change "
Opt. Lett., **vol. 15**, n°17, 1 Sept. 1990, pp. 953 - 955

[5] G. Meltz, W. Morey, W.H. Glenn
" Formation of Bragg gratings in optical fibers by a transverse holographic method "
Opt. Lett., **vol. 14**, n°15, 1 Aug. 1989, pp.823 - 825

[6] H. Patrick, S.L. Gilbert
" Growth of Bragg gratings produced by continuous wave ultraviolet light in optical fiber "
Opt. Lett., **vol. 18**, n°15, 15 Sept. 1993, pp. 1484 - 1486.

---

[7] Y. Duval, R. Kashyap, S. Fleming, F. Ouellette
" Correlation between ultraviolet induced refractive index change and photoluminescence in Ge-doped fiber "
Appl. Phys. Lett., **vol. 61**, n°25, 21 Dec. 1992, pp. 2955 - 2957

[8] H.G. Limberger, P.Y. Fonjallaz, R.P. Salathé
" Spectral characterisation of photoinduced high efficient Bragg gratings in standard telecommunication fibres "
Elec. Lett., **vol. 29**, n°1, 7 Janv. 1993, pp. 47 - 49

[9] P.J. Lemaire, A.M. Vengsarkar, W.A. Reed, V. Mizrahi, K.S. Kranz
" Refractive index changes in optical fibers sensitized with molecular hydrogen "
O.F.C. 94 Technical digest, pp. 47

[10] D.P. Hand, P. St. J. Russell
" Photoinduced refractive index changes in germanosilicate fibers "
Opt. Lett., **vol. 15**, n°2, 15 Janv. 1990, pp. 102 - 104

[11] D.L. Williams, B.J. Ainslie, J.R. Armitage, R. Kashyap, R. Campbell
" Enhanced U.V. photosensitivity in boron codoped germanosilicate fibres "
Elec. Lett., **vol. 29**, n°1, 7 Janv. 1993, pp. 45 - 47

[12] J.L. Archambault, L. Reekie, P.St. Russell
" High reflectivity and narrow bandwidth fibre gratings written by single excimer pulse "
Elec. Lett., **vol. 29**, n°5, 4 Mar. 1993, pp. 28 - 29

[13] F. Bilodeau, B. Malo, J. Albert, D.C. Johnson, K.O. Hill, Y. Hibino, M. Abe M. Kawachi
" Photosensitization of optical fiber and silica - on silicon/silica waveguides "
Opt. Lett. , **vol. 18**, n°12, 15 June 1993, pp. 953 - 955

[14] P.J. Lemaire, R.M. Atkins, V. Mizrahi, W. A. reed
" High pressure H2 loading as a technique for achieving ultrahigh U.V. photosensitivity and thermal sensitivity in GeO2 doped optical fibres "
Elec. Lett., **vol. 29**, n°13, 24 June 1993, pp. 1191 - 1193

[15] L. Jeunhomme
"Single mode fiber optics"
Marcel Dekker Editeur, N.Y., 1983.

[16] D.K. Lam, B.K. Garside
" Characterization of single mode optical fiber filters "
Appl. Opt., **vol. 20**, n°3, Feb. 1981, pp. 440 - 445.

[17] J.P. Pocholle
"Caractéristiques de la propagation guidée dans les fibres optiques monomodes"
Revue technique, Thomson CSF, n°4, 1983, p. 881.

[18] S. Legoubin
" Etude expérimentale et théorique de la réponse spectrale de composants photo-incrits dans des fibres optiques "
Thèse de Doctorat présentée à l'Université des Sciences et Technologies de Lille, 7 Oct. 1994.

[19] G.D. Boyd, D.A. Kleinman
" Parametric interaction of focused gaussian light beams "
J. Appl. Phys. n° 39, 1968, pp. 3597.

[20] C. Boulas
"Réalisation de réseaux de Bragg au voisinage de transitions atomiques assistée par un systéme informatique"
D.E.A. présenté à l'Université des Sciences et Technologie de Lille, 1991.

[21] W.X. Xie, P. Niay, P. Bernage, M. Douay, J.F. Bayon, T. Georges M. Monerie, B. Poumellec
" Experimental evidence of two types of photorefractive effects occuring during photoinscriptions of Bragg gratings within germanosilicate fibres "
Opt. comm., **vol. 104**, n°1, 2, 3, 15 Dec 1993, pp. 185-195.

[22] M. Douay, W.X. Xie, E. Fertein, P. Bernage, P. Niay, J.F. Bayon, T. Georges
" Behaviors of spectral transmissions of photorefractive filters written in germania doped fibers : writing and erasing experiments "
Photosensitivity and self organization in optical fibers and waveguides
Proceedings Spie, **vol. 2044**, Aug. 1993, pp. 88-112.

[23] W.X. Xie, M. Douay, P. Bernage, P. Niay, J.F. Bayon, T. Georges
" Second order diffraction efficiency of Bragg gratings written within germanosilicate fibre "
Opt. Comm. **vol. 101**, n°1,2, 1 Aug.1993 ,pp.85-91.

[24] H. Hosono, Y. Abe, D.L. Kinser, R.A. Weeks, K. Muta, H. Kawazoe
"Nature and origin of the 5 eV band in SiO_2 : GeO_2 glasses".
Phys. Rev. B, **vol. 46**, n°18, 1 Nov. 1992, pp.11445-11451.

[25] L.N. Skuja, A.N. Trukhin, A.E. Plaudis
"Luminescence in Germanium doped glassy SiO_2".
Phys. Stat. Sol. a, n° 84, 1984, pp. K153-K157.

[26] P. Niay
Communication personnelle

[27] P. St. J. Russell, D.P. Hand, Y.T. Chow, L.J. Poyntz-wright
"Optically-induced creation, transformation and organization of defects in colour-centres in optical fibres"
Proc. of Int. works. in photo. self-orga. in opt. fib., S.P.I.E., Quebec 1991, pp. 1516-1529

[28] V. Mizrahi, R.M. Atkins
"Constant fluorescence during phase grating formation and defect"
Elec. Lett., **vol.28**, n°24, Nov 1992, pp. 2210-2211.

[29] T.E. Tsaï, C.G. Askins, E.J. Friebele
"Pulse energy dependence of defect generation in Bragg grating optical fiber materials"
Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 244, 1992, pp. 47-53.

[30] T.E. Tsaï, E.J. Friebele, D.L. Griscom, M.A. Saifi
"Defect centers induced by the harmonic wavelength of 1,06 μm in Ge doped silica"
Elec. Opt. and non lin. opt., 1990, pp. 127-136.

[31] K.O. Hill, B. Malo, F. Bilodeau, D.C. Jathsen, J. Albert
"Bragg grating fabricated in monomode photosensitive optical fiber by U.V. exposure through a phase mask"
Appl. Phys. Lett., **vol. 62**, n° 10, March 1993, pp. 1035-1037

[32] D.Z. Anderson, V. Mizrahi, T. Erdogan, A.E. White
"Production of in-fibre gratings using a diffractive optical element"
Elect. Lett., **vol. 29**, n° 6, 18 Mars 1993, pp. 566-568

[33] T.E. Tsaï, E.J. Friebele, D.L. Griscom
" Thermal stability of photoinduced gratings and paramagnetic centers in Ge and Ge/P doped silica optical fibers"
Opt. Lett. **vol.18**, n°16, 15 June, 1993, pp 935-937.

[34] R. M. Atkins
" Measurement of ultraviolet absorption spectrum of optical fibers"
Opt. Lett., **vol.17**, n°7, April 1992.

[35] M. Douay, E. Fertein, W.X. Xie, P. Bernage, P. Niay, J.F. Bayon, T. Georges
" Thermal hysteresis of Bragg wavelengths in intra core fiber gratings "
IEEE Photo. Tech. Lett., **vol. 5**, n°11, Nov. 1993, pp. 1331 - 1334.

[36] E. Fertein, M. Douay, P. Bernage, P. Niay, J.F. Bayon, T. Georges
"Action de differents paramètres physiques sur la transmission spectale de filtres de Bragg photoinscrits dans des fibres en silice dopée à l'oxyde de germanium"
Communication aux J.N.O.G., ENSTA Paris, 22-23 Janvier 1992, pp. 179-182.

[37] E. Fertein, W.X. Xie, S. Legoubin, M. Douay, P. Bernage, P. Niay P. Martin, J.F. Bayon, T. Georges
" Fabrication de composants assistés par réseaux : étude de la permanence de l'effet photoréfractif dans des fibres optiques germanosilicates "
Confèrence à Opto 93, 11-13 Mai 1993, Paris, ESI publication, pp.555-559.

[38] J. Stone
" Photorefractivity in GeO_2 doped silica fibers "
J. Appl. Phys., **vol.62**, n° 11, 1 December 1987, pp. 4371-4374.

[39] B.S. Kawasaki, K.O. Hill, D.C. Johnson, Y. Fujii
" Narrow-band Bragg reflectors in optical fibers "
Opt. Lett., **vol.3**, n°2, Aug. 1978, pp. 66-68.

[40] J. Bures, J. Lapierre, D. Pascale
" Photosensitivity effect in optical fibers : a model for the growth of an interference filter "
Appl. Phys. Lett., **vol.37**, n° 10, 15 Nov 1980. pp. 860-862.

[41] P. Niay, P. Bernage, M. Douay, E. Fertein, F. Lahoreau, J.F. Bayon, T. Georges, M. Monerie, P. Ferdinand, S. Rougeault, P. Cetier
" Resistivity of Bragg gratings written in germanosilicate fibers, against γ ray exposure at low dose rate "
IEEE Tech. Phot. Lett., **vol. 6**, n°11, Nov. 1994, pp.1350-1352

[42] V.B. Neutruev, E.M. Dianov, V.M. Kim, V.M. Maskinsky M.V. Romanov, A.N. Guryanov, V.F. Khopin, V.A. Tikhomirov
" Ultraviolet radiation-and γ radiation induced color centers in germanium doped silica glass and fibers "
Fiber and integrated optics, **vol.8**, 20 Jan 1989, pp. 143-156.

[43] E.V. Anoikin, A.N. Guryanov, D.D. Gusovsky, E.M. Dianov V.M. Mashinsky, S.I. Miroshnichenko, V.B. Neustruev, V.A.Tikhomirov Y.B. Zverev
"U.V. and gamma. radiation damage in silica glass and fibres doped with germanium and cerium".
Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res., B.65, 1992, pp. 392-396.

[44] A. Jino, J. Tamura
"Radiation resistivity in silica optical fibers".
J. of light. Tech. **vol.6,** N°2, Feb. 1988. pp. 145-149.

[45] F. Lahoreau
"Irradiation gamma de fibres et de réseaux de Bragg à différents débits de dose"
Université des Sciences et Technologies de Lille, 1994.

CHAPITRE III

CONTRIBUTION A L'ETUDE DES MECANISMES MICROSCOPIQUES RESPONSABLES DE LA PHOTOSENSIBILITE DES FIBRES OU DES PREFORMES

I - Introduction

Dans le chapitre II, nous nous sommes intéressés à la photoréfractivité d'un point de vue macroscopique sans préciser l'origine microscopique des augmentations ou diminutions d'indice observées. De façon simplifiée, une forme différentielle de la relation de Lorenz-Lorentz [1] nous enseigne qu'une variation d'indice d'un matériau peut être créée par une variation de sa polarisabilité et/ou de sa densité (formule 6a du chapitre I). De ce fait, les différentes tentatives d'explication de la photosensibilité des verres germanosilicates proposées à ce jour dans la littérature, soit décrivent des mécanismes microscopiques conduisant à **un changement de la polarisabilité** du milieu, soit supposent **une densification** (ou une augmentation de volume) du milieu.

Ainsi, dans la première catégorie, nous pouvons ranger les modèles qui s'appuient sur un équilibre entre une destruction et une création de défauts ponctuels conduisant à une augmentation de la polarisabilité du verre. Nous pouvons aussi y ranger des modèles qui supposent que l'état de contrainte du matériau est modifié par l'inscription d'un réseau.

L'hypothèse de densification d'un verre germanosilicate n'avait pas été prouvée expérimentalement avant les expériences de P. Cordier et al [2] et B. Poumellec et al [3]. C. Fiori et R.A.B. Devine avaient cependant montré que la densité d'un verre de silice amorphe peut-être augmentée lorsqu'il est irradié par des tirs répétés en provenance d'un laser à Kr.F. dont la longueur d'onde d'émission est égale à 248 nm [4].

Nous présentons donc dans ce chapitre les résultats d'une série d'expériences que nous avons effectuées afin de mieux comprendre l'origine microscopique des effets photoréfractifs que nous utilisons pour inscrire des réseaux.

Lorsque nous avons commencé nos recherches, nous n'avions pas encore mis en évidence la photoréfractivité de type IIA. Certaines études ont donc été effectuées sur des verres irradiés dans des conditions typiques d'obtention de la photoréfractivité de type I sans que les irradiations aient été poursuivies pour obtenir une photoréfraction de type IIA. De plus, nous ne nous sommes pas intéressés à l'étude des mécanismes de la photoréfractivité de type II décrite pour la première fois par J.L. Archambault et al [5]. En effet, les conditions d'irradiation des fibres ou des préformes ont toujours été dans nos expériences telles que la fluence incidente sur le verre reste inférieure à la fluence seuil conduisant au mécanisme responsable de la photoréfractivité de type II. Cet auteur avance l'hypothèse qu'une fusion locale se produit dans le cœur de la fibre.

Le chapitre est organisé de la façon suivante :

Dans le paragraphe III, nous décrivons les expériences que nous avons réalisées pour mettre à l'épreuve le modèle s'appuyant sur les relations de Kramers-Kronig. Le principe de ces expériences consiste tout d'abord à irradier un verre germanosilicate à l'aide d'un rayonnement ultraviolet en se plaçant dans des conditions d'éclairement moyen du matériau les plus voisines possibles de celles qui sont couramment réalisées lors de la fabrication d'un réseau. Il s'agit ensuite de mesurer les variations du coefficient d'absorption, induites par l'irradiation ultraviolette. De façon idéale, cette mesure doit être réalisée sur toute l'étendue du spectre électromagnétique. Les relations de Kramers-Kronig permettent alors de calculer la variation d'indice à une longueur d'onde donnée correspondant aux modifications du coefficient d'absorption.

Compte tenu de l'ordre de grandeur des coefficients d'absorption des verres germanosilicates dans les domaines ultraviolets (typiquement 100 cm^{-1} vers 240 nm), il est nécessaire de disposer d'échantillons minces, difficilement réalisables en partant d'une fibre optique. Nous avons donc utilisé des lames minces polies découpées dans des préformes de fibre.

L'absorption induite dans le domaine visible a été enregistrée dans des fibres. Cette façon de procéder suppose que les concentrations initiales des défauts ponctuels éventuellement impliqués dans les effets photoréfractifs ainsi que les

mécanismes de destruction et de formation de ces défauts sont identiques dans les fibres et les préformes.

Cette hypothèse s'avère très difficile à vérifier. Plusieurs équipes ont montré que les spectres d'absorption de préformes étaient identiques à ceux enregistrés dans le coeur de fibres fabriquées à partir de ces préformes. Les enregistrements ont été réalisés dans des domaines spectraux compris entre 200 nm et 300 nm [6] ainsi qu'entre 275 nm et 575 nm [7].

Par ailleurs nous avons effectué une série d'expériences de comparaison des photosensibilités d'une fibre et de sa préforme afin de vérifier si le protocole expérimental que nous venons de décrire n'est pas manifestement inadapté. Nous présentons les résultats de ces expériences, dans le paragraphe II.

Une modification structurale induite dans un matériau peut provoquer un changement de sa densité et donc de son indice de réfraction. Nous nous sommes donc proposés de chercher à établir si l'irradiation ultraviolette provoque des changements structuraux dans le verre. Dans cet objectif, nous avons établi des collaborations avec des équipes disposant de techniques de mise en évidence de défauts structuraux. Dans le paragraphe IV, nous décrivons les expériences réalisées dans ce domaine par microscopie électronique par transmission au " Laboratoire de Structure et Propriété de l'État Solide " (J.C. Doukhan et P. Cordier).

Des expériences de spectrométrie Raman réalisées au " Laboratoire de Spectrochimie Infrarouge et Raman " (J. Corset, A. Lorriaux) sont présentées dans le paragraphe V.

II - Etude comparée de la photosensibilité d'une fibre et du coeur de sa préforme.

II - 1 - Objectif de l'étude

L'étude comparée de la photosensibilité d'une fibre et du coeur de sa préforme a été entreprise afin de vérifier s'il n'est pas déraisonnable d'étudier les changements de propriétés du verre induits par l'irradiation ultraviolette quand il

se présente sous l'une ou l'autre de ces deux formes. Cette étude est réalisée en rassemblant les résultats d'expériences réalisées sur ces deux types d'échantillons.

II - 2 - Méthodologie

Nous avons utilisé une fibre et une préforme de référence D (fibre et préforme BPG 285). Le principe de l'expérience consiste tout d'abord à inscrire des réseaux dans la fibre et dans le coeur de sa préforme puis à mesurer les efficacités de diffraction des réseaux. Ces données nous permettent de comparer les évolutions des amplitudes de la modulation d'indice induite par l'irradiation dans la fibre et dans la préforme en fonction de la fluence cumulée incidente.

Il faut cependant noter que l'amplitude de la modulation d'indice ne constitue pas un paramètre nécessairement pertinent pour établir une comparaison puisqu'il dépend du contraste des franges. Il est difficile de garantir la reproductibilité de ce contraste. La variation de l'indice moyen qui résulte de l'irradiation lumineuse peut sembler un meilleur élément d'estimation de la photosensibilité d'un matériau. Cependant, la variation d'indice moyen induit dans une préforme ne peut pas être calculée à partir de la mesure de l'efficacité du réseau épais. De ce fait, nous avons choisi d'établir notre comparaison en examinant l'amplitude de la modulation d'indice correspondant au spectre de diffraction d'ordre 1.

Nous avons tout d'abord utilisé une source ultraviolette pulsée pour inscrire les réseaux.

D'autres expériences de comparaison de photosensibilité de fibres et de préformes ont été réalisées en inscrivant des réseaux à l'aide d'une radiation continue délivrée par un laser à argon ionisé (système FRED, Coherent SA). Dans ce système, la fréquence de la radiation à 488 nm est doublée à l'aide d'un cristal de B.B.O. placé intracavité. Les dispositifs d'inscription des réseaux sont semblables à celui qui a été décrit par la figure II-1 dans le paragraphe II-2 du chapitre II.

Dans ces expériences, les conditions d'inscription des réseaux étaient différentes selon que l'inscription était effectuée dans la fibre ou dans le coeur de la préforme. En effet, le pas des réseaux écrits dans les préformes avec une fluence moyenne par tir égale à 100 mJ/cm^2 environ était égal à 8,3 µm alors que dans les fibres la fluence moyenne par tir était, dans cette expérience, égale à 250 mJ/cm^2 pour un pas égal à 0,46 µm environ. Nous avons signalé dans le chapitre II que la cinétique d'inscription des réseaux de type I dépendait assez peu de la fluence moyenne par tir (cette observation nous avait conduit à représenter la loi d'évolution de la variation d'indice en fonction de la fluence par la relation (29)).

Par ailleurs, il a été montré par Duval et al [8], que l'irradiation uniforme (sans frange) d'une fibre produit une variation d'indice comparable à celle résultant de l'inscription d'un réseau. Nous pouvons donc admettre que la photosensibilité des fibres et des verres ne dépend pas de la valeur choisie pour le pas des réseaux.

Les amplitudes de modulation d'indice ont été calculées à partir des mesures de réflectivité des réseaux comme il est indiqué dans le chapitre II ou à partir des mesures d'efficacité de diffraction des réseaux épais. Le protocole expérimental suivi pour mesurer l'efficacité de diffraction des réseaux épais est décrit dans l'annexe B.

Compte tenu des temps nécessaires pour réaliser ces expériences, nous n'avons pas cherché à étendre cette comparaison à d'autres types de fibre.

II - 3 - Résultats et discussions

La figure III-1 montre les évolutions des modulations d'indice dans les coeurs de fibres et de préformes en fonction de la dose incidente lorsque l'échantillon est irradié à l'aide d'un faisceau issu d'un laser à impulsions.

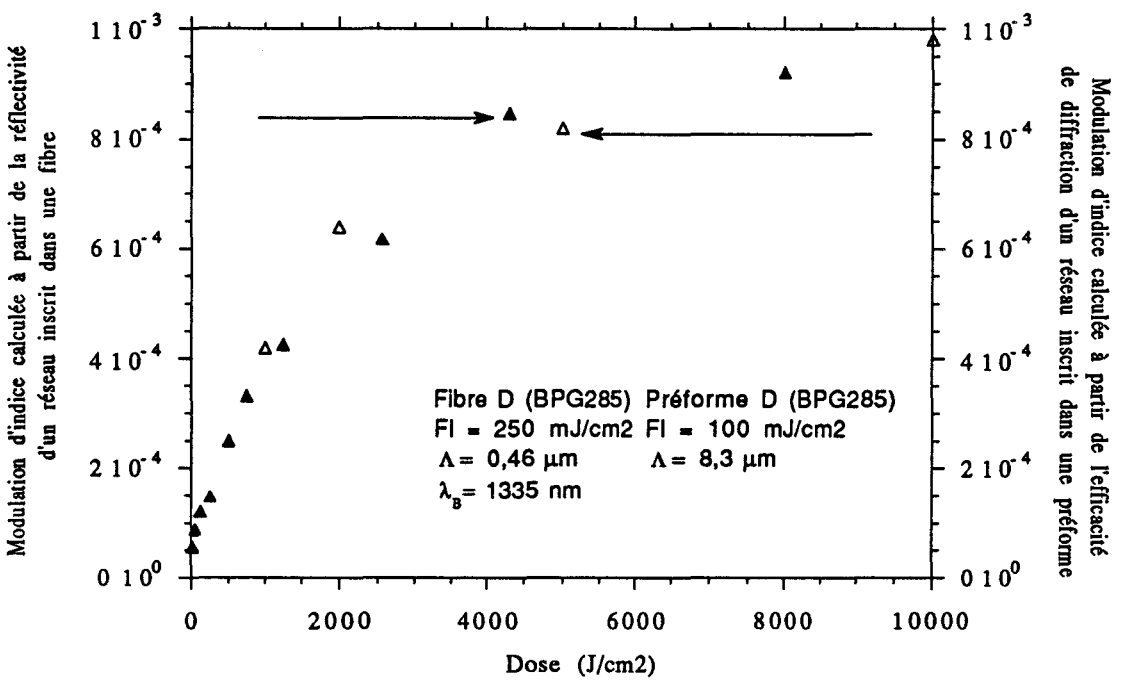


Figure III-1 : Comparaison entre la photosensibilité mesurée dans les fibres et dans les préformes

Les modulations d'indice calculées à partir de la réflectivité d'un réseau inscrit dans une fibre ou de l'efficacité de diffraction d'un réseau inscrit dans une

préforme augmentent de façon monotone pendant toute la durée de l'irradiation. *Les amplitudes des variations d'indice évoluent donc selon une loi temporelle similaire dans les fibres et les préformes.*

Le tableau III-1 rassemble les résultats de comparaisons entre des efficacités d'inscription dans des fibres ou des préformes D. Ces inscriptions sont réalisées à l'aide d'un faisceau issu d'un laser impulsionnel ou C.W. Il apparaît que l'ordre de grandeur de la photoréfraction induite par une source ultraviolette est conservé lorsque l'on inscrit un réseau dans une fibre ou dans le coeur de sa préforme.

II - 4 - Conclusion

Nos expériences ne démontrent pas que les mécanismes de la photoréfractivité sont semblables dans les fibres et dans les préformes. Elles ne sont pas contradictoires avec les hypothèses suivantes :

- les amplitudes des variations d'indices augmentent de façon similaire en fonction de la fluence incidente dans les fibres et dans les préformes.
- l'ordre de grandeur de la variation de la modulation d'indice est similaire dans le coeur d'une fibre ou de sa préforme.

Ce sont ces hypothèses que nous retiendrons implicitement dans toute la suite du mémoire.

III - Mise à l'épreuve du modèle de Kramers-Kronig

III - 1 - Principe des expériences

Nous avons procédé à deux types de mise à l'épreuve du modèle de Kramers-Kronig présenté dans le chapitre I.

- La première mise à l'épreuve consiste à comparer les dynamiques d'évolution de la variation d'indice calculée à partir des variations des spectres

Nature du matériau	Fluence par tir ou irradiance	Dose	$\Delta n'_1$ modulation saturation	$\Delta n'_0$ moyen saturation	Remarques
Fibre D pulsé λ_B = 1335 nm Λ = 0.475 µm	250 mJ/cm^2	10000 J/cm^2 (40000 tirs) 60000 J/cm^2 (240000 tirs)	9×10^{-4}	2.4×10^{-3}	Mise en évidence d'une photo-réfractivité de type IIA. L'indice moyen sature lorsque le réseau de type IIA se crée
Fibre D cw λ_B = 1234 nm	43 W/cm^2	70000 J/cm^2 232200 J/cm^2	$4\text{-}5 \times 10^{-4}$	1.8×10^{-3}	Le $\Delta n'_1$ à saturation est très difficilement mesurable car la réflectivité du réseau chute à 0 (à 34000 J/cm^2, $\Delta n'_1 \approx 4 \times 10^{-4}$)
Fibre D cw λ_B = 1335 nm	6.7 W/cm^2	38000 J/cm^2 38000 J/cm^2	4×10^{-4}	6.4×10^{-4}	A cette irradiance, la saturation du type I n'est pas atteinte
Préforme D pulsé pas 8.3 µm	100 mJ/cm^2	10000 J/cm^2 5000 J/cm^2 2000 J/cm^2 1000 J/cm^2	9.8×10^{-4} 8.2×10^{-4} 6.4×10^{-4} 4.2×10^{-4}		L'élévation de l'indice moyen du matériau ne peut être mesurée. $\Delta n'_1$ est mesuré à 633 nm. La polarisation du faisceau sonde est perpendiculaire au plan d'incidence
Préforme D cw pas 10 µm	67 W/cm^2	241000 J/cm^2 120000 J/cm^2 60000 J/cm^2	3.3×10^{-4} 1.6×10^{-4} 8.5×10^{-5}		
Préforme D cw pas 8 µm	7 W/cm^2	46200 J/cm^2 25200 J/cm^2 12600 J/cm^2	2×10^{-4} 1.6×10^{-4} 1.1×10^{-4}		

Tableau III-1 : Comparaison des efficacités d'inscription dans des fibres ou des préformes D (BPG285)

d'absorption et des relations de Kramers-Kronig avec celles que nous déterminons à partir de la mesure de la réflectivité spectrale d'un réseau de Bragg qui est inscrit dans une fibre. Le nombre d'impulsions ultraviolettes incidentes sur les matériaux représente la variable de l'étude, alors que la fluence par tir en constitue un paramètre.

- La seconde mise à l'épreuve consiste à comparer les ordres de grandeur de la variation d'indice calculée par les relations de Kramers-Kronig avec l'amplitude de la modulation d'indice calculée soit à partir de la transmission spectrale d'un réseau de Bragg inscrit dans une fibre, soit à partir de l'efficacité de diffraction d'un réseau épais inscrit dans une lame de préforme.

III - 2 - Description du protocole expérimental

Le coefficient d'absorption est simple à mesurer si l'on suppose que les photons absorbés sont convertis en chaleur dans le matériau supposé linéaire et non diffusant. Dans ces conditions, l'intensité d'un faisceau monochromatique (de longueur d'onde λ) de lumière parallèle incident sous incidence normale sur une lame à faces parallèles d'épaisseur L, diminue exponentiellement au cours de la propagation dans la lame.

$$I_s(\lambda) = T^2(\lambda)\, I_0(\lambda)\, e^{-\alpha(\lambda)L} \qquad (1)$$

La relation (1) correspond à la loi de Beer. $I_s(\lambda)$ désigne l'intensité du faisceau mesurée en sortie de lame, alors que $I_0(\lambda)$ représente l'intensité mesurée en entrée, $T(\lambda)$ correspond au coefficient de transmission d'une face de la lame et $\alpha(\lambda)$ représente le coefficient d'absorption du matériau. $\alpha(\lambda)$ peut dépendre de l'état de polarisation du faisceau incident si le matériau présente du dichroïsme.

En réalité, les échanges d'énergie matière-rayonnement ne peuvent se résumer à une simple conversion de photons en chaleur. Des mécanismes de diffusion divers (diffusion Rayleigh par exemple), constituent des processus de pertes (pour le faisceau transmis) que l'on peut prendre en compte par l'intermédiaire d'un coefficient d'atténuation $\beta(\lambda)$. Dans le cas de la diffusion Rayleigh, $\beta(\lambda) \approx \frac{1}{\lambda^4}$. D'autres phénomènes comme la fluorescence (ou la phosphorescence), caractérisée par une section efficace $\sigma(\lambda)$, peuvent au contraire constituer un processus de gain si une discrimination des composantes spectrales du faisceau transmis par l'échantillon n'est pas effectuée. Il apparaît clairement

qu'une mesure précise d'un coefficient d'absorption doit prendre en compte un bilan de tous ces effets.

De façon phénoménologique, on peut définir la densité optique D(λ) de l'échantillon à l'aide de la relation (2).

$$D(\lambda) = \mathrm{Log}\frac{I_0(\lambda)}{I_s(\lambda)} \qquad (2)$$

Dans la relation (2), le symbole "Log" désigne le logarithme en base 10. Dans la suite du mémoire, nous adoptons ce point de vue phénoménologique. Nous référençons la densité optique par rapport à la densité optique $D_0(\lambda)$ d'un échantillon supposé non absorbant, constitué par la gaine optique d'une lame de préforme (des expériences préliminaires nous ont montré que l'absorption de la gaine est négligeable dans la gamme spectrale {210 nm-350 nm})

$$D'(\lambda) = D(\lambda) - D_0(\lambda) = \mathrm{Log}\frac{I_s^e(\lambda)}{I_s(\lambda)} \qquad (3a)$$

$$\alpha(\lambda) \approx \frac{1}{L}\,\mathrm{Ln}\,10^{D(\lambda)} \approx \frac{2{,}3}{L}D(\lambda) \approx \frac{1}{L}\,\mathrm{Ln}\frac{I_s^e(\lambda)}{I_s(\lambda)} \qquad (3b)$$

Dans (3a), $I_s^e(\lambda)$ correspond à l'intensité mesurée en sortie de la lame non absorbante. Pour mesurer le coefficient d'absorption induite par l'irradiation ultraviolette nous supposons que l'irradiation lumineuse ne se traduit que par une variation $\Delta\alpha(\lambda)$ du coefficient d'absorption du matériau irradié. $\Delta\alpha$ se déduit de la relation approchée (4) .

$$\Delta\alpha(\lambda, t) \approx \frac{1}{L'}\,\mathrm{Ln}\frac{I_s(\lambda)}{I_s^t(\lambda)} \qquad (4)$$

Dans (4), $I_s^t(\lambda)$ représente l'intensité à l'instant t au cours ou après l'irradiation ultraviolette. La longueur irradiée de l'échantillon est désignée par L'.

Dans la pratique, il est nécessaire de prendre quelques précautions pour mesurer des valeurs de $\alpha(\lambda)$ et de $\Delta\alpha(\lambda)$ qui soient significatives. Afin d'expliciter notre protocole expérimental, nous supposons tout d'abord que la cause principale d'incertitude provient des mesures de $I_s^e(\lambda)$ $I_s(\lambda)$ et $I_s^t(\lambda)$. Cette hypothèse revient à

négliger l'influence des incertitudes de mesure de L et de L'. Nous désignons par ΔI l'incertitude affectée aux mesures de $I_s^e(\lambda)$, $I_s(\lambda)$ et $I_s^t(\lambda)$. Nous supposons donc implicitement que la valeur de ΔI est indépendante i/ du niveau du flux lumineux incident sur le détecteur, ii/ de la longueur d'onde du rayonnement. Les incertitudes sur les mesures du coefficient d'absorption $\alpha(\lambda)$ et sur celles du coefficient d'absorption induite par l'irradiation ultraviolette $\Delta\alpha(\lambda)$ sont désignées respectivement par $d(\alpha(\lambda))$ et $d(\Delta\alpha(\lambda))$.

$$d(\alpha(\lambda)) = \frac{1}{L}\Delta I\left\{\frac{1}{I_s^e} + \frac{1}{I_s}\right\} \tag{5a}$$

$$d(\Delta\alpha(\lambda)) = \frac{1}{L'}\Delta I\left\{\frac{1}{I_s'} + \frac{1}{I_s^t}\right\} \tag{5b}$$

Dans la relation (5a), I_s^e est une fonction de λ alors que I_s est une fonction de λ et de L. Pour que la mesure de $\alpha(\lambda)$ soit significative, il est nécessaire que l'inégalité (6a) soit vérifiée.

$$d(\alpha(\lambda)) \ll \alpha(\lambda) \tag{6a}$$

Les deux inégalités (6b) sont équivalentes à (6a).

$$\begin{cases} I_s\alpha L \gg \Delta I & (6b1) \\ \alpha L \gg \dfrac{\Delta I}{I_s^e} & (6b2) \end{cases}$$

Le produit $I_s\alpha L$ qui intervient dans l'inégalité (6b1) est maximum lorsque $\alpha L = 1$. La valeur $L = \frac{1}{\alpha}$ correspond donc à une longueur d'échantillon voisine de l'optimum.

L'inégalité (6b2) est vérifiée si $I_s^e \gg \Delta I$. Cette inégalité traduit simplement le fait que le signal délivré par le détecteur doit être supérieur à son bruit pour chaque valeur de l'intervalle spectral analysé. Il s'agit donc d'une condition qui résulte du niveau de signal émis par la source à spectre large. La source doit émettre un flux lumineux suffisant pour que le rapport signal à bruit délivré par le détecteur soit très supérieur à 1.

La réalisation de la condition $L \approx \frac{1}{\alpha(\lambda)}$ nécessite d'utiliser des échantillons de longueurs adaptées à la zone spectrale. Ainsi, par exemple, le coefficient d'absorption d'un verre germanosilicate dopé par 3 % molaire de germanium est égal typiquement à 100 cm^{-1} [9] vers 244 nm. La longueur optimale correspondant à cette valeur de $\alpha(\lambda)$ est alors égale à 100 µm.

Dans le domaine spectral {300 nm - 800 nm}, la cause principale d'absorption provient des ailes des bandes centrées vers 244 nm et d'une bande de faible intensité centrée vers 325 nm [7] [10] [11]. Typiquement le coefficient d'absorption du verre est de l'ordre de 0,2 cm^{-1} à cette longueur d'onde. Il lui correspond donc une longueur optimale d'environ 5 cm.

Une discussion analogue à celle que nous venons de présenter peut être conduite en partant de l'inégalité (5b).

$$d(\Delta\alpha(\lambda)) \ll \Delta\alpha(\lambda) \qquad (7a)$$

$$I_s^t \, \Delta\alpha \, L' \gg \Delta I \qquad (7b1)$$

$$\Delta\alpha \, L' \gg \frac{\Delta I}{I_s'} \qquad (7b2)$$

I_s^t est une fonction de λ et de L'. Le produit $I_s^t \, \Delta\alpha L'$ est maximum lorsque $\Delta\alpha L'=1$. La valeur $L' = \frac{1}{\Delta\alpha}$ correspond donc à la longueur optimale de l'échantillon qu'il faut irradier pour procéder à une mesure de $\Delta\alpha(\lambda)$. L'inégalité (7b2) est d'autant mieux vérifiée que la longueur de l'échantillon dans le domaine ultraviolet est voisine de L'. Typiquement $\Delta\alpha(\lambda)$ est de l'ordre de 100 cm^{-1} , ce qui fixe la valeur de L' à environ 100 µm. $\Delta\alpha(\lambda)$ reste inférieur à 10 cm^{-1} dans le visible.

L'ensemble des conditions (6) et (7) nous a conduit à choisir deux types d'échantillon :

— **des lames à faces parallèles découpées dans des préformes de fibre** pour les mesures de $\alpha(\lambda)$ et $\Delta\alpha(\lambda)$ dans la gamme spectrale {165 nm - 300 nm}. L'épaisseur des lames a été choisie, selon les expériences, entre 25 µm et 110 µm.

— **des fibres optiques** pour les mesures de $\Delta\alpha(\lambda)$ dans la gamme spectrale {360 nm - 700 nm}. La longueur des fibres est de l'ordre de 50 cm afin qu'un videur

de gaine puisse y être commodément implanté. La longueur de fibre irradiée transversalement (L') par le rayonnement à 244 nm varie selon les expériences entre quelques millimètres et 1 cm. Nous supposons dans la suite du mémoire que le coefficient $\alpha(\lambda)$ peut être assimilé à zéro dans cette gamme spectrale, sans procéder pour cela à des mesures spécifiques.

Le choix de deux types d'échantillon résulte du fait qu'il s'est avéré délicat d'utiliser des fibres de courte longueur (L < 1mm), de faible diamètre de coeur ($\varnothing$ < 10 µm) lorsque la longueur d'onde des radiations excitatrices est inférieure à 320 nm [11]. En effet, les caractéristiques géométriques des sources utilisées rendent impossibles l'excitation des modes guidés par le coeur sans que des modes soient transmis par la gaine. Dans ces conditions, le spectre d'absorption qui est enregistré ne correspond plus au seul matériau du coeur. Il n'est bien sûr pas possible d'éliminer ces modes de gaine en raison de la courte longueur de la fibre.

Les dimensions typiques du diamètre du coeur des préformes sont de l'ordre de 500 µm. Le faisceau lumineux qui traverse la lame à faces parallèles peut être suffisamment collimaté par un ensemble de diaphragmes circulaires pour n'éclairer que le coeur de la préforme.

Le diamètre du coeur des préformes est par contre, en général trop grand pour qu'il puisse être irradié transversalement de façon uniforme par une radiation issue d'un laser émettant à la longueur d'onde de 244 nm. L'irradiation ultraviolette est effectuée longitudinalement. Nous supposons que la variation du coefficient d'absorption qui résulte de l'irradiation longitudinale est uniforme sur toute l'épaisseur de l'échantillon. Nous supposons également que l'utilisation de deux méthodes d'irradiation : transversale ou longitudinale, conduisent à des résultats significatifs homogènes. Par ailleurs, bien que nous n'ayons pas établi l'existence d'une photoréfractivité de type IIA dans les préformes, il nous a semblé intéressant de prolonger les durées d'irradiation des échantillons lors des mesures de $\Delta\alpha(\lambda)$. Ainsi les doses incidentes peuvent être comparées aux doses nécessaires pour l'obtention de la photoréfractivité de type IIA au cours de l'inscription des réseaux dans les fibres.

III - 3 - Caractéristiques des matériaux étudiés

Les fibres et les préformes utilisées dans cette étude ont été fabriquées par J.F. Bayon du C.N.E.T. Lannion. Les découpes des lames de préformes ainsi que leurs polissages optiques ont été réalisés par Y. Le Guilloux du C.N.E.T. Lannion.

Les caractéristiques de ces fibres et de ces lames de préformes sont présentées dans le tableau III-2.

Le coeur des échantillons est dopé par de l'oxyde de germanium dans des proportions variant entre 6,5 % et 28 %. A priori, aucun autre dopant n'a été introduit dans le coeur de ces fibres. Aucune fibre n'a été tirée à partir de la préforme G (FPG2057).

Les fibres C et D (FPG2034 et BPG285) ont été utilisées dans les études présentées dans le chapitre précédent.

Référence CNET de l'échantillon	référence adoptée dans le mémoire	paramètres opto-géométriques	dopant du coeur	dopants de la gaine optique
FPG2034	Fibre C	$\phi ext = 125\ \mu m$ $\phi coeur = 2,2\ \mu m$ $\lambda_c = 1,15\ \mu m$	28% GeO_2 molaire $\Delta n = 3,9.10^{-2}$	F, P
	Préforme C	$\phi ext = 23.5$ mm $\phi coeur = 0,8$ mm	28% GeO_2 molaire $\Delta n = 42,7.10^{-3}$	F, P
BPG 285	Fibre D	$\phi ext = 125\ \mu m$ $\phi coeur = 5\mu m$ $\lambda_c = 1,15\ \mu m$	11,5% GeO_2 molaire $\Delta n = 13,3.10^{-3}$	B, P
	Préforme D	$\phi ext = 15,8$ mm $\phi coeur = 0,63$ mm	11,5% GeO_2 molaire $\Delta n = 18.10^{-3}$	B, P
FPG 2010	Fibre F	$\phi_{ext} = 125\ \mu m$ $\phi_{coeur} = 4,5\ \mu m$ $\lambda_c = 1,2\ \mu m$	11,4% GeO_2 molaire $\Delta n = 16,7.10^{-3}$	F, P
	Préforme F	$\phi_{ext} = 12,7$ mm $\phi_{coeur} = 0,63$ mm	11,4% GeO_2 molaire $\Delta n = 16,5.10^{-3}$	F, P
FPG 2057	Préforme G	$\phi_{ext} = 11,4$ mm $\phi_{coeur} = 1,5$ mm	6,5% GeO_2 molaire $\Delta n = 9,5.10^{-3}$	F, P

Tableau III - 2: Caractéristiques optogéométriques des fibres et des préformes. Concentration en oxyde de germanium.

Le tableau III-3 rassemble les ordres de grandeur des fluences cumulées nécessaires à l'inscription des spectres de type I et de type IIA dans les fibres C, D et F (FPG2034 BPG285 et FPG2010). La dose nécessaire à l'inscription d'un spectre de type IIA dans la fibre D est supérieure d'un ordre de grandeur à celle incidente sur la fibre C. Dans la fibre F, l'irradiation ultraviolette a été stoppée au cours de l'effacement du spectre de type I. La dose nécessaire à l'obtention de la photoréfractivité de type IIA n'a donc pas été déterminée.

Type de fibre	Fluence du Faisceau incident (mJ/cm^2) Longueur du réseau (mm)	Fluence cumulée afin que la transmission du spectre de type I atteigne un niveau de saturation (kJ/cm^2) (Nombre de tirs)	Fluence cumulée afin qu' un spectre de type IIA soit détecté (kJ/cm^2) (Nombre de tirs)
C FPG2034	140 (2,5) 220 (2,5)	1.05 (7500) 1.1 (5000)	5.6 (40000) 4.4 (20000)
D BPG 285	250 (2)	3.3 (20000)	60 (240000)
F FPG 2010	370 (2,4)	4.8 (13000)	

Tableau III - 3: Ordres de grandeur des fluences cumulées nécessaires à l'incription des spectres de type I et de type IIA

III - 4 - Montages expérimentaux utilisés pour enregistrer la densité optique $D(\lambda)$ de lames de préformes et la variation d'absorption $\Delta\alpha(\lambda)$ induite par irradiation ultraviolette de fibres ou de lames découpées dans des préformes

III - 4 - 1 - Mesure de $\Delta\alpha(\lambda)$ dans des fibres optiques : le domaine spectral analysé est compris entre 350 nm et 700 nm

Le montage utilisé afin d'enregistrer le spectre d'absorption induite dans le coeur d'une fibre germanosilicate est présenté sur la figure III-2. Le faisceau issu d'une lampe à décharge dans le deutérium est focalisé sur le coeur de la fibre par une lentille de 5 mm de focale. La distribution de l'intensité spectrale du faisceau s'avère spatialement hétérogène. Il est donc nécessaire de ne sélectionner qu'une partie du faisceau à l'aide d'un diaphragme circulaire. Le critère de sélection est le suivant : l'intensité du faisceau doit être maximale dans la gamme spectrale étudiée. Le diaphragme reste fixe pendant toute la durée des mesures.

En raison de l'étendue géométrique importante de la source comparée à celle des fibres, il est difficile de ne coupler de l'énergie lumineuse que dans les modes guidés sans que soient excités les modes de gaine. Pour s'affranchir de cet inconvénient, la fibre est placée dans un logement de forme circulaire, de rayon 5 cm appelé "videur de gaine". La gaine y est noyée dans un liquide d'indice.

Le faisceau transmis par la fibre optique est envoyé dans un spectromètre à faible résolution ($\Delta\lambda_{résolue}$ = 3 nm). L'énergie lumineuse est dispersée par un réseau holographique "blazé" afin de présenter une efficacité optimale entre 200 nm et 800 nm. Le signal est détecté par une barrette constituée de 1024 photodiodes au silicium dont 735 sont intensifiées (détecteurs de type C.C.D.) dans la gamme spectrale 200 nm - 800 nm.

L'irradiation ultraviolette est réalisée au moyen d'un spot focalisé sur la fibre. Les dimensions du spot sont estimées à l'aide d'un papier photosensible. L'énergie par impulsion est mesurée au moyen d'un calorimètre. La fluence moyenne par tir est calculée comme quotient de l'énergie par impulsion avec l'aire du spot.

Avant toute irradiation transverse par le faisceau ultraviolet de pompe, l'intensité du faisceau transmis par la fibre est enregistrée dans la gamme spectrale 350 nm et 700 nm. Dans le domaine spectral étudié, la cause principale d'absorption provient des ailes des bandes centrées vers 244 nm et d'une bande de faible intensité centrée vers 325 nm [7] [10] [11]. L'absorption résultant de ces ailes de bandes s'avère importante dans les fibres C et F (FPG2034, FPG2010). Il est cependant possible de mesurer $I_s(\lambda)$ dans ces fibres à des longueurs d'ondes supérieures à 400 nm (la longueur L des fibres est égale au minimum à 50 cm).

L'intensité spectrale de ce spectre de référence est notée $I_s(\lambda)$ dans l'équation (4) La fibre est ensuite irradiée par une rafale de N impulsions ultraviolettes. Chaque impulsion ultraviolette incidente sur la fibre excite un signal de fluorescence. L'intensité maximale du spectre de ce signal de fluorescence est située vers 400 nm. Ce signal, synchrone de l'impulsion, à une durée de 109 µs [12]. Afin d'éviter que ce signal ne perturbe la mesure de la distribution

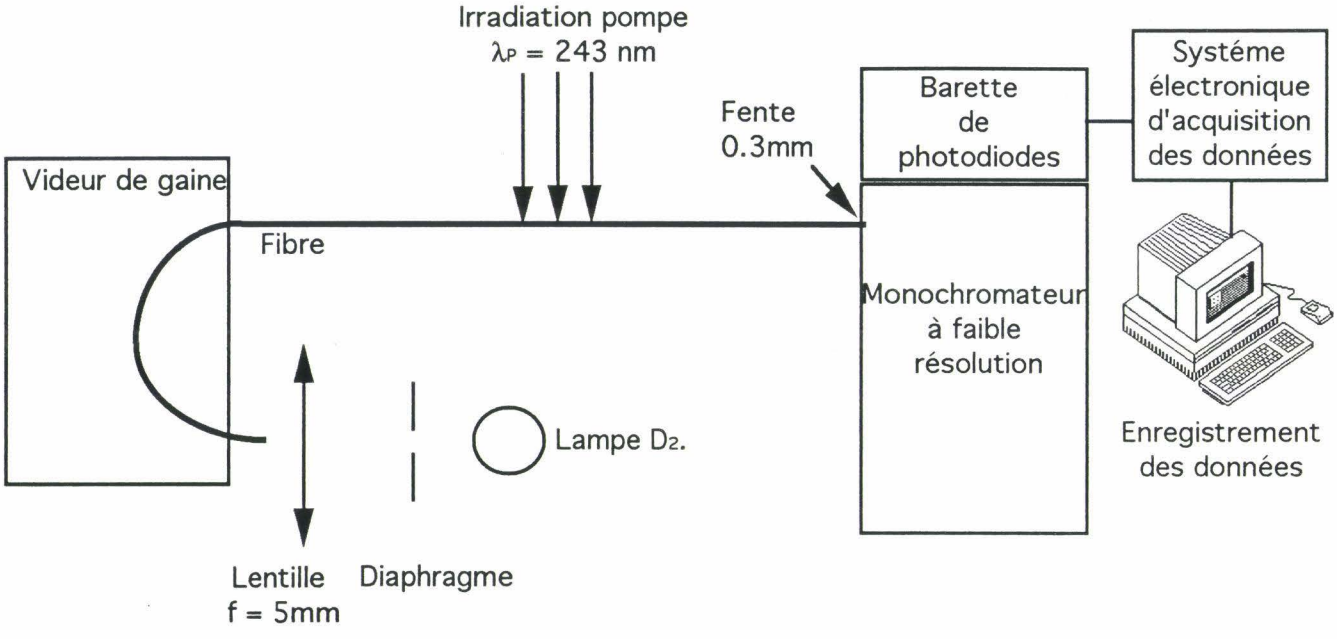


Figure III-2 : Banc d'enregistrement des spectres d'absorptions induites dans les fibres

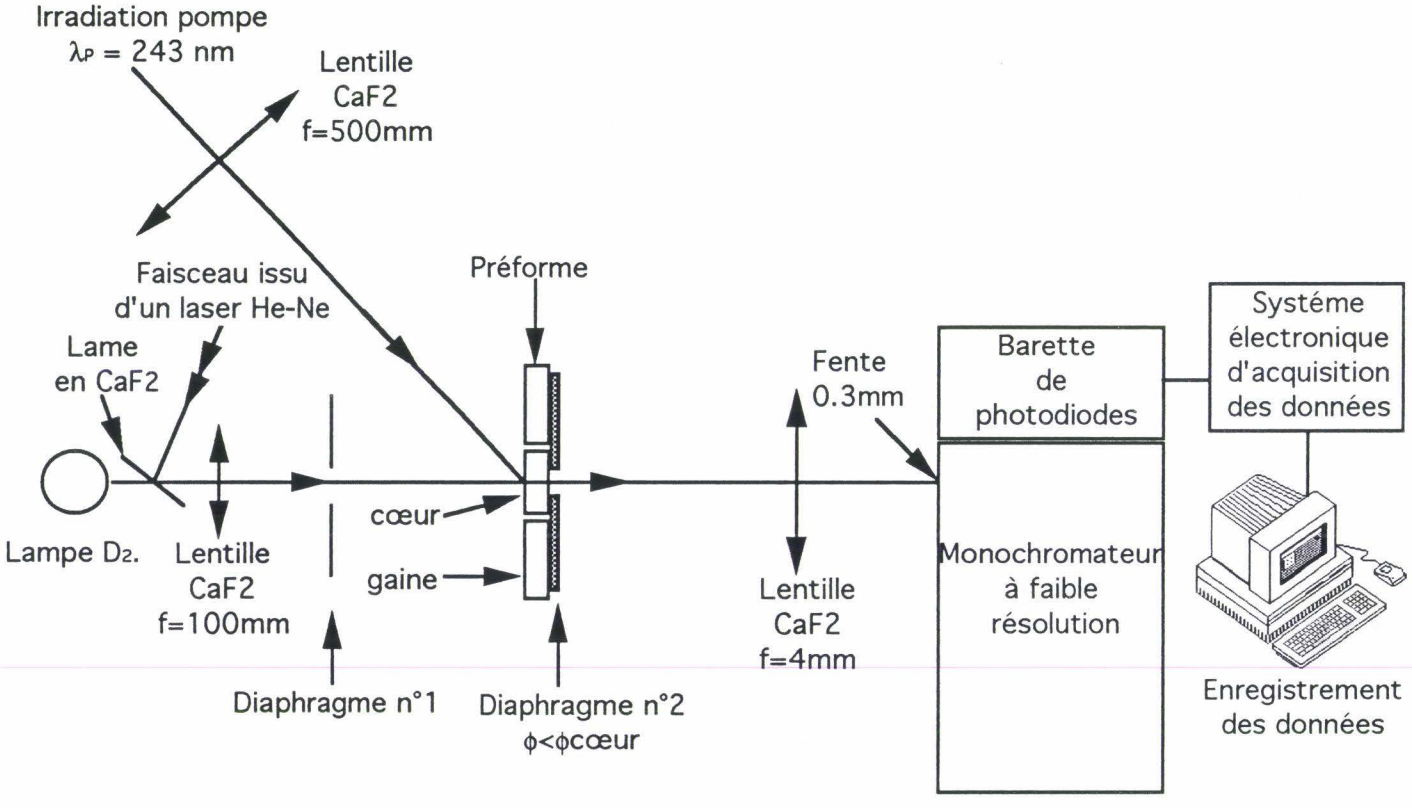


Figure III-3 : Banc d'enregistrement des spectres d'absorptions induites dans les préformes

transmise par la fibre, l'enregistrement du spectre dont l'intensité est notée $I_s^t(\lambda)$ dans la relation (14) est effectué après l'arrêt de l'irradiation. La période de temps séparant l'arrêt de l'irradiation et l'enregistrement reste cependant inférieure à 10 secondes.

Après la mesure, la fibre est irradiée à nouveau par une rafale de tirs. L'absorption induite par l'irradiation ultraviolette est calculée à l'aide de la relation (4). Les fluences moyennes choisies pour irradier transversalement la fibre sont similaires à celles utilisées lors de l'inscription des réseaux. *Il faut cependant noter que le mode d'éclairement de la fibre est différent dans les deux expériences (avec franges ou sans franges). Nous supposons dans la suite du mémoire que les valeurs de $\Delta\alpha(\lambda)$ sont indépendantes, pour une dose moyenne fixée, du mode d'éclairement de la fibre.*

III - 4 - 2 - Mesure de $D(\lambda)$ et $\Delta\alpha(\lambda)$ dans des lames de préforme : le domaine spectral analysé est compris entre 210 et 300 nm.

Des lames à faces parallèles d'épaisseur 110 µm ± 10 µm ont été découpées dans des préformes C et D (FPG2034 et BPG285). Les lames découpées dans les préformes F et G (FPG2010 et FPG2057) ont une épaisseur égale à 100 µm ± 10 µm.

Le schéma du montage est présenté sur la figure III-3. La source est composée d'une lampe à décharge dans le deutérium. Le diaphragme n° 1 permet de ne sélectionner que la partie du faisceau dont l'intensité est maximale dans la gamme {210 nm - 300 nm}. Un second diaphragme circulaire, de diamètre Ø = 300 µm (diaphragme n°2) est disposé dans l'axe du faisceau à spectre large. La disposition relative des diaphragmes est contrôlée durant toute la durée de l'expérience à l'aide d'un faisceau issu d'un laser He-Ne.

Après passage au travers des deux diaphragmes, le faisceau issu de la source à deutérium est focalisé sur la fente d'entrée du spectromètre à faible résolution. (Le spectromètre est décrit dans le paragraphe précédent) (figure III-3).

Le spectre de référence (correspondant à l'intensité mesurée en sortie de la lame non absorbante, noté $I_s^e(\lambda)$ dans l'équation (3 b)) est obtenu de la façon suivante. Une partie de la gaine optique de la préforme est placée en face du trou circulaire du diaphragme n°2. Le signal transmis est enregistré.

Après cette mesure, la lame de préforme est disposée comme il est indiqué sur la figure III-3. Le centre du cercle délimitant le diaphragme est placé en coïncidence avec le centre du cercle délimitant le coeur de la préforme. Le profil spectral du faisceau transmis par l'échantillon (noté $Is(\lambda)$ dans l'équation (3 b)) est

enregistré. La densité optique D'(λ) de l'échantillon est calculée à l'aide de la relation (3).

Le coeur de la préforme est ensuite irradié à l'aide d'un faisceau ultraviolet issu du laser pulsé (λp = 243 nm) focalisé sur le coeur de la préforme grâce à une lentille de focale 500 mm. Les dimensions du spot de focalisation du faisceau ultraviolet sont supérieures ou égales aux dimensions du diaphragme n° 2. Ces dimensions et l'énergie par impulsion sont choisies de façon à ce que la fluence par tir soit comparable à la fluence moyenne utilisée typiquement lors de l'inscription de réseau. L'énergie par impulsion incidente sur la lame de préforme est mesurée au moyen d'un calorimètre placé derrière le diaphragme n°2 (la lame de préforme est enlevée pour réaliser cette mesure).

Deux bandes de fluorescence synchrones de l'impulsion ultraviolette sont excitées par l'irradiation ultraviolette. Les bandes sont centrées respectivement à 290 nm et à 400 nm [12] [13]. Les durées des signaux de fluorescence correspondant à chaque bande sont égales respectivement à 8 ns [14] et 109 µs [12]. Afin d'éviter que le signal de fluorescence provenant de la bande centrée à 290 nm ne perturbe la mesure, l'irradiation de la lame par le faisceau issu du laser pulsé est arrêtée lors de l'enregistrement du profil spectral du faisceau transmis. Cette intensité est notée I_s^t (λ) dans l'équation (4). Δα(λ) est calculée à l'aide de la relation (4).

Durant les mesures, la lame est en permanence irradiée par le faisceau ultraviolet issue de la lampe au deutérium. La densité de puissance du faisceau de lecture, mesurée dans un intervalle spectral compris entre 200 nm et 300 nm au niveau de l'échantillon, est estimée à 2 $\mu W/cm^2$. Nous émettons l'hypothèse que l'effet de ce rayonnement continu sur l'évolution des bandes d'absorption est négligeable devant l'effet du rayonnement issu du laser pulsé. Par ailleurs, nous négligeons la fluorescence résultant de l'irradiation par ce rayonnement continu.

III-4-3- Mesure de D(λ) et Δα(λ) dans une lame de préforme : le domaine spectral analysé est compris entre 165 nm et 225 nm

La sensibilité de la barrette C.C.D. dont nous disposons au laboratoire est trop faible pour détecter le flux émis par la lampe à deutérium dans une gamme spectrale s'étendant au-dessous de 200 nm. De plus, dans un domaine de longueurs d'onde inférieures à 195 nm, la valeur non négligeable du coefficient d'absorption de l'oxygène contenu dans l'air nous impose de placer sous vide le banc optique décrit précédemment [15]. Nous ne disposons pas d'installation adaptée à ce type d'utilisation. Nous avons donc sollicité la collaboration de F. Launay de l'observatoire de Meudon afin de pouvoir disposer du spectromètre sous vide de

l'observatoire. Les mesures ont été effectuées par F. Launay en collaboration avec notre laboratoire.

Dans nos expériences, les échantillons sont constitués par deux lames découpées dans la préforme G (FPG2057). Les deux lames, désignées par G_1 et G_2, ont été amincies mécaniquement par polissage jusqu'à ce que leurs épaisseurs soient réduites respectivement à 22,8 µm et 11,5 µm. Cet amincissement a été effectué au "Laboratoire de Structure et Propriétés de l'Etat Solide de Lille". Cependant, nous ne garantissons pas, par cette technique, le parallélisme entre les deux faces de chacune des préformes. Le coeur de la lame G_2 a été irradié dans notre laboratoire par un faisceau d'intensité uniforme issu du laser pulsé (N = 29000 impulsions, Fl = 170mJ/cm^2). Enfin, chaque lame a été collée sur un diaphragme circulaire de diamètre égal à 1 mm (appelés respectivement D_1 et D_2). Les lames ont été disposées de sorte que le cercle délimitant le diaphragme coïncide parfaitement avec le cercle délimitant le coeur des préformes. Un troisième diaphragme circulaire de diamètre égal à 1 mm est appelé D_3.

Le dispositif de spectrométrie d'absorption de l'Observatoire de Meudon est constitué d'une source à deutérium, d'une fente source, d'un réseau holographique concave de rayon de courbure égal à 10 mètres et d'un détecteur (figure III-4). Les trois derniers éléments sont disposés sur un cercle de diamètre 10 mètres appelé "cercle de Rowland". Le détecteur (photomultiplicateur Hamamatsu R 269) sur la fenêtre frontale duquel on a vaporisé une couche de salicylate de sodium est mobile sur le cercle de Rowland grâce à un moteur pas à pas de pas égal à 2 µm. La zone spectrale qui peut être analysée pour une position donnée du réseau est de l'ordre de 10 nm. Pour changer de zone spectrale, on fait pivoter le cercle de Rowland autour d'un axe qui passe par la fente (montage Eagle). L'exploration de la nouvelle zone spectrale est effectuée en déplaçant le détecteur.

Tout le dispositif est placé sous vide. Seule la zone comprenant la source à deutérium et la fente d'entrée du spectromètre est accessible. Elle est constituée d'un caisson dans lequel nous pouvons disposer les échantillons. Chaque diaphragme est mis en position contre la fente d'entrée du spectromètre c'est à dire sur le cercle de Rowland (figure III-4). Les mesures effectuées dans les échantillons D_1, D_2 et D_3 nous permettent d'enregistrer l'intensité de chaque spectre d'absorption. Ils sont notés respectivement $I_s(\lambda)$, $I_s^t(\lambda)$ et $I_o(\lambda)$ dans les équations (2) et (4). La densité optique $D(\lambda)$ et le coefficient d'absorption induit $\Delta\alpha_G(\lambda)$ sont calculés à partir des équations (2) et (4).

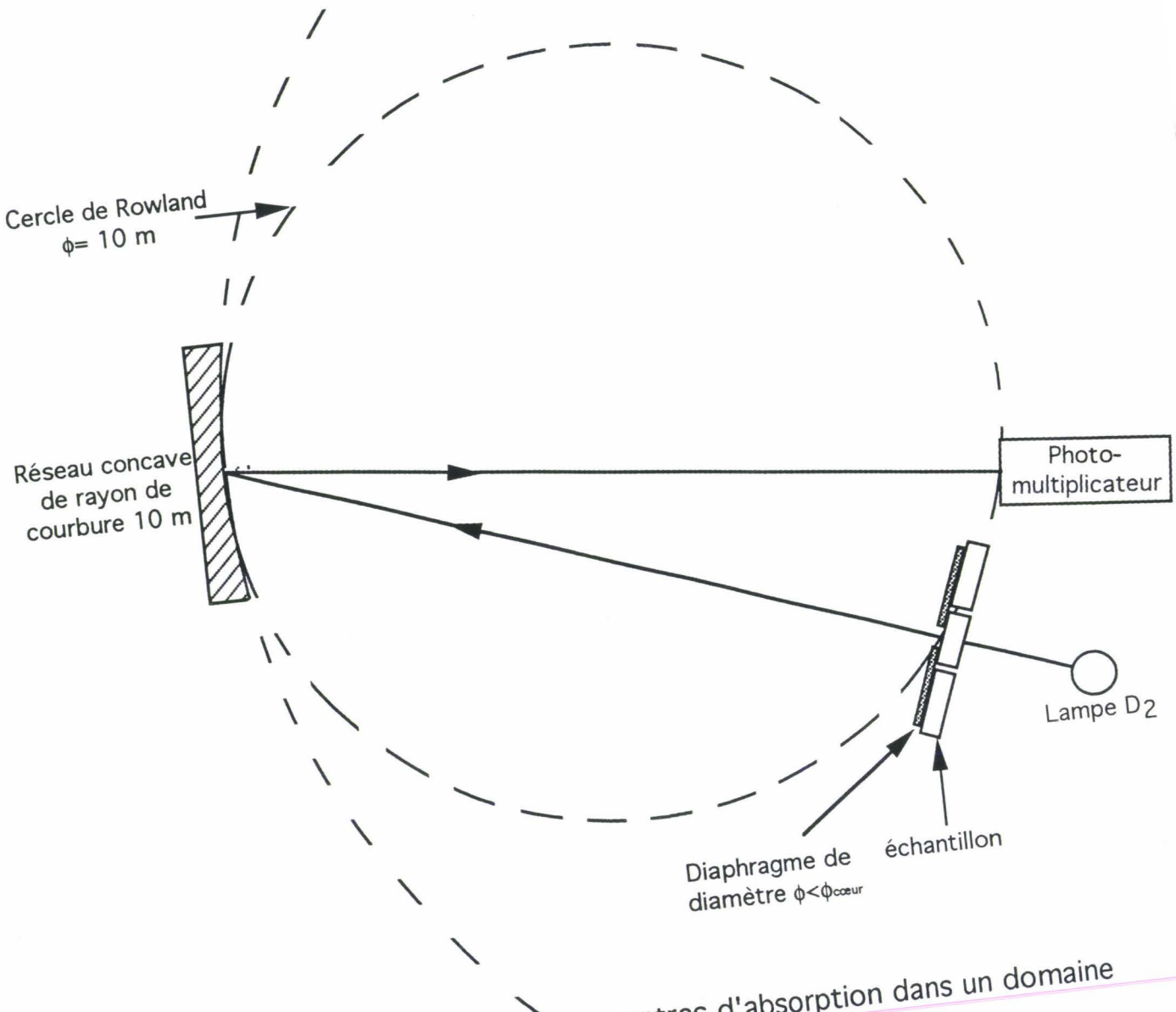


Figure III-4 : Banc d'enregistrement des spectres d'absorption dans un domaine spectral situé entre 165 nm et 225 nm

Cependant, la faible qualité optique des lames G_1 et G_2 affecte la précision des mesures de $Is(\lambda)$, $I_s^t(\lambda)$ et $I_o(\lambda)$. En effet, G_1 et G_2 sont constituées par deux lames à faces non parfaitement parallèles. Placées contre la fente d'entrée du spectromètre, elles introduisent une déviation de l'axe du faisceau sonde ultraviolet. En formulant l'hypothèse que cette déviation reste constante en fonction de la longueur d'onde, nous pouvons supposer que la densité optique et le coefficient d'absorption induit sont connus à un facteur multiplicatif β_D et $\beta_{\Delta\alpha}$ près indépendant de la longueur d'onde. Les facteurs β_D et $\beta_{\Delta\alpha}$ sont calculés de la façon suivante.

A l'aide du dispositif expérimental de Lille décrit en III-4-2, nous enregistrons, dans un domaine spectral s'étendant entre 210 nm et 300 nm, les spectres d'absorption de deux lames G'_1 et G'_2 découpées dans la préforme D. G'_2 est préalablement irradiée de la même manière que G_2 (N = 29000 impulsions, Fl = 170 mJ/cm^2). Nous en déduisons la densité optique $D'_{G'}(\lambda)$ et le coefficient d'absorption induit $\Delta\alpha_G(\lambda)$ par les relations (3) et (4). Nous comparons les valeurs mesurées à Lille et à Meudon dans la gamme spectrale {210 nm, 225 nm}. Les spectres enregistrés à Meudon se déduisent des spectres de Lille aux facteurs multiplicatifs β_D et $\beta_{\Delta\alpha}$ calculés à partir des relations (8a) et (8b)

$$\beta_D = \frac{D'_G(\lambda)}{D_G(\lambda)} \qquad (8a)$$

$$\beta_{\Delta\alpha} = \frac{\Delta\alpha_G(\lambda)}{\Delta\alpha(\lambda)} \qquad (8b)$$

III - 5 - <u>Etude dynamique de la variation d'absorption induite $\Delta\alpha(\lambda)$ et de la variation d'indice $\Delta n(\lambda)$ au cours d'irradiations ultraviolettes. Le calcul de $\Delta n(\lambda)$ est effectué à l'aide des relations de Kramers-Kronig</u>

III - 5 - 1 - Introduction

L'expression analytique de la relation de Kramers-Kronig reliant la variation d'indice à la variation du coefficient d'absorption est présentée dans le paragraphe II-1 du chapitre I.

$$\Delta n(\omega) = \frac{1}{2n(\omega)}\left[\frac{c^2}{2\omega^2}\alpha(\omega)\Delta\alpha(\omega) + \frac{2}{\pi}\int_o^{\infty}\frac{x}{x^2-\omega^2}\left\{\frac{c}{x}\left[\Delta n(x)\alpha(x) + n(x)\Delta\alpha(x)\right]\right\}dx\right]$$

Dans cette relation, il apparaît que le calcul de Δn à la pulsation $\omega = 2\pi c/\lambda$ nécessite la connaissance de $\alpha(\omega)$ et $\Delta\alpha(\omega)$. Les spectres nécessaires à l'obtention de ces données sont présentés sur les figures III-5 ; III-6 et III-7 qui correspondent aux préformes C, D et F respectivement (FPG2034, BPG285 et FPG2010).

Le calcul de Δn est effectué à partir d'un programme mis au point dans le laboratoire. Il se déroule selon le processus itératif suivant. Au premier pas de l'itération, le terme $\Delta n(x)\ \alpha(x)$ est négligé devant le produit $n(x)\ \Delta\alpha(x)$. Une valeur approchée de $\Delta n(\omega)$ est déterminée à partir des valeurs de $\alpha(\omega)$ et de $\Delta\alpha(\omega)$.

Référence	Δn_{KK} calculée dans la référence (longueur d'onde à laquelle Δn_{KK} est calculée)	Δn_{KK} calculée dans le laboratoire (longueur d'onde à laquelle Δn_{KK} est calculée)
[16]	4.10^{-5} (1559 nm)	$4{,}0.10^{-5}$ (1559 nm)
[9]	$4{,}5.10^{-5}$ (λ non précisée)	$4{,}3.10^{-5}$ (1559 nm)
[17]	5.10^{-7} (1500 nm)	5.10^{-7} (1500 nm)

Tableau III-4 : *Comparaison entre les valeurs de Δn_{KK} données dans la littérature et celles calculées par le programme.*

Dans une deuxième étape, la valeur approchée de $\Delta n(\omega)$ est introduite dans l'équation à la place de $\Delta n(x)$. La validité de cette procédure numérique a été vérifiée au moyen d'exemples donnés dans la littérature scientifique. Le tableau III-4 présente une comparaison entre les valeurs de Δn_{KK} données dans la littérature et les valeurs de Δn_{KK} calculées à l'aide de notre programme.

III-5-2- Présentation des dynamiques d'évolution de l'absorption induite dans chaque échantillon par l'irradiation ultraviolette

Echantillon 1 : fibre et préforme C (FPG 2034)

Les figures III-5-b et III-5-c représentent l'évolution des coefficients d'absorption induite dans la préforme C (210 nm $\leq \lambda \leq$ 325 nm) et dans la fibre C (400 nm $\leq \lambda \leq$ 670 nm). Les fluences incidentes sur les échantillons étaient égales à 150 mJ/cm^2 et 255 mJ/cm^2 respectivement. Dans le domaine ultraviolet, le coefficient $\Delta\alpha(\lambda,N)$ représentant la variation d'absorption induite par l'irradiation ultraviolette présente une évolution en fonction du nombre de tirs indépendante de la longueur d'onde λ. Cependant, l'aspect des courbes laisse supposer qu'une bande centrée à $\lambda \approx$ 244 nm (énergie 5 eV) est blanchie. Cette observation est en accord avec l'hypothèse de ruptures des liaisons Ge-X discutée dans le premier chapitre. Quelle que soit la longueur d'onde λ, l'excès de perte $\Delta\alpha(\lambda)$ est maximal après irradiation par 40 impulsions; la valeur $\Delta\alpha(\lambda)$ reste stable jusqu'à N = 300 tirs, puis diminue rapidement entre 300 et 5000 impulsions. Elle atteint un niveau de saturation vers 100000 tirs et reste inchangée jusqu'à la fin de l'irradiation (N = 200000 tirs).

Dans le domaine visible, l'absorption induite est maximale en 6 tirs puis diminue de façon monotone jusqu'à un niveau de saturation atteint en 5000 tirs pour des longueurs d'ondes supérieures à 500 nm environ (énergie inférieure à 2,45 eV environ). $\Delta\alpha(\lambda)$ atteint un niveau de saturation sur toute la gamme spectrale après 105 000 tirs.

Echantillon 2 : fibre et préforme D (BPG 285)

Dans le domaine ultraviolet (figure III-6-b), le coefficient $\Delta\alpha(\lambda)$ commence par augmenter avec le nombre d'impulsions pour toutes les valeurs de λ. $\Delta\alpha(\lambda)$ atteint un niveau de saturation en 20000 impulsions pour une valeur de la longueur d'onde supérieure à 280 nm (4,3 eV) et en 30000 tirs pour une valeur de la longueur d'onde inférieure à 280 nm (4,3 eV). Le spectre d'absorption induit dans le domaine visible (figure III-7-c) montre un aspect assez structuré en fonction de la longueur d'onde. $\Delta\alpha(\lambda)$ présente un maximum vers 550 nm (2,25 eV), décroît jusqu'à 440 nm (2,8eV) environ, puis croît de façon monotone jusqu'à 3,4 eV. A mesure que le nombre de tirs est progressivement augmenté, $\Delta\alpha(\lambda)$ prend une valeur maximale vers 7 tirs puis décroît de façon monotone

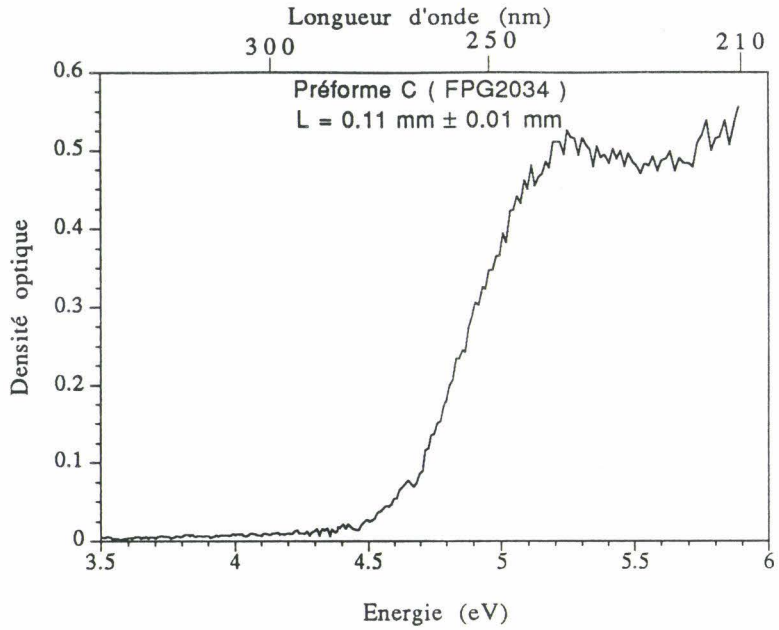


Figure III-5-a : Spectre d'absorption du cœur des préformes C (FPG2034)

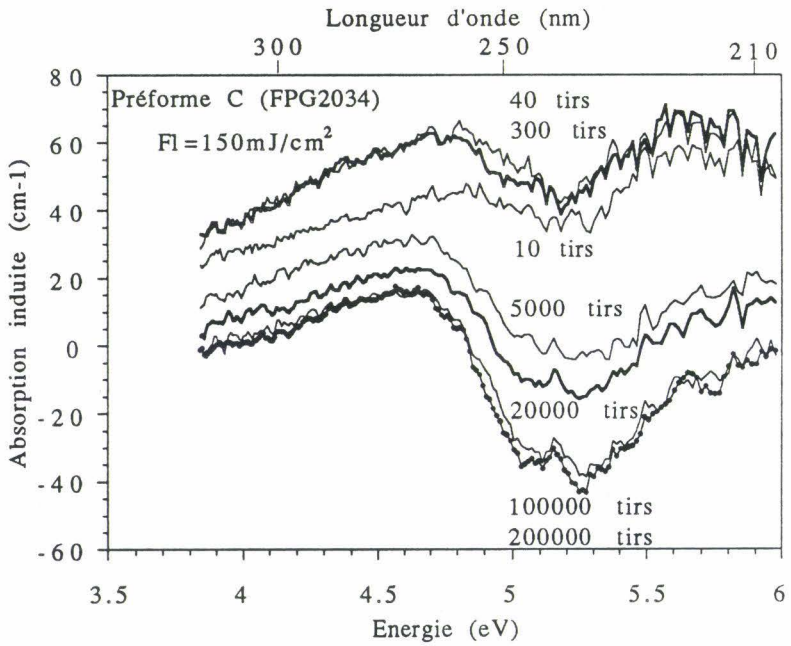


Figure III-5-b : Evolution de l'absorption induite dans la préforme C .

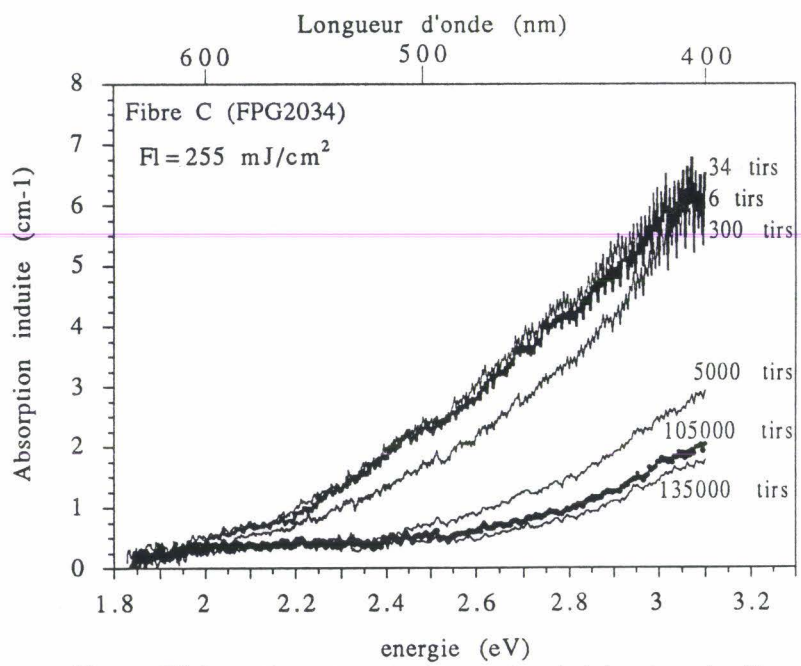


Figure III-5-c : Evolution de l'absorption induite dans la fibre C.

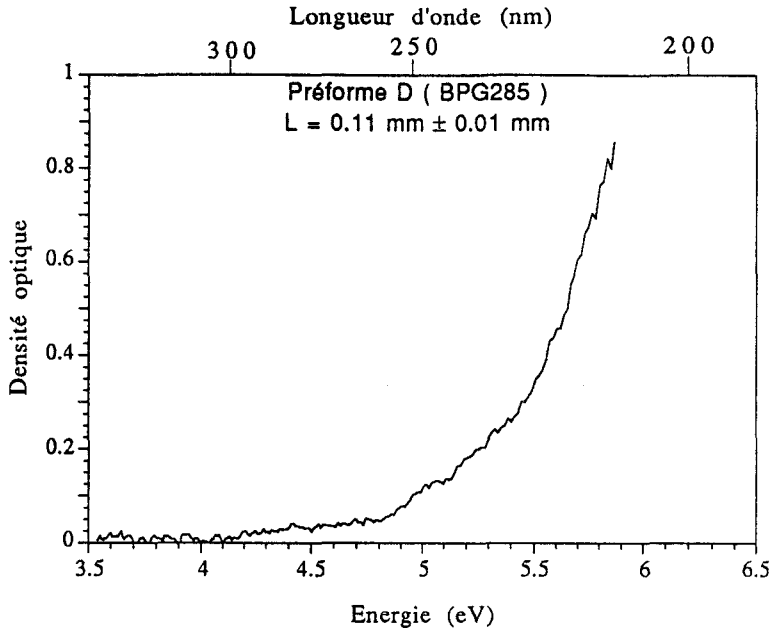


Figure III-6-a : Spectre d'absorption du cœur des préformes D (BPG285)

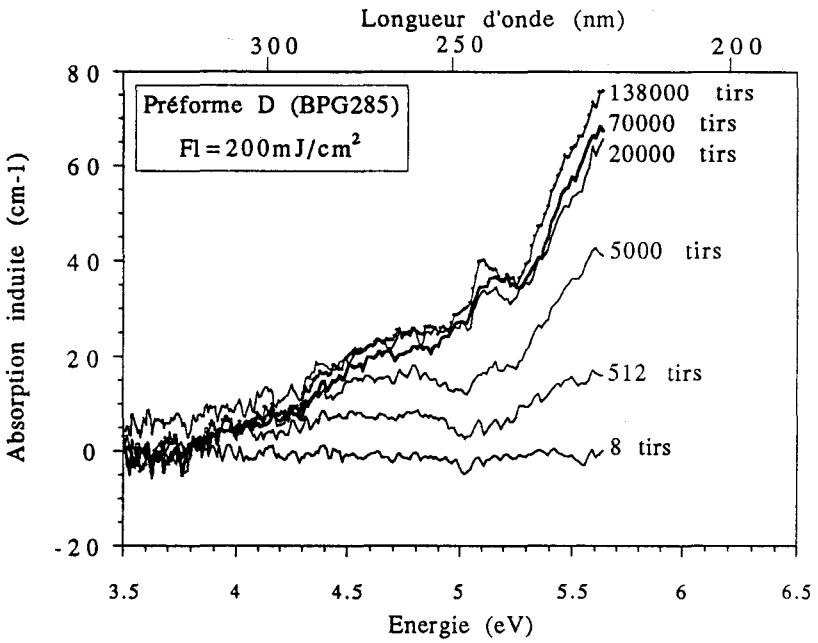


Figure III-6-b : Evolution de l'absorption induite dans la préforme D
La mesure est effectuée à t<10s aprés l'arrêt des tirs

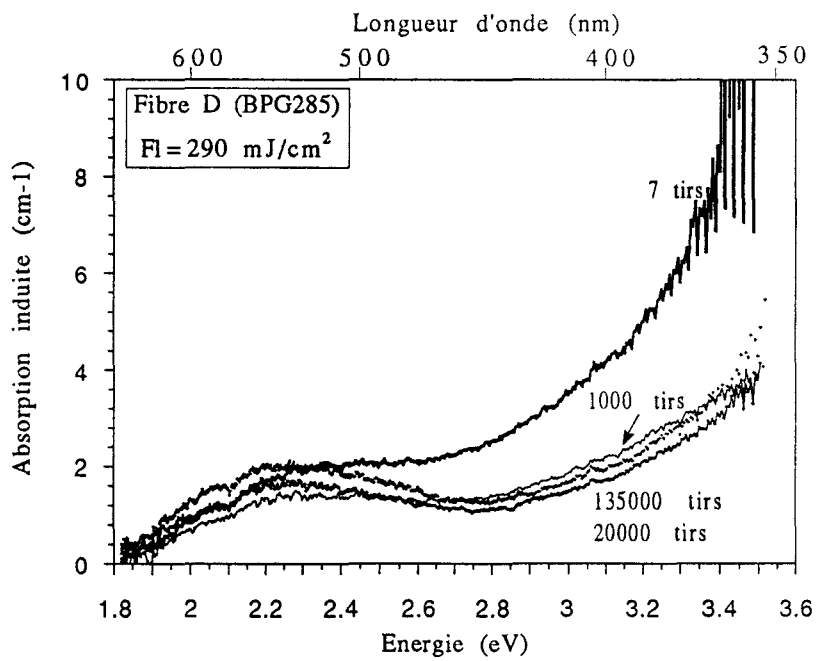


Figure III-6-c : Evolution de l'absorption induite dans la fibre D.

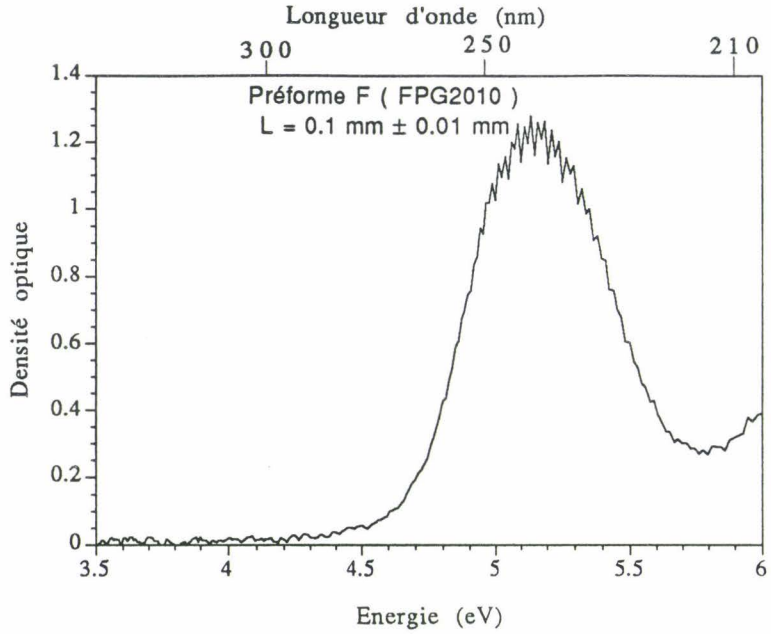


Figure III-7-a : Spectre d'absorption du cœur de préforme F (FPG2010)

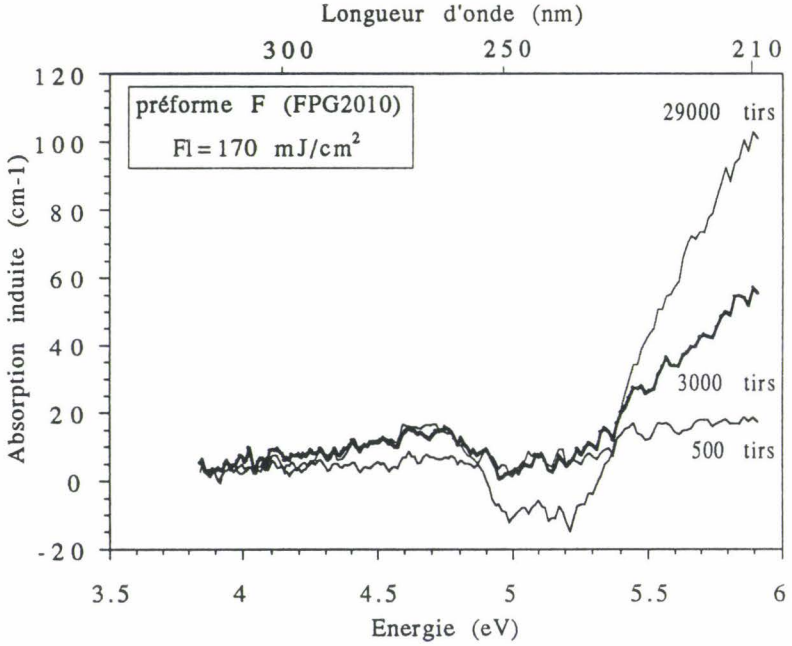


Figure III-7-b : Evolution de l'absorption induite dans la préforme F.

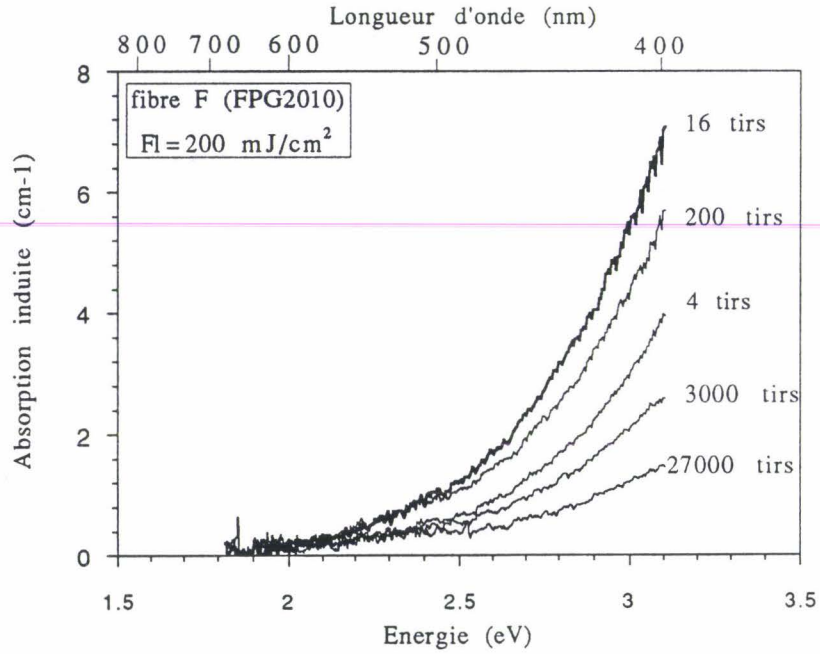


Figure III-7-c : Evolution de l'absorption induite dans la fibre F.

jusqu'à 1000 impulsions environ. Après 1000 impulsions, l'absorption enregistrée vers 413 nm (3eV) a atteint un niveau de saturation et reste stabilisée compte tenu des erreurs de mesures. L'absorption induite à 550 nm (2,25eV) augmente à nouveau après 15000 tirs.

Echantillon 3 : fibre et préforme F (FPG 2010)

Le spectre d'absorption induite par le pompage optique (fluence par tir égale à 170 mJ/cm^2) est présenté dans le domaine ultraviolet sur la figure III-7-b.

Le coefficient d'absorption induite mesuré vers 220 nm (5,64eV) augmente de façon monotone jusqu'à la fin de l'irradiation. Le coefficient d'absorption induite mesuré à 240 nm (5,16eV) diminue puis devient négatif lorsque le nombre d'impulsions est supérieur à 4000. $\Delta\alpha$(240 nm) atteint un niveau de saturation vers N = 15000 impulsions. A 260 nm (4,77eV), le coefficient d'absorption augmente de 15 cm^{-1} en 3000 tirs. Il garde ensuite une valeur constante jusqu'à la fin de l'irradiation (compte tenu des de la dispersion des mesures liée aux erreurs de mesure).

Le coefficient d'absorption induite dans le domaine visible, évolue de façon monotone avec la longueur d'onde. Sur la figure III-7-c, nous remarquons que l'absorption induite à 3eV (413 nm) passe de 0 cm^{-1} à 6 cm^{-1} en 16 impulsions puis décroît en fonction du nombre de tirs (16 tirs < N < 27000 tirs).

III-5-3- Comparaison entre les dynamiques d'évolution des variations d'indice calculées à partir des variations du coefficient d'absorption ou à partir de la mesure de la réflectivité spectrale d'un réseau.

Dans ce paragraphe, nous nous proposons de comparer les dynamiques d'évolution de la variation d'indice calculées par deux méthodes différentes.

1) La variation d'indice Δn_{KK} est calculée à partir d'une des relations de Kramers-Kronig. Les données numériques nécessaires à ce calcul sont déduites des spectres d'absorption et d'absorption induite mesurés dans un domaine spectral s'étendant de 210 nm à 300 nm et de 410 nm (ou 350 nm) à 700 nm. Le calcul ne prend pas en compte l'évolution des bandes d'absorption situées à des longueurs d'onde inférieures à 210 nm. En effet, la technique de spectrométrie du vide qui a été employée pour mesurer le coefficient d'absorption d'une lame de préforme dans le domaine spectral 165 nm $\leq \lambda \leq$ 225 nm n'a été utilisée qu'après une seule

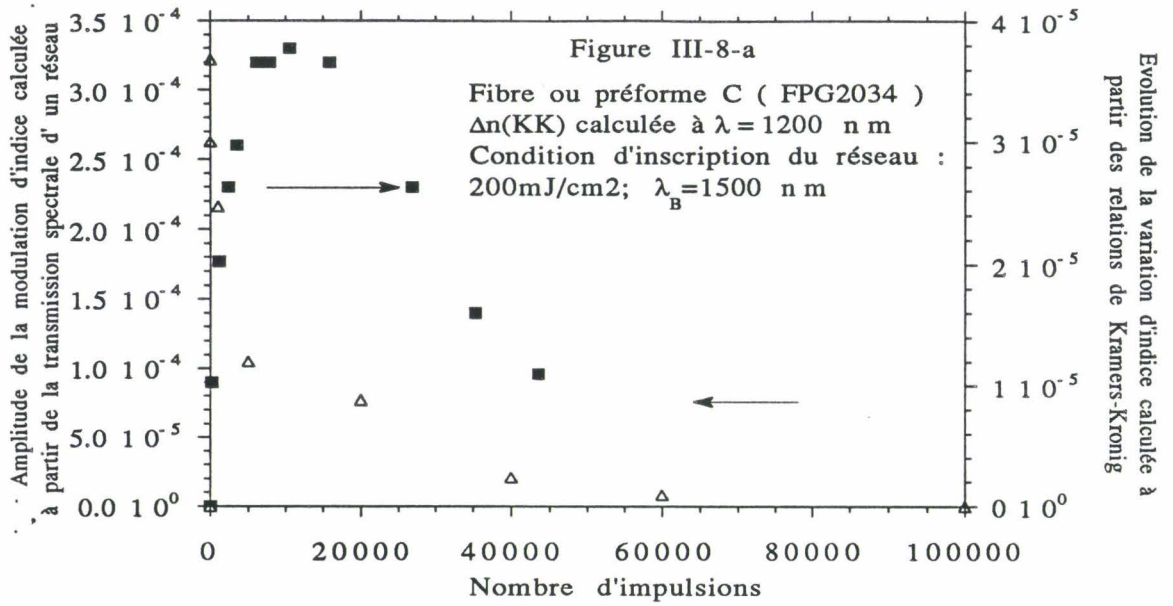


Figure III-8-a

Fibre ou préforme C (FPG2034)
$\Delta n(KK)$ calculée à $\lambda = 1200$ n m
Condition d'inscription du réseau :
200mJ/cm2; λ_B=1500 n m

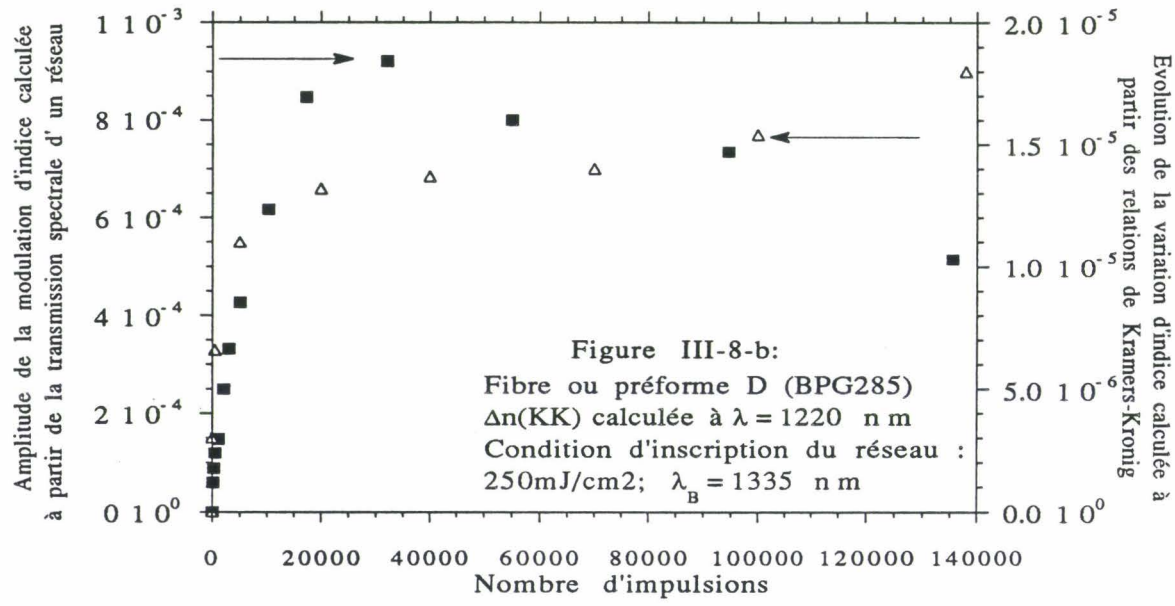


Figure III-8-b:

Fibre ou préforme D (BPG285)
$\Delta n(KK)$ calculée à $\lambda = 1220$ n m
Condition d'inscription du réseau :
250mJ/cm2; $\lambda_B = 1335$ n m

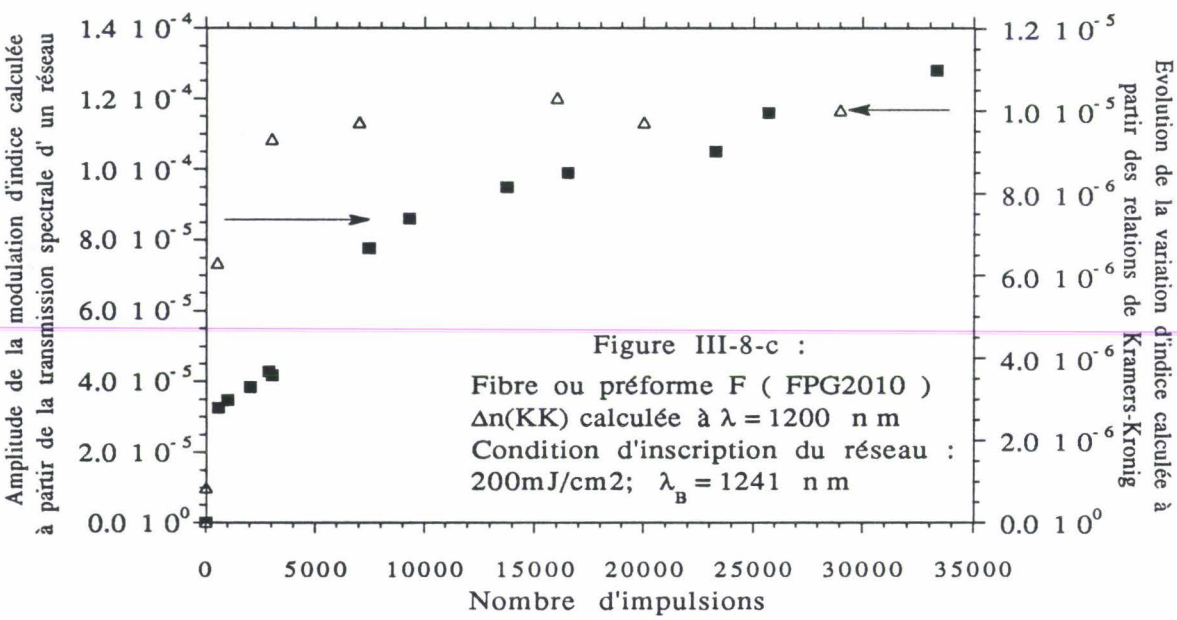


Figure III-8-c :

Fibre ou préforme F (FPG2010)
$\Delta n(KK)$ calculée à $\lambda = 1200$ n m
Condition d'inscription du réseau :
200mJ/cm2; $\lambda_B = 1241$ n m

Comparaison entre les dynamiques d'évolution des variations d'indice calculées à partir des relations de Kramers-Kronig ou de la transmission spectrale d'un réseau

irradiation ultraviolette de l'échantillon. Nous ne disposons donc pas de données décrivant l'évolution de $\Delta\alpha(\lambda)$ dans ce domaine spectral au cours de l'irradiation.

Dans ce calcul, nous négligeons aussi la contribution à la variation d'indice des éventuelles variations d'absorption induite dans le domaine infrarouge. Cette hypothèse est étayée par des mesures effectuées par P. Cordier et al, décrites dans la référence [2]. L'expérience de P. Cordier met en évidence que la transmission spectrale d'une préforme D (BPG285) ne varie pas dans le domaine spectral infrarouge {580 cm^{-1} - 1700 cm^{-1}} lorsque la préforme est irradiée par 90000 impulsions avec une fluence de 250 mJ/cm^2 (λp = 244 nm).

2) La variation d'indice $\Delta n'_1$ est calculée à partir des mesures de la transmission spectrale d'un réseau effectuées dans le premier ordre de diffraction. Pour effectuer le calcul de $\Delta n'_1$, nous supposons que le profil longitudinal d'indice résultant de l'irradiation est parfaitement sinusoïdal. La longueur d'onde de Bragg du réseau est égale à λ_{B1} ; $R(\lambda_{B1}) = 1 - T(\lambda_{B1})$ représente le facteur de réflexion du réseau.

$$\Delta n'_1 = \frac{\lambda_{B1}}{\pi L \eta(V)} \operatorname{arctanh} \sqrt{(1 - T(\lambda_{B1}))} \qquad (9)$$

Dans la relation (9), $\Delta n'_1$ représente l'amplitude de modulation d'indice d'un réseau de longueur L. Le cœfficient $\eta(V)$ désigne le rapport entre la puissance lumineuse guidée dans le coeur de la fibre et la puissance lumineuse guidée dans la fibre [18].

Les figures III-8-a, III-8-b et III-8-c montrent l'évolution de Δn_{KK} et $\Delta n'_1$ dans les échantillons C, D et F respectivement. La variable de l'étude est le nombre d'impulsions. Le calcul de Δn_{KK} est effectué en fixant la longueur d'onde à 1200 nm. Les données du calcul sont déduites des spectres présentés dans le paragraphe précédent. La longueur d'onde de Bragg des réseaux dans l'ordre 1 et la fluence utilisée sont indiquées dans les encarts des figures.

La variation maximale d'indice déduite des variations de coefficients d'absorption induites par l'irradiation de l'échantillon C (FPG2034) est égale à $3{,}68.10^{-5}$. Cette valeur est obtenue après irradiation de la lame par 40 tirs (figure III-6-d). Lorsque le nombre de tirs est augmenté au-delà de cette valeur, Δn_{KK} diminue et tend vers zéro lorsque le nombre de tirs atteint 60000.
$\Delta n'_1$ augmente jusqu'à $3{,}3.10^{-4}$ lorsque N est égal à 10000 puis décroît de façon monotone ($\Delta n'_1 = 9{,}7.10^{-5}$ pour N = 43000 tirs).

Dans l'échantillon D (BPG285), Δn_{KK} augmente de façon monotone en fonction du nombre d'impulsions. Δn_{KK} croît rapidement au début de l'irradiation ($\Delta n_{KK} = 1{,}32.10^{-5}$ pour N = 20000 tirs), puis beaucoup plus lentement ($\Delta n_{KK} = 1{,}8.10^{-5}$ pour N = 138000 tirs).

$\Delta n'_1$ atteint une valeur maximale après irradiation de la fibre par N = 38000 impulsions ($\Delta n'_1 = 9{,}2.10^{-4}$) puis décroît lentement de façon monotone. Après 139000 tirs, $\Delta n'_1$ est égale à 5.10^{-4}.

Δn_{KK} augmente de façon monotone jusqu'à la fin de l'irradiation de l'échantillon F (FPG2010). Cependant Δn_{KK} croît très rapidement au début de l'irradiation ($\Delta n_{KK} = 9{,}2.10^{-6}$ après 3000 tirs) puis la décroissance s'avère très lente ($\Delta n_{KK} = 1.10^{-5}$ à 29000 tirs). $\Delta n'_1$ passe de 0 à $3{,}4.10^{-5}$ après irradiation de la fibre par 1000 tirs. $\Delta n'_1$ croît de façon monotone lorsque le nombre de tirs est progressivement augmenté. ($\Delta n'_1 = 8{,}6.10^{-5}$ à 92000 tirs et $\Delta n'_1 = 1{,}27.10^{-4}$ à 33000 tirs).

La variation d'indice maximale Δn_{KKmax} a été calculée à partir des variations des coefficients d'absorption mesurées dans les gammes spectrales {210 nm - 300 nm} et {350 nm - 700 nm} (fibres D) ou {410 nm - 700 nm} (fibres C et F). Δn_{KKmax} se révèle, au minimum, d'un ordre de grandeur inférieure à la variation d'indice maximale déduite de la transmission spectrale d'un réseau.

Par ailleurs, dans les échantillons D et F, les cinétiques d'évolution de Δn_{KK} et $\Delta n'_1$ en fonction du nombre d'impulsions s'avèrent sensiblement différentes. L'évolution de $\Delta n'_1$ est similaire à Δn_{KK} dans l'échantillon C **à un facteur d'échelle sur le temps près :** $\Delta n'_1$ évolue beaucoup plus lentement que $\Delta n'_{KK}$.

Ces conclusions ne s'avèrent pas fondamentalement différentes si nous choisissions de caractériser la photosensibilité des fibres à l'aide de la variation d'indice moyen $\Delta n'_0$. En effet, nous avons mis en évidence dans le chapitre II (figure II-12) que l'évolution de la variation d'indice moyen $\Delta n'_0$ était identique à l'évolution de l'amplitude de la variation d'indice $\Delta n'_1$ lors de l'apparition de la photosensibilité de type I.

Dans le domaine spectral étudié, les variations des coefficients d'absorption ne permettent donc pas de rendre compte de la variation d'indice observée dans le coeur des fibres au cours d'inscription de réseaux de Bragg. Cependant, la contribution des différentes bandes d'absorption n'est pas prise en compte complètement. En effet, la mesure de $\Delta\alpha(\lambda)$ est effectuée dans une zone spectrale limitée. Il est donc possible que des bandes d'absorption situées à une longueur

d'onde inférieure à 210 nm contribuent de façon non négligeable à la variation de Δn_{KK}.

III - 6 - Calcul de la variation d'indice à partir des variations du coefficient d'absorption induit dans une lame de préforme G ; étude spectrale entre 165 nm et 355 nm.

Les résultats des expériences effectuées à l'Observatoire de Meudon sont présentés sur les figures (III-9-a) et (III-9-b). Le spectre d'absorption induite a été enregistré entre 165 nm et 355 nm après que l'échantillon G_2 ait été irradié par 26000 impulsions incidentes avec une fluence par tir égale à 210 mJ/cm^2. La variation d'indice, calculée à partir de ces spectres à une longueur d'onde égale à λ = 1560 nm vaut $\Delta n_{KK} = 3{,}45.10^{-5}$.

En utilisant des spectres d'absorption induite dans des lames à faces parallèles en silice dopée par 3 % molaire de germanium. R.M. Atkins et al calculent une variation d'indice présentant un ordre de grandeur comparable à celui déduit de notre expérience. Dans l'expérience de R.M. Atkins et al, les spectres étaient enregistrés entre 170 nm et 300 nm à partir d'échantillons irradiés par 5000 impulsions (Fl = 130 mJ/cm^2, λp = 248 nm).

La variation d'indice Δn_{KK} n'a pas été comparée à une variation d'indice calculée à partir de la mesure de la réflectivité spectrale d'un réseau de Bragg inscrit dans une fibre G. En effet, nous ne disposons pas d'une telle fibre. Pour effectuer la comparaison, nous avons donc inscrit un réseau épais dans une lame à faces parallèles découpées dans une préforme G (N = 26000 impulsions, Fl = 210 mJ/cm^2). Nous avons mesuré l'efficacité de diffraction du réseau selon la méthodologie décrite dans l'annexe B, (le faisceau sonde était polarisé perpendiculairement au plan d'incidence), et nous en avons déduit l'amplitude de la variation d'indice. Le résultat obtenu est $\Delta n'_1 = 1{,}2.10^{-4}$. *Cette variation d'indice s'avère environ 3,5 fois supérieure à* Δn_{KK}.

III - 7 - Etude du photochromisme induit dans les domaines visible et ultraviolet par irradiation ultraviolette de fibres ou de préformes.

III - 7 - 1 - Introduction.

Différentes bandes d'absorption ont été mises en évidence lors des mesures des densités optiques et/ou des coefficients d'absorption induites dans les échantillons C, D, F et G (FPG2034, BPG285, FPG2010 et FPG2057).

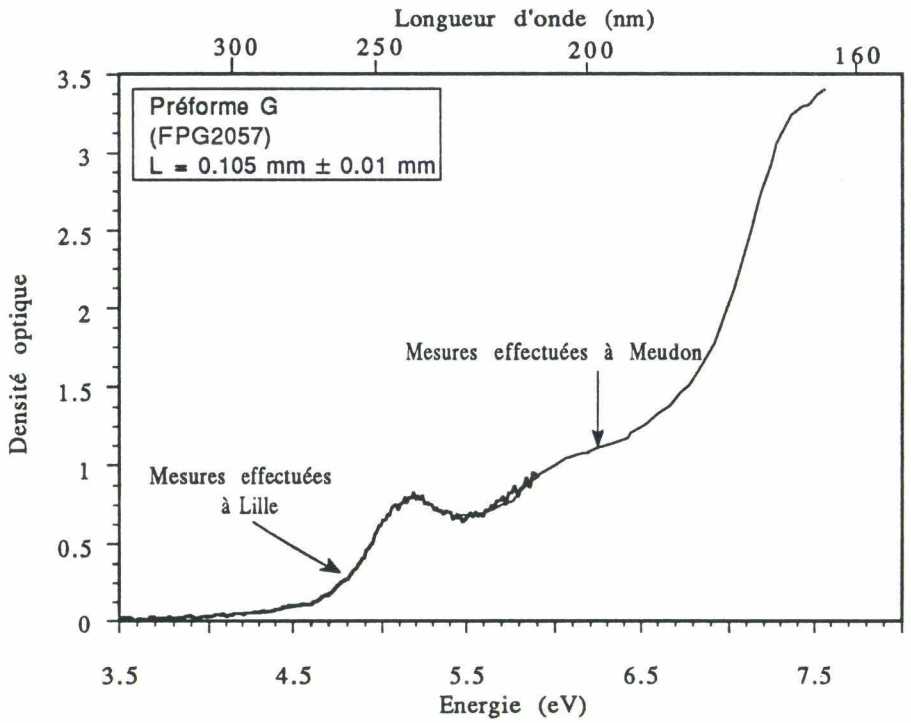


Figure III-9-a : Spectre d'absorption du cœur de la préforme G

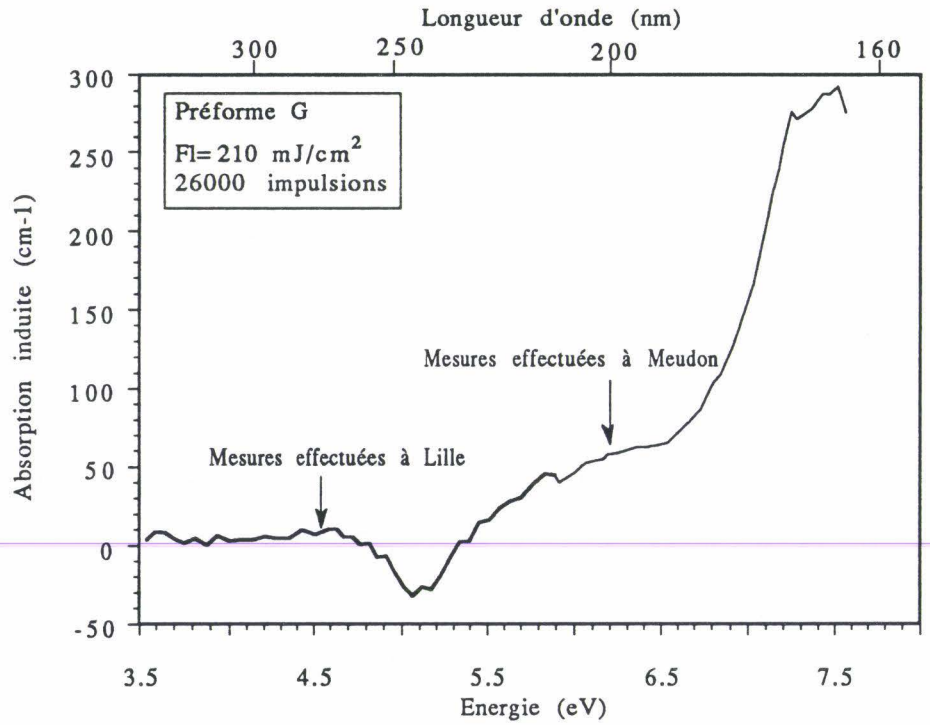


Figure III-9-b : Spectre d'absorption induite du cœur de la préforme G

La relation (3b) permet de relier la densité optique $D(\lambda)$ d'un matériau d'épaisseur L à son coefficient d'absorption $\alpha(\lambda)$. Dans cette relation, ainsi que dans le reste du paragraphe, le matériau est supposé linéaire et non diffusant.

Le coefficient $\alpha(\lambda)$ et le coefficient d'absorption induite $\Delta\alpha(\lambda)$ sont proportionnels respectivement à la concentration et à la variation de la concentration des centres de défauts présents dans la matrice vitreuse. Nous nous sommes proposés de procéder à une tentative d'attribution de ces bandes à des défauts ponctuels.

A cet effet, nous avons réalisé une décomposition gaussienne des spectres représentant $\alpha(\nu)$ et $\Delta\alpha(\nu)$ en fonction de la fréquence ν de la radiation lumineuse. Chaque spectre est exprimé en une somme de N gaussiennes par la relation (11) :

$$f(x) = \sum_{i=1}^{N} A_i \exp\left\{-\left[\frac{(\nu_i - x)}{\Delta\nu_i}\right]^2 4\,\mathrm{Ln}2\right\} \qquad (11)$$

Dans l'expression (11), A_i représente l'intensité de la gaussienne, ν_i l'énergie à laquelle elle se trouve centrée et $\Delta\nu_i$ sa largeur spectrale à mi-hauteur. Les coefficients A_i, ν_i et $\Delta\nu_i$ sont obtenus en ajustant les résultats expérimentaux à l'aide de la méthode des moindres carrés. Nous considérons la courbe f(x) comme ajustée à la courbe expérimentale lorsque le χ^2 atteint une valeur minimale (χ^2 est défini par l'équation (35) du chapitre II). Dans ce traitement mathématique, nous avons toujours introduit un nombre N minimal de gaussiennes. L'énergie de la bande centrée à 4,77 eV est considérée comme une constante.

- Nous établissons tout d'abord une corrélation entre les bandes d'absorption et d'absorption induite mises en évidence dans nos expériences avec celles attribuées dans la littérature à des centres de défauts de la silice ou de la silice dopée par de l'oxyde de germanium.

- D'après les références [19] et [20], l'augmentation du coefficient d'absorption mesuré dans la gamme spectrale {400 nm - 700 nm} résulte de la variation d'intensité d'une bande d'absorption centrée à 281 nm (centres Ge(1)*). Nous présentons une discussion relative à la validité de cette affirmation.

---

* un modèle structural correspondant au défaut est présenté dans l'annexe A

III - 7 - 2 - Présentation des résultats.

♦ Le spectre d'absorption de la préforme C (FPG2034) révèle la présence d'une bande d'absorption centrée autour de la longueur d'onde 241,25 nm (figure III-10-a). Une seconde bande d'absorption est située à une longueur d'onde inférieure à 210 nm. La première bande est blanchie lors de l'irradiation ultraviolette. Par ailleurs, nous remarquons une augmentation de l'intensité de la seconde bande (figure III-10-b). L'irradiation ultraviolette réalisée selon les conditions indiquées dans l'encart de la figure (III-10-b) provoque aussi l'apparition de deux bandes d'absorption induites respectivement à 260 nm et 280 nm.

Une augmentation du coefficient d'absorption est mesurée entre 410 nm et 700 nm (figure III-10-c). Elle provient d'une aile d'une bande située dans le domaine ultraviolet (le centre de cette bande n'est pas défini).

♦ Le spectre d'absorption de la préforme D (BPG285) est constitué par l'aile d'une bande située à une longueur d'onde inférieure à 210 nm (figure III-11-a). Le coefficient d'absorption situé à 210 nm croit lors d'une irradiation ultraviolette de l'échantillon (figure III-11-b). Nous observons par ailleurs l'apparition de quatre bandes d'absorption induites autour des longueurs d'ondes 243 nm ; 260 nm (figure III-11-b) ; 546,2 nm et λ_1 (tel que $\lambda_1 < 410$ nm) (figure III-11-c).

♦ Les bandes d'absorption intervenant dans la déconvolution gaussienne effectuée sur le spectre de la lame F (FPG2010) sont situées à des énergies voisines de celles présentées dans la préforme C : la première bande est centrée autour d'une longueur d'onde égale à 240,3 nm, la seconde bande est située à une longueur d'onde inférieure à 210 nm (figure III-12-a). Après l'irradiation ultraviolette, la première bande est blanchie tandis que l'intensité de la seconde bande augmente. Une troisième bande d'absorption est induite autour de 260 nm (figure III-12-b). Le spectre d'absorption induit entre 410 nm et 700 nm révèle la présence d'une bande centrée à 620 nm (figure III-12-c).

♦ Les spectres d'absorption et d'absorption induite par une irradiation ultraviolette dans la préforme G peuvent être décomposés en trois gaussiennes. Elles sont centrées autour des longueurs d'ondes 166,8 nm - 165 nm ; 187,3 - 189,3 nm et 241,7 nm (figure III-13-a et figure III-13-b). Après une irradiation

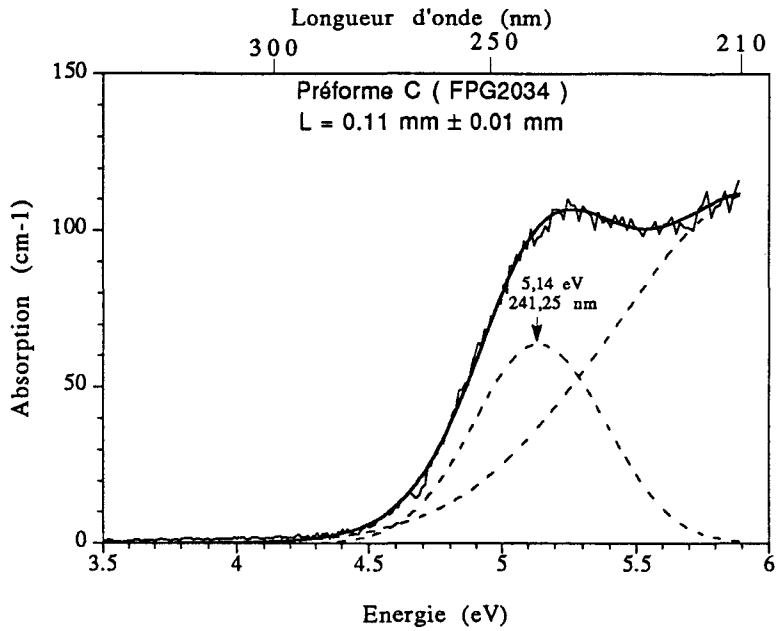


Figure III-10-a : Spectre d'absorption du cœur des préformes C (FPG2034). Spectre décomposé en une somme de gaussiennes.

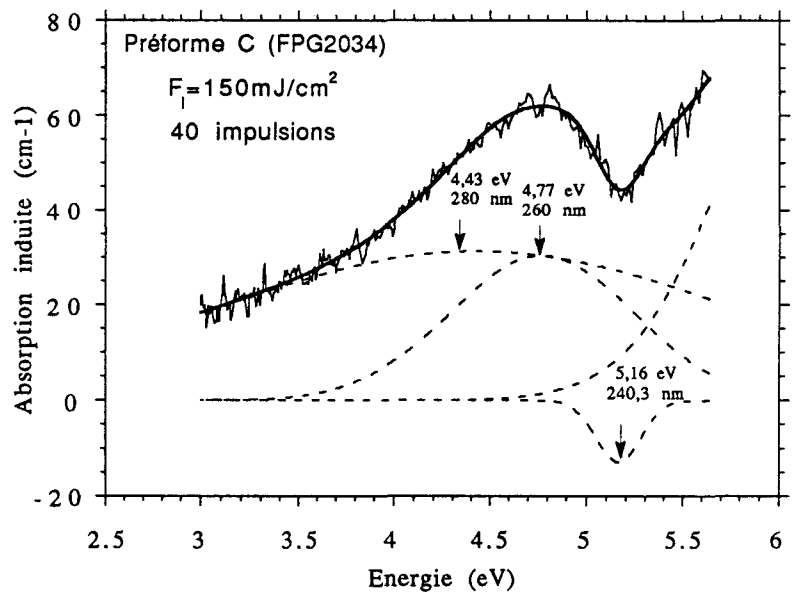


Figure III-10-b : Absorption induite dans le domaine ultraviolet. Spectre décomposé en une somme de gaussiennes.

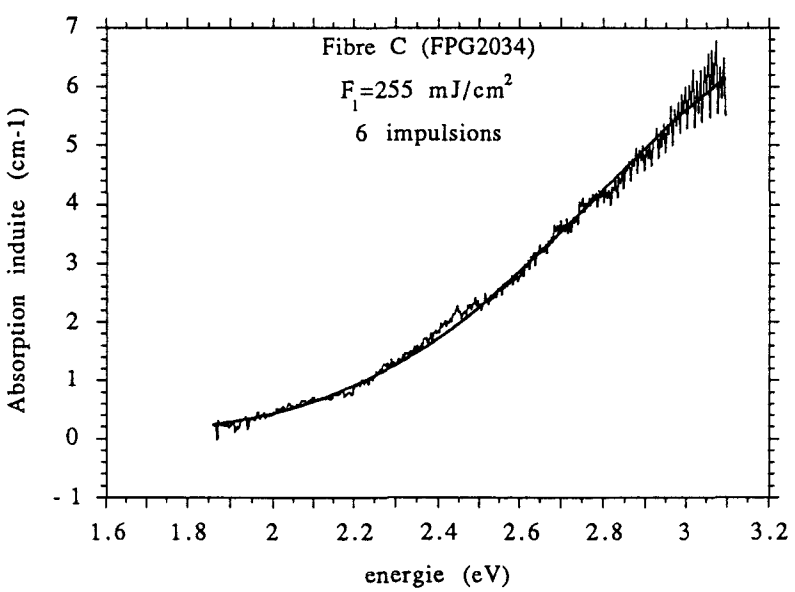


Figure III-10-c : Absorption induite dans le domaine visible. Spectre décomposé en une somme de gaussiennes.

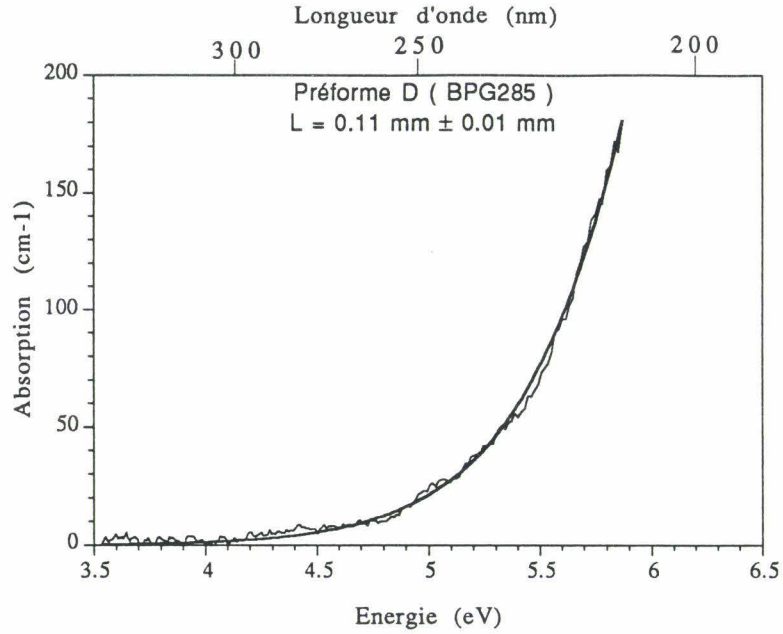


Figure III-11-a : Spectre d'absorption du cœur des préformes D (BPG285). Spectre décomposé en une somme de gaussiennes.

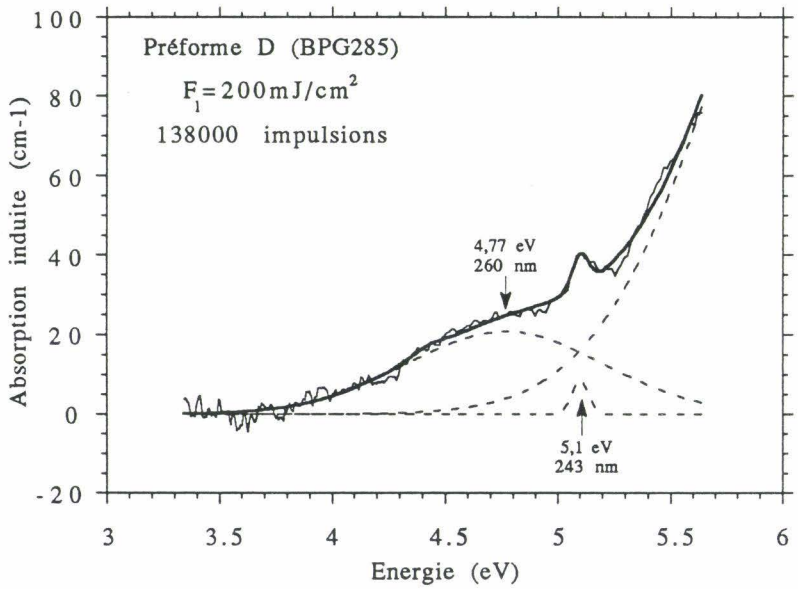


Figure III-11-b : Absorption induite dans le domaine ultraviolet. Spectre décomposé en une somme de gaussiennes.

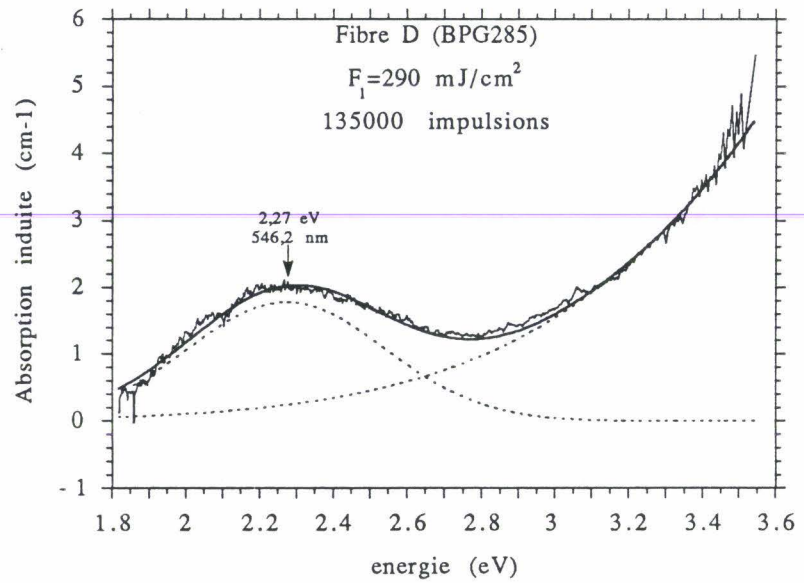


Figure III-11-c : Absorption induite dans le domaine visible. Spectre décomposé en une somme de gaussiennes.

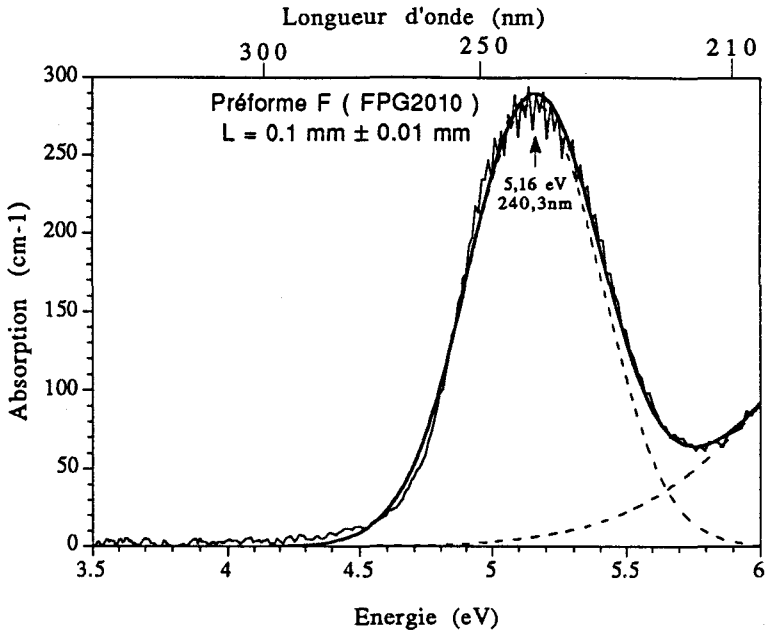


Figure III-12-a : Spectre d'absorption du cœur de préforme F (FPG2010). Spectre décomposé en une somme de gaussiennes.

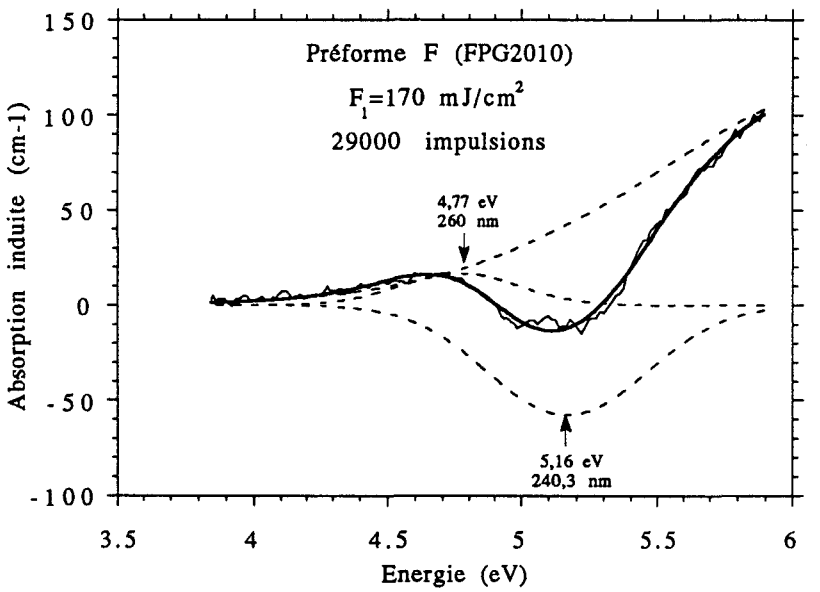


Figure III-12-b : Absorption induite dans le domaine ultraviolet. Spectre décomposé en une somme de gaussiennes.

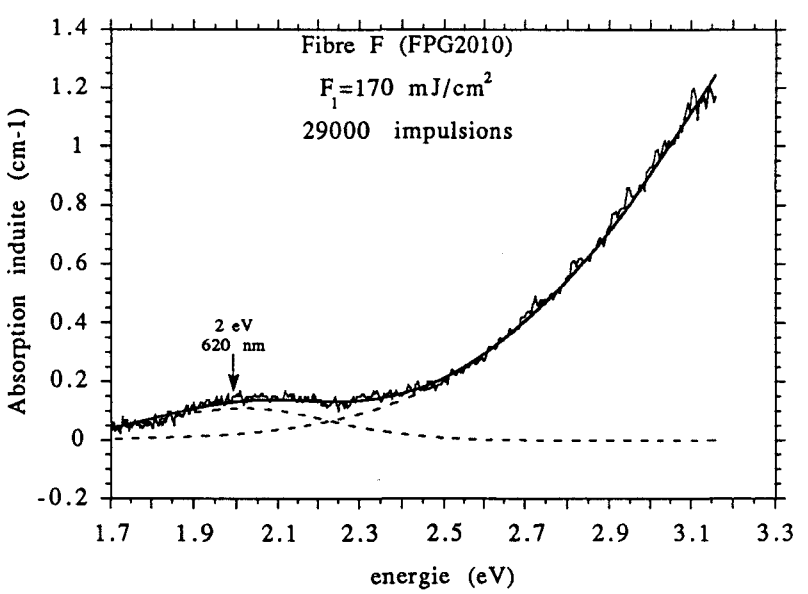


Figure III-12-c : Absorption induite dans le domaine visible. Spectre décomposé en une somme de gaussiennes.

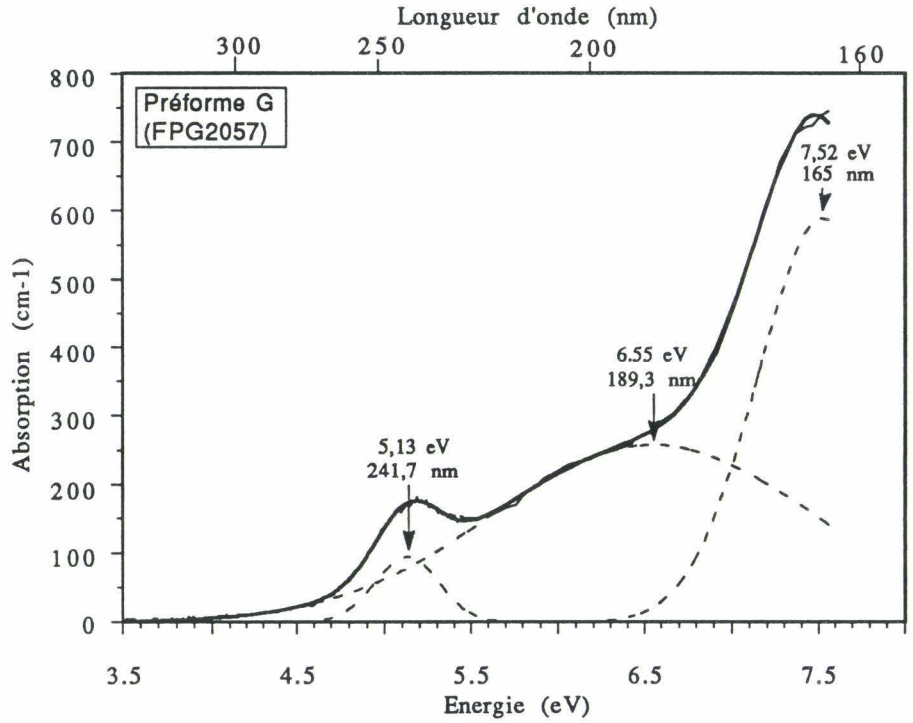


Figure III-13-a : Spectre d'absorption du cœur de la préforme G.
Spectre décomposé en une somme de gaussiennes.

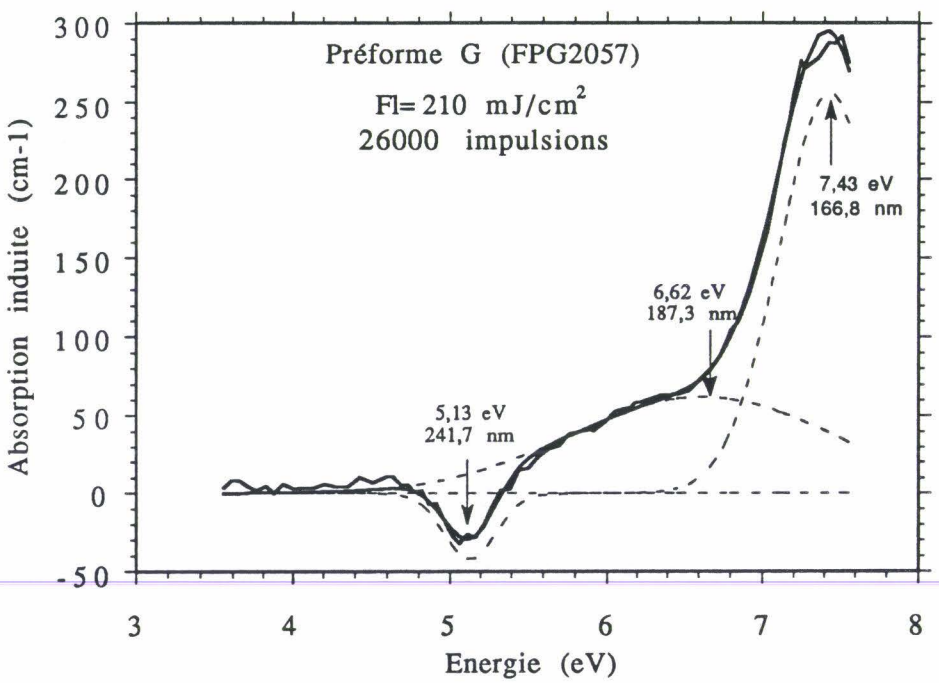


Figure III-13-b : Absorption induite dans le domaine ultraviolet.
Spectre décomposé en une somme de gaussiennes.

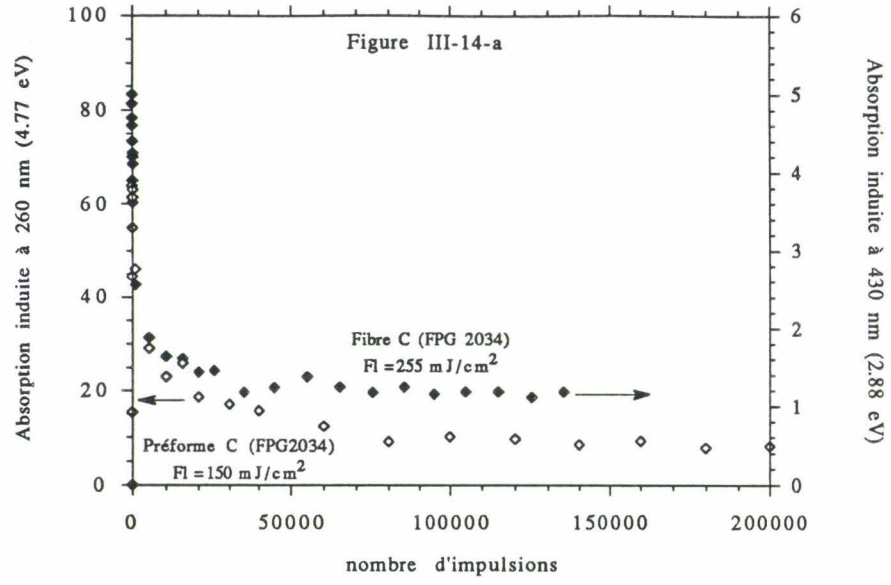
ultraviolette de l'échantillon, nous observons une diminution de l'intensité de la bande centrée à 241,7 nm et une augmentation de l'intensité des deux autres. L'ensemble de ces résultats est résumé dans le tableau III-5

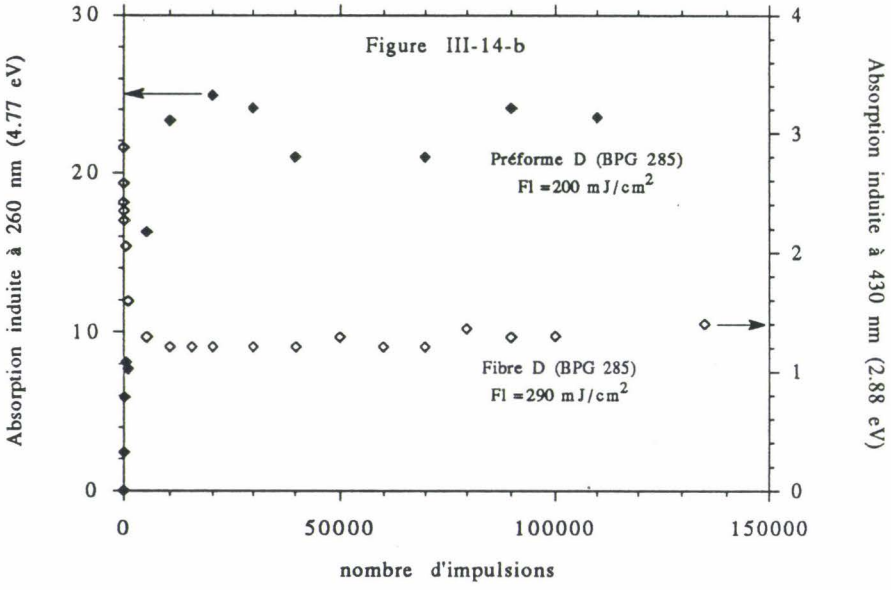
	C FPG 2034	D BPG 285	F FPG 2010	G FPG 2057
7,5 eV 166 nm	non mesurée	non mesurée	non mesurée	$\alpha = 589\ cm^{-1}$ $\Delta\alpha = 256\ cm^{-1}$
6,58 eV 188,3 nm	non mesurée	non mesurée	non mesurée	$\alpha = 257\ cm^{-1}$ $\Delta\alpha = 61,9\ cm^{-1}$
5,14 eV 241,3 nm	$\alpha = 64\ cm^{-1}$ $\Delta\alpha = -13\ cm^{-1}$	$\alpha \approx 30\ cm^{-1}$ $\Delta\alpha = 8,5\ cm^{-1}$	$\alpha = 280\ cm^{-1}$ $\Delta\alpha = -58\ cm^{-1}$	$\alpha = 94\ cm^{-1}$ $\Delta\alpha = -42\ cm^{-1}$
4,77 eV 260 nm	$\Delta\alpha = 31\ cm^{-1}$	$\Delta\alpha = 41\ cm^{-1}$	$\Delta\alpha = 11\ cm^{-1}$	$\Delta\alpha = 0\ cm^{-1}$
4,43eV 280 nm	$\Delta\alpha = 31,5\ cm^{-1}$	non détecté	non détecté	non mesuré
2,27 eV 546,2 nm	non détecté	$\Delta\alpha = 3\ cm^{-1}$	non détecté	non mesuré
2 eV 620 nm	non détecté	non détecté	$\Delta\alpha = 0,14\ cm^{-1}$	non mesuré

Tableau III-5 : *Valeurs des maximums des intensités des pics d'absorption et des pics d'absorption induite par l'irradiation ultraviolette dans les fibres et préformes C, D, F, et G. Les pics d'absorption sont repérés par leur longueur d'onde ou leur énergie*

♦ Sur les figures III-14, nous présentons une comparaison entre les cinétiques d'évolution des coefficients d'absorption induits à 260 nm et 430 nm par une irradiation ultraviolette. Dans la préforme C, l'évolution de l'absorption induite à 260 nm (Fl = 150 mJ/cm^2) est similaire à celle observée à 430 nm (Fl = 255 mJ/cm^2) (figure III-14-a).

Cependant, dans les échantillons D et F, l'évolution de l'absorption induite dans le domaine ultraviolet est très différente en fonction du nombre de tirs de celle





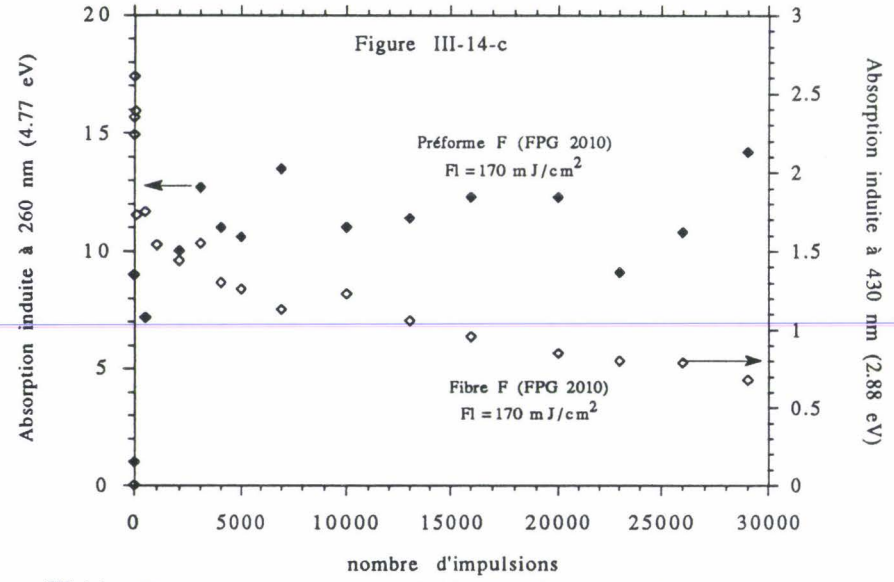


Figure III-14 : Comparaison entre les cinétiques d'évolution du coefficient d'absorption induite à 260 nm (4,77 eV) et 430 nm (2,88 eV) (Les spectres ne sont pas décomposés par une somme de gaussiennes)

observée dans le domaine visible. Ainsi, par exemple l'absorption induite dans la préforme D à 260 nm (Fl = 200 mJ/cm^2) augmente de façon monotone et atteint un niveau de saturation en 20000 tirs environ tandis que $\Delta\alpha$(430 nm) (Fl = 290 mJ/cm^2) atteint une valeur maximale en 7 tirs puis décroît pour atteindre un niveau de saturation après 1000 tirs (figure III-14-b). La figure III-14-c montre que la variation d'absorption induite dans la préforme F à 260 nm (Fl = 170 mJ/cm^2) augmente et atteint un niveau de saturation en 3000 tirs tandis que l'absorption induite dans la fibre à 430 nm (Fl = 170 mJ/cm^2) est maximale après 16 impulsions puis décroît de façon monotone.

III - 7 - 3 - Essai d'identification des bandes mises en évidence dans nos expériences

Nous avons décomposé les spectres des figures III-11, III-12 et III-13 en une somme de gaussiennes. Nous présentons dans le tableau III-6 les résultats d'une étude bibliographique concernant l'attribution des bandes d'absorption observées dans des échantillons de silice pure ou dopée par de l'oxyde de germanium, afin d'être en mesure de corréler les bandes d'absorptions présentées dans le tableau III-5 aux centres de défauts présents dans la silice pure ou dopée. Dans le tableau III-6, chaque bande est repérée par l'énergie à laquelle elle se trouve centrée. Le tableau fournit également la valeur du coefficient d'absorption mesurée à cette énergie et sa largeur spectrale mesurée à mi-hauteur.

♦ Le coefficient d'absorption de la bande mesurée autour d'une énergie égale à 7,52 eV (166 nm) (préforme G, figure III-13-a) semble être proportionnel à la densité de défauts correspondant aux lacunes neutres d'oxygène (liaison Ge-Ge).

Les spectres d'absorption et d'absorption induite mesurées dans la préforme G mettent aussi en évidence la présence d'une bande centrée dans une zone spectrale {6,55 eV - 6,62 eV}. Elle peut être attribuée aux centres Ge(E')*.

♦ Une bande d'absorption est détectée dans la zone {5,13 eV - 5,16 eV} sur les spectres d'absorption des échantillons C, F et G (figures III-10-a, III-12-a et III-13-a respectivement).

---

* Un modèle structural correspondant au défaut est présenté dans l'annexe A

Localisation de la bande eV (nm)	Nature de l'échantillon dans lequel l'étude a été réalisée	Attribution de la bande	Nature du spectre enregistré	Caractéristiques de la bande $\alpha(\lambda)$ maximal	largeur à mi hauteur	Références
10,2 (121,7)	Verre de silice très pur	Transition entre la bande de valence et la bande de conduction d'un électron localisé sur l'atome d'oxygène ou de silicium	Absorption			[21]
8,2 (151)	Verre de silice Non irradié	Attribué à une transition de l'ion O^-	Absorption	160 cm^{-1}		[22]
7,6 (163)	Verre de silice	Radical peroxyde	Absorption			[23]
	Verre de silice pure Non irradié	Défaut ≡ Si - Si ≡ (Semble relié à la bande centrée à 247 nm)	Absorption	Entre 9 cm-1 et 75 cm^{-1}	0,8 eV	[24]
	Verre de silice Non irradié	État Si^+	Absorption	26 cm-1		[25]
	Verre de silice Non irradié	Liaison - O - $\dot{\underset{\cdot}{Si}}$ - O -	Absorption	4 cm-1		[26]
7,5 (165)	Préforme germanosilicate 11% molaire de GeO_2 Non irradiée	Défaut ≡ Ge - Ge ≡ (Semble relié à la bande centrée à 242 nm)	Absorption	900 cm^{-1}	1,4 eV	[27]
6,7 (185)	Préforme germanosilicate 6.2% molaire de GeO_2 Non irradiée	Défaut lié à l'oxyde de germanium Défaut lié à une impureté du verre.	Absorption	53 cm^{-1}	0,7 eV	[10] [9]
6,2 (200)	Préforme germanosilicate 11% molaire de GeO_2 Irradiée à λ =248 nm	Centre Ge (E')	Absorption	36 cm^{-1}	0,7 eV	[27]
6,04 (205)	Verre d'oxyde de germanium pur	Défaut lié à l'oxyde de germanium	Absorption	2890 cm^{-1}	0,6 eV	[28]
5,8 (213)	Préforme de silice Irradiée γ	Centre E'_1	Absorption	2,5 cm^{-1}		[25]
	Préforme germanosilicate Préalablement irradiée X	Centre Ge(2)	Absorption induite par l'irradation	30 cm^{-1}	0,9 eV	[29]
5,16 (240,3)	Verre germanosilicate 10% de GeO_2 Non irradié	État Ge^{2+}	Absorption	22 cm^{-1}	0,48 eV	[13]
	Verre de silice contenant 63ppm de OH et 180 ppm de Ge	Deux lacunes d'O situées autour d'un atome de Ge. L'atome de Ge est lié à deux atomes de Ge ou de Si	Absorption	5,1 cm^{-1}	0,55 eV	[30]
5,15 (240,8)	Verre de silice contenant 100ppm de OH et 0,3ppm de Cl . Non irradié	État Si^{2+}	Absorption	1.10^{-2} cm^{-1}	0,8 eV	[31]

5,14 (241,2)	Verre de silice contenant 10% de GeO_2.Non irradiée	Liaison - O - $\dot{G}e$ - O - (semble relié à la bande à 325 nm)	Spectre d'excitation			[32]
5,12 (242)	Préforme germanosilicate 6.2 % molaire de GeO_2 Non irradiée		Absorption	38 cm^{-1}	0,5 eV	[10]
	Fibre germanosilicate 6.5 % molaire de GeO_2	Liaison ≡ Ge - Si ≡ ou ≡ Ge - Ge ≡				[33]
5,06 (245)	Préforme germanosilicate 10% de GeO_2.Non irradiée	Liaison - O - $\dot{S}i$ - O -	Spectre d'excitation			[34]
	Verre germanosilicate 10% de GeO_2 Irradié U.V.	Défaut ≡ Ge - Ge ≡	Absorption induite	- 73 cm^{-1}	0,35 eV	[13]
5,02 (247)	Verre de silice Non irradié	Liaison ≡ Si - Si ≡	Absorption	$1,6.10^{-2}$ cm^{-1}	0,35 eV	[31]
4,87 (254)	Préforme germanosilicate 10% de GeO_2 . Non irradié	Liaison - O - $\dot{G}e$ - O -	Spectre d'excitation			[34]
4,8 (258)	Verre de silice Irradiée U.V.	Oxygène non pontant	Absorption			[25]
4,4 (281)	Préforme germanosilicate Irradiée X	Centre Ge (1)	Absorption induite par l'irradiation	18 cm-1	1,97 eV	[29]
3,8 (325)	Verre germanosilicate 10% GeO_2 . Non irradié	Liaison - O - $\dot{G}e$ - O - Défaut lié à la bande à 5,14 eV	Spectre d'excitation			[32]
	Préforme germanosilicate 6.2% molaire de GeO_2 Non irradiée	Défaut lié à GeO (semble relié à la bande centrée à 242 nm)	Absorption	0,037cm^{-1}	0,44 eV	[10]
3,75 (330)	Préforme germanosilicate 10% de GeO_2 Non irradiée	Défaut - O - $\dot{G}e$ - O - Etat métastable du défaut responsable de la bande à 242 nm	Spectre d'excitation			[34] [21]
2,4 (517)	Préforme germanosilicate Irradiée X	Oxygène non pontant (disparaît pour des températures supérieues à -80°C)	Absorption induite	2.3 cm-1	0,42 eV	[29]
2 (600)	Verre de silice forte concentration de groupement OH Irradié γ	Oxygène non pontant porteur d'un trou	Absorption	0,12cm^{-1}		[35]
1,97 (630)	Verre de silice contenant une faible concentration de groupement OH Irradié γ	Oxygène non pontant porteur d'un trou	Absorption	0,2 cm^{-1}	0,2 eV	[35]

Tableau III-6 : Etude bibliographique de l'attribution des différentes bandes d'absorption observées par spectromètrie d'absorption optique ou par spectromètrie d'excitation dans des échantillons de silice pure ou dopée par de l'oxyde de germanium

Le coefficient d'absorption induit dans ces échantillons vers 5,14 eV décroît au cours de l'irradiation ultraviolette. Dans cette zone spectrale, l'intensité de la seule bande d'absorption diminuant sous l'effet de l'irradiation ultraviolette peut être attribuée aux défauts Ge-Ge [13][33] ou Ge-Si [33] (une discussion sur ce sujet a été effectuée dans l'introduction du chapitre I [17]). Nous supposons donc que la bande d'absorption mesurée peut être attribuée à ce centre de défaut.

Cette bande n'est pas détectée dans l'échantillon D (figure III-11-a). De plus, nous observons une augmentation du coefficient d'absorption induite à 5,1 eV lors de l'irradiation (figure III-11-b, N>20000 tirs). L'attribution de cette bande s'avère difficile. En effet, à notre connaissance, aucune bande d'absorption n'est induite par une irradiation ultraviolette dans cette zone spectrale à moins d'admettre que l'irradiation ultraviolette crée des défauts Ge-Ge ou Ge-Si.

♦ Une bande d'absorption commune aux quatre échantillons est centrée à 4,77 eV (260 nm). Elle est induite par l'irradiation. Suivant le tableau III-6, cette bande peut être attribuée à une liaison O - Ge - O* dont le pic d'absorption est situé à 4,87 eV [34] ou à un oxygène non pontant porteur d'un trou (NBOHC*) dont la bande d'absorption est centrée à 4,8 eV [25]. La première hypothèse peut être rejetée. En effet, la présence de ce défaut O - Ge - O se manifeste aussi par une bande centrée à 5,16 eV. Cependant l'intensité de cette bande reste inchangée au cours d'une irradiation ultraviolette [13]. Le centre de défaut lié à un oxygène non pontant porteur d'un trou semble donc à l'origine de la bande d'absorption centrée vers 4,77 eV.

♦ Dans le spectre de la préforme C (figure III-10-b), l'aile de la bande d'absorption induite à 4,77 eV contient une bande centrée à 4,4 eV (281 nm). Elle a pour origine le centre Ge(1).

♦ Une bande d'absorption induite par l'irradiation est détectée dans le domaine du visible sur les échantillons D et F (figures III-11-c et III-12-c). L'attribution de la bande centrée à 2,27 eV (545 nm) localisée dans le spectre d'absorption induite de l'échantillon D n'est pas encore définie. La bande située à 2eV (620 nm, échantillon F) peut être attribuées à des oxygènes non pontants porteurs d'un trou (N.B.O.H.C.).

---

* Un modèle structural correspondant au défaut est présenté dans l'annexe A

♦ De plus, dans la gamme spectrale {380 nm - 700 nm}, nous observons une aile issue d'une bande d'absorption induite dans le domaine ultraviolet. Dans l'échantillon C, l'absorption induite dans le domaine visible est provoquée par l'aile d'une bande d'absorption induite dans le domaine spectral {210 nm - 350}. D'après la figure III-10-b, et d'après les hypothèses émises dans les références [19] et [20], il semblerait qu'il s'agisse de la bande reliée au centre Ge(1), (ν = 4,43 eV).

Par ailleurs, les figures III-14-b et III-14-c mettent en évidence que l'évolution des bandes d'absorptions détectées dans les échantillons D et F dans le domaine {210 nm - 350 nm} ne sont pas responsables de l'évolution de l'aile de la bande d'absorption mesurée dans la gamme spectrale {380 nm - 700 nm}. Cette aile d'absorption peut être reliée à une bande centrée à 325 nm et mesurée par les auteurs de [7], [10] et [11]. Son intensité s'avère inférieure d'un facteur mille à l'intensité de la bande centrée à 242 nm [10].

III - 7 - 4 - Discussion

Il faut cependant souligner que la décomposition d'un spectre par une somme de gaussiennes représente une opération mathématique qui ne repose pas sur des fondements physiques établis.

Ainsi, le dénombrement des bandes d'absorption n'est pas exhaustif. Prenons comme exemple deux bandes d'absorption A et B centrées autour des énergies ν_A et ν_B, d'intensités respectives α_A et α_B, de largeur à mi-hauteur $\Delta\nu_A$ et $\Delta\nu_B$. La présence de la bande A peut être masquée par la bande B si les deux conditions suivantes sont remplies :

- l'intensité de la bande B est très supérieure à celle de la bande A ($\alpha_B >> \alpha_A$) ;
- la bande A est centrée autour d'une énergie voisine de celle à laquelle est située la bande B ($\Delta\nu > |\nu_A - \nu_B|$).

De plus, la largeur spectrale élevée de chacune des bandes ($\Delta\nu$ > 20 nm) ainsi que leur proximité spectrale ($\Delta\nu_A > |\nu_A - \nu_B|$ par exemple) ne permet pas une localisation précise de chacune d'entre elles. L'incertitude de la mesure de ν est estimée à environ ± 0,1 eV dans le domaine ultraviolet et à ± 0,05 eV dans le domaine visible.

Dans les échantillons C et F, la densité de défauts Ge-Ge ou Ge-Si décroît sous l'effet de l'irradiation ultraviolette. La concentration des NBOHC ainsi que

celle d'un défaut non identifié dont la bande est centrée à une longueur d'onde inférieure à 210 nm augmentent au cours de l'irradiation. Il semble donc que la photo-ionisation des liaisons Ge-Ge ou Ge-Si libère des électrons et entraîne la création de NBOHC (l'électron est piégé par un oxygène non pontant chargé positivement).

L'irradiation entraîne aussi la création de centre Ge(1) dans l'échantillon C. La rupture d'une liaison Ge-Ge ou Ge-Si provoque la création d'un centre Ge(E') [29] [19]. Il est donc possible que la bande centrée dans le domaine spectral correspondant à des longueurs d'onde inférieures à 210 nm puissent être attribuée aux centres Ge(E').

Dans la préforme G, la photo-dissociation de la liaison Ge-Ge ou Ge-Si entraîne la création d'un centre Ge(E') (augmentation de l'intensité de la bande centrée vers 6,55 eV). Nos expériences montrent également que l'attribution de la bande d'absorption induite vers 7,5 eV à des liaisons Ge-Ge [27] est discutable. En effet, si cette bande d'absorption provenait des défauts Ge-Ge, $\Delta\alpha$(7,5 eV) devrait décroître de la même façon que $\Delta\alpha$(5,13 eV) au cours de l'irradiation. Ce résultat n'est pas conforme à celui présenté sur la figure III-13-b.

Aucune bande contrastée d'absorption n'est mise en évidence autour de λ =240 nm dans l'échantillon D. Le spectre de l'échantillon D diffère donc de tous les spectres d'absorption présentés dans les références [6] [10] [16] [9] [36]. Ce résultat est surprenant puisque nous avons montré dans le chapitre précédent que cette fibre pouvait être considérée comme très photosensible. De plus, il est curieux de ne pas observer de variation négative du coefficient d'absorption mesuré vers 5 eV puisque l'un des mécanismes précurseur de l'effet photoréfractif est supposé être la rupture de la liaison Ge-Ge ou Ge-Si [37].

Ces remarques remettent en question le fait bien souvent admis selon lequel la photosensibilité d'un verre germanosilicate est directement liée à l'intensité de la bande des défauts Ge-Ge ou Ge-Si, ($\lambda \approx$ 245 nm). Il faut noter que des expériences récentes de photosensibilisation des verres germanosilicates par diffusion d'hydrogène sous haute pression ont montré qu'après traitement par l'hydrogène, le coefficient linéaire d'absorption du verre n'était pas modifié autour de 244 nm [38].

Des expériences récentes d'inscription de réseaux effectuée à l'aide d'un laser à KrF (λp = 193 nm), montrent que le pompage direct de la bande des défauts Ge-Ge ou Ge-Si ne constitue pas une condition nécessaire à la création de la photosensibilité [39].

III - 8 - Conclusion du paragraphe III

L'évolution en fonction de la fluence incidente de l'amplitude de la modulation d'indice d'un réseau de Bragg à profil sinusoïdal est différente de celle qui peut être calculée à partir des relations de Kramers-Kronig.

Dans les fibres fortement dopées à l'oxyde de germanium ([GeO_2] > 7 % molaire), la variation d'indice Δn_{kk} est calculée par la relation de Kramers-Kronig à partir du coefficient d'absorption induite dans le domaine spectral [210 nm - 700 nm]. Δn_{kk} ne rend compte que de 10 % de la variation d'indice mesurée en moyenne lors de l'inscription des réseaux de Bragg.

Dans une fibre faiblement dopée, Δn_{kk} a été calculée à partir de la variation du coefficient d'absorption mesuré dans une zone spectrale comprise entre 165 nm et 350 nm. Δn_{kk} représente 33 % de la variation d'indice mesurée à partir de l'efficacité de diffraction d'un réseau épais.

Aucune bande d'absorption reliée au défaut Ge-Ge ou Ge-Si n'est détectée dans la lame de préforme D. La fibre D s'avère pourtant très photosensible.

L'excès de perte induite dans le visible ou le proche infrarouge ne provient pas uniquement de l'aile d'une bande du défaut Ge(1) centrée vers 280 nm mais d'une bande non identifiée, située entre 300 nm et 370 nm environ.

Différentes observations portant sur les évolutions dynamiques des spectres d'absorption induite ont été comparées à l'évolution de la modulation d'indice induite par l'inscription du réseau. Cette comparaison nous amène à conclure que *la création de centres de défauts responsables du photochromisme observé dans les domaines visible ou ultraviolet ne constitue qu'un phénomène précurseur de la photoréfractivité de type I.*

IV - Mise en évidence par *microscopie électronique par transmission* de variations structurales liées à l'irradiation de la préforme D (BPG285)

IV - 1 - Objectif de l'étude

Les variations du coefficient d'absorption du matériau ne permettent pas de rendre complètement compte de la variation d'indice mesurée lors de la création d'un réseau de Bragg. Comme nous l'avons montré dans le paragraphe II - 2, la forme différentielle de la relation de Lorenz-Lorentz indique que la variation

d'indice $\frac{\Delta n}{n}$ est proportionnelle non seulement à une variation de la polarisabilité du matériau mais aussi à une variation éventuelle de sa densité.

D. Wong et al. ont mis en évidence une diminution de 15 à 30 % du coefficient de dilatation du coeur d'une fibre à biréfringence de forme lorsque la fibre est soumise à un rayonnement ultraviolet (λ_p = 248 nm) [40]. K.S. Chiang et al. interprètent cette observation comme provenant d'un réarrangement structural de la matière [41].

L'objectif de notre étude consiste à déterminer si l'inscription d'un réseau de Bragg induit une évolution de la structure microscopique de l'échantillon. Les expériences de microscopie électronique par transmission ont été réalisées par P. Cordier du "Laboratoire de Structure et Propriétés de l'État Solide" en collaboration avec notre laboratoire. Les résultats de l'étude ont fait l'objet d'une publication [2].

IV - 2 - Présentation du microscope électronique par transmission (M.E.T.)

Un microscope électronique en transmission comprend un canon à électrons et un ensemble de lentilles dont les fonctions sont analogues à celles d'un microscope optique (figure III-15-a). Un système d'illumination est composé de deux condenseurs. Un objectif forme une première image de l'objet, appelée image intermédiaire. Un système composé de plusieurs lentilles appelées lentilles de projection réalise un agrandissement de l'image intermédiaire. Des diaphragmes limitent le faisceau d'électrons au niveau du système d'illumination (diaphragme de condenseur), au niveau de l'objectif (diaphragme d'ouverture ou de contraste), et au niveau de l'image intermédiaire (diaphragme de champ ou de sélection). Tous les éléments du microscope admettent un axe de révolution et les axes de chaque élément sont alignés pour former l'axe optique du microscope. L'objet est placé près de la face d'entrée de l'objectif. L'image finale est recueillie sur un film photographique. L'ensemble est placé sous vide pour éviter la diffusion des électrons par les atomes de gaz ambiant [42].

La tension d'accélération des électrons est égale à 300 kV. Le faisceau d'électrons émergeant du système de condenseurs et incident sur l'objet est quasi parallèle (angle d'ouverture α_i compris entre 10^{-4} et 10^{-5} rad).

L'objet est constitué par une lame mince au sein de laquelle des réseaux sont inscrits, l'épaisseur de la lame doit être inférieure à quelque centaines de nanomètres. L'épaisseur maximale pour laquelle la transmission de la lame

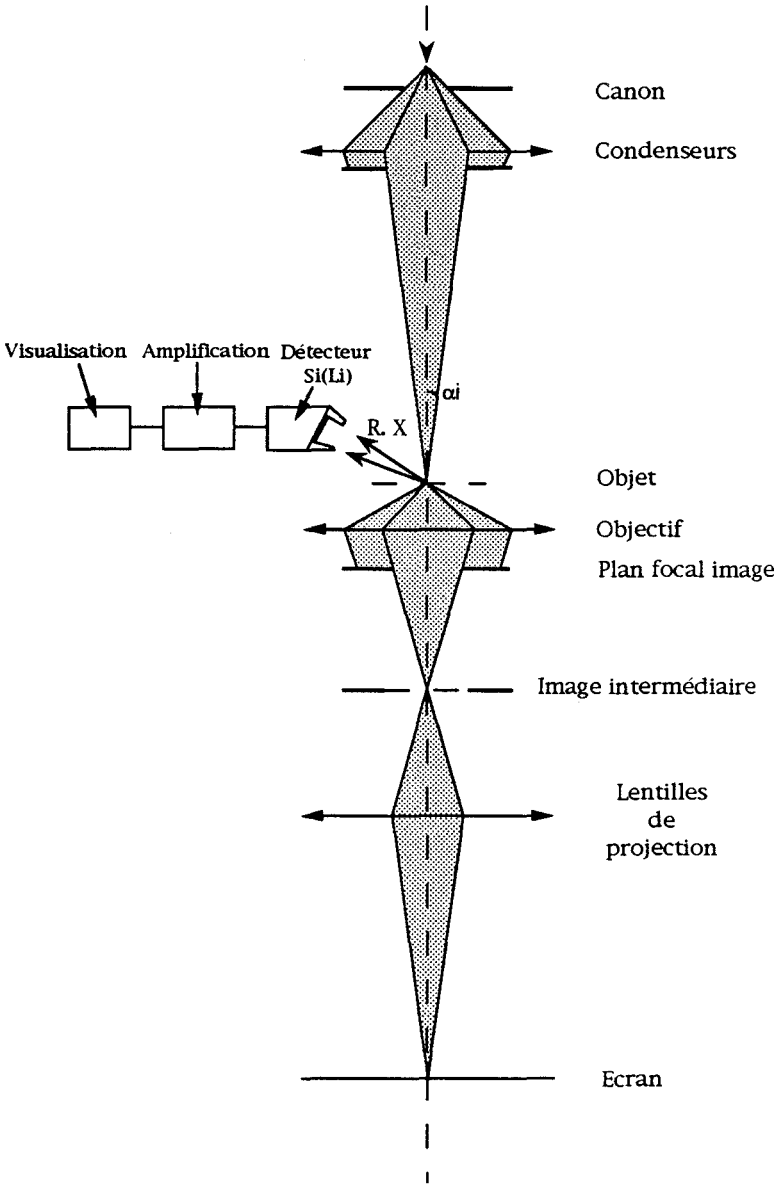


Figure III-15-a : Schéma du microscope électronique par transmission [42]

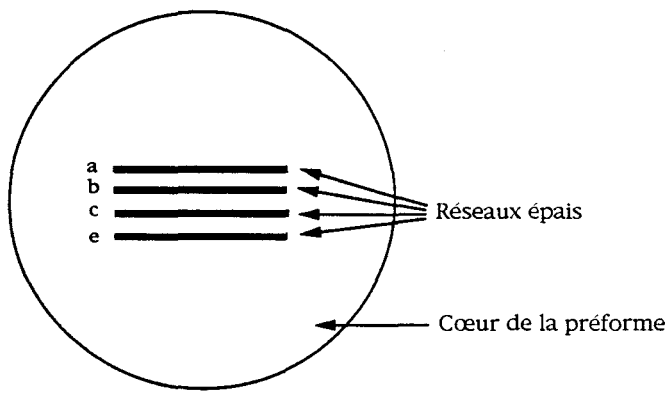


Figure III-15-b : Schéma du cœur de la préforme dans laquelle les réseaux ont été inscrits

devient nulle est égale à environ 0,5 µm pour des électrons de 100 KeV, et à 5 µm pour des électrons de 1 MeV [42].

Lors de l'impact du faisceau d'électrons sur la lame, un rayonnement X est émis. L'analyse spectrale de ce rayonnement permet d'obtenir une analyse quantitative de la composition chimique de l'échantillon. Un détecteur diode Ge(Li) est placé dans la chambre objet du microscope, aussi près que possible de l'échantillon (figure III-15) afin de collecter les photons X émis. Lorsqu'un photon X interagit avec le détecteur, il produit un nuage d'ionisation par création de paires électrons-trous dont le nombre est proportionnel à l'énergie du photon incident. La charge ainsi créée permet de discriminer les photons X suivant leur énergie (le spectre peut être visualisé en mode multicanal). Le détecteur permet donc, à partir de l'intensité de raies caractéristiques, de mesurer l'abondance de chaque élément présent. Une cartographie de la répartition des différents éléments dans l'échantillon peut ainsi être dressée.

IV - 3 - Préparation de l'échantillon

Quatre réseaux séparés de 15 µm environ, comme l'indique le schéma III-15-b, ont été inscrits dans le coeur d'une lame de préforme D (BPG285). Le protocole expérimental d'inscription des réseaux est décrit dans l'annexe B. La lame comporte deux faces repérées par les numéros 1 et 2. Le flux lumineux modulé spatialement permettant d'inscrire les réseaux, est incident sur la face n° 1 de la lame. Chaque réseau est inscrit avec une fluence Fl identique (Fl = 310 mJ/cm^2). Le nombre d'impulsions incident sur l'échantillon est égal à 10^5 (réseaux a et b) ou $5{,}5.10^4$ (réseaux c et d). Le pas du champ de franges incident sur la lame de préforme est égal à 3,67 µm.

Après inscription des réseaux, la face n° 2 est amincie mécaniquement par polissage à l'aide d'un papier abrasif. Cet amincissement est arrêté lorsque l'épaisseur de la lame atteint 30 µm. Un second polissage, effectué avec une poudre d'oxyde de cérium, permet d'obtenir une qualité optique d'état de surface.

Une technique de bombardement ionique a été utilisée afin de diminuer l'épaisseur de la lame jusqu'à quelques centaines de nanomètres. A cet effet, l'échantillon est disposé dans une enceinte placée sous vide secondaire. Le flux d'ions Ar^+ attaque l'échantillon sous un angle Ø à l'emplacement où se situent les réseaux (Ø est défini comme l'angle que fait le faisceau avec la surface de l'échantillon). La rotation de la préforme dans son plan améliore la régularité de

l'amincissement. Le bombardement est poursuivi jusqu'à former un trou de forme conique dans l'échantillon, les bords du trou constituant les zones d'observations.

La topographie de la surface dépend fortement de la valeur de l'angle Ø. Dans un premier temps, l'échantillon est attaqué sur ses deux faces par le flux d'argon sous un angle Ø = 15° afin d'éliminer les rugosités de surface qui subsistent après les opérations de polissage. La tension d'accélération et l'intensité du faisceau sont respectivement égales à 5 kV et 0,5 mA. L'angle est ensuite augmenté de 10° (Ø = 25°) afin d'amplifier le contraste des inhomogénéités de surface. Cette irradiation est effectuée sur la face n° 2 de la préforme [43].

IV - 4 - Présentation des résultats

La partie amincie de l'échantillon observée au M.E.T. est présentée sur les figures III-16 et III-17. L'échantillon étant amorphe, il n'y a pas de contrastes de diffraction. Les contrastes sont provoqués par une différence d'absorption des électrons incidents sur la préforme : les zones plus épaisses apparaissent en sombre.

Les trois réseaux sont visibles sur la figure III-16-a. Un agrandissement de la première figure nous montre que les franges du réseau apparaissent sous une forme sombre (figure III-16-b). Les parties irradiées de la préforme sont plus résistantes à l'amincissement ionique. En effet, les parties irradiées forment des pointes tandis que les parties non irradiées forment des creux

La figure III-17 met en évidence l'apparition de microfractures localisées entre les réseaux.

Une mesure effectuée par spectrométrie d'analyse aux rayons X montre que les hétérogénéïtés chimiques éventuellement induites par l'irradiation ultraviolette ne sont pas suffisamment importants pour être détectées par la méthode M.E.T. (La limite de détection correspond à une concentration de l'ordre de 1 % en poids, selon les éléments chimiques étudiés).

IV - 5 - Discussion

Les figures III-16 et III-17 prouvent que les parties de l'échantillon exposées aux irradiations ultraviolettes sont plus résistantes au bombardement ionique.

Figure III-16-a

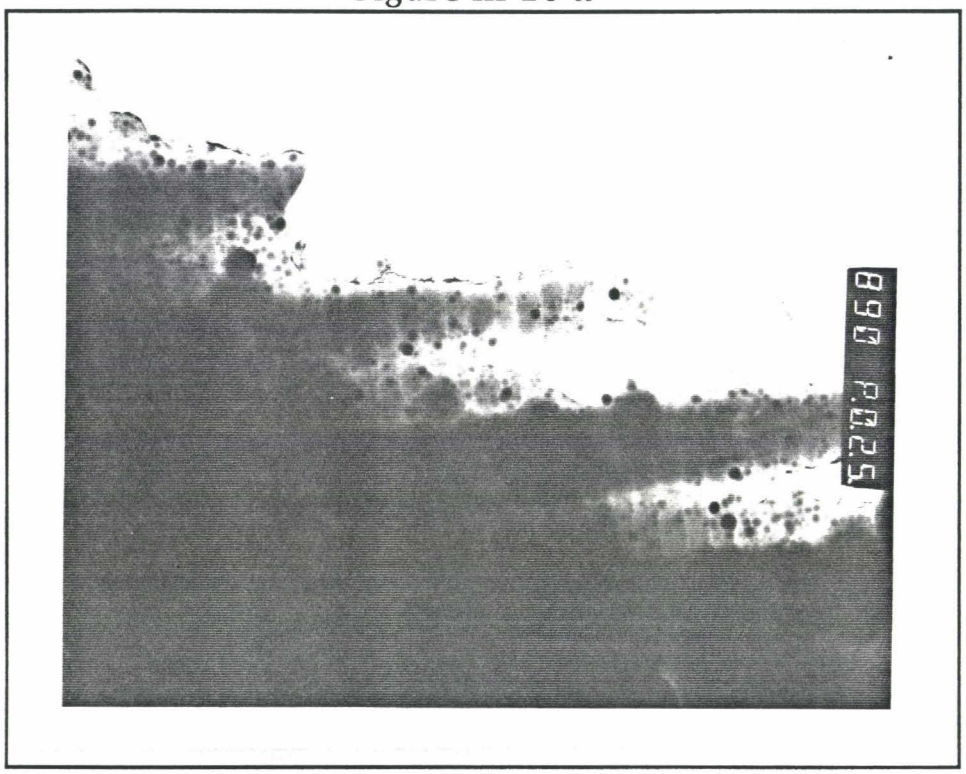
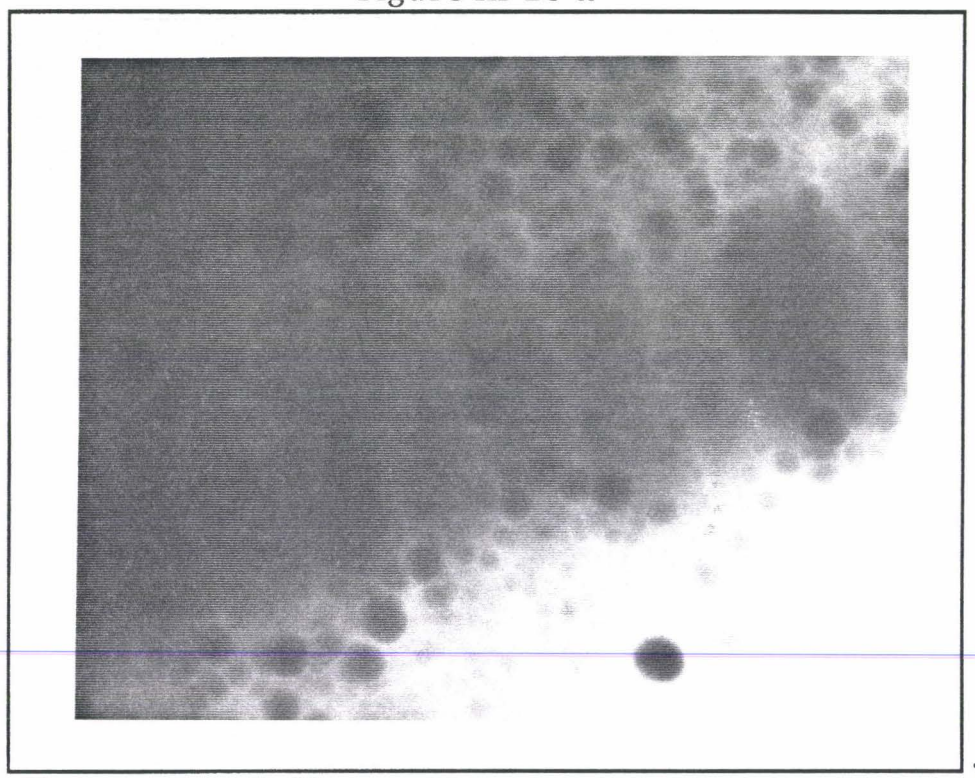


Figure III-16-a



Figures III-16 : Echantillon observé au M.E.T. Mise en évidence de réseaux de Bragg

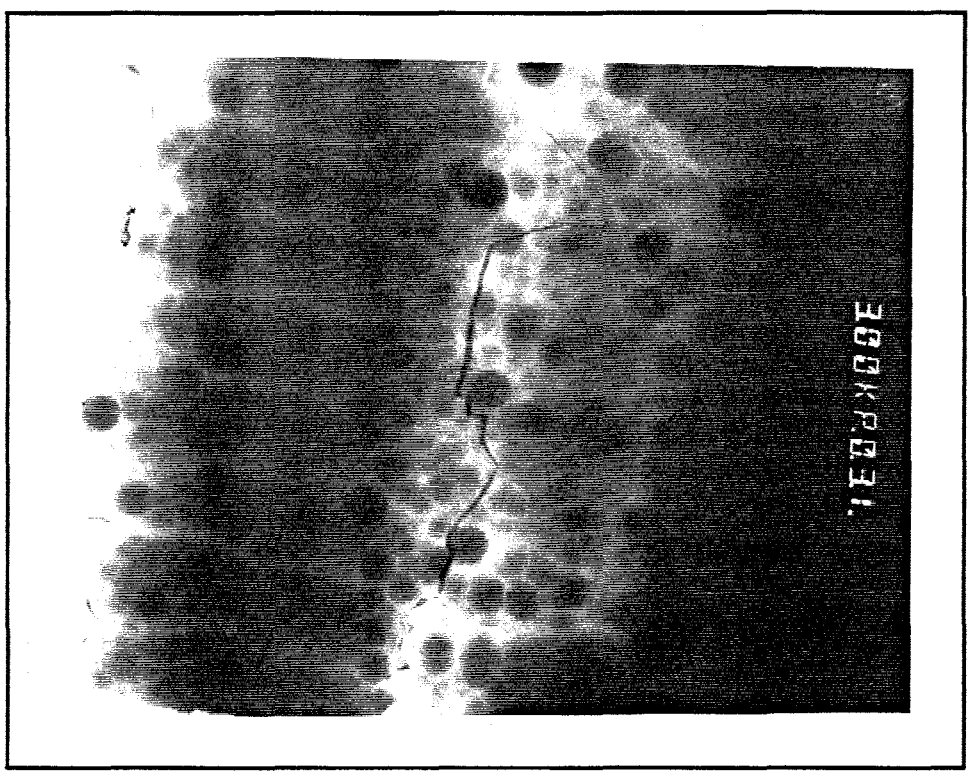


Figure III-17 : Mise en évidence de microfractures localisées entre les réseaux

L'hétérogénéïté révélée par le processus d'amincissement est liée à une densification locale du verre. La présence de microfractures entre chaque réseau étaye cette interprétation. En effet, la densification des zones irradiées laisse les régions voisines de l'irradiation sous contraintes tensives. La relaxation de ces contraintes provoque l'apparition de microfractures quasi parallèles aux réseaux.

Ces résultats sont cohérents avec ceux publiés par B. Poumellec et al [3]. Ces auteurs ont effectué l'expérience suivante. Des réseaux sont inscrits dans une lame de préforme de même type que celle qui a été utilisée en microscopie électronique. Le profil de la lame est analysé par microscopie de force atomique. Une modulation périodique de la surface de la lame est détectée à l'endroit de l'irradiation. L'amplitude de la modulation est égale à 15 nm environ. La période est identique au pas du réseau. Cette modification de la topographie de la surface est interprétée comme provenant d'une variation locale de la densité du verre [3].

La densification du verre peut être expliquée en adoptant un point de vue thermodynamique. Pour comprendre le phénomène, il faut d'abord décrire comment un échantillon se dilate lorsqu'il est chauffé à pression constante (figure III-18) [44].

Partons d'un état A où le matériau est un solide cristallin. En chauffant, une dilatation se produit. Au passage de la transition de phase solide-liquide, à T_f, (température de fusion), nous observons une discontinuité de volume FF'. Puis le liquide se dilate jusqu'en B où nous arrêtons le chauffage. Le parcours AFF'B représente une suite d'états d'équilibre stable du matériau.

Lorsque la vitesse de refroidissement est rapide (de l'ordre de 10^5°C/s), la cristallisation ne se produit pas pour des températures inférieures à T_f : la viscosité du liquide croît progressivement au fur et à mesure que la température baisse. Nous obtenons au point C un liquide surfondu.

Au-dessous d'une température Tv appelée "température de transition vitreuse", la viscosité du liquide devient si élevée que le produit final présente toutes les caractéristiques d'un liquide figé : c'est un solide vitreux. Le segment GD représente une situation de non équilibre [44].

Le système réagit à l'irradiation ultraviolette en minimisant son énergie libre afin d'évoluer vers sa valeur d'équilibre c'est à dire l'état cristallin (point A). A température et à pression constante, la densité du verre augmente ce qui a pour effet de diminuer son volume spécifique (segment D → A) [2].

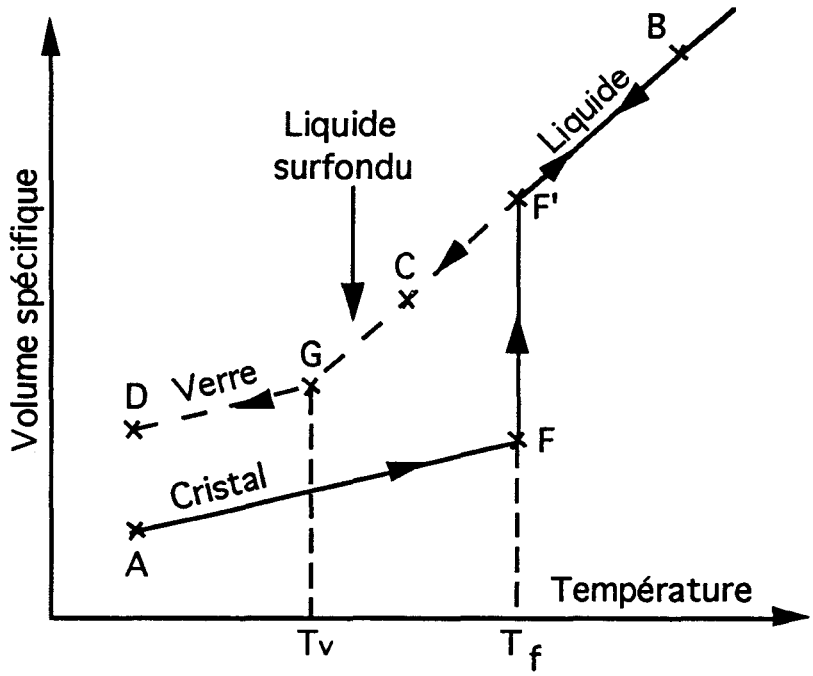


Figure III-18 : Evolution schématique du volume spécifique du matériau soumis à des variations de température [44]

D'un point de vue microstructural, Rino [45] décrit la silice vitreuse comme un ensemble de tétraèdres SiO_4 assemblés en anneaux plans d'ordre n. n représente le nombre d'atomes de silicium composant l'anneau ($3 \leq n \leq 10$). La silice amorphe est principalement composée d'anneaux d'ordre 6 [45].

Une irradiation ultraviolette accordée vers 243 nm provoque la rupture des liaisons formées par une lacune d'oxygène (liaison Ge-Si ou Ge-Ge) [46] [47]. Il en résulte une diminution de l'ordre des anneaux sans changer la coordination de l'atome de silice. Cette analyse est en accord avec les conclusions apportées par [2] et [48]. Une compression du verre par une pression supérieure à 15-20 GPa provoque une diminution de l'ordre des anneaux [48].

Les amplitudes de la variation d'indice des réseaux observés en microscopie électronique ont été préalablement mesurées par la méthode décrite en annexe B (la polarisation du faisceau sonde était perpendiculaire au plan d'incidence) : Δn_1 est égale à 4.10^{-4}. B. Poumellec et al se sont placés dans l'hypothèse où la modulation de la surface du coeur de la préforme observée en microscopie de force atomique provient d'une densification isotrope du matériau. Les caractéristiques des réseaux utilisés dans leurs expériences étaient similaires à celles des réseaux inscrits pour les études au M.E.T.. En partant de la mesure de l'amplitude de la

modulation de la surface, B. Poumellec et al estiment l'ordre de grandeur de la variation d'indice à environ $5,10^{-5}$ [3].

IV - 6 - Conclusion

L'irradiation ultraviolette d'une préforme germanosilicate ($\lambda = 243$ nm) induit une densification locale du matériau. *La variation d'indice induite par le phénomène de compaction n'est pas assez importante pour rendre compte de la variation d'indice provoquée par l'irradiation ultraviolette.*

V - Spectrométrie Raman de fibres et de préformes germanosilicates

V - 1 - Introduction : Objectif de l'étude et méthodologie

Nous avons signalé dans le chapitre I qu'il est généralement admis que le mécanisme précurseur de l'effet photoréfractif de type I est constitué par la rupture d'une liaison Ge-Si ou Ge-Ge. Ces liaisons correspondent à un défaut de type lacune neutre d'oxygène. Nous avons aussi mis en évidence l'existence d'un second effet photoréfractif (type IIA) (chapitre II). Cependant, malgré de nombreux travaux [19][49][50][51], les mécanismes physiques microscopiques à l'origine de ces deux effets ne sont pas encore élucidés. Il nous est apparu que **la spectrométrie Raman pouvait apporter des renseignements significatifs sur la nature des liaisons brisées par l'irradiation.**

A notre connaissance, les bandes de diffusion Raman provenant de vibrations des liaisons Ge-Ge ou Ge-Si n'ont pas encore été localisées dans des verres germanosilicates. La première partie de notre travail a donc consisté à tenter d'identifier la fréquence de ces bandes. Pour définir la méthodologie suivie pour atteindre cet objectif, nous avons utilisé un résultat établi par H. Hosono et al [13].

Ces auteurs ont en effet montré que les concentrations des défauts Ge-Ge et des défauts attribués à une coordinence deux du germanium augmentaient avec la concentration en oxyde de germanium. D'après H. Hosono et al [13], les défauts Ge-Ge induisent une bande d'absorption centrée à 5,06 eV. Les défauts qu'ils attribuent à une coordinence deux du germanium sont responsables d'un pic d'absorption centré à 5,16 eV. Par ailleurs, M.G. Sceats et al [47], d'une part, et

T.E. Tsaï et al [30] d'autre part, ont montré récemment que la bande d'absorption à 5,16 eV provient de défauts de forme structurale Ge-Si.

Nous sommes donc partis de l'hypothèse que la concentration des défauts Ge-Si augmente avec celle de l'oxyde de germanium utilisé pour doper la fibre. Nous avons de ce fait, étudié les évolutions du profil spectral du flux lumineux diffusé par des verres germanosilicates dopés par un taux d'oxyde de germanium de plus en plus élevé (0 % ≤ [Ge] ≤ 31 % molaire). Il s'agissait d'examiner si l'intensité d'une bande de diffusion Raman non encore identifiée augmente avec la concentration en oxyde de germanium des différents verres.

Dans une deuxième partie du chapitre, nous étudions la modification apportée à ces spectres après que l'échantillon ait été exposé à un faisceau ultraviolet uniforme pendant un temps variable constituant le paramètre de l'expérience.

Ce travail s'est avéré plus délicat que prévu. En effet, la nature et la concentration des défauts présents dans une fibre dépendent fortement des conditions physico-chimiques de sa fabrication et de son histoire thermo-mécanique. Ces renseignements ne sont en général pas accessibles à l'expérimentateur. En absence de donnée précise sur la concentration des défauts (et sur les sections efficaces de diffusion associées), il nous a été impossible de prévoir l'ordre de grandeur de l'intensité des bandes de diffusion Raman provenant des défauts de type lacune neutre d'oxygène. En conséquence, notre étude a présenté un caractère exploratoire.

Par ailleurs, notre laboratoire ne possède pas le matériel spectrométrique nécessaire à la prise de spectre Raman. Nous avons donc établi une collaboration avec le LASIR de Lille (Laboratoire de Spectrochimie Infrarouge et Raman dirigé par J. Corset). Les spectres Raman des fibres et des lames de préforme ont été enregistrés grâce à l'expertise de A. Lorriaux et J. Corset.

V - 2 - Principes de la diffusion Raman spontanée : utilité de la spectrométrie Raman

V - 2 - 1 - Description phénoménologique du phénomène de diffusion Raman spontanée

Lorsqu'un matériau est éclairé par une lumière monochromatique de fréquence ν_o, les photons constituant cette radiation (appelée radiation pompe)

peuvent être réfléchis, transmis, absorbés, ou diffusés dans toutes les directions de l'espace. L'analyse spectroscopique de la lumière diffusée montre que la fréquence d'une fraction importante des photons diffusés est identique à celle du rayonnement de pompe. Cette diffusion élastique est appelée *diffusion Rayleigh.* Pour une fraction bien plus faible, le processus de diffusion est inélastique : la fréquence de la lumière diffusée diffère de la fréquence de la radiation excitatrice. Lorsque la différence des fréquences correspond à des transitions de rotation, de vibration ou des transitions entre états électroniques caractéristiques du milieu diffusant, on parle de *diffusion Raman.*

Si les fréquences des photons diffusés ν_d sont inférieures à la fréquence de la raie excitatrice, on parle de diffusion *"Raman Stokes"*. Les écarts de fréquence correspondent le plus souvent aux fréquences vibrationnelles du matériau irradié.

Si les fréquences ν_d sont supérieures à la fréquence ν_o, on parle de diffusion *"Raman anti-Stokes"*. Les fréquences anti-Stokes s'obtiennent comme une somme de la fréquence de la raie excitatrice avec les fréquences de vibration caractéristiques du matériau.

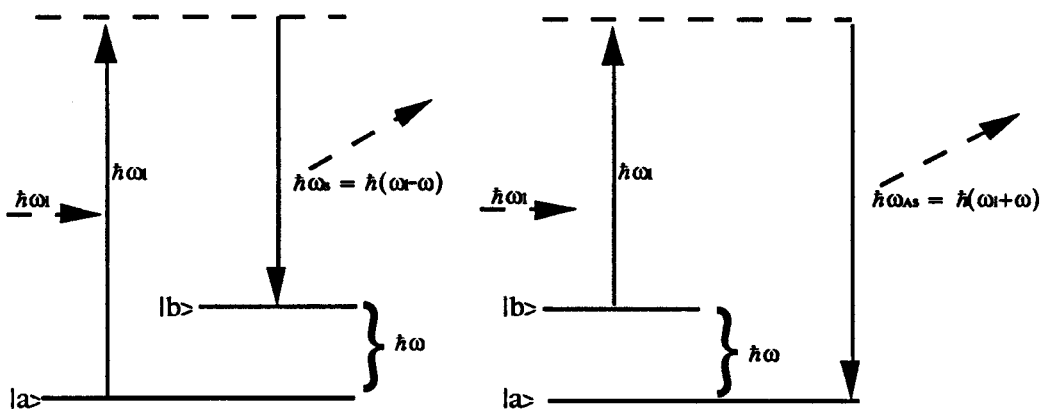
Ces deux observations sont illustrées sur la figure III-19 en considérant le cas simplifié d'un milieu dont les états d'énergie peuvent être modélisés par un système à deux niveaux d'énergie $|a>$ et $|b>$. Le milieu est éclairé par un photon d'énergie $\hbar\omega_l$. Un troisième niveau virtuel est représenté en pointillé sur la figure.

Dans la partie "a" de la figure, nous avons schématisé un processus Stokes dans lesquels le photon d'énergie $\hbar\omega_l$ est diffusé en un photon d'énergie $\hbar\omega_s = \hbar(\omega_l - \omega)$. La différence d'énergie $\hbar(\omega_l - \omega_s)$ est absorbée par le milieu qui est excité dans l'état $|b>$. La partie "b" représente un processus anti-Stokes selon lequel le système reçoit à la fois l'énergie du photon $\hbar\omega_l$ et celle d'une excitation $e = \hbar\omega$. Le photon incident est alors diffusé en un photon anti-Stokes d'énergie $\hbar\omega_{As}$.

A une température fixée, la répartition d'un ensemble de molécules dans l'échelle des énergies obéit à une distribution de Maxwell-Boltzmann. Seules les molécules se trouvant dans un état excité pourront donner naissance à une transition anti-Stokes. Cette remarque explique le fait expérimentalement observé que les raies Stokes sont plus intenses que les raies anti-Stokes.

V - 2 - 2 - Interprétation physique effectuée en utilisant un modèle microscopique simplifié

Considérons le cas simple d'un gaz constitué de molécules diatomiques de même espèce placées dans leur configuration électronique fondamentale.



a/ Diffusion Raman Stokes b/ Diffusion Raman anti-Stokes

Figure III-19 : Schéma des échanges d'énergie au cours de la diffusion Raman

Nous supposons que le milieu est éclairé par une onde plane monochromatique "hors résonance" avec les transitions du gaz. Le moment dipolaire $\vec{\mu}$ d'une molécule isolée peut être mis sous la forme :

$$\mu(\vec{r},t) = \vec{\mu_p}(\vec{r}) + \vec{\mu_i}(\vec{r},t) \qquad (22)$$

Dans (22), $\vec{\mu_i}$ et $\vec{\mu_p}$ désignent respectivement le moment dipolaire induit par le champ électrique $\vec{E}(\vec{r},t)$ de l'onde de pompe et le moment dipolaire permanent. Le champ électrique $\vec{E}(\vec{r},t)$ déforme le nuage électronique correspondant à la configuration de départ selon un régime d'oscillations forcées. Le moment dipolaire $\vec{\mu_i}$ est exprimé par la relation (23).

$$\vec{\mu_i}(\vec{r},t) = \varepsilon_o \alpha'' \vec{E}(\vec{r},t) \qquad (23)$$

Dans (23), α'' désigne la polarisabilité électronique que l'on exprime sous forme scalaire par souci de simplicité (α'' est un tenseur de rang 2 dans le cas général) et $\vec{E}(\vec{r},t)$ le champ électrique appliqué.

$$\vec{E}(\vec{r}, t) = 1/2\left(E \exp\{i(\vec{k}\vec{r} - \omega_l t)\} + E^* \exp\{-i(\vec{k}\vec{r} - \omega_l t)\}\right) \quad (24)$$

où ω_l est la pulsation du champ et $\vec{k}$ le vecteur d'onde.

Nous supposons que les molécules du gaz vibrent selon un de leur mode propre de vibration (fréquence $\omega/2\pi$) et que cette vibration se propage sous forme d'une onde plane de vecteur d'onde $\vec{q}$. L'amplitude de la vibration est désignée par u.

$$u(\vec{r}, t) = 1/2\left(u \exp\{i(\vec{q}\vec{r} - \omega t)\} + u^* \exp\{-i(\vec{q}\,\vec{r} - \omega t)\}\right) \quad (25)$$

Nous nous plaçons dans le cadre de l'approximation de Born-Oppenheimer. Le dipôle induit suit adiabatiquement le mouvement de vibration des molécules si bien que la polarisabilité est fonction de u.
Dans le cas de petits déplacements, α'' peut être développé en série de Taylor :

$$\alpha'' = \alpha''_o + \left(\frac{\partial \alpha''}{\partial u}\right) u + \ldots \quad (26)$$

Le moment dipolaire peut alors s'écrire

$$\vec{\mu_i}(\vec{r}, t) = \vec{\mu_R}(\vec{r}, t) + \vec{\mu_s}(\vec{r}, t) + \vec{\mu_{AS}}(\vec{r}, t) \quad (27a)$$

tel que :

$$\vec{\mu_R} = \varepsilon_o \alpha''_o \vec{E}(\vec{r},t) \quad (27b)$$

$$\vec{\mu_s} = 1/4\left(\frac{\partial \alpha''}{\partial u}\right)\left[u E^* \exp\{-i(\vec{k_s}\vec{r} - \omega_s t)\} + u^* E \exp\{i(\vec{k_s}\vec{r} - \omega_s t)\}\right] \quad (27c)$$

$$\vec{\mu_{AS}} = 1/4\left(\frac{\partial \alpha''}{\partial u}\right)\left[u E \exp\{i(\vec{k_{AS}}\vec{r} - \omega_{AS} t)\} + u^* E^* \exp\{i(\vec{k_{AS}}\vec{r} - \omega_{AS} t)\}\right] \quad (27d)$$

et $\begin{cases} \omega_S = \omega_l - \omega \\ \omega_{AS} = \omega_l + \omega \end{cases}$ (27e) $\begin{cases} \vec{k}_S = \vec{k} - \vec{q} \\ \vec{k}_{AS} = \vec{k} + \vec{q} \end{cases}$ (27f)

Le premier terme (équation 27b), oscillant à la fréquence ω_l, rend compte de la diffusion Rayleigh. Les deux autres termes correspondent aux raies de diffusion Raman Stokes (équation 27c) et anti-Stokes (équation 27d).

Dans une fibre optique, la silice se présente sous forme amorphe. Le modèle que nous venons de présenter est donc beaucoup trop simplifié. En effet, l'expérience montre que les spectres de diffusion Raman de verres sont formés de bandes très larges (typiquement une largeur à mi-hauteur $\Delta\omega = 70$ cm^{-1}) résultant de diverses contributions liées à l'état vitreux. R. Shuker et R.W. Gammon, ont montré que les formes des bandes trouvent leur origine dans une destruction des règles de sélection (27f), provoquée par le désordre spatial [52]. L'intensité $I(\omega)$ des spectres Raman enregistrés dans des solides désordonnés est directement proportionnelle à la densité d'état de vibration $g(\omega)$ et au coefficient de couplage entre les modes vibrationnels et la lumière diffusée à la fréquence ω [52]. Le coefficient de couplage est noté $C(\omega)$.

$$I(\omega) = g(\omega)\, C(\omega)\left[\frac{n(\omega)+1}{\omega}\right] \qquad (28)$$

Dans (28), $n(\omega)$ correspond au facteur de population de Bose-Einstein défini par la relation (29).

$$n(\omega) = [\exp(\hbar\omega/kT) - 1]^{-1} \qquad (29)$$

Dans (29), k représente la constante de Boltzmann et T la température thermodynamique.

L'analyse spectrale de l'intensité du rayonnement diffusé constitue la base de la spectrométrie Raman.

V - 3 - Présentation et étude des dispositifs expérimentaux utilisés pour enregistrer les spectres de diffusion Raman spontanée

V - 3 - 1 - Description des différents éléments du dispositif expérimental.

Le schéma d'une expérience de spectrométrie Raman est présenté sur la figure III-20. Une source cohérente et monochromatique issue d'un laser est focalisée sur l'échantillon. Le rayonnement diffusé sous l'effet de cette excitation est collecté par une optique de transfert qui le focalise sur la fente d'entrée d'un spectromètre. Le flux lumineux, analysé après dispersion par des réseaux de diffraction, est envoyé sur le détecteur placé derrière la fente de sortie du spectromètre.

Le montage réalisé au laboratoire "LASIR" se compose de cinq éléments distincts :

1 - une source de lumière cohérente et monochromatique : le laser
2 - l'échantillon diffusant
3 - des optiques de focalisation
4 - un spectromètre Raman constituant l'élément dispersif
5 - un système de détection.

Les différents éléments du banc de spectrométrie sont présentés ci-dessous.

V-3-1-a- La source laser

Deux sources laser ont été utilisées au cours de nos expériences :

- un laser à argon ionisé pour lequel nous avons choisi la longueur d'onde égale à 514,5 nm
- un laser à krypton ionisé dont les longueurs d'onde de pompe retenues sont soit 647,1 nm, soit 676,4 nm ou encore 752,5 nm.

Un filtre interférentiel passe-bande est placé sur le faisceau incident. Ce filtre à bande étroite, en résonance avec la longueur d'onde du laser, sert à éliminer les radiations parasites de longueurs d'onde différentes de la longueur d'onde excitatrice. Ces radiations parasites (raies du plasma) proviennent du milieu amplificateur du laser en inversion de population.

Des tests préliminaires ont permis de fixer notre choix sur les longueurs d'onde qu'il convient d'employer pour effectuer l'enregistrement des spectres Raman de nos échantillons. Les résultats de cette expérience sont présentés dans le paragraphe V-3-2-a.

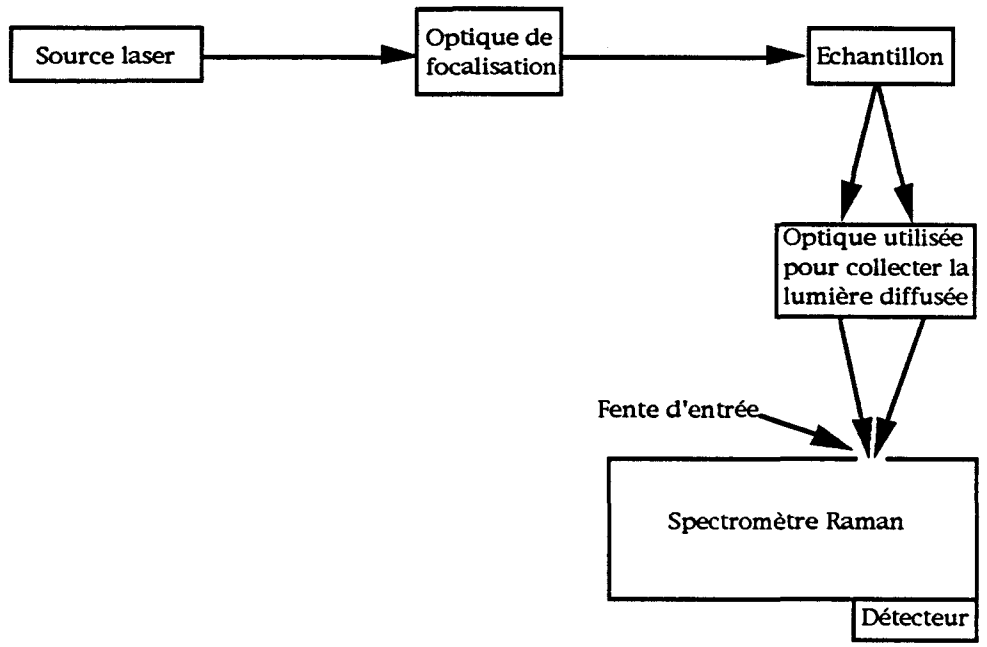


Figure III-20 : Schéma synoptique d'une expérience de spectromètrie Raman

V - 3 - 1 - b - Les échantillons

L'étude a porté sur deux types d'échantillon : des fibres optiques et des lames à faces parallèles taillées dans des préformes.

Les caractéristiques optogéométriques des fibres et des lames à faces parallèles sont présentées dans le tableau III-7. Aucune fibre n'a été fabriquée à partir des préformes G (FPG2057) et I (FPG2032). Le coeur des échantillons est dopé uniquement par de l'oxyde de germanium. Le taux de GeO_2 varie de 6,5 % à 31 % molaire.

Nature de l'échantillon	Référence CNET de l'échantillon	Référence adoptée dans le mémoire	Paramètres opto-géométriques	Dopant du coeur	Dopant de la gaine optique
Fibre	FPG2034	C	ϕ_{ext} = 125 µm $\phi_{cœur}$ = 2,2 µm λ_c = 1,15 µm	GeO_2 28 % molaire $\Delta n = 3,9\ 10^{-2}$	F,P
	BPG285	D	ϕ_{ext} = 125 µm $\phi_{cœur}$ = 5 µm λ_c = 1,15 µm	GeO_2 11,5% molaire $\Delta n = 1,33.10^{-2}$	B,P
	FPG2033	H	ϕ_{ext} = 125 µm $\phi_{cœur}$ = 3,75 µm λ_c = 1,28 µm	GeO_2 24 % molaire $\Delta n = 3,25.10^{-2}$	F,P
Préforme	FPG2057	G	ϕ_{ext} = 11,45 µm $\phi_{cœur}$ = 1,5 mm	GeO_2 6,5 % molaire $\Delta n = 9,5.10^{-3}$	F,P
	FPG2032	I	$\phi_{cœur}$ = 0,54 mm	GeO_2 31 % molaire $\Delta n = 40.10^{-3}$	F,P

Tableau III-7 : Caractéristiques optogéométriques des fibres et des préformes utilisées dans l'étude. Concentration en oxyde de germanium.

V - 3 - 1 - c - Les optiques de focalisation

Pour réaliser les expériences avec le spectromètre RT30 (commercialisé par la société DILOR), l'optique de focalisation placé entre la source laser et l'échantillon est choisie en fonction de la nature de l'échantillon étudié (fibres optiques ou lame à faces parallèle découpée dans une préforme).

Le faisceau, issu du laser, est focalisé sur le coeur **de fibres optiques** à l'aide d'un objectif de microscope (le diamètre du spot du faisceau incident sur le cœur est égal à 1,7 µm, le diamètre du coeur de la fibre est compris selon les fibres étudiées entre environ 2 µm et 5 µm). Une lentille convergente de focale égale à 50 mm ou de 100 mm, est utilisée pour focaliser le faisceau sur le **coeur des préformes** G et I respectivement (le diamètre du cœur des préformes étant égal respectivement à

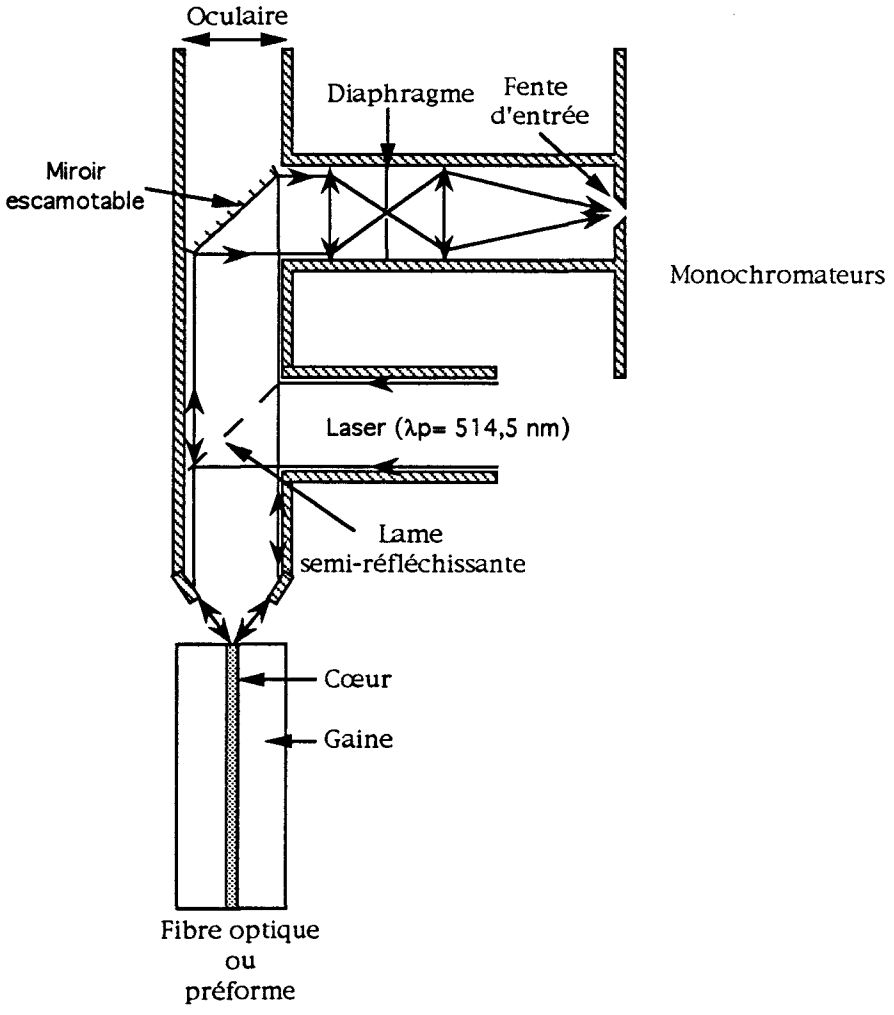


Figure III - 21 : Schéma de principe du microscope couplé à la microsonde à effet Raman.

1,5 mm et 0,54 mm). Le diamètre du spot du faisceau incident sur la lame découpée dans la préforme G est égal à 27 µm tandis que le diamètre du spot du faisceau incident sur la lame découpée dans la préforme I est égale à 14 µm.

L'optique utilisée pour collecter la lumière diffusée est située entre l'échantillon et le spectromètre modèle RT30 ; elle est constituée d'une lentille convergente de distance focale égale à 50 mm.

La microsonde à effet Raman est utilisée exclusivement avec le laser à argon ionisé. Dans les expériences utilisant cet élément, le faisceau issu du laser à argon ionisé est focalisé sur l'échantillon au moyen d'un objectif de microscope selon un spot de diamètre égal à 0,7 µm (figure III-21). Le grossissement de l'objectif de microscope est égal à 50. La lumière rétrodiffusée par l'échantillon est collectée par l'objectif de microscope. Un miroir escamotable permet de réfléchir le faisceau vers la fente d'entrée d'un spectromètre. Lorsque le miroir est retiré du champ, le contrôle visuel de la taille de la tache de focalisation et de sa position sur l'échantillon est effectué par l'intermédiaire d'un oculaire de microscope.

La microsonde Raman est utilisée afin de procéder à une prise de spectres Raman de l'échantillon avec une résolution spatiale pouvant atteindre le micron carré.

V - 3 - 1 - d - Les spectromètres Raman

♦ ***Le spectromètre modèle RT30 Dilor***

Le spectromètre a été utilisé pour disperser le flux lumineux diffusé par des échantillons pompés par l'un ou l'autre des deux lasers de pompe.

Il est composé d'un triple monochromateur à montage additif comme présenté sur la figure III-22-a. Chaque monochromateur, de distance focale 800 mm, est équipé d'un réseau plan holographique dont le nombre de traits par millimètre est égal à 1800.

Le taux de réjection du spectromètre est tel qu'il permet de détecter significativement l'intensité de la lumière diffusée par un échantillon à une fréquence d'analyse proche de celle du laser de pompe. L'écart minimal entre la fréquence du laser et celle du signal analysé peut atteindre quelques cm^{-1} (couramment 7 cm^{-1}).

♦ ♦ ***Le spectromètre associé à microsonde Raman***

Le spectromètre est composé d'un double monochromateur à réseaux holographiques concaves. La distance focale de chaque monochromateur est égale à

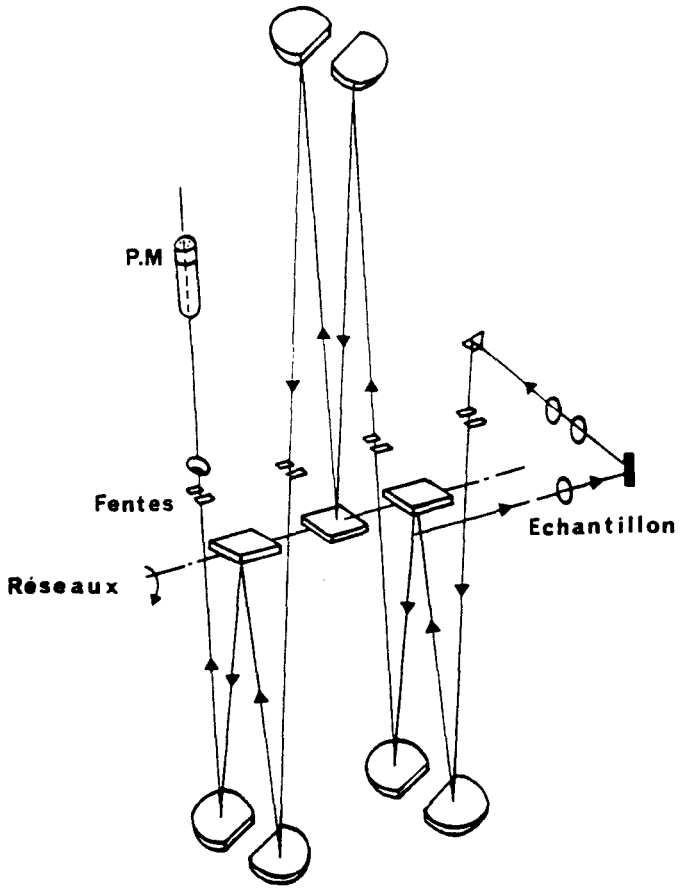


Figure III-22-a : Schéma de principe du spectromètre du R.T. 30

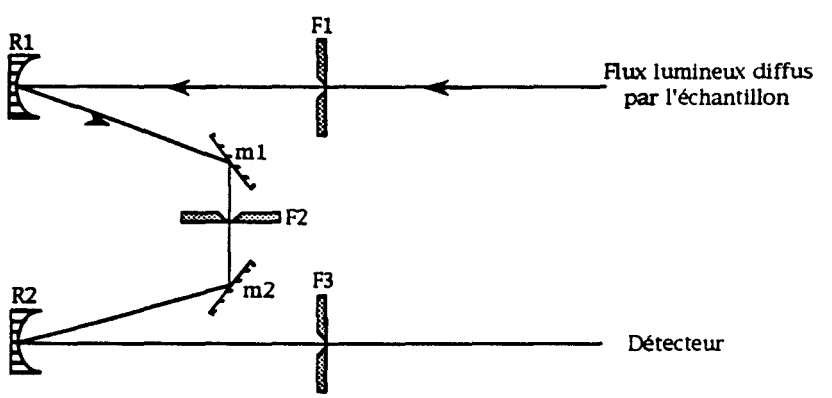


Figure III-22-b : Schéma de principe du spectromètre de la microsonde à effet Raman

Mi : miroir sphérique
mi : miroir plan

Ri : réseau holographique concave
ri : réseau holographique plan

Fi : fente

BU LILLE

1 m. Le nombre de traits par millimètre des réseaux de diffraction est égal à 2000 traits/mm (figure III-22-b).

Les deux spectromètres comportent un dispositif mécanique de "balayage" du spectre qui assure la rotation des réseaux et par conséquent, le défilement du spectre à analyser dans le plan de la fente de sortie du spectromètre. Ce mécanisme, comportant une "barre cosécante", permet d'obtenir un "balayage" linéaire en cm^{-1} du domaine spectral étudié. Pour la microsonde à effet Raman, le taux de réjection de lumière parasite au voisinage de la raie excitatrice est moins bon que sur le dispositif précédent (deux étages dispersifs au lieu de trois). La remontée sur la raie excitatrice s'effectue à quelques dizaines de cm^{-1}.

V - 3 - 1 - e - Le système de détection

Le flux lumineux dispersé par les réseaux du spectromètre est envoyé sur la photocathode en AsGa d'un photomultiplicateur placé derrière la fente de sortie du spectromètre.

Le signal électrique délivré par le photomultiplicateur est envoyé soit vers un compteur de photons (microsonde Raman, RT30), soit vers un amplificateur continu (RT30). Après amplification, le signal analogique est numérisé à l'aide d'un convertisseur analogique-digital. Il peut être stocké dans la mémoire d'un microprocesseur pour traitement ultérieur et/ou visualisé directement sur un enregistreur f(t).

Lors de l'acquisition, le traitement du signal peut consister à effectuer une moyenne des spectres obtenus lors des N accumulations successives. Si l'on admet que tous les paramètres de l'expérience sont stationnaires, le "rapport signal sur bruit" obtenu après le calcul de la moyenne se trouve alors augmenté d'un facteur égal à $\sqrt{N}$ par rapport au "rapport signal sur bruit" correspondant à un seul spectre.

V - 3 - 2 - Expériences

V - 3 - 2 - a - Enregistrement des spectres Raman effectué à l'aide du spectromètre RT30 : spectrométrie Raman par transmission

♦ ***Discussion des conditions expérimentales qu'il faut réaliser afin de procéder à l'analyse spectrale du flux transmis par des fibres optiques.***

Les premières expériences ont été réalisées en utilisant le montage représenté sur la figure (III-23-a). Notre objectif consistait à définir les conditions expérimentales adaptées à la prise des spectres de diffusion Raman de nos échantillons. Ces derniers étaient constitués par des fibres de grande longueur (L > 20 cm). Nous avons ainsi analysé, par exemple, le flux lumineux transmis par la fibre H (FPG2033) dont la longueur était égale à 150 cm.

Le premier paramètre que nous avons cherché à fixer est constitué par la température à laquelle il convenait de maintenir les fibres lors de l'enregistrement des spectres de diffusion Raman.

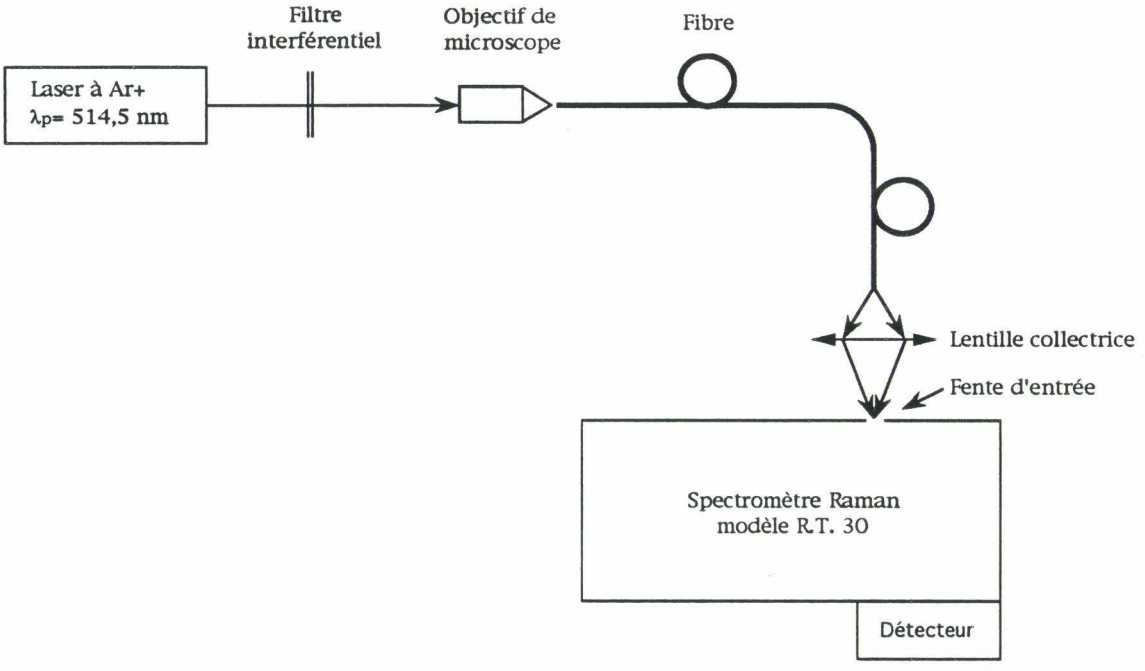
En effet, la séparation spectrale de deux bandes centrées respectivement aux fréquences ν_1 et ν_2 est rendue difficile lorsque la largeur de chaque bande $\Delta\nu > |\nu_1 - \nu_2|$. L'agitation thermique constitue une cause d'élargissement spectral. Nous avons cherché à diminuer cette largeur spectrale $\Delta\nu$ en abaissant la température de la fibre.

Nous avons ainsi enregistré le flux lumineux diffusé par la fibre H lorsque celle ci est maintenue à une température égale à -196°C (la fibre est plongée sur toute sa longueur dans de l'azote liquide).

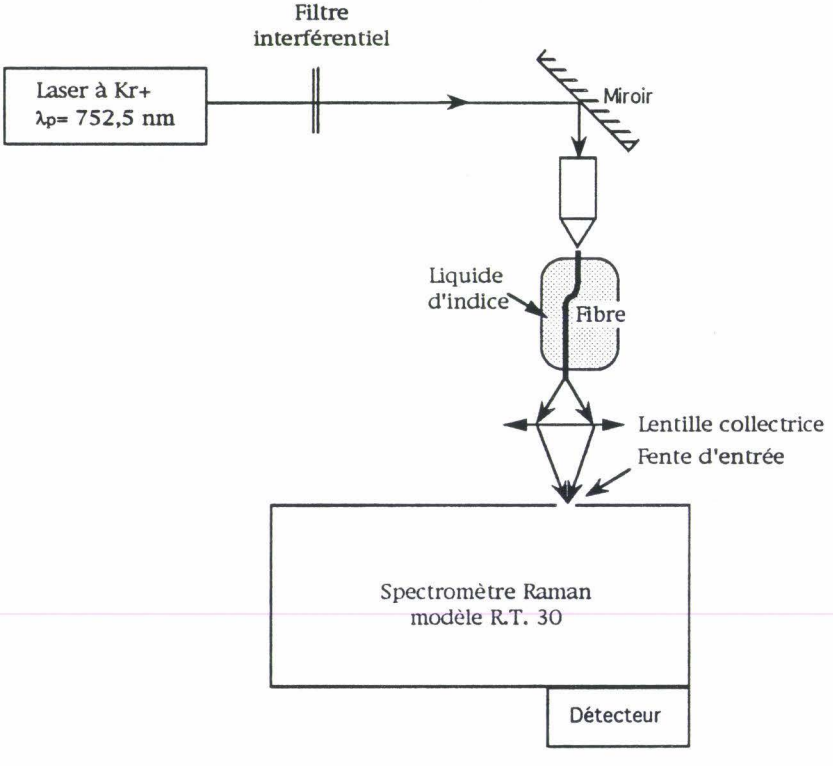
Aucune variation de l'allure spectrale n'a été constatée lors de la comparaison des spectres enregistrés à température ambiante avec les spectres obtenus à très basse température. Ce résultat montre que l'abaissement thermique que nous avons réalisé n'est pas suffisant pour améliorer significativement l'aspect des spectres de nos fibres. *Toutes les autres expériences présentées dans le mémoire ont donc été réalisées à la température ambiante.*

Nous avons ensuite cherché à enregistrer le spectre de diffusion d'une fibre C (FPG2034) préalablement irradiée sur toute sa longueur par un faisceau ultraviolet (λ = 243 nm). Lors de cette irradiation préalable, chaque élément du coeur de la fibre a été exposé au travers de la gaine à une fluence ultraviolette cumulée égale à environ 10 J/cm^2 (irradiation latérale).

La transmission de la fibre, (à λ = 514,5 nm) s'est avérée voisine de zéro lors des premiers essais d'injection de la radiation issue du laser à argon ionisé dans le coeur de la fibre (λ_p = 514,5 nm). Ce phénomène résulte du photochromisme induit par l'irradiation ultraviolette (excès de perte $\Delta\alpha$). Lors des premiers essais, la puissance optique délivrée par le laser était maintenue à une valeur inférieure à 20 mW. La puissance optique a ensuite été portée à 4 W. Cette modification des conditions expérimentales d'injection s'est traduite par une croissance monotone



III-23-a : Dispositif de spectrométrie Raman par transmission.
La longueur de l'échantillon est supèrieure à 10 cm



III-23-b : Dispositif de spectrométrie Raman par transmission.
La longueur de l'échantillon est inférieure à 10 cm

en fonction du temps de la transmission de la fibre. Après 15 minutes d'irradiation, la transmission de la fibre à λ = 514,5 nm se sature à une valeur maximale.

Ces différentes observations peuvent s'expliquer en supposant que l'irradiation du coeur de la fibre par la radiation de longueur d'onde égale à 514,5 nm blanchit partiellement l'excès d'absorption $\Delta\alpha$ crée par l'irradiation ultraviolette latérale. **Il apparaît donc que la transmission de la fibre risque d'évoluer au cours du temps pendant les enregistrements des spectres Raman.**
Les expériences préliminaires que nous venons de présenter ont permis de définir deux conditions expérimentales.

1/ Il est nécessaire que la transmission de la fibre (à des longueurs d'onde supérieures ou égales à la longueur d'onde de pompe) soit suffisante pour que le signal diffusé puisse être analysé après dispersion spectrale avec un rapport signal sur bruit correct. Cette première condition peut être remplie en choisissant :

- la longueur d'onde du faisceau pompe λ_p dans une zone spectrale où les pertes (pertes intrinsèques à la fibre et pertes en excès) sont notablement plus faibles que celles qui sont mesurées à 514,5 nm. Ainsi par exemple, il apparaît sur la courbe de la figure III-10-c présentée dans ce chapitre que l'excès de pertes induit par 6 impulsions ultraviolettes dans la fibre C est égal à 0,3 cm^{-1} à λ_p = 650 nm, à 0,45 cm^{-1} à λ_p = 600 nm et à 1,8 cm^{-1} à λ_p = 514,5 nm.
- la longueur de fibre de façon à ce que la transmission de la fibre à $\lambda > \lambda_p$ soit supérieure à 0,1.

2/ Il faut également que la variation $d(\Delta\alpha)$ des pertes en excès sous l'effet du rayonnement de longueur d'onde λ_p soit la plus faible possible. A notre connaissance, aucune étude portant sur ce sujet n'a été reportée dans la littérature. Seule une publication de F. Bilodeau et al [53] traite de la photosensibilité d'une fibre préalablement irradiée par un rayonnement UV. La variable de l'étude est constituée par la longueur d'onde d'un laser de pompe dont le flux lumineux est injecté longitudinalement dans la fibre. Ces auteurs ont montré que la photosensibilité décroît de façon exponentielle avec la longueur d'onde du laser de pompe (700 nm < λ_p < 1300 nm). Par analogie avec ces résultats, nous avons admis que $d(\Delta\alpha)$ est d'autant plus faible que λ_p est grande.

Ces considérations nous ont conduit à réaliser les expériences suivantes avec les raies excitatrices issues du laser à Krypton ionisé (longueurs d'ondes égales à

647,1 nm, ou à 676,4 nm ou à 752,5 nm). La longueur des fibres a été fixée à environ 10 cm.

♦♦ ***Montage expérimental utilisé afin de procéder à l'analyse spectrale du flux transmis par des fibres optiques de faible longueur***

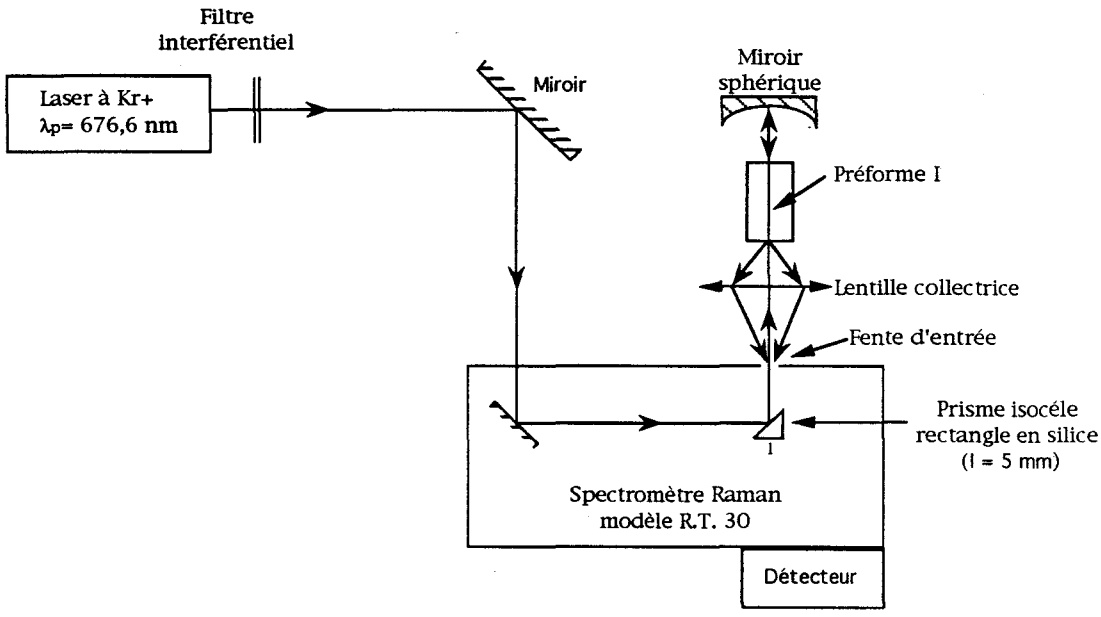
Le montage employé afin d'enregistrer les spectres de diffusion Raman des fibres de longueur inférieure à 10 cm (fibres C et D, FPG2034 et FPG285), est présenté sur la figure III-23-b.

L'utilisation de fibres de courte longueur crée un problème. En effet, l'excitation des modes guidés par le cœur de la fibre s'accompagne de l'excitation de modes transmis par la gaine. Dans le cas des fibres de courte longueur ($L \approx 10$ cm), l'atténuation de la gaine n'est pas suffisante pour que l'intensité lumineuse transmise par celle-ci soit négligeable devant l'intensité transmise par le coeur de la fibre. Le spectre enregistré ne correspond donc plus au seul matériau du cœur. Le flux lumineux transmis par la gaine est éliminé à l'aide d'un videur de gaine. La fibre courbée est plongée sur toute sa longueur dans un liquide d'indice égal à l'indice de la gaine.

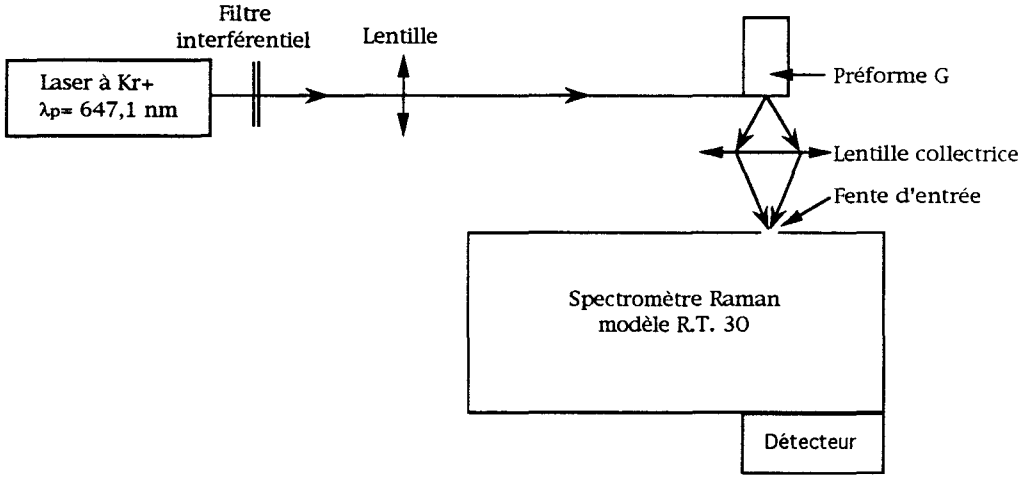
Les échantillons sont composés de trois fibres C (référencées par les lettres C_0, C_1 et C_2) et de trois fibres D (référencées par les lettres D_0, D_1 et D_2) de longueur moyenne égale à 9 cm. Les fibres C_0 et D_0 ont été utilisées pour enregistrer des spectres de référence. Les fibres C_1 et D_1 ont été irradiées latéralement sur toute leur longueur de façon uniforme par 10000 impulsions (λ_p = 243 nm, fluence par tir égale à 140 mJ/cm^2). D'après les observations décrites dans le chapitre II, les conditions d'irradiation sont analogues à celles qui, réalisées avec un système de franges, conduisent à la formation d'un spectre caractéristique d'un réseau de type I. Les fibres C_2 et D_2 ont été irradiées par 55000 impulsions (λ_p = 243 nm, fluence par tir égale à 140 mJ/cm^2). Ces conditions d'irradiation correspondent, lorsqu'elles sont utilisées avec un système de franges, à l'apparition d'un spectre caractéristique d'un réseau de type IIA dans la fibre C et à la saturation de la transmission du spectre de type I dans la fibre D.

♦♦♦ ***Montages expérimentaux utilisés afin de procéder à l'analyse spectrale du flux transmis par des lames à faces parallèles découpées dans des préformes***

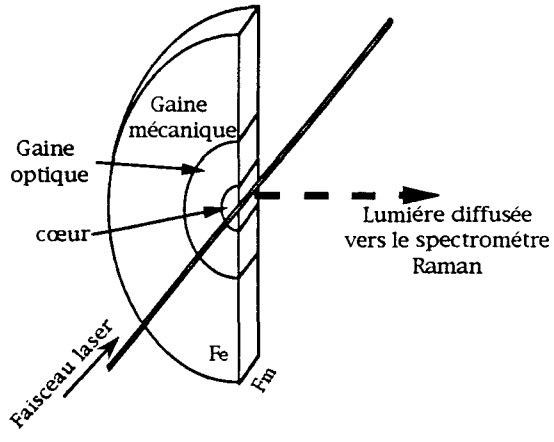
Les montages expérimentaux utilisés afin de procéder à l'analyse spectrale du flux transmis par des préformes sont présentés sur les figures III-24-a et III-24-b.



III-24-a : Dispositif de spectrométrie Raman par rétrodiffusion avec miroir de renvoi



III-24-b : Dispositif spectrométrique de diffusion Raman à angle droit



III-24-c : Disposition de la préforme G lors
de l'enregistrement de la diffusion Raman à angle droit

Une étude a été préalablement effectuée afin de déterminer l'épaisseur d'échantillon minimale nécessaire à l'obtention d'un flux lumineux d'intensité significative (le rapport signal de diffusion Raman sur bruit doit être supérieur à 50 environ). Cette étude a montré que la longueur L de l'échantillon doit être supérieure à environ 0,5 cm.

Dans le montage représenté sur la figure III-24-a, le faisceau pompe est focalisé sur le cœur de la préforme I (FPG2032) selon un spot de diamètre égal à 125 µm. Un miroir sphérique placé derrière l'échantillon réfléchit le faisceau pompe transmis dans l'échantillon. De ce fait, le faisceau effectue un double passage dans la lame à faces parallèles découpée dans la préforme. Une lentille collectrice recueille les flux diffusés et rétrodiffusés par l'échantillon. Le montage de la figure III-24-a permet donc d'améliorer le rapport signal sur bruit des spectres Raman de lames minces.

Cependant, le dispositif de spectrométrie Raman fonctionnant par rétrodiffusion ne peut être utilisé pour analyser la composition spectrale du flux lumineux diffusé par la lame du coeur d'une préforme préalablement irradié par un faisceau ultraviolet. En effet, comme nous l'avons montré dans le chapitre III, l'épaisseur typique de pénétration d'un faisceau ultraviolet dans un verre germanosilicate est égale à environ 100 µm. De ce fait, en raison de ses dimensions ($\phi_c \approx 600$ µm, $L_{min} = 5$ mm), le cœur d'une lame de préforme ne peut être totalement irradié ni transversalement, ni longitudinalement.

Pour résoudre ce problème nous avons suivi une suggestion de J. Corset : il s'agit de procéder à une découpe particulière de la préforme [89]. Ainsi, une lame à faces parallèles d'épaisseur égale à 5 mm est tout d'abord taillée dans la préforme G (les faces d'entrée et de sortie sont appelées respectivement F_e et F_s). La lame est ensuite sciée selon un plan contenant l'axe optique pour former deux parties égales. La troisième face ainsi créée (appelée F_m) est polie jusqu'à l'obtention d'une qualité optique (figure III-24-c).

Le montage représenté sur la figure III-24-b permet d'analyser le flux lumineux diffusé par la lame de la préforme G (FPG2057) dans une direction perpendiculaire à celle du faisceau de pompe. L'échantillon est disposé de manière à ce que l'incidence du faisceau pompe soit normale à la face F_e et tangentielle à la face F_m (figure III-24-c). L'irradiation de la préforme par le faisceau de pompe est effectuée tout d'abord dans la zone de la gaine mécanique constituée de silice pure, puis dans la zone du cœur. Le flux lumineux diffusé par l'échantillon est collecté par une lentille convergente qui le focalise sur la fente d'entrée du spectromètre. Nous disposons ainsi de deux spectres de référence.

La face F_m de la préforme G est ensuite irradiée sur toute la zone du cœur à l'aide d'un faisceau ultraviolet d'intensité sensiblement uniforme. L'irradiation ultraviolette est effectuée par une rafale d'impulsions (N = 30000 tirs) de fluence par tir égale à 160 mJ/cm^2 (λ_p = 243 nm). Le spectre Raman de la préforme irradiée est ensuite enregistré.

Une lentille de focalisation est utilisée de façon à ce que le diamètre du spot du faisceau pompe incident sur la face F_e soit de l'ordre de 27 µm (λ_p = 647,1 nm). Par conséquent, le faisceau pompe éclaire une zone du cœur qui peut être assimilée à un cylindre dont le diamètre et la longueur sont approximativement égaux à 27 µm et 5 mm respectivement (figure III-24-c). Ainsi, le flux lumineux diffusé provient d'une zone complètement irradiée au préalable par le faisceau ultraviolet.

V-3-2-b- Enregistrements des spectres de diffusion Raman effectués à l'aide de la microsonde

Le faisceau issu du laser à argon ionisé (λ_p = 514,5 nm ; $P_{utilisé}$ = 30 mW) est focalisé sur le coeur de la fibre H (FPG2033 ; L = 180 cm) ou de la préforme I (FPG2032 ; L = 2, 48 cm).

Le flux lumineux rétrodiffusé par l'échantillon est focalisé sur la fente d'entrée du spectromètre à l'aide du montage présenté sur la figure III-21 et décrit dans le paragraphe V-3-1-b.

La fibre et la préforme sont éclairées longitudinalement par le faisceau de pompe comme indiqué sur la figure III-21. Cependant, dans ces expériences, nous n'avons pas été en mesure de garantir la stabilité de l'intensité du flux lumineux diffusé par une fibre ou une préforme préalablement irradiées par un rayonnement ultraviolet. En effet, l'irradiation de l'échantillon par un faisceau de pompe dont la longueur d'onde est égale à 514,5 nm induit, comme nous l'avons décrit dans le paragraphe précédent, le blanchiment de l'absorption créée par le rayonnement ultraviolet. Les spectres obtenus sont donc a priori difficilement exploitables et, de ce fait, n'ont pas été retenus.

V - 4 - Résultats

V - 4 - 1 - Présentation des spectres de diffusion Raman de verres de silice dopés : le taux d'oxyde de germanium des verres constitue le paramètre de l'étude

Les conditions d'enregistrement (montage utilisé pour enregistrer le spectre, longueur L' d'échantillon éclairé par le faisceau de pompe, λ_p et P_p) sont indiquées dans les encarts des figures.

Les figures III-25-a à f présentent les spectres de diffusion Raman de verres de silice dopés. Les spectres correspondent à la diffusion du cœur ou de la gaine de lames découpées dans des préformes ainsi qu'à celle du cœur de fibres optiques. Ils ont été enregistrés à l'aide du spectromètre RT30.

Sur ces figures, le taux d'oxyde de germanium augmente de la figure a à la figure f (a : 0 % de GeO_2 ; b : 6,5 % de GeO_2 ; c : 11,5 % de GeO_2 ; d : 24 % de GeO_2 ; e : 28 % de GeO_2 ; f : 31 % de GeO_2). La zone spectrale analysée s'étend de 7 cm^{-1} à 1500 cm^{-1} (excepté pour la figure III-25-f dans laquelle la zone spectrale étudiée s'étend de 12 cm^{-1} à 1300 cm^{-1}).

Nous nous proposons de suivre l'évolution de l'intensité des bandes de diffusion Raman de verres germanosilicates en fonction de la concentration en oxyde de germanium.

Les intensités des différentes bandes constituant le spectre Raman sont enregistrées en valeurs relatives. Il est donc nécessaire de choisir une bande de référence dont l'intensité est, par hypothèse, supposée invariante lorsque la concentration en oxyde de germanium augmente. Nous avons choisi d'utiliser la bande située à 800 cm^{-1} pour normaliser les mesures d'intensité. En effet, cette bande bien isolée dans le spectre, est attribuée à un mode de vibration de SiO_2. **Nous formulons l'hypothèse que son intensité est indépendante de la concentration en oxyde de germanium de la matrice.**

D'autres bandes du spectre, attribuées à des modes de vibration de SiO_2, sont enregistrées avec un "rapport signal sur bruit" meilleur que celui qui est mesuré à 800 - 820 cm^{-1}. C'est le cas par exemple, de bandes situées vers 430 cm^{-1} et 600 cm^{-1}. Nous n'avons toutefois pas retenu ces bandes pour effectuer la normalisation des mesures d'intensité en raison des arguments suivants :

i/ Les bandes sont mal résolues.

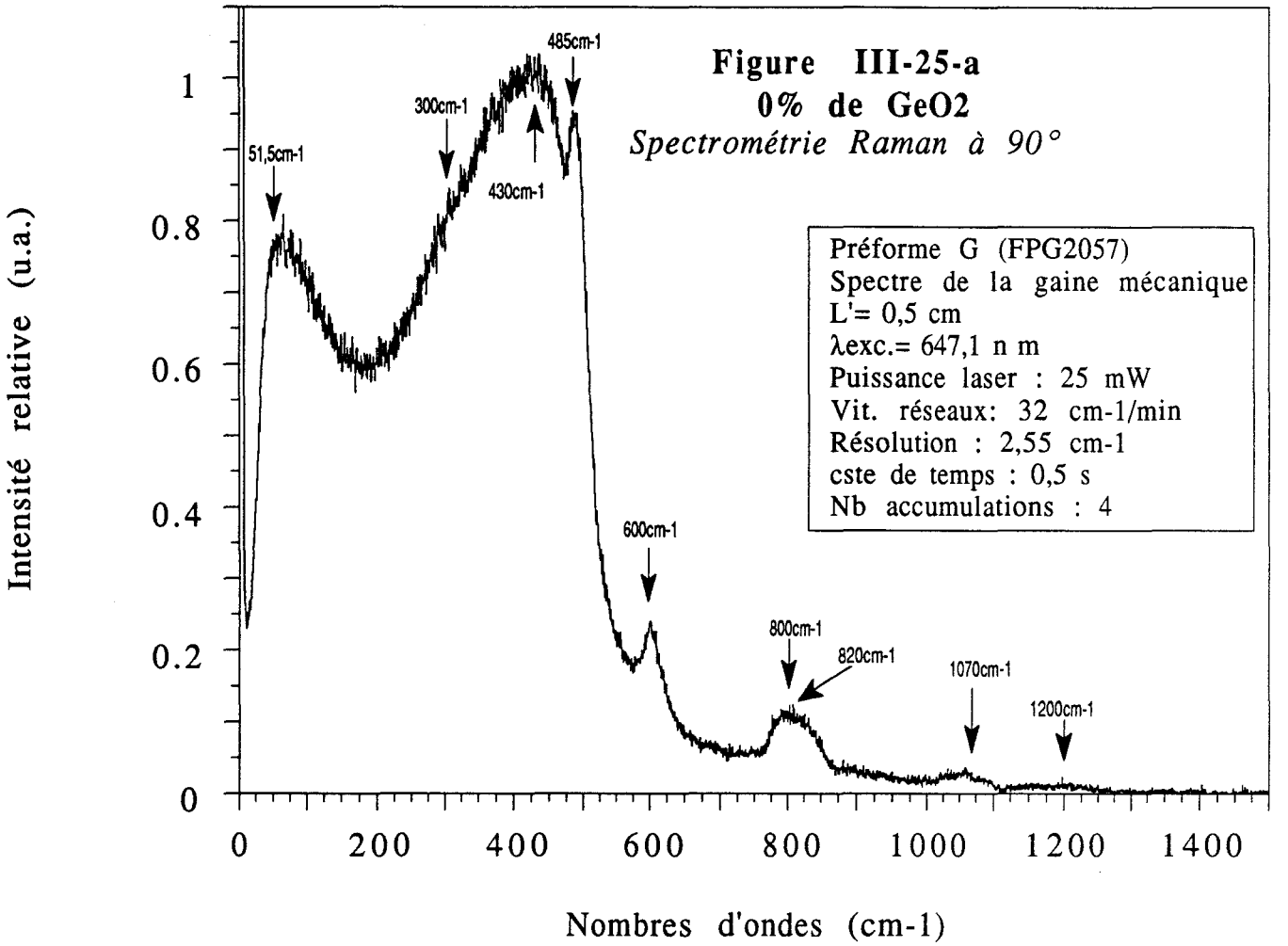


Figure III-25-a
0% de GeO2
Spectrométrie Raman à 90°
Préforme G (FPG2057)
Spectre de la gaine mécanique
L'= 0,5 cm
λexc.= 647,1 n m
Puissance laser : 25 mW
Vit. réseaux: 32 cm-1/min
Résolution : 2,55 cm-1
cste de temps : 0,5 s
Nb accumulations : 4
51,5cm-1
300cm-1
430cm-1
485cm-1
600cm-1
800cm-1
820cm-1
1070cm-1
1200cm-1
Intensité relative (u.a.)
Nombres d'ondes (cm-1)

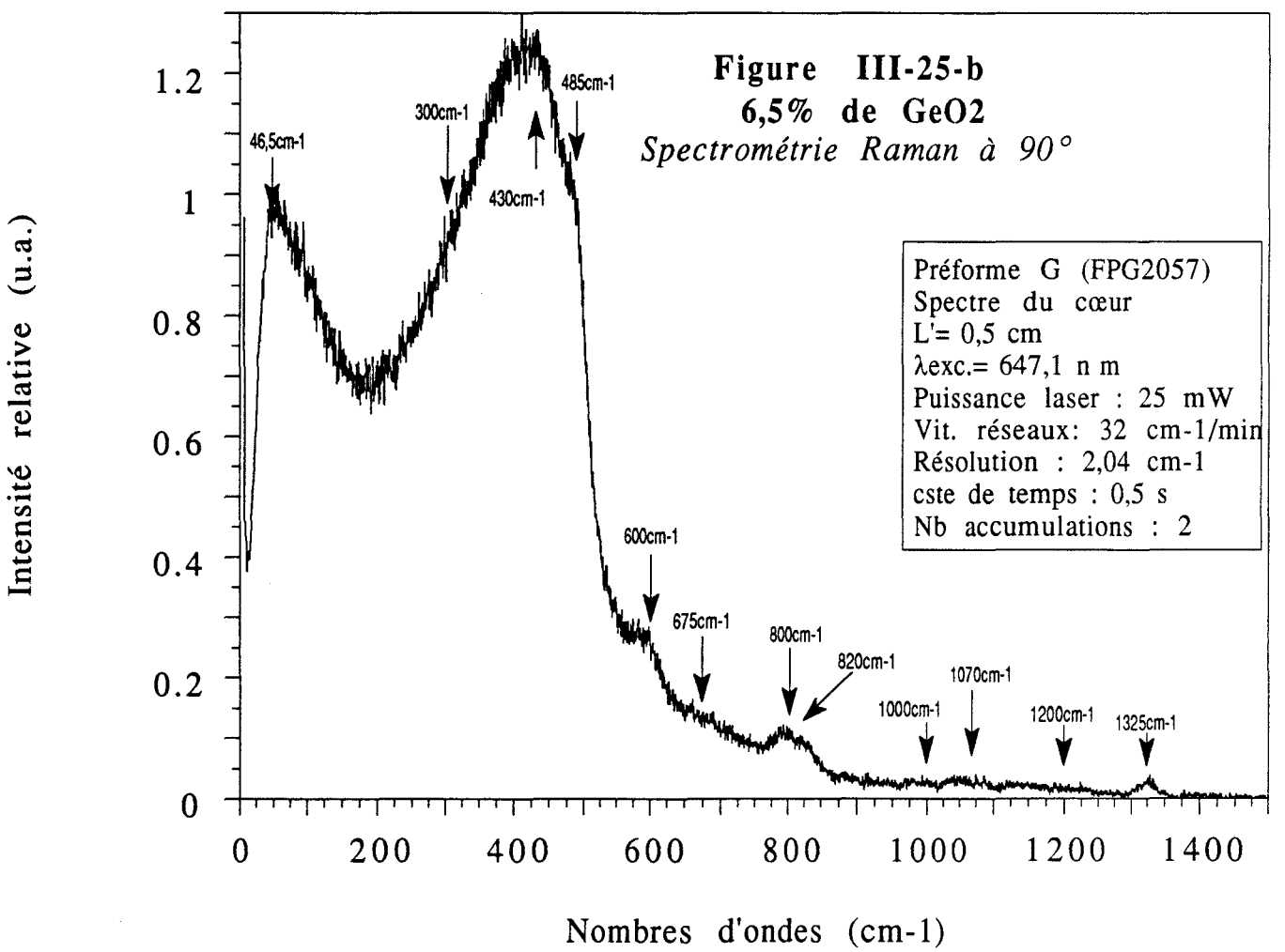


Figure III-25-b
6,5% de GeO2
Spectrométrie Raman à 90°
Préforme G (FPG2057)
Spectre du cœur
L'= 0,5 cm
λexc.= 647,1 n m
Puissance laser : 25 mW
Vit. réseaux: 32 cm-1/min
Résolution : 2,04 cm-1
cste de temps : 0,5 s
Nb accumulations : 2
46,5cm-1
300cm-1
430cm-1
485cm-1
600cm-1
675cm-1
800cm-1
820cm-1
1000cm-1
1070cm-1
1200cm-1
1325cm-1
Intensité relative (u.a.)
Nombres d'ondes (cm-1)

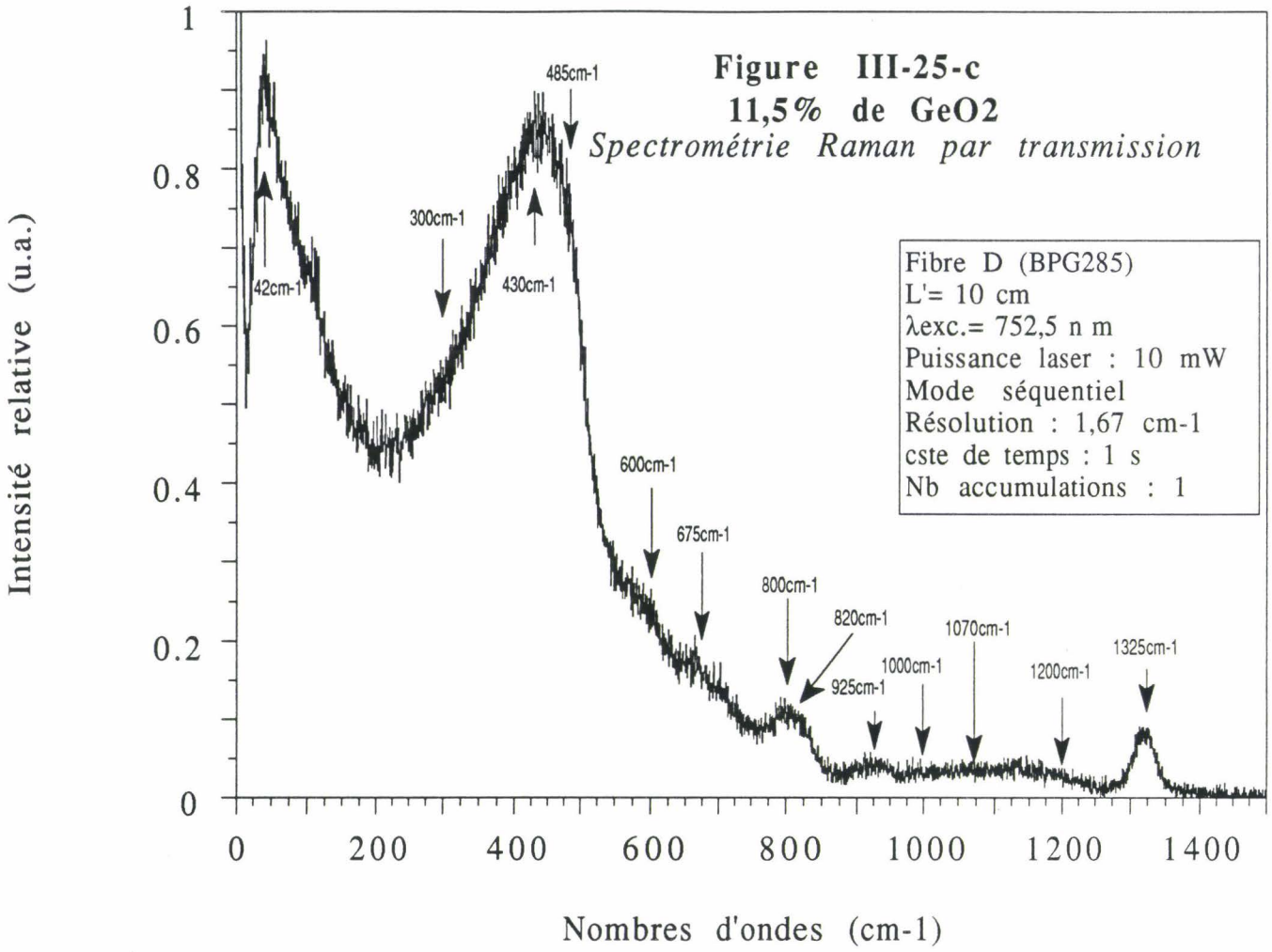


Figure III-25-c
11,5% de GeO2
Spectrométrie Raman par transmission
Fibre D (BPG285)
L'= 10 cm
λexc.= 752,5 n m
Puissance laser : 10 mW
Mode séquentiel
Résolution : 1,67 cm-1
cste de temps : 1 s
Nb accumulations : 1
42cm-1
300cm-1
430cm-1
485cm-1
600cm-1
675cm-1
800cm-1
820cm-1
925cm-1
1000cm-1
1070cm-1
1200cm-1
1325cm-1
Intensité relative (u.a.)
Nombres d'ondes (cm-1)

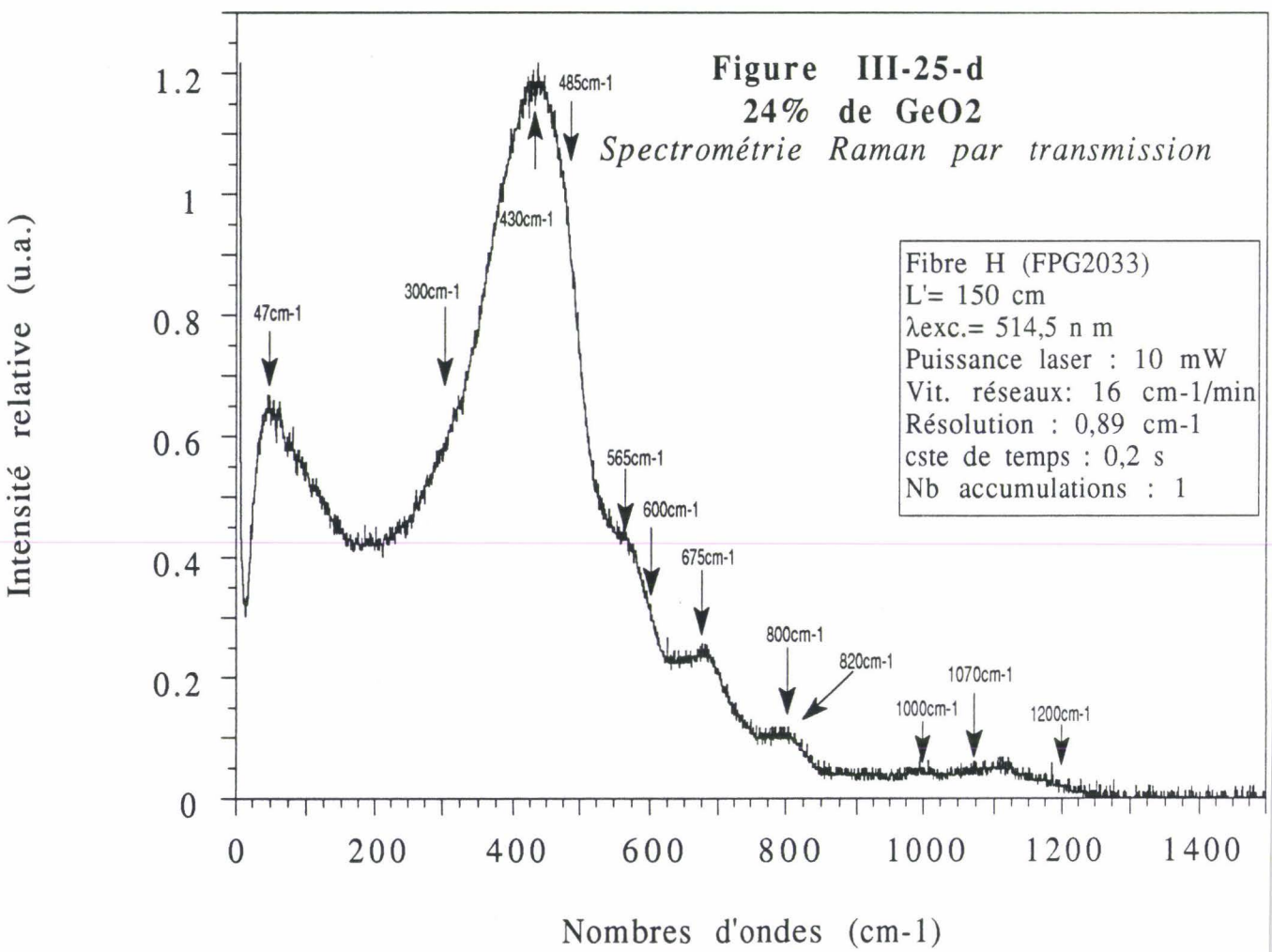


Figure III-25-d
24% de GeO2
Spectrométrie Raman par transmission
Fibre H (FPG2033)
L'= 150 cm
λexc.= 514,5 n m
Puissance laser : 10 mW
Vit. réseaux: 16 cm-1/min
Résolution : 0,89 cm-1
cste de temps : 0,2 s
Nb accumulations : 1
47cm-1
300cm-1
430cm-1
485cm-1
565cm-1
600cm-1
675cm-1
800cm-1
820cm-1
1000cm-1
1070cm-1
1200cm-1
Intensité relative (u.a.)
Nombres d'ondes (cm-1)

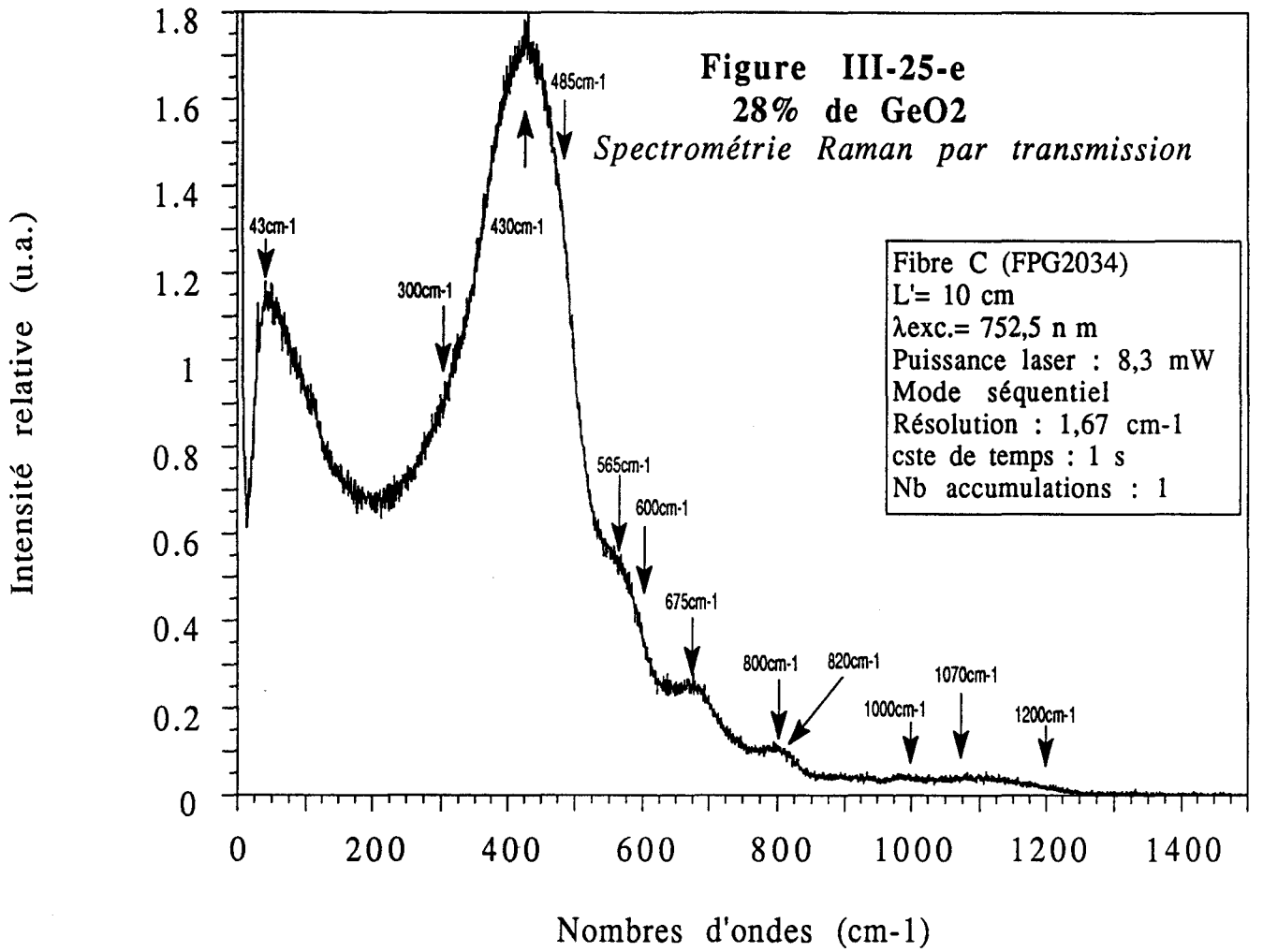


Figure III-25-e
28% de GeO2
Spectrométrie Raman par transmission
Fibre C (FPG2034)
L'= 10 cm
λexc.= 752,5 n m
Puissance laser : 8,3 mW
Mode séquentiel
Résolution : 1,67 cm-1
cste de temps : 1 s
Nb accumulations : 1
43cm-1
300cm-1
430cm-1
485cm-1
565cm-1
600cm-1
675cm-1
800cm-1
820cm-1
1000cm-1
1070cm-1
1200cm-1
Intensité relative (u.a.)
Nombres d'ondes (cm-1)

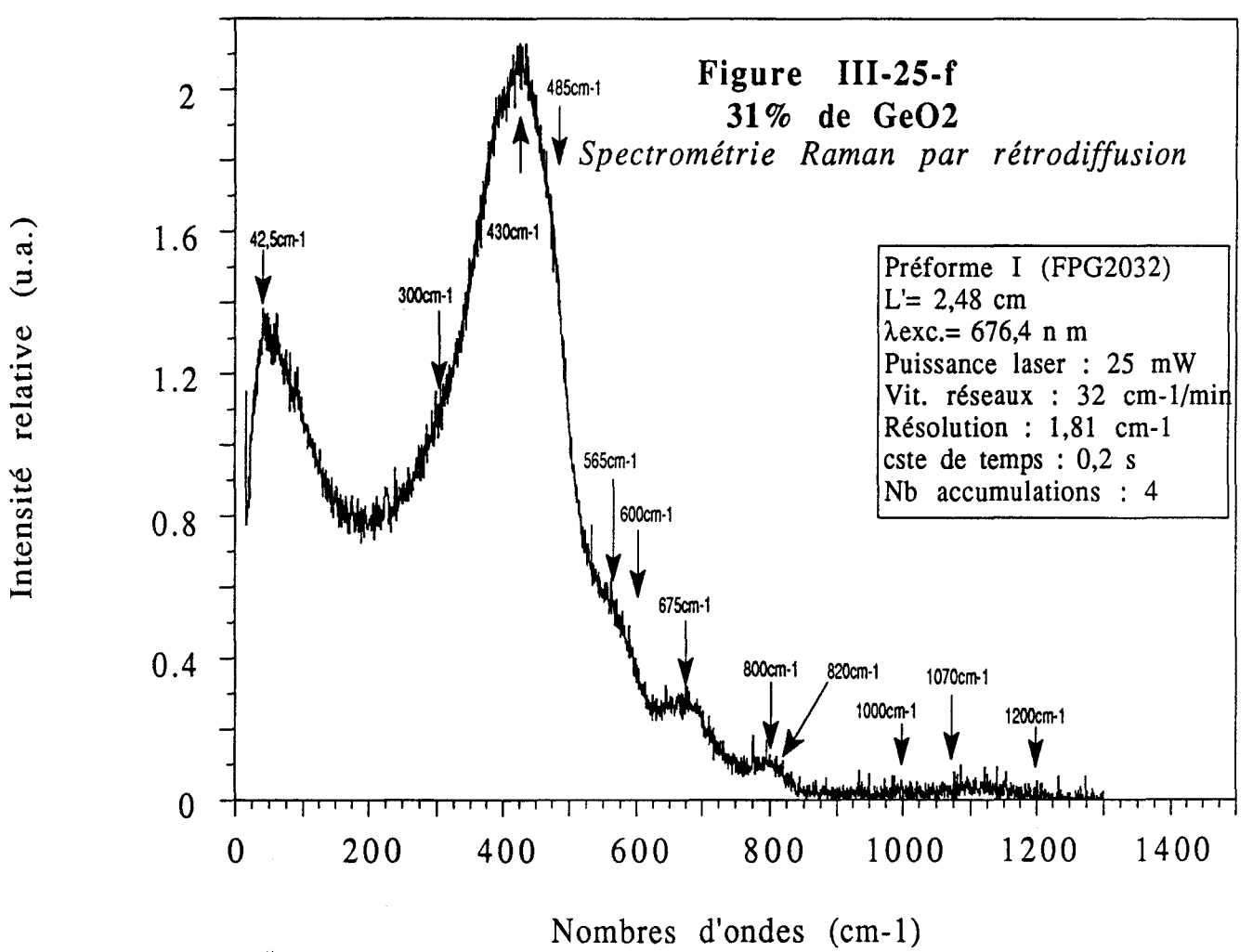


Figure III-25-f
31% de GeO2
Spectrométrie Raman par rétrodiffusion
Préforme I (FPG2032)
L'= 2,48 cm
λexc.= 676,4 n m
Puissance laser : 25 mW
Vit. réseaux : 32 cm-1/min
Résolution : 1,81 cm-1
cste de temps : 0,2 s
Nb accumulations : 4
42,5cm-1
300cm-1
430cm-1
485cm-1
565cm-1
600cm-1
675cm-1
800cm-1
820cm-1
1000cm-1
1070cm-1
1200cm-1
Intensité relative (u.a.)
Nombres d'ondes (cm-1)

ii/ Il a été établi que l'intensité de la bande située vers 430 cm^{-1} augmente avec la concentration en germanium. Ainsi F.L. Galeener et al ont mis en évidence que l'intensité du maximum à 430 cm^{-1} enregistrée dans un verre d'oxyde de germanium pur est supérieure par un facteur 7,4 à celle correspondant à un verre de silice pure [54].

L'examen des différents spectres présentés sur les figures III-25 nous amène à les décomposer en six parties:

1 - une large bande localisée vers les basses fréquences ($0\ cm^{-1} \leq \omega \leq 200\ cm^{-1}$) avec un pic centré vers 50 cm^{-1}
2 - une région de diffusion intense située entre 200 cm^{-1} et 450 cm^{-1} avec un large maximum à 430 cm^{-1}
3 - trois bandes plus étroites situées à 485 cm^{-1}, 565 cm^{-1} et 600 cm^{-1}
4 - une bande située à 675 cm^{-1}
5 - une bande à 800 cm^{-1} avec une épaule vers 820 cm^{-1}
6 - trois bandes de faible intensité à 1000 cm^{-1}, 1070 cm^{-1} et 1200 cm^{-1}

Le profil spectral de la diffusion Raman relatif à la gaine mécanique de la préforme G (FPG2057) est présentée sur la figure III-25-a. ***Elle cst composée de silice pure.***

Le tableau III-8 présente, pour chaque type d'échantillon, la fréquence ω à laquelle est centré le pic situé dans le premier domaine de fréquence ($0\ cm^{-1} \leq \omega \leq 200\ cm^{-1}$) ainsi que son intensité relative I_{rel}. Il montre aussi la largeur spectrale de la bande mesurée à une intensité égale à trois cinquièmes de son intensité maximale $\Delta\omega_{3/5}$.

Les fréquences de résonance des pics à basse fréquence sont dispersées autour de 45 cm^{-1}. Compte tenu de la précision des mesures, la dispersion apparaît significative, mais ne semble pas suivre une loi simple en fonction de la concentration en germanium. L'intensité du pic à basse fréquence change significativement d'un échantillon au suivant sans, pour cela, suivre une loi monotone en fonction de la concentration en dopant.

Afin de mieux comprendre l'origine de la disparité de ces valeurs, nous avons effectué l'expérience suivante. Les spectres de diffusion Raman de deux fibres contenant les mêmes taux de dopant (28 % de germanium, gaine optique dopée par du fluor et du phosphore) ont été enregistrés et comparés. Les fibres diffèrent par leur température de tirage. Le spectre de la fibre tirée "à froid" possède un pic centré

à une fréquence ω égale à 48 ± 4 cm^{-1}, d'intensité égale à 0,53 et de largeur égale à $\Delta\omega_{3/5}$ = 80 cm^{-1}. Un pic ayant les caractéristiques spectrales suivantes : ω = 36 ± 6 cm ; I_{ech} = 0,46 et $\Delta\omega_{3/5}$ = 67 cm^{-1} apparaît dans le spectre de la fibre tirée à "chaud". Nous avons aussi constaté que les spectres des deux fibres **n'étaient pas significativement différents lorsque la fréquence d'analyse est supérieure à 200 cm^{-1} (incertitude de mesure égale à 2 %).**

Le profil spectral du pic "basse fréquence" dépend donc des caractéristiques de fibrage des fibres optiques. Il semble aussi dépendre des conditions de fabrication des préformes. Il est donc difficile d'établir des conclusions relatives aux résultats du tableau (III-8), puisque nous n'avons aucune donnée sur l'histoire thermo-mécanique de la fibre.

	Préforme G (gaine) 0 % de Ge	Préforme G (coeur) 6,5 % de Ge	Fibre D 11,5 % de Ge	Fibre H 24 % de Ge	Fibre C 28 % de Ge	Préforme I 31 % de Ge
Localisation de la bande (cm^{-1})	51,5 ± 4,5	46,5 ± 3,5	42 ± 4	47 ± 3	43 ± 4	42,5 ± 2,5
Intensité relative (u. a.)	0,77±0,02	1,07±0,02	0,9±0,02	0,64±0,02	1,14±0,02	1,32±0,02
Largeur $\Delta\omega_{3/5}$ (cm^{-1})	110±7	94,5±7	56±7	83±7	79±7	77±7

Tableau III-8 : Valeur des paramètres caractérisant le profil spectral de la bande centrée dans le domaine des basses fréquences en fonction de la concentration en oxyde de germanium

Le tableau III-9 rassemble les résultats des figures III-25 sous forme plus synthétique. Dans la première colonne de ce tableau figurent les fréquences des bandes les plus significatives. Les intensités I_{ref} des bandes observées sur le spectre de la préforme G (0 % GeO_2, figure III-25-a) sont reportées dans la colonne 2 du tableau. Les intensités ΔI_{ech} ($\Delta I_{ech} = I_{ech} - I_{ref}$) des différentes bandes des autres échantillons sont calculées en référence à l'intensité des bandes figurant dans la deuxième colonne du tableau. Les valeurs de ΔI_{ech} sont reportées dans les colonnes 3 à 7 du tableau III-9. Une bande non résolue dans l'un des spectres est repérée par une croix dans le tableau.

Fréquences des bandes les plus significatives	I_{ref} Préforme G (gaine) 0% [GeO_2]	ΔI_{ech} Préforme G (coeur) 6,5 % [GeO_2]	ΔI_{ech} Fibre D 11,5 % [GeO_2]	ΔI_{ech} Fibre H 24 % [GeO_2]	ΔI_{ech} Fibre C 28 % [GeO_2]	ΔI_{ech} Préforme I 31 % [GeO_2]
300 cm^{-1}	0,79	0,12	- 0,27	X	X	X
430 cm^{-1}	1	0,22	- 0,16	0,17	0,72	1,05
485 cm^{-1}	0,94	0	- 0,24	X	X	X
565 cm^{-1}	X (0,18)	X	0,09	0,24	0,34	0,36
600 cm^{-1}	0,23	0,03	0,01	X	X	X
675 cm^{-1}	X(0,066)	0,065	0,08	0,17	0,18	0,21
1325 cm^{-1}	0	0,025	0,077	0	0	

Tableau III-9 : Evolution de l'intensité relative ΔI_{ech} des bandes de diffusion Raman en fonction de la concentration en oxyde de germanium. $\delta(\Delta I_{rel}) = \pm 0,03$

L'examen des figures III-25 permet de formuler les remarques suivantes :

i/ La largeur du pic centré à 430 cm^{-1} diminue avec la concentration en oxyde de germanium ($\Delta\omega_{3/5}$ (430 cm^{-1}) = 190 cm^{-1} lorsque la préforme contient 0 % de GeO_2 ; $\Delta\omega_{3/5}$ (430 cm^{-1}) = 105 cm^{-1} lorsque [GeO_2] = 31 %).
En particulier l'épaulement situé vers 300 cm^{-1} apparent sur les spectres III-25-a et III-25-b n'est plus résolu sur les spectres III-25-c à III-25-f. La bande située à 485 cm^{-1} suit une évolution analogue à celle de l'épaulement à 300 cm^{-1}.

ii/ L'intensité de la bande située à 430 cm^{-1} est notablement plus importante dans les échantillons fortement dopés à l'oxyde de germanium (fibre C et préforme I) que dans les échantillons moins fortement dopés (fibre H, fibre D, préforme G) ou que dans l'échantillon non dopé (gaine de préforme G). **La loi de l'évolution de l'intensité du pic centré à 430 cm^{-1} ne semble toutefois pas monotone en fonction de la concentration en oxyde de germanium.** Le cas de la fibre D semble exceptionnel puisque l'intensité mesurée à 430 cm^{-1} dans cette fibre est plus faible que dans les échantillons dopés par 24 % ou 6,5 % molaire de GeO_2 ou même que dans la silice non dopée.

iii/ Un épaulement centré à 565 cm^{-1} est mis en évidence dans les échantillons dopés par une concentration d'oxyde de germanium supérieure ou égale à 11,5 %. L'intensité de cette bande augmente de façon monotone avec la concentration en oxyde de germanium.

iv/ L'intensité de la bande centrée à 600 cm^{-1} diminue lorsque la concentration en oxyde de germanium augmente. La bande n'apparaît plus résolue dans les spectres des fibres H, C et de la préforme I.

v/ Une bande centrée à 675 cm^{-1} apparaît sous forme d'un épaulement sur le spectre pris dans le coeur de la préforme G. L'intensité de cette bande augmente avec la concentration en oxyde de germanium si bien que la bande est bien résolue sur les spectres des fibres H et C et sur celui de la préforme I.

vi/ Aucune évolution significative de l'intensité des bandes centrées à 1000 cm^{-1}, 1070 cm^{-1} et 1200 cm^{-1} n'est observée.

vii/ Une bande centrée à 925 cm^{-1} est détectée dans le spectre de la fibre D.

viii/ Une bande centrée à 1325 cm^{-1} est mise en évidence dans les spectres de la préforme G et dans celui de la fibre D.

Les spectres de fibres obtenus en utilisant la microsonde Raman sont identiques à ceux enregistrés grâce au spectromètre RT30.

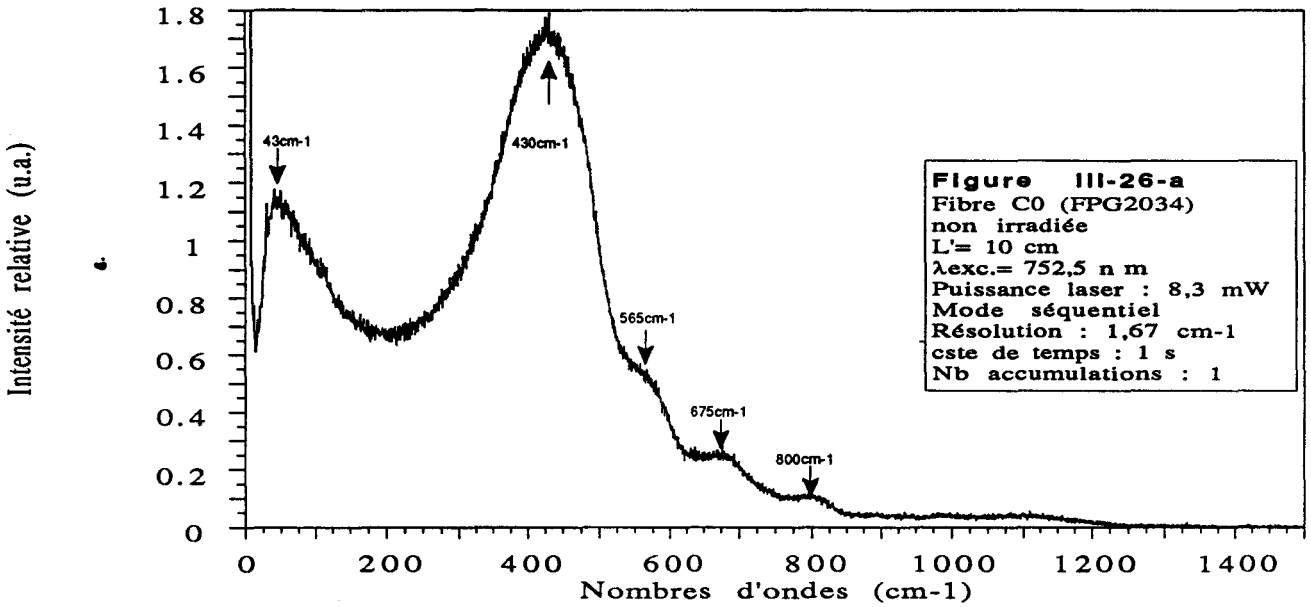
Les spectres de cœur de préformes obtenus en utilisant la microsonde Raman ne peuvent pas être directement exploités dans le cadre de notre étude. En effet, la prise des spectres dans le cœur de la préforme est effectuée avec une résolution spatiale égale à environ 1 µm. L'analyse de ces spectres révèle les variations locales de la concentration en oxyde de germanium (ces variations de concentrations sont réalisées volontairement lors de l'élaboration de la préforme afin d'obtenir un profil d'indice adapté à l'usage souhaité pour la fibre). Ainsi, les intensités des raies centrées à 430 cm^{-1}, 485 cm^{-1}, 565 cm^{-1}, 600 cm^{-1} et 675 cm^{-1} varient suivant le point où le faisceau de pompe se trouve focalisé [89].

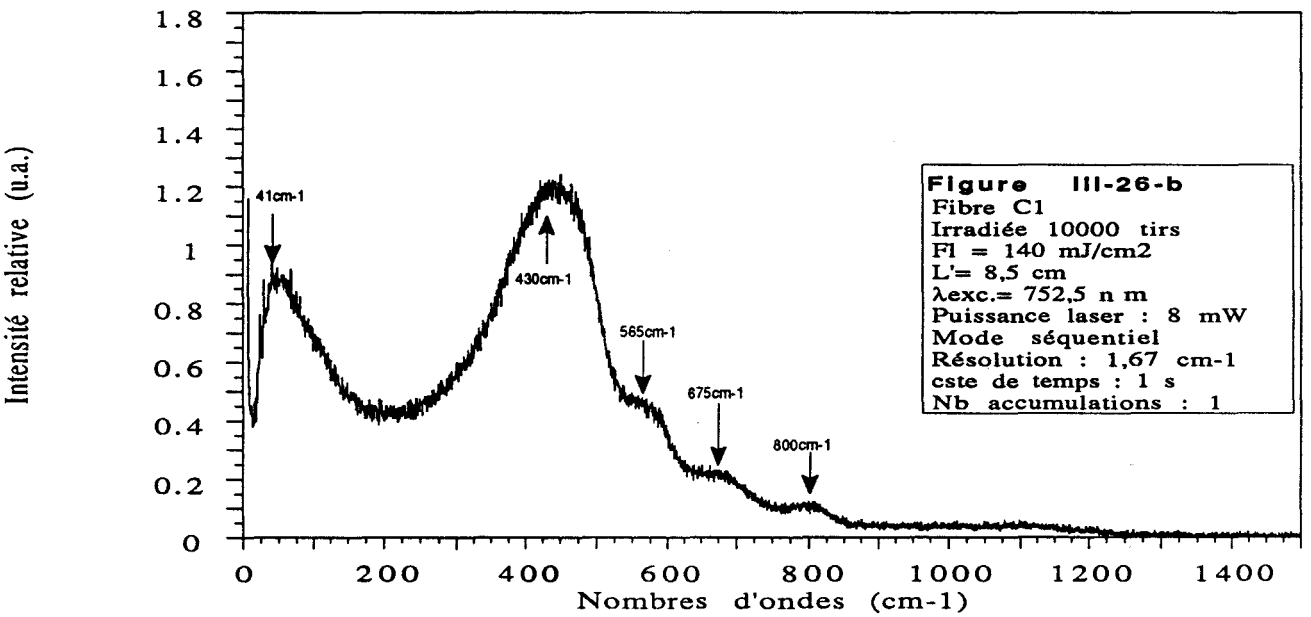
Les spectres enregistrés grâce à la microsonde pourraient par contre s'avérer utiles pour suivre l'évolution de la concentration en oxyde de germanium dans une direction perpendiculaire à l'axe de la préforme.

Dans le cas des spectres représentés sur les figures III-25-a, III-25-b et III-25-f, le spot du faisceau pompe, était focalisé au centre du coeur de la préforme (précision ± 10 µm). Nous admettons que la concentration en oxyde de germanium indiquée dans le tableau III-9 est représentative de la concentration effective au centre du coeur de la préforme. La bonne similitude quantitative entre les spectres pris dans la fibre C (dopée par 28 % de [GeO_2]) et dans le coeur de la préforme I (dopée par 31 % de [GeO_2]) montre que cette hypothèse peut être raisonnablement formulée.

V-4-2- Présentation de l'évolution des spectres Raman de verres irradiés par un faisceau ultraviolet : la fluence totale incidente sur la fibre constitue la variable de l'expérience

♦ **Les figures III-26 montrent trois spectres de diffusion Raman du cœur de la fibre C (FPG2034)** enregistré entre 7 cm^{-1} et 1500 cm^{-1}. Le nombre d'impulsions ultraviolettes ayant irradié le coeur de la fibre est égal à 0 sur la figure III-26-a, 10000 impulsions sur la figure III-26-b et 55000 impulsions sur la figure III-26-c ($Fl = 140\ mJ/cm^2$, $\lambda_p = 243$ mm).
Les spectres sont enregistrés à l'aide du montage présenté sur la figure III-23-b.





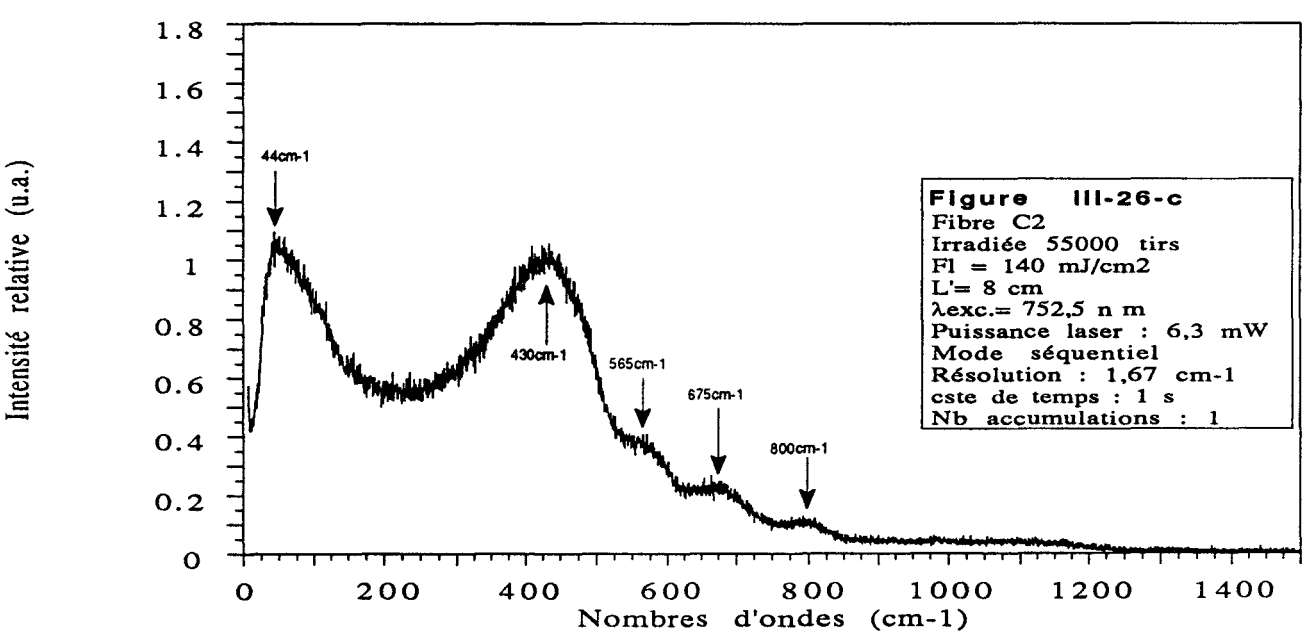


Figure III-26: Spectres de diffusion Raman de la fibre C (FPG2034) préalablement irradiée par un faisceau ultraviolet (fluence cumulée croissante)

Nous avons choisi, là encore, de normaliser, les intensités de ces trois spectres, en référence à l'intensité de la bande dont le pic est situé à 800 cm^{-1}. **La validité de ce choix repose sur l'hypothèse que l'intensité de la bande n'évolue pas sous l'effet de l'irradiation ultraviolette.**

La fréquence ω à laquelle est située la bande correspondant au pic observé dans le domaine des basses fréquences, son intensité ainsi que sa largeur mesurée à une intensité égale à trois cinquièmes de I_{ech} (notée $\Delta\omega_{3/5}$) sont présentées dans le tableau III-10

	Fibre C (FPG2034)			Fibre D (BPG285)		
	0 tirs	10000 tirs	55000 tirs	0 tirs	10000 tirs	55000 tirs
ω (cm^{-1})	43 ± 4	41 ± 4	44 ± 4	42 ± 4	45 ± 4	43 ± 4
I_{rel} (u, a)	1,14 ± 0,02	0,89 ± 0,02	1,05 ± 0,02	0,91 ± 0,02	0,84 ± 0,02	1,08 ± 0,02
$\Delta\omega_{3/5}$ (cm^{-1})	76 ± 7	68 ± 7	74 ± 7	56 ± 7	65 ± 7	60 ± 7

Tableau III-10 : Valeur des paramètres caractérisant le profil spectral de la bande centrée dans le domaine des basses fréquences du spectre de diffusion Raman des fibres C et D.

L'intensité de la bande centrée vers 43 cm^{-1} décroît de 22 % sous l'effet de l'irradiation par 10000 tirs (figure III-26-b). Après 55000 tirs (figure III-26-c), la décroissance n'est plus que de 7,5 %. Aucune variation significative de ω et de $\Delta\omega_{3/5}$ n'est observée, compte tenu des incertitudes de mesure.

Par ailleurs, un épaulement est observé sur cette bande autour d'une fréquence égale à 100 cm^{-1}. Son contraste est plus marqué sur les spectres représentés sur les figures III-26-b et III-26-c.

Les intensités des bandes centrées aux fréquences égales à 430 cm^{-1}, 560 cm^{-1} et 675 cm^{-1}, sont notablement différentes après l'irradiation ultraviolette de celles mesurées avant l'irradiation. Ces variations sont présentées dans le tableau III-11.

L'intensité de la bande centrée à 430 cm^{-1} est significativement plus faible sur les spectres enregistrés après l'irradiation ultraviolette. Après 10000 tirs, la chute est égale à 31 % ; après 55000 tirs, la chute atteint 42 %. Une évolution similaire est observée sur le pic centré à 565 cm^{-1} (chute de 13 % après 10000 tirs, chute de 29 % après 55000 tirs). L'intensité du pic centré à 675 cm^{-1} peut-être considérée comme stationnaire sur les trois spectres compte tenu de la précision des mesures.

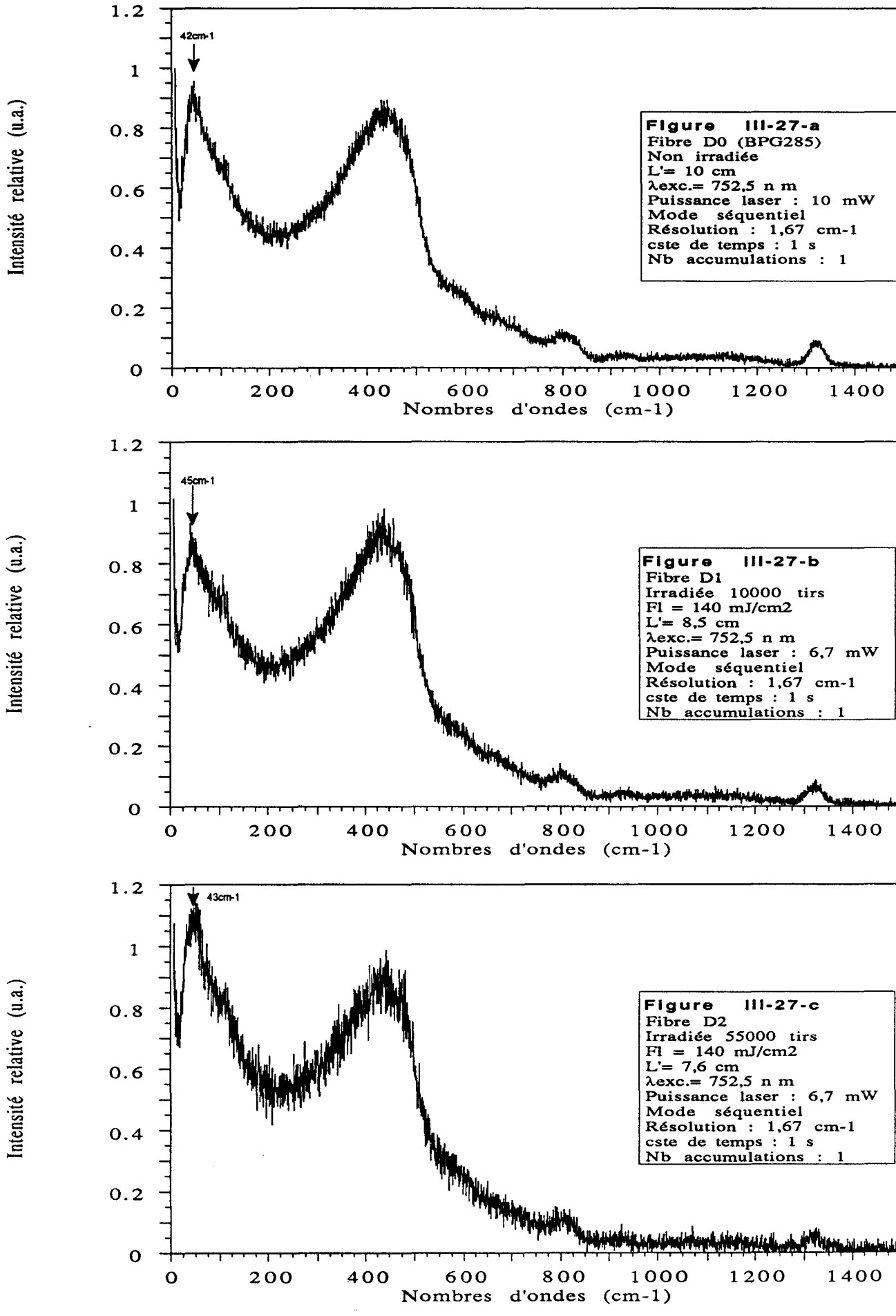


Figure III-27: Spectres de diffusion Raman de la fibre D (BPG285) préalablement irradiée par un faisceau ultraviolet (fluence cumulée croissante)

	0 tirs	10000 tirs	55000 tirs
I_{ech} (430 cm^{-1})	1,72 ± 0,02	1,18 ± 0,02	1 ± 0,02
I_{ech} (565 cm^{-1})	0,53 ± 0,02	0,46 ± 0,02	0,38 ± 0,02
I_{ech} (675 cm^{-1})	0,25 ± 0,02	0,22 ± 0,02	0,22 ± 0,02

Tableau III-11 : Évolution de l'intensité des bandes de diffusion Raman en fonction du nombre d'impulsions ultraviolettes incidentes sur la fibre C.

♦♦ **Une expérience similaire a été effectuée en irradiant la fibre D (BPG285).** La figure III-27-a représente le spectre de la fibre non irradiée. Les figures III-27-b et III-27-c montrent le spectre de la fibre exposée à 10000 impulsions puis à 55000 impulsions ultraviolettes (Fl = 140 mJ/cm). Après la première série de tirs, l'intensité de la bande située vers 43 cm^{-1} a baissé de 8 % par rapport à sa valeur initiale. Celle-ci augmente ensuite de 19 % par rapport à sa valeur initiale lorsque le nombre d'impulsions atteint 55000 (tableau III-10).
Un épaulement apparaît sur le coté haute fréquence de la bande située vers 43 cm^{-1}. Il est situé vers 100 cm^{-1}.

Les intensités des bandes situées à 430 cm^{-1}, 565 cm^{-1}, 675 cm^{-1} n'évoluent pas significativement lorsque l'on compare les trois spectres des figures III-27. Le rapport signal à bruit diminue par contre du spectre a au spectre c. La même observation a été effectuée sur les spectres des figures III-26.

♦♦♦ **Une analyse spectrale du flux lumineux diffusé par le coeur de la préforme G,** préalablement irradiée par un faisceau ultraviolet, a été effectuée en éclairant l'échantillon par un faisceau de pompe dont la longueur d'onde était égale à 647,1 nm. *Le signal de la diffusion Raman s'est avéré totalement masqué par un signal parasite de fluorescence.*

Une seconde analyse a, de ce fait, été effectuée en éclairant le coeur de la préforme G par un faisceau de longueur d'onde égale à 752,5 nm. Dans ces conditions, le signal de fluorescence s'est avéré négligeable devant l'intensité du spectre de diffusion Raman. Le profil spectral du spectre de diffusion Raman du cœur irradié par le rayonnement ultraviolet s'est avéré identique à celui pris avant l'irradiation.

V - 5 - Discussion.

V - 5 - 1 - Identification des spectres de diffusion Raman de la silice et de la silice dopée par de l'oxyde de germanium

V - 5 - 1 - a - Spectre Raman de la gaine mécanique en silice

i/ Une première région, située entre 0 cm^{-1} et 200 cm^{-1}, est caractérisée par la présence d'une bande asymétrique possédant un maximum vers 45 cm^{-1}. Il s'agit d'une fréquence associée à des modes de réseaux correspondant à des déplacements d'ensemble des molécules composant le verre [55] [56]. Cette bande est caractéristique des états vitreux et liquide [57] [58]. Elle est habituellement appelée *"pic de boson"* [59]. De nombreuses études sont actuellement effectuées afin de définir l'origine physique de ce pic [60] [61] [62]. Nous présentons les interprétations les plus couramment retenues dans la littérature scientifique. Comme le montre l'équation (28) du paragraphe V-2-2, l'intensité $I(\omega)$ des spectres de diffusion Raman de solides amorphes est proportionnelle :

- à la densité d'états de vibration notée $g(\omega)$
- au coefficient de couplage entre les modes vibrationnels et la lumière diffusée. Le coefficient de couplage est noté $C(\omega)$.

L'intensité maximale observée vers 45 cm^{-1} résulte donc du passage du produit $C(\omega)\, g(\omega)$ par un maximum lorsque ω varie entre 0 et 200 cm^{-1}.

D'après J. Martin et W. Bronig [59], le coefficient $C(\omega)$ possède une valeur maximale lorsque $\omega = \omega_c$. La fréquence ω_c est située dans le domaine {0 cm^{-1} - 200 cm^{-1}}. Cette évolution du coefficient de couplage en fonction de la fréquence serait à l'origine du pic observé dans le domaine des basses fréquences du spectre de diffusion Raman.

La fréquence ω_c (en cm^{-1}) est déterminée par l'équation (30) [59].

$$\omega_c = \frac{v_t}{2\pi c R_c} \qquad (30)$$

Dans (30), v_t représente la vitesse de la composante transverse du son dans le matériau (typiquement, $v_t \approx 3{,}79$ km s^{-1} dans la silice [63]) et R_c une longueur typique de corrélation structurale de constantes élastiques ou élasto-optiques. La longueur R_c peut être définie de la façon suivante. Appelons "densité radiale" $\rho(r)$ le nombre moyen d'atomes par unité de volume situés à une distance r d'un atome

quelconque de la structure pris comme origine [64]. R_c correspond à la distance pour laquelle la densité radiale passe par un maximum.

Cependant, N. Ahmad et al [62] ont montré que le coefficient de couplage C(ω) ne possède aucun maximum : sa valeur augmente de façon monotone avec la fréquence. V.K. Malinovsky confirme ce résultat [65] et en déduit que l'intensité maximale enregistrée dans le domaine des basses fréquences est liée à l'évolution de la densité d'état de vibration g(ω) en fonction de la fréquence. E. Duval et al ont alors élaboré le modèle suivant [66]. Ils formulent l'hypothèse que la matrice vitreuse est discontinue et comporte des amas. La taille d'un amas est égale à environ 10 à 20 Å. La liaison entre deux atomes appartenant à deux amas proches voisins est plus faible que les liaisons entre atomes de l'amas. De ce fait, les fréquences de vibration appartiennent à deux domaines spectraux :

- le domaine des basses fréquences concernant les mouvements de vibration entre chacun des amas. L'existence du pic de boson traduit une résonance dans ce domaine spectral.

- le domaine des hautes fréquences concernant les vibrations de molécules localisées dans l'amas.

La pulsation ω'_c (en s^{-1}) à laquelle est centrée le "pic de Boson" est déterminée par la relation (31) [66] :

$$\omega'_c = S(v/2a) \qquad (31)$$

Dans la relation (31), 2a représente la dimension caractéristique moyenne des amas, v la vitesse du son dans l'amas et S le facteur de forme. Dans la référence [66], S est estimé égal à 0,65 et la vitesse du son dans un amas de silice égale à 4,1 km s^{-1}.

ii/ L'épaulement détecté à 300 cm^{-1} n'a pas, à notre connaissance, fait l'objet d'une attribution précise. Nous avons signalé que son intensité devenait de plus en plus faible du spectre de la préforme G au spectre de la préforme I, (taux de dopage en oxyde de germanium croissant). Cette observation laisse supposer que l'épaulement ne provient pas d'une vibration mettant en jeu des atomes de germanium.

iii/ La bande située à 430 cm^{-1} est associée à un mode de vibration de la silice [67]. Le profil de la raie se trouve élargi par la présence de trois bandes centrées respectivement autour des fréquences 300 cm^{-1}, 450 cm^{-1}, 485 cm^{-1} ou 490 cm^{-1}.

---

iv/ La bande centrée à $\omega = 450$ cm^{-1} (non résolue sur nos figures) a été attribuée à un mode de vibration d'un oxygène non pontant [67] [68].

v/ De nombreuses interprétations ont été avancées pour expliquer l'origine des bandes situées vers 485 cm^{-1} et 600 cm^{-1} [69][70][71][72][73][74][92]. Initialement, G.E. Walrafen et al placent ces bandes aux fréquences $\omega_1 = 485$ cm^{-1} et $\omega_2 = 600$ cm^{-1} [69]. Ces auteurs attribuent les bandes respectivement aux vibrations des centres - Si^+ et à celles des centres $^-$0-Si -. Ces centres se forment lors de la rupture d'une liaison Si-0-Si. Une deuxième référence, dans laquelle ces bandes sont situées aux fréquences $\omega_1 = 495$ cm^{-1} et $\omega_2 = 606$ cm^{-1} est présentée par F.L. Galeener [74]. La bande centrée autour de la fréquence ω_1 (appelée "bande D_0" [92]) est attribuée à un mode de vibration de molécules Si-0 assemblées en anneaux plans d'ordre 3 ou 4. La seconde bande (située à la fréquence $\omega_2 = 606$ cm^{-1} et appelée "bande D_2" [74] [92]) est attribuée à un mode de vibration d'anneaux plans d'ordre 3. H. Humbert attribue la bande centrée à $\omega_1 = 491$ cm^{-1} à un mode de vibration d'un tétraèdre Si04 comportant un oxygène non pontant [92]. Il nomme cette bande "bande D_1".

vi/ Les bandes centrées à 800 cm^{-1}, 820 cm^{-1}, 1070 cm^{-1} et 1200 cm^{-1} sont attribuées aux différents modes de vibration du motif $Si0_2$ [67].

V - 5 - 1 - b - Spectre Raman du coeur

Cinq nouvelles bandes apparaissent dans les spectres Raman des coeurs germanosilicates (figure III-25-b à f). Elles sont situées aux fréquences $\omega_1 = 565$ cm^{-1}, $\omega_2 = 675$ cm^{-1}, $\omega_3 = 940$ cm^{-1}, $\omega_4 = 1000$ cm^{-1} et $\omega_5 = 1325$ cm^{-1}.

i/ Les bandes centrées autour de $\omega_2 = 675$ cm^{-1} et de $\omega_4 = 1000$ cm^{-1} proviennent de deux modes de vibration d'une liaison -Ge-O-Si- [75]. L'attribution de la bande centrée à $\omega_2 = 675$ cm^{-1} semble confirmée par une référence récente [76]. En effet, X. Nian et al ont enregistré des spectres de diffusion Raman de verres de silice fortement dopés par de l'oxyde de germanium. Ces auteurs observent la présence d'une bande mal résolue, centrée vers 700 cm^{-1} dans des spectres d'échantillons dopés par une concentration en germanium supérieure à 13 % (% atomique). Ils attribuent cette bande à la présence de germanium. Nous pouvons supposer que la bande citée dans cette référence peut être confondue avec la bande observée à $\omega_2 = 675$ cm^{-1} dans nos échantillons.

ii/ L'épaulement situé à 565 cm^{-1} n'a pas, à notre connaissance, été identifié.

En suivant une suggestion effectuée par J. Corset [91], nous pouvons préciser l'attribution de cette bande. Il s'agirait d'un mode de vibration du motif -Ge-O-Ge-. En effet, à partir d'un modèle proposé par A.S. Tenney et J. Wong [90], W. Carvalho [89] a calculé la probabilité d'obtenir une liaison de type -Ge-O-Ge- en fonction de la fraction molaire de GeO_2 contenue dans une matrice de silice. Cette loi de probabilité est représentée en traits pleins sur la figure III-28. La figure III-28 montre aussi la variation d'intensité ΔI_{ech} de la bande centrée à 565 cm^{-1} en fonction du taux d'oxyde de germanium. Cette variation est correctement représenté par la loi de probabilité.

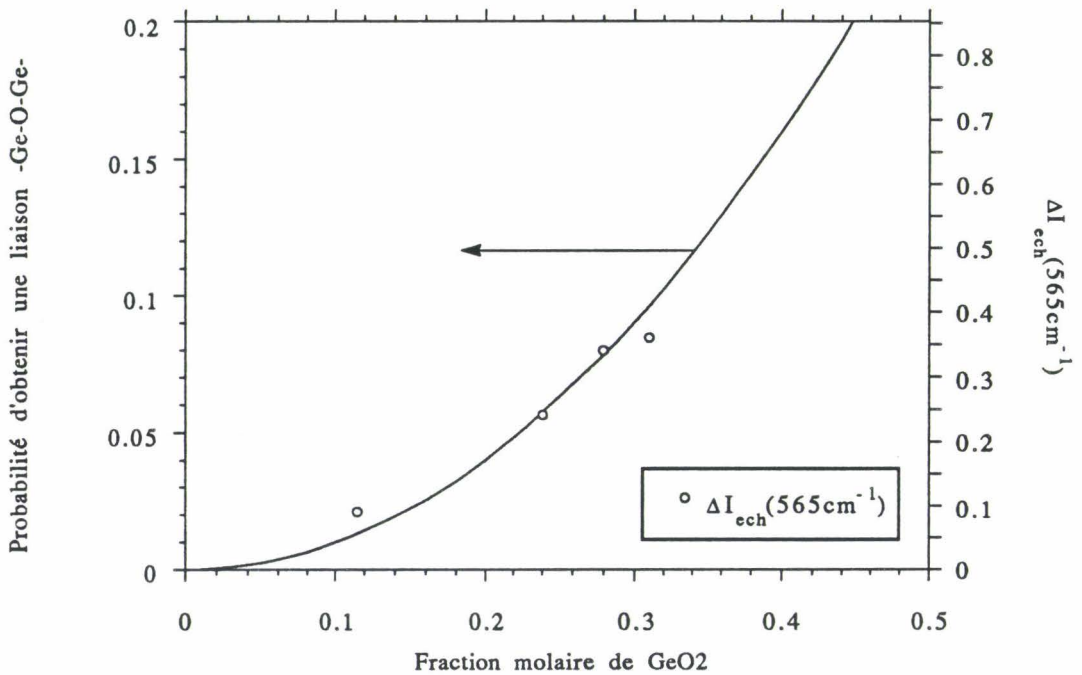


Figure III-28 : Comparaison entre la variation d'intensité de la bande centrée à 565 cm-1 et la probabilité d'obtenir une liaison Ge-O-Ge en fonction du taux de GeO_2

iii/ La bande située à ω_3 = 925 cm-1 (fibre D) possède une fréquence voisine de celle d'un mode de vibration ω = 940 cm^{-1} attribué au motif B_2O_3 [69].

iv/ La bande centrée à la fréquence ω_5 = 1325 cm^{-1} est attribuée à un mode de vibration du motif PO_4 situé à une fréquence égale à 1330 cm^{-1} dans les références [77] [78].

V - 5 - 1 - c - Résumé

Les principales attributions des différentes raies Raman observées sur la figure III-26 sont regroupées dans le tableau III-12.

V - 5 - 2 - Discussion relative à l'évolution des bandes mises en évidence dans les spectres Raman en fonction de la nature de l'échantillon : tentative d'identification des bandes ayant pour origine la liaison Ge-Ge ou Ge-Si

i/ L'intensité du "pic de boson" change significativement d'un échantillon au suivant, sans pour cela suivre une loi monotone en fonction de la concentration en dopant. Nous avons par ailleurs montré que l'histoire thermo-mécanique du verre conditionne l'intensité de ce pic. Une éventuelle évolution de l'intensité de la bande "basse fréquence" en fonction de la concentration en oxyde de germanium peut donc se trouver masquée dans nos expériences par le manque de contrôle de cette histoire.

ii/ L'intensité de la bande centrée à 430 cm^{-1} est plus importante dans les fibres en silice dopée à l'oxyde de germanium que dans la silice pure. **Le cas de la fibre D constitue toutefois une exception à cette observation** (voir tableau III-9).

Il est utile d'établir une comparaison entre nos résultats et ceux déduits d'une expérience effectuée par T. Nakashima et al [79]. Ces auteurs ont mesuré le gain Raman (ω = 445 cm^{-1}) de différentes fibres élaborées de façon à ce que la longueur de coupure λ_c du mode LP_{11} soit sensiblement constante. Les paramètres de leur étude étaient constitués par la différence d'indice coeur-gaine qu'ils modifiaient en dopant plus ou moins la fibre et de ce fait, puisque λ_c est constante, par les dimensions du diamètre de coeur de la fibre. Ces auteurs ont établi que le gain Raman est proportionnel à la différence d'indice coeur-gaine, c'est à dire à la concentration en oxyde de germanium [79].

Les résultats figurant dans le tableau III-9 ne confirment pas la loi de dépendance linéaire du gain reportée dans [79]. La fibre D possède des propriétés très particulières. Comme le révèle son spectre de diffusion Raman, son coeur contient des impuretés attribuées à du phosphore et, peut être, à du bore. Sa gaine optique est dopée par du phosphore et du bore. La fibre D diffère en cela des autres fibres étudiées dans le mémoire (gaine dopée par P et F). Comme il apparaît dans le tableau III-13, la fibre D est la plus photosensible des fibres que nous avons étudiées.

Localisation de la raie (cm^{-1})	Nature de l'échantillon	Attributions de la raie
50	Verre	Pic de boson [59]
300	Silice pure Verre germanosilicate	Ne provient pas d'une vibration mettant en jeu un atome de germanium
430	Silice pure	Déformation angulaire Si-O-Si [67]
450	Silice pure	Mouvement d'élongation symétrique d'un atome d'oxygène non pontant [67]
485-495	Silice pure [69][92] Verre germanosilicate [76]	Vibration des centres $-Si^+$ et O-Si [69]
		Mode de "respiration" d'une structure cyclique $(SiO)_n$, n=3 où 4 [74]
		Mode de vibration d'un tétraèdre SiO4 comportant un oxygène non pontant [92]
565	Verre germanosilicate	Semble lié à un mode de vibration du motif Ge-O-Ge
592-607	Silice pure [69][74][92] Verre germanosilicate [76]	Mode de "respiration" d'une structure cyclique $(SiO)_n$, n=3 [74][76][92]
		Vibration des centres $-Si^+$ et $^-$O-Si- [69]
675	Verre germanosilicate	Flexion du motif Si-O-Ge où le Ge et le Si ont des directions opposées [75]
800	Silice pure	Mode optique transverse de vibration du motif SiO_2 (élongation symétrique) [93][94]
820	Silice pure	Mode optique longitudinal de vibration du motif SiO_2 (élongation symétrique) [93][94]
940	Silice dopée par du bore	Mode d'étirement de la liaison B-O [69]
1000	Verre germanosilicate	Mode d'étirement du motif Ge-O-Si [75]
1070	Silice pure	Mode optique transverse de vibration du motif SiO_2 (élongation antisymétrique) [93][94]
1200	Silice pure	Mode optique transverse de vibration du motif SiO_2 (élongation antisymétrique) [93][94]
1330	Silice dopée par du phosphore	Mode d'étirement de la liaison P=O [77][78]

Tableau III-12: Principales attributions des raies Raman du spectre de la silice et de la silice dopée par de l'oxyde de germanium

Par ailleurs, le coefficient d'absorption vers 244 nm d'une préforme de fibre D peut être estimée à partir du spectre de la figure III-11a : α (244 nm) = 25 cm^{-1}. Cette valeur est beaucoup plus faible que celle qui est généralement mesurée à cette longueur d'onde mesurée dans les autres préformes retenues pour notre étude (tableau III-13). De plus, à la différence des spectres des autres préformes, aucune bande n'est mise en évidence vers 244 nm dans la préforme de la fibre D.

Comme nous l'avons vu dans le chapitre I, il est généralement admis que le spectre d'absorption des verres germanosilicates dans cette région spectrale résulte de la convolution d'un minimum d'au moins deux bandes [13]. Une bande centrée à 5.06 eV est attribuée à des liaisons Ge-Ge qui peuvent être détruites par l'irradiation ultraviolette [13].

L'attribution de la bande centrée à 5,16 eV fait l'objet de controverses. D'après [13], la bande provient d'un défaut d'oxygène de type GeO, alors que T.E. Tsaï et al [30] l'attribuent à deux lacunes d'oxygène se produisant autour d'un atome de germanium* .

Quelle que soit l'interprétation retenue, il apparaît que des défauts "N.O.V." (lacunes d'oxygène, liaisons Ge-Ge, Ge-Si ou Ge-O) sont responsables de l'absorption mesurée autour de cette zone spectrale dans les préformes.
Il résulte des études de spectroscopie vers 244 nm que la concentration de ces défauts diamagnétiques "N.O.V." est beaucoup plus faible dans la préforme de la fibre D que dans les autres préformes. Ce résultat peut être rapproché

- du fait que l'intensité de la bande Raman centrée vers 430 cm^{-1} est plus faible dans la fibre D que dans d'autres fibres ou verres figurant dans le tableau III-9

- d'une expérience réalisée par D.W. Feldman et al. En effet, D.W. Feldman et al [80] ont déterminé expérimentalement la fréquence des modes vibrationnels localisés associés au mouvement d'atomes de silicium substitutionnels dans un réseau de germanium. A cet effet, ces auteurs ont utilisé la spectroscopie Raman et trouvé que pour des concentrations de silicium allant de 1 % à 33 %, les fréquences Raman correspondantes varient de 389 à 402 cm^{-1}. F.L. Sefyani et al ont récemment fait un calcul ab initio des états d'énergie de la molécule Ge-Si à l'état gazeux [81]. Ils ont ainsi déterminé le paramètre de vibration associé à l'état fondamental électronique : ω_e = 387 cm^{-1}. Si nous nous référons i/ au cas de Si_2 pour lequel la fréquence de vibration varie peu de la phase solide (ω_e = 523 cm^{-1} [82]) à la phase

---

* Un modèle structural correspondant au défaut est présenté dans l'annexe A.

	Préforme G (FPG2057) (cœur) 6,5% [GeO_2]	Fibre D (BPG285) 11,5% [GeO_2]	Fibre C (FPG2034) 28% [GeO_2]
Formation d'un spectre caractéristique d'un réseau de type I	oui	oui	oui
Formation d'un spectre caractéristique d'un réseau de type IIA	?	oui. La dose nécessaire à la formation du spectre est supérieure à celle utilisée lors de nos expériences	oui
Fluence cumulée nécessaire pour obtenir la saturation de $\Delta n_1'$ ou $\Delta n'_0$ à l'origine d'un réseau de type I	5,5 kJ/cm^2	127,5 kJ/cm^2	18,2 kJ/cm^2
	$\Delta n_1' = 1{,}2.10^{-4}$	$\Delta n'_0 = 2{,}18.10^{-3}$	$\Delta n'_0 = 5{,}2.10^{-4}$
α (244 nm)	176 cm-1	30 cm-1	100 cm-1
$\Delta\alpha$ (244 nm) mesurée lorsque la Fluence cumulée est égale à Fc	-30 cm-1 Fc = 5,46 kJ/cm2	40 cm-1 Fc = 4 kJ/cm2 L'absorption induite provient de l'aile d'une bande centrée à $\lambda < 200$nm	-11 cm-1 Fc = 4,93 kJ/cm2
Effet de l'irradiation ultraviolette sur l'évolution de l'intensité spectrale des spectres de diffusion Raman	Aucun changement n'est observé aux incertitudes de mesure près (0 cm-1< ω <1500 cm-1)	Altération du pic de Boson. Aucun autre changement n'est observé aux incertitudes de mesure près	Altération du pic de Boson. I_{ech}(430cm-1) diminue I_{ech}(565cm-1) diminue I_{ech}(675cm-1) diminue

Tableau III-13: Récapitulatif des diffèrents résultats obtenus lors de l'étude des fibres C et D et de la préforme G

gazeuse (ω_e = 511 cm^{-1} [83]) et ii/ à la mesure de D.W. Feldman et al, **nous pouvons admettre que le mode de vibration caractéristique de la molécule Ge-Si est situé à une fréquence voisine de 390 cm^{-1} dans une matrice oxydée. La bande correspondante n'est toutefois pas résolue.**

La faiblesse de l'intensité Raman relevée à 430 cm^{-1} dans la fibre D peut alors s'interpréter en supposant que la concentration en défauts Ge-Si est faible dans cette fibre. Pour admettre cette interprétation, il faut également supposer que les bandes correspondant aux vibrations Ge-Si apportent une contribution significative au spectre Raman vers 430 cm^{-1}. L'hypothèse de la faible concentration en défauts Ge-Si de la préforme D est en accord avec les conclusions qui peuvent être déduites de l'examen de son spectre d'absorption ultraviolet. Dans la préforme G, le coefficient d'absorption à 240 nm est sept fois plus élevé que dans la préforme D, alors que l'intensité du spectre Raman à 430 cm^{-1} n'est par contre que légèrement supérieure à celle du spectre Raman de la silice (22 %). Cette apparente contradiction peut cependant s'expliquer si l'on admet que l'absorption à 240 nm provient, dans la préforme G, des défauts "N.O.V." mais aussi d'autres défauts non identifiés qui n'apportent aucune contribution significative au spectre Raman. Sous réserve de validité de l'hypothèse de similitude entre les fréquences propres de vibrations observées dans les solides et les gaz, les fréquences de résonance des modes de vibration fondamentaux des liaisons Ge-Ge et Ge-O pourraient se situer respectivement vers 190 cm^{-1} [84] et vers 985 cm^{-1} [85].

H. Hosono et al. ont calculé un ordre de grandeur de la concentration de la population des centres Ge-Ge présente dans un verre germanosilicate en fonction de la concentration en oxyde de germanium. Les résultats, publiés dans la référence [13], sont reproduits dans le tableau III-14.

(% molaire)	Concentration de liaisons Ge-Ge (cm^{-3})
5	$2{,}2.10^{16}$
10	$6{,}0.10^{16}$
100	$2{,}2.10^{18}$

Tableau III-14 : Concentration des défauts Ge-Ge en fonction de la concentration en oxyde de germanium (d'après H. Hosono et al ([13]).

La population des défauts Ge-Ge augmente de façon monotone avec la concentration en oxyde de germanium.
Aucune structure n'apparaît résolue sur les spectres des figures III-25 vers 190 cm^{-1} ou vers 985 cm^{-1}. L'intensité du signal de diffusion Raman vers 190 cm^{-1} ne semble pas corrélée à la concentration en oxyde de germanium. La bande caractéristique de la liaison Ge-Ge n'est donc pas résolue sur les spectres de la figure III-25.

iii/ Nous observons une décroissance des intensités des bandes centrées à 485 cm^{-1} et 600 cm^{-1} à mesure que le taux d'oxyde de germanium des échantillons étudiés augmente.
Cette constatation peut être rapprochée d'une observation effectuée par X. Nian et al sur des films en verre germanosilicates fabriqués par technique sol-gel [76]. En effet, ces auteurs ont observé une diminution de l'intensité des bandes centrées à 485 cm^{-1} et 600 cm^{-1} lorsque le taux en oxyde de germanium des films augmente [76]. Ils interprètent cette décroissante comme une diminution de la densité des structures en anneaux dont l'existence a été postulée par F.L. Galeener dans la silice [74]. Ils en déduisent que la substitution d'atomes de silicium par des atomes de germanium dans la matrice silice empêche la formation de telles structures [76]. **Nous pouvons donc formuler la même hypothèse pour interpréter la décroissance de ces bandes observée dans les fibres germanosilicates lorsque le taux d'oxyde de germanium augmente.**

iv/ La bande observée à la fréquence 1325 cm^{-1} dans la préforme G (FPG2057) et la fibre D (BPG285) révèle la présence de phosphore dans le cœur germanosilicate [77][78].

Par ailleurs, la présence d'une bande observée à la fréquence de 940 cm^{-1} dans la fibre D pourrait révéler la présence de bore dans le cœur [69]. S'il se trouvait confirmé, ce résultat aurait des conséquences pratiques importantes. En effet, un groupe du "British Telecom Laboratories" a signalé qu'un procédé d'augmentation de la photosensibilité d'une fibre consiste à doper son coeur avec du bore [86]. La grande photosensibilité de la fibre D pourrait donc s'expliquer par la présence de bore dans son coeur. Cependant, M.G. Sceats et al discutent dans la référence [47] de l'influence du bore introduit comme dopant des verres germanosilicates. D'après ces auteurs, l'introduction de bore dans ces verres inhibe la formation des défauts de tirage ainsi que celle des centres Ge(n) [47]. Elle favorise, par contre, la formation des centres Ge-Ge et Ge-Si [47]. Nous avons montré, en procédant à l'analyse des spectres ultraviolets, que la concentration de ces derniers défauts est faible dans la fibre D. Cette dernière observation prouve que la présence du bore dans la fibre D, si

elle est suspectée, n'est cependant pas établie de façon certaine par l'analyse des spectres Raman.

V - 5 - 3 - Discussion relative à l'évolution des bandes de diffusion Raman observée lors de l'irradiation ultraviolette des fibres C et D et de la préforme G.

i/ Nous avons signalé que l'irradiation ultraviolette des fibres se traduit par une diminution du rapport signal sur bruit des spectres Raman. Nous pouvons tout d'abord supposer que cette chute résulte du photochromisme induit par l'irradiation ultraviolette. Il faut, pour admettre la validité de cette explication, supposer que l'excès de pertes $\Delta\alpha$ induit à 752,5 nm augmente avec le nombre N d'impulsions ultraviolettes utilisées pour irradier la fibre ($N \leq 55000$ tirs). Il convient de remarquer que cette loi supposée d'évolution $\Delta\alpha = f(N)$ est différente de celle reportée sur les figures III-5-c et III-6-c. En effet, il apparaît à l'examen de ces figures que l'excès de perte dans le domaine spectral visible croit très rapidement en fonction du nombre tirs, se sature (saturation atteinte après N = 6 tirs dans la fibre C et après N = 7 tirs dans la fibre D) puis diminue.

Une autre hypothèse pour expliquer la chute du rapport signal sur bruit consiste à admettre que l'efficacité de la diffusion Rayleigh augmente avec la fluence ultraviolette irradiant la fibre.

Manifestement des expériences complémentaires doivent être réalisées afin de mieux comprendre ce phénomène.

ii/ L'irradiation ultraviolette des fibres C et D (FPG2034 et BPG285) induit une variation de l'intensité du pic situé vers 43 cm^{-1}. L'évolution non monotone des intensités des pics de boson, observée dans les deux fibres C et D, après deux irradiations ultraviolettes ne trouve pas d'explication évidente. Dans l'hypothèse de validité du modèle expliquant la présence des pics de boson par des amas [66], il apparaît que l'irradiation ultraviolette diminue la densité d'amas dans la fibre C alors qu'elle l'augmente dans la fibre D (après 55000 tirs). Nous disposons cependant de trop peu d'informations expérimentales pour relier cette remarque à la densification induite par l'irradiation ultraviolette dans les préformes de la fibre D. (paragraphe IV du chapitre III).

iii/ H. Hosono et al [13] ont expliqué le blanchiment de la bande d'absorption ultraviolette centrée à 5.06 eV en supposant que l'irradiation ultraviolette détruit les défauts Ge-Ge. D. P. Hand et P. St J. Russell [19] et, après eux, de nombreux autres

auteurs supposent que la rupture des liaisons Ge-Si sous l'effet de l'irradiation ultraviolette constitue le phénomène précurseur de la photosensibilité de type I. Il n'est par ailleurs pas exclu que l'irradiation ultraviolette détruise d'autres défauts non identifiés absorbant vers 5 eV. Une diminution monotone de l'intensité de la bande Raman centrée à 430 cm^{-1} a été observée dans la fibre C après deux irradiations ultraviolettes de la fibre. Cette observation est en bon accord avec les hypothèses selon lesquelles le défaut Ge-Si absorbe vers 240 nm et se trouve détruit par l'irradiation ultraviolette [47] (***si l'on admet que la fréquence de la vibration associée au défaut Ge-Si est localisée vers 400 cm^{-1} et si l'on admet que les liaisons Ge-Si apportent une contribution significative au spectre Raman dans cette région spectrale***).

La décroissance de l'intensité de la bande centrée à 565 cm^{-1} montre que les liaisons Ge-O-Ge sont également détruites par l'irradiation ultraviolette. La décroissance de l'intensité de la bande centrée à 675 cm^{-1} montre que les défauts associés à ces bandes sont aussi détruits par l'irradiation ultraviolette.

La faible abondance des liaisons Ge-Si ou motifs Ge-O-Si dans la fibre D et dans le coeur de la préforme G (Tableau III-9) explique qu'aucune variation de l'intensité du spectre Raman, à des fréquences supérieures à 200 cm^{-1}, n'ait été observée après irradiation ultraviolette dans ces échantillons.

Il convient d'établir une corrélation entre nos observations et des résultats présentés par B.I. Greene et al [87]. Ces auteurs s'intéressent à l'action de l'hydrogène à haute pression sur des fibres germanosilicates dopées par environ 10 % molaire de germanium. L'hydrogénation des fibres exalte fortement la photosensibilité de type I des verres germanosilicates*. B.I. Greene et al comparent des spectres Raman de fibres hydrogénées pris avant et après irradiation ultraviolette à faible intensité (1 mw/cm^2, λ_p = 254 nm, temps d'irradiation égal à 10 mn) [87]. Les spectres présentés dans [87] sont enregistrés dans un domaine spectral différent de celui que nous venons d'analyser (entre 1500 cm^{-1} et 4000 cm^{-1}). Toutefois, B.I. Greene et al signalent que l'irradiation ultraviolette effectuée dans les conditions énoncées ne modifie pas le spectre Raman enregistré entre 300 cm^{-1} et 1600 cm^{-1}. Cette observation est surprenante si l'on se réfère au schéma classique selon lequel les ruptures des liaisons Ge-Si constituent l'effet précurseur de la photosensibilité de type I. Dans cette hypothèse, **il est également difficile d'expliquer que la fibre D soit très photosensible alors que son coefficient d'absorption à 240 nm est faible.** Les

---

* La photosensibilité de type IIA n'est plus observée dans la fibre C (FPG2034) après que cette dernière ait été placée dans l'hydrogène à 100 bars pendant 3 semaines [88].

résultats des différentes expériences sont, par contre, plus cohérentes si l'on admet que la rupture des liaisons Ge-Si constitue un phénomène précurseur de la photosensibilité de type IIA. Il faudrait cependant étayer cette hypothèse en comparant des spectres de diffusion Raman de fibres hydrogénées. Ces mesures seraient effectuées à partir de fibres non irradiées ou irradiées par un faisceau ultraviolet de forte intensité.

V - 6 - Conclusion

Nous sommes partis de l'hypothèse communèment admise selon laquelle les défauts Ge-Si existent dans les fibres et absorbent vers 240 nm [47] Nous avons établi une corrélation entre la faiblesse du coefficient d'absorption vers 5 eV de la fibre D (BPG285) et celle de l'intensité du signal Raman (à 430 cm^{-1}) diffusé par cette même fibre. En partant de cette corrélation et de mesures de la fréquence de modes vibrationnels associés au mouvement d'atomes de silicium substitutionnels dans un réseau de germanium, nous avons formulé une hypothèse raisonnable selon laquelle le mode de vibration de la liaison Ge-Si se localise vers 390 cm^{-1} dans le spectre Raman des fibres et des préformes.

Les expériences de spectrométrie Raman et d'absorption dans le domaine ultraviolet montrent que la concentration des défauts "N.O.V." (Ge-Ge, Ge-Si, GeO) est notablement plus faible dans la fibre D (BPG285) que dans les autres échantillons étudiés. Ce résultat est en contradiction avec l'hypothèse qui stipule que la rupture des liaisons Ge-Ge et Ge-Si constitue un phénomène précurseur nécessaire à l'obtention de la photosensibilité de type I. La fibre D est en effet, la fibre la plus photosensible (type I) parmi celles que nous avons utilisées. Nos expériences prouvent donc que *la rupture des liaisons Ge-Si où Ge-Ge n'est pas nécessaire pour induire une photosensibilité de type I.*

Nous avons par ailleurs montré que l'irradiation ultraviolette modifie sensiblement le spectre Raman de la fibre C entre 200 cm^{-1} et 700 cm^{-1}. Ces modifications peuvent s'interpréter comme le résultat d'une rupture des liaisons Ge-Si induite par l'irradiation ultraviolette. Les spectres Raman des fibres D et de la préforme G ($\omega > 200$ cm^{-1}) ne sont pas modifiés à notre sensibilité de mesure près par l'irradiation ultraviolette. La photosensibilité de type IIA n'a été mise en évidence que dans la fibre C* . Une hypothèse séduisante peut donc être avancée : *la*

* La dose ultraviolette incidente la fibre D est suffisamment faible pour considérer que seule la photosensibilité de type I y est mise en évidence.

rupture des liaisons Ge-Si constituerait en fait le phénomène précurseur de la photosensibilité de type IIA. Il reste à procéder à des expériences sur un ensemble plus vaste de fibres pour établir la généralité des résultats que nous venons de présenter.

VI - Conclusion du chapitre III

Nous avons présenté dans ce chapitre une série d'expériences que nous avons effectuées afin de mieux comprendre l'origine microscopique des effets photoréfractifs que nous utilisons pour inscrire des réseaux.
Ces études ont été réalisées en partie avec les moyens propres du laboratoire mais aussi en collaboration avec des laboratoires disposant de techniques d'analyses complémentaires de celles dont nous disposions.

Nous avons tout d'abord comparé l'évolution de l'amplitude de la modulation d'indice calculée à partir des relations de Kramers-Kronig (Δn_{kk}) avec l'évolution de l'amplitude de la modulation d'indice d'un réseau de Bragg à profil sinusoïdal ($\Delta n'_1$) en fonction du nombre d'impulsions incident sur l'échantillon (λ_p = 243 nm). Ces deux évolutions s'avèrent sensiblement différentes dans les échantillons étudiés (échantillons C, D et F). Par ailleurs, Δn_{kk} ne rend compte que de 10 % de la variation d'indice mesurée en moyenne lors d'inscription de réseaux de Bragg dans des fibres fortement dopée ([Ge] > 7 %). Elle représente 33 % de la variation d'indice moyen mesurée dans une préforme faiblement dopée ([Ge] < 7 %). Ces différentes observations nous amènent à penser qu'au cours d'une irradiation ultraviolette, les variations de la concentration des centres de défauts (responsables de l'évolution des bandes d'absorptions observées dans les domaines visible ou ultraviolet) ne constituent qu'un phénomène précurseur de la photoréfractivité de type I.

Dans toutes nos expériences il a été établi que la fibre D (BPG285) est la plus photosensible (chapitre II). Une observation effectuée par microscopie électronique par transmission d'une préforme de fibre D préalablement irradiée (λ_p = 243 nm) nous a permis de mettre en évidence une densification locale provoquée par l'irradiation. Les conditions de l'irradiation correspondaient, pour des fluences analogues, à la formation d'un spectre caractéristique d'un réseau de type I dans la fibre D. La densification du matériau permet de rendre compte de 10 % de la variation d'indice.

Par ailleurs, aucune variation de l'intensité du spectre de diffusion Raman du coeur de la fibre D n'a été observée ($\omega > 200$ cm^{-1}) après irradiation uniforme ultraviolette de l'échantillon. La fluence cumulée était analogue à celle qui, obtenue avec un système de franges, conduit à la formation d'un spectre de type I.

Par contre, une variation de l'intensité du spectre de diffusion Raman a été observée après l'irradiation uniforme de la fibre C (FPG2034). Les conditions d'irradiations correspondaient à l'apparition d'un spectre d'un réseau de type IIA (dans le cas d'une irradiation d'une fibre C par un champ de frange). Cette observation montre que la rupture des liaisons responsables de l'évolution des intensités du spectre de diffusion Raman (en particulier celle des liaisons Ge-Si) ne constitue pas un phénomène indispensable à la formation de la photosensibilité de type I.

CHAPITRE III

Bibliographie

---

[1] D. Barbier, M. Green, S.J. Madden
"Waveguide fabrication for integrated optics by electron beam irradiation of silica"
J. of Ligh. Tech., **vol 9**, n°6, June 1991, pp. 715-720.

[2] P. Cordier, J.C. Doukhan, E. Fertein, P. Bernage, P. Niay, J.F. Bayon, T. Georges
"T.E.M. characterization of densification associated to Bragg grating inscription in germanosilicate optical fibre preform"
Opt. Comm., vol. 111, Oct. 1994, pp. 269-275

[3] B. Poumellec, P. Guenot, P. Sansonetti, I. Riant, P. Niay, P. Bernage
"U.V. induced densification during Bragg grating inscription"
soumis à Opt. Mat.

[4] C. Fiori, R.A.B. Devine
"Ultraviolet irradiation induced compactation and photo-etching in amorphous, thermal SiO_2"
Mat. Res. Soc. Symp. Proc., **vol. 61**, 1986, pp. 187-195

[5] J.L. Archambault, L. Reekie, P.St. Russell
"High reflectivity and narrow bandwidth fibre gratings written by single excimer pulse"
Elec. Lett., **vol. 29**, n°5, 4 Mar. 1993, pp. 28-29

[6] R.M. Atkins
"Measurement of ultraviolet absorption spectrum of optical fibers"
Opt. Lett., **vol. 17**, n°7, April 1992.

---

[7] M.D. Gallagher, U.L. Osterberg
"Observation of direct correlation between induced absorption and second harmonic generation in germanium doped glass optical fibres"
Elect. Lett., **vol. 28,** n°13, 18 June 1992, pp. 1251-1252

[8] Y. Duval, R. Kashyap, S. Fleming, F. Ouellette
"Correlation between ultraviolet induced refractive index change and photoluminescence in Ge-doped fiber"
Appl. Phys. Lett., **vol. 61,** n° 25, 21 Dec. 1992, pp. 2955-2957

[9] R.M. Atkins, V. Mizrahi, T. Erdogan
"248 nm induced vacuum U.V. spectral changes in optical fibre preform cores : support for a colour centre model of photosensitivity"
Elect. Lett., **vol. 29,** n° 4, 18 Feb. 1993, pp. 385-387

[10] M.J. Yuen
"Ultraviolet absorption studies of germanium silicate glasses"
Appl. Opt., **vol. 21,** n° 1, Jan. 1982, pp. 136-140

[11] D. Neveux
"Contribution à l'étude de l'amplification dans les fibres optiques et photochromisme"
Thèse de Doctorat présentée à L'Institut National Polytechnique de Grenoble, 1991

[12] L.N. Skuja, A.N. Trukhin, A.E. Plaudis
"Luminescence in germanium doped glassy $Si0_2$"
Phys. Stat. Sol. a, n° 84, 1984, pp. K153-K157

[13] H. Hosono, Y. Abe, D.L. Kinser, R.A. Weeks, K. Muta, H. Kawazoe
"Nature and origin of the 5 eV band in $SiO_2 : GeO_2$ glasses"
Phys. Rev. B, **vol. 46,** n° 18, 1 Nov. 1992, pp. 11445-11451.

[14] F. Ouellette, R.J. Campbell, D.L. Williams, R. Kashyap
"Spatial distribution of U.V. excited luminescence in Ge-doped fiber preforms"
Opt. Comm., **vol. 103,** 1993, pp. 85-88

[15] G.W. Scherer
"Stress induced index profile distortion in optical waveguides"
Appl. Opt., **vol 19**, n° 12, 15 June 1980, pp. 2000-2006

[16] R.M. Atkins, V. Mizrahi
"Observation of changes in U.V. absorption bands of single mode germanosilicate core optical fibres on writing and thermally erasing refractive index gratings"
Elec. Lett., **vol. 28**, n° 18, Aug. 1992, pp. 1743-1745

[17] D.L. Williams, S.T. Davey, R. Kashyap, J.R. Armitage, B.J. Ainslie
"U.V. Spectroscopy of optical fibres and preforms"
S.P.I.E., **vol. 1516**, Int. works. on Photo. Self-Org. Eff. in Opt. Fib., 1991, pp. 29-37

[18] J.P. Pocholle
"Caractéristiques de la propagation guidée dans les fibres optiques monomodes"
Revue technique, Thomson CSF, n° 4, 1983, p. 881

[19] D.P. Hand, P. St. J. Russell
"Photoinduced refractive index changes in germanosilicate fibers"
Opt. Lett., **vol. 15**, n° 2, 15 Janv. 1990, pp. 102-104

[20] L.J. Poyntz-Wright, P. St. J. Russell
"Spontaneous relaxation processes in irradiated germanosilicate optical fibres"
Elect. Lett., **vol. 25**, n° 7, 30 March 1989, pp. 478-480

[21] V.B. Neustruev
"Point defects in pure and germanium doped silica glass and radiation resistance of optical fibres"
Sov. Light. Comm., n° 1, 1991, pp. 177-195

[22] D.L. Griscom
"Self trapped holes in amorphous silicon dioxide"
Phys. Rev. B, **vol. 40**, n° 6, 15 Aug. 1989 II, pp. 4224-4227

[23] M. Stapelbroeck, D.L. Griscom; E.J. Friebele, G.H. Sigel Jr
"Oxygen associated trapped hole centers in high purity fused silicas"
J. of non Cryst. Sol., **vol. 32,** 1979, pp. 313-326

[24] R. Tohmon, Y. Yamasaka, K. Nagasawa, Y. Ohki, Y. Hama
"Cause of the 5,0 eV absorption band in pure silica glass"
J. of non Cryst. Sol., **vol. 95, 96,** 1987, pp. 671-678

[25] G.N. Greaves
"Intrinsic and modified defect states in silica"
J. of non Cryst. Sol., **vol. 32,** 1979, pp. 295-311

[26] A.N. Trukhin, L.N. Skuja, A.G. Boganov, V.S. Rudenko
"The correlation of the 7,6 eV optical absorption band in pure fused silicon dioxide with twofold coordinated silicon"
J. of non Cryst. Sol., **vol. 149,** 1992, pp. 96-101

[27] V.B. Neustruev, E.M. Dianov, V.M. Kim, V.M. Maskinsky, M.V. Romanov, A.N. Guryanov, V.F. Khopin, V.A. Tikhomirov
"Ultraviolet radiation-and γ radiation induced color centers in germanium doped silica glass and fibers".
Fiber and integrated optics, **vol. 8,** 20 Jan. 1989, pp. 143-156

[28] V. Garino Canina
"Oxyde de germanium vitreux, silice vitreuse"
Verres réfractaires, **vol. 6,** 1958, pp. 313-323[30] E.J. Friebele, D.L. Griscom
"Color centers in glass optical fiber waveguides"
Mat. Res. Symp. Proc., **vol. 61,** 1986, pp. 319-331

[29] E.J. Friebele, D.L. Griscom
"Color centers in glass optical fiber waveguides"
Mat. Res. Symp. Proc., **vol. 61,** 1986, pp. 319-331

[30] T.E. Tsaï, E.J. Friebele, M. Rajaram, S. Mulkhapadhyay
"Structural origin of the 5, 16 eV optical absorption band in silica and Ge doped silica"
Appl. Phys. Lett., **vol. 64,** n° 12, 21 Mar. 1994, pp. 1481-1483

[31] R. Tohmon, H. Mizuno, Y. Ohki, K. Sasagane, K. Nagasawa, Y. Hama
"Correlation of the 5,0 and 7,6 eV absorption bands in SiO_2 with oxygen vacancy"
Phys. Rev. B, **vol. 39**, n° 2, 15 Jan. 1989 I, pp. 1337-1345

[32] L. Skuja
"Isoelectronic series of twofold coordinated Si, Ge and Sn atoms in glassy SiO_2 : a luminescence study"
J. of non Cryst. Sol., **vol. 149**, 1992, pp. 77-95

[33] L.J. Poyntz-Wright, M.E. Fermann, P.St. Russell
"Nonlinear transmission and color center dynamics in germanosilicate fibers at 420-540 nm"
Opt. Lett., **vol. 13**, n° 11, Nov. 1988, pp. 1023-1025

[34] M. Kohketsu, K. Awazu, H. Kawazoe, M. Yamane
"Photoluminescence in VAD SiO_2 : GeO_2 glasses sintered under reducing or oxidizing conditions
Jpn. J. of Appl. Phys., **vol. 28**, n° 4, Apr. 1989, pp. 622-631

[35] K. Nagasawa, Y. Ohki, Y. Hama
"Gamma ray induced 2 eV optical absorption band in pure silica core fibers"
Jpn. J. of Appl. Phys., **vol. 26**, n° 6, June 1987, pp. L1009-L1011

[36] D.L. Williams, S.T. Davey, R. Kashyap, J.R. Armitage, B.J. Ainslie
"Direct observation of U.V. induced bleaching of 240 nm absorption band in photosensitive germanosilicate glass fibres"
Elec. Lett., **vol. 28**, n° 4, Feb. 1992, pp. 369-371

[37] P. St. J. Russell, D.P. Hand, Y.T. Chow, L.J. Poyntz-wright
"Optically-induced creation, transformation and organization of defects in colour-centres in optical fibres"
Proc. of Int. works. in photo. self-orga. in opt. fib., S.P.I.E., Quebec 1991, pp. 1516-1529

[38] R.M. Atkins, P.J. Lemaire, T. Erdogan, V. Mizrahi
"Mechanisms of enhanced U.V. photosensitivity via hydrogen loading in germanosilicate glasses"
Elect. Lett., **vol 29**, n°14, 8 Jul. 1993, pp. 1234-1235

[39] P.E. Dyer, R.J. Farley, R. Giedl, K.C. Byron, D. Reid
"High reflectivity fibre gratings produced incubated damage using a 193 nm Ar.F. laser"
Elect. Lett., **vol 30**, n°11, 26 May. 1994, pp. 860-862

[40] D. Wong, S.B. Poole, M.G. Sceats
"Stress birefringence reduction in elliptical core fibers under ultraviolet irradiation"
Opt. Lett., **vol. 17**, n° 24, 15 Dec. 1992, pp. 1773-1775

[41] K.S. Chiang, M.G. Sceats, D.Wong
"Ultraviolet photolytic induced changes in optical fibers : the thermal expansion coefficient"
Opt. Lett., **vol. 18**, n° 12, 15 June 1993, pp. 965-967

[42] C. Willaime
"Initiation à la microscopie électronique par transmission. Mineralogie. Science des matériaux"
Société française de mineralogie et de cristallographie, 1987

[43] D.J. Barber
Ultramicroscopy, **vol. 52**, 1993, p. 101

[44] Glass : Nature, structure and properties
Horst Scholze
Springer Verlag Edition

[45] J.P. Rino, I. Ebbsjö, R.K. Kalia, A. Nakano, P. Vashishta
"Structure of rings in vitreous $Si0_2$"
Phys. Rev. B, **vol. 47**, n° 6, 1 Feb. 1993 II, pp. 3053-3062

[46] M.G. Sceats, P.A. Krug
"Photoviscous annealing dynamics and stability of photorefractivity in optical fibres"
Proc. S.P.I.E., **vol. 2044**, int. works.on Photo.Self. Org. in Opt. Fib., 1993, pp. 113-120

[47] M.G. Sceats, G.R. Atkins, S.B. Poole
"Photolytic index changes in optical fibers"
Annu. Rev. Mater. Sci., 1993, pp. 381-410

[48] L. Sixrude, M.S.T. Bukowinski
"Atomic structure of $Si0_2$ glass and its response to pressure"
Phys. Rev. B, **vol. 44**, n° 6, 1 Aug. 1991 II, pp. 2523-2534

[49] J.P. Bernardin, N.M. Lawandy
"Dynamics of the formation of Bragg gratings in germanosilicate optical fibers"
Opt. Com., **vol. 79**, n° 3-4, 15 Oct. 1990, pp. 194-199

[50] F.P. Payne
"Photorefractive gratings in single-mode optical fibres"
Elec. Lett., **vol. 25**, n° 8, Apr. 1989, pp. 498-499

[51] M.G. Sceats, S.B. Poole
"Stress relief - the mechanisme of photorefractive index control in fibre cores"
Proceeding of the Sixt. Aust. Conf. on Opt. Fib. Tech. pp. 302-305

[52] R. Shuker, R.W. Gammon
"Raman scattering selection rule breaking and the density of states in amorphous materials"
Phys. Rev. Lett., **vol 25**, n° 4, 27 Jul. 1970, pp. 222-225

[53] K.O. Hill, B. Malo, F. Bilodeau, D.C. Johnson
"Photosensitivity in optical fibers"
Annu. Rev. Mater. Sci., 1993, pp. 125-157

[54] F.L. Galeener, J.C. Mikkelsen Jr., R.H. Geils, W.J. Mosby
"The relative Raman cross section of vitreous SiO_2, GeO_2, B_2O_3, and P_2O_5"
Appl. Phys. Lett., **vol. 32**, n°1, 1 Janv. 1978, pp. 34-35

[55] K.E. Lipinska-Kalita, G. Mariotto
"Very low frequency light scattering in glass matrix"
J. of Mol. Struct., n° 267, 1992, pp. 241-246

[56] J. Lefebvre
"Cours de spectroscopie physique"
DEA Science des Matériaux
Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres Artois

[57] K.E. Lipinska-Kalita, G. Mariotto
"Low frequency inelastic light scattering from $Ge0_2$ based glass : early steps. of crystallization"
J. of non Cryst. Sol., **vol. 128**, 1991, pp. 285-293

[58] V.K. Malinovsky, A.P. Sokolov
"The nature of boson peak in Raman scattering in glasses"
Sol. Stat. Comm., **vol. 57**, n° 9, 1986, pp. 757-761

[59] A.J. Martin, N. Brenig
"Modell for Brillouin scattering in amorphous solids"
Phys. Stat. Sol.(b), **vol. 64**, 1974, pp. 163-172

[60] E. Duval, A. Boukenter, T. Achibat, B. Champagnon
"Structure of silica aerogels and vibrational dynamics in fractal materials and glasses : electron microscopy and low frequency Raman scattering"
Phil. Mag. B, **vol. 65**, n° 2, 1992, pp. 181-189

[61] A.P. Sokolov, A. Kislink, D. Quitmann
"Evaluation of density of vibrational states of glasses from low-frequency Raman spectra"
Phys. Rev. B, **vol. 48**, n° 10, 1 Sept 1993-II, pp. 7692-7695

[62] N. Ahmad, K.W. Hutt, W.A. Phillips
"Low frequency vibrational states in As_2S_3 glasses "
J. Phys. C : Solid State Phys., vol. 19, 1989, p. 3765-3773

[63] A.P. Sokolov, A. Kisliuk, M. Soltwisch, D. Quitmann
"Medium range order in glasses : comparison of Raman and diffraction measurements"
Phys. Rev. Lett., **vol. 69**, n° 10, 7 Sept. 1992, pp. 1540-1543

[64] J. Zarzycki
"Les verres et l'état vitreux"
Masson, Paris, 1982.

[65] V.K. Malinovsky, V.N. Novikov, P.P. Parshin, A.P. Sokolov, M.G. Zemlyanov
Europhys. Lett. **vol.11** , 1990, p43

[66] E. Duval, A. Boukenter, T. Achibat
"Vibrational dynamics and the structure of glasses"
J. Phys. : Condens. Matter.2, 1990, pp. 10227-10234

[67] F.L. Galeener
"Band limits and the vibrational spectra of tetrahedral glasses
Phys. Rev. B, **vol. 19**, n° 8, 15 Apr. 1979, pp. 4292-4297

[68] J.M. Gabriagues, H. Fevrier
"Analysis of frequency doubling processes in optical fibers using Raman spectroscopy"
Opt. Lett., **vol. 12**, n° 9, Sept. 1987, pp. 720-722

[69] G.E. Walrafen, J. Stone
"Raman spectral characterization of pure and doped fused silica optical fibers"
Appl. Spect., **vol. 29**, n° 4, 1975, pp. 337-344

[70] G.N. Greaves
"Intrinsic and modified defect states in silica"
J. non Cryst. Sol.,**vol. 32**, 1979, pp. 295-311

---

[71] G. Lucovsky
"Defect controlled carrier transport in amorphous SiO_2"
Phil. Mag., **vol. 39**, n°6, 1979, p. 513

[72] E.J. Friebele, D.L. Griscom, M. Stapelbroeck, R.A. Weeks
"Fundamental defect centers in glass : the peroxy radical in irradiated, high purity, fused silica"
Phys. Rev. Lett., **vol. 42**, n°20, 1979, p.1346

[73] A.R. Silin, P.J. Bray
Bull. Am. Phys. Soc., **vol. 26**, 1981, p. 218

[74] F.L. Galeener
"Planar rings in glasses"
Sol. Stat. Comm., **vol. 44**, n° 7, 1982, pp. 1037-1040

[75] N.F. Borrelli
Phys. Chem. Glass., **vol. 10**, n° 2, 1969, p. 43

[76] X. Nian, X. Zhisan, T. Decheng
"A Raman study of the ring defects in GeO_2-SiO_2 glasses"
J. Phys. : Condens. Matt.1, 1989, pp. 6343-6346

[77] J. Wong
J. non Cryst. Sol., **vol. 20**, 1976, p. 83

[78] N. Shibata, M. Horigudhi, T. Edahiro
J. non Cryst. Sol., **vol. 45**, 1981, p. 115

[79] T. Nakashima, S. Seikai, N. Nakazawa
"Dependence of Raman gain on relative index difference for GeO_2 doped single mode fibers"
Opt. Lett., **vol. 10**, n°8, Aug. 1985, pp. 420-422

[80] D.W. feldman, M. Ashkin, J.H. Parker Jr
"Raman scattering by local modes in germanium rich silicon germanium alloys"
Phys. Rev, Lett., **vol. 17**, n°24, 12 Dec. 1966, pp. 1209-1212

[81] F.L. Sefyani, J. Schamps, J.M. Delaval
"Theorical spectroscopy of GeSi below 30000 cm^{-1} : a predictive study"
J. of Molec. Spect., **vol. 162**, 1993, pp. 269-285

[82] F. Cerdeira, A. Pinczuk, J.C. Bean, B. Batlogg, B.A. Wilson
Raman scattering from Ge_xSi_{1-x}/Si strained layer superlattices"
Appl. Phys. Lett., **vol. 45**, 1984, pp. 1138-1140

[83] R.D. Verma, P.A. Warsop
'The absorption spectrum of the SiO_2 molecule"
Can. J. Phys., **vol. 41**, 1963, pp. 152-160

[84] G. Pacchioni
"Theorical investigation of the electronic structure and of the potential energy curves for the lowest lying states of Ge_2"
Mol. Phys., **vol. 49**, n°3, 1983, pp. 727-736

[85] K.P. Huber, G. Herzberg
"Molecular spectra and molecular structure IV. Constants of diatomic molecules"
Van Nostrand-Reinhold, N.Y., 1979

[86] D.L. Williams, B.J. Ainslie, J.R. Armitage, R. Kashyap, R. Campbell
"Enhanced U.V. photosensitivity in boron codoped germanosilicate fibres"
Elect. Lett.,**vol. 29**, n°1, 7 Janv. 1993, pp. 45-47

[87] B.I. Greene, D.M. Krol, S.G. Kosinski, P.J. Lemaire, P.N. Saeta
"Thermal and photo initiated reactions of H2 with germanosilicate optical fibers"
J. of non Cryst. Sol., **vol. 168**, 1994, pp. 195-199

[88] Etude en cours au L.D.M.P.

[89] W. Carvalho
"Caracterisation des dopants et des défauts dans les préformes et fibres optiques par spectroscopie Raman et luminescence"
Thèse de Doctorat présenté à l'Université de Paris Sud, 1984

[90] A.S. Tenney, J. Wong
J. Chem. Phys., **vol. 56,** n°11, 1972, p. 5516

[91] J. Corset
Communication personnelle

[92] B. Humbert, A. Burneau, J.P. Callas, J.C. Lavalley
"Origin of the Raman bands D_1 and D_2 in high surface area and vitreous silicas"
J. of Non Cryst. Sol., **vol. 143,** 1992, pp. 75-83

[93] C.T. Kirk
"Quantitative analysis of the effect of disorder induced mode coupling on infrared absorption in silica"
Phys. Rev. B,**vol. 38,** n°2, 15 Jul. 1988

[94] P. Lange, W. Windbracke
"Characterization of thermal and deposited thin oxide layers by LO-TO excitation in FTIR transmission measurement"
Thin solid films, **vol. 174,** pp. 159-64, Jul. 7989

CONCLUSION

Nous avons mis au point dans notre laboratoire un dispositif d'inscription de réseaux de Bragg selon le principe de la méthode holographique transverse. La source ultraviolette utilisée lors des expériences présentées dans ce mémoire fonctionne en régime pulsé. Les propriétés de transmissions spectrales des réseaux ont été caractérisées par spectrométrie d'absorption à haute résolution. Nous avons ainsi pu inscrire des réseaux de Bragg dans plusieurs types de fibre à diverses longueurs d'onde situées dans le domaine spectral ($0,7\ \mu m < \lambda < 1,8\ \mu m$).

Notre travail a permis de mettre en évidence des dynamiques complexes d'inscription de réseaux. En effet, au début de l'irradiation de la fibre, la longueur d'onde de résonance du réseau croît alors que la transmittance de la fibre mesurée à cette longueur d'onde diminue. Quand l'irradiation est poursuivie, le coefficient de transmission de la fibre sature à une valeur minimale, puis augmente à nouveau. Lors de cette phase, la longueur d'onde de Bragg du réseau continue à augmenter, mais plus lentement que dans la phase précédente ; parallèlement, un réseau apparaît dans l'ordre deux de diffraction. Après effacement complet ou partiel du spectre du premier ordre du réseau, la prolongation de l'irradiation se traduit par la formation d'un nouveau spectre. Lors de cette phase de reconstruction, la longueur d'onde de Bragg du réseau reste stationnaire ou diminue. L'efficacité de diffraction dans l'ordre deux devient maximale lorsque le spectre du premier ordre est effacé, puis diminue quand le réseau d'ordre 1 se reconstruit.

Nous avons proposé deux modèles macroscopiques phénoménologiques permettant d'interpréter les dynamiques de formation ou d'effacement des spectres des réseaux. Ces modèles supposent tous deux qu'un premier effet (appelé "type I") entraîne **une variation positive de l'indice** et qu'un deuxième effet (appelé "type IIA") entraîne **une variation négative de l'indice**. Toutefois, dans le premier modèle, les deux réactions sont supposées indépendantes l'une de l'autre, alors qu'au contraire, dans le second, les deux réactions sont supposées totalement corrélées et successives.

Afin de différencier les deux modèles envisagés, nous avons soumis ces réseaux à différents paramètres physiques tels que des élévations thermiques ou des irradiations effectuées dans les domaines visible, ultraviolet ou gamma.

Au cours de l'irradiation gamma, nous avons observé une très forte diminution de la transmission spectrale des fibres dans tout le domaine exploré

(ultraviolet, visible et infra-rouge). Par contre, nous n'observons aucune évolution significative du profil spectral des réseaux irradiés. Ce résultat conduit à penser que l'irradiation gamma modifie le matériau sans modifier la modulation de l'indice dans le domaine infra-rouge. L'irradiation dans le domaine visible ne conduit pas non plus à une modification sensible des profils spectraux. Cette insensibilité autorise l'utilisation des réseaux de Bragg photo-inscrits lors d'irradiations visible et gamma sans que l'on ait à craindre une modification ou une détérioration de leurs caractéristiques.

Nous enregistrons, par contre, une évolution complexe des profils spectraux lorsque les réseaux sont soumis à des élévations de température (impulsions thermiques isochrones, créneaux thermiques). Le comportement spectral des réseaux soumis aux élévations thermiques ainsi qu'à des irradiations ultraviolettes d'intensité uniforme **nous permet de valider le premier modèle**. Rappelons que dans ce modèle, nous avons supposé que les photoréfractivités de type I ou de type IIA ont pour origines respectives les relations indépendantes (1a) et (1b).

$$A \rightarrow B \qquad (1a)$$

$$C \rightarrow D \qquad (1b)$$

Les mécanismes microscopiques à l'origine de ces deux effets photoréfractifs ne sont pas totalement élucidés. Dans ce mémoire, nous avons mis à l'épreuve deux interprétations permettant de rendre compte de la photosensibilité à l'échelle microscopique. Nous nous sommes tout d'abord intéressé à l'interprétation appelée "modèle de Kramers-Kronig". Dans cette interprétation, les relations (1a) et (1b) représentent la création de défauts ponctuels responsables du photochromisme observé dans les domaines visible ou ultraviolet. Nous avons pu établir que la création de tels centres de défauts ne constituait qu'un phénomène précurseur de la photoréfractivité de type I.

Par ailleurs, nous avons mis en évidence des changements structuraux dans le matériau irradié. Ainsi, nous avons montré par microscopie électronique par transmission que l'irradiation ultraviolette induisait une densification du verre germanosilicate. Cependant, la variation d'indice induite par cette densification (phénomène de compaction) n'est pas assez importante pour rendre compte de la variation d'indice provoquée par l'irradiation ultraviolette.

Pour obtenir des renseignements relatifs à la nature des liaisons brisées par l'irradiation, nous avons étudié l'évolution de l'intensité spectrale de spectres de

diffusion Raman de verres germanosilicates constitués par des fibres et des préformes soumises à des irradiations ultraviolettes.
Les deux paramètres de cette étude sont :

i/ le taux d'oxyde de germanium du verre

ii/ la dose d'irradiation ultraviolette (λ_p = 243 nm) de l'échantillon

L'analyse des résultats nous a amenés à formuler l'hypothèse selon laquelle le mode de vibration de la liaison Ge-Si se localise vers 390 cm^{-1} dans le spectre Raman des fibres ou des préformes. Nos expériences de spectrométrie Raman et d'absorption dans le domaine ultraviolet prouvent aussi que la rupture des liaisons Ge-Si n'est pas nécessaire à l'obtention d'une photosensibilité de type I. Cependant, nous suspectons que la rupture de cette liaison constitue en fait le phénomène précurseur de la photosensibilité de type IIA.

L'équipe photonique du L.D.M.P. poursuit actuellement des études et des expériences qui devraient permettre de mieux comprendre les mécanismes microscopiques responsables des photoréfractivités. Cette recherche se poursuit en faisant appel à différentes méthodes : spectrométrie Raman, spectrométrie dans le domaine ultraviolet, étude de la diffusion de la lumière par le matériau irradié, influence de la nature du matériau, influence de l'application de contraintes, expériences de microscopie électronique par transmission ... Nous allons ici résumer brièvement l'intérêt de quelques unes de ces méthodes.

Par exemple, il semble que l'hydrogénation conduit à une exaltation du type I et à une atténuation du type IIA. Il serait donc intéressant de réaliser des expériences complémentaires de spectrométrie Raman. Dans ces expériences, nous établirons une comparaison entre les spectres de diffusion Raman de fibres hydrogénées enregistrés avant et après une irradiation ultraviolette. Les conclusions pourraient permettre de confirmer les hypothèses relatives aux mécanismes microscopiques proposés dans ce mémoire.

Pour étudier l'évolution des bandes d'absorptions de verres germanosilicates dans un domaine spectral situé entre 100 nm et 300 nm, des expériences vont être entreprises au LURE par B. Poumellec et T. Taunay.
L'enregistrement du coefficient d'absorption induit par l'irradiation ultraviolette de l'échantillon va permettre d'observer l'évolution, après irradiation, de la concentration des défauts dont les bandes sont centrées dans un domaine spectral non étudié dans ce mémoire ($\lambda < 210$ nm ou $\lambda < 165$ nm). Par ailleurs, le calcul de la variation d'indice liée aux variations du coefficient d'absorption par les relations de Kramers-Kronig sera effectué dans un domaine spectral plus important puisqu' il s'étendra jusqu'à 100 nm.

Il a été récemment découvert que l'inscription dans la fibre C (FPG2034) d'un spectre de type IIA résonnant à la longueur d'onde λ_B s'accompagne de l'apparition d'une diffusion (vers l'extérieur de la fibre) du faisceau guidé dans cette fibre ($\lambda_p < \lambda_B$). Des expériences sont en cours dans notre laboratoire afin de définir les origines macroscopiques et microscopiques de ce phénomène.

Nous avons aussi inscrit des réseaux de Bragg dans des fibres ou des verres fluorozirconates dopés par des ions de cérium. Cette expérience met en évidence qu' **un effet photoréfractif permanent apparaît dans des verres non dopés par de l'oxyde de germanium**. Une étude de l'évolution du coefficient d'absorption induite par l'irradiation ultraviolette (λ_p = 244 nm) en fonction du nombre d'impulsions a été réalisée dans le domaine spectral {210 nm - 800 nm}. Elle semble indiquer que la photoréfractivité observée dans ces verres est liée à la création d'un centre de défaut Zr^{3+} résultant de la photo-ionisation de l'ion Ce^{3+}.

D'autres expériences sont actuellement conduites pour mieux comprendre le phénomène responsable de la photoréfractivité de type IIA. Tout d'abord, l'examen par microscopie électronique d'une fibre dans laquelle un réseau de type IIA a été inscrit est en cours. D'autre part, des expériences très récentes ont montré que l'évolution du profil spectral des réseaux de type I et de type IIA est fonction de la contrainte mécanique axiale exercée sur la fibre dans laquelle nous inscrivons le réseau.

Les expériences, en cours ou à venir, devraient permettre de préciser les mécanismes responsables des phénomènes mis en évidence par ce travail de thèse.

ANNEXE A

PRESENTATION A L'ECHELLE MICROSCOPIQUE DES PRINCIPAUX DEFAUTS DE LA SILICE AMORPHE PURE OU DOPEE PAR DE L'OXYDE DE GERMANIUM

I - Introduction

Les échantillons utilisés lors des expériences présentées dans ce mémoire sont composés de fibres optiques ou de lames à faces parallèles découpées dans des préformes. Leur composant principal est constitué par la silice amorphe. Des dopants sont introduits dans le coeur ou la gaine optique de façon à modifier localement les propriétés diélectriques du matériau (son indice de réfraction) ou pour faciliter l'élaboration de la préforme. Ainsi l'introduction de germanium ou d'aluminium permet d'augmenter l'indice du coeur de la fibre, tandis que l'indice de la gaine optique peut être abaissé à l'aide de dopants tels que le bore ou le fluor. La différence d'indice ainsi créée entre le coeur de la fibre et la gaine optique confère à l'ensemble les propriétés d'un guide d'onde dans le domaine optique. Le phosphore est aussi couramment utilisé afin de doper le coeur et la gaine car il facilite la fabrication des préformes en abaissant la température de dépôt des différents constituants [1].

L'adjonction de dopants et les différentes contraintes mécaniques appliquées lors du fibrage sont à l'origine de la formation de défauts microscopiques dans la structure de la matrice de silice.

Ils sont essentiellement composés de défauts structuraux ponctuels tels que les défauts de coordination et des lacunes atomiques [2]. Les défauts de coordination résultent généralement de la rupture d'une liaison (un atome d'oxygène relié à un atome de silicium par exemple) tandis que les lacunes sont caractérisées par l'absence de certains atomes à des positions prévues normalement (une lacune d'oxygène dans une matrice de silice donne lieue à une liaison Si-Si) [2]. Un défaut comportant un nombre impair d'électrons ou un nombre pair d'électrons non appariés en doublet est appelé "**centre**

paramagnétique". Un défaut comportant un nombre pair d'électrons tous appariés en doublets est appelé "**centre diamagnétique**".

Les "**défauts intrinsèques**" sont figés dans le matériau. La création de nouveau défauts appelés "**défauts extrinsèques**" peut être engendrée par l'absorption d'un rayonnement de haute énergie (un photon ultraviolet, X ou γ) [2].

Dans cette annexe, nous nous proposons de présenter les défauts microscopiques intrinsèques et extrinsèques de la silice amorphe pure ou dopée par de l'oxyde de germanium.

II -Principaux défauts présents dans la silice amorphe pure

II - 1 - Les centres diamagnétiques

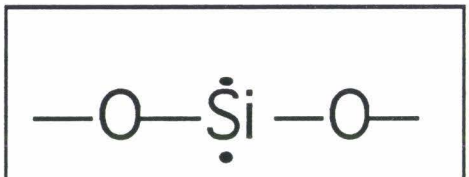
Il s'agit de lacunes d'oxygènes présentes dans le réseau de la silice amorphe. Ces défauts intrinsèques sont créés lors de la fabrication du verre [2] [3]. Les centres possèdent une charge neutre. L'équipe de H. Hosono les a classés en deux catégories [4].

II - 1 - 1 - Défaut résultant d' une lacune d'oxygène ("neutral oxygen monovacancy")

Ce défaut est constitué d'un oxygène vacant entre deux atomes de silicium formant ainsi une liaison ≡Si–Si≡ [5] (où ≡ Si représente un atome de silicium relié à trois atomes d'oxygènes séparés).

II - 1- 2 - Défaut résultant de deux lacunes d'oxygènes (neutral oxygen divacancy [6] ou Si (II) [7])

Ce défaut est constitué d'un atome de silicium relié à deux atomes d'oxygènes et possédant deux électrons non appariés.



Représentation du centre Si(II)

Le symbole "." représente un électron célibataire.

II - 2 - Les centres paramagnétiques

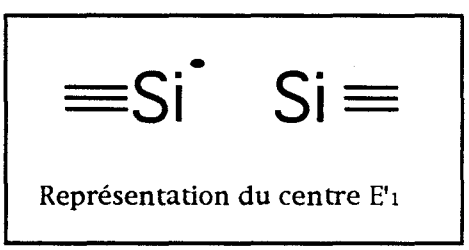
Dans le cas des fibres optiques, la concentration des centres paramagnétiques dépend des paramètres de fibrage. Ces centres constituent des défauts intrinsèques [8].

Dans un verre massif, les centres paramagnétiques constituent des défauts extrinsèques [2].

Ces défauts sont analysés par résonnance paramagnétique électronique (R.P.E.) après irradiation de l'échantillon par des neutrons [9], un rayonnement γ [9] [10] ou X [11].

II - 2 - 1 - Le centre E'_1 [9] [12] [13] [14]

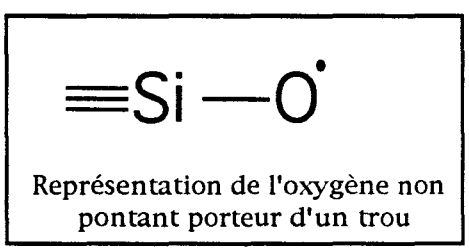
Le centre E'_1 est composé :
- d'un atome de silicium de charge neutre possédant un électron non apparié
- d'un atome de silicium ayant perdu un électron et chargé positivement.



Représentation du centre E'_1

II- 2 - 2 - L'oxygène non pontant porteur d'un trou (non bridging oxygen hole center - NBOHC-) [15] [16] [17]

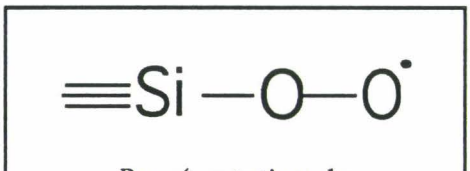
Il s'agit d'un électron non apparié localisé sur un oxygène non pontant. Ce centre, de charge neutre, peut aussi être décrit comme un trou piégé par un atome d'oxygène initialement chargé négativement.



Représentation de l'oxygène non pontant porteur d'un trou

II - 2 - 3 - Le radical peroxyde (ou radical superoxyde) [18] [19]

Le centre est composé d'un électron non apparié lié à deux oxygènes non pontants. Il est détecté dans des verres de silice ne contenant pas de groupements hydroxyls (silice sèche) [17]. Ce défaut n'est pas chargé électriquement.



Représentation du radical péroxyde

III - Défauts présents dans la silice amorphe dopée par de l'oxyde de germanium

III - 1 - Les centres diamagnétiques

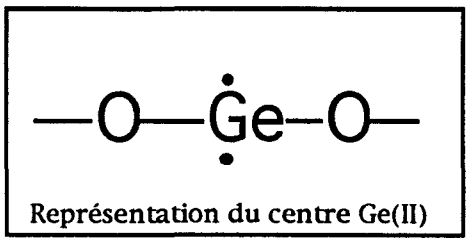
A la manière de la silice amorphe, le réseau de la silice dopée par de l'oxyde de germanium contient deux catégories de lacunes d'oxygènes [6]. Ces défauts intrinsèques sont liés à la fabrication du verre [2] [20] ou de la fibre [21] [22]. Ils possèdent une charge neutre.

III - 1 - 1 - Défaut résultant d'une lacune d'oxygène

Il s'agit de liaisons ≡Ge–Ge≡ [4] [23] ou ≡Ge–Si≡ [23]

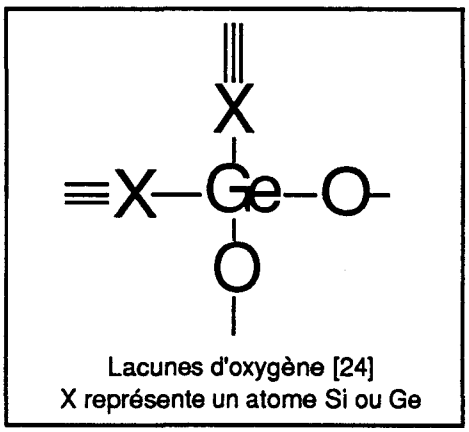
III - 1 - 2 - Défaut résultant de deux lacunes d'oxygènes

Le centre, appelé "centre Ge(II)" par M. Kohketsu et al, est composé d'un atome de germanium relié à deux atomes d'oxygène. L'atome de germanium posséde deux électrons non appariés.



Représentation du centre Ge(II)

D'aprés T.E. Tsaï et al, le défaut est constitué par un atome de germanium lié à deux atomes de silicium ou de germanium [24].



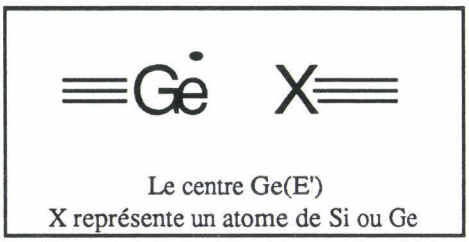
Lacunes d'oxygène [24]
X représente un atome Si ou Ge

III - 2 - Les centres paramagnétiques

Les centres paramagnétiques sont essentiellement observés dans la silice dopée, préalablement irradiée par un rayonnement X [1], U.V. ou gamma [25]. Cependant, le centre Ge(E') a été détecté dans des échantillons non irradiés de fibre optique [22].

III - 2 - 1 - Le centre Ge(E') ou E'(Ge) [1] [26]

Par analogie au centre E'1 de la silice amorphe, le centre Ge(E') est composé :
- d'un atome de germanium porteur d'un électron non apparié. L'ensemble est électriquement neutre.
- d'un atome de silicium ou de germanium ayant perdu un électron et chargé positivement

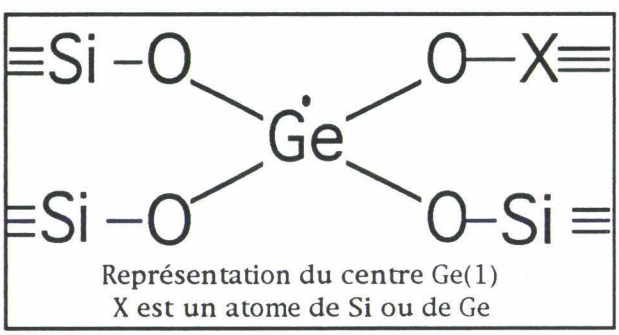


Le centre Ge(E')
X représente un atome de Si ou Ge

Les spectres R.P.E. présentés par T.E. Tsaï mettent en évidence deux centres de défauts appelés Ge(E'_{d1}) et Ge(E'_{d2}). Le centre Ge(E'_{d1}) possède deux composantes. L'une d'entre elle est appelée Ge(E'^{P}_{d1}) [27] ou Ge(E'_{d}) [22]. La concentration du centre Ge(E'^{P}_{d1}) est proportionnelle à la concentration du centre Ge (E') [22]. A notre connaissance, la structure de ces centres n'est pas élucidée.

III - 2 - 2 - Le centre Ge(1) [1] [26] [28] [29]

Le centre Ge(1) est constitué d'un atome de germanium ayant comme voisins les plus proches un atome de germanium [1] [26] ou pas d'atome de germanium [26] [28] [29]. Le centre est chargé négativement.
Une étude théorique montre que le centre Ge(1) ne peut exister que lorsqu'il existe un ion chargé positivement dans son voisinage.

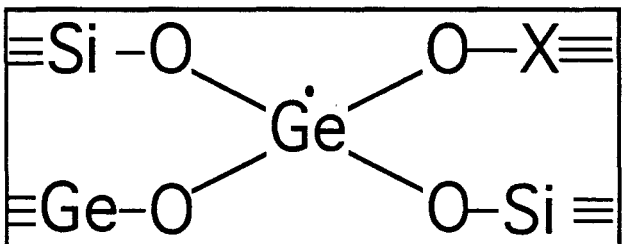


Représentation du centre Ge(1)
X est un atome de Si ou de Ge

III - 2 - 3 - Le centre Ge(2) [1] [26] [28] [29] [30] [31]

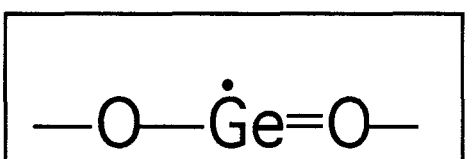
Deux modèles structuraux ont été proposés pour décrire ce centre de défaut.

Le premier modèle suppose que le centre Ge(2) est constitué par un atome de germanium sur lequel un électron est piégé. Le voisinage de l'atome est composé d'un [26] [28] [29] ou de deux [1] [26] atomes de germanium comme plus proches voisins. Le centre possède une charge négative.



Représentation du centre Ge(2) selon le 1er modèle, X est un atome de Si ou de Ge

Le second modèle suppose que le centre Ge(2) a une charge neutre et a la structure suivante [30] :



Représentation du centre Ge(2) selon le second modèle

Cette interprétation est confirmée par des expériences réalisées par l'équipe de E.M. Dianov [31].

ANNEXE A

Bibliographie

[1] E.J. Friebele, D.L. Griscom
"Color centers in glass optical fiber waveguides"
Mat. Res. Symp. Proc., **vol. 61**, 1986, pp. 319-331

[2] S.R. Elliot
"Physics of amorphous materials"
Longman Scientific and Technical, 1990

[3] V.B. Neustruev
"Point defects in pure and germanium doped silica glass and radiation resistance of optical fibres"
Sov. Light. Comm., n° 1, 1991, pp. 177-195

[4] H. Hosono, Y. Abe, D.L. Kinser, R.A. Weeks, K. Muta, H. Kawazoe
"Nature and origin of the 5 eV band in SiO_2 : GeO_2 glasses".
Phys. Rev. B, **vol. 46**, n°18, 1 Nov. 1992, pp.11445-11451.

[5] R. Tohmon, Y. Yamasaka, K. Nagasawa, Y. Ohki, Y. Hama
"Cause of the 5,0 eV absorption band in pure silica glass"
J. of non Cryst. Sol., **vol. 95, 96**, 1987, pp. 671-678

[6] A.N. Trukhin, L.N. Skuja, A.G. Boganov, V.S. Rudenko
"The correlation of the 7,6 eV optical absorption band in pure fused silicon
dioxide with twofold coordinated silicon"
J. of non Cryst. Sol., **vol. 149**, 1992, pp. 96-101

[7] M. Kohketsu, K. Awazu, H. Kawazoe, M. Yamane
"Photoluminescence in VAD $Si0_2$: $Ge0_2$ glasses sintered under reducing or oxidizing conditions"
Jpn. J. of Appl. Phys., **vol. 28**, n° 4, Apr. 1989, pp. 622-631

[8] H. Hanafusa, Y. Hibino, F. Yamamoto
"Formation mechanism of drawing induced defects in optical fibers"
J. of Non Cryst. Sol., **vol. 95,96**, 1987, pp. 655-662

[9] C.M. Nelson, R.A. Weeks
"Trapped electrons in irradiated quartz and silica : optical absorption"
J. of Am. Soc., **vol. 43**, n°8, Aug. 1960, pp. 396-399

[10] D.L. Griscom
"E' center in glassy SiO2: ^{17}O, ^{1}H, and "very weak" ^{29}Si superhyperfine structure"
J. of Ligh. Tech., **vol. 9**, n°6, June 1991, pp. 715-720.

[11] F.J. Feigl, J.H. Anderson
"Defects in crystalline quartz : electron paramagnetic resonance of E' vacancy centers associated with germanium impurities"
J. Phys.Chem. Sol., **vol. 31**, 1970, pp. 575-596

[12] R.A. Weeks
J. of Appl. Phys., **vol. 27**, 1956, p. 1376

[13] R.A. Weeks, C.M. Nelson
J. of Appl. Phys., **vol. 31**, 1966, p. 1555

[14] D.L. Griscom
"Point defects in amorphous SiO2: what we learned from 30 years of experimentation ?"
Mat. Res. Symp. Proc., **vol. 61**, 1986, pp. 213-221

[15] M. Stapelbroeck, D.L. Griscom; E.J. Friebele, G.H. Sigel Jr
"Oxygen associated trapped hole centers in high purity fused silicas"
J. of Non Cryst. Sol., **vol. 32**, 1979, pp. 313-326

[16] D.L. Griscom
J. of Non Cryst. Sol., **vol. 31**, 1979, p. 241

[17] A.H. Edwards, W.B. Fowler
"Theory of the peroxy radical defect in a-SiO_2"
Phys. Rev. B, **vol. 26**, n°12, 15 Dec. 1982, pp. 6649-6660

[18] D.L. Griscom, E.J. Friebele
"Fundamental defect centers in glass: ^{29}Si hyperfine structure of the nonbridging oxygen hole center and the peroxy radical in a-SiO_2"
Phys. Rev. B, **vol. 24**, n°8, 15 Oct. 1981, pp. 4896-4898

[19] E.J. Friebele, D.L. Griscom, M. Stapelbroek, R.A. Weeks
Phys. Rev. B, **vol. 42**, n°8, 1979, p. 1346

[20] V. Garino Canina
"Oxyde de germanium vitreux, silice vitreuse"
Verres réfractaires, **vol. 6**, 1958, pp. 313-323

[21] J.M. Jackson, M.E. Wells, G. Kordas, D.L. Kinser, R.A. Weeks
R.H. Magruder III
" Preparation effects on the U.V. optical properties of GeO2 glasses"
J. Appl. Phys., vol. 58, n°6, 15 Sept. 1985, pp. 2308-2311

[22] T.E. Tsaï, C.G. Askins, E.J. Friebele
"Photoinduced grating and intensity dependence of defect generation in Ge doped silica optical fiber"
Appl. Phys. Lett., **vol. 61**, n° 4, 27 Jul. 1992, pp. 390-392

[23] L.J. Poyntz-wright, M. E. Fermann, P. St. J. Russell
"Nonlinear transmission and color center dynamics in germanosilicate fibers at 42o-540 nm"
Opt. Lett., **vol.13**, n°11, Nov 1988, pp.1023-1025

[24] T.E. Tsaï, E.J. Friebele, M. Rajaram, S. mulkhapadhayay
"Structural origin of the 5,16 eV optical absorption band in silica and Ge doped silica"
Appl. Phys. Lett., **vol. 64**, n°12, 21 Mar. 1994, pp. 1481-1483

[25] V.B. Neustruev, E.M. Dianov, V.M. Kim, V.M. Maskinsky, M.V. Romanov, A.N. Guryanov, V.F. Khopin, V.A. Tikhomirov
"Ultraviolet radiation-and g radiation induced color centers in germanium"
doped silica glass and fibers".
Fiber and integrated optics, **vol. 8**, 20 Jan. 1989, pp. 143-156

[26] P.St. J. Russell, L. J. Poyntz-wright, D.P. Hand
"Frequency doubling, absorption and grating formation in glass fibres. Effective or defective effects?"
Proc. S.P.I.E., **vol. 1373**, Fiber laser sources and amplifiers II, 1990, pp. 126-139

[27] T.E. Tsaï, E.J. Friebele, D.L. Griscom
" Thermal stability of photoinduced gratings and paramagnetic centers in Ge and Ge/P doped silica optical fibers"
Opt. Lett. **vol.18**, n°16, 15 June, 1993, pp 935-937

[28] T.E. Tsaï, D.L. Griscom, E.J. Friebele
"On the structure of Ge-associated defect centers in irradiated high purity
GeO_2 and Ge-doped SiO_2 glasses"
Diffusion and Defect Data, **Vol. 53-54**, 1987, pp. 469-476

[29] T.E. Tsaï, D.L. Griscom
"Defect centers and photoinduced self-organisation in Ge-doped silica core fiber"
SPIE Int. Works. on Photo. Self-Org. Eff. in Opt. Fib., **vol. 1516**, 1991, pp. 14-27

[30] K. Nagasawa, T. Fujii, Y. Ohki, Y. Hama
"Relation between Ge(2) center and 11.9 mT hyperfine structure of ESR spectra in Ge-doped silica fibers"
Jpnese. J. of Appl. Phys., **vol.27**, n°2, Feb. 1988, pp. L240-L243

[31] E.V. Anoikin, A.N. Guryanov, D.D. Gusovsky, E.M. Dianov
V.M. Mashinsky, S.I. Miroshnichenko, V.B. Neustruev, V.A.Tikhomirov
Y.B. Zverev
"U.V. and gamma. radiation damage in silica glass and fibres doped with germanium and cerium".
Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res., B.65, 1992, pp. 392-396

Annexe A

ANNEXE B

CARACTERISATION DE RESEAUX EPAIS INSCRITS DANS LE CŒUR DE LAMES A FACES PARALLELES DECOUPEES DANS DES PREFORMES

I - Introduction

Des réseaux ont été photoinscrits dans le cœur de fibres optiques où dans le cœur de lames à faces paralléles découpées dans des préformes. L'amplitude de la modulation d'indice photoinduite par une irradiation ultraviolette dans le coeur de fibres optiques a été calculée à partir du spectre de diffraction de réseaux de Bragg (chapitre II). L' amplitude de modulation d'indice crête à crête $\Delta n'_1$ de réseaux épais inscrits dans le coeur de préformes est calculée à partir des mesures d'efficacité de diffraction de ces réseaux.

Dans l'annexe, nous nous proposons tout d'abord de définir les conditions d'obtention d'un faisceau diffracté par le réseau épais ainsi que le rendement de diffraction η du réseau. Nous présentons ensuite la théorie développée afin de calculer la modulation d'indice crête à crête à partir de η. Enfin, nous décrivons le dispositif expérimental utilisé pour enregistrer l'efficacité de diffraction.

II - Méthodologie

II - 1 - Conditions nécessaires à l'obtention d'un faisceau diffracté dans l'ordre -1 [1]

Considérons un réseau de Bragg constitué par un système de franges présentant une distribution spatiale parfaitement sinusoïdale de période Λ le

long d'un axe $\overrightarrow{Ox}$. Le faisceau incident est diffracté par les strates du réseau parallèles à l'axe $\overrightarrow{Oz}$ (figure B - 1).

Les rayons tels que (1) et (2) diffractés par deux points homologues situés sur deux strates consécutives sont en phase si la différence de marche entre eux est égale à un nombre entier de longueurs d'onde.

$$n \Lambda (\sin \theta_2 - \sin \theta_1) = p\lambda \qquad (p = 0, \pm 1, \pm 2, ...) \qquad (1)$$

λ représente la longueur d'onde du faisceau incident, θ_1 et θ_2, les angles définis sur la figure B-1. n correspond à l'indice de réfraction moyen du réseau. Cependant, l'équation (1) représente l'équation d'un réseau mince, elle ne tient pas compte de l'épaisseur du réseau.

Dans un réseau épais, l'angle de diffraction θ doit satisfaire, en plus, une autre condition. Des rayons tels que (2) et (3) diffractés par la même strate mais à différentes profondeurs doivent être en phase pour que l'amplitude totale diffractée par une strate sur toute sa longueur soit maximale (figure B-1). La différence de marche $\delta(z)$ entre les rayons (2) et (3) est égale à : $n\, z\, (\cos \theta_1 - \cos \theta_2)$. L'amplitude A diffractée par toute la strate de longueur d est présentée par l'équation (2) [1] :

$$A = \int_0^d a \exp\left(j \frac{2\pi}{\lambda} \delta(z)\right) dz$$

$$= a\, d \exp\left[j \frac{\pi n d}{\lambda} (\cos \theta_1 - \cos \theta_2)\right] \operatorname{sinc}\left[\frac{\pi n d}{\lambda} (\cos \theta_1 - \cos \theta_2)\right] \qquad (2)$$

où a représente l'amplitude diffractée par unité de longueur d'une strate. $|A|$ est maximal pour $\theta = \pm i$. $\theta = i$ correspond au faisceau transmis directement (il s'agit de l'ordre zéro dans l'équation (1)). $\theta = -i$ correspond à la réflexion du faisceau incident sur la strate du réseau (il s'agit de l'ordre -1 dans l'équation (1)). En substituant $\theta = -i$ et $p = -1$ dans l'équation (1), nous obtenons la relation (3)

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{2n\Lambda} \qquad \text{avec } \theta = \theta_1 = -\theta_2 \qquad (3)$$

L'amplitude diffractée par une strate est donc maximale lorsque le faisceau satisfait à la condition (3) appelée ***condition de Bragg****. L'angle θ est alors appelé "****angle de Bragg****".*

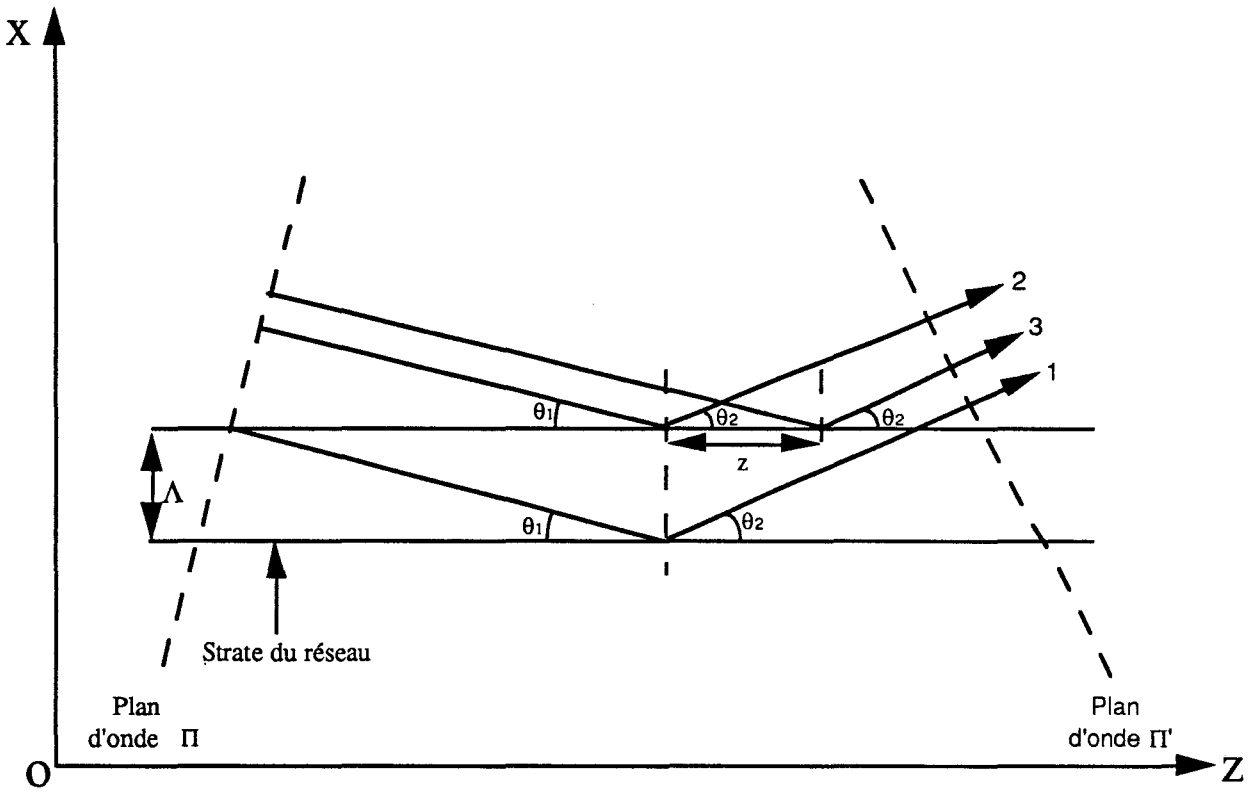


Figure B-1 : Chemin optique de rayons diffractés par deux strates consécutives du réseau

II - 2 - Calcul de la variation d'indice à partir de la mesure du rendement de diffraction η.

Dans la pratique, le rendement de diffraction du réseau est défini comme le quotient entre l'intensité optique diffractée dans l'ordre -1 (I_{-1}) et l'intensité optique transmise dans l'ordre 0 (I_o) [1].

$$\eta = \frac{I_{-1}}{I_o} \qquad (4)$$

Le calcul de la modulation d'indice $\Delta n'_1$ à partir de la mesure du rendement de diffraction s'effectue lorsque la condition de Bragg est réalisée (I_{-1} a atteint une valeur maximale).

Le rendement de diffraction η du réseau est déterminé à partir de la théorie des ondes couplées développée par H. Kogelnik [2]. Cette théorie s'applique à la condition :

i/ - que le milieu où se trouve le réseau soit isotrope et transparent,
ii/ - que l'indice du matériau soit identique à l'indice du milieu ambiant,
iii/ - qu'il s'agisse d'un réseau de phase (réseau non absorbant).

Si la polarisation du faisceau sonde est TE (polarisation perpendiculaire au plan d'incident) le rendement de diffraction est défini par la relation (5a). par ailleurs, η est représenté par la relation (5b) si le faisceau est polarisé parallèlement au plan d'incidence (polarisation TM) [2].

$$\eta_{TE} = \sin^2\left(\frac{\pi \Delta n'_1 d}{\lambda \cos\theta}\right) \qquad (5a)$$

$$\eta_{TM} = \sin^2\left(\frac{\pi \Delta n'_1 d \cos(2\theta)}{\lambda \cos\theta}\right) \qquad (5b)$$

Dans les équations (5), d représente l'épaisseur de l'échantillon.

Cependant, les équations (5a) et (5b) rendent compte du rendement de diffraction calculé dans un matériau d'indice identique à celui du milieu extérieur (hypothèse ii/). Il est donc nécessaire d'inclure dans ces formules les coefficients de Fresnel dûs à la réfraction liées aux dioptres ou matériau.
i représente l'angle d'incidence du faisceau à l'extérieur du matériau et θ l'angle à l'intérieur du matériau d'indice n.L'angle i est relié à l'angle θ par la relation de Descartes :

$$\sin i = n \sin\theta \qquad (6)$$

Dans (6), l'indice de l'air est pris égal à 1.

Les équations (7a) et (7b) s'écrivent alors :

$$\eta_{TE} = \sin^2\left(\frac{\pi \Delta n'_1 d}{\lambda} \frac{1}{\sqrt{1 - \left(\frac{\sin i}{n}\right)^2}}\right) \qquad (7a)$$

$$\eta_{TM} = \sin^2\left(\frac{\pi \Delta n'_1 d}{\lambda} \frac{\left(1 - 2\left(\frac{\sin i}{n}\right)^2\right)}{\sqrt{1 - \left(\frac{\sin i}{n}\right)^2}}\right) \qquad (7b)$$

De ces relations, nous déduisons l'amplitude crête à crête de la modulation d'indice $\Delta n'_1$ (équation (8a) et (8b))

$$\Delta n_1 = \frac{\lambda \sqrt{1 - \left(\frac{\sin i}{n}\right)^2}}{\pi d} \arcsin(\sqrt{\eta_{TE}}) \qquad (8a)$$

$$\Delta n_1 = \frac{\lambda \sqrt{1 - \left(\frac{\sin i}{n}\right)^2}}{\pi d \left(1 - 2\left(\frac{\sin i}{n}\right)^2\right)} \arcsin(\sqrt{\eta_{TM}}) \qquad (8b)$$

II - 3 - Dispositif expérimental

Un réseau est inscrit dans le coeur d'une lame à face parallèle découpée dans une préforme de la façon suivante. Le dispositif d'inscription des réseaux est décrit dans le paragraphe II-2 du chapitre II. La lame est placée contre la face AC du prisme P2 comme indiqué sur la figure B-2. Les conditions d'inscription sont similaires à celles réalisées lors de la fabrication de réseaux dans les fibres.

Le dispositif expérimental utilisé pour déterminer le rendement de diffraction du réseau est présenté sur la figure B-3.
La source lumineuse, nécessairement monochromatique, est constituée d'un laser He-Ne (λ = 632,8 nm). Le faisceau est initialement polarisé orthogonalement au plan d'incidence (polarisation TE). Cependant, une lame demi-onde dont les axes neutres sont placés à 45° de la polarisation incidente permet d'obtenir un faisceau polarisé parallèlement au plan d'incidence (polarisation TM).
Le faisceau est ensuite agrandi par un télescope composé de deux lentilles cylindriques L_1 et L_2. Le grandissement du télescope est égal à 5. Le faisceau est focalisé sur la préforme par une lentille cylindrique L_3 de focale égale à 50 mm.

La largeur totale $l = 2\omega_0$ du faisceau gaussien a été mesurée expérimentalement en translatant une fente (de largeur égale à 2,5 µm), convenablement orientée, dans l'espace occupé par la préforme. Lorsque la

position de la lentille L_3 est optimisée, la largeur totale minimale $2\omega_0$ est de l'ordre de 20 µm.
La longueur du faisceau est égale à 1 mm.

Le faisceau diffracté dans l'ordre -1 (figure B-3) est focalisé par une lentille sphérique sur un photomultiplicateur suivi d'un amplificateur à détection synchrone délivrant une tension continue proportionnelle au flux lumineux reçu par le détecteur. L'intensité du faisceau diffracté est maximale lorsque la condition de Bragg est vérifiée.

L'intensité du faisceau transmis dans l'ordre zéro par le réseau est enregistré par une chaine de mesure identique à celle décrite précédemment. Cependant, il est nécessaire de faire intervenir un facteur correctif β afin de pouvoir définir I_o, si la taille du réseau (typiquement l = 15 µm et 500 µm ≤ L ≤ 1 mm) est inférieure à la taille du faisceau incident sur le réseau.

$$I_o = \beta I \qquad (9a)$$

avec $$\beta = \frac{A_r}{A_i} \qquad (9b)$$

I et A_i représentent respectivement l'intensité et la surface du spot incident sur la préforme. A_r représente la surface du réseau.

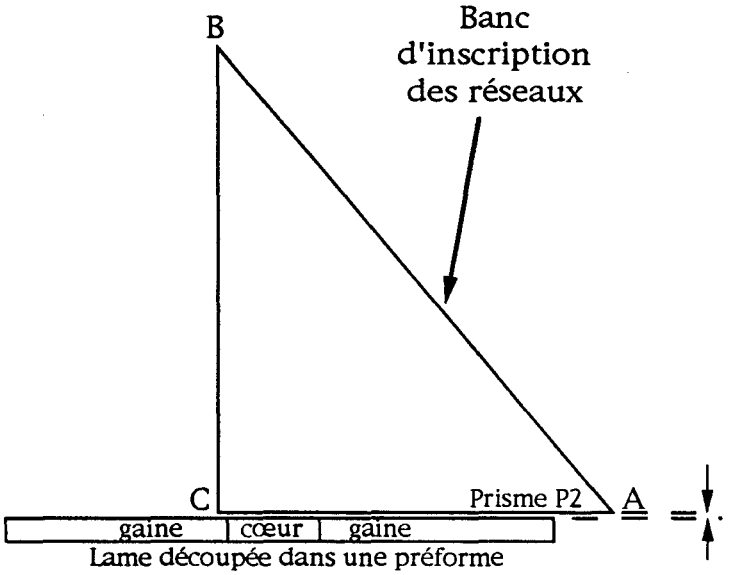


Figure B-2 : détail du dispositif expérimental utilisé pour inscrire un réseau epais dans le cœur d'une préforme

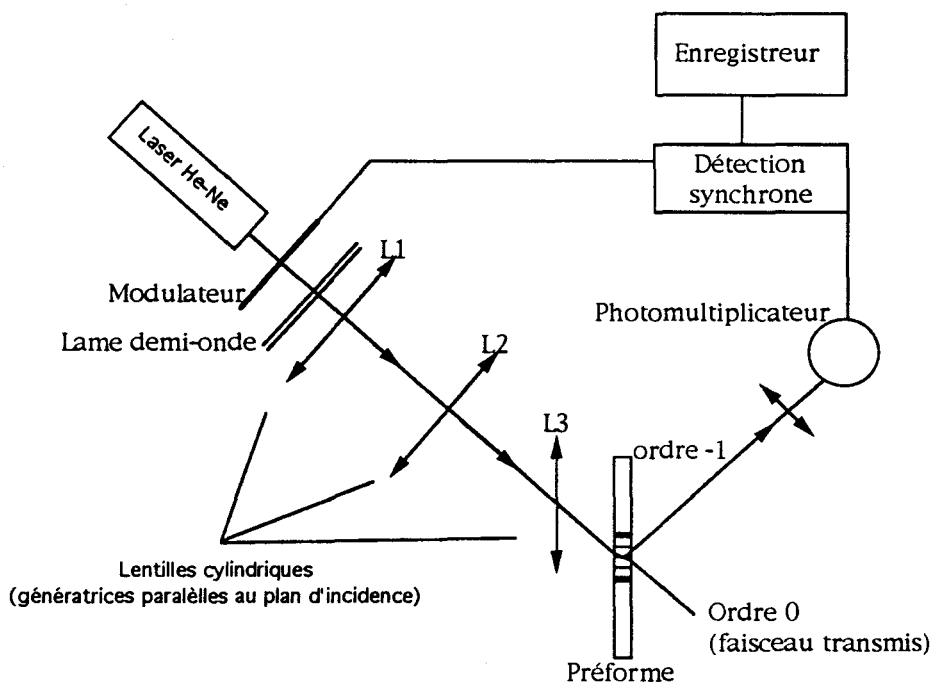


Figure B-3 : Dispositif expérimental utilisé pour mesurer l'efficacite de diffraction d'un réseau

ANNEXE B

Bibliographie

[1] S. Mallick
"Effets d'épaisseur dans les réseaux"
Ecole d'été d'optoélectronique, 1989, pp. 95-111

[2] H. Kogelnik
"Coupled wave theory for thick hologram gratings"
The Bell System Technical Journal, **Vol. 48**, n°9, Nov. 1969
pp. 2909-2947

ANNEXE C

PUBLICATIONS

1. M. Douay, S.Canon, S. Legoubin, **E. Fertein**, P. Bernage, P. Niay, J.F. Bayon et T. Georges
" Formation of Bragg gratings in germanium doped optical fibers using a prism interferometer"
Journal de Physique IV, Juil. 1991, pp. 529-532

2. **E. Fertein**, S. Legoubin, M. Douay, S.Canon, P. Bernage, P. Niay, J.F. Bayon et T. Georges
" Shifts in resonance wavelengths of Bragg gratings during writing or bleaching experiments by U.V. illumination within a germanosilicate fibre "
Elect. Lett., **vol. 27**, n°20, Sept. 1991, pp. 1838-1839

3. S. Legoubin, **E. Fertein**, M. Douay, P. Bernage, P. Niay, J.F. Bayon et T. Georges
" Formation of Moiré grating in core of germanosilicate fibre by transverse holographic double exposure method "
Elect. Lett., **vol. 27**, n°21, Oct. 1991, pp. 1845-1846

4. **E. Fertein**, W.X. Xie, S. Legoubin, M. Douay, P. Bernage, P. Niay, P. Martin, J.F. Bayon et T. Georges
" Fabrication de composants assistés par réseaux: étude de la permanence de l'effet photoréfractif dans des fibres optiques germanosilicates "
ESI publications,Treizièmes Journées professionnelles OPTO 93, Mai 1993, pp. 555-559

5. M. Douay, W.X. Xie, **E. Fertein**, P. Bernage, P. Niay, J.F. Bayon et T. Georges
" Behaviors of spectral transmissions of photorefractive filters written in germania doped fibers: writing and erasing experiments "
Photosensitivity and self-organization in optical fibers and waveguides proceedings SPIE, **vol. 2044**, Aout 1993, pp.88-112

6. M. Douay, **E. Fertein**, W.X. Xie, P. Bernage, P. Niay, J.F. Bayon et T. Georges
" Thermal hysteresis of Bragg wavelengths of intra-core fiber gratings "
IEEE Photo. Tech. Lett., **vol. 5**, n°11, November 1993, pp. 1331-1334

7. P. Cordier, J.C. Doukhan, **E. Fertein**, P. Bernage, P. Niay, J.F. Bayon, T. Georges
"T.E.M. characterization of densification associated to Bragg grating inscription in a germanosilicate optical fibre preform "
Opt. Comm., **vol. 111**, 1 Oct. 1994,pp. 269-275

8. P. Niay, P. Bernage, M. Douay, **E. Fertein**, F. Lahoreau, J.F. Bayon, T. Georges, M. Monerie, P. Ferdinand, S. Rougeault, P. Cetier
" Resistivity of Bragg gratings written in germanosilicate fibres, against γ ray exposure at low dose rate "
I.E.E.E. photo. tech. lett.,**vol. 6**, n°11, Nov. 1994, pp. 1350-1352

COMMUNICATIONS

---

1. E. Fertein, M. Douay, P. Bernage, P. Niay, J.F. Bayon et T. Georges
" Action de différents paramètres physiques sur la transmission spectrale de filtres de Bragg photoinscrits dans des fibres en silice dopée à l'oxyde de germanium "
Communication aux J.N.O.G. 1992, ENSTA Paris, 22-23 Janvier 1992, pp. 179-182

2. E. Fertein, M. Douay, P. Bernage, P. Niay, A. Lorriaux, J. Corset, J.F. Bayon et T. Georges
" Irradiation de fibres et préformes dopées à l'oxyde de germanium par des impulsions lumineuses à 242 nm "
Congrès S.F.P., Lille, 3-4 Septembre 1992

BIBLIOTHÈQUE INTERUNIVERSITAIRE SECTION DE SCIENCES LILLE