the 2000 0550

N° d'ordre : 2379

50376
1998
397

THESE DE DOCTORAT

Présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

Pour obtenir le grade de :

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LILLE

UNIVERSITÉ DES SC ET TECHN. BIBLIOTHÈQUE UNIVERSITAIRE LILLE

Discipline :

LAser, MOlécules, Rayonnement Atmosphérique

par

Bruno LECONTE

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA PHOTOSENSIBILITE DES FIBRES EN SILICE SOUS L'EFFET D'UNE INSOLATION PAR UN LASER A ArF

Soutenue le 1er décembre 1998 devant la commission d'examen :

P. CORDIER	Professeur à l'université de Lille I	Président Examinateur
P. FERDINAND	Ingénieur en chef – CEA Saclay	Rapporteur
F. SANCHEZ	Professeur à l'université de Rouen	Rapporteur
B. POUMELLEC	Chargé de Recherche à l'université Paris Sud	Examinateur
P. SANSONETTI	Ingénieur en chef – Alcatel Alsthom Recherche	Examinateur
P. BERNAGE	Professeur à l'université de Lille I	Directeur de thèse
P. NIAY	Professeur à l'université de Lille I	Directeur de thèse

REMERCIEMENTS

Ce travail de thèse à été réalisé au sein du **L**aboratoire de **D**ynamique **M**oléculaire et **P**hotonique, à l'**U**niversité des **S**ciences et **T**echnologies de **L**ille. J'ai bénéficié d'un contrat de Docteur Ingénieur, cofinancé par le C.N.R.S. et la région Nord-Pas-de Calais, pour réaliser ces travaux. Je remercie la délégation régionale du CNRS ainsi que la région Nord-Pas-de Calais pour leur soutien financier.

J'exprimerai tout d'abord ma reconnaissance à Jean Michel ROBBE, directeur du L.D.M.P. en 1995 pour son accueil dans le laboratoire. Je voudrais ensuite vivement remercier Pierre NIAY et Pascal BERNAGE qui ont accepté de diriger mon travail de thèse. Ils ont contribué à mon intégration au sein de l'équipe PHOTONIQUE et guidé mon travail de recherche. J'ai apprécié leur soutien tout au long de ces trois années ainsi que la grande part d'initiative qu'ils m'ont laissé dans le choix des voies à explorer.

Je remercie Pierre FERDINAND et François SANCHEZ de m'avoir fait l'honneur d'accepter d'être rapporteurs de ce travail de thèse.

Je remercie sincèrement Patrick CORDIER, Bertrand POUMELLEC, Pierre SANSONETTI d'avoir accepté de participer à ce jury de thèse.

Je voudrais aussi exprimer ma reconnaissance à l'ensemble des membres du L.D.M.P. et du L.S.H. avec lesquels j'ai eu de nombreuses fois l'occasion de travailler. Je salue plus particulièrement : Mohamed BOUAZAOUI, Mohamed BENATSOU, Weng Xiang XIE, Gilbert MARTINELLI pour ses nombreuses idées, Jean PESEZ et Jonathan COURBE pour leur aide technique, Marie-Thérèse LEDEE pour sa disponibilité et son aide.

J'associe à ces remerciements tous mes collègues et amis pour leur soutien, leur aide mais aussi pour leur bonne humeur : Yves QUIQUEMPOIS, David RAMECOURT, Dominique RAZAFIMAHATRATRA, Olivier RIGAL.

C'est certainement la compagne du thésard qui a le plus grand mérite. Traverser indemne les années de thèse, avec ses hauts et ses bas, est une épreuve initiatique. Merci Mariannick pour ton soutien, ta patience et tes conseils tout au long de ce parcours.

Introduction

L'insolation d'un verre ou d'une fibre optique silicate par le rayonnement provenant d'une source lumineuse convenablement choisie provoque une modification permanente de l'indice de réfraction du matériau. Cet effet est désigné sous le nom de photosensibilité[1,2]. Il s'agit d'un phénomène complexe difficile à quantifier en raison des nombreux paramètres dont il dépend. La valeur de la modification d'indice de réfraction créée par l'insolation du verre dépend, en effet, non seulement des conditions de l'insolation[1,2,3,4,5,6] (nature de la source laser utilisée, durée d'insolation, irradiance moyenne et distribution d'irradiance sur le matériau par exemple), de la nature chimique du verre silicate (présence de dopants[7,8] ou de gaz occlus[9]) mais aussi de son histoire thermomécanique[10].

L'estimation de la photosensibilité d'un verre peut être effectuée selon une approche pragmatique : le verre est insolé pendant une durée raisonnable (5 à 10 minutes par exemple), selon des conditions d'irradiance bien précises, la modification photoinduite d'indice de réfraction étant, par la suite, mesurée au moyen d'un dispositif optique adapté. Cette façon de procéder masque la complexité des phénomènes physiques et photochimiques mis en jeu lors de l'insolation. Le plus souvent, il apparaît nécessaire d'enregistrer non seulement l'évolution de la variation d'indice de réfraction en fonction de la durée de l'insolation mais aussi de nombreuses autres données caractéristiques du verre. L'exemple le plus pertinent nous est fourni par la modification du spectre d'absorption du matériau, liée à celle de l'indice de réfraction par une relation du type Kramers-Kronig[11,12,13,14]. L'étude de ce photochromisme fournit des renseignements sur la nature des centres de défauts absorbants mis en jeu dans le mécanisme de la photosensibilité. De même, l'ingénieur qui utilise la photosensibilité pour réaliser des composants optiques ne peut restreindre ses connaissances à la seule valeur de la variation d'indice de réfraction et à son évolution longitudinale le long d'une fibre optique. Beaucoup d'autres effets créés lors de l'insolation doivent être pris en compte. Il en est ainsi des modifications des spectres d'absorption[12], de l'évolution de paramètres caractérisant le matériau (coefficient de diffusion de Rayleigh[15] par exemple) jusqu'aux phénomènes liés à l'évolution de l'environnement d'ions inclus dans la matrice vitreuse qui peut se traduire par une diminution de l'efficacité de la luminescence d'ions de terres rares[16,17].

Lorsque je suis arrivé au laboratoire en octobre 1995, une grande partie des travaux effectués par les différentes équipes concernées par ce sujet avait été consacrée à l'étude de la photosensibilité des verres ou fibres germanosilicates. L'opinion généralement admise consistait à supposer que la photosensibilité de ces matériaux trouve son origine dans l'existence d'une bande d'absorption intense située vers 5 eV[11]. Cette bande, attribuée à différents défauts de type « lacunes d'oxygène » (GODC = Germanium Oxygen Defect Center)[18,19], est créée par le dopage de la silice avec le germanium. De ce fait, la plupart des sources laser utilisées pour procéder à l'insolation lumineuse émettaient des radiations de longueur d'onde (λ = 240 nm - 248 nm) en résonance avec la bande des défauts GODC. Sous l'effet de l'insolation par ce rayonnement, la bande d'absorption « GODC » se blanchit partiellement[11]. Ce blanchiment s'accompagne de la formation d'autres bandes de défauts (centres paramagnétiques ou diamagnétiques) localisées dans l'ultraviolet ou l'ultraviolet du vide. Un modèle de la photosensibilité (modèle des centres colorés) attribue la photosensibilité à la formation de ces centres de défauts. Les variations d'indice photoinduites Δn dans les fibres fabriquées selon les normes des télécommunications dépassaient rarement 10^{-4} [i], et ceci aussi bien lorsque les sources utilisées pour l'insolation fonctionnent en régime continu ou en régime d'impulsion. Cet ordre de grandeur des variations d'indice de réfraction s'avérait trop faible pour de nombreuses applications. De ce fait, une recherche très active s'était développée afin d'augmenter la photosensibilité des verres germanosilicates. L'idée la plus commune consistait à supposer que, puisque la photosensibilité est directement liée à l'existence de la bande « GODC », il est nécessaire d'augmenter la concentration initiale des défauts GODC pour accroître la photosensibilité du verre. Il suffit pour cela d'élaborer le verre dans des conditions réductrices[20] et de le doper avec des concentrations en oxyde de germanium plus importantes que celles utilisées (quelques % mol) dans les fibres de télécommunication. Les limites de cette méthode sont très vites apparues. Ainsi dès 1993 notre laboratoire a montré que le dopage des fibres par une concentration forte (> 15 % mol) en oxyde de germanium conduit à une cinétique complexe de formation de réseaux de Bragg (réseaux de type IIA)[21,22]. Ces réseaux de Bragg possèdent des propriétés particulières (niveau de pertes important par exemple) qui peuvent les rendre impropres à certaines applications. Par ailleurs, la fibre la plus photosensible ($\Delta n > 10^{-3}$) dont disposait le laboratoire (fibre CNET ref BPG 285) quoique assez fortement dopée à l'oxyde de germanium (11,5 % mol de GeO_2) est caractérisée

[i] Seul un article faisait état de variations d'indice de réfraction photoinduites de l'ordre de 10^{-3} dans une fibre de type télécommunication, non photosensibilisée[23].

par une bande d'absorption vers 5 eV présentant une intensité faible (pic d'absorption égal à 30 cm^{-1} à comparer à l'ordre de grandeur typique $\approx$ 200 cm^{-1}). De ce fait, la variation d'indice photoinduite n'est pas proportionnelle à la concentration initiale du matériau en défauts GODC. Une autre voie a consisté à examiner l'influence de l'introduction de codopants sur la photosensibilité des verres germanosilicates. Parmi tous les éléments ayant fait l'objet d'essais (P[24], Sn[15], Al, B[25], N[7] par exemple), le codopage par du bore s'est révélé le plus efficace. En effet, des variations d'indice de l'ordre de 10^{-3} sont créées de façon courante dans des verres ou fibres germanosilicates codopés par cet élément chimique. Selon M. G. Sceats[26], l'insolation de verres ou de fibres germanosilicates par une radiation de longueur d'onde voisine de 244 nm provoque une photoionisation des défauts GODC (blanchiment de la bande d'absorption vers 5 eV), le bore piège les électrons libérés et inhibe la recapture des électrons par les atomes de germanium bloquant ainsi la réaction inverse de reformation du défaut GODC. Bien que d'une mise en œuvre simple, cette méthode d'augmentation de la photosensibilité souffre d'un inconvénient qui peut se révéler gênant dans les applications : la permanence de la variation d'indice s'avère moins bonne qu'avec les verres non codopés[27]. Deux autres méthodes d'augmentation de la photosensibilité des fibres germanosilicates ont été également proposées à cette époque. La première méthode consiste à chauffer la fibre vers 1600°C avec la flamme d'un chalumeau à hydrogène[28]. En raison de sa complexité, cette méthode n'est pas mise en œuvre dans notre laboratoire. La deuxième méthode consiste à faire diffuser de l'hydrogène moléculaire sous une forte pression (typiquement 100 - 200 bars) dans le cœur de la fibre ou dans le verre germanosilicate[9,29]. Ce traitement, effectué à température ambiante, préalablement à l'insolation par un laser de longueur d'onde 244 nm, augmente fortement la photosensibilité du matériau. Dans ces conditions, les variations photoinduites d'indice de réfraction se situent dans la gamme (10^{-3} – 10^{-2}). Les mécanismes de la photosensibilisation du verre par chargement en hydrogène ne sont pas encore parfaitement élucidés. Cette étude est en cours dans notre laboratoire (Caroline Dalle). La photosensibilisation ne semblait pas provenir directement de l'existence d'une réaction entre l'hydrogène moléculaire et les défauts GODC. En effet, dès 1994, J. Albert *et al.* ont montré[4] que l'intensité de la bande d'absorption attribuée aux défauts GODC n'est pas modifiée par le chargement du verre en hydrogène[ii]. Bien que très efficace, la méthode d'hydrogénation présente de nombreux inconvénients sur le plan pratique. Ainsi, après l'inscription d'un réseau de Bragg dans la fibre, il est nécessaire de faire dégazer l'hydrogène résiduel (non consommé par la

[ii] Certaines équipes signalent que le spectre d'absorption ultraviolet d'un verre germanosilicate se trouve légèrement modifié lorsque la durée du chargement excède 4 semaines.

photoinscription) par exemple en chauffant la fibre à 80 °C pendant 48 heures. La prédiction de l'évolution de la longueur d'onde de résonance du réseau de Bragg au cours de cette opération s'avère problématique si une précision de l'ordre de 0,1 nm est recherchée. L'inscription d'un réseau de Bragg dans une fibre germanosilicate hydrogénée s'accompagne de la formation de pertes en excès situées dans une région spectrale qui s'étend de l'ultraviolet[30] à l'infrarouge[9,29,31]. Enfin, le degré de permanence des réseaux s'avère plus difficile à prédire lorsque l'inscription a été réalisée dans une fibre hydrogénée que dans une fibre non traitée. En effet, l'évolution de la variation photoinduite d'indice de réfraction en fonction du temps et de la température de la fibre préalablement traitée ne suit pas[32] les lois analytiques établies par T. Erdogan *et al.*[33] pour des modulations d'indice de réfraction photoinduites dans des fibres germanosilicates non traitées.

En 1995, il était donc clairement admis dans le laboratoire, que la propriété pour un verre germanosilicate d'être très photosensible n'est pas nécessairement corrélée à l'existence d'une bande intense d'absorption vers 5 eV. Par ailleurs, T. Taunay mon prédécesseur au LDMP s'était intéressé à la photosensibilité de fibres aluminosilicates codopées par des ions de terres rares[34,35]. Les objectifs de son étude étaient de nature très diverses. Il s'agissait tout d'abord d'établir si l'existence d'un mécanisme de photoionisation constitue une condition nécessaire à l'obtention d'une photosensibilité dans ce type de verres comme cela semblait être le cas dans les verres germanosilicates. T. Taunay a donc étudié la photosensibilité de fibres codopées avec des ions susceptibles d'exister dans le verre aluminosilicate sous des degrés d'oxydation 3 et 4 (Ce^{3+}, Tb^{3+}) ou avec des ions ne pouvant s'incorporer dans les matrices silicates que sous le degré d'oxydation 3 (Tm^{3+} ou Er^{3+}). Le deuxième objectif de T. Taunay était d'ordre technologique. La recherche d'une photosensibilité suffisante pour photoinduire des changements d'indice de l'ordre de $1x10^{-3}$ dans une fibre aluminosilicate constituait en effet un premier pas vers la réalisation de lasers à structure DFB[36,37]. Il est bien établi que les matrices aluminosilicates acceptent l'incorporation d'ions de terres rares à des concentrations plus fortes sans formation d'agrégat que les verres germanosilicates[38]. Elles constituent donc un excellent milieu laser a priori adapté à la réalisation de fibres à grand gain. Au cours de son étude T. Taunay a obtenu les résultats suivants. Le chargement des fibres aluminosilicates par de l'hydrogène moléculaire les rend photosensibles à la condition qu'elles soient codopées par des ions de terre rare. Ainsi, l'existence d'un mécanisme de photoionisation de la terre rare ne constitue pas une condition nécessaire à l'obtention de la photosensibilité des fibres aluminosilicates codopées par des terres rares. Il s'est cependant avéré que la photosensibilité de la fibre codopée par des ions Er^{3+} reste limitée à $5x10^{-5}$.

La photosensibilité des fibres est d'autant plus grande que la longueur d'onde de la radiation de pompe se situe dans l'ultraviolet. En raison des moyens dont disposait à cette époque le laboratoire, le domaine spectral correspondait à des radiations de pompe de longueur d'onde comprises dans l'intervalle [235 nm – 290 nm]. Ce travail a fait apparaître un autre résultat important : le maximum de photosensibilité des fibres aluminosilicates hydrogénées n'est pas obtenu lorsque la radiation de pompe est en résonance avec une transition d'absorption de la terre rare.

A la même époque, l'équipe de K.O. Hill[4] a souligné l'intérêt que présente l'utilisation d'un laser de courte longueur d'onde pour photoinscrire des réseaux de Bragg dans des fibres germanosilicates hydrogénées et non hydrogénées. L'insolation de ces fibres par une radiation de longueur d'onde 193 nm en provenance d'un laser excimère à mélange ArF augmente l'indice de réfraction du cœur de la fibre. L'ordre de grandeur du changement d'indice créé dans les fibres hydrogénées est similaire à celui mesuré lorsque l'insolation est réalisée avec une radiation de longueur d'onde proche de 244 nm[39]. La cinétique du changement d'indice créé lors de l'insolation par le laser à excimère ArF est toutefois significativement plus rapide. Dans les fibres du type de celles utilisées dans les télécommunications, l'utilisation du laser à ArF est particulièrement avantageuse puisqu'il n'est plus nécessaire de charger la fibre en hydrogène pour créer des variations d'indice de réfraction supérieures à 10^{-5}. L'absorption linéaire des verres germanosilicates à la longueur d'onde 193 nm correspond à l'aile d'une bande d'absorption dont le pic se situe vers 175-180 nm. Elle est en général significativement plus faible qu'à 244 nm. Ce résultat apportait la confirmation qu'il n'est pas nécessaire de pomper la transition à 5 eV (et donc de photoioniser les défauts GODC[iii]) pour créer des changements d'indice de réfraction importants.

Dans ce contexte, il m'a été proposé d'étudier les mécanismes de la photosensibilité des verres germanosilicates en procédant à des insolations à l'aide d'un laser émettant une radiation de longueur d'onde 193 nm. Il m'a également été demandé d'évaluer dans quelle mesure l'utilisation d'un laser à ArF émettant à 193 nm permet de créer des variations d'indice de réfraction importantes dans les fibres aluminosilicates, tout en estimant s'il est nécessaire d'hydrogéner pour atteindre cet objectif. Je me suis intéressé plus particulièrement à la

[iii] Cette affirmation n'est correcte que si l'on admet que la bande d'absorption dont le pic se situe vers 180 nm n'est pas attribuée à GODC.

photoinscription de réseaux de Bragg dans des fibres aluminosilicates dopées par des ions de terres rares : le laboratoire poursuivait alors l'objectif de fabriquer des lasers à fibre à structure DFB[36,37] de façon à obtenir une émission mono-fréquence. Cette matrice vitreuse semblait à cette époque constituer un excellent support pour réaliser ces lasers. J'ai ainsi été amené à participer à l'évaluation de la faisabilité de ce projet en étudiant non seulement la photosensibilité de ce type de fibres mais aussi différents mécanismes de pertes qui résultent de la photoinscription de réseaux. Toutes les fibres optiques silicates fournies par le CNET se sont révélées photosensibles lors de leur insolation par un laser ArF, même si cette photosensibilité est restée parfois très faible.

Le laboratoire a établi une collaboration avec le laboratoire FORC (Fibre Optics Research Center, Directeur Pr. E. Dianov) du General Institute of Physics à Moscou. Ce laboratoire possède la maîtrise de la fabrication d'une fibre en silice à cœur dopée par de l'azote (méthode de fabrication selon la technique SPCVD[40]). Cette fibre présente une résistance aux radiations gamma comparable à celle des fibres en silice pure[41]. Le laboratoire FORC n'avait pas réussi à inscrire des réseaux de Bragg dans cette fibre : il ne disposait à cette époque que d'un montage dans lequel les essais de photoinscription étaient réalisés à l'aide d'un laser de longueur d'onde voisine de 244 nm. Notre laboratoire avait établi en 1994 une collaboration avec le CEA de Saclay (P. Ferdinand) au cours de laquelle il avait été démontré que les caractéristiques spectrales des réseaux de Bragg photoinscrits dans des fibres germanosilicates n'évoluent pas de manière sensible sous l'effet d'une irradiation gamma, alors que la transparence de la fibre chute fortement[42]. Les réseaux de Bragg constituent donc des candidats potentiels pour réaliser des capteurs optiques (capteurs de déformations ou de température par exemple) susceptibles d'être utilisés en environnement hostile. Il est nécessaire, pour cela, d'être en mesure de les réaliser dans une fibre dont le facteur de transmission évolue peu sous l'effet d'une irradiation gamma, comme c'est le cas de la fibre silicate dopée par de l'azote. Il m'a donc été proposé de saisir cette opportunité et d'étudier la faisabilité de photoinscription de réseaux dans ces fibres. Devant le succès de l'opération, j'ai été amené à étudier quelques propriétés de ces réseaux.

Le mémoire est organisé de la façon suivante :

Le contenu du chapitre I correspond à une description des principes et dispositifs utilisés pour étudier la photosensibilité des verres et fibres optiques en silice. Cette section traite, par

ailleurs, des limites des dispositifs utilisés ainsi que des moyens de contrôle mis en œuvre pour vérifier la validité des résultats obtenus.

La première partie du chapitre II est consacrée à l'étude de la photosensibilité de verres germanosilicates fabriqués selon la méthode MCVD. Les insolations sont réalisées au moyen d'un laser émettant une radiation de longueur d'onde 193 nm. Les principaux résultats sont, chaque fois que c'est possible, comparés à ceux qui ont été obtenus lorsque ces mêmes verres sont insolés par des radiations de longueur d'onde proche de 244 nm. Le choix d'une approche comparative est délibéré. Il a pour but de marquer de la manière la plus significative possible les avantages ou inconvénients qui résultent de l'utilisation de cette longueur d'onde (193 nm). Dans la deuxième partie de ce chapitre nous étudions différents phénomènes mis en jeu dans la photosensibilité des fibres optiques. Il s'agit principalement des excès de pertes et de la densification photoélastique. Un modèle théorique destiné à mieux prendre en compte l'aspect local des excès de pertes photoinduites dans les fibres optiques est ensuite présenté. Ce modèle utilise le formalisme de Kramers-Kronig et permet de calculer, à chaque instant, de l'insolation la contribution des centres colorés étudiés à la modulation d'indice de réfraction et à la variation d'indice de réfraction moyen (moyenne spatiale) du cœur de la fibre. La région spectrale où sont analysés les spectres d'excès de pertes s'étend de 210 à 350 nm. Par ailleurs, l'étude du photochromisme fournit des renseignements sur la nature des centres de défauts absorbants mis en jeu dans le mécanisme de la photosensibilité. L'évolution des populations des différents centres de défauts absorbant dans la gamme spectrale [210 nm – 400 nm], déduite de l'étude du photochromisme, est mise en parallèle avec l'évolution de l'indice de réfraction. Ce chapitre s'achève par une étude préliminaire du phénomène de densification induite par une insolation réalisée dans un verre germanosilicate à l'aide d'un laser à ArF.

Le chapitre III présente un caractère plus phénoménologique. Il s'articule autour de deux axes. Le premier est consacré à l'étude de la photosensibilité de fibres aluminosilicates lorsqu'elles sont insolées par un rayonnement ultraviolet de longueur d'onde 193 nm. Ce thème permet d'aborder certains points cruciaux relatifs à la réalisation de composants actifs dans des fibres optiques aluminosilicates dopées par des ions de terre rare.

Le thème du chapitre IV est relatif à une étude de la photosensibilité de fibres optiques en silice dont le cœur est dopé par de l'azote. Ce travail permet d'évaluer l'intérêt qu'offre cette fibre pour des applications de type capteurs distribués en environnement hostile.

CHAPITRE I : MONTAGES ET MÉTHODES EXPÉRIMENTALES UTILISÉS POUR ESTIMER LA PHOTOSENSIBILITÉ DES FIBRES OPTIQUES OU DES VERRES MASSIFS

1. Introduction 10

2. Variations photoinduites d'indice de réfraction déduites des caractéristiques spectrales de réseaux de Bragg 12

2.1. Généralités 12

2.2. Principe de la méthode de mesure 15

2.3. Dispositifs d'inscription et d'analyse 20

2.4. Validité et précision de la méthode de mesure des variations photoinduites de l'indice de réfraction du cœur d'une fibre optique 42

3. Méthode expérimentale utilisée pour estimer la photosensibilité des verres de préforme 65

3.1. Introduction 65

3.2. Principe de la méthode de mesure 65

3.3. Descriptif du montage expérimental 68

4. Mesure des excès de pertes dans les fibres optiques ou verres de préformes 69

4.1. Introduction 69

4.2. Descriptif du montage expérimental 70

5. Descriptif des méthodes de destruction thermique des réseaux de Bragg 75

5.1. Introduction 75

5.2. Méthode de destruction isochrone 76

5.3. Méthode de destruction isotherme 77

6. Diffusion d'hydrogène ou de deutérium gazeux dans les fibres optiques ou lames de préformes 78

6.1. Principe 78

6.2. Dispositif expérimental 81

6.3. Protocole expérimental 81

7. Conclusion 82

Chapitre I: Montages et Méthodes expérimentales utilisés pour estimer la photosensibilité des fibres optiques ou des verres massifs

1. Introduction

Les méthodes de mesure de variations d'indice photoinduite dans une fibre optique peuvent être schématiquement classées selon deux catégories.

La première catégorie regroupe les **méthodes interférométries** basées sur la mesure d'une variation de phase optique créée par la variation photoinduite d'indice de réfraction. Un interféromètre à deux ondes de type Mach Zenhder à fibre optique[12] est fréquemment utilisé pour atteindre cet objectif. Cet interféromètre est réalisé en connectant les ports de sortie et d'entée respectifs de deux coupleurs 50/50 deux vers deux. L'expérience consiste à insoler une petite portion de la fibre constituant l'un des bras de l'interféromètre. La variation d'indice de réfraction créée par l'insolation ultraviolette se traduit par une variation de différence de marche entre les deux bras de l'interféromètre supposé déséquilibré. Cette variation de différence de marche peut être estimée en mesurant, par exemple, le déplacement spectral des franges du spectre cannelé produit lorsque le flux lumineux issu d'une source à spectre large est injecté dans le port d'entrée de l'interféromètre. Une autre façon de procéder consiste à réaliser un interféromètre de type Fabry-Perot[43] dans une fibre monomode en y inscrivant deux réseaux de Bragg identiques séparés par une portion de fibre de longueur égale à environ 1 cm. L'insolation de cette portion de fibre se traduit par un déplacement du système de franges constituant la réponse spectrale du Fabry-Perot. La mesure de ce déplacement permet d'estimer la variation photoinduite d'indice effectif du mode fondamental qui se propage dans la fibre.

La seconde catégorie regroupe les **méthodes** dites **indirectes**. Il s'agit cette fois de relier la variation d'indice photoinduite à une grandeur qui peut être estimée avec plus de facilité que ne peut l'être une variation de phase. Ainsi, une méthode indirecte peut consister à

relever les caractéristiques spectrales d'un réseau d'indice de réfraction[11], photoinscrit dans le cœur de la fibre ou dans un verre massif (réseau de Bragg par exemple). Cette dernière méthode, de loin la plus utilisée, correspond à celle qui a été mise en œuvre lors des mesures présentées dans ce mémoire.

La notion de réseau de type Bragg photoinscrit dans une fibre optique est tout d'abord définie. Il est en particulier montré comment la mesure de quelques caractéristiques spectrales du réseau permet d'estimer les variations d'indice photoinduites. Les dispositifs expérimentaux utilisés pour réaliser la photoinscription des réseaux de Bragg ainsi que pour caractériser leur réponse spectrale sont ensuite présentés. Certains montages, réalisés par mes prédécesseurs (explicités en détail dans la référence 44) sont décrits succinctement. Le montage à masque de phase mis en place, par moi-même, dans le cadre de l'utilisation d'un laser excimère à mélange ArF est présenté de façon plus exhaustive. Les limites d'utilisation de ce type de banc expérimental sont estimées en tenant compte des caractéristiques des sources disponibles dans le laboratoire. Lors de nos études, il a été nécessaire d'évaluer des variations d'indice de réfraction photoinduites dans des lames de préforme de fibres optiques. Il est expliqué dans ce chapitre de quelle manière la mesure de l'efficacité de diffraction d'un réseau de Bragg inscrit dans une lame de préforme permet d'atteindre cet objectif.

Comme nous le montrons dans le chapitre II, l'insolation de fibres optiques (ou de lames de préforme) par le rayonnement issu d'un laser ultraviolet provoque une modification de la transmission de l'échantillon insolé sur une large gamme spectrale. Les systèmes de mesure que nous avons utilisés à ces fins et leurs conditions d'utilisation sont décrits dans ce chapitre.

Les tests de vieillissement accélérés de réseaux de Bragg photoinscrits fournissent des informations sur la stabilité thermique des centres de défauts ou des modifications structurales produites lors des insolations. Ils permettent également de prédire la durée de vie des composants photoinscrits. La méthodologie suivie pour procéder à ces tests fait l'objet d'une partie de ce chapitre.

La diffusion d'hydrogène, sous forte pression, dans des fibres optiques ou des lames de préforme permet le plus souvent d'améliorer la photosensibilité de ces matériaux. Le

chapitre I s'achève par la description de la procédure que nous suivons pour appliquer ce traitement aux fibres optiques et aux lames de préformes.

2. Variations photoinduites d'indice de réfraction déduites des caractéristiques spectrales de réseaux de Bragg

2.1. Généralités

L'insolation d'une fibre à cœur photosensible par un champ de franges, à profil d'éclairement sinusoïdal le long de l'axe ***Oz*** de la fibre, crée une modulation de l'indice de réfraction du cœur de la fibre qui reproduit avec une plus ou moins grande fidélité le profil d'éclairement spatial de ce champ de franges. Dans la suite, la modulation d'indice de réfraction est supposée périodique le long de l'axe ***Oz*** sur la longueur du réseau et limitée à la seule section transverse du cœur de la fibre. Cette perturbation de l'indice de réfraction est appelée réseau de Bragg. Elle permet sous certaines conditions le couplage entre des modes de propagation contra-directifs ou co-directifs.

Λ désigne le pas du réseau d'indice, et λ la longueur d'onde de l'onde optique, guidée ou non, qui se propage dans la fibre. L'ordre de grandeur du rapport Λ/λ définit la nature des modes pour lesquels le couplage peut se révéler efficace. La figure 1 décrit les trois types de couplages les plus fréquemment réalisés. Sur ce schéma, les valeurs autorisées des constantes de propagation longitudinales des deux ondes dont le couplage est étudié (β_1 et β_2) sont quantifiées sur l'axe β. Classiquement, n_1 et n_2 représentent respectivement l'indice de réfraction du cœur de la fibre optique et l'indice de réfraction de la gaine optique. Le schéma ***(a)*** de la figure 1 décrit le cas du couplage du mode guidé (caractérisé par β_1) et du mode contra-propagatif (caractérisé par β_2 ; $|\beta_1| \approx |\beta_2|$)^2. Le schéma ***(b)*** de la figure 1 représente le couplage du mode guidé (caractérisé par β_1) et d'un mode de propagation (caractérisé par β_2) correspondant à la propagation dans la gaine de la fibre optique ($n_2 > 1$ par conséquent la gaine optique de la fibre peut se comporter à son tour comme un guide d'onde si le matériau qui l'entoure possède un indice inférieur à n_2)[45]. Le mode de gaine considéré dans ce cas est

contra-propagatif. Les deux premiers schémas de la figure 1 correspondent à des réseaux dits à pas court. Il est également possible d'établir un couplage entre le mode guidé fondamental et les modes de gaine co-directifs, ce cas est décrit sur le schéma *(c)* de la figure 1. Dans ce cas, le pas du réseau Λ doit être *long*, c'est à dire $\Lambda >> \lambda$[45].

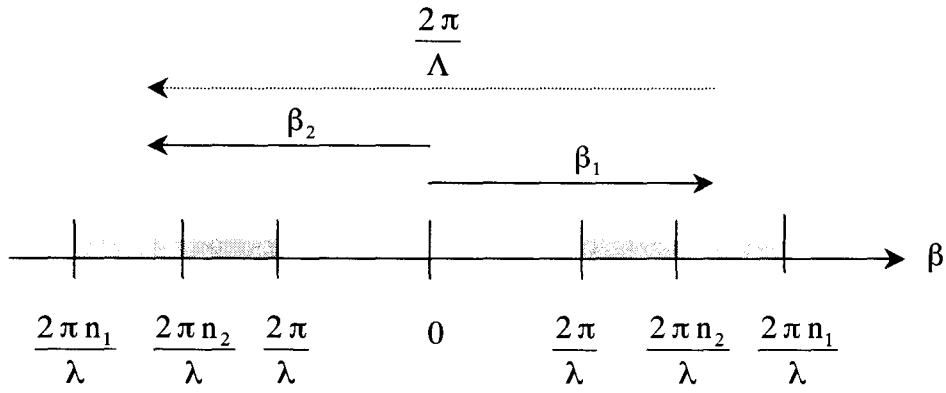


Figure 1(a) : Couplage des modes guidés co-directifs et contra-propagatif

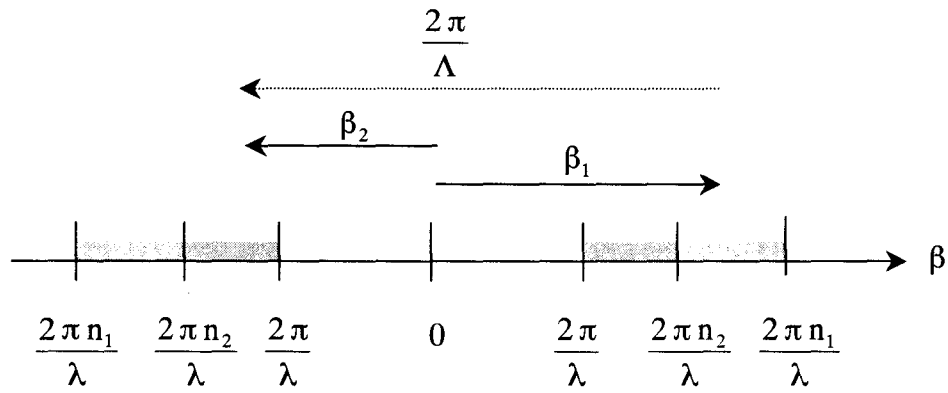


Figure 1(b) : Couplage d'un mode guidé vers un mode de gaine contra-propagatif

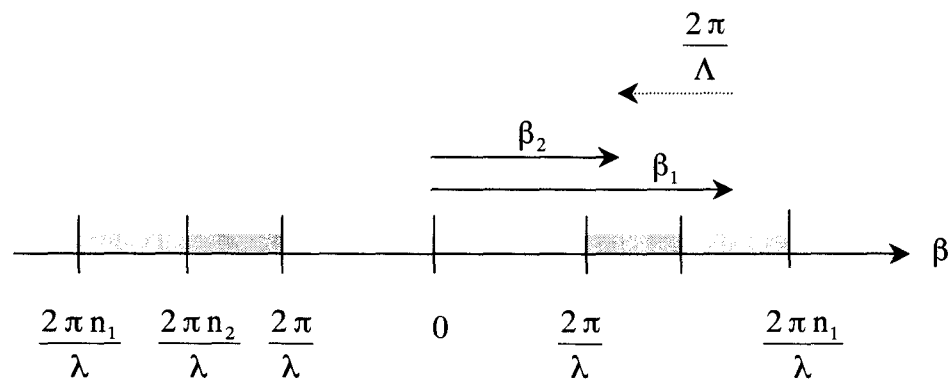


Figure 1(c) : Couplage d'un mode guidé vers un mode de gaine co-propagatif

Les diagrammes présentés sur la figure 1 traduisent une condition de résonance que doit vérifier la longueur d'onde du rayonnement qui se propage dans la fibre pour que l'efficacité de couplage entre les deux modes envisagés soit maximale.

Pour que le couplage entre les deux modes soit efficace, une condition nécessaire doit être vérifiée. Afin de présenter cette autre condition sous une forme simplifiée, les deux modes couplés, identifiés par les indices i et j, sont supposés linéairement polarisés (approximation des modes LP dont la condition de validité est précisée dans la suite du paragraphe). La direction de polarisation est parallèle au plan perpendiculaire à l'axe ***Oz*** de la fibre. L'amplitude du champ optique correspondant à chaque mode est représentée dans le plan ***Oxy*** par la fonction $\psi(x,y)$. La pulsation des ondes optiques est égale à ω. La variation d'indice de réfraction créée dans le plan transverse de la fibre par l'insolation est supposée de la forme **(1)**.

$$\Delta n(x,y,z) = \Delta n(x,y).\left(1+\cos\left(\frac{2\pi.z}{\Lambda}\right)\right) \qquad \textbf{(1)}$$

La relation **(2)** correspond à l'expression analytique du coefficient de couplage des deux modes[45].

$$K_{ij} = \int_{-\infty}^{+\infty}\int \; n\cdot\frac{\omega}{4}\cdot\Delta n(x,y)\cdot\psi_i(x,y)\cdot\psi_j(x,y)\cdot dx\cdot dy \qquad \textbf{(2)}$$

Le paramètre K_{ij} fournit une mesure de l'efficacité de diffraction du réseau qui doit bien sûr être différente de zéro pour que le couplage entre les deux modes soit efficace.

$$K_{ij} \neq 0 \qquad \textbf{(3)}$$

En raison de l'orthogonalité des modes de nature différente (i≠j), K_{ij} est nul si la modulation d'indice de réfraction est uniforme sur la section transverse de la fibre. En général, seul le cœur de la fibre est photosensible, si bien que l'intégrale **(2)** peut être limitée à ce cœur et K_{ij} est différent de zéro.

Le cas (**a**), décrit sur la figure 1, correspond au cas du réseau de Bragg faisant l'objet de l'étude. L'efficacité de couplage est maximale lorsque la longueur d'onde de l'onde optique qui se propage satisfait la condition de résonance de type Bragg :

$$\lambda_{B1} = 2.n_{eff}.\Lambda \qquad (4)$$

La figure 2 représente le schéma de principe d'un réseau de Bragg inscrit dans une fibre optique monomode. Un réseau de Bragg est caractérisé par son spectre en transmission, par l'existence ou non de modes de gaines [couplage décrit sur la figure 1(b)] et par d'autres paramètres (coefficient d'absorption, coefficient de diffusion Rayleigh, degré de permanence...).

2.2. Principe de la méthode de mesure

Il faut maintenant rappeler comment la détermination de certaines caractéristiques spectrales d'un réseau de Bragg photoinscrit (longueur d'onde de Bragg, réflectivité du réseau) permet de mesurer les modifications du profil d'indice de réfraction de la fibre créées par l'insolation.

La variation de l'intensité lumineuse ultraviolette est supposée parfaitement sinusoïdale le long de l'axe ***Oz*** de la fibre insolée et nulle partout ailleurs :

$$\begin{cases} I(z) = I_0.\left(1 + V.\cos\left(\dfrac{2.\pi.z}{\Lambda}\right)\right) & \text{pour } 0 \le z \le L \\ I(z) = 0 & \text{pour } z < 0 \text{ ou } L < z \end{cases} \qquad (5)$$

Dans cette expression, V désigne la visibilité du système de franges et z la position le long du champ de franges. V est supposé indépendant de z sur toute la longueur L du réseau.

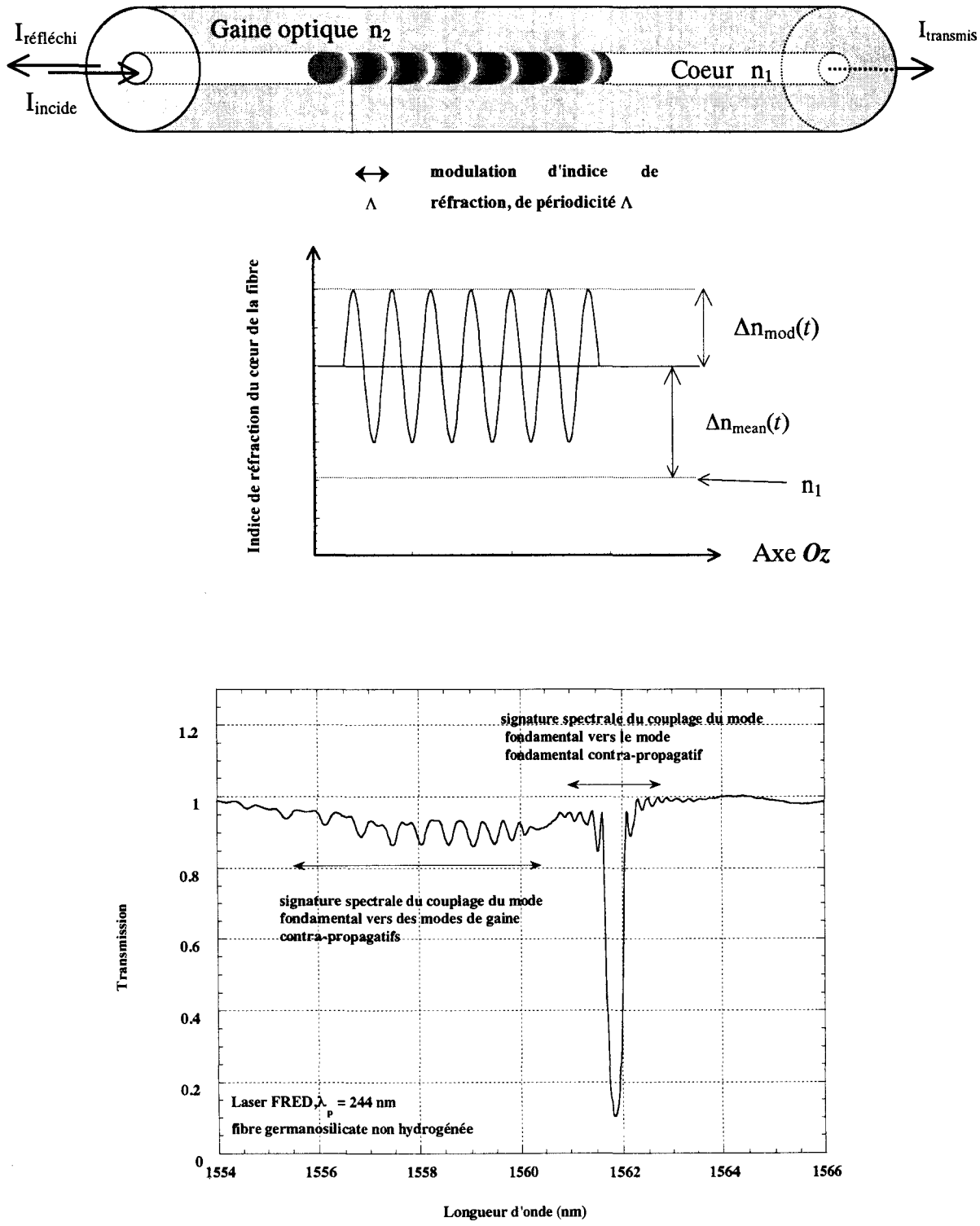


Figure 2 : Schéma de principe d'un réseau de Bragg à profil d'indice parfaitement sinusoïdal inscrit dans une fibre optique monomode et spectre en transmission de ce réseau de Bragg.

Dans ces conditions, la variation d'indice de réfraction créée par l'insolation s'avère dans le cas général périodique[i] et peut, de ce fait, être développée en série de Fourier. La variation $\Delta n(z, t)$ de l'indice de réfraction du cœur de la fibre créée le long de la zone irradiée après une durée d'insolation égale à t s'écrit :

$$\Delta n(z,t) = \Delta n_{mean}(t) + \Delta n_{mod}(t).\cos\left(\frac{2\pi z}{\Lambda} + \beta_1\right) + \ldots \quad \text{pour } 0 \le z \le L \qquad (6)$$

$\Delta n_{mean}(t)$ et $\Delta n_{mod}(t)$ représentent les amplitudes des termes d'ordre 0 et 1 de la décomposition en série de Fourier effectuée à l'instant t ; elles sont indépendantes de z. Dans la suite du mémoire, les expressions « variation d'indice moyen » et « amplitude de modulation d'indice » désignent respectivement le terme $\Delta n_{mean}(t)$ et le terme $\Delta n_{mod}(t)$.

Le terme β_1 correspond à la phase du terme de période spatiale Λ. Les mesures expérimentales des caractéristiques spectrales d'un réseau de Bragg permettent de déterminer les valeurs de $\Delta n_{mean}(t)$ et $\Delta n_{mod}(t)$. La valeur de β_1 reste par contre indéterminée.

Les expressions qui suivent traitent du cas d'une variation d'indice de réfraction créée dans le cœur d'une fibre optique monomode parfaite à saut d'indice. Cette variation est maintenant supposée sinusoïdale le long de l'axe de la fibre. Les grandeurs n_1, n_2 et a désignent respectivement l'indice initial du cœur de la fibre, l'indice de la gaine et le rayon du cœur. Dans l'approximation du faible guidage n_1 est très proche de n_2 ($n_1 - n_2 << n_1$), les modes sont linéairement polarisés et désignés sous l'appellation $LP_{\nu\mu}$. L'indice effectif du mode fondamental LP_{01} qui se propage dans la fibre peut s'exprimer par la relation approchée (7)[47] :

$$n_{eff} \approx n_2.(1 + b(V).\Delta) \quad \text{avec} \quad b(V) = 1 - \left(\frac{u}{V}\right)^2 \quad \text{et} \quad \Delta = \frac{n_1 - n_2}{n_2} << 1 \qquad (7)$$

$$V^2 = \left(\frac{2\pi}{\lambda}\right)^2.a^2.\left(n_1^2 - n_2^2\right) \qquad (8)$$

[i] Cette affirmation suppose que 1) la photosensibilité de la fibre est invariante par translation le long de l'axe ***Oz***, 2) les mécanismes de la photosensibilité sont locaux.

Dans les relations (7) et (8), u et V désignent respectivement la constante de propagation transverse et la fréquence normalisée du mode dans le cœur de la fibre optique. Les valeurs de u et de v (constantes de propagation transverse respectivement dans le cœur et la gaine de la fibre) se déduisent de la résolution numérique du système d'équations composé de l'équation caractéristique et de l'équation $u^2+v^2=V^2$ [46].Dans le cas ou $1,5 \leq V \leq 2,4$, u et v peuvent se calculer à partir des expressions approchées (9)[47].

$$u = \sqrt{V^2 - (1{,}1428\,V - 0{,}996)^2} \qquad \text{et} \qquad v = 1{,}1428\,V - 0{,}996 \tag{9}$$

La proportion de la puissance optique guidée qui se propage dans le cœur de la fibre par rapport à la puissance totale est désignée par $\eta(V)$. Elle peut être calculée à partir de la relation (10)[47].

$$\eta(V) = 1 - \left(\frac{u}{V}\right)^2 \cdot \left(1 - \left(\frac{K_0(v)}{K_1(v)}\right)^2\right) \tag{10}$$

La valeur du terme $\Delta n_{mod}(t)$ peut être déterminée à chaque instant t à partir de la valeur du coefficient de réflexion maximum du réseau d'indice. L'expression analytique de la réponse spectrale $R(\lambda_{B1})$ d'un réseau uniforme à profil parfaitement sinusoïdal a été établie dans la référence 48 par Lam et Garside selon un formalisme de « modes couplés ».

$$R(\lambda_{B1}) = \tanh^2\left(\frac{\pi.\eta(V(\lambda_{B1})).L}{\lambda_{B1}}.\Delta n_{mod}(t)\right) \quad \text{avec} \quad \lambda_{B1} = 2.n_{eff}.(\lambda_{B1}).\Lambda \tag{11}$$

Il est aussi possible d'exprimer la largeur de la réponse spectrale d'un réseau de Bragg centrée à la longueur d'onde λ_{B1} en fonction de la valeur de $\Delta n_{mod}(t)$. La relation (12) exprime largeur ($\Delta\lambda^{FW}$) prise entre les deux premiers zéros situés de part et d'autre du maximum de la courbe de réflectivité du réseau dans l'ordre 1, en fonction de l'amplitude de modulation d'indice $\Delta n_{mod}(t)$[44].

$$\Delta\lambda^{FW} = \frac{\lambda_{B1}}{n_1.L} \cdot \left[\lambda_{B1}^{\,2} + \left(\Delta n_{mod}(t).\eta\left(V(\lambda_{B1})\right).L\right)^2\right]^{\frac{1}{2}} \tag{12}$$

La valeur du premier terme $\Delta n_{mean}(t)$ de la décomposition en série de Fourier peut être évaluée grâce à la mesure du déplacement de la longueur d'onde de résonance du réseau. Ce déplacement $\delta\lambda_{B1}(t)$ est défini comme la différence entre la longueur d'onde de Bragg du réseau mesurée après une insolation de la fibre de durée t et celle mesurée à la naissance du réseau, c'est à dire dès que son spectre peut être détecté. Une forme différenciée de la relation **(4)** conduit à la relation **(13)**.

$$\frac{\delta\lambda_{B1}(t)}{\lambda_{B1}(t)} = \frac{\delta n_{eff}}{n_{eff}} \qquad \textbf{(13)}$$

Une variation photoinduite d'indice de réfraction moyen du cœur de la fibre se traduit par une variation de l'indice effectif (δn_{eff}) du mode LP_{01}. Si l'on admet que l'insolation ne modifie pas les paramètres u et v, δn_{eff} peut se calculer à l'aide de l'expression approchée **(14)**.

$$\delta n_{eff} = \Delta n_{mean}(t) \cdot \left(1 - \left(\frac{u}{V}\right)^2\right) = \Delta n_{mean}(t) \cdot \left(1{,}1428 - \frac{0{,}996}{V}\right) \qquad \text{avec } 1{,}5 \le V \le 2{,}4 \qquad \textbf{(14)}$$

La validité de l'expression **(14)** suppose que $\Delta n_{mean}(t)$ et $\Delta n_{mod}(t)$ sont suffisamment petits pour que les paramètres de guidance de la fibre ne soient pas modifiés.

En conclusion, il apparaît que sous réserve de validité des différentes hypothèses énoncées il suffit pour déterminer $\Delta n_{mean}(t)$ et $\Delta n_{mod}(t)$ de mesurer un nombre limité de caractéristiques spectrales d'un réseau dans l'ordre un (réflectivité et longueur d'onde de résonance) après une durée t d'insolation. D'un point de vue pratique, la méthode de mesure $\Delta n_{mean}(t)$ et $\Delta n_{mod}(t)$ s'avère d'une mise en œuvre assez simple puisqu'il suffit de réaliser un champ de franges ultraviolettes uniformes le long de l'axe de la fibre. La fibre est insolée avec ce champ de franges pour inscrire le réseau. L'analyse du spectre du réseau et de son évolution au cours de l'inscription peut être effectuée en transmission ou en réflexion par une méthode de spectroscopie traditionnelle ou laser. L'influence de différents paramètres de la photosensibilité peut ainsi être étudiée. Citons par exemple, la nature de la fibre, la longueur d'onde et le type du laser ultraviolet, l'irradiance du champ de franges. Après leur inscription,

dans le cœur d'une fibre optique (ou dans une lame à face parallèle taillée dans un verre photosensible), les réseaux de Bragg peuvent être aisément manipulés. Cette propriété permet d'examiner l'influence de différents effets physiques sur les caractéristiques spectrales du réseau et donc sur les variations photoinduites d'indice. Ainsi, par exemple, des tests de vieillissement accéléré, qui consistent à élever la température des réseaux, sont mis en œuvre afin de prédire la durée de vie du composant. Un autre exemple nous est fourni par l'étude des caractéristiques spectrales d'un réseau soumis à une irradiation gamma.

2.3. Dispositifs d'inscription et d'analyse

Différents bancs d'inscription et de caractérisation spectrale de réseaux de Bragg ont été réalisés au laboratoire par mes prédécesseurs. Les caractéristiques de ces bancs sont présentées en détail dans le mémoire de thèse de S. Legoubin[44]. Il s'agit d'interféromètres à deux ondes (interféromètre à prisme ou à miroir de Lloyd) utilisés principalement pour étudier la dépendance de la photosensibilité des fibres en fonction de la longueur d'onde de pompe (220 nm < λ_p < 300 nm). La caractérisation spectrale des réseaux de Bragg est réalisée par une méthode de spectrométrie d'absorption conventionnelle associant une source lumineuse à large spectre et un spectromètre à réseau. J'ai, pour ma part, été chargé de la mise en place d'un banc d'inscription de réseaux par une méthode ne faisant pas appel à un dispositif interférométrique mais à un masque de phase. Les moyens d'analyse des caractéristiques spectrales des réseaux ont été perfectionnés grâce à l'utilisation de sources lasers « monomodes longitudinales » accordables dans une zone spectrale étendue de l'infrarouge [1480 nm – 1560 nm].

2.3.1. Les dispositifs d'inscription

2.3.1.i. Les sources lasers

Trois sources lasers peuvent être utilisées pour insoler les fibres optiques ou les lames de préforme. Les caractéristiques détaillées de ces sources sont présentées dans le tableau 1.

La première source est constituée d'un laser excimère XeCl (LPX 100) fonctionnant en régime impulsionnel. Ce laser émet une radiation de longueur d'onde égale à 308 nm. Il est utilisé pour pomper un laser à colorant (LPD 3000). Ce laser à colorant émet un rayonnement dans la gamme de longueur d'onde [440 nm - 600 nm]. Le faisceau issu du laser à colorant traverse ensuite un cristal doubleur de BBO. La longueur d'onde du faisceau en sortie du cristal se situe donc dans l'intervalle spectral [220 nm - 300 nm][ii].



Figure 3 : Coupe de la section transverse du faisceau lumineux issu du laser à excimère ArF. L'image est enregistrée à l'aide d'un papier photosensible. Les couleurs les plus sombres correspondent aux zones les plus intenses.

La seconde source disponible est un laser excimère (Lextra 50). Ce laser émet un rayonnement de longueur d'onde 248 nm si le milieu gazeux amplificateur est constitué par un mélange KrF. Il émet un rayonnement de longueur d'onde 193 nm si le milieu gazeux amplificateur est un mélange ArF. Ce laser à excimère est caractérisé par son caractère multimodal spatial, que ce soit avec la cavité conçue pour émettre une radiation de longueur d'onde 248 nm ou avec la cavité conçue pour fonctionner à 193 nm. La répartition transversale de l'énergie du faisceau lumineux émis par ce laser n'est pas homogène. La figure 3 est représentative de la répartition de l'énergie selon une coupe transversale du faisceau. Pour obtenir cette figure, un échantillon de papier photosensible a été placé perpendiculairement à la direction du faisceau émis par le laser (fonctionnant avec le mélange ArF). Le papier a été insolé par 5 000 impulsions lumineuses avec une densité d'énergie moyenne par impulsion égale à 300 mJ/cm^2. Malgré le manque de linéarité de la

[ii] Il est bien sur nécessaire d'utiliser plusieurs types de colorant et différents cristaux pour « couvrir » toute cette zone spectrale.

réponse du papier photosensible en fonction de la fluence cumulée, la figure traduit bien la présence de points chauds dans le profil spatial du laser.

Le dernier dispositif repose sur l'utilisation d'un laser à argon ionisé de dénomination commerciale FRED. Ce laser à argon ionisé est pourvu d'un dispositif de doublage intracavité et fonctionne en régime continu. La longueur d'onde du rayonnement émis par ce laser est égale à 244 nm.

	LPX 100 colorant LPD 3000	**Lextra 50**			**FRED Innova 300**
		KrF	**ArF**	**ArF**	
Fournisseur	Lambda Physik	Lambda Physik	Lambda Physik	Lambda Physik	Coherent
Doublage	externe				Intra cavité
Longueur d'onde en sortie de dispositif (nm)	220 nm -> 300	248	193	193	244
Puissance ou énergie	1 mJ	300 mJ	200 mJ	20 mJ	100 mW
Divergence angulaire (mrad, v x h)	1	1 x 3	1 x 3	0,1 x 0,3	0,6
Dimensions du faisceau (ø ou v x h)	ø=2,5 mm	12 x 23 mm^2	12 x 23 mm^2	12 x 23 mm^2	ø=1,5 mm
Polarisation	verticale	non polarisé	non polarisé	non polarisé	verticale
Largeur temporelle des impulsions (ns)	15	23	17	17	
Largeur de raie (GHz)	6	4027	4027	4027	2
Longueur de cohérence (m)	5 x 10^{-2}	75 x 10^{-6}	75 x 10^{-6}	75 x 10^{-6}	10 x 10^{-2}

Tableau 1 : Caractéristiques des différentes sources disponibles au laboratoire.

2.3.1.ii. Interféromètre à miroir de Lloyd [44]

Le montage à miroir de Lloyd s'avère d'un usage délicat. La reproductibilité des expériences de photoinscription de réseaux de Bragg avec ce montage se révèle en général moins bonne que celle qui est obtenue avec le masque de phase. En raison de sa disponibilité, ce montage a cependant été utilisé dans la plupart des expériences dans lesquelles nous cherchions à insoler une fibre (ou un verre) par des impulsions ultraviolettes de longueur d'onde située vers 244 nm.

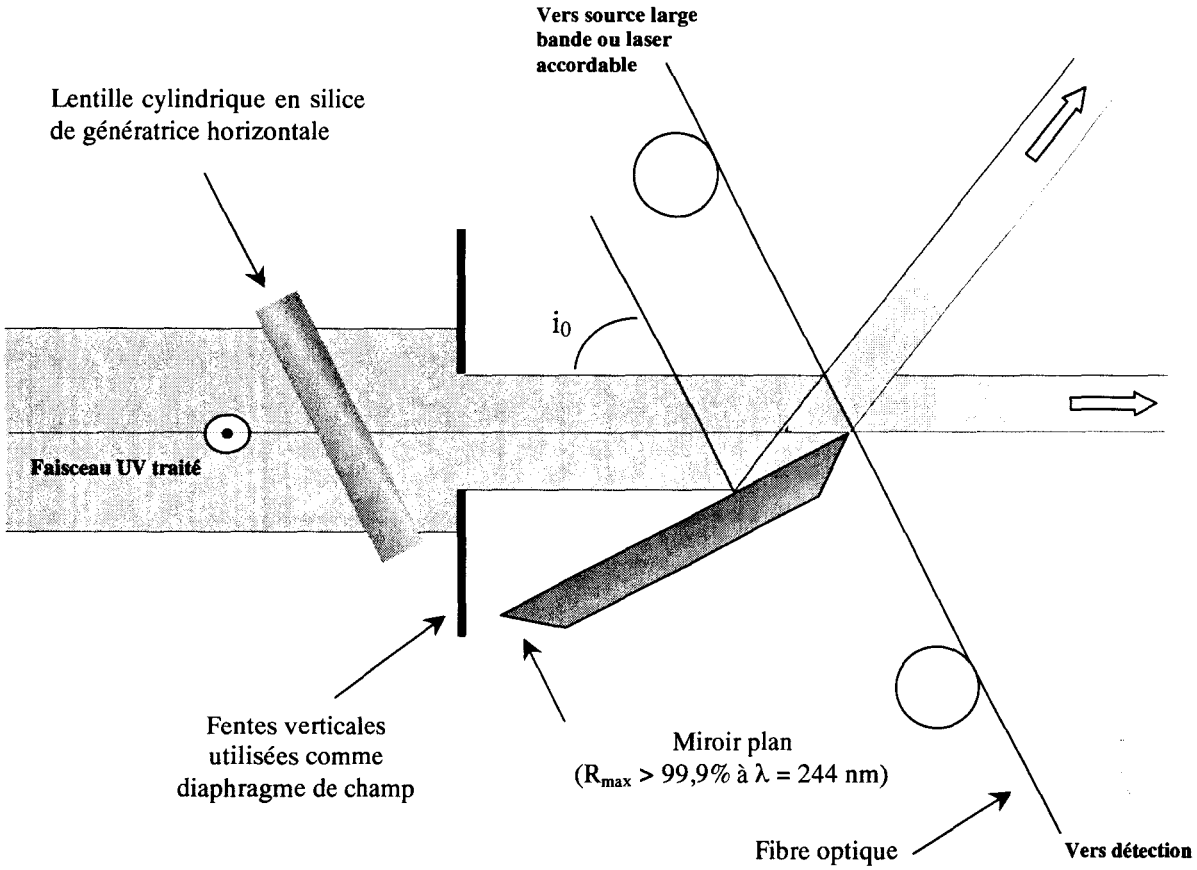


Figure 4 : Montage expérimental d'inscription de réseaux de Bragg par miroir de Lloyd (vue de dessus).

Le principe de l'interféromètre de type miroir de Lloyd repose sur la division d'un front d'onde UV selon deux ondes qui interfèrent pour former des franges d'interférence parallèles au plan du miroir. De par son principe, ce dispositif n'est utilisable qu'avec des sources présentant une bonne cohérence temporelle et spatiale (l'ordre d'interférence peut atteindre 20 000 lorsque l'on procède à l'inscription d'un réseau de longueur 1 cm). Il est donc associé soit avec le laser UV accordable fonctionnant en régime impulsionnel (système constitué d'un laser à excimère LPX 100 qui pompe le laser à colorant LPD 3000 doublé en fréquence à l'aide d'un cristal de BBO) soit avec le laser à argon ionisé émettant une radiation de longueur 244 nm (système FRED). Le principe du montage est décrit sur la figure 4. Les détails du montage et le protocole de réglage de l'interféromètre sont présentés dans la référence 44. Les dimensions du faisceau ultraviolet sont tout d'abord agrandies au moyen d'une série de télescopes afocaux non représentés sur la figure (télescope à lentilles sphériques de grandissement 4 suivi d'un télescope à lentilles cylindriques de grandissement 4 à 20, les génératrices des lentilles cylindriques sont verticales). Le faisceau

ultraviolet subit en outre un filtrage spatial effectué au moyen d'une fente verticale placée dans le plan focal commun aux deux lentilles cylindriques. Le miroir plan est disposé verticalement sur un plateau goniométrique. L'axe optique du faisceau ultraviolet est incident sur l'arête verticale du miroir plan. Les caractéristiques de ce miroir sont rappelées dans le tableau 2. Le miroir peut tourner autour de cette arête grâce à une platine de rotation pas à pas commandée par un ordinateur. Dans la plupart des expériences, la polarisation du faisceau ultraviolet est fixée selon une direction verticale. Le champ d'interférences, limité à la zone de recouvrement entre le faisceau replié par le miroir et le faisceau directement transmis, débute dès l'arête du miroir. Sur l'arête du miroir l'ordre d'interférence est nul. La visibilité reste proche de 1 si l'on s'assure que les intensités des deux parties du faisceau sont égales et si l'ordre d'interférence reste limité à 2 000 (réseau de Bragg de longueur 1 mm environ). La fibre dénudée est placée dans un plan horizontal, perpendiculairement au plan du miroir, au contact de l'arête (donc dans le champ d'interférences). Le faisceau UV est focalisé sur la fibre grâce à une lentille cylindrique placée sur le trajet du faisceau avant le miroir, de génératrice horizontale, parallèle à l'axe de la fibre.

Dimensions	130 mm x 30 mm x 30 mm
Planéité	meilleure que $\lambda/10$
Rugosité	< 2,5 Å
Coefficient de réflexion	R > 90% de 240 nm à 340 nm pour un faisceau d'incidence i = 69° ± 10° et de direction de polarisation perpendiculaire au plan d'incidence (99,9 % pour λ = 244 nm)

Tableau 2 : caractéristiques du miroir de Lloyd

La longueur d'onde de Bragg est réglée en fixant l'angle d'inclinaison i_0 du miroir par rapport à l'axe optique du faisceau UV incident et se déduit de la relation :

$$\lambda_B = n_{eff}(\lambda_B).\frac{\lambda_p}{\cos(i_0)} \qquad (15)$$

puisque la périodicité des franges est $\Lambda = \frac{\lambda_p}{2.\cos(i_0)}$ (16)

2.3.1.iii. Le masque de phase

Principe de la méthode

Comme nous l'avons indiqué au paragraphe 2.3.1.i, l'émission lumineuse en provenance du laser à excimère Lextra 50 est caractérisée par son caractère multimode spatial, que ce soit avec la cavité conçue pour émettre une radiation de longueur d'onde 193 nm (gaz ArF) ou avec la cavité conçue pour émettre une radiation de longueur d'onde 248 nm (gaz KrF). La cohérence spatiale de ce type de laser est donc faible ce qui implique l'utilisation d'une méthode d'inscription adaptée. Le dispositif repose sur l'utilisation d'un masque de phase[49,50] permettant de diviser l'amplitude du faisceau ultraviolet. Ce masque de phase est constitué par une lame de silice à faces parallèles dans laquelle ont été gravées des bandes étroites rectangulaires parallèles les unes aux autres, disposées selon une périodicité p. La silice constituant le masque est enrichie en radicaux hydroxyles de façon à présenter une bonne tenue à l'insolation ultraviolette[51]. Le masque de phase forme donc un élément diffractant dont les propriétés de diffraction sont fixées par la profondeur, la période et la forme des sillons.

Le dispositif d'inscription de réseaux de Bragg par la méthode du masque de phase est présenté sur la figure 5. Le faisceau lumineux issu d'un laser à excimère ultraviolet est focalisé à l'aide d'une lentille cylindrique de génératrice parallèle à la fibre. Le spot de focalisation se situe quelques dizaines de microns après le masque de phase. Un système de masques opaques verticaux est placé sur le trajet du faisceau lumineux 5 cm avant le masque de phase. La largeur de la fente verticale ainsi formée fixe la longueur de fibre insolée. Le faisceau traverse ensuite le masque de phase et se trouve diffracté. Le masque a été conçu de façon à ce que l'intensité diffractée dans les ordres pairs (0,- 2,+ 2...) soit voisine de zéro. A cet effet, les sillons ont été gravés jusqu'à une profondeur e définie par la relation **(17)**. L'efficacité de diffraction selon les ordres + 1 et – 1 est alors maximale (35 % environ).

Les faisceaux diffractés dans les ordres + 1 et – 1 interfèrent après le masque pour former un champ de franges d'interférences. Les plans d'égale intensité sont perpendiculaires au plan du masque de phase. La distribution d'irradiance créée par cette figure d'interférence est sensiblement sinusoïdale le long de l'axe ***Oz*** de la fibre (si l'on admet que l'efficacité de diffraction est identique dans les ordres + 1 et – 1).

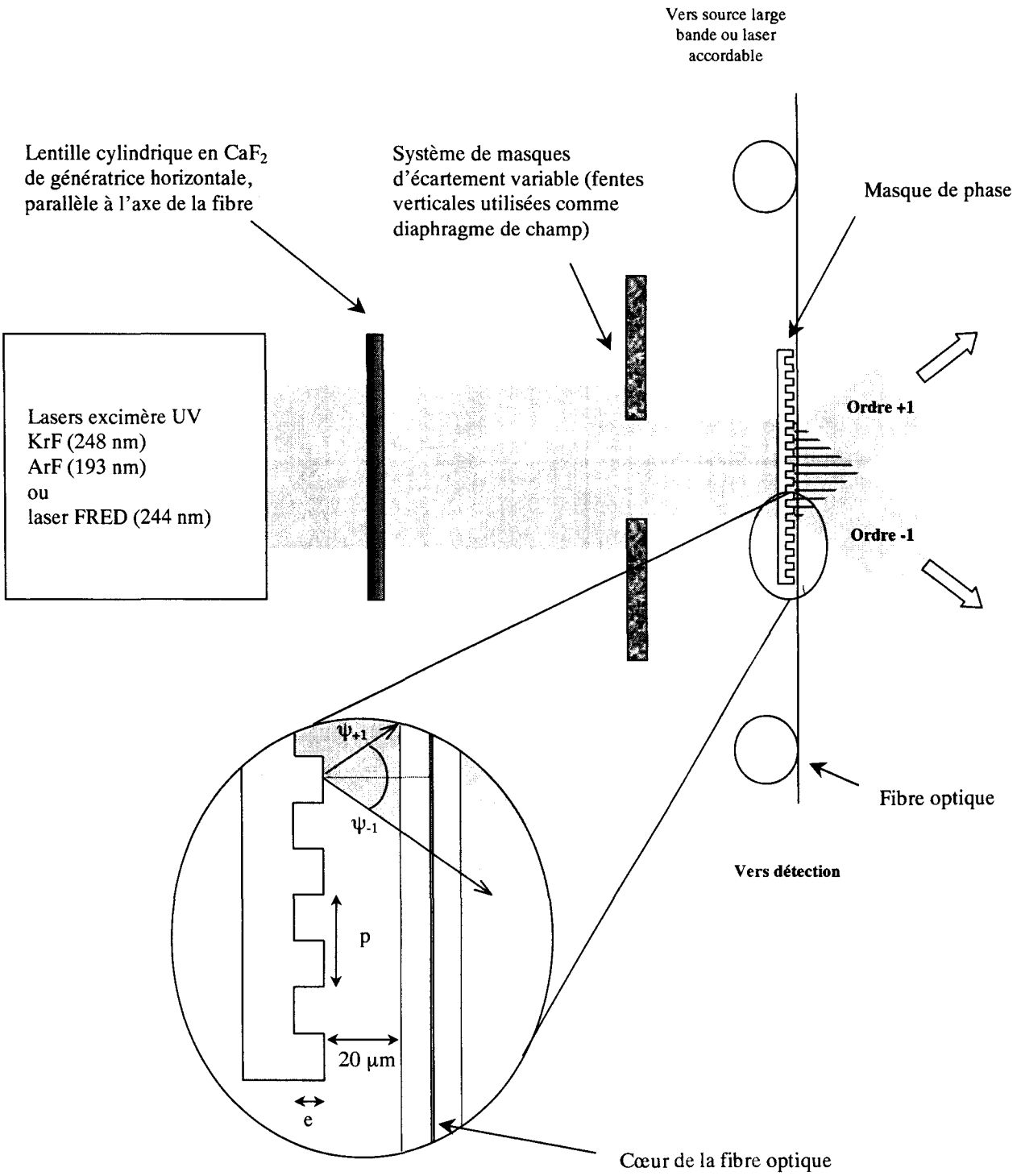


Figure 5 : Schéma du montage expérimental fondé sur l'utilisation d'un masque de phase pour inscrire des réseaux de Bragg dans des fibres optiques (vue du dessus).

En réalité, l'efficacité de diffraction n'est pas rigoureusement nulle dans l'ordre zéro. La prise en compte de ce faisceau diffracté montre qu'il crée une surmodulation[52] de l'intensité lumineuse dans une direction perpendiculaire au plan du masque. Cet effet peut être assimilé à des franges de Talbot. L'existence des franges de Talbot s'avère néfaste

puisqu'elles constituent une source de manque de reproductibilité des expériences d'inscription et diminuent la visibilité des franges d'interférences insolant la fibre le long de l'axe ***Oz***. L'aspect du champ d'interférence dans le cas où l'intensité diffractée dans les ordres 0, + 2, - 2 est différente de zéro et dans le cas où le faisceau incident sur le masque de phase est divergent et non monochromatique est présenté en détail dans le paragraphe suivant. La fibre est dénudée sur la partie placée derrière le masque de phase. L'axe ***Oz*** de la fibre est placé à une distance de l'ordre de 80 microns du masque, parallèlement au plan du masque de phase et perpendiculairement à la direction des sillons gravés sur le masque. L'écart entre le masque de phase et la fibre optique, ainsi que le parallélisme de la fibre optique par rapport au plan du masque sont contrôlés à l'aide d'une visée effectuée au moyen d'un microscope optique qui surplombe le montage (non représenté sur la figure).

Il est nécessaire de donner des précisions sur le masque de phase. Nous avons choisi de rendre minimale l'intensité diffractée dans les ordres pairs (0,+ 2,- 2...) et de créer la figure d'interférences avec les ondes diffractées dans les ordres[50] + 1 et –1.

L'intensité diffractée dans les ordres pairs est minimale si :

$$e = \frac{\lambda_p}{2.(n-1)} \qquad \text{et la largeur des traits est égale à p/2} \qquad \textbf{(17)}$$

Dans cette expression, e désigne la profondeur des sillons gravés sur le masque, λ_p correspond à la longueur d'onde du laser de pompe et n à l'indice de la silice composant le masque de phase. Il faut noter que dans le cas idéal, où il ne subsiste effectivement que les ordres + 1 et –1, la période du champ de franges Λ est égale à la moitié de la période p des gravures du masque. Pour un masque de phase donné, la longueur d'onde de résonance d'un réseau de Bragg se déduit donc de la relation **(18)**.

$$\lambda_B = 2.n_{eff}.\Lambda = n_{eff}.p \qquad \textbf{(18)}$$

Dans les conditions d'insolation du masque représentées sur la figure 5 la longueur d'onde de Bragg est fixée par le choix de p et dépend de n_{eff}, c'est à dire des caractéristiques opto-géométriques de la fibre optique[iii].

Un récapitulatif des caractéristiques des masques de phase que nous avons utilisés est présenté dans le tableau 3. Ces masques ont été réalisés par la société LASIRIS. Les efficacités de diffraction de chaque masque ont été contrôlées avec une source laser de longueur d'onde égale à celle pour laquelle ils ont été conçus. Les résultats obtenus correspondent aux caractéristiques indiquées par le fournisseur. Par ailleurs l'efficacité de diffraction d'un faisceau ultraviolet de longueur d'onde 244 nm par le masque MΦ1 a été déterminée dans les ordres 0, ± 1et ± 2 ; les valeurs mesurées sont indiquées dans le tableau 3.

Désignation	MΦ1	MΦ2
Longueur d'onde d'utilisation	248 nm / 244 nm	193 nm
Périodicité des gravures	1,073 µm	1,043 µm
Longueur d'onde de Bragg (calculée pour n_{eff}=1,4446)	1,550 µm	1,506 µm
Efficacité dans les ordres 0,+ 1,- 1 (mesure fournisseur)	à 248 nm 1 %, 35 %, 35 %	à 193 nm 1 %, 35 %, 35 %
Efficacité dans les ordres 0,+ 1,- 1,+ 2,- 2 (mesures effectuées avec le laser FRED)	à 244 nm 0,5 %, 37 %, 37 %, 1 %, 1 %	
Seuil de fracture optique	10 J/cm^2	10 J/cm^2

Tableau 3 : Caractéristiques des masques de phase.

Description du champ de franges produit par un masque non idéal éclairé par une onde optique non nécessairement monochromatique ni plane

L'encart de la figure 5 représente le schéma d'un masque de phase de période p. La fibre optique photosensible est placée dans un plan parallèle au masque de phase,

[iii] Toutefois, la longueur d'onde de Bragg du réseau peut être accordée à une valeur légèrement inférieure (quelques nanomètres) à celle fixée par le choix du masque et de la fibre. Il suffit pour cela, par exemple, de procéder à l'inscription du réseau sur une fibre maintenue sous tension, puis de relâcher cet état de tension après l'inscription du réseau.

perpendiculairement aux traits de ce dernier. L'axe de la fibre optique définit la direction ***Oz***. Seuls les faisceaux diffractés dans les ordres + 1 et –1 ont été représentés sur cette figure. Les directions des faisceaux diffractés dans les ordres + 1 et –1 sont respectivement repérées par les angles ψ_1 et ψ_{-1} définis par rapport à la normale à la surface du masque. La direction dans laquelle le faisceau d'ordre n est diffracté est désignée ψ_n. La relation **(19)** lie l'angle ψ_n (repéré par rapport à la normale au plan du masque de phase) avec l'ordre de diffraction n, la longueur d'onde du rayonnement λ_p et la période du masque de phase p.

$$\sin(\psi_n) = \frac{n \cdot \lambda_p}{p} \qquad \textbf{(19)}$$

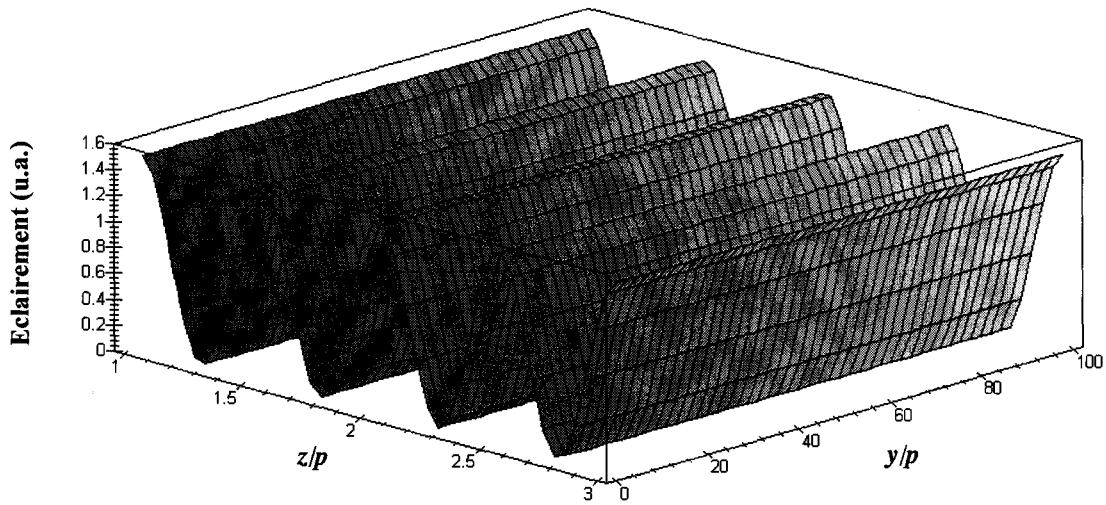


Figure 6 : Distribution d'énergie dans des plans parallèles à la surface d'un masque de phase idéal pour lequel seule l'interférence entre les ordres + 1 et –1 intervient. Les caractéristiques du rayonnement incident et du masque sont les suivantes : faisceau de lumière parallèle, monochromatique de longueur d'onde λ_p = 193 nm. Périodicité du masque p = 1,043 µm. Efficacité de diffraction des ordres ± 1 = 37 %. Axe *Oz* l'axe parallèle au plan du masque et perpendiculaire à la direction des sillons et axe *Oy* l'axe perpendiculaire au plan du masque.

Le masque de phase idéal est un masque pour lequel l'efficacité de diffraction dans les ordres 0, 2, - 2, 3, - 3, etc. est nulle, alors que l'efficacité de diffraction dans l'ordre + 1 est égale à celle dans l'ordre - 1 ($\neq 0$). Le masque idéal conduit à une distribution d'énergie lumineuse (figure 6) parfaitement périodique le long de ***Oz*** (période Λ) et uniforme le long de l'axe ***Oy*** (direction perpendiculaire au plan du masque de phase) et ceci même lorsqu'il est éclairé par une source à spectre large. Néanmoins, la cohérence spatiale de l'onde (dont la direction moyenne tombe sous incidence normale sur le masque) doit être élevée puisque la

visibilité des franges chute dans la direction ***Oy*** (figure 7). La visibilité des franges est nulle dès que la position y_{max} définie par la relation[52] **(20)** est atteinte.

$$y_{max} = \frac{\lambda_p}{2 \cdot \tan(\psi_1) \cdot \Delta\phi} \qquad \textbf{(20)}$$

$\Delta\phi$ désigne l'angle total de divergence du faisceau incident. L'amplitude portée par chaque fréquence spatiale est la même. La valeur de y_{max} est de l'ordre de 200 µm pour un faisceau de longueur d'onde 193 nm, de divergence égale à 3 mrad. Les figures présentées dans ce paragraphe ont été tracées en utilisant un logiciel similaire à celui décrit dans la référence 52. Les distances sont normalisées par rapport au pas du masque de phase p.

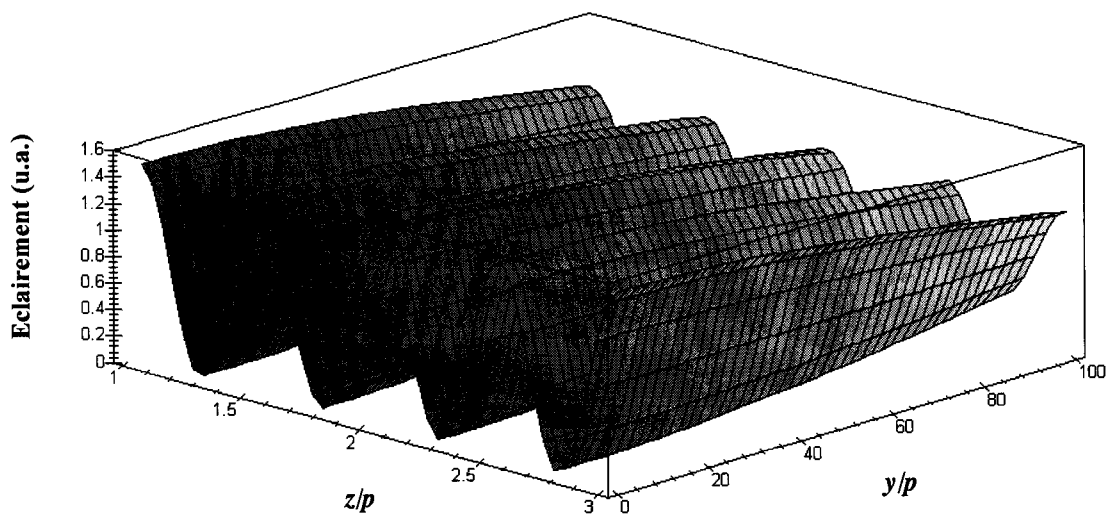


Figure 7 : Distribution d'énergie dans des plans parallèles à la surface d'un masque de phase idéal pour lequel seule l'interférence entre les ordres + 1 et –1 intervient. Les caractéristiques du rayonnement incident et du masque sont : faisceau de divergence $\Delta\phi$ = 3 mrad , monochromatique de longueur d'onde λ_p = 193 nm. Périodicité du masque p = 1,043 µm. Efficacité de diffraction des ordres ± 1 = 37 %. Axe *Oz* l'axe parallèle au plan du masque et perpendiculaire à la direction des sillons, axe *Oy* l'axe perpendiculaire au plan du masque.

En réalité, l'efficacité de diffraction d'un masque de phase n'est pas strictement nulle dans les ordres 0, 2, - 2, 3, -3 etc. si bien que la distribution d'énergie lumineuse prend *a priori* un aspect très compliqué derrière le masque. La figure 8 représente l'aspect du champ de franges correspondant à un masque de phase éclairé par une onde plane monochromatique. Le tracé a été limité à l'aspect du champ au voisinage du masque de phase ($0 < y/p < 20$). Les efficacités de diffraction ont été fixées égales à ε_0 = 0.5 %, $\varepsilon_{\pm 1}$ = 37 % et $\varepsilon_{\pm 2}$ = 1 %.

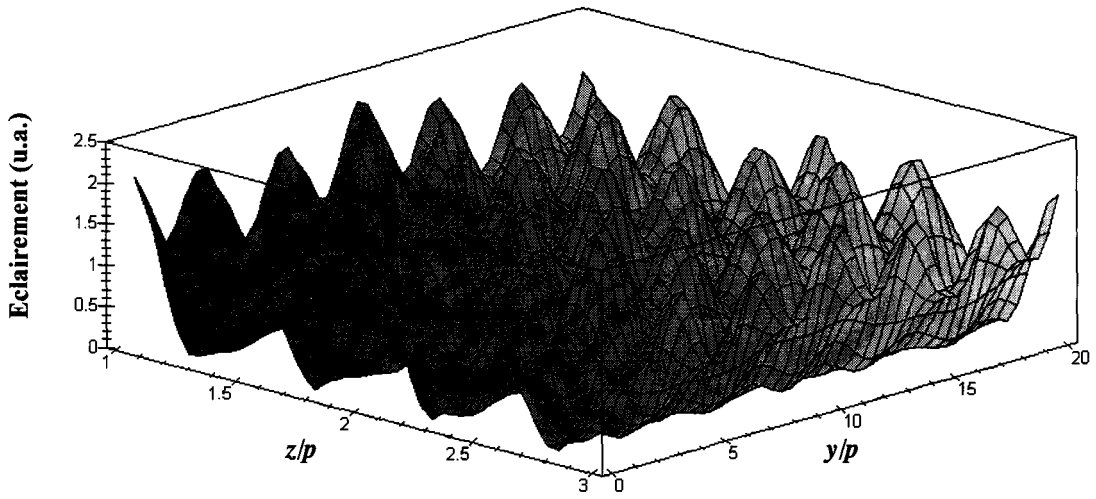


Figure 8 : Distribution d'énergie dans des plans parallèles à la surface d'un masque de phase typique de ceux disponibles dans le commerce pour lesquels l'interférence des ordres 0, ± 1 et ± 2 doit être prise en compte. Les caractéristiques du rayonnement incident et du masque sont : faisceau de lumière parallèle, monochromatique de longueur d'onde λ_p=193 nm. Périodicité du masque p = 1,043 µm. Efficacité de diffraction de l'ordre 0 : ε_0= 0.5 %, des ordres ± 1 : $\varepsilon_{\pm 1}$= 37 % et des ordres ± 2 : $\varepsilon_{\pm 2}$= 1 %. Axe *Oz* l' axe parallèle au plan du masque et perpendiculaire à la direction des sillons, axe *Oy* l'axe perpendiculaire au plan du masque.

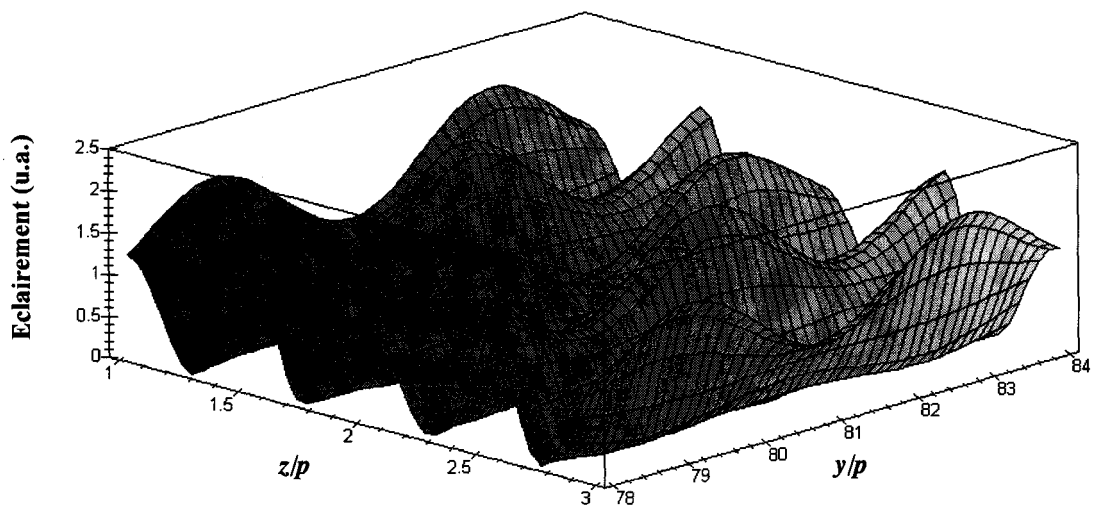


Figure 9 : Distribution d'énergie dans des plans parallèles à la surface d'un masque de phase identique à celui décrit pour la figure 8, éclairé dans les conditions définies sur la légende de la figure 8. Le champ de frange est modélisé pour 78 < *y/p* < 84.

L'aspect du champ de franges fourni dans ces conditions par le masque, à une distance y égale à la distance à laquelle la fibre optique est placée, est représenté sur la figure 9 ($78 < y/p < 84$, efficacités de diffraction égales à $\varepsilon_0 = 0{,}5$ %, $\varepsilon_{\pm 1} = 37$ % et $\varepsilon_{\pm 2} = 1$ %). Les

interférences des différents ordres du faisceau diffracté créent une surmodulation[52] de l'intensité lumineuse dans une direction perpendiculaire au plan du masque.

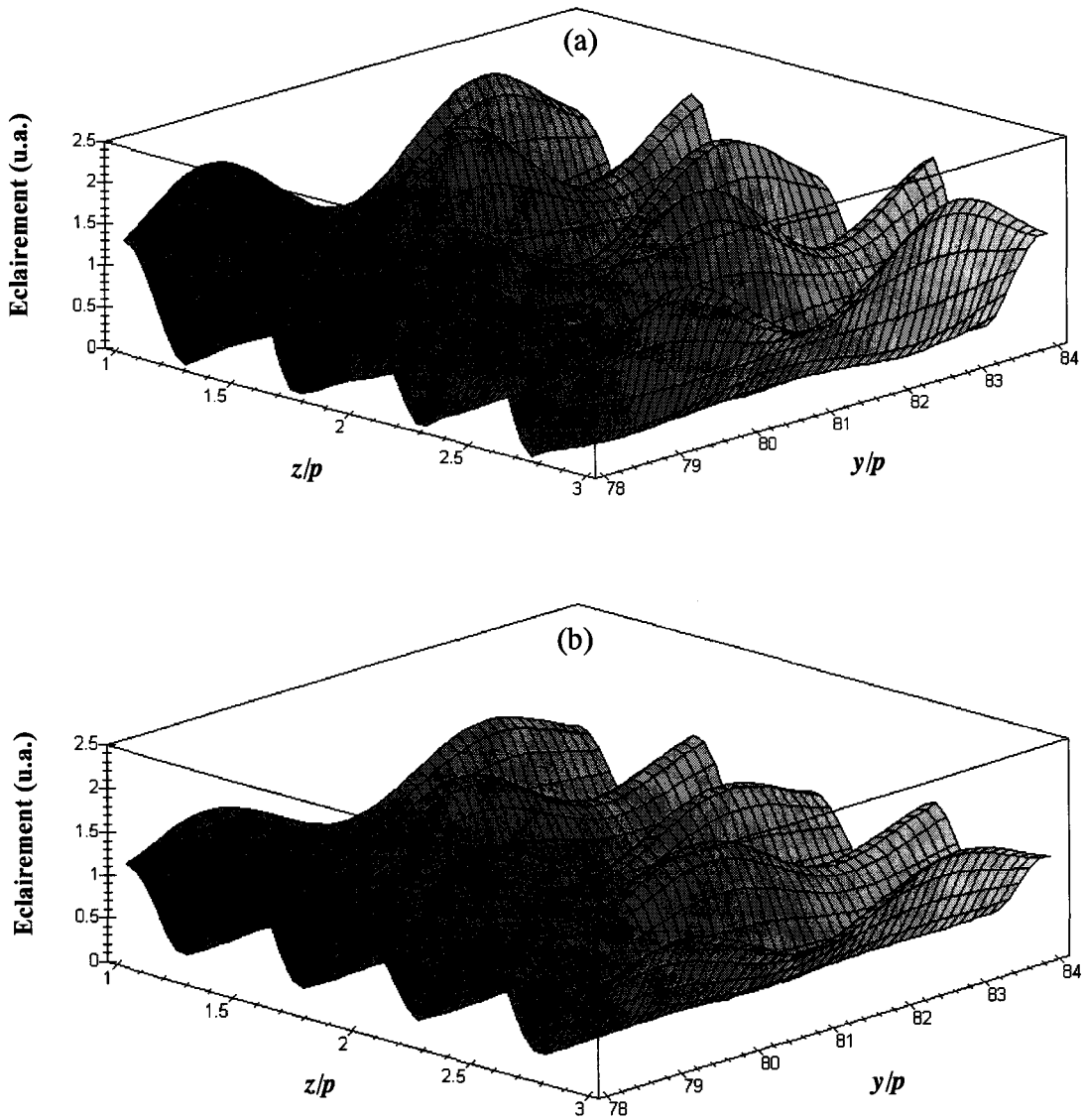


Figure 10 : Distribution d'énergie dans des plans parallèles à la surface d'un masque de phase typique de ceux disponibles dans le commerce pour lesquels l'interférence des ordres 0, ± 1 et ± 2 doit être prise en compte. Les caractéristiques du rayonnement incident et du masque sont : faisceau de lumière parallèle [figure 10(a)] ou faisceau de divergence $\Delta\phi$ = 3 mrad [figure 10(b)], largeur spectrale $\Delta\lambda$ = 1 nm, longueur d'onde λ_p = 193 nm. Périodicité du masque p = 1,043 µm. Efficacité de diffraction de l'ordre 0 : ε_0 = 0.5 %, des ordres ± 1 : $\varepsilon_{\pm 1}$ = 37 % et des ordres ± 2 : $\varepsilon_{\pm 2}$ = 1 %. Axe *Oz* l'axe parallèle au plan du masque et perpendiculaire à la direction des sillons, axe *Oy* l'axe perpendiculaire au plan du masque.

L'onde issue du laser ultraviolet, incidente sur le masque, n'est ni plane ni monochromatique, si bien que dès que l'on s'éloigne de la surface du masque, l'aspect de la distribution d'intensité lumineuse se simplifie. Cette affirmation est illustrée sur les figures 10. La figure 10(a) correspond à la figure de diffraction produite par une onde de largeur spectrale $\Delta\lambda = 1$ nm. La répartition spectrale d'énergie du rayonnement est choisie de forme carrée par souci de simplification. La prise en compte de la largeur spectrale du rayonnement provoque une très faible diminution du contraste des franges dans la direction perpendiculaire au plan du masque. La figure 10(b) correspond à la figure de diffraction crée par une onde monochromatique non plane (angle de divergence = 3 mrad). Dans ce cas, le contraste des franges chute très fortement. Les limites de y/p choisies pour le tracé des figures 10(a) et 10(b) correspondent à l'emplacement du cœur de la fibre.

L'aspect compliqué des courbes en 3D représentées sur les figures 6 à 10 ne permet pas de comprendre clairement l'origine de la modulation sinusoïdale de l'indice de réfraction à l'origine du réseau. Afin d'éclaircir ce point, nous avons formulé des hypothèses simplificatrices : la modulation d'indice de réfraction est uniforme dans chaque plan de section transverse du cœur de la fibre. Cette modulation d'indice de réfraction est fonction linéaire de la densité d'énergie lumineuse moyennée sur la section transverse du cœur de la fibre. De manière à simplifier les calculs, la moyenne a été effectuée en supposant que le cœur de la fibre optique peut être assimilé à un carré de coté a.

Les courbes de la figure 11(a) ont été tracées dans le cas d'un rayonnement non monochromatique de largeur de raie $\Delta\lambda = 1$ nm et d'angle de divergence 3 mrad. Ces deux courbes correspondent à la distribution d'énergie (non moyennée) le long de ***Oz*** calculée dans deux plans parallèles au plan du masque et distants le long de ***Oy*** de cinq fois la période du masque. La densité d'énergie est périodique de période $\Lambda = p/2$; la prise en compte des ordres 0, + 2 et –2 provoque une surmodulation des franges de période Λ. Sur une distance égale à cinq fois la période du masque, il y a inversion des positions des franges de plus forte intensité avec celles de plus faible intensité. La figure 11(b) représente l'intensité du champ de franges le long de ***Oz*** après prise de moyenne sur une distance y égale à 5 fois la période du masque de phase. Ce nombre de périodes est choisi de manière à ce que la largeur sur laquelle la moyenne a été prise corresponde approximativement au diamètre des fibres utilisées dans

nos études. La différence d'intensité entre les franges de plus forte intensité et les franges de plus faible intensité chute fortement. Cette chute de contraste est d'autant plus sensible que le nombre de périodes sur lequel s'étend le cœur de la fibre est élevé.

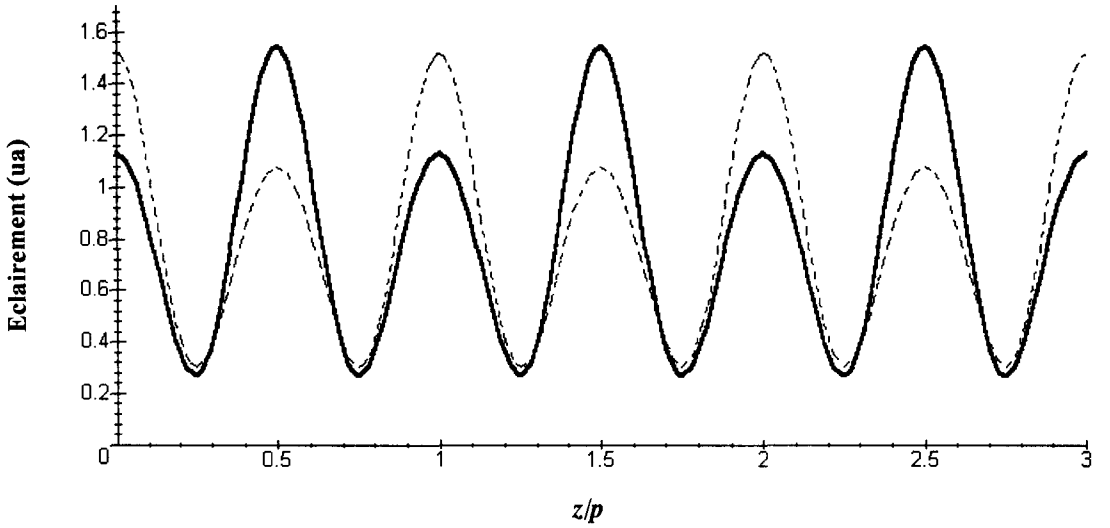


Figure 11(a) : Distribution d'énergie dans 2 plans parallèles à la surface d'un masque de phase typique de ceux disponibles dans le commerce pour lesquels l'interférence des ordres 0, ±1 et ±2 doit être prise en compte. Caractéristiques du rayonnement incident : $\Delta\phi$ =3 mrad , $\Delta\lambda$ = 1 nm et λ_p = 193 nm. Caractéristiques du masque : p = 1,043 µm, ε_0 = 0,5 %, $\varepsilon_{\pm 1}$ = 37 % et $\varepsilon_{\pm 2}$ = 1%. Axe *Oz* = axe parallèle au plan du masque et perpendiculaire à la direction des sillons, axe *Oy* = axe perpendiculaire au plan du masque. Courbe en trait plein y/p = 78, courbe en pointillés y/p = 83.

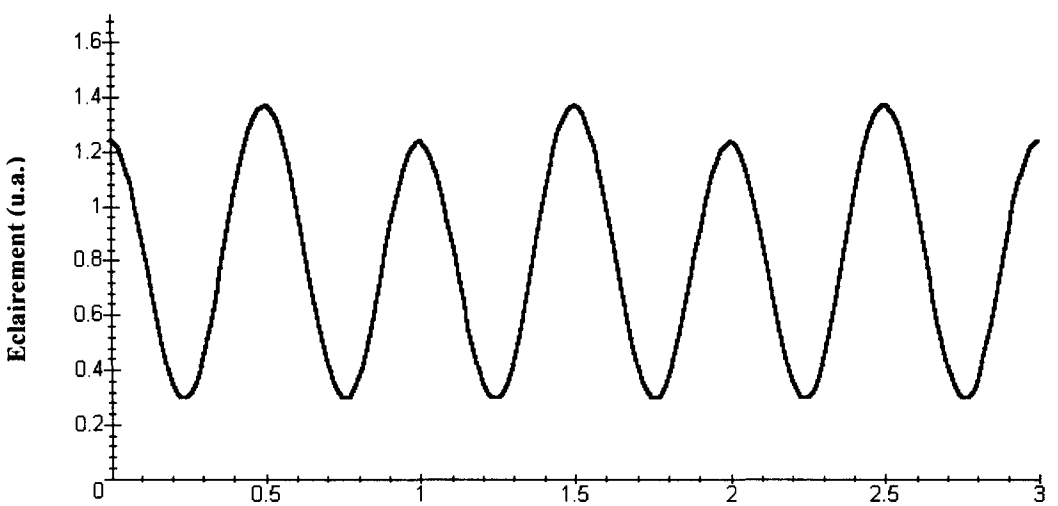


Figure 11(b) : Distribution d'énergie dans un plan parallèle à la surface d'un masque de phase typique de ceux disponibles dans le commerce pour lesquels l'interférence des ordres 0, ±1 et ±2 doit être prise en compte. L'éclairement est moyennée sur une distance selon *Oy* correspondant à une fibre de diamètre a/p=5. Position du centre de la fibre optique y_0/p = 80. Les caractéristiques du rayonnement incident, du masque et le système de coordonnées sont identiques à ceux décrits sur la figure 11(a).

Ce résultat montre que, sous réserve des hypothèses formulées précédemment, le choix de la distance entre la fibre optique et le masque de phase est peu critique dès lors que le cœur de la fibre a un diamètre suffisamment grand. L'hypothèse de proportionnalité entre le changement photoinduit d'indice de réfraction et la densité d'énergie moyennée est manifestement sujette à caution dans le cas où la photosensibilité de la fibre est de type II[53]. J.L. Archambault *et al.* ont montré que le changement d'indice de réfraction correspondant à ce type de photosensibilité croît de façon non linéaire (croissance quasi-exponentielle) avec la densité d'énergie lumineuse incidente sur la fibre[53]. On peut s'attendre alors à ce que le contraste de la surmodulation créée par les défauts du masque soit plus prononcés que celui qui est apparent sur la figure 11. Cet effet a été mis en évidence par B. Malo *et al.*[54].

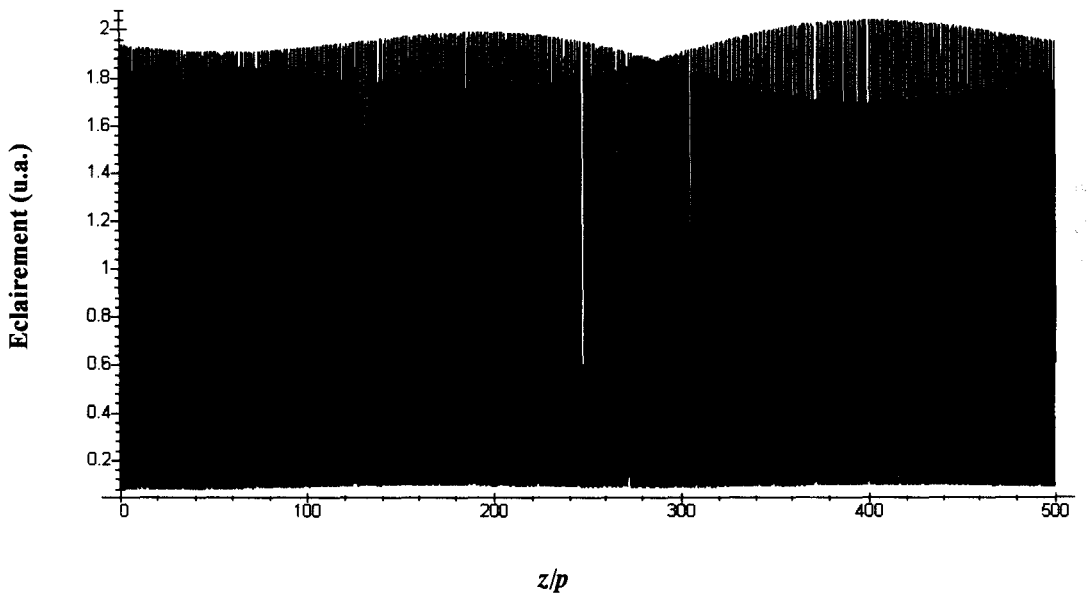


Figure 12 : Distribution d'énergie le long de l'axe *Oz* d'une fibre optique placée dans le champ de franges d'un masque de phase typique de ceux disponibles dans le commerce pour lesquels l'interférence des ordres 0, ± 1 et ± 2 doit être prise en compte. Cas d'une inclinaison de la fibre par rapport au plan du masque de phase égale à 0,01 radian. L'éclairement est moyennée sur une distance selon *Oy* correspondant à une fibre de diamètre a/p=5. Caractéristiques du rayonnement incident et du masque de phase : divergence $\Delta\phi$ = 1 mrad, largeur spectrale $\Delta\lambda$ = 1 nm, longueur d'onde λ_p=193 nm. Périodicité du masque *p* = 1.043 µm. Efficacités de diffraction: ε_0= 0,5 %, $\varepsilon_{\pm1}$= 37 % et $\varepsilon_{\pm2}$= 1 %. Position du point de départ de la simulation $z_0/p=0$: $y_0/p=78$.

La figure 12 décrit la distribution d'intensité lumineuse le long de l'axe ***Oz*** d'une fibre optique placée dans le champ de franges du masque après prise de moyenne sur une distance *y* égale à 5 fois la période du masque de phase. L'axe de la fibre rectiligne présente un défaut de parallélisme de 10 mrad par rapport au plan du masque de phase. Le rayonnement incident n'est pas monochromatique ($\Delta\lambda$ = 1 nm). La divergence totale du faisceau est égale à 3 mrad.

La figure est tracée sur une distance égale à 500 fois la période du masque (521,5 μm) . Cette figure fait apparaître la présence d'une surmodulation du champ de franges. Il est donc nécessaire de placer avec soin la fibre par rapport au masque pour diminuer au plus les effets d'un éventuel défaut de parallélisme.

2.3.1.iv. Méthode de mesure des densités d'énergie des faisceaux

La mesure de l'énergie ou de la puissance du rayonnement incident sur une fibre optique, lors de l'inscription de réseaux de Bragg, semble être *a priori* une opération de faible complexité. Cependant, en raison du manque de disponibilité d'un analyseur de faisceau adapté aux types de lasers utilisés, le nombre de paramètres à maîtriser lors de cette mesure est important.

Pour étudier la photosensibilité d'un matériau en mesurant les caractéristiques spectrale de réseaux de Bragg photoinscrits, il est nécessaire de pouvoir réaliser les réseaux dans des conditions très variables de densité d'énergie par impulsion (ou de densité de puissance lorsque l'insolation est effectuée avec un laser continu). La densité d'énergie par impulsion des faisceaux ultraviolets doit typiquement être comprise dans l'intervalle [10 mJ/cm^2 – 400 mJ/cm^2]. La densité de puissance du faisceau du laser fonctionnant en régime continu doit se situer typiquement dans l'intervalle [1 W/cm^2 – 40 W/cm^2]. Les dimensions des sections transverses des faisceaux sont ajustées de manière à ce que leur largeur et hauteur correspondent respectivement à la longueur des réseaux de Bragg (500 μm à 1 cm) et à une hauteur de quelques dizaines de microns[iv]. Le tableau 1 regroupe les principales caractéristiques techniques des sources lasers à notre disposition. Son examen met en évidence la nécessité de réaliser une anamorphose des faisceaux lasers pour se placer dans les conditions décrites ci dessus. Différents systèmes de lentilles cylindriques sont utilisés de manière à réduire une des dimensions du faisceau ultraviolet (lentille de génératrice horizontale pour réduire la dimension verticale) et à agrandir l'autre dimension (dimension selon l'axe ***Oz*** de la fibre). La fibre optique est placée à la position du foyer image de la lentille cylindrique de génératrice horizontale. Cette position est déterminée par une méthode

[iv] Cette hauteur doit être comparée au diamètre du cœur de la fibre. Une hauteur deux à trois fois supérieure à ce diamètre est suffisante pour garantir une bonne reproductibilité des expériences d'inscription.

de masquage (figure 13). Une fibre témoin est placée au-dessus de l'axe optique du faisceau lumineux, quelques dizaines de microns après le dispositif qui permet d'obtenir le système champ de franges d'interférences. La lentille cylindrique de génératrice parallèle à l'axe de la fibre optique est mobile en translation selon une direction parallèle à l'axe optique du faisceau. Lorsque la fibre témoin se situe avant le point de focalisation du faisceau lumineux, son ombre géométrique derrière le point de focalisation se trouve sous l'axe optique. Lorsque la fibre témoin se situe après le point de focalisation du faisceau lumineux, son ombre géométrique se trouve au-dessus l'axe optique. La position de la lentille cylindrique est ajustée le long de l'axe optique du faisceau de manière à ce qu'il ne soit pas possible de distinguer si la position de l'ombre géométrique de la fibre témoin est au-dessus ou en dessous de l'axe optique du faisceau lumineux.

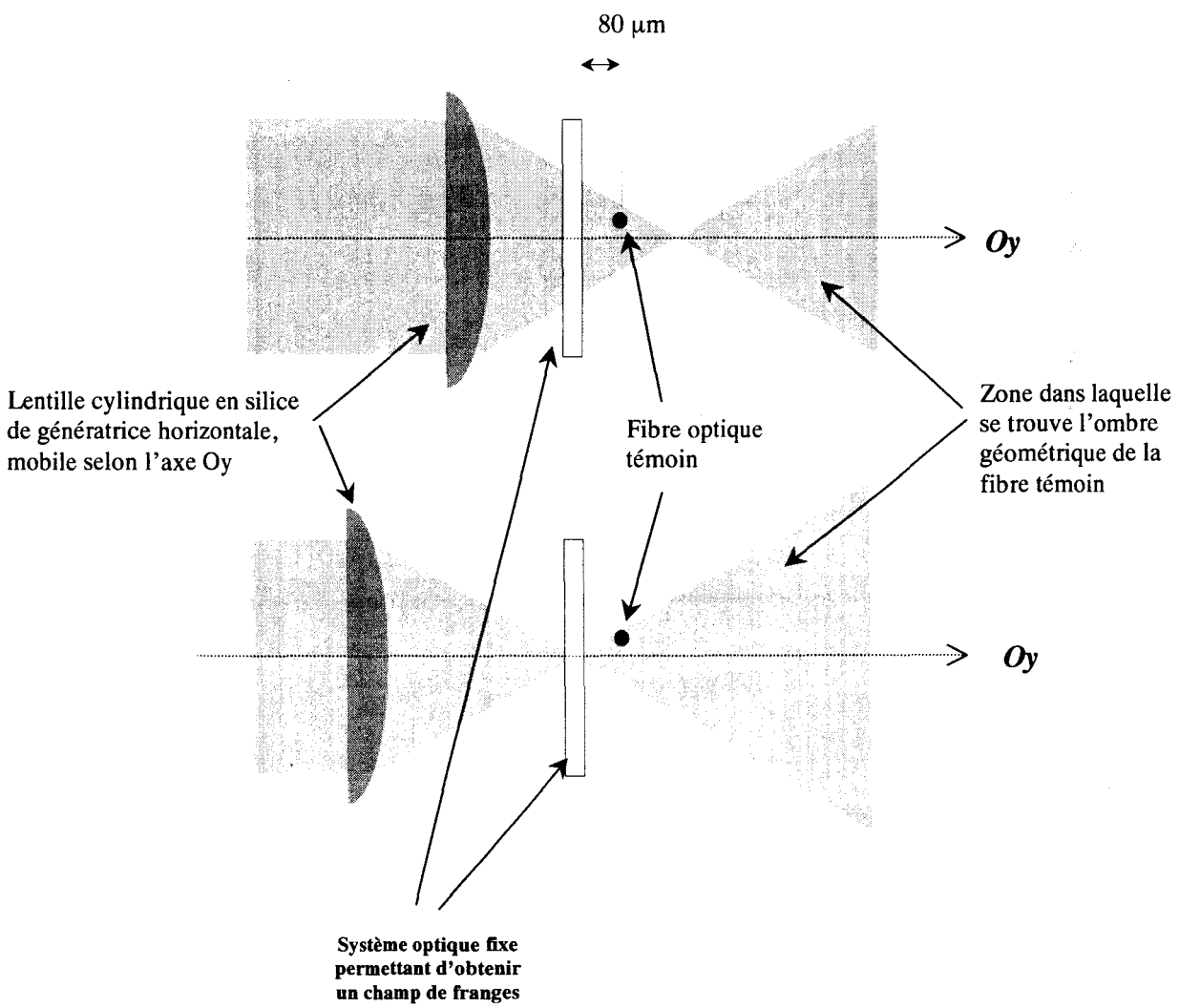


Figure 13 : Méthode de repérage du point de focalisation du faisceau lumineux ultraviolet (plan de coupe).

Les dimensions de la section transverse du faisceau ultraviolet incident sur la fibre sont déterminées en mesurant les dimensions de la marque imprimée par ce faisceau sur un papier photosensible, du type papier photographique AGFA BS 111 / 3. Ce papier photosensible est placé au point focalisation tel qu'il a été déterminé précédemment. Il est exposé pendant un laps de temps fixé (ce temps est déterminé après évaluation de la réponse du papier photosensible) au rayonnement ultraviolet. Les dimensions du spot noirci sur le papier par le faisceau ultraviolet sont mesurées à l'aide d'un microscope optique. La précision de la mesure est estimée à 5 μm. Les résultats de ces mesures ont été comparés à ceux des dimensions de réseaux de densification créés par insolation d'une lame de préforme germanosilicate. Les dimensions des réseaux de densification sont mesurées par microscopie interférométrique. La concordance des deux mesures s'est révélée satisfaisante.

La mesure de l'énergie transportée par les faisceaux ultraviolets est réalisée à l'aide d'un détecteur pyroélectrique de type Scientech n° 380105 dans le cas d'un laser émettant un rayonnement pulsé de longueur d'onde 244 nm et à l'aide d'un détecteur pyroélectrique de type Scientech n° 380103 dans le cas d'un laser émettant un rayonnement pulsé de longueur d'onde 193 nm. L'incertitude sur la mesure de l'énergie de ces rayonnements est de 20 % pour des énergies par impulsion de l'ordre de 0,14 J, 4 % pour des énergies par impulsion de l'ordre de 0,7 J et 0,5 % pour des énergies par impulsion de l'ordre de 4,3 J. La puissance du rayonnement émis par le laser fonctionnant en régime continu est mesurée à l'aide d'un détecteur pyroélectrique de type LaserProbe RkP 575 / Rk-5700. L'incertitude de mesure de la puissance du rayonnement ultraviolet, pour ce système, est de l'ordre de 2 % de la mesure. La gamme de mesure s'étend de 2 μW à 10 W.

L'incertitude relative sur la mesure de la densité d'énergie par impulsion, F (laser fonctionnant en régime impulsionnel), est égale à 33 % pour $F = 15\ mJ/cm^2$, 16 % pour $F = 200\ mJ/cm^2$ et 15 % pour $F = 400\ mJ/cm^2$.

L'incertitude relative sur la mesure de la densité de puissance du faisceau émis par le laser FRED est de l'ordre de 27 % pour une densité de puissance comprise entre 1 W/cm^2 et 40 W/cm^2.

2.3.2. Les dispositifs d'analyse spectrale

Deux types de dispositifs expérimentaux ont été utilisés pour la mesure des caractéristiques spectrales des réseaux de Bragg. Ils sont présentés sur la figure 14. Ces dispositifs sont adaptés à la détermination des caractéristiques spectrales de réseaux de Bragg de longueur d'onde de résonance située dans la gamme spectrale [1200 nm – 1600 nm]. Ce cas correspond à celui traité dans ce manuscrit.

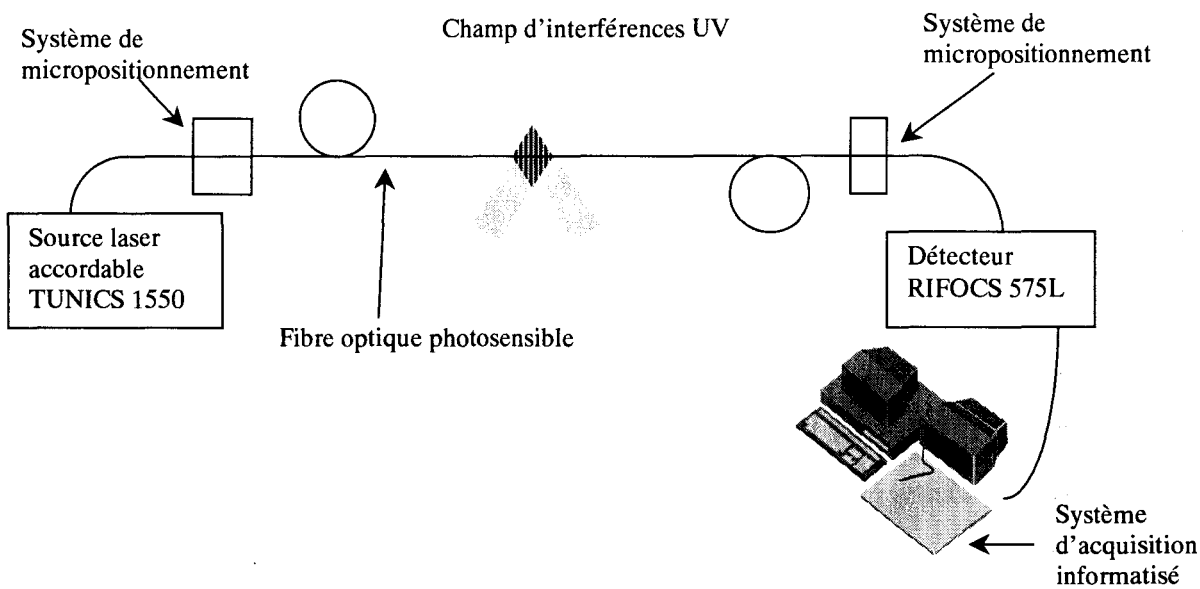


Figure 14(a) : Dispositif d'analyse de la réponse spectrale en transmission de réseaux de Bragg photoinscrits dans une fibre optique basé sur l'utilisation d'une source laser monofréquence accordable.

Le premier système [figure 14(a)] repose sur l'utilisation d'une source laser accordable de dénomination TUNICS 1550 développée par la société Photonetics. Cette source est caractérisée par son émission stable, monomode longitudinale dont la puissance optique peut atteindre 1 mW. Elle est accordable sans saut de mode (spécification du constructeur) sur la gamme spectrale [1480 nm - 1560 nm], avec une précision relative de 0,02 nm. Les caractéristiques de cette source accordable sont détaillées dans le tableau 4. Le flux lumineux issu de cette source est injecté dans la fibre insolée par le champ de franges (ou dans une fibre dans laquelle un réseau a préalablement été inscrit) à l'aide d'un dispositif de microdéplacement (x,y,z,θ). Ce dispositif garantit une stabilité de l'intensité du rayonnement injecté dans la fibre à mieux que 1 % sur une durée d'une heure. Le signal optique en sortie de la fibre est ensuite collecté par un détecteur de type photodiode en InGaAs (RIFOCS 575L).

Les caractéristiques de ce détecteur sont détaillées dans le tableau 5. Le signal électrique délivré par le détecteur est enregistré en fonction de la longueur d'onde de la source laser accordable sur un système d'acquisition numérique. Il est ainsi possible d'enregistrer la transmission de la fibre en fonction de la longueur d'onde puis de déterminer les caractéristiques spectrales du réseau de Bragg.

Désignation commerciale	**TUNICS 1550**
Domaine spectral d'utilisation (nm)	1480- 1580
Précision absolue en longueur d'onde (nm)	0,2
Précision relative en longueur d'onde (nm)	0,02
Unité de déplacement en longueur d'onde (nm)	0,01 - 20
Temps minimal par unité de déplacement en longueur d'onde (s)	0,1
Stabilité de l'émission (dB / heure)	0,01
Largeur de raie typique	100 kHz
Puissance de sortie maximale (mW)	4
Type de sortie	Fibrée, ouverture numérique = 0,1

Tableau 4: Caractéristiques de la source accordable TUNICS 1550.

Désignation commerciale	**RIFOCS 575L**
Type de détecteur	InGaAs
Réponse à 1 500 nm (μA/μW)	0,9
Linéarité (dB)	±0,05 dB
Gamme de mesure	4 nW – 4 mW
Domaine spectral d'utilisation (nm)	600- 1600
Nombre de mesures par seconde	10
Résolution (nombre d'unités sur le dernier chiffre significatif du calibre utilisé)	1

Tableau 5 : Caractéristiques du détecteur RIFOC 575L

Un second dispositif expérimental [figure 14(b)] est utilisé pour déterminer les caractéristiques spectrales des réseaux (gamme spectrale de mesure : 1 μm – 1,7 μm). Le flux lumineux issu source à large spectre (lampe blanche ou source superluminescente) est injecté dans la fibre à l'aide d'un objectif de microscope et d'un dispositif de microdéplacement. L'intensité du faisceau optique est modulée à l'aide d'un modulateur mécanique à une

fréquence de 250 Hz. Le flux lumineux en sortie de la fibre est focalisé sur la fente d'entré d'un spectromètre grâce à un objectif de microscope x20. Le pouvoir de résolution théorique du spectromètre est égal à $\lambda/\Delta\lambda$=240 000. La lumière dispersée par le spectromètre est recueillie par un détecteur au germanium refroidi par de l'azote liquide (modèle Applied Detector Corporation n°403). Le signal électrique délivré par le détecteur est traité par un système d'amplification à détection synchrone puis enregistré sur un ordinateur à l'aide d'un convertisseur analogique/numérique. Par mesure de précaution, dans les deux dispositifs expérimentaux, une acquisition supplémentaire est réalisée sur un support papier à l'aide d'un enregistreur analogique.

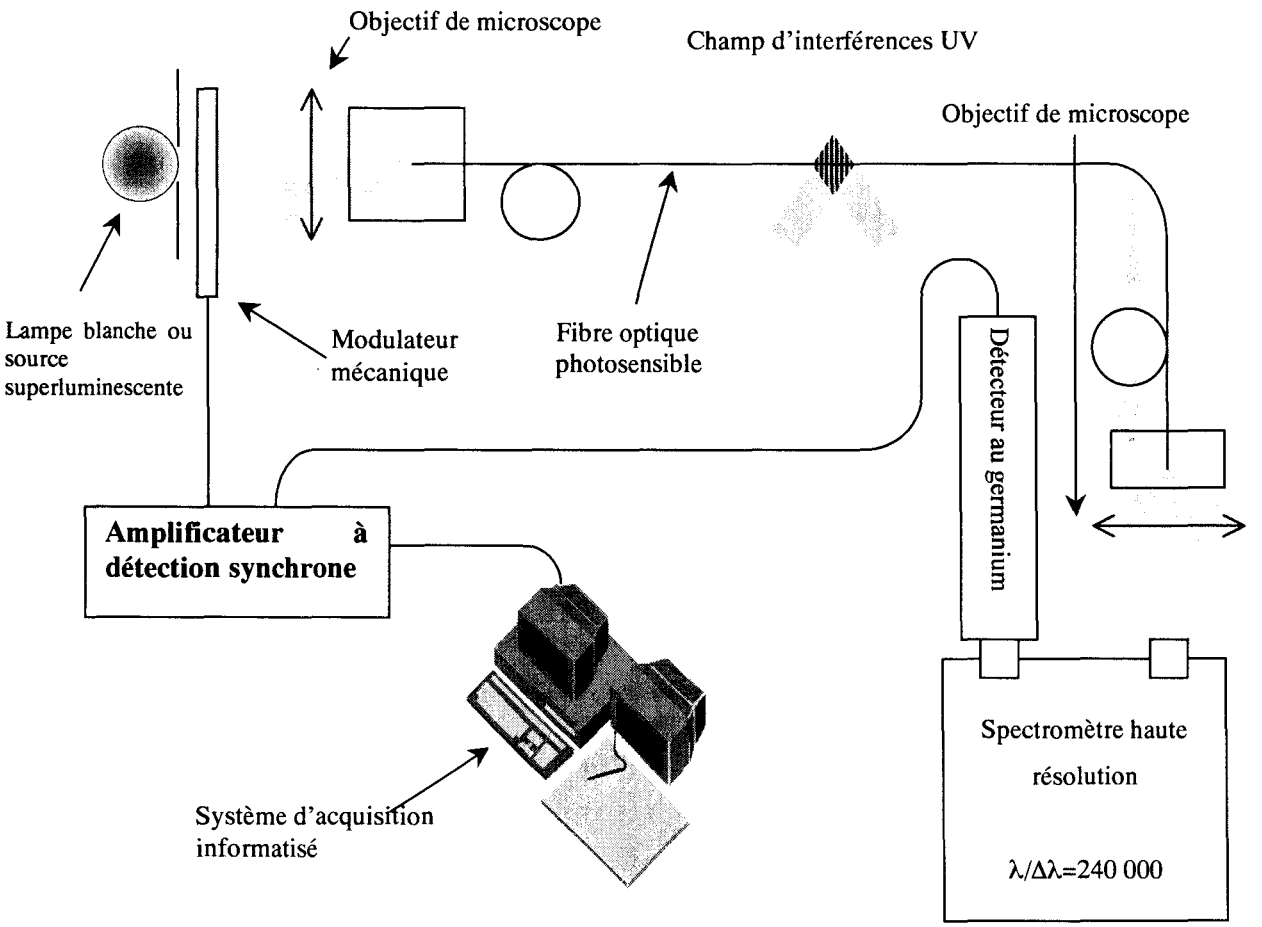


Figure 14(b) : Dispositifs d'analyse de la réponse spectrale en transmission de réseaux de Bragg photoinscrits dans une fibre optique basé sur l'utilisation d'une source à spectre large et d'un spectromètre à réseau.

2.4. Validité et précision de la méthode de mesure des variations photoinduites de l'indice de réfraction du cœur d'une fibre optique

2.4.1. Introduction

Nous nous proposons de déterminer les limites de validité et la précision de la méthode de mesure des variations photoinduites de l'indice de réfraction du cœur des fibres. Le principe de la méthode a été décrit dans le paragraphe 2. Rappelons que cette méthode consiste à inscrire un réseau de Bragg dans le cœur d'une fibre optique photosensible et à mesurer au cours et après l'inscription quelques caractéristiques spectrales du réseau dans l'ordre 1 (réflectivité, largeur spectrale, longueur d'onde de Bragg). De nombreuses hypothèses sont formulées de manière explicite ou implicite lorsque les quantités recherchées, que constituent les deux premiers termes du développement en série de Fourier du changement photoinduit d'indice de réfraction, sont déduites de ces mesures.

La première hypothèse formulée consiste à supposer que seul le cœur de la fibre est photosensible. La prise en compte de cette hypothèse se traduit par l'introduction du paramètre $\eta(V)$ dans les relations qui lient $R(\lambda_{B1})$ et $\Delta\lambda^{FW}$ à Δn_{mod} et $\delta\lambda_{B1}$ à Δn_{mean} [relations **(11)** à **(14)**]. Nous présentons quelques arguments pour justifier cette hypothèse et nous montrons comment un examen plus précis des caractéristiques spectrales des réseaux de Bragg permet de disposer d'informations concrètes sur ce point.

L'uniformité de la variation d'indice de réfraction sur la section transverse de la fibre constitue la deuxième hypothèse utilisée pour établir les relations **(11)** à **(14)**. Il s'agit là d'un point délicat qui n'a, à notre connaissance, fait l'objet de vérifications expérimentales que dans le cas particulier de réseaux de type IIA. Les travaux présentés par D. Pureur dans son mémoire de thèse[55] (ou en cours de publication) ont montré que, dans le cas de réseaux de type IIA, la variation photoinduite d'indice de réfraction n'est pas uniforme sur la section transverse du cœur de la fibre. Une discussion prenant en compte l'atténuation du rayonnement ultraviolet à la traversée du cœur de la fibre est présentée dans le paragraphe 2.4.3. Elle montre que ce résultat peut être probablement généralisé au cas de la plupart des réseaux de type I photoinscrits.

La troisième hypothèse formulée dans le paragraphe 2.1 concerne l'uniformité de la distribution périodique de densité d'énergie optique le long de l'axe ***Oz*** de la fibre (hypothèse du réseau uniforme sur toute sa longueur). Comme il apparaît sur les figures 4 et 5, des fentes verticales sont utilisées dans tous les montages de photoinscription pour limiter le champ des faisceaux ultraviolets et de ce fait la longueur des réseaux. Par conséquent, le phénomène de diffraction par des bords d'écran affecte nécessairement le profil d'éclairement de la fibre optique. Un système optique décrit pour la première fois par P. Krug *et al.* en 1995[56], permet de contrôler l'homogénéité de la modulation d'indice de réfraction le long de l'axe ***Oz*** de la fibre. Une version performante de ce système, développée par D. Ramecourt dans le laboratoire, permet de mettre en évidence des variations de modulation d'indice de réfraction de l'ordre de 10^{-5} avec une résolution spatiale de 10 μm. Ce système est décrit dans le paragraphe 2.4.4.ii. Il a été utilisé pour contrôler un grand nombre de réseaux fabriqués dans le cadre de ce mémoire. En particulier, la réponse spectrale d'un réseau de Bragg réalisé à l'aide d'un champ d'éclairement modulé par la diffraction de la fente est comparée à la réponse spectrale d'un réseau de Bragg parfaitement sinusoïdal. L'ordre de grandeur de l'erreur de mesure effectuée en utilisant la relation **(11)** pour calculer la valeur de la variation d'amplitude de modulation d'indice est ensuite évalué pour ce type de déformation du profil d'éclairement de la fibre. Par ailleurs, comme cela a été signalé dans le paragraphe 2.3.1.i, la répartition de l'énergie émise par les lasers utilisés pour inscrire les réseaux n'est pas homogène sur une section transverse des faisceaux. Nous discutons des implications de ces inhomogénéités sur la détermination de la variation d'indice de réfraction du cœur d'une fibre optique photosensible qui résulte de l'inscription d'un réseau de Bragg à l'aide de ces lasers.

La relations **(11)** a été calculée dans le formalisme des modes couplés. Ce formalisme est basé sur un principe qui stipule qu'une faible perturbation de l'indice de réfraction du milieu permet à différents modes d'effectuer un transfert d'énergie. Dans la plupart de nos expériences, le calcul a été mené pour des variations photoinduites d'indice de réfraction très inférieures à la différence des indices de réfraction du cœur de la fibre et de sa gaine optique. Dans certaines fibres photosensibles, la variation d'indice de réfraction induite par une insolation à l'aide d'un laser ultraviolet peut être de l'ordre de grandeur de la différence des indices de réfraction du cœur de la fibre et de sa gaine optique. La mesure des caractéristiques spectrales d'un réseau de Bragg peut être néanmoins, dans ce cas, utilisée pour évaluer la

variation d'indice photoinduite à condition de tenir compte de l'évolution des paramètres de guidance de la fibre optique. Ce point est explicité dans le paragraphe 2.4.6.

La précision de la mesure de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction et de l'indice moyen est liée aux caractéristiques du réseau de Bragg. Ces incertitudes de mesure ont été déterminées dans le cas d'un réseau à profil d'indice de réfraction parfaitement sinusoïdal le long de l'axe de la fibre. Le détail de ce calcul est présenté dans le paragraphe 2.4.7.

2.4.2. Localisation de la variation de l'indice de réfraction

Les relations **(11) à (14)** ont été établies en supposant que le changement d'indice de réfraction créé par l'insolation lumineuse est limité au seul cœur de la fibre. En d'autres termes, la photosensibilité des gaines optiques et mécaniques est supposée négligeable. Cette hypothèse justifie l'utilisation de la relation **(10)** pour déterminer la valeur numérique du facteur de recouvrement entre le mode LP_{01} et le réseau.

Les fibres sur lesquelles portent les études présentées dans ce mémoire de thèse ont un cœur en silice dopé par différents élément (B, Ge, Al,...) de manière à rendre le cœur photosensible. La gaine mécanique des fibres est constituée par de la silice pure. Elle n'est pas photosensible, quelle que soit la longueur d'onde utilisée pour procéder aux insolations ($\lambda_p \geq 193$ nm). La gaine optique de ces fibres contient du phosphore ($[P_2O_5] \approx 0{,}5$ % mol) et des traces de germanium. L'addition de phosphore dans le cœur d'une fibre optique germanosilicate réduit la sensibilité de la fibre[20,57] lors d'une insolation effectuée au moyen d'un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde égale à 244 nm. Le cas des insolations de fibres chargées en hydrogène, effectuées au moyen du laser à ArF nécessite *a priori* un examen plus approfondi. En effet, l'étude de la photosensibilité des fibres phosphosilicates fait apparaître que les variations d'indice de réfraction créées dans ces fibres sous ces conditions expérimentales peuvent atteindre quelques 10^{-3}, alors qu'elles sont négligeables dans d'autres conditions d'insolation. Cependant, différents arguments peuvent être avancés pour justifier de la validité de l'hypothèse retenue et ceci quelles que soient les conditions expérimentales de la photoinscription. Tout d'abord, le phosphore est inséré dans la gaine optique selon une concentration typique notablement plus faible que celle utilisée

pour doper les fibres phosphosilicates photosensibles (pour lesquelles $[P_2O_5] \approx 20$-25 % mol). Bien qu'aucune étude sur la photosensibilité des fibres phosphosilicates en fonction de la concentration en phosphore n'ait été, à notre connaissance publiée, il semble raisonnable d'admettre que la photosensibilité des gaines optiques est nettement plus faible que celle du cœur puisqu'une fibre en silice pure n'est pas photosensible. Un autre argument résulte de l'examen de la différence qui existe entre les cinétiques d'inscription de réseaux de Bragg dans les fibres germanosilicates et phosphosilicates hydrogénées. Sous l'effet d'une insolation effectuée au moyen d'un laser à ArF, la croissance des réseaux dans la fibre germanosilicate s'avère très rapide au début des tirs alors que dans la fibre phosphosilicate, cette croissance est très lente au début de l'insolation et s'accélère ensuite après typiquement 5 000 tirs. Le troisième argument résulte de considérations géométriques. La hauteur ($\approx$ 20 μm) du spot incident sur le cœur de la fibre est notablement plus petite que le diamètre de la gaine optique de la plupart des fibres étudiées. L'expression **(10)** fournit donc avec une bonne approximation la valeur numérique du recouvrement entre le mode fondamental et le réseau. Comme le montre la discussion présentée dans le paragraphe 2.1, la mise en évidence expérimentale d'un couplage entre le mode fondamental et les modes de gaines (ou entre le mode fondamental et les modes radiatifs) constitue la preuve de la localisation marquée du réseau de Bragg dans le cœur de la fibre. La figure 15 montre le spectre en transmission d'une fibre germanosilicate (désignation commerciale : SMF 28), chargée en hydrogène puis insolée par un champ de franges créées à l'aide d'un laser à ArF. La présence de couplage vers les modes de gaine apparaît clairement sur le spectre.

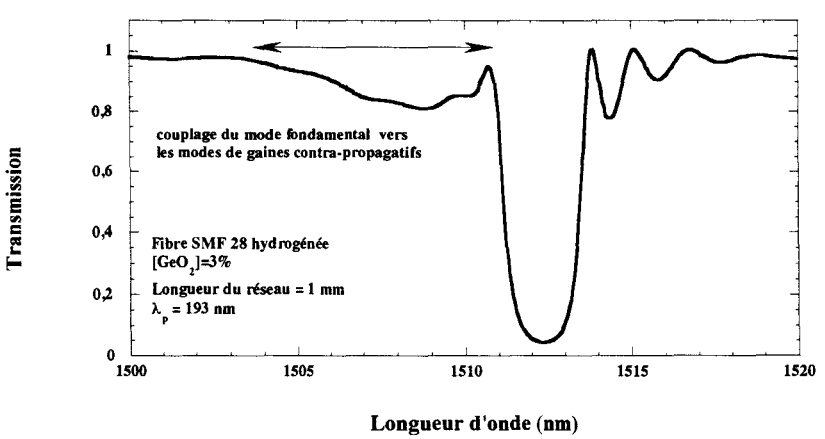


Figure 15 : Spectre de transmission d'un réseau de Bragg photoinscrit dans une fibre germanosilicate SMF 28 préalablement hydrogénée. La fibre a été insolée à l'aide du laser à ArF.

L'hypothèse selon laquelle la photosensibilité des gaines contenant du phosphore est négligeable a donc été retenue dans la suite du mémoire.

2.4.3. Uniformité de la variation d'indice sur la section transverse du cœur de la fibre

Dans le calcul des relations **(11) à (14)**, la variation de l'indice de réfraction de la fibre optique a été supposée uniforme sur la section transverse du cœur de la fibre à l'emplacement du réseau de Bragg photoinscrit. La discussion menée dans le paragraphe 2.3.1.iii montre que cette hypothèse est pour le moins douteuse lorsque les inscriptions sont réalisées au moyen d'un masque de phase pour lequel l'efficacité de diffraction dans les ordres 0, + 2 et –2 n'est pas négligeable. La mesure porte alors sur des quantités moyennées sur la section transverse du cœur de la fibre[v].

Il faut maintenant considérer le cas où le champ de franges parfait correspond au graphe en 3D représenté sur la figure 6. L'hypothèse d'uniformité de la variation d'indice de réfraction sur la section transverse du cœur de la fibre n'est raisonnable que si lors de la traversée du cœur de la fibre, le rayonnement ultraviolet responsable de la variation d'indice est faiblement absorbé ou si la variation photoinduite d'indice de réfraction du matériau sature très rapidement en fonction de la densité d'énergie. Les données relatives à l'absorption transitoire d'une impulsion lumineuse de courte durée (20 ns) et de forte densité d'énergie (typiquement 100 mJ/cm^2) sont inexistantes. De nombreuses références traitent par contre de l'absorption des fibres optiques en régime linéaire. L'absorption linéaire du cœur des fibres optiques à notre disposition est, dans la gamme spectrale [193 nm – 248 nm] très variable. Le coefficient d'absorption d'une fibre germanosilicate dopée à 6 % mol GeO_2 est de l'ordre de 270 cm^{-1} pour un rayonnement de longueur d'onde 244 nm et de 200 cm^{-1} pour un rayonnement de longueur d'onde 193 nm. Le coefficient d'absorption d'une fibre optique dont le cœur est en silice pure dopée par de l'azote est de l'ordre de 40 cm^{-1} pour un rayonnement de longueur d'onde 244 nm et de 20 cm^{-1} pour un rayonnement de longueur d'onde 193 nm. Les variations du coefficient d'absorption qui résultent de l'insolation de ces

[v] La méthode utilisée pour prendre cette moyenne dans le paragraphe précédent est bien sûr simplifiée car elle ne prend pas en compte la variation transverse de l'amplitude du mode qui se propage dans la fibre.

différents types de fibres optiques lors de l'insolation par un laser ultraviolet dépendent de nombreux paramètres : fibre traitée ou non par de l'hydrogène, longueur d'onde de pompe égale à 193 nm ou 244 nm, laser de pompe fonctionnant en régime impulsionnel ou continu. Pour déterminer un ordre de grandeur de la proportion du rayonnement qui est absorbé par le cœur d'une fibre optique lors de son insolation par un laser ultraviolet, nous supposons que la section de la fibre est de forme carrée, avec un coté de longueur 6 microns et que l'atténuation suit la loi de Beer-Lambert. Dans ces conditions, l'intensité du rayonnement de longueur d'onde 244 nm décroît à la traversée du cœur de la fibre (fibre germanosilicate dopée à 6 % mol de GeO_2) d'environs 15 %. Cet ordre de grandeur fait l'objet de vérifications expérimentales. La principale conclusion qui peut se déduire de ces expériences, décrites dans le chapitre II au paragraphe 3.3, réside dans le fait que quelle que soit la longueur d'onde de pompe (193 nm ou 244 nm), la proportion du rayonnement absorbé par le cœur d'une fibre optique dans les conditions usuelles d'irradiance est restée inférieure à 30 %. Ces chiffres indiquent cependant que la modulation d'indice de réfraction n'est pas strictement uniforme sur la section transverse du cœur de la fibre. Le degré d'inhomogénéité dépend de nombreux paramètres tels que, par exemple, la nature de la fibre, les conditions d'insolation, la durée de l'insolation. En conclusion, cette discussion montre que l'hypothèse d'une modulation d'indice de réfraction uniforme formulée pour établir les relations **(11)** à **(14)**, n'est pas strictement conforme à la réalité expérimentale. Les mesures fournissent donc des quantités moyennées intégrant ces défauts d'inhomogénéités. La façon de procéder à ces prises de moyenne constitue un problème ouvert qui n'a pas été traité dans le cadre de ce mémoire.

2.4.4. Diffraction de bord de fentes et moyens de contrôle.

2.4.4.i. Position du problème

Les inscriptions des réseaux de Bragg utilisés dans les études présentées dans ce manuscrit ont été réalisées avec les dispositifs décrits dans la section 2.3.1. Lors des insolations, la densité d'énergie (ou de puissance) du faisceau ultraviolet est ajustée en atténuant plus ou moins le flux lumineux délivré par le laser ultraviolet. Un système de fentes verticales d'écartement variable permet de choisir la largeur de la zone insolée (*i.e.* longueur du réseau). En raison de l'encombrement du support des dispositifs permettant d'obtenir le

champ de franges ultraviolettes, le système de fentes est placé à une distance égale à 5 cm de la fibre. Les fentes verticales produisent des franges de diffraction de bord d'écran de type franges d'Airy. Ces franges parallèles à la fente perturbent la distribution sinusoïdale de l'éclairement produite par le masque de phase ou le miroir de Lloyd. La figure 16 illustre cet effet dans le cas du masque de phase. L'encart de cette figure représente le profil d'éclairement le long de la direction ***Oz***, avant la traversée du masque. Les variations longitudinales de l'éclairement se traduisent par une surmodulation de l'intensité du champ de franges d'interférences. La distribution d'intensité lumineuse qui éclaire la fibre n'est donc plus parfaitement sinusoïdale.

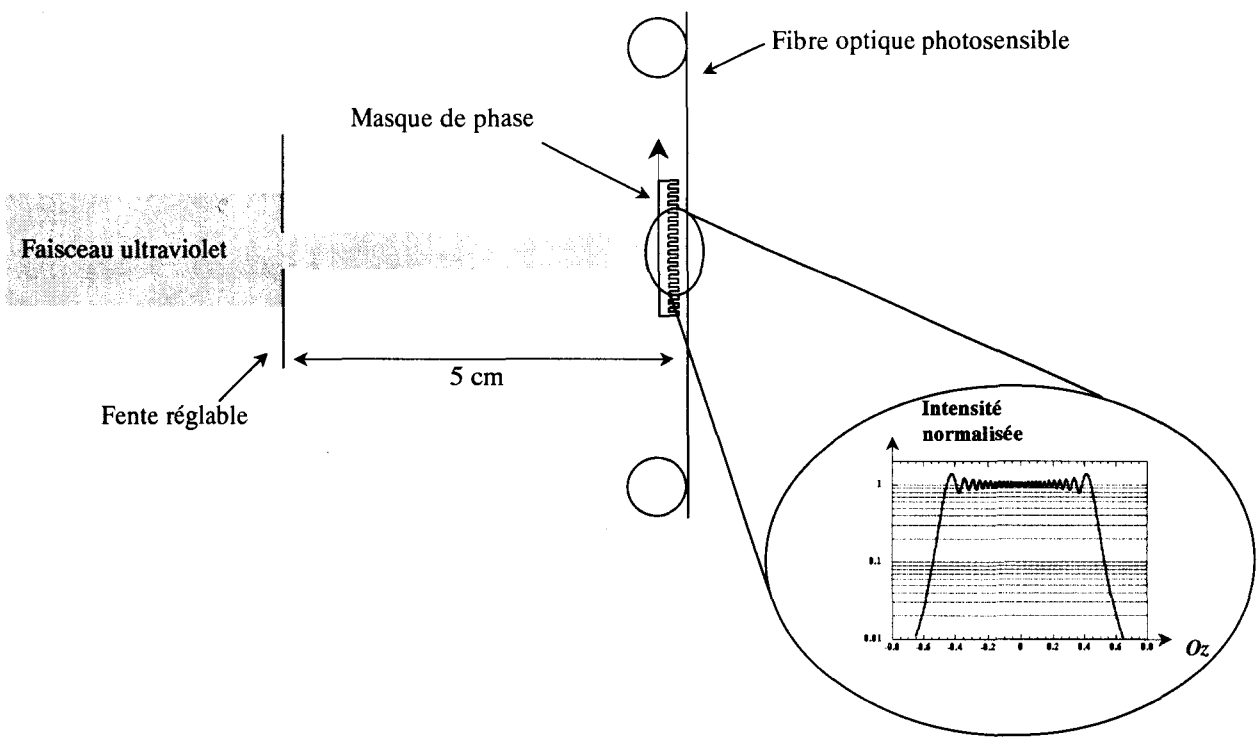


Figure 16 : Perturbation du champ de franges par les diffractions de bord de fentes (vue du dessus). L'encart décrit le profil d'éclairement du flux lumineux incident sur le masque de phase produit par une fente de 1 mm située à 5 cm du masque.

2.4.4.ii. Dispositif développé par P.A. Krug

La mesure des caractéristiques spectrales d'un réseau de Bragg photoinscrit ne permet pas de déterminer la répartition spatiale de la variation d'indice de réfraction qui a réellement été produite le long d'une fibre photosensible par l'insolation ultraviolette. Il est donc utile de mettre en œuvre une méthode d'analyse complémentaire qui permette de déterminer la

variation d'indice de réfraction photoinduite le long de l'axe ***Oz*** d'un réseau de Bragg. Plusieurs méthodes permettant d'atteindre en partie cet objectif ont été décrites dans la littérature[56,58]. La plus simple à mettre en œuvre a été décrite en 1995 par P.A. Krug *et al.*[56]. Ces auteurs montrent qu'il est possible de déterminer la valeur de la modulation d'indice de réfraction photoinduite en chaque point du réseau. Il suffit pour cela de mesurer l'efficacité de diffraction transverse du réseau éclairé latéralement par un rayonnement sonde de longueur d'onde λ_s.

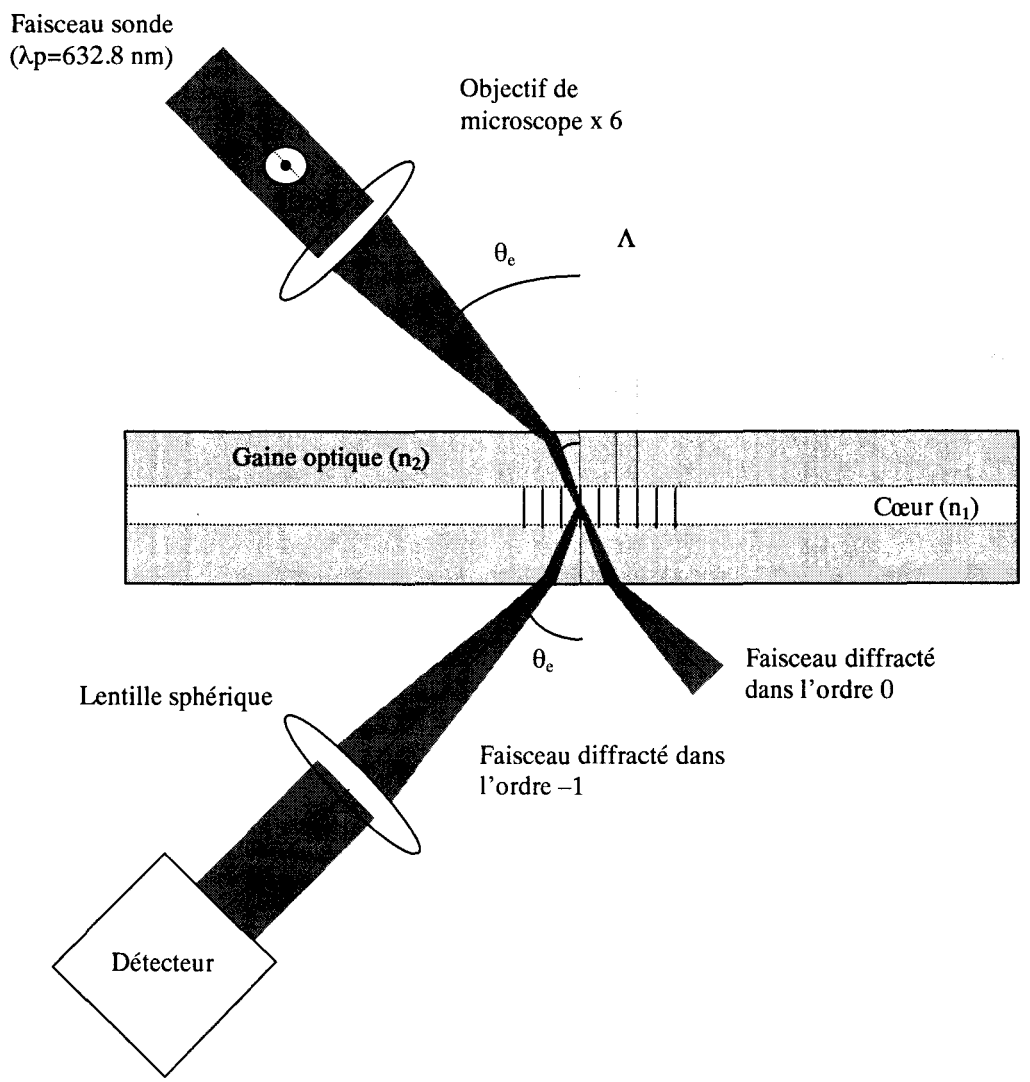


Figure 17 : Schéma de principe du banc de caractérisation de la modulation d'indice de réfraction correspondant à un réseau de Bragg photoinscrit dans une fibre optique, méthode de Krug.

Principe de la méthode de mesure

Le schéma du banc de caractérisation de la modulation d'indice de réfraction créée par la photoinscription d'un réseau de Bragg est présenté sur la figure 17. Un faisceau sonde, en provenance d'un laser HeNe ($\lambda_s = 632{,}8$ nm) polarisé perpendiculairement au plan d'incidence, est focalisé à l'aide d'un objectif de microscope x 6 sur le cœur de la fibre optique à l'emplacement du réseau de Bragg. Après avoir traversé la gaine optique de la fibre, le faisceau lumineux se propage dans le cœur de la fibre optique (sa direction de propagation fait un angle θ_0 avec la normale à l'axe de la fibre). Dans le cœur de la fibre optique, le faisceau sonde rencontre une structure périodique constituée par le réseau de Bragg. L'épaisseur maximale de cette structure périodique correspond au diamètre de la fibre, elle est donc de l'ordre de 6 μm. La période de cette structure est approximativement égale à 520 nm. L'évaluation du paramètre Q, défini par la relation **(21)**, permet de déterminer le régime de diffraction de la structure

$$Q = \frac{2\pi.d.\lambda_s}{n.\Lambda^2} \qquad \textbf{(21)}$$

Dans la relation **(21)**, d désigne l'épaisseur de l'échantillon, λ_s la longueur d'onde du faisceau incident, n l'indice de réfraction du milieu, Λ le pas du réseau.

$Q >> 1$ correspond au régime de Bragg et $Q << 1$ à celui de Raman-Nath[59]. La valeur maximale de Q est de l'ordre de 60 dans le cas d'un réseau de Bragg photoinscrit dans une fibre optique photosensible. La diffraction sera donc du type Bragg. Cette affirmation a été vérifiée expérimentalement : il est nécessaire pour observer un faisceau diffracté dans l'ordre –1 (figure 17) que le faisceau incident vérifie une condition d'incidence stricte sur le réseau. Un seul ordre de diffraction est produit.

L'efficacité de diffraction dans l'ordre diffracté - 1 est maximale en régime de Bragg lorsque les vecteurs d'ondes de l'onde incidente $\vec{k}_i$, de l'onde diffractée $\vec{k}_r$ et le vecteur d'onde du réseau ($\vec{K}$) vérifient la relation **(22)**. Le diagramme vectoriel illustrant cette relation de résonance de Bragg est représenté sur la figure 18.

$$\vec{k}_r = \vec{k}_i - \vec{K} \qquad (22)$$

$$\left\| \vec{K} \right\| = \frac{2\pi}{\Lambda} \quad \text{et} \quad \left\| \vec{k}_i \right\| = \left\| \vec{k}_r \right\| = \frac{2\pi}{\lambda_s} \qquad (23),\ (24)$$

L'efficacité de diffraction du réseau est maximale lorsque l'angle d'incidence du faisceau sonde sur l'échantillon est égal à θ_e (figure 18) défini par la relation (**25**).

$$\sin(\theta_e) = \frac{\lambda_s}{2.\Lambda} \qquad (25)$$

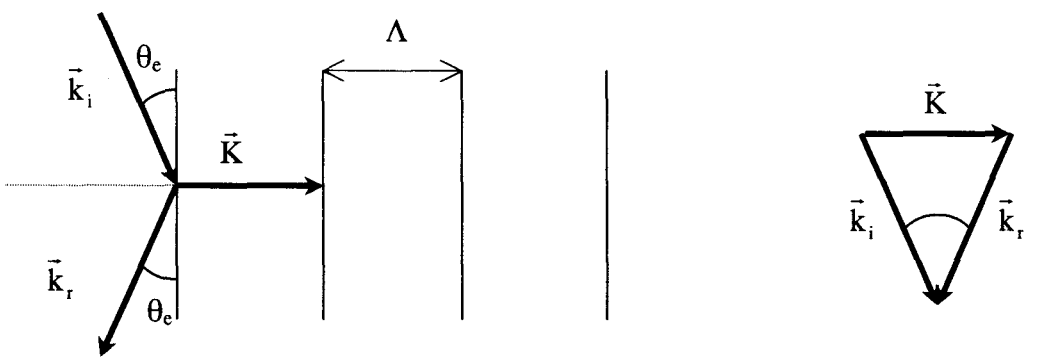


Figure 18 : Représentation de Fresnel des vecteurs d'onde incident et diffracté dans l'ordre –1 pour une structure diffractante de période Λ. $\vec{K}$ représente le vecteur d'onde du réseau.

Dans le cas d'un réseau d'indice parfaitement sinusoïdal, l'amplitude de modulation d'indice Δn_{mod} (mesurée à λ_s) se déduit de la relation (**26**)[56].

$$\eta_{max} = \frac{I_{-1}}{I_i} = 1.66 \cdot \left(\frac{2 \cdot \pi}{\lambda_s} \cdot a^3 \cdot W_i \cdot \Delta n_{mod}^2 \cdot \frac{\sin^2(\alpha_0)}{\cos^2(\theta_0)} \right) \qquad (26)$$

Dans la relation (**26**), I_i représente l'intensité du faisceau incident, I_{-1} représente l'intensité du faisceau diffracté dans l'ordre - 1, η_{max} l'efficacité au maximum de diffraction dans l'ordre –1, a le diamètre du cœur de la fibre, W_i le rayon du spot du faisceau gaussien émis par le laser HeNe à la position d'analyse. θ_0 est l'angle d'incidence dans le cœur de la fibre optique ($\sin\theta_e = n \sin\theta_0$). L'angle α_0 est l'angle formé entre la direction de propagation

du faisceau diffracté dans l'ordre –1 et la direction de polarisation du champ électrique incident. α_0 est donc égal à $\pi/2$ dans notre cas expérimental.

Il est par conséquent possible de calculer l'amplitude de modulation d'indice Δn_{mod} en tout point d'un réseau de Bragg photoinscrit dans le cœur d'une fibre optique en mesurant le rapport des puissances optiques transportées par le faisceau incident et le faisceau diffracté dans l'ordre - 1.

La résolution spatiale de ce dispositif mis en place au laboratoire par D. Ramecourt est égale à 10 µm, l'incertitude relative de mesure de Δn_{mod} est égale à 10 %, la gamme de mesure s'étend de $\Delta n_{mod} = 10^{-5}$ à $\Delta n_{mod} = 10^{-3}$. Le schéma du dispositif représenté sur la figure 16 sera décrit en détail dans le mémoire de thèse de D. Ramecourt.

2.4.4.iii. Effet des franges de diffraction sur le calcul de la variation d'amplitude de modulation d'indice

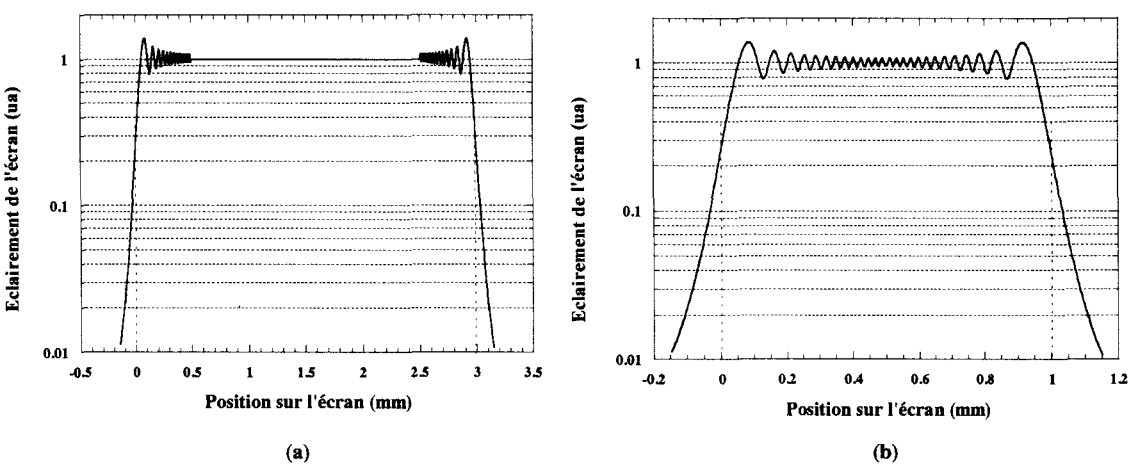


Figure 19 : Modélisation de l'éclairement d'un écran, situé à 5 cm d'une fente diffractante. L'onde incidente est plane et monochromatique (λ_p=193 nm), son incidence est normale par rapport au plan des fentes. La largeur de la fente est égale à 3 mm (a) et à 1 mm (b).

La figure 19 représente l'éclairement d'un écran situé à 5 cm d'une fente de largeur réglable. Cette fente est éclairée en incidence normale par une onde plane de lumière monochromatique de longueur d'onde égale à 193 nm. L'éclairement de l'écran est représenté pour deux fentes de largeur différente: 3 mm [figure 19(a)] et 1 mm [figure 19(b)]. Les lignes verticales en pointillé correspondent à la position de l'ombre géométrique de la fente. Le tracé

est réalisé selon une méthode numérique en utilisant la théorie approchée de la diffraction de Fresnel. Dans l'ombre géométrique de la fente, l'éclairement reste supérieur à 1 % de l'intensité du rayonnement incident sur une distance de l'ordre de 200 μm. La fente provoque donc un élargissement de la longueur de la zone insolée dont l'importance relative est d'autant plus forte que le réseau est court et la longueur d'onde du rayonnement incident est grande.

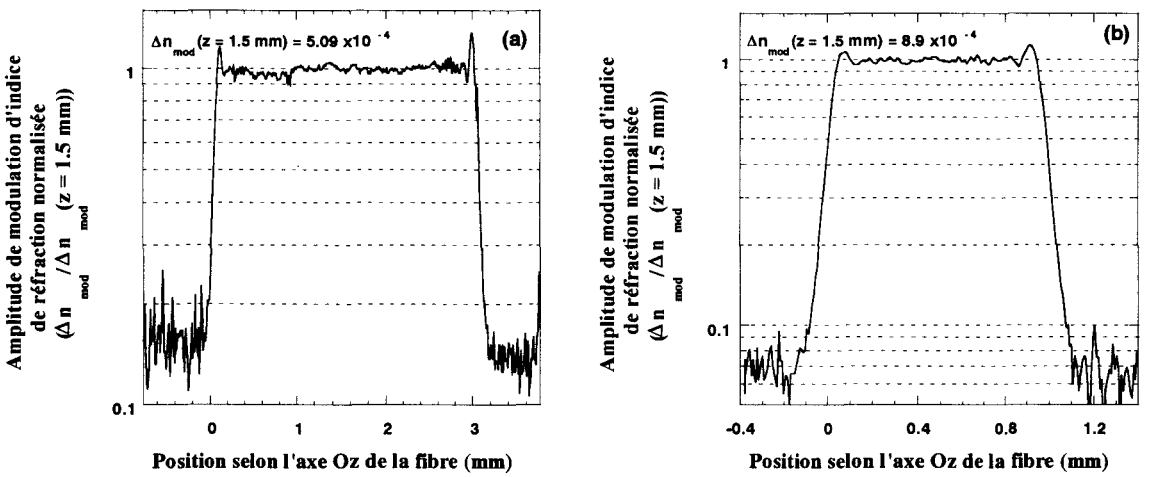


Figure 20 : Mesure de l'amplitude de modulation d'indice de réseaux de Bragg au moyen du dispositif mis au point par D. Ramecourt. Les réseaux sont réalisés dans une fibre germanosilicate à l'aide du laser à excimère ArF et du montage à masque de phase (masque situé à 5 cm d'une fente diffractante). La largeur de la fente est égale à 3 mm (a) et à 1 mm (b).

Deux réseaux de Bragg de longueur respectivement égale à 3 mm et à 1 mm ont été inscrits dans une fibre germanosilicate photosensible ($[GeO_2] = 7$ % mol). L'insolation est réalisée à l'aide du laser à excimère ArF et du montage à masque de phase décrit dans les sections 2.3.1.i et 2.3.1.iii. La fente délimitant la largeur des faisceaux est située à une distance égale à 5 cm du masque de phase. Le dispositif présenté par P.A. Krug (paragraphe 2.4.4.ii) a été utilisé pour mesurer la valeur de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction $\Delta n_{mod}(z)$ en chaque point des réseaux de Bragg. La manière de procéder est la suivante : l'efficacité de diffraction par le réseau de Bragg d'un rayonnement sonde de longueur d'onde $\lambda_s = 632{,}8$ nm est mesurée en un point de ce réseau. La fibre optique dans le cœur de laquelle est inscrit le réseau est ensuite déplacée parallèlement à elle-même à l'aide d'un système de translation pas à pas automatisé. Une mesure est effectuée après chaque pas de déplacement. La figure 20 représente $\Delta n_{mod}(z)$ en fonction de la position sur l'axe ***Oz*** des réseaux. La répartition de $\Delta n_{mod}(z)$ le long de l'axe du réseau n'est pas uniforme. Elle reproduit assez bien le profil d'éclairement du faisceau le long de l'axe de la fibre.

Le logiciel FOGS-BG 2.2, mis au point par la société Appolo Photonics Inc., a été utilisé pour modéliser la réponse spectrale de deux types de réseaux de Bragg. Le premier type est un réseau uniforme à profil d'indice de réfraction parfaitement sinusoïdal. Le second type est un réseau de Bragg dont le profil d'indice de réfraction n'est pas parfaitement uniforme. Le profil de variation sinusoïdale d'indice de réfraction selon l'axe du réseau est modulé par une figure de diffraction du type de celles décrites sur les figures 19(a) et 19(b). Les caractéristiques des réseaux à profils parfaitement sinusoïdaux sont les suivantes : $\Delta n_{mod} = \Delta n_{mean} = 3x10^{-4}$, longueur du réseau = 3 mm [réseau R1(a)] et 1 mm [réseau R1(b)]. La loi gouvernant la variation d'indice de réfraction d'un verre photosensible avec l'éclairement dépend de nombreux paramètres. Suivant le type de fibre étudié, les conditions et la durée d'insolation, cette loi peut par exemple être décrite par une fonction quadratique ou linéaire de l'éclairement ou même ne plus en dépendre. L'étude de cette dépendance fait l'objet d'une partie de ce manuscrit. Aussi, par souci de simplification, le profil d'indice de réfraction des réseaux correspondant à une insolation non uniforme est assimilé à un profil sinusoïdal (de caractéristiques semblables à celui correspondant aux réseaux de R1a et R1b) modulé par la fonction de diffraction représentée sur la figure 19(a) (réseau de longueur égale à 3 mm, noté R2a) ou 19(b) (réseau de longueur égale à 1 mm, noté R2b).

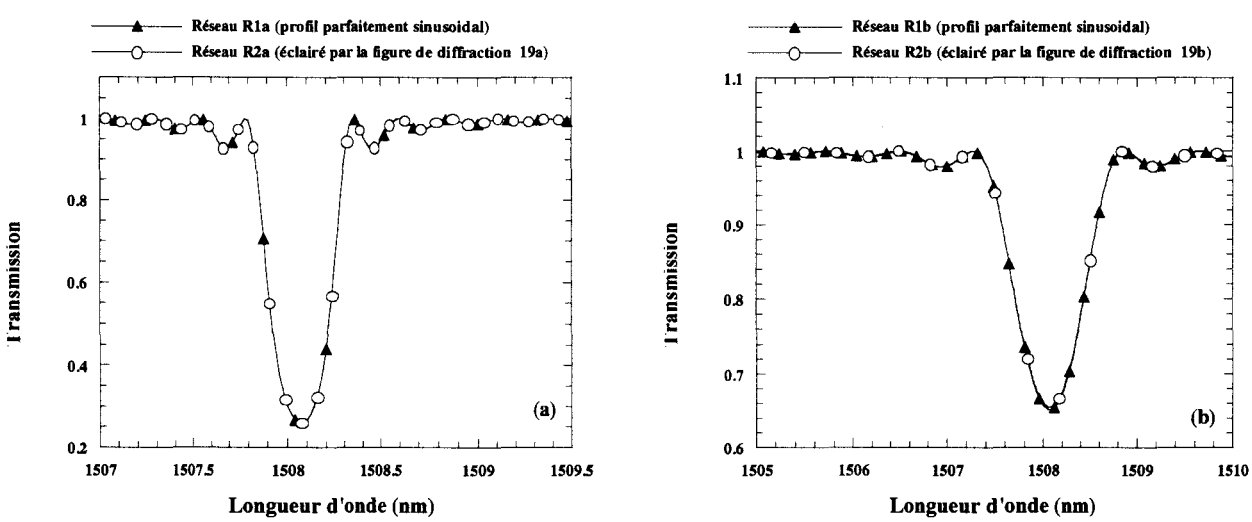


Figure 21 : Modélisation des spectres de transmission de réseaux de Bragg uniformes à profil parfaitement sinusoïdal (R1a et R1b). Modélisation des spectres de transmission de réseaux de Bragg non uniformes à profil d'éclairement correspondant à la description des figures 19(a) (R2a) et 19(b) (R2b).

Les figures 21(a) et 21(b) représentent respectivement les spectres de transmission des réseaux de longueur égale à 3 mm (R1a et R2a) et des réseaux de longueur 1 mm (R1b et R2b), obtenus avec le logiciel FOGS-BG 2.2. La réflectivité d'un réseau de Bragg inscrit avec

un champ de franges parfaitement sinusoïdales est supérieure de quelques dixièmes de % à celle d'un réseau inscrit par un champ de franges modulées par la diffraction. Cet écart diminue d'autant plus que la longueur du réseau de Bragg augmente. Cela signifie que lors de la mesure de la réflectivité d'un réseau de Bragg inscrit par un champ de franges perturbé, la valeur de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction est très légèrement sous estimée (erreur < 1 %) puisque la relation **(11)** utilisée pour calculée Δn_{mod} suppose que le réseau est uniforme. L'erreur est de l'ordre de 3 % si la longueur du réseau est réduite à 0,5 mm. L'erreur expérimentale résultant de la mesure de R vaut 1 à 2 %.

2.4.5. Influence du profil transverse d'intensité des faisceaux lumineux.

Le profil idéal d'éclairement des dispositifs permettant d'obtenir les champ de franges est un profil carré parfaitement homogène. Ce profil idéal permet d'obtenir, après traversée d'un masque de phase idéal ou d'un interféromètre à miroir de Lloyd, une distribution d'intensité lumineuse parfaitement sinusoïdale le long de la fibre optique approximation de l'optique géométrique). Le faisceau émis par le laser à excimère Lextra 50 est inhomogène et dissymétrique (figure 3) sur sa section transverse. Néanmoins, une zone longue de 1,8 cm (dans la direction *Oz* de l'axe de la fibre) a été sélectionnée sur ce faisceau (de largeur totale 2,4 cm) à l'aide d'un détecteur OPHIR DGX-3AP-RP (thermopile associée à une photodiode). Les principales caractéristiques de ce détecteur sont les suivantes : diamètre 5 mm (limité à 1 mm pour la mesure), précision de mesure = 1 à 2 % (à comparer avec la précision des détecteurs pyroélectriques dont nous disposons ≈ 10 %), temps d'acquisition d'une mesure = 2,27 s. Les variations relatives d'énergie, sur cette zone longue de 1.8 cm, sont inférieures à 10 %. Les faisceaux émis par le laser FRED ou le laser à excimère LPX 100 associé au laser à colorant doublé LPD 3000 sont caractérisés par un profil transverse de forme gaussienne. La dimension de ces faisceaux le long de l'axe ***Oz*** de la fibre optique est agrandie à l'aide de télescopes afocaux constitués de lentilles cylindriques de génératrice verticale. Une zone uniforme est sélectionnée au centre du faisceau, seule la lumière issue de cette zone est utilisée pour insoler la fibre.

Les schémas de la figure 22 représentent la distribution de l'intensité lumineuse des faisceaux issus des différentes sources ultraviolettes. La distribution d'intensité est représentée dans une section transverse des faisceaux dans la direction de l'axe ***Oz*** de la fibre

après normalisation par l'intensité moyennée le long de ***Oz*** (avant la traversée du masque de phase ou la réflexion sur le miroir de Lloyd). Comme il apparaît à l'examen de la figure 22(a), la répartition d'intensité lumineuse du faisceau émis par le laser Lextra 50 après troncature croît linéairement avec la position. La figure 22(b) correspond à un faisceau à profil gaussien tronqué. Ce profil correspond aux faisceaux émis par les lasers FRED et LPX 100 associé au laser à colorant doublé LPD 3000 après troncature des faisceaux. Les tracés ont été limités à une longueur égale à 10 mm.

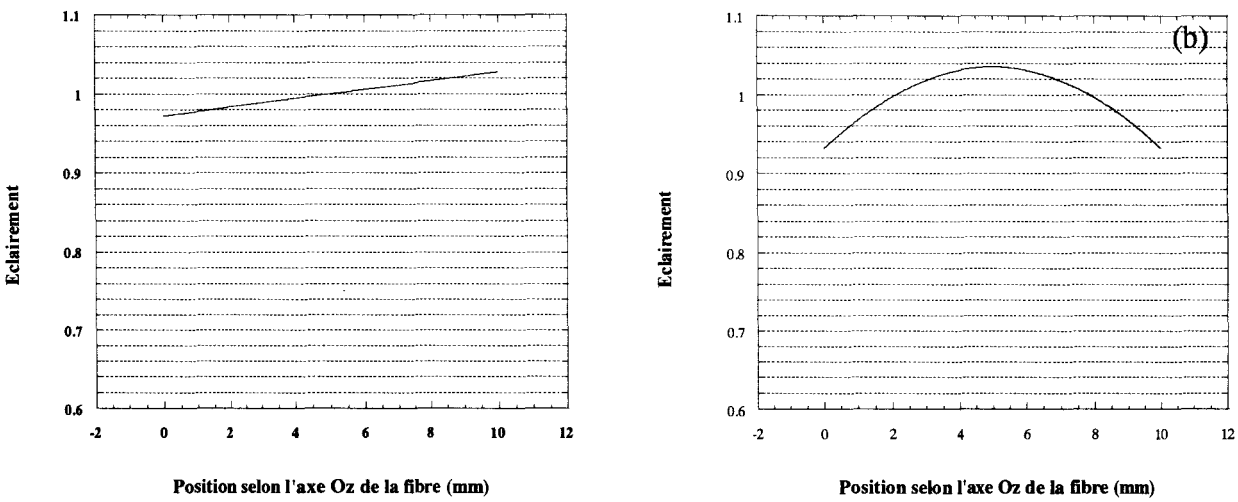


Figure 22 : Représentation de la distribution de l'énergie des faisceaux des différentes sources ultraviolettes le long de l'axe *Oz* de la fibre. La distribution d'intensité lumineuse a été normalisée par rapport à la valeur moyenne de l'intensité lumineuse prise le long de *Oz*. La figure 22(a) correspond au faisceau émis par le laser à excimère ArF. La figure 22(b) représente la distribution d'énergie correspondant au laser FRED et au laser à excimère LPX 100 associé au laser à colorant doublé LPD 3000. La résolution spatiale fixée par le diamètre du détecteur est égale à 1 mm.

Comme dans le paragraphe précédent, la variation d'indice de réfraction est supposée suivre une loi linéaire en fonction de la densité d'énergie du faisceau ultraviolet. L'éclairement du système permettant d'obtenir le champ de franges n'est pas homogène. Les termes Δn_{mean} et Δn_{mod} sont donc des fonctions de la position z le long de l'axe ***Oz*** de la fibre. A titre de simplification, l'expression de ces fonctions a été choisie de sorte que $\Delta n_{mean}(z) = \Delta n_{mod}(z)$ [$\Delta n_{mod}(z) = k\ F(z)$]. $F(z)$ représente la densité d'énergie du faisceau (ou sa densité de puissance). Le logiciel FOGS-BG 2.2 permet de modéliser la réponse spectrale de ce type de réseaux. Les réponses spectrales de trois types de réseaux ont été modélisées : **type** α = réseau parfaitement sinusoïdal ($\Delta n_{mean} = \Delta n_{mod}$ sont indépendants de z). Ce réseau est obtenu si l'éclairement est uniforme. **Type** β = réseau correspondant à un profil d'éclairement

F(z) dont la forme est présentée sur la figure 22(a) et **type** γ = réseau correspondant à un profil d'éclairement F(z) dont la forme est présentée sur la figure 22(b).

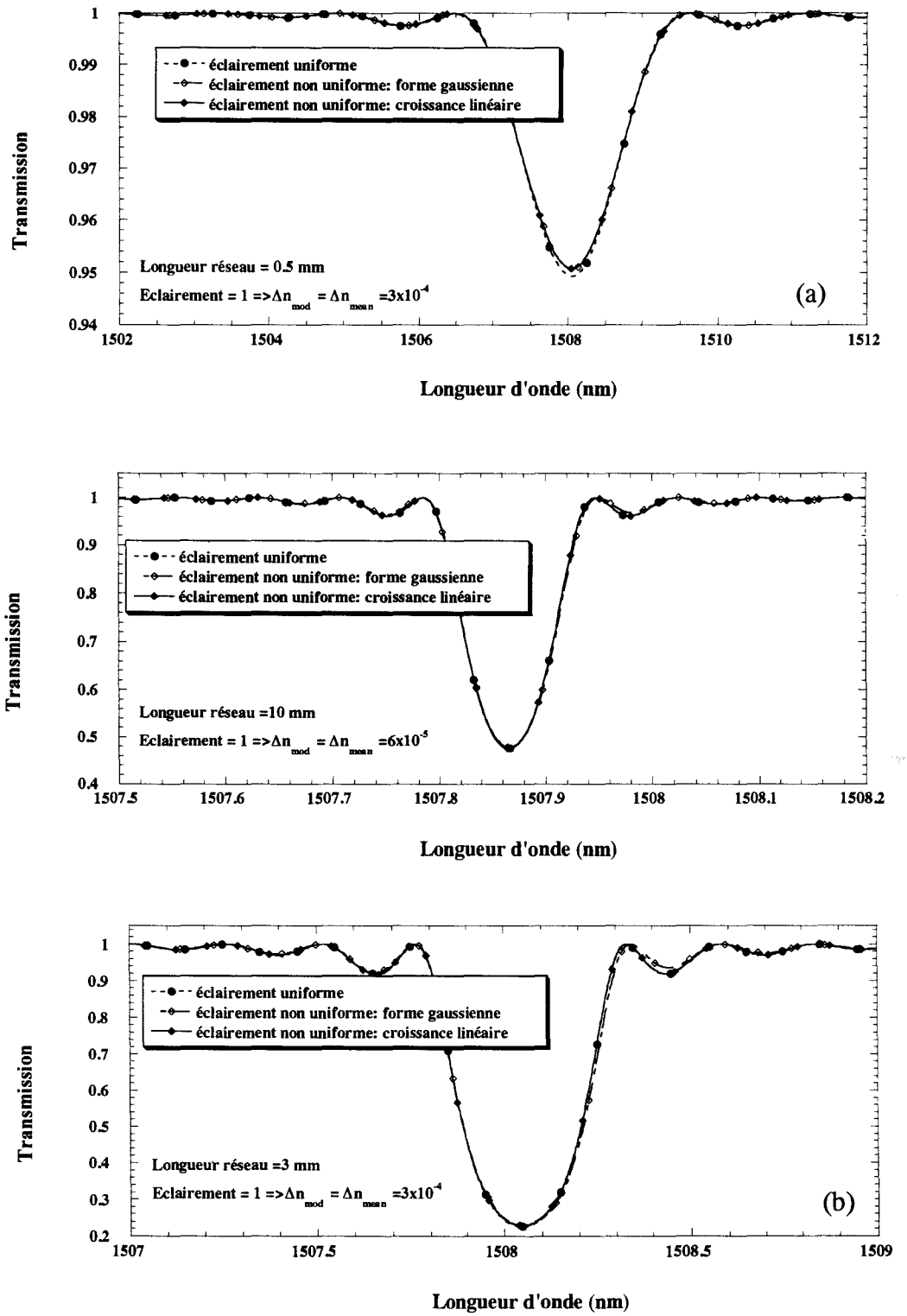


Figure 23 : Modélisation de la réponse spectrale de réseaux de Bragg à l'aide du logiciel FBOGS-BG 2.2. Les réseaux ont pour longueur 0,5 mm [figure 23(a)], 3 mm [figure 23(b)] et 10 mm [figure 23(c)]. Pour chaque longueur de réseau, trois profils d'éclairement sont étudiés : éclairement uniforme, éclairement de croissance linéaire [voir figure 22(a)] et éclairement gaussien tronqué [voir figure 22(b)].

Les réponses spectrales de différents réseaux de Bragg de longueurs variées (0,5 , 3 et 10 mm) ont été modélisées à l'aide de ce logiciel, en tenant compte des différents types d'éclairement décrits par les figures 22(a) et 22(b). La réponse spectrale des réseaux de longueur 0,5, 3 et 10 mm est représentée respectivement sur les figures 23(a), 23(b) et 23(c). Les valeurs de Δn_{mean} et Δn_{mod} correspondant à un éclairement égal à 1 ont été fixées à $3x10^{-4}$ pour effectuer les simulations de réseaux de longueur 0,5 et 3 mm et à $6x10^{-5}$ pour les simulations de réseaux de longueur 10 mm. La différence de transmission qui existe, au minimum de transmission du réseau, entre le réseau parfaitement sinusoïdal et les réseaux dont les profils ne sont pas réguliers est inférieure à 0,01 dans le cas des réseaux de longueur 0,5 et 3 mm. Cette différence est inférieure à 2 % dans le cas du réseau de 10 mm.

Ces quelques exemples montrent que la mesure de la réflectivité d'un réseau de Bragg inscrit par une insolation non uniforme [du type de celles décrites sur les figures 22(a) et 22(b)] est entachée d'une erreur systématique si l'on choisit de se référer à la réflectivité d'un réseau qui serait inscrit par un faisceau uniforme d'intensité égale à l'intensité moyenne du faisceau non uniforme. Cette erreur reste cependant inférieure à 0,02.

2.4.6. Variations d'indices photoinduites calculées en tenant compte de l'évolution des paramètres de propagation guidée.

Dans la référence 48, Lam et Garside utilisent le formalisme des modes couplés pour établir la relation **(11)** qui relie la réflectivité du réseau à l'amplitude de modulation d'indice de réfraction. Le calcul est mené en supposant que la modulation de l'indice de réfraction du cœur de la fibre reste très inférieure à la différence des indices de réfraction du cœur de la fibre et de sa gaine optique.

L'ordre de grandeur de la variation photoinduite de l'indice de réfraction du cœur de certaines fibres faiblement dopées en germanium (à faible valeur de Δ) peut toutefois être similaire à celui de la différence d'indices qui existe entre le cœur et la gaine de cette fibre optique. Ainsi par exemple, l'insolation par un rayonnement ultraviolet d'une fibre de type SMF 28 (3 % mol GeO_2 , $\Delta n_{cœur/gaine} = 3.6x10^{-3}$), dans le cœur de laquelle de l'hydrogène sous forte pression[9] a préalablement été introduit par diffusion, peut créer des variations d'indice de réfraction du cœur de la fibre de l'ordre de $2x10^{-3}$. Cet exemple numérique montre que les

caractéristiques optiques de la fibre peuvent être suffisamment modifiées, sur la zone insolée, pour que les constantes de propagation des modes se propageant dans la fibre ne puissent plus être considérées comme des constantes.

Pour tenir compte simplement de cet effet, il est tout d'abord nécessaire de formuler les hypothèses suivantes : le mode fondamental ne couple pas localement l'énergie vers les modes d'ordre supérieurs même si l'on envisage le cas où la variation d'indice moyen est suffisamment forte pour que la fibre cesse d'être monomode. L'indice effectif du mode fondamental et l'intégrale de recouvrement $\eta(V)$ peuvent être calculés en remplaçant l'indice n_1 du cœur de la fibre par $n_1+\Delta n_{mean}$. Lorsque l'on ne dispose pas d'une évaluation directe de Δn_{mean} (en mesurant la translation de la longueur d'onde de Bragg), une autre hypothèse simplificatrice consistant à assimiler Δn_{mean} à Δn_{mod} doit être introduite.

La variation de l'indice moyen du cœur de la fibre se traduit par une évolution de la valeur des constantes de propagation transverse du mode guidé [relation **(9)**] et par une variation du facteur $\eta(V)$ [relation **(10)**]. Le principe de la méthode que nous avons suivi pour tenir compte de cet effet consiste à utiliser la relation **(11)** selon un procédé itératif. Une valeur approchée de Δn_{mod} est calculée grâce à la relation **(11)** à partir de la mesure de la réflectivité du réseau. Il est fait abstraction dans cette première étape du fait que l'indice de réfraction du cœur de la fibre a évolué. Il est ensuite supposé que Δn_{mean} est égal à Δn_{mod}. Le terme $\eta(V)$ qui intervient dans la relation **(11)** est calculé en prenant cette fois un indice du cœur de la fibre optique égal à $n_1+\Delta n_{mean}$ (= $n_1+\Delta n_{mod}$) sur la zone où le réseau de Bragg a été inscrit. A partir de cette nouvelle valeur du facteur de recouvrement $\eta(V)$, la relation **(11)** est utilisée pour déterminer une valeur de Δn_{mod} corrigée. L'opération est renouvelée, jusqu'à ce que les variations de la valeur de Δn_{mod} obtenues d'une itération à l'autre soient inférieures à $1x10^{-6}$.

La figure 24 fournit un exemple d'application de cette méthode. La fibre optique dans le cœur de laquelle le réseau de Bragg a été inscrit est une fibre optique germanosilicate monomode de dénomination commerciale SMF 28 (fabriquant = Corning, $\Delta n_{cœur/gaine} = 3,6x10^{-3}$), préalablement placée sous une atmosphère d'hydrogène à 100 bar pendant 1 mois[9]. Les conditions de l'inscription sont indiquées sur la figure 24. La courbe en traits pleins représente l'évolution de la variation d'amplitude de modulation d'indice du

réseau de Bragg au cours de l'insolation ultraviolette réalisée à l'aide d'un laser excimère à ArF. Le dispositif expérimental à masque de phase a été utilisé pour la photoinscription du (paragraphe 2.3.1.iii). La courbe en pointillé est tracée à partir des valeurs correspondant à la courbe en trait plein, ces valeurs sont traitées selon le processus itératif décrit ci-dessus. Les valeurs de Δn_{mod} estimées sans apporter de correction aux mesures sont supérieures aux valeurs corrigées. Les valeurs de Δn_{mod} obtenues sans correction sont donc surestimées. Par ailleurs, la courbure de la courbe représentative de la fonction Δn_{mod}(*nombre de tirs*) est elle aussi modifiée par la correction.

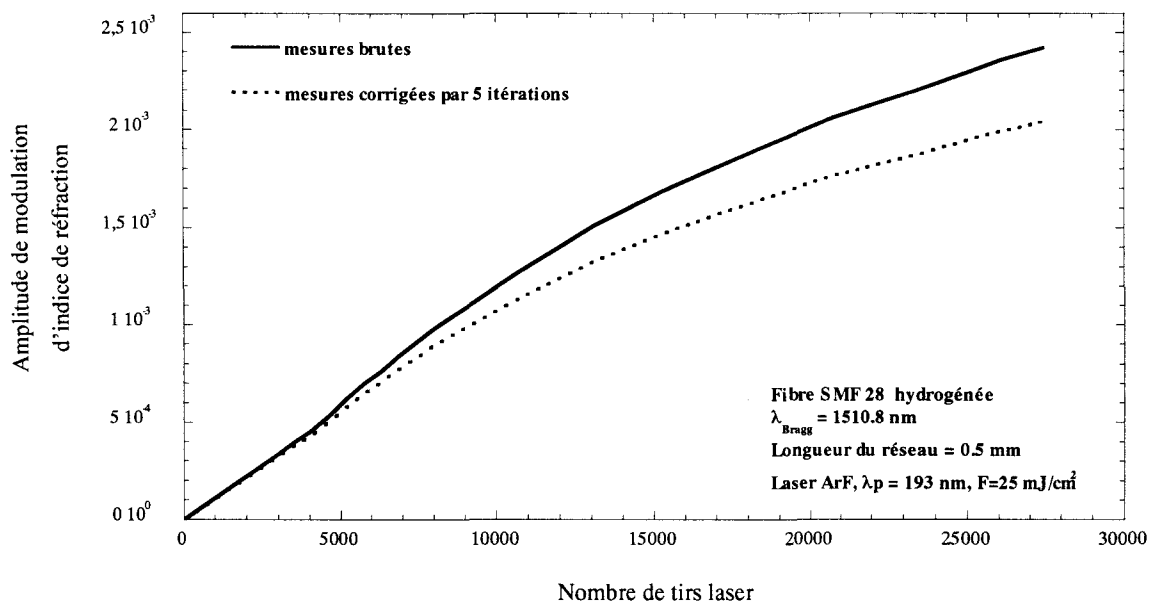


Figure 24 : Valeur de Δn_{mod} déterminée à partir de la mesure de la réflectivité d'un réseau de Bragg photoinscrit selon une méthode de corrections itératives. Le réseau de Bragg, de longueur 0,5 mm, est inscrit dans une fibre SMF 28 hydrogénée à 100 bar pendant 1 mois. Courbe en trait plein = mesures non corrigées. Courbe en pointillés = valeurs présentées sur la courbe en trait plein corrigées par 5 itérations.

Il est, par conséquent, nécessaire d'utiliser le procédé itératif décrit ci dessus dés lors que les variations d'indice de réfraction photoinduites deviennent de l'ordre de grandeur de la différence d'indice entre le cœur et la gaine de la fibre. L'absence de corrections fausse l'évaluation des lois gouvernant l'évolution de la variation d'indice de réfraction du cœur d'une fibre optique au cours d'une insolation ultraviolette.

2.4.7. Incertitude sur la détermination de Δn_{mod} et Δn_{mean} (cas d'un réseau de Bragg uniforme à profil d'indice de réfraction parfaitement sinusoïdal.

La longueur des réseaux de Bragg (notre instrument de mesure de la photosensibilité) est comprise entre 500 μm et 1 cm. La valeur basse de cet intervalle a été choisie supérieure (ou égale) à 500 μm de façon à ce que l'erreur systématique de mesure sur Δn_{mod}, liée au rapport entre la longueur de la partie du champ de franges fortement perturbée par les effets de diffraction et celle non perturbée, reste inférieure à 2 % (paragraphe 2.4.4.iii). La réalisation de réseaux de longueur supérieure à 1 cm n'est possible avec les sources lasers dont nous disposons qu'au prix d'un grandissement des faisceaux important. Le choix d'un grandissement trop important limite la valeur maximale de la densité d'énergie optique incidente sur la fibre[vi].

Nous montrons maintenant que le choix de cet intervalle de longueurs limite à son tour l'intervalle de variation de l'amplitude de modulation d'indice accessible à la mesure.

Comme le montre la relation **(11)**, l'incertitude sur la mesure de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction provient de l'incertitude sur les mesures de L, λ_{B1} et $R(\lambda_{B1})$. La relation **(27)** déduite de la relation **(11)** permet de calculer Δn_{mod} explicitement à partir des grandeurs citées précédemment.

$$\Delta n_{mod} = \frac{\lambda_{B1}}{\pi \eta(V).L} . \text{Arctanh}\sqrt{R(\lambda_{B1})} \qquad (27)$$

La valeur de la réflectivité $R(\lambda_{B1})$ se déduit de la mesure de la transmission minimale du réseau $T(\lambda_{B1})$ (transmission à la longueur d'onde de Bragg) à l'aide de la relation approchée $R(\lambda_{B1})+T(\lambda_{B1})=1$. La validité de cette relation suppose que les pertes introduites par le réseau à la longueur d'onde de Bragg puissent être négligées. Ces pertes peuvent provenir de deux origines : *a)* une augmentation photoinduite du coefficient d'absorption du matériau constituant le cœur de la fibre, *b)* une augmentation du coefficient de diffusion

[vi] L'utilisation d'une méthode d'écriture des réseaux point par point n'est pas compatible avec le relevé des cinétiques d'inscription[60].

Rayleigh qui pourrait résulter de modifications structurales induites par l'inscription du réseau. L'étude du premier mécanisme fait l'objet du paragraphe 3.1, chapitre II de ce mémoire. L'importance des pertes en excès dépend fortement du choix de la longueur d'onde de Bragg (λ_{B1}). Dans la plupart de nos expériences, la longueur d'onde de Bragg a été fixée vers 1,51 μm. Dans cette région spectrale, les excès de pertes créés par l'insolation peuvent être négligés (chapitre 3.1, paragraphe II). Leur prise en compte conduit en effet à modifier la valeur de $T(\lambda_{B1})$ d'une quantité négligeable devant l'incertitude de mesure. Les pertes en excès crées par une augmentation de la diffusion Rayleigh n'ont pas fait l'objet d'études exhaustives dans la littérature scientifique. Seule, à notre connaissance, une référence[15] fait état de mesures de pertes en excès résultant de l'augmentation de la diffusion incohérente créée par l'inscription de réseaux de Bragg dans des fibres hydrogénées. Dans cette expérience, le niveau de pertes était mesuré dans une gamme spectrale large de 100 nm centrée autour de 1,52 μm. Un des objectifs du travail portait sur une comparaison entre les effets d'insolations effectuées au moyen d'un laser continu et au moyen d'un laser à ArF. Le niveau des pertes « large bande » est de l'ordre de $5x10^{-5}$ dB/cm pour les réseaux inscrits avec la source continu et peut atteindre 0,2 dB/cm pour les réseaux inscrit avec le laser de longueur d'onde égale à 193 nm. Ces ordres de grandeurs sont compatibles avec le résultat de mesures effectuées par D. Pureur[55] dans notre laboratoire. D. Pureur a mesuré le niveau de la puissance optique diffusée en dehors de la fibre au travers de la gaine par différents types de réseaux accordés vers 1,2 μm. A cet effet, la fibre dans laquelle le réseau est écrit, était placée dans une sphère intégratrice associée à un détecteur de puissance optique. Le flux lumineux issu d'un laser HeNe (λ_s = 632,8 nm) était injecté dans la fibre optique. La puissance optique diffusée par le réseau en raison des diffusions cohérentes (couplages vers les modes radiatifs et les modes de gaines) et incohérents (diffusion Rayleigh) était mesuré grâce au mesureur de puissance optique. D. Pureur[55] a ainsi établi que le rapport de la puissance optique diffusée par des réseaux de type I à la puissance injectée est le plus souvent de l'ordre de $1x10^{-5}$. Ce rapport peut toutefois atteindre $1x10^{-2}$ à $1x10^{-1}$ pour des réseaux de type IIA.

En conclusion, ces résultats montrent que l'usage de la relation $R(\lambda_{B1})+T(\lambda_{B1})=1$ semble fondée dans la majeure partie des cas. Toutefois, son utilisation pour traiter le cas de réseaux saturés de type IIA est plus sujette à caution. Des expériences destinées à préciser ce point font l'objet d'une collaboration entre une équipe d'Alcatel Cables (P. Guénot) et notre laboratoire.

Une forme différentiée de la relation (27) peut s'écrire :

$$\frac{\Delta(\Delta n_{mod})}{\Delta n_{mod}} = \frac{\Delta(\lambda_{B1})}{\Delta\lambda_{B1}} + \frac{\Delta(L)}{\Delta L} + \left(\frac{1}{T(\lambda_{B1})}\right).\frac{1}{2.\sqrt{1-T(\lambda_{B1})}}\frac{\Delta T(\lambda_{B1})}{\text{Arctanh}\sqrt{(1-T(\lambda_{B1}))}} \qquad (28)$$

Dans l'expression (28), ΔL, $\Delta\lambda_{B1}$ et $\Delta T(\lambda_{B1})$ désignent respectivement l'incertitude sur la mesure de la longueur du réseau de Bragg, sur la mesure de la longueur d'onde de résonance du réseau de Bragg et sur la mesure de la transmission du réseau de Bragg à sa longueur d'onde de résonance.

L'incertitude relative sur la valeur de l'amplitude de modulation d'indice a été calculée, à l'aide de la relation (28), en fonction de la valeur du coefficient de transmission $T(\lambda_{B1})$ en traitant le cas d'un réseau parfaitement sinusoïdal. Les erreurs relatives sur L et λ_{B1} ont été fixées respectivement à 1 % et 0,1 %. L'incertitude de mesure sur la transmission à la longueur d'onde de résonance est de l'ordre de 1 %. Le tracé de l'incertitude relative sur la valeur de Δn_{mod} est présenté sur la figure 25 en fonction de $T(\lambda_{B1})$.

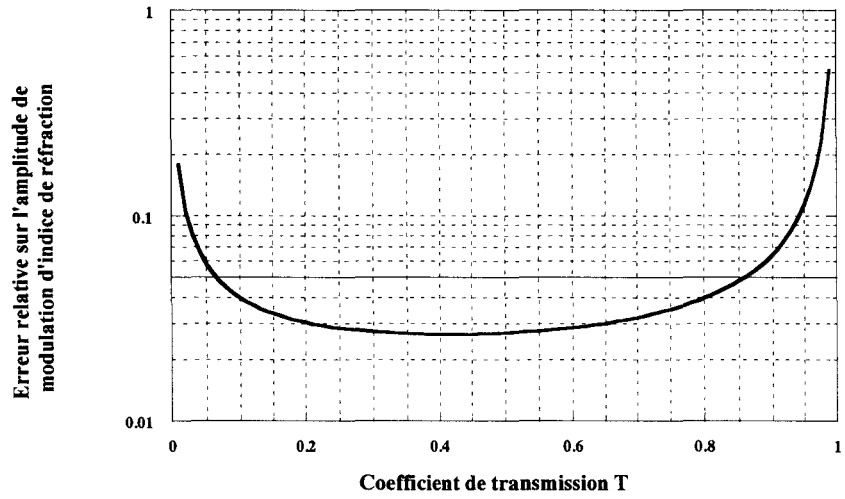


Figure 25 : Evolution de l'incertitude relative sur la valeur de la variation de l'amplitude de modulation d'indice calculée en fonction de la valeur du coefficient de transmission $T(\lambda_{B1})$ pour un réseau parfaitement sinusoïdal. Les erreurs relatives sur L et λ_{B1} sont choisies égales respectivement à 1% et 0,1%. L'erreur de mesure de la transmission du réseau de Bragg à sa longueur d'onde de résonance est de 1 unité de mesure sachant qu'une transmission nulle correspond à 100 unités de mesure.

Nous avons choisi de définir arbitrairement le domaine de validité des mesures de Δn_{mod} de la façon suivante : l'incertitude relative sur la valeur de la variation de l'amplitude de modulation d'indice doit rester inférieure à 5 %. Par conséquent, le domaine de validité de la mesure de la transmission est limité à des valeurs de $T(\lambda_{B1})$ comprises entre 6 % et 86 %. L'intervalle de variation de Δn_{mod} qui résulte de ces choix et de celui de l'intervalle de longueur des réseaux (0,5 mm < L < 10 mm) est égal à $[1{,}5\text{x}10^{-5} - 2{,}8\text{x}10^{-3}]$.

L'incertitude sur la mesure de l'indice moyen (Δn_{mean}) provient de l'incertitude sur la mesure de λ_{B1} et de $\delta\lambda_{B1}$ [relations **(13) et (14)**]. La relation **(29)** déduite de la relation **(13) et (14)** permet de calculer Δn_{mean}.

$$\Delta n_{mean} = \frac{n_{eff}}{\left(1{,}1428 - \frac{0{,}996}{V}\right)} \cdot \frac{\delta\lambda_{B1}}{\lambda_{B1}} \quad \text{avec } 1{,}5 \leq V \leq 2{,}4 \qquad \textbf{(29)}$$

Une forme différentiée de la relation **(29)** peut s'écrire :

$$\frac{\Delta(\Delta n_{mean})}{\Delta n_{mean}} = \frac{\Delta(\delta\lambda_{B1})}{\delta\lambda_{B1}} + \frac{\Delta\lambda_{B1}}{\lambda_{B1}} \qquad \textbf{(30)}$$

Dans cette expression, les termes $\Delta\lambda_{B1}$ et $\Delta(\delta\lambda_{B1})$ désignent respectivement l'incertitude sur la mesure de la longueur d'onde de résonance du réseau de Bragg et sur la variation de la longueur d'onde de résonance du réseau au cours de l'insolation. L'erreur relative sur λ_{B1} est de l'ordre de 0,1 %. L'incertitude de mesure sur la variation de la longueur d'onde de résonance du réseau $[\Delta(\delta\lambda_{B1})]$ est principalement liée au fait qu'il n'est possible de détecter le réseau qu'après une durée d'insolation telle que $R(\lambda_{B1})$ est de l'ordre de 3 % (*i.e.* quelques dizaines ou centaines de tirs après le début de l'insolation). A l'instant précis où le réseau est détecté, sa longueur d'onde de Bragg a déjà évolué. La relation **(11)** montre que, pour une valeur de Δn_{mod} fixée, la valeur de $R(\lambda_{B1})$ est d'autant plus grand que L est grand. Par conséquent, la détermination de $\delta\lambda_{B1}$ est d'autant moins entachée de cette erreur systématiques que la longueur L du réseau est importante. Dans la plupart de nos expériences, la variation de la longueur d'onde de Bragg lors des premiers tirs est estimée à approximativement 0,1 nm (par extrapolation des données expérimentales). Les variations de

la longueur d'onde de Bragg au cours des insolations sont typiquement comprises dans l'intervalle [0,2 nm – 2 nm]. L'erreur systématique de mesure de $\delta\lambda_{B1}$ s'inscrit donc dans l'intervalle [5 % – 50 %].

3. Méthode expérimentale utilisée pour estimer la photosensibilité des verres de préforme

3.1. Introduction

Les variations d'indice de réfraction photoinduites dans des lames de préforme, ont été mesurées par une méthode analogue dans son principe à celle mise en œuvre avec les fibres optiques. La méthode consiste à inscrire un réseau d'indice à profil sinusoïdal dans le cœur d'une lame de préforme puis à mesurer l'efficacité de diffraction du réseau. La lame à faces parallèles est taillée dans la préforme selon une coupe perpendiculaire à l'axe de la préforme. Les deux faces parallèles sont polies selon une qualité optique (planéité meilleure que λ). L'épaisseur des lames se situe entre 50 μm et 300 μm. Cette épaisseur est mesurée avec une incertitude d'environ 1 μm, à l'aide d'un microscope optique.

3.2. Principe de la méthode de mesure

Le principe de la méthode de mesure de l'efficacité de diffraction du réseau de Bragg[vii] photoinscrit dans la lame de préforme est similaire à celui utilisé lors de la mise en œuvre de la mesure de l'efficacité de diffraction transverse d'un réseau de Bragg photoinscrit dans une fibre optique (paragraphe 2.4.4.ii). Le schéma du dispositif expérimental est représenté sur la figure 26. Un faisceau sonde issu d'un laser HeNe (λ_s = 632,8 nm) est focalisé sur la lame de préforme selon un angle d'incidence θ_e (figure 26) vérifiant la condition de Bragg (**31**).

[vii] Un simple calcul numérique effectué à partir des données typiques suivantes {λ_s = 632,8 nm, Λ = 1 μm, n = 1,46, d = 100 μm} montre que la valeur numérique du paramètre Q défini par la relation (**21**) est très supérieur à 1 (Q ≈ 270) et donc que le régime de diffraction est de type Bragg.

$$\sin(\theta_e) = \frac{\lambda_s}{2.\Lambda} \quad (31)$$

Dans la relation (**31**), λ_s désigne la longueur d'onde du laser de sonde et Λ le pas du réseau photoinscrit dans la lame de préforme.

L'amplitude de modulation d'indice Δn_{mod} (mesurée à λ_s), d'un réseau d'indice parfaitement sinusoïdal (réseau parfaitement uniforme dans l'épaisseur), se déduit de la relation (32)[22].

$$\eta_{max} = \frac{I_{-1}}{I_0} = \sin^2\left(\frac{\pi.\Delta n_{mod}.d}{\lambda_s.\cos(\theta)}\right) \quad (32)$$

$$\sin(\theta_e) = n.\sin(\theta) \quad (33)$$

Dans les relations (**32**) et (**33**), I_0 représente l'intensité du faisceau incident, I_{-1} représente l'intensité du faisceau diffracté, η_{max} l'efficacité au maximum de diffraction dans l'ordre –1, d l'épaisseur du réseau d'indice, θ est l'angle d'incidence dans la lame de silice, n désigne l'indice de réfraction du cœur de la préforme supposé homogène.

La relation (**32**) s'applique au cas d'un réseau parfaitement uniforme dans son épaisseur. Dans la pratique, le faisceau ultraviolet subit une atténuation lors de la traversée de la lame. On définit alors l'épaisseur équivalente du réseau comme celle d'un réseau uniforme qui présenterait la même efficacité de diffraction que le réseau réel. L'épaisseur équivalente du réseau d_{eq} peut être estimée en mesurant la sélectivité angulaire du réseau. La sélectivité angulaire ($\Delta\theta_e$) se définit comme le double de l'écart angulaire qui permet de passer d'une efficacité de diffraction η_{max} à une efficacité de diffraction nulle[59]. La relation (**34**) relie d_{eq} à $\Delta\theta_e$.

$$\Delta\theta_e = \frac{2.\Lambda.n}{d_{eq}}.\frac{\sqrt{1-\frac{\sin^2(\theta_e)}{n^2}}}{\lambda_s.\cos(\theta_e)} \approx \frac{2.\Lambda.n}{d_{eq}} \quad (34)$$

L'ordre de grandeur de l'épaisseur équivalente peut être estimée à partir d'une valeur numérique du coefficient d'absorption linéaire du verre germanosilicate à la longueur d'onde du laser de pompe : la profondeur de pénétration du faisceau de pompe (à 1/e de la puissance optique en entrée) est de l'ordre de 100 μm si le coefficient d'absorption (supposé fixe au cours de l'insolation) est de l'ordre de 100 cm^{-1}. Les estimations de d_{eq} effectuées à partir de $\Delta\theta_e$ ont conduit le plus souvent à cet ordre de grandeur.

L'insolation de la lame par le champ de franges ultraviolettes provoque l'inscription d'un réseau épais d'indice. Elle peut également inscrire un réseau épais d'absorption photoinduite ou un réseau mince (Raman-Nath) de surface. La contribution à l'efficacité de diffraction d'un réseau épais d'absorption peut être négligée[35] dès lors que les variations d'absorption photoinduite lors de l'inscription du réseau dans la lame de préforme sont inférieures à quelques cm^{-1}. L'ordre de grandeur des excès de pertes créés à λ_s (λ_s = 632,8 nm) par une insolation avec l'un des trois lasers utilisés dans notre travail reste limité à 1 cm^{-1}. La formation d'un réseau mince de surface peut s'expliquer par l'existence de phénomènes de photo-ablation ou de densification du verre. Ainsi, il a été montré que l'insolation de verres germanosilicates par un champ de franges ultraviolettes réalisées avec un laser de longueur d'onde 244 nm provoque une densification qui se manifeste par l'apparition d'une corrugation au fond d'une vallée. T. Taunay[35] a montré que la présence de ce réseau mince ne perturbe pas significativement la mesure de Δn_{mod} ni celle de η_{max} à la condition que la hauteur de la corrugation reste inférieure à 10 nm (épaisseur de la lame 100 μm) et que l'efficacité de diffraction du réseau épais soit supérieure à $1x10^{-3}$. Ces ordres de grandeur correspondent à ceux rencontrés dans nos expériences, si bien que nous négligeons l'influence des réseaux photochromiques et des réseaux de surface et nous admettons la validité des relations **(32)** et **(34)**.

La précision sur la mesure de η_{max} est égale à environ 10 %. Pour une lame de préforme de verre germanosilicate d'épaisseur d = (100 ± 1) μm, un rayonnement sonde de longueur d'onde λ_s = (632,8 ± 0,1) nm, un pas de modulation d'indice de réfraction de l'ordre de 5 μm et une amplitude de modulation d'indice égale à $\Delta n_{mod} = 1x10^{-4}$, la mesure de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction est réalisée avec une incertitude relative de l'ordre de 6 %.

3.3. Descriptif du montage expérimental

Les réseaux sont inscrits dans les lames de préforme à l'aide de l'un des montages décrits au paragraphe 2.3.1. Le montage interférométrique à miroir plan permet d'effectuer la mesure de l'efficacité de diffraction de l'hologramme au cours de son inscription. A cet effet, le montage représenté sur la figure 4 est légèrement modifié. Comme il est indiqué sur la figure 26, la lame de préforme est disposée à la place de la fibre dans un plan vertical perpendiculaire au plan du miroir. Le cœur photosensible est placé au contact de l'arête verticale du miroir en coïncidence avec son axe de rotation. Le dispositif de mesure de l'efficacité de diffraction est représenté sur la figure 26. Le faisceau lumineux issu d'un laser HeNe (λ_s = 632,8 nm) est incident sur la lame de préforme sous un angle d'incidence θ_e vérifiant la condition de Bragg [relation (**32**)]. Le faisceau sonde est polarisé linéairement perpendiculairement au plan d'incidence de façon à rendre maximale l'efficacité de diffraction du réseau d'indice[viii] [59].

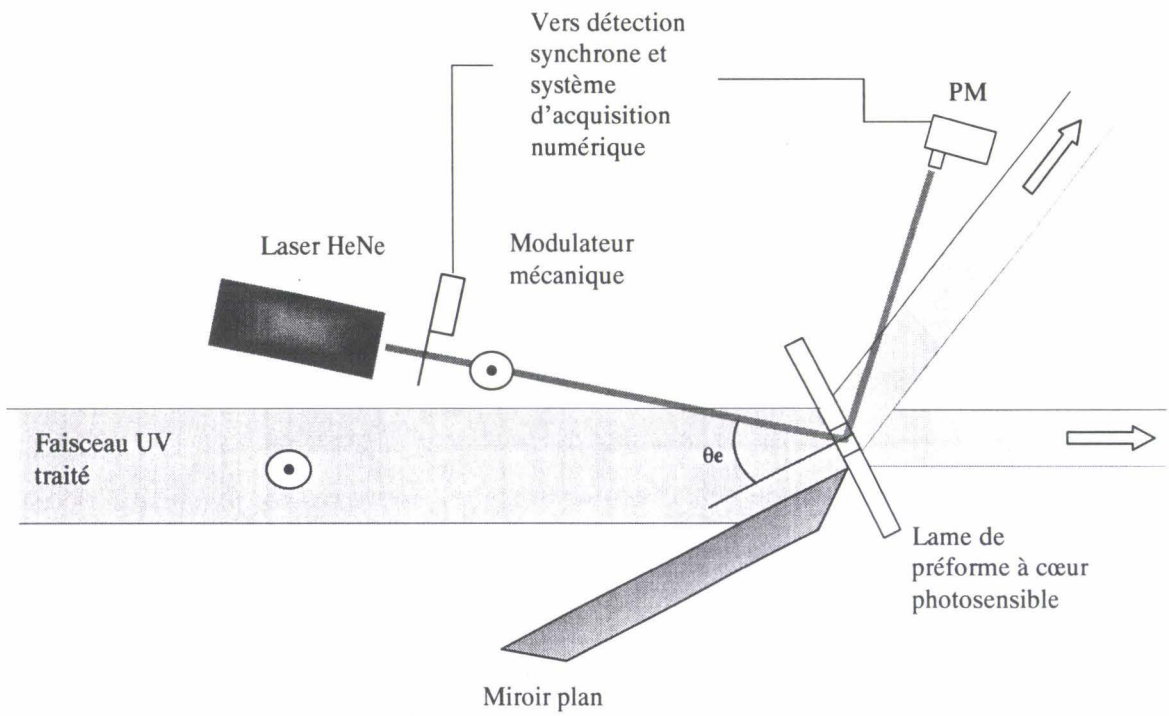


Figure 26 : Dispositif expérimental de mesure de variations d'indice de réfraction dans des lames de préformes insolées par un système de franges d'interférences à 2 ondes (vue du dessus).

[viii] Le coefficient de couplage d'un réseau d'indice de réfraction supposé isotrope calculé pour une polarisation TM est cos(2θ) fois le coefficient de couplage du réseau calculé pour une polarisation TE, $\sin(\theta_e)=n\sin(\theta)$.

L'intensité du faisceau du laser est modulée à l'aide d'un modulateur mécanique. Le faisceau est focalisé sur le centre de la préforme, à l'emplacement du réseau par un système de lentilles cylindriques (les lentilles n'ont pas été représentées sur la figure 26). Le grandissement du système de lentilles cylindriques est calculé de façon à ce que les dimensions du spot elliptique de focalisation du faisceau sonde soient inférieures à celles du réseau de diffraction. Nous supposerons donc par la suite que le recouvrement du réseau par le faisceau sonde est parfait. Le faisceau diffracté dans l'ordre –1 est détecté à l'aide d'un photomultiplicateur suivi d'un amplificateur à détection synchrone. Après une courte durée d'insolation, l'efficacité de diffraction du réseau s'avère en général suffisante pour qu'un signal optique puisse être détecté par un photomultiplicateur placé de manière à intercepter le faisceau diffracté dans l'ordre –1. La puissance optique diffractée dans l'ordre –1 est alors estimée à partir de la mesure du courant délivré par le détecteur. La linéarité de la réponse de cette chaîne de mesure a été vérifiée à l'aide d'atténuateurs calibrés.

Ainsi cette méthode diffère de celle présentée dans le paragraphe 2.4.4.ii par le fait que la mesure porte sur l'efficacité de diffraction de la totalité du réseau et non plus sur une analyse locale de cette efficacité.

4. Mesure des excès de pertes dans les fibres optiques ou verres de préformes

4.1. Introduction

Les excès de pertes photoinduites dans des lames de préformes ou les fibres optiques lors d'insolations ultraviolettes sont déterminées selon une méthode de spectrométrie d'absorption classique. La méthode consiste à insoler la fibre ou la lame de préforme à l'aide d'un faisceau ultraviolet uniforme et à mesurer la transmission de l'échantillon. La transmission de divers échantillons a été étudiée sur la gamme spectrale [210 nm – 1600 nm].

4.2. Descriptif du montage expérimental

Deux dispositifs expérimentaux différents sont utilisés pour mesurer les excès de pertes induits par une insolation ultraviolette dans les verres germanosilicates. Ils sont représentés respectivement sur les figures 27 et 28.

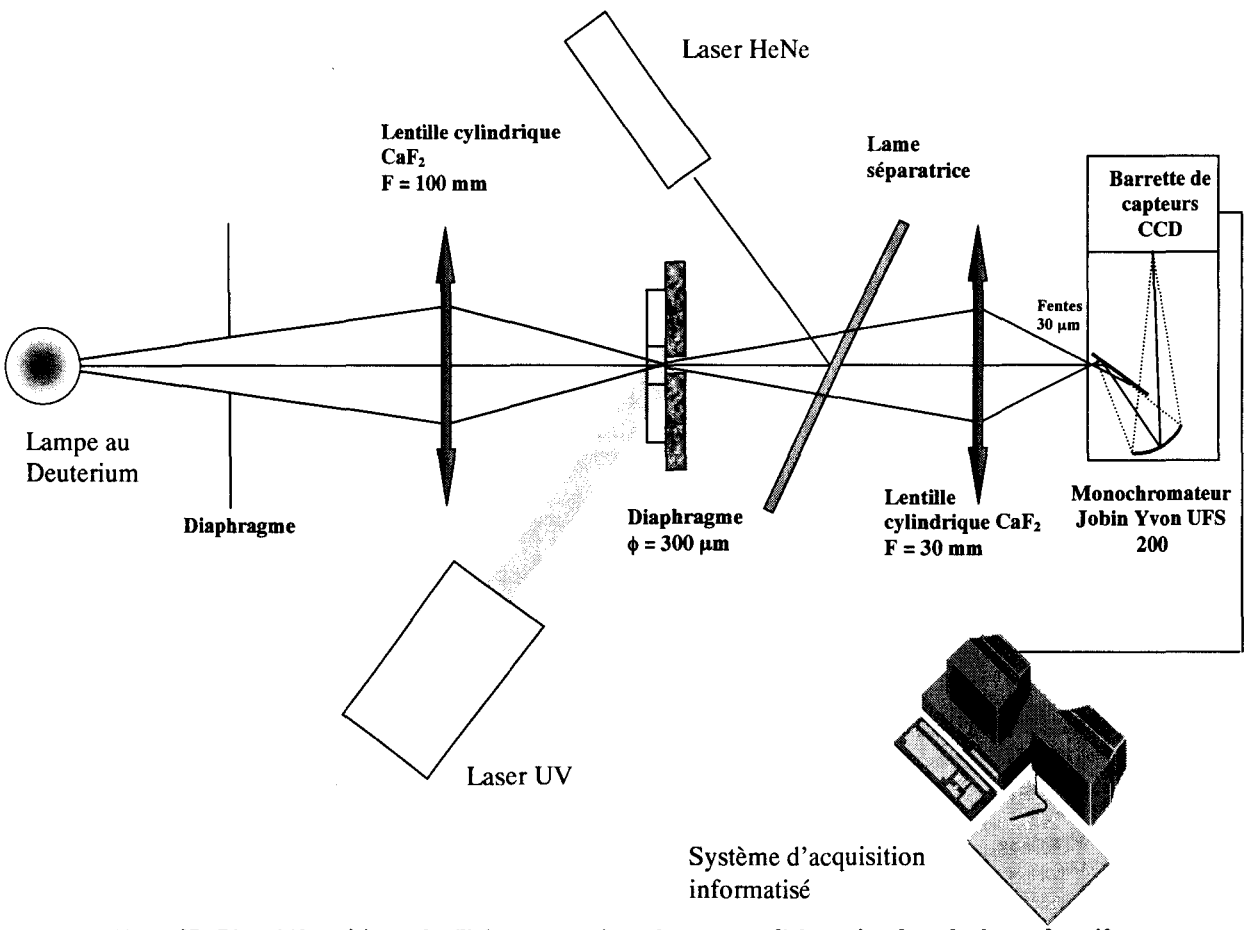


Figure 27 : Dispositif expérimental utilisé pour enregistrer les spectres d'absorption dans des lames de préformes. Le domaine spectral étudié par ce dispositif s'étend de 210 nm à 400 nm.

Le montage présenté sur la figure 27 est utilisé pour mesurer l'évolution de la transmission des verres germanosilicates dans le domaine spectral [210 nm – 320 nm]. L'absorption des verres germanosilicates dans cette gamme spectrale est de l'ordre de plusieurs dizaines de cm^{-1}. De ce fait il est nécessaire d'utiliser des échantillons de très faible épaisseur (quelques dizaines de microns) pour que le flux lumineux incident ne soit pas totalement absorbé. Les échantillons sont le plus souvent constitués par des fines lames de préforme à faces parallèles, de planéité meilleure que λ. Le flux lumineux issu d'une lampe au deutérium (son spectre s'étend sur une large gamme spectrale : 190 nm – 500 nm) est utilisé

comme rayonnement sonde. Le flux lumineux issu de la lampe est focalisé sur le cœur de la préforme à l'aide d'une lentille sphérique. Un trou circulaire de diamètre 300 µm est placé devant le cœur de la lame de préforme de manière à ce que le rayonnement de sonde et le faisceau laser ultraviolet utilisé pour l'insolation se croisent dans le cœur de la lame. Le laser HeNe et la lame séparatrice représentés sur la figure 27 sont utilisés pour déterminer la position du centre du cœur de la préforme. Ces deux éléments sont retirés lorsque l'insolation est réalisée. Le flux lumineux en provenance de la lampe à deutérium, après la traversée de la préforme, est collecté par une seconde lentille sphérique. Ce flux lumineux est focalisé sur la fente d'entrée d'un système dispersif. Le système est constitué d'un réseau holographique concave ($\Delta\lambda = 3$ nm) et d'une barrette de photodiodes intensifiées. L'acquisition est contrôlée par un système informatisé (OMA system n°1463/1403/1420 de EGG corporation). La linéarité de la chaîne de mesure a été vérifiée expérimentalement.

L'évolution de la transmission du cœur de la préforme est mesurée au cours de son insolation par un laser ultraviolet. Lors des insolations réalisées avec un laser fonctionnant en régime d'impulsion, les spectres sont enregistrés 1 ms après l'impact de l'impulsion laser sur la lame de préforme. Il est ainsi possible d'éviter que des signaux de fluorescences induites par l'insolation[ix] de la lame ne perturbent la mesure de la transmission de l'échantillon. Pour arriver à un résultat similaire lors des insolations réalisées avec le laser continu, le faisceau de ce dernier a été modulé à l'aide d'un modulateur mécanique.

Le montage décrit sur la figure 28 est utilisé pour mesurer la transmission de fibres optiques germanosilicates dans le domaine spectral [400 nm - 1 500 nm]. L'évolution de la transmission est mesurée au cours de l'insolation de la fibre par le rayonnement issu d'un laser ultraviolet. Le flux lumineux issu d'une lampe au xénon ou d'une lampe blanche (lampe à filament de tungstène) est utilisé comme rayonnement sonde, selon que l'on s'intéresse à la gamme spectrale [400 nm - 700 nm] ou à la région [1 µm – 1,6 µm]. Le flux lumineux issu de la lampe est injecté dans la fibre à l'aide d'un objectif de microscope. Lorsque les excès de pertes sont mesurés dans la gamme spectrale [400 nm - 700 nm], le flux lumineux est collecté grâce à un objectif de microscope. Il est ensuite focalisé sur la fente d'entrée du spectromètre OMA décrit ci dessus. Pour étudier les excès de pertes photoinduits dans la zone spectrale

[ix] Les durées de vie des fluorescences induites dans le domaine ultraviolet par un pompage optique (λ_p=193 nm ou 248 nm) sont inférieures à 150 µs[61].

[1 μm – 1,6 μm] le système de détection précédent est remplacé par un système formé d'un spectromètre (de pouvoir de résolution théorique : $\lambda/\Delta\lambda$=100 000), un détecteur au germanium refroidi par de l'azote liquide et un amplificateur à détection synchrone. Un ensemble de lentilles est utilisé pour focaliser le faisceau laser sur la fibre dont le revêtement protecteur a été au préalable enlevé. Si la longueur de fibre insolée (de l'ordre de 3 mm) s'avère insuffisante, un plateau de translation permet de déplacer la fibre le long de son axe de façon à augmenter la longueur de la zone insolée. Les sources et les conditions expérimentales choisies pour procéder à l'insolation sont analogues à celles décrites dans le paragraphe précédent.

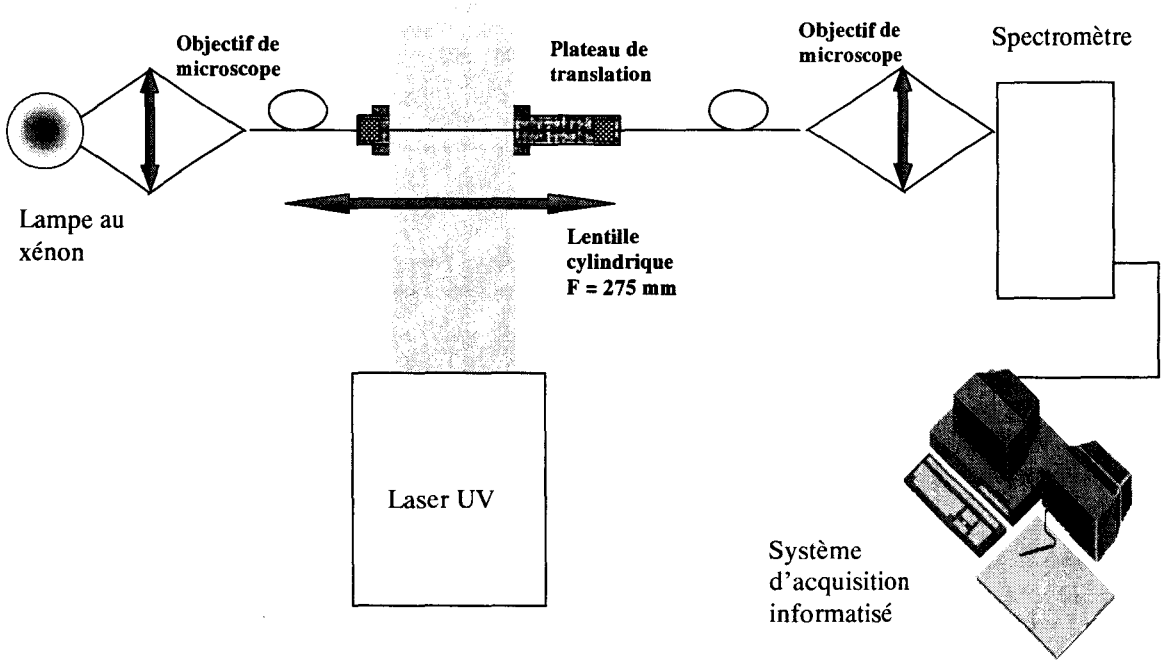


Figure 28 : Dispositif expérimental utilisé pour enregistrer les variations de pertes dans les fibres optiques lors d'une irradiation UV. Le domaine spectral étudié par ce dispositif est soit [400 nm – 800 nm] soit [1 μm – 1.6 μm].

Les deux montages décrits ci dessus permettent de mesurer l'évolution de la distribution spectrale du rayonnement sonde transmis par l'échantillon au cours de l'insolation du verre (fibre optique ou lame de préforme) par un laser ultraviolet. Le coefficient d'absorption du verre à la longueur d'onde λ est noté $\alpha(\lambda)$. Nous formulons tout d'abord l'hypothèse que les mécanismes des pertes qui résultent des phénomènes de diffusion

sont négligeables[x]. Sous cette hypothèse, la loi de Beer-Lambert (**35**) permet de calculer l'intensité $I_\lambda(L)$ transmise par un échantillon.

$$I_\lambda(L) = T_\lambda^2 \cdot I_\lambda(0) \cdot e^{-\alpha(\lambda)L} \qquad (35)$$

Dans cette expression, le terme $I_\lambda(0)$ désigne l'intensité du rayonnement sonde, à la longueur d'onde λ, avant la traversée de l'échantillon. T_λ représente le facteur de transmission à la longueur d'onde λ du rayonnement sonde des dioptres [air-verre] et [verre-air]. L désigne la longueur parcourue par le rayonnement sonde dans l'échantillon.

Le coefficient d'absorption est représenté par la relation (**36**).

$$\alpha(\lambda) = \frac{1}{L} \cdot \left[\ln\left(\frac{I_\lambda(0)}{I_\lambda(L)} \right) - \ln\left(T_\lambda^2\right) \right] \qquad (36)$$

On désigne l'intensité du rayonnement sonde issu de l'échantillon non insolé ou insolé par N impulsions lumineuses (ou exposé à un rayonnement ultraviolet pendant une durée t) respectivement par $I_\lambda(L,0)$ et par $I_\lambda(L,N)$ [ou $I_\lambda(L,t)$]. Si l'on admet que l'insolation lumineuse ne modifie pas les facteurs de transmission des dioptres (c'est à dire T_λ), une forme différenciée de la relation (**35**) s'écrit :

$$\Delta\alpha(\lambda,N) = \frac{1}{L} \cdot \ln\left(\frac{I_\lambda(L,0)}{I_\lambda(L,N)} \right) \qquad (37)$$

Dans la relation (**37**), $\Delta\alpha(\lambda,N)$ désigne la variation du coefficient d'atténuation du matériau provoqué par l'insolation ultraviolette. Si l'on suppose de façon plus générale que l'insolation ultraviolette du verre modifie son coefficient de diffusion, $\Delta\alpha(\lambda,N)$ représente un terme phénoménologique d'excès de pertes.

---

[x] Le coefficient de diffusion Rayleigh d'un verre germanosilicate est de l'ordre du dB/m (0.0023 cm^{-1}) vers 200 nm. Par ailleurs, M. Janos *et al.*[15] ont montré que l'insolation d'une fibre germanosilicate hydrogénée par le faisceau uniforme issu d'un laser ultraviolet ne modifie pas de façon sensible le coefficient de diffusion Rayleigh du matériau.

Une forme différenciée de la relation (37) peut s'écrire :

$$\frac{\Delta(\Delta\alpha(\lambda,N))}{\Delta\alpha(\lambda,N)} = \frac{\Delta L}{L} + \frac{1}{\ln\left(\frac{I_\lambda(L,0)}{I_\lambda(L,N)}\right)} \cdot \underbrace{\left(\frac{\Delta(I_\lambda(L,N))}{I_\lambda(L,N)} + \frac{\Delta(I_\lambda(L,0))}{I_\lambda(L,0)}\right)}_{(a)} \qquad (38)$$

L'incertitude relative de mesure sur l'épaisseur L de l'échantillon est égale à 3 %. L'incertitude relative de mesure sur l'intensité du rayonnement ayant traversé un échantillon qui a reçu N impulsions est notée $\Delta I_\lambda(L,N)/I_\lambda(L,N)$. L'incertitude relative de mesure sur l'intensité du rayonnement détecté par le détecteur multicanal dépend faiblement de l'intensité de ce rayonnement. Dans ces conditions, on peut assimiler $\Delta I_\lambda(L,N)$ aux fluctuations du signal autour des valeurs mesurées, ce qui correspond à $\Delta I_\lambda(L,N)$ de l'ordre de 1 000 ua quelle que soit la valeur de N (en particulier $N = 0$). La dynamique de mesure (en unité arbitraires, ua) s'étend de 0 ua à 160 000 ua.

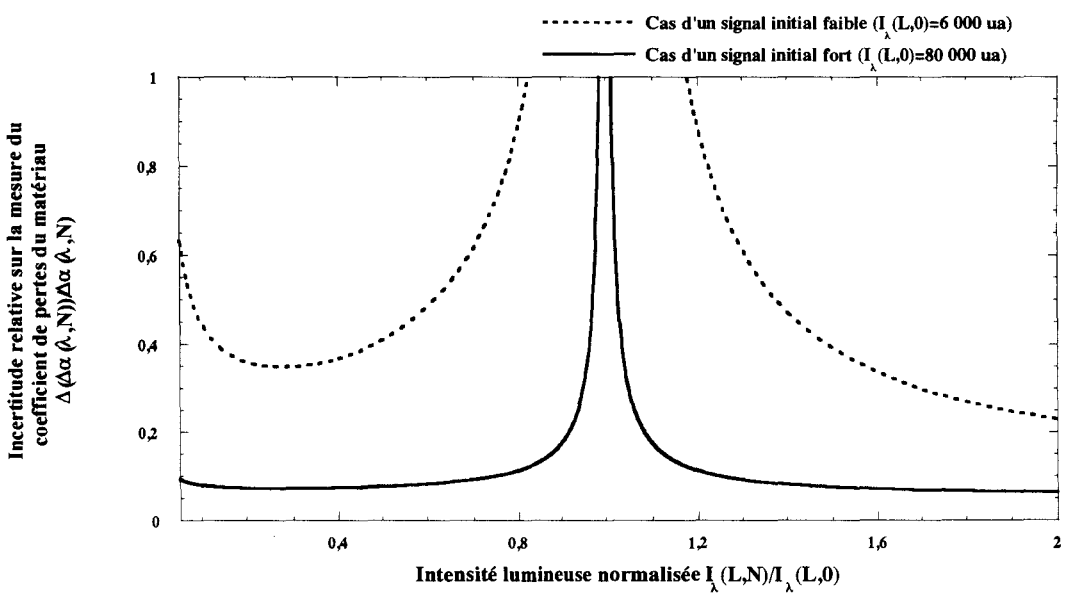


Figure 29 : Evolution de l'incertitude relative de mesure du coefficient d'excès de pertes $\Delta\alpha(\lambda,N)$ en fonction du rapport de l'intensité du rayonnement mesurée après N impulsions ultraviolette ($I_\lambda(L,N)$) et de l'intensité du rayonnement mesurée avant l'insolation. L'intensité du signal initial constitue un paramètre du calcul. Deux valeurs de $I_\lambda(L,0)$ sont utilisées pour le tracé : $I_\lambda(L,0)$= 6 000 ua (unité arbitraire) et $I_\lambda(L,0)$ = 80 000 ua.

Il est possible d'illustrer l'évolution de l'incertitude relative sur $\Delta\alpha(\lambda,N)$ en fonction du rapport $I_\lambda(L,N)/I_\lambda(L,0)$. La relation (38) est représentée graphiquement sur la figure 29 pour deux exemples de valeurs de $I_\lambda(L,0)$: 6 000 ua et 80 000 ua. Les courbes sont tracées

pour des valeurs de $I_\lambda(L,N)$ comprises entre $0{,}05 \times I_\lambda(L,0)$ et $2 \times I_\lambda(L,0)$. Ces courbes montrent que l'erreur relative sur le coefficient de pertes en excès $\Delta\alpha$ est d'autant plus faible que $I_\lambda(L,0)$ est important. Par ailleurs, la chute de transmission provoquée par une insolation réalisée de telle sorte que $I_\lambda(L,N)/I_\lambda(L,0) \approx 0{,}3$ conduit à une valeur minimale de l'erreur relative. L'ensemble de ces deux conditions montre qu'il est nécessaire de disposer d'une source à spectre large intense. Il est ainsi possible d'insoler des longueurs L d'échantillon telle que la variation d'intensité lumineuse transmise qui résulte de l'insolation soit comparable à la valeur initiale de son intensité.

L'incertitude sur $\Delta\alpha(\lambda,N)$ est une donnée complexe à déterminer de façon systématique ; dans ce mémoire, nous ne traçons donc pas les barre d'erreur sur les spectres d'excès de pertes. Cependant, lors des discussions des résultats expérimentaux et de leurs implications, nous indiquons les ordres de grandeurs des l'incertitude relative sur $\Delta\alpha(\lambda,N)$.

5. Descriptif des méthodes de destruction thermique des réseaux de Bragg

5.1. Introduction

Les réseaux de Bragg photoinscrits dans les fibres optiques ou les lames de préformes ont été systématiquement soumis à des tests de vieillissement accéléré. Ces tests fournissent des informations sur la stabilité thermique des centres de défauts ou des modifications structurales à l'origine de la photosensibilité. Ils consistent à chauffer le réseau jusqu'à sa destruction complète tout en enregistrant périodiquement ses caractéristiques spectrales. Deux protocoles ont été utilisés au cours de notre travail : la méthode de destruction isochrone et la méthode de destruction isotherme. La comparaison des résultats qu'il est possible d'obtenir par ces deux méthodes fait l'objet d'une partie du travail de thèse de D. Razafimatratra.

Les échantillons qui n'ont pas été préalablement hydrogénés peuvent être soumis à ces tests dès que l'insolation à l'aide du rayonnement ultraviolet est achevée. Il n'en est pas ainsi des échantillons hydrogénés. En effet, de nombreux travaux[9,62,63,64] ont montré que

l'hydrogène réagit avec la silice dès que la température de cette dernière est supérieure à 100°C (formation de radicaux hydroxyles). Par ailleurs, l'hydrogène réagit avec la plupart des centres de défauts paramagnétiques créés par l'insolation[65,66]. L'activation thermique de ces réactions chimiques risque de conduire à des concentrations de produits finaux différentes de celles qui sont obtenues à température ambiante et ceci bien que la vitesse de diffusion de l'hydrogène en dehors de la fibre soit aussi fortement accélérée par le chauffage (paragraphe 6). Par conséquent, les réseaux de Bragg inscrits dans des fibres ou préformes hydrogénées sont stockés à température ambiante à l'air libre pendant 2 mois. De cette manière l'hydrogène qui n'a pas réagi lors de l'insolation diffuse vers l'extérieur de la fibre (paragraphe 6). Ce délai passé, les chauffages peuvent avoir lieu.

5.2. Méthode de destruction isochrone

Ce procédé consiste à soumettre les réseaux de Bragg à des cycles thermiques de température de plus en plus élevée et de durée *t* limitée. A cet effet, la température des fibres est progressivement élevée de la température ambiante jusque 1 200°C[xi] par paliers de 50°C. La fibre est maintenue à la température T pendant la durée *t*. Dans nos expériences, la durée *t* de chaque palier a été fixée à 30 minutes. Après chaque palier de 30 minutes à la température T, la température de la fibre est ramenée à l'ambiante. Le spectre de transmission du réseau est enregistré. Puis la fibre est replacée à la température T+50°C pendant une durée *t* pour effectuer le palier suivant. Le dispositif utilisé pour mesurer la réflectivité ainsi que la longueur d'onde de résonance du réseau est présenté au paragraphe 2.3.2, il est composé d'une source à spectre large (lampe blanche) et d'un spectromètre à réseau (figure 14b). Pour réaliser les cycles de chauffage, la fibre dans laquelle le réseau est inscrit est maintenue horizontale à l'intérieur d'un four tubulaire de marque CARBOLYTE (modèle eurotherm 12/25/250) à température programmable. Le four est mobile en translation selon une direction horizontale. Lors du cycle de chauffage, le milieu du four est mis en coïncidence avec le réseau. Pendant le cycle de mesure, le four est placé de façon à chauffer une partie de fibre ne contenant pas le réseau. Sa température est élevée de 50°C et se trouve stabilisée au moment où débute le cycle suivant de chauffage. La précision sur l'estimation de la température du

[xi] Cette température constitue un cas limite. Le plus souvent, le spectre du réseau n'est plus décelable avant le palier correspondant à 1 200°C. L'expérience est alors arrêtée.

milieu du four est de l'ordre de 5°C comme l'ont montré des mesures annexes réalisées avec un thermocouple. L'expérience est automatisée et contrôlée à l'aide d'un micro-ordinateur. Le choix de la durée t = 30 min résulte du compromis suivant : la durée t a été choisie très supérieure à la constante de temps thermique de la fibre (estimée à environ 10 s) ; t ne doit cependant pas être trop importante[xii] pour ne pas prolonger la durée totale de l'expérience. Le choix d'une durée t unique de chauffage commune à toutes les fibres étudiées permet de comparer la stabilité thermique de l'ensemble des réseaux de façon phénoménologique. Il faut toutefois noter qu'une étude plus approfondie des paramètres des distributions d'activation thermique des centres de défauts (distribution du type de celle décrite par T. Erdogan[33] par exemple) nécessite que plusieurs expériences de destructions isochrones soient conduites, chacune étant réalisée avec une durée t de chauffage qui lui est caractéristique. L'évaluation de cette méthodologie est en cours dans le laboratoire.

5.3. Méthode de destruction isotherme

La méthode de destruction isotherme[33] est la méthode la plus couramment utilisée dans la littérature. Elle consiste à maintenir la température de la fibre à une valeur de consigne. A des intervalles de temps réguliers, le spectre de transmission du réseau est enregistré sans que la température de la fibre soit abaissée à température ambiante. La mesure des caractéristiques spectrales du réseau de Bragg est réalisée à l'aide du dispositif composé d'une lampe blanche et d'un spectrographe (paragraphe 2.3.2).

La méthode de destruction thermique isochrone fournit une indication qualitative sur la résistance à l'élévation de température de réseaux de Bragg. C'est un moyen de comparer la stabilité thermique de réseaux de Bragg d'une manière phénoménologique. A partir de destructions thermiques isothermes réalisées à différentes températures, il est par contre possible de s'appuyer sur un modèle de défauts piégés dans des pièges dont les profondeurs sont distribuées selon une distribution continue d'états energétiques[33] pour prédire l'évolution à long terme des variations d'indice de réfraction photoinduites à des température proches de

[xii] Lorsque le réseau est placé à la température T, la vitesse de diminution de la réflectivité du réseau est très rapide au début du chauffage, puis diminue au cours du temps sans pour cela tendre vers zéro. Après une durée de chauffage de 30 min, la période de décroissance rapide du réseau est généralement achevée (T > 473 K).

la température ambiante. Cependant, cette prédiction doit être réalisée pour chaque type de fibre insolée dans des conditions fixées.

6. Diffusion d'hydrogène ou de deutérium gazeux dans les fibres optiques ou lames de préformes

6.1. Principe

Lorsqu'un échantillon de verre (fibre optique ou lame de préforme) est placé dans une enceinte étanche contenant un gaz (tel que par exemple H_2 ou D_2) sous forte pression, le gaz diffuse plus ou moins rapidement selon les conditions expérimentales à l'intérieur de l'échantillon. Lorsque l'enceinte contenant de l'hydrogène est maintenue à une température inférieure à 100°C, la diffusion se produit sans qu'il y ait d'indication de réaction[64,66] entre le gaz qui diffuse et la matrice vitreuse de l'échantillon placé dans l'enceinte. La pression partielle du gaz en chaque point du matériau peut être calculée en fonction de la durée de chargement en gaz grâce aux lois classiques de la diffusion[62]. Lorsque l'échantillon est retiré de l'atmosphère gazeuse, le gaz qui a pénétré cet échantillon diffuse progressivement vers l'extérieur de l'échantillon.

La durée pendant laquelle une fibre optique doit être maintenue sous une atmosphère gazeuse pour que la concentration en gaz du cœur de la fibre atteigne une valeur égale à 95% de sa valeur à saturation t_{95} est lié au rayon de cette fibre optique b ainsi qu'au coefficient de diffusion du gaz dans la fibre optique D. La relation **(39)** permet d'estimer t_{95} dans le cas de la diffusion d'hydrogène[64].

$$t_{95} = \frac{0{,}6 \cdot b^2}{D_{H_2}} \qquad \textbf{(39)}$$

L'utilisation de la relation **(39)** pour déterminer t_{95} suppose que la fibre optique est assimilée à un matériau parfaitement homogène : la silice. Le coefficient de diffusion D_{H_2} caractérise alors la diffusion de l'hydrogène dans la silice pure. Dans la référence 64, P.J. Lemaire indique la dépendance du coefficient de diffusion de H_2 dans le cœur de la fibre

en fonction de la température T de l'enceinte.

$$D_{H_2} = 2{,}83x10^{-4} \cdot e^{\left(\frac{-40190}{R \cdot T}\right)} \qquad \textbf{(40)}$$

Le coefficient de diffusion (en cm^2/s), défini par la relation **(40)**, s'exprime en fonction de la constante des gaz parfaits R (= 8,314 $J.K^{-1}.mol^{-1}$) et de la température à laquelle l'enceinte est thermalisée (cette température T est supposée constante) exprimée en Kelvin. J. Stone[61] indique que $D_{H_2} \approx D_{D_2}$.

Une application numérique effectuée à partir de la relation **(39)** montre que pour une fibre optique de diamètre 125 µm placée dans une enceinte contenant de l'hydrogène sous pression à une température égale à 23°C, la valeur de t_{95} est égale approximativement à 13 jours.

J. Stone[62] indique qu'il y a approximativement $N_0 = 10^{21}$ sites/cm^3 disponibles pour les molécules d'hydrogène dans la silice pure. La relation **(41)** permet d'évaluer la concentration c maximale de l'hydrogène dissous dans le verre[62].

$$c = N_0 \cdot \frac{K_T \cdot F}{(1 + K_T \cdot F)} \qquad \textbf{(41)}$$

Dans la relation **(41)**, N_0 représente le nombre de sites disponibles, F la fugacité du gaz et K_T un coefficient d'équilibre de la solubilité. $F \approx P$ dès lors que $P < 120$ atm[61]. L'application numérique conduit à $c \approx 116$ ppm / atm à une température égale à 23°C.

Si la température T de l'enceinte contenant le gaz dans laquelle est placé l'échantillon est augmentée, t_{95} diminue [relations **(39)** et **(40)**]. L'augmentation de T provoque aussi une diminution de c [relation **(42)**][9], ce qui traduit une réduction de la concentration du gaz dissous à l'équilibre.

$$c = \alpha \cdot e^{\frac{8{,}67kJ/mol}{R \cdot T}} \qquad \textbf{(42)}$$

Le terme α désigne un coefficient de proportionnalité.

Lorsque l'échantillon est retiré de l'enceinte sous pression, le gaz dissous diffuse progressivement hors de celui ci. L'évolution de la pression (ou de la concentration) en gaz au centre du cœur d'une fibre optique, pour laquelle la pression initiale du gaz est uniforme dans la section transverse de la fibre, peut être déterminée à l'aide de la relation **(43)**. Cette relation correspond à la solution du problème de diffusion d'un gaz de solubilité infinie hors d'un cylindre homogène. La forme analytique **(43)** est présentée dans la référence 67.

$$P(t) = P(t=0) \cdot \sum_{n=1}^{n=\infty} \frac{2 \cdot e^{-D_{H_2} \cdot \alpha_n^2 \cdot t}}{\alpha_n \cdot b \cdot J_1(\alpha_n \cdot b)} \qquad \textbf{(43)}$$

Dans la relation **(43)**, α_n est la $n^{ième}$ solution de l'équation $J_0(\alpha_n.b)=0$, J_0 et J_1 sont les fonctions de Bessel d'ordre 0 et 1.

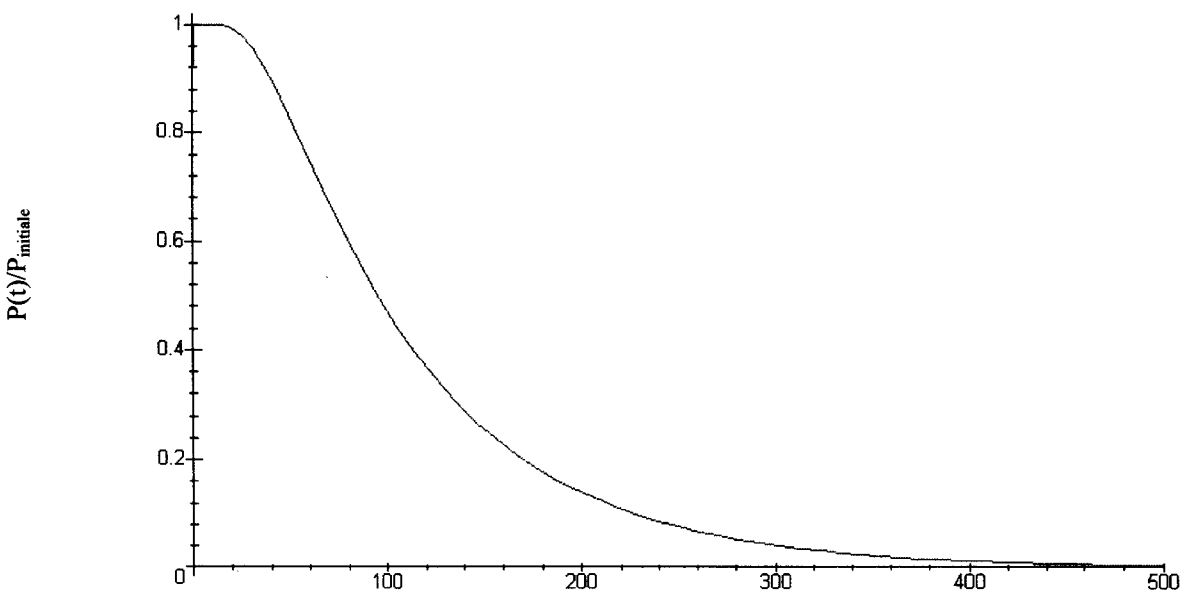


Figure 30 : Evolution de la pression d'hydrogène au cœur d'une fibre optique en silice placée à l'air libre, en fonction du temps.

L'évolution de la pression de l'hydrogène au centre du cœur d'une fibre optique en silice sortie de l'enceinte contenant de l'hydrogène sous pression est présentée en fonction du temps sur la figure 30. La courbe a été tracée en supposant que la concentration initiale du gaz dissous est supposée uniforme dans une section transverse de la fibre. Le diamètre de cette

fibre est égal à 125 μm, la série de la relation (**43**) a été développée jusqu'au 18^{ième} terme.

6.2. Dispositif expérimental

Nous avons à notre disposition un ensemble de tubes (de diamètre égal à 5 mm et d'une longueur égale à 6 mètres) dans lesquels peuvent être insérées des fibres optiques. Ces tubes sont remplis de gaz sous forte pression grâce à un système de répartition conçu par J. Pesez, ingénieur au laboratoire. Un tube est destiné à recevoir du deutérium à une pression P = 70 atm, 5 autres tubes contiennent de l'hydrogène à des pressions pouvant varier de 20 à 140 atm. Une cuve cylindrique de diamètre interne 2 cm permet de placer les lames de préforme sous une pression d'hydrogène égale à 100 atm. La température[xiii] du site sur lequel le dispositif est placé fait l'objet de relevés journaliers.

6.3. Protocole expérimental

Les échantillons à traiter sont placés dans l'enceinte qui correspond aux conditions expérimentales voulues (choix du tube en fonction du type de gaz = D_2 ou H_2 et de la pression = 70, 100 ou 140 bar) pendant une période minimale de 13 jours si la température moyenne relevée est égale à 23°C. Si la température moyenne du site est inférieure à cette valeur, la durée de stockage est augmentée de manière à atteindre une concentration en gaz dissous égale à 95% de la valeur à saturation. Pour éviter tout risque de réaction entre la matrice vitreuse et le gaz dissous[64,66], la durée de conservation des échantillons dans les enceintes pressurisées est limitée à 3 mois.

[xiii] Le dispositif expérimental est placé dans une salle extérieure au bâtiment qui abrite le laboratoire. Pour des raisons de sécurité, cette salle n'est pas raccordée au réseau électrique. De ce fait la température de la salle fluctue entre quelques degrés et 30°C, au gré des saisons. En raison de la dépendance exponentielle de D_{H_2} en fonction de la température, il est impératif de connaître la température de la salle pour être en mesure d'adapter la durée du chargement en hydrogène.

7. Conclusion

Dans ce chapitre, nous décrivons, la méthode que nous avons choisie de mettre en œuvre pour étudier l'influence de différents paramètres sur la photosensibilité de fibres optiques et de verres de préformes (ces paramètres peuvent être, par exemple, la nature des dopants de la fibre, le type de laser utilisé pour réaliser l'insolation,...). La méthode consiste à inscrire un réseau de Bragg dans les matériaux étudiés et à déduire les variations photoinduites d'indice de réfraction de la mesure des caractéristiques spectrales des réseaux de Bragg.

L'inscription de réseaux de Bragg dans les fibres optiques ou les lames de préformes est réalisée grâce à l'utilisation de deux dispositifs interférentiels différents. Le premier dispositif est composé d'un interféromètre à deux ondes (miroir de Lloyd), associé à deux sources laser de nature différente : un laser impulsionnel émettant un rayonnement de longueur comprise entre 220 nm et 300 nm et un laser fonctionnant en régime continu (λ_p = 244 nm). Ce dispositif est étudié en détail dans la référence 44. Nous nous sommes attachés à décrire de manière approfondie les propriétés du second dispositif d'inscription de réseaux de Bragg. Ce dispositif est basé sur l'utilisation d'un masque de phase (efficacité dans l'ordre $0 \approx 1$ %, efficacité dans les ordres $\pm 1 \approx 35$ %, efficacité de diffraction dans les ordres $\pm 2 \approx 1$ %) et d'un laser à excimère ArF ou KrF. L'utilisation de ce système d'inscription n'est pas aussi simple qu'il y paraît au premier abord. En effet, le masque de phase n'est pas « parfait », les efficacités de diffraction du masque dans les ordres $0, \pm 2, \pm 3$ ne sont pas nulles. Dès lors, la figure de diffraction produite par le masque ne se résume pas à un système de franges à profil sinusoïdal d'intensité mais donne lieu à une distribution complexe d'éclairement (Franges de Talbot). Nous montrons que la présence de franges de Talbot dans le champ de franges produit par le masque de phase ne constitue cependant pas un obstacle à la réalisation de réseaux de Bragg de bonne qualité. Une condition nécessaire doit pour cela être vérifiée : le diamètre du cœur de la fibre optique dans laquelle on cherche à inscrire un réseau de Bragg doit être supérieur à 5 fois la période du masque de phase. Dès lors, la distance entre la fibre optique et le masque n'est plus un paramètre très critique, sous réserve de validité d'hypothèses simplificatrices (uniformité de la variation d'indice de réfraction sur la section transverse de la fibre et linéarité de la variation d'indice de réfraction avec l'éclairement). Lorsque cette dernière condition n'est pas remplie (cas des réseaux de

type II[54]), le manque de contraste des franges devient un obstacle à l'inscription de réseaux de Bragg à profil d'indice de réfraction sinusoïdal.

Les variations d'indice de réfraction sont déterminées en utilisant un formalisme établi pour des réseaux de Bragg idéaux : le profil d'indice de réfraction est parfaitement sinusoïdal le long de l'axe de la fibre et la modulation d'indice de réfraction est uniforme sur la section transverse du cœur de la fibre.

Les effets de diffraction aux bords des fentes sur l'uniformité des réseaux le long de l'axe ***Oz*** de la fibre ont été examinés. Des simulations numériques et un contrôle des réseaux de Bragg photoinscrits, effectué au moyen d'un dispositif de diffraction transverse décrit par P.A. Krug, montrent que les conditions expérimentales dans lesquelles nous nous plaçons nous autorisent à utiliser les relations analytiques qui lient $R(\lambda_{B1})$ et Δn_{mod} dans le cas de réseaux parfaits. Cependant, nous avons mis en évidence que la variation photoinduite d'indice de réfraction n'est pas homogène sur la section transverse du cœur des fibres insolées. Ces inhomogénéités, liées à la fois à l'absorption du rayonnement de pompe par le cœur de la fibre et au dispositif utilisé pour réaliser le champ de franges (franges de Talbot dans le cas du masque de phase) dépendent de nombreux paramètres. On peut citer à titre d'exemple la nature de la fibre, les conditions d'insolation ou encore les caractéristiques du masque de phase dans le cas de l'utilisation de ce dispositif. La façon de prendre en compte ces différents effets n'a pas été traitée dans le cadre de ce mémoire, elle reste un problème ouvert.

Un de nos objectifs porte sur l'estimation précise des variations d'indice induites dans une fibre optique par une insolation ultraviolette. Dans certaines fibres photosensibles, la variation d'indice de réfraction peut être de l'ordre de grandeur de la différence des indices de réfraction du cœur de la fibre et de sa gaine optique. Nous avons donc établi un protocole d'utilisation des données expérimentales spécifique à ce type de situation, pour laquelle il y a évolution des paramètres de guidance de la fibre optique.

Les principales techniques mises en œuvre dans le but d'étudier la photosensibilité (variations d'indice de réfraction) ou des paramètres liés à la photosensibilité (variation de coefficient d'absorption,...) de fibres optiques ou de lames de préforme lors d'insolations

ultraviolettes, ont été décrites de manière exhaustive. Le cadre expérimental des études que nous présentons dans les chapitres qui suivent a donc été approfondi. Nous pouvons maintenant aborder notre premier thème d'étude : la photosensibilité de fibres germanosilicates de différente nature lors d'insolations réalisées à l'aide de radiations de longueur d'onde égale à 193 nm ou 244 nm.

CHAPITRE II : LA PHOTOSENSIBILITÉ DES VERRES GERMANOSILICATES

1. Introduction **86**

2. Photosensibilité des fibres germanosilicates **93**

2.1. Etude des variations d'indice photoinduites en fonction de la durée d'insolation 93

2.2. Etude des variations d'indice photoinduites en fonction de la température à laquelle la fibre est portée lors de l'insolation ultraviolette 135

2.3. Stabilité thermique de la réflectivité de réseaux de Bragg photoinscrits par des radiations de longueur d'onde égales à 193 nm ou 244 nm. 150

3. Les excès de pertes photoinduits **164**

3.1. Les excès de pertes dans le domaine spectral [1 μm - 1,6 μm] 164

3.2. Les excès de pertes dans le visible – proche ultraviolet [350 nm – 700 nm] 173

3.3. Les excès de pertes dans l'ultraviolet 182

3.4. Calcul de variation d'indice de réfraction par l'utilisation des excès de pertes: modèle de Kramers-Kronig 199

4. Mise en évidence d'un phénomène de densification des verres germanosilicates lors d'insolations ultraviolettes **212**

4.1. Choix des matériaux et protocole expérimental 212

4.2. Insolation des lames non hydrogénées 213

4.3. Insolation d'une lame hydrogénée 215

4.4. Discussion des résultats 215

5. Conclusion du chapitre II **217**

Chapitre II: La photosensibilité des verres germanosilicates

1. Introduction

L'examen de la bibliographie concernant la photosensibilité des verres germanosilicates sous l'effet d'insolations effectuées à l'aide d'un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde 193 nm ne laissait apparaître, à l'époque à laquelle nous nous y sommes intéressés (septembre 1995), qu'un faible nombre d'études traitant de ce sujet[4,68]. Seuls quelques articles signalaient que les changements photoinduits d'indice de réfraction sont plus importants que ceux induits par l'insolation de ces verres par un rayonnement de longueur d'onde égale à 244 nm ou 248 nm. En décembre 1995, un article de J. Albert[69], précise cependant l'origine de la photosensibilité induite par un rayonnement de longueur d'onde 193 nm. Un processus d'absorption à 2 photons est probablement à l'origine de la photosensibilité des fibres optiques germanosilicates faiblement dopées ($[GeO_2] \approx 3$ % mol) non hydrogénées alors que dans le cas de fibres non hydrogénées plus fortement dopées ($[GeO_2] \approx 8$ % mol) il s'agit vraisemblablement d'un processus à 1 photon. J. Albert[69] compare la cinétique de la photosensibilité induite par l'insolation de ces fibres avec une radiation de longueur d'onde 193 nm avec celle obtenue lorsque l'insolation est réalisée à l'aide d'un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde 248 nm. Au début de l'insolation, la cinétique de croissance des réseaux photoinscrits à l'aide d'un laser à ArF est beaucoup plus rapide que celle qui est observée sous l'effet d'une insolation effectuée au moyen d'un laser à KrF. Cependant, si l'insolation avec le laser à ArF est prolongée au-delà d'une fluence cumulée égale à environ 6,9 kJ/cm^2 (fluence par tir = 460 mJ/cm^2) la croissance du réseau sature. Cet effet de saturation n'est pas observé si l'insolation est effectuée avec une radiation de longueur d'onde 248 nm si bien que des amplitudes de modulation d'indice de réfraction présentant le même ordre de grandeur peuvent être obtenues indifféremment avec l'un ou l'autre des lasers. L'utilisation du laser à ArF **conduit simplement à un gain de temps lors des inscriptions**.

Il est utile de rappeler maintenant quelques propriétés caractéristiques de la photosensibilité des verres germanosilicates lorsque les insolations sont réalisées à l'aide d'un laser de longueur

d'onde ≈ 244 nm fonctionnant en régime continu ou impulsionnel. L'évolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction (Δn_{mod}) induite par insolation de fibres faiblement dopées ([GeO_2] < 11 % mol) est monotone en fonction de la durée de l'insolation[11],[49, 70,71,72,73]. Cette propriété est vérifiée aussi bien pour les fibres ayant été exposées à de l'hydrogène sous forte pression à température ambiante que pour celles n'ayant subi aucun traitement[71].

Ainsi, H. Patrick et S.L Gilbert[70] réalisent les insolations d'une fibre dopée par 9 % mol de germanium à l'aide d'un laser fonctionnant en régime continu (λ_p = 244 nm). Ils montrent que l'évolution de $\Delta n_{mod}(t)$ peut se mettre sous la forme d'une loi en puissance α [relation (**1**)] de la durée de l'insolation et en puissance α' de l'irradiance moyenne.

$$\Delta n_{mod}(t) = \Delta n_0 \cdot I^{\alpha'} \cdot t^{\alpha} \quad \text{avec} \quad \alpha = 0{,}3 \quad \text{et} \quad \alpha' = 0{,}5 \qquad (1)$$

D.Z. Anderson et *al.* [49] effectuent des inscriptions de réseaux de Bragg dans une fibre de type AT&T Accutether à l'aide d'un laser fonctionnant en régime impulsionnel. Ils établissent que la croissance des réseaux peut être décrite par une loi analogue à celle de la relation (**1**). La monotonie de la croissance des réseaux en fonction de la durée de l'insolation est caractéristique de la ***photosensibilité de type I***.

La photosensibilité des fibres optiques germanosilicates est liée à la présence d'oxyde de germanium dans le cœur de la fibre[26]. On pouvait donc supposer que la fibre est d'autant plus photosensible que la concentration de l'oxyde de germanium est importante. Cette hypothèse a été infirmée par l'expérience. En effet, le comportement des fibres fortement dopées par de l'oxyde de germanium ([GeO_2] > 12 % mol, le diamètre du cœur de ces fibres est de l'ordre de $\Phi_c \approx 3$ à 5 µm) est notablement différent, sous l'effet d'une insolation, de celui des fibres faiblement dopées. Ainsi, en 1993, W.X. Xie et *al.* [74] montrent que l'évolution de $\Delta n_{mod}(t)$ qui résulte de l'inscription de réseaux de Bragg dans ce type de fibres n'est pas monotone en fonction de la durée de l'insolation (à condition que la fibre n'ait pas été préalablement traitée par de l'hydrogène). Ils observent tout d'abord une croissance de la réflectivité des réseaux dans l'ordre 1, cette croissance est suivie d'une décroissance et d'une seconde croissance qui est cette fois monotone. La seconde croissance n'est donc observée qu'à condition que l'insolation dure assez longtemps (typiquement 20 000 tirs à une densité d'énergie par impulsion égale à 200 mJ/cm^2). Au cours de la première croissance, la longueur d'onde de résonance du réseau de Bragg se translate vers le rouge, alors que pendant la seconde croissance la longueur

d'onde de résonance du réseau de Bragg se translate vers le bleu ou semble ne pas évoluer (les deux cas sont cités dans la référence 74). Ce type de comportement correspond à une photosensibilité appelée ***photosensibilité de type IIA***. Un modèle phénoménologique rendant compte de cette cinétique de croissance complexe a été proposé[74]. Ce modèle suppose que la variation d'indice de réfraction photoinduite résulte de deux réactions photochimiques locales parallèles. La première réaction correspond à la photosensibilité de type I, et conduit à une variation de l'indice de réfraction positive. Elle peut être caractérisée par une vitesse de réaction k_1. La deuxième réaction conduit à une variation négative de l'indice de réfraction du cœur de la fibre optique. Cette deuxième réaction est caractérisée par une constante de vitesse k_2 plus faible que k_1. Les deux réactions sont schématisées par les relation **(2)** et **(3)** .

$$ODC \xrightarrow{k1} B \quad \text{avec} \quad \Delta n^{I} > 0 \qquad \Delta n^{I} \approx [B] \tag{2}$$

$$A \xrightarrow{k2} B' \quad \text{avec} \quad \Delta n^{IIA} < 0 \qquad \Delta n^{IIA} \approx [B'] \tag{3}$$

Par ailleurs, le modèle suppose *1)* que les changements d'indice de réfraction sont proportionnels aux espèces chimiques produites par l'insolation et *2)* que les constantes de vitesses sont proportionnelles à l'irradiance du champ d'interférence.

Les cinétiques de croissances caractéristiques de la photosensibilité de type IIA ne sont plus décelées dans ces fibres fortement dopées si elles sont chargées, avant l'insolation, par de l'hydrogène (ou du deutérium) sous forte pression à température ambiante[75]. Parallèlement, le traitement par de l'hydrogène augmente[9] la photosensibilité de type I d'un ordre de grandeur au moins (cette amélioration de la photosensibilité est constatée pour les fibres faiblement dopées en germanium).

Ainsi au début de ce travail, il était bien établi que l'allure des cinétiques de croissances des réseaux de Bragg dans les fibres germanosilicates non hydrogénées dépend de la concentration de la fibre en oxyde de germanium, et ceci aussi bien pour des insolations effectuées avec un laser à KrF (λ_p = 248 nm) que pour celles réalisées avec un laser continu de longueur d'onde ≈ 244 nm. Nous nous sommes alors proposé d'approfondir l'étude de l'influence de la concentration de l'oxyde de germanium contenu dans le cœur des fibres sur l'allure des cinétiques de croissance de réseaux photoinscrits par une radiation de longueur d'onde 193 nm. Plus précisément, nous avons cherché *1)* à **examiner si la saturation de la croissance des réseaux observée par J. Albert ne constituait pas le**

signe préliminaire des cinétiques de croissance de type IIA ; *2)* à établir une comparaison systématique des cinétiques de croissance des réseaux dans des fibres germanosilicates insolées par des radiations de longueur 193 nm ou 244 nm. Les rayonnements de longueur d'onde 244 nm sont émises par des lasers fonctionnant en régime pulsé ou continu. Les paramètres de l'étude sont constitués par la concentration de l'oxyde de germanium contenu dans les fibres et par le fait que les fibres sont chargées ou non en hydrogène avant d'être insolées.

La plupart des expériences d'inscription ont été menées en laissant les fibres à l'air libre. La température moyenne de la fibre résulte d'un équilibre entre l'énergie lumineuse convertie en chaleur et l'énergie dissipée par la fibre. Différentes mesures, effectuées au laboratoire, montrent que cette température est proche de l'ambiante. Il nous a semblé intéressant de procéder à des expériences d'inscription de **réseaux de Bragg dans des fibres portées à une température supérieure à l'ambiante**. L'élévation de thermique de la fibre est réalisée au moyen d'une insolation par une radiation issue d'un laser à CO_2. Compte tenu des difficultés expérimentales que soulèverait cette expérience si les réseaux de Bragg devaient être inscrits à l'aide d'un masque de phase, les inscriptions ont été réalisées avec le montage interférométrique (miroir de Lloyd) et les lasers de longueur d'onde 244 nm.

La stabilité thermique des variations d'indice de réfraction induites dans une fibre optique par une insolation ultraviolette a fait l'objet de nombreuses études[4, 21, 29, 33, 76, 77, 78, 79]. Cependant, aucune de ces références ne compare de façon détaillée la stabilité thermique de réseaux de Bragg inscrits selon des conditions variées d'insolation (laser utilisé pour réaliser l'insolation, fibre hydrogénée ou non) dans des fibres dopées avec des concentrations différentes d'oxyde de germanium. Il nous a donc semblé intéressant de procéder à cet examen afin d'être en mesure de juger de l'intérêt que présente l'utilisation d'une source laser plutôt qu'une autre. A cet effet, des réseaux ont été photoinscrits dans des fibres germanosilicates à l'aide des trois sources lasers disponibles au laboratoire, les autres paramètres de l'inscription étant constitués par la concentration de l'oxyde de germanium contenu dans le cœur des fibres, la valeur initiale de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction et par l'utilisation ou non du traitement avec de l'hydrogène. L'étude du vieillissement accéléré des réseaux a été ensuite effectuée selon la méthode de destruction isochrone (chapitre I, paragraphe 5.2).

Les pertes des fibres optiques sont liées aux propriétés de la propagation guidée (pertes par courbure, ou micro-courbure par exemple) et aux caractéristiques optiques des matériaux constituant le cœur et la gaine de la fibre. Dans le domaine infrarouge (plus précisément nous nous intéressons à la

zone [1 μm-1,6 μm]) les principales causes de pertes qui peuvent être attribuées au matériau[47,80] sont les suivantes : les ailes vers les hautes fréquences de l'absorption infrarouge de la silice, les ailes vers les basses fréquences de l'absorption ultraviolette de la silice dopée à l'oxyde de germanium (de l'ordre de 0,02 dB/km à $\lambda = 1{,}24$ μm), la présence d'impuretés ou de défauts[64] et la diffusion de Rayleigh (0,15 dB/km à $\lambda = 1{,}55$ μm). L'inscription de réseaux de Bragg dans une fibre optique se traduit non seulement par un changement de l'indice de réfraction du cœur de la fibre mais aussi par une modification de sa transmission. Ainsi par exemple, l'insolation de fibres hydrogénées provoque la formation de radicaux hydroxyles (OH)[9]. Les radicaux présentent des bandes d'absorption harmoniques dans la zone spectrale [1 μm – 1,6 μm] (1 ppm OH => 40 dB/km à $\lambda = 1{,}39$ μm). La bande la plus intense attribuée à SiOH se situe vers 1,39 μm (1,41 μm pour GeOH). La création de centres colorés qui absorbent principalement dans l'ultraviolet[30,81,82,83,84] et le visible[85] accompagne également la formation des réseaux. Ces excès de pertes sont particulièrement gênants lorsqu'ils s'étendent dans le domaine spectral utilisé pour les télécommunications optiques et pour la transmission de signaux destinés à l'interrogation de capteurs. Il nous a, par conséquent, semblé utile d'examiner l'ordre de grandeur de l'atténuation qui résulte dans cette région spectrale des excès de pertes induites par une insolation effectuée à l'aide d'un des lasers à notre disposition ($\lambda p = 193$ nm ou 244 nm, lasers fonctionnant en régime pulsé ou continu).

L'étude du photochromisme induit dans le visible et l'ultraviolet lors de l'inscription de réseaux dans des verres ou fibres germanosilicates constitue un moyen efficace d'étude des mécanismes de la photosensibilité. Ainsi, par exemple, les spectres d'excès de pertes peuvent être enregistrés à différents instants de l'insolation , la déconvolution de ces spectres, selon des gaussiennes correspondant à des centres de défauts identifiés[26,66,85,86], permet de lier l'évolution des populations de ces défauts aux conditions de l'insolation. Les modèles phénoménologiques de la photosensibilité, basés sur l'évolution de populations de défauts peuvent être confortés ou invalidés dès lors que les modifications des spectres d'absorption sont connues. La littérature concernant ce sujet est abondante lorsqu'elle traite d'insolations effectuées au moyen de lampes ultraviolettes (à xénon ou à mercure) ou au moyen de lasers fonctionnant en régime d'impulsions dans la région spectrale [244 nm- 248 nm]. L'évolution de ces excès de pertes a été étudiée aussi bien dans les verres germanosilicates non hydrogénés[82,84,87] que dans les verres hydrogénés[30]. Peu d'études traitent par contre du photochromisme induit dans les verres lorsqu'ils sont insolés par un laser fonctionnant en régime continu ($\lambda_p = 244$ nm) ou par un laser à excimère ArF ($\lambda_p = 193$ nm)[4]. Nous avons par conséquent décidé d'étudier la formation des excès de pertes, induits dans des verres ou fibres germanosilicates

par des insolations réalisées à l'aide d'un laser à excimère ArF (λ_p = 193 nm) ou d'un laser continu (λ_p = 244 nm). La gamme spectrale étudiée s'étend de l'ultraviolet au visible (210 nm à 750 nm). Les résultats obtenus sont comparés à ceux qui résultent d'insolations réalisées à l'aide d'un laser fonctionnant en régime impulsionnel, λ_p = 244 nm ou λ_p = 248 nm. Nous en déduisons l'évolution (en fonction de la durée d'insolation) des concentrations de différents défauts identifiés. Nous montrons ensuite comment il convient d'utiliser ces cinétiques de formation des spectres d'excès de pertes pour mettre à l'épreuve le modèle des centres colorés[11]. Ce modèle suppose que le changement photoinduit d'indice de réfraction provient de la formation de centres colorés qui absorbent dans l'ultraviolet (180 nm – 350 nm). Sa mise à l'épreuve consiste à comparer l'ordre de grandeur de la modulation d'indice de réfraction créée par l'inscription d'un réseau de Bragg à celui qui résulte d'un calcul dans lequel une transformation de Kramers-Kronig des spectres d'excès de pertes est effectuée. Cette façon de procéder, correcte dans son principe, nécessite en pratique que les dynamiques d'excès de pertes soient enregistrées dans différentes conditions d'irradiance. **Ce point particulier avait été jusqu'à présent négligé par nos prédécesseurs.**

Des mécanismes autres que la formation de centres colorés ont été avancés pour expliquer l'origine de la photosensibilité des verres germanosilicates. Ainsi B. Poumellec et *al.* ont inscrit des réseaux de Bragg dans des lames de préforme de fibre germanosilicate au moyen de lasers fonctionnant en régime continu ou d'impulsions vers 244 nm. Ils ont ensuite examiné la surface de ces lames à l'aide d'un microscope AFM[10] ou d'un microscope optique interférométrique[88]. Ils ont ainsi montré que l'inscription du réseau s'accompagne d'un phénomène de densification du verre germanosilicate qui se manifeste par l'apparition d'une corrugation au milieu d'une vallée. Sous l'effet d'un chauffage du verre, la vallée disparaît. M. Douay et *al.* ont montré que l'hydrogénation de la lame de préforme avant son insolation n'augmente pas la profondeur de la vallée. En utilisant une technique de microscopie électronique par transmission, P. Cordier et *al.*[89] ont montré que l'inscription d'un réseau de Bragg dans une fibre optique (λ_p = 244 nm) se traduit par l'apparition d'une densification périodique du cœur de la fibre. La période de la densification correspond à celle du réseau. Ces différentes données expérimentales montrent que l'insolation des verres ou fibres germanosilicates par une radiation de longueur d'onde ≈ 244 nm produit une modification structurale du matériau qui peut être à l'origine d'un changement d'indice de réfraction. Cette notion a été quantifiée de façon macroscopique par B. Poumellec et *al.* : ces auteurs ont proposé un modèle de densification photo-élastique dans lequel le changement d'indice de réfraction provient d'un changement de densité du verre mais aussi de l'effet photo-élastique qui résulte des déformations

induites par l'insolation. Ce modèle permet de rendre compte d'une part importante (plus de trente pour-cent) des changements photoinduits d'indice de réfraction. La longueur d'onde des lasers utilisés dans ces expériences est en résonance avec la bande des défauts GODC. L'insolation du verre germanosilicate provoque dans ces conditions une rupture des liaisons Ge-Si, susceptibles d'initier une relaxation structurale du matériau. Les spectres d'excès de pertes créées par des insolations réalisées au moyen du laser à ArF sont notablement différents de ceux enregistrés lors des insolations par une radiation de longueur d'onde 244 nm. Les mécanismes microscopiques qui régissent la formation des défauts sont donc différents dans ces deux expériences. Il nous a donc semblé intéressant d'examiner dans quelle mesure l'insolation d'un verre germanosilicate par un laser à ArF provoque aussi un phénomène de densification.

Dans la première partie de ce chapitre, nous étudions la photosensibilité des fibres optiques germanosilicates en fonction de leur concentration en oxyde de germanium. Nous évaluons la photosensibilité des fibres choisies lorsqu'elles sont insolées par des faisceaux lumineux de longueur d'onde égale à 193 nm et 244 nm. Nous proposons ensuite des lois mathématiques simples permettant de modéliser l'évolution de l'indice de réfraction au cours des insolations. Nous concluons cette partie en discutant de l'incidence du choix de la longueur d'onde de pompe utilisée pour réaliser les insolations sur la photosensibilité des fibres germanosilicates, de l'influence de la concentration en oxyde de germanium sur la photosensibilité des fibres, et de l'évolution de la photosensibilité en fonction de la densité d'énergie par impulsion. La stabilité thermique de la photosensibilité induite par une insolation ultraviolette est ensuite décrite en fonction de différents paramètres : λ_p, $[GeO_2]$, hydrogénation ou absence d'hydrogènation et valeur de Δn_{mod}.

La seconde partie de ce chapitre concerne les phénomènes liés à l'insolation d'une fibre optique germanosilicate par un rayonnement ultraviolet. Nous y décrivons les excès de pertes induits dans l'infrarouge, dans le visible et dans l'ultraviolet lors de l'insolation d'une fibre optique ou d'un verre germanosilicate. La manière dont les excès de pertes photoinduits peuvent être pris en compte pour évaluer la variation d'indice que l'on peut leur attribuer est décrite.

La troisième partie de ce chapitre traite de la densification des verres germanosilicates lorsqu'ils sont insolés par un rayonnement ultraviolet. Nous y décrivons les résultats d'expériences préliminaires destinées à examiner l'influence du laser de pompe sur l'occurrence d'une densification du verre du verre insolé.

2. Photosensibilité des fibres germanosilicates

2.1. Etude des variations d'indice photoinduites en fonction de la durée d'insolation

2.1.1. Insolation des fibres germanosilicates non hydrogénées

2.1.1.1. Présentation des matériaux

Les fibres optiques dopées par de l'oxyde de germanium sélectionnées pour l'étude ont été réalisées soit au CNET par J.F. Bayon (BPG 285, BPG 286, FPG 385) soit par la société Corning (SMF 28). Les principales caractéristiques opto-géométriques de ces fibres sont rappelées dans le tableau 1. Ces fibres ont été fabriquées selon la méthode MCVD[80]. Nous avons retenu ces fibres pour nos études car elles contiennent des concentrations de germanium très variables (entre 3 % mol et 11,5 % mol). La fibre BPG 285 est la fibre la plus photosensible mise à notre disposition par le CNET (λ_p = 244 nm). Les fibres FPG 385 et SMF 28 sont des fibres dont les caractéristiques répondent aux normes des télécommunications.

Référence fibre	**BPG 285**	**BPG 286**	**FPG 385**	**SMF 28**
Origine	CNET	CNET	CNET	Corning
Paramètres opto-géométriques	$\varnothing_{cœur}$=5 µm $\varnothing_{ext}$=125 µm n_c-n_g=1,33x10^{-2} λ_c= 1,15 µm	$\varnothing_{cœur}$=5,6 µm $\varnothing_{ext}$=125 µm n_c-n_g=1,1x10^{-2} λ_c= 1,2 µm	$\varnothing_{cœur}$=6,5 µm $\varnothing_{ext}$=125 µm n_c-n_g=0,77x10^{-2} λ_c= 1,2 µm	$\varnothing_{cœur}$=8,3 µm $\varnothing_{ext}$=125 µm n_c-n_g=0,36x10^{-2} λ_c= 1,2 µm
Dopants du cœur	11,5% mol GeO_2	7% mol GeO_2	6% mol GeO_2	3% mol GeO_2
Dopant gaine	B,P	B,P	F ,P	

Tableau 1 : Caractéristiques opto-géométriques des fibres germanosilicates utilisées dans l'étude.

2.1.1.2. Dynamiques d'inscription de réseaux de Bragg dans les fibres germanosilicates lors d'insolations réalisées à l'aide d'un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde 193 nm

La photosensibilité des fibres germanosilicates sous l'effet d'une exposition à un rayonnement

UV de longueur d'onde égale à 193 nm a été évaluée en enregistrant l'évolution de la réflectivité de réseaux de Bragg au cours de l'insolation. L'évolution temporelle de la modulation d'indice de réfraction est déduite de ces mesures au moyen de la relation **(11)** comme il est indiqué au chapitre I. Le laser utilisé est le laser à excimère ArF émettant une radiation de longueur d'onde égale à 193 nm. Le banc expérimental correspond au montage à masque de phase décrit au paragraphe 2.3.1.iii du chapitre I, il est couplé au système d'analyse spectrale décrit au chapitre I, paragraphe 2.3.2 [figure 14(a)]. Le pas du masque de phase utilisé étant égal à 1,043 µm, la longueur d'onde de résonance des réseaux de Bragg est située aux environs de 1510 nm.

Le paramètre que nous avons choisi de faire varier est la **concentration de l'oxyde de germanium** contenu dans cœur de la fibre optique. Pour chaque type de fibre optique, quatre réseaux de Bragg ont été inscrits en utilisant quatre densités d'énergie différentes, s'échelonnant entre 15 mJ/cm^2 et 400 mJ/cm^2. A l'exception de ce paramètre, les réseaux sont tous inscrits dans les mêmes conditions (cavité laser identique et point de focalisation du faisceau fixe). La fréquence des tirs a été fixée à 15 Hz.

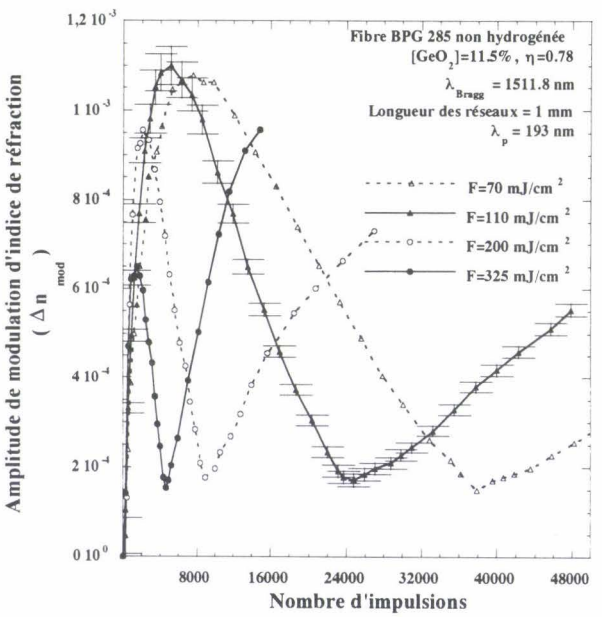


Figure 1 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre BPG 285 non hydrogénée.

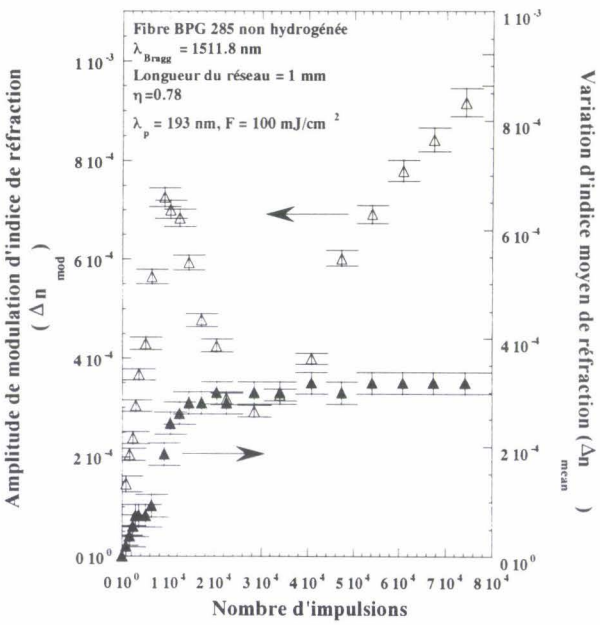


Figure 1b : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction et de l'indice moyen au cours de l'inscription d'un réseau de Bragg dans la fibre BPG 285 non hydrogénée.

2.1.1.2.i. *[GeO$_2$]=11,5 % mol (Fibre BPG 285)*

La fibre la plus fortement dopée en germanium est la fibre BPG 285. La concentration de l'oxyde de germanium contenu dans le cœur de cette fibre est égale à 11,5 % mol. Quatre réseaux de

Bragg ont été inscrits dans cette fibre à des densités d'énergie respectivement égales à 70, 110, 200 et 325 mJ/cm^2. La longueur des réseaux est égale à 1 mm. La figure 1 représente l'évolution de Δn_{mod} au cours de l'insolation de cette fibre par une radiation de longueur d'onde égale à 193 nm. De manière à ne pas surcharger la figure, les barres d'erreur ont été représentées uniquement pour la courbe qui correspond à F = 110 mJ/cm^2.

Comme le montrent les dynamiques présentées dans la figure 1, l'évolution temporelle de la modulation d'indice n'est pas monotone en fonction du nombre d'impulsions incidentes sur la fibre. Quelle que soit la densité d'énergie (70 mJ/cm^2 < F < 325 mJ/cm^2), l'amplitude de modulation d'indice commence par augmenter au cours des tirs, puis diminue pour atteindre un minimum. Ensuite l'amplitude de modulation d'indice croît à nouveau mais cette fois de façon monotone en fonction du nombre d'impulsions. La valeur maximale de Δn_{mod} obtenue en type I est de l'ordre de 10^{-3}, elle est d'autant plus faible que la densité d'énergie est forte. Ce comportement est typique de la photosensibilité de type IIA[74] déjà observée lors d'insolations à réalisées à l'aide de radiations de longueur d'onde 244 nm dans des fibres plus fortement dopées en oxyde de germanium. Du fait de la forte croissance de Δn_{mod} en fonction de *N* lors du début des insolations, l'évaluation des pentes à l'origine des courbes représentatives de $\Delta n_{mod} = f(N)$ n'a pu être réalisée avec suffisamment de précision pour que les mesures puissent être utilisées de manière significatives.

Un réseaux de Bragg ont été inscrit dans la fibre BPG 285 à une densité moyenne d'énergie par impulsion égale à 100 mJ/cm^2. La longueur du réseau est égale à 1 mm. Les évolutions de Δn_{mod} et Δn_{mean} au cours de l'insolation de cette fibre par une radiation de longueur d'onde égale à 193 nm sont représentées sur la figure 1b. Le comportement de l'amplitude de modulation d'indice, au cours de l'insolation, est similaire à ceux relevés lors des quatre inscriptions présentées sur la figure 1. Comme le montre la figure 1b, au cours de la première croissance de Δn_{mod}, Δn_{mean} augmente (la longueur d'onde de résonance du réseau de Bragg se translate vers le rouge), alors que pendant la décroissance de Δn_{mod} et la seconde croissance de Δn_{mod}, Δn_{mean} n'évolue pas de façon sensible (la longueur d'onde de résonance du réseau de Bragg semble ne pas évoluer). Ce type d'évolution est caractéristique de la photosensibilité de type IIA[74].

2.1.1.2.ii. [GeO_2]=7 % mol (Fibre BPG 286)

Quatre réseaux de Bragg de longueur égale à 1 mm ont été inscrits dans la fibre BPG 286

([GeO_2]=7 % mol) à des densités d'énergie respectivement égales à 100, 225, 300 et 425 mJ/cm^2. La figure 2 représente l'évolution de Δn_{mod} au cours de l'insolation de cette fibre par une radiation de longueur d'onde égale à 193 nm. Les barres d'erreur ont été représentées uniquement pour la courbe qui correspond à $F = 100$ mJ/cm^2 afin de ne pas surcharger la figure. Les caractéristiques de l'évolution de la modulation d'indice de réfraction au cours des irradiations dans la fibre BPG 286 sont proches de celles présentées dans la figure 1 pour la fibre BPG 285 ([GeO_2]=11,5 % mol). Le caractère non monotone de la croissance des réseaux est retrouvé.

La valeur maximale de Δn_{mod} obtenue en type I est de l'ordre de 10^{-3}, elle est d'autant plus faible que la densité d'énergie est forte. Cependant, à même ordre de grandeur de la densité d'énergie, l'évolution de la modulation d'indice de réfraction est plus rapide dans la fibre BPG 285 que dans cette fibre.

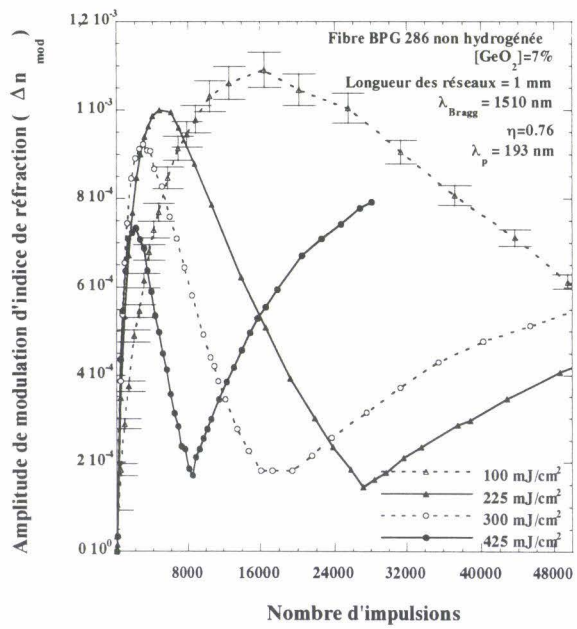


Figure 2 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre BPG 286 non hydrogénée.

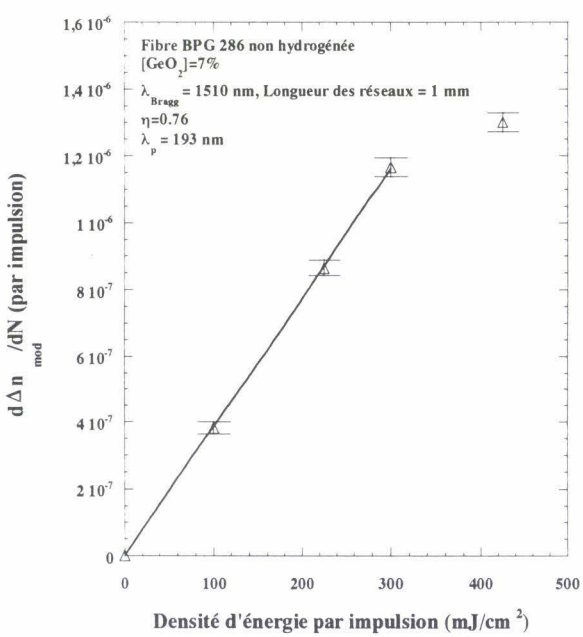


Figure 2b : Evolution de la pente à l'origine des courbes tracées sur la figure 2 (croissance de réseaux de Bragg dans la fibre BPG 286) en fonction de la densité moyenne d'énergie par impulsion.

La « pente à l'origine » ($d\Delta n_{mod}/dN$) des courbes représentatives de $\Delta n_{mod} = f(N)$ a été calculée pour chacune des croissance représentée sur la figure 2. L'évolution des taux de croissance $d\Delta n_{mod}/dN$ en fonction de la densité d'énergie par impulsion est représentée sur la figure 2b. Le taux de croissance de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction croît linéairement avec la densité d'énergie par impulsion du rayonnement incident F pour des valeurs de F inférieures à 300 mJ/cm^2. La croissance devient sub-linéaire pour les densités d'énergie par impulsion les plus fortes.

2.1.1.2.iii. *$[GeO_2]$=6 % mol (FPG 385)*

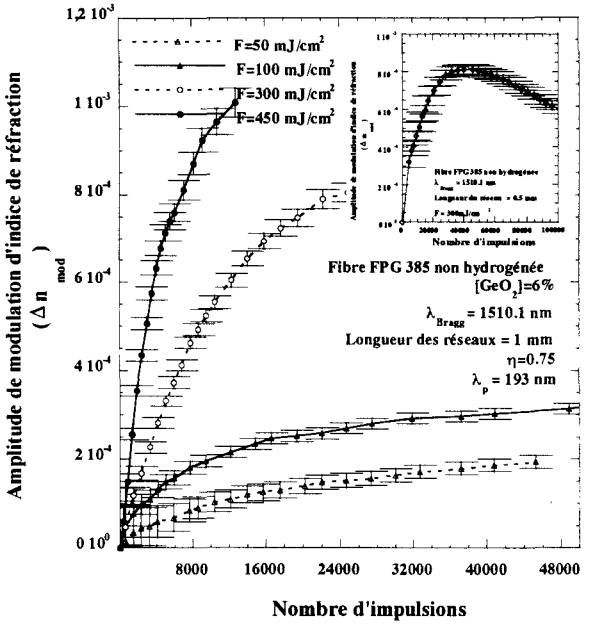


Figure 3 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre FPG 385 non hydrogénée.

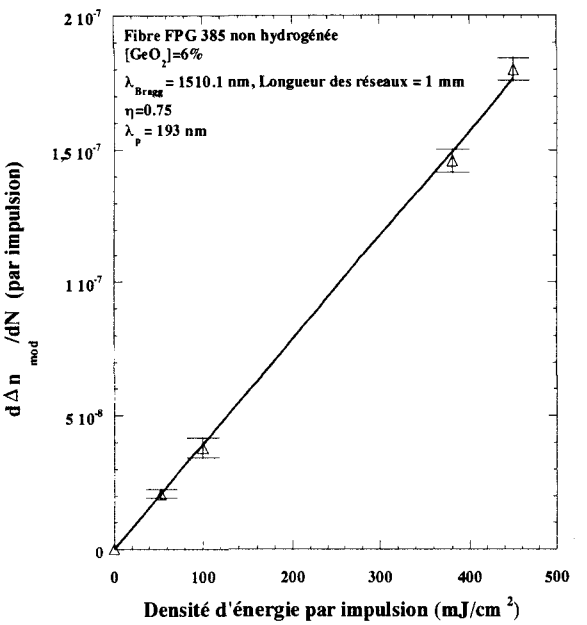


Figure 3b : Evolution de la pente à l'origine des courbes tracées sur la figure 3 (croissance de réseaux de Bragg dans la fibre FPG 385) en fonction de la densité moyenne d'énergie par impulsion.

La figure 3 représente l'évolution au cours des tirs de la modulation d'indice de réfraction crée dans la fibre FPG 385 (F=50, 100, 380 et 450 mJ/cm^2). Le cœur de cette fibre optique est dopé par 6 % mol d'oxyde de germanium. La longueur des réseaux est égale à 1 mm. L'examen de la figure 3 et de son encart montre que l'évolution de la modulation d'indice de réfraction n'est pas monotone au cours des tirs. Cependant, il est nécessaire de poursuivre l'insolation de cette fibre de façon prolongée pour mettre en évidence ce phénomène. La valeur maximale de Δn_{mod} obtenue en type I est de l'ordre de 10^{-3}, elle est d'autant plus forte que la densité d'énergie est élevée. A même ordre de grandeur de la densité d'énergie, l'évolution de la modulation d'indice de réfraction est significativement plus rapide pour la fibre BPG 286 (figure 2) que pour la fibre FPG 385 (figure 3), **ceci bien que les concentrations en oxyde de germanium contenues dans le cœur de ces deux fibres soient similaires**.

Les pentes à l'origine des courbes tracées sur la figure 3 sont représentées en fonction de F sur la figure 3b. $d\Delta n_{mod}/dN$ croît linéairement en fonction de la densité d'énergie par impulsion du rayonnement incident pour des valeurs de F comprises dans l'intervalle [50 mJ/cm^2- 450 mJ/cm^2].

2.1.1.2.iv. *$[GeO_2]$=3 % mol (SMF 28)*

Les évolutions au cours des tirs de la modulation d'indice de réfraction photoinduite dans la fibre SMF 28 ($[GeO_2]$=3 % mol) sont représentées en fonction du nombre d'impulsions sur la figure 4, pour quatre valeurs différentes de la densité d'énergie par impulsion (F=100, 300, 380 et 400 mJ/cm^2). La longueur des réseaux a été fixée à 2 mm. La valeur de la différence d'indice cœur gaine de la fibre SMF 28 est égale à 3.6×10^{-3}. Les variations d'indice de réfraction photoinduites peuvent atteindre le tiers de cette valeur. Par conséquent, les propriétés de guidage de la fibre, à l'emplacement du réseau de Bragg, sont perturbées par l'inscription du réseau. Les courbes ont donc été tracées en utilisant la relation **(11)** du chapitre I selon le protocole itératif décrit au chapitre I, paragraphe 2.4.6.

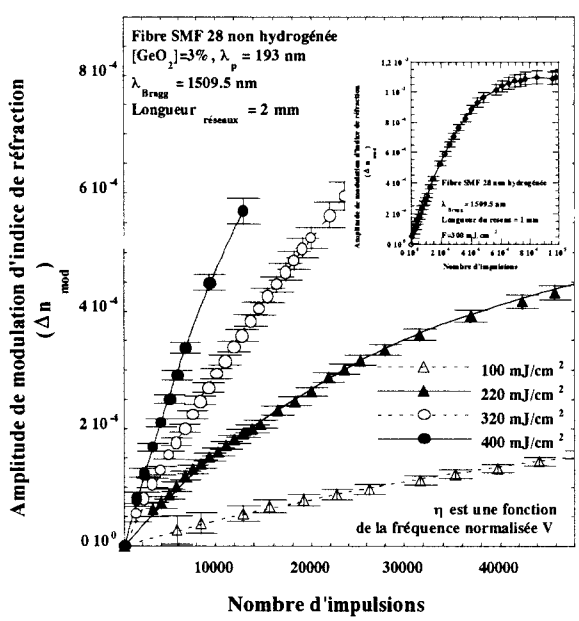


Figure 4 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre SMF 28 non hydrogénée.

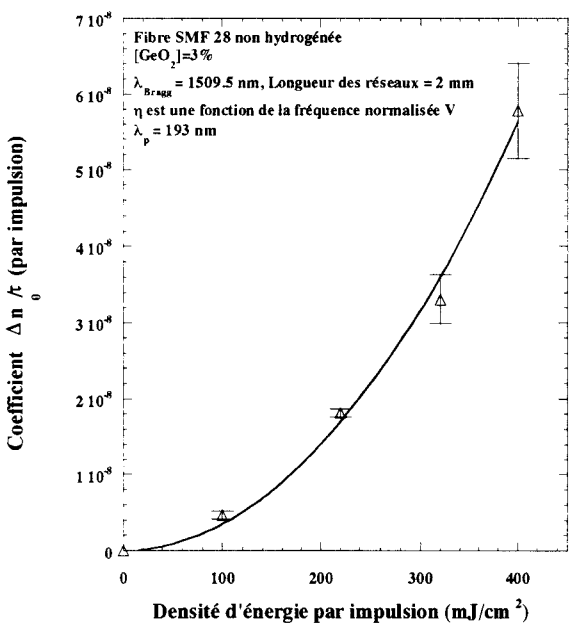


Figure 4b : Evolution de la pente à l'origine des courbes tracées sur la figure 4 (croissance de réseaux de Bragg dans la fibre SMF 28) en fonction de la densité moyenne d'énergie par impulsion.

Comme il apparaît sur la figure 4, Δn_{mod} croît de façon monotone (réseau de type I). Pour vérifier ce résultat, un réseau de Bragg (de longueur 1 mm) a été inscrit dans la fibre SMF 28 en l'insolant avec une densité d'énergie par impulsion égale à 300 mJ/cm^2. L'évolution de la réflectivité du réseau a été enregistrée de 0 jusque 100 000 tirs. Le flux lumineux émis par le laser à excimère ArF s'affaiblit au cours des insolations par pollution progressive du gaz. Après 100 000 impulsions la densité d'énergie ne peut plus être maintenue de manière stable à F = 300 mJ/cm^2, l'insolation est donc stoppée. La variation de la modulation d'indice de réfraction de ce réseau est tracée en fonction

du nombre d'impulsions incidentes dans l'encart de la figure 4. La croissance de Δn_{mod} est monotone, Δn_{mod} sature à une valeur égale à $1{,}1 \times 10^{-3}$.

Les données expérimentales correspondant à la fibre SMF 28 ont été représentées par la relation **(4)** à l'aide d'un ajustement par une méthode de moindres carrés permettant de déterminer Δn_0 et τ en fonction de F. Cette façon de procéder revient à faire une interpolation entre chaque donnée expérimentale.

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot \left(1 - e^{\frac{-N}{\tau}}\right), \qquad \left\{\begin{array}{c} 100\ \text{mJ/cm}^2 \le F \le 400\ \text{mJ/cm}^2 \\ 1\,000\ \text{tirs} \le N \le 100\,000\ \text{tirs} \end{array}\right\} \qquad (4)$$

BU LILLE I

Les valeurs de Δn_0 déterminées par les ajustements sont distribuées dans l'intervalle [2.7×10^{-4} ± 1×10^{-5} - $1{,}3 \times 10^{-3}$ ± 6×10^{-4}]. Les valeurs de τ obtenues à partir des ajustements sont distribués dans l'intervalle [(23 557 ± 1 352) impulsions - (58 445 ± 4 083) impulsions].

Les « pentes à l'origine » ($d\Delta n_{mod}/dN$) des courbes représentatives de $\Delta n_{mod} = f(N)$ ont été déterminées en utilisant un développement limité à l'ordre 1 en fonction de N de la relation **(4)**. Ce développement limité permet d'écrire $d\Delta n_{mod}/dN = \Delta n_0 \times 1/\tau$. L'évolution de $d\Delta n_{mod}/dN$ représentée en fonction de F sur la figure 4b suit une loi quadratique en fonction de F.

2.1.1.2.v. Discussion

Il faut noter qu'en 1996, L. Dong et *al.*[90] ont signalé que l'insolation d'une fibre germanosilicate codopée par du bore par une radiation de longueur d'onde 193 nm conduit à l'inscription de réseaux de Bragg de type IIA. Ces auteurs ne donnent aucune indication sur la concentration des dopants (Ge, B) contenus dans le cœur de la fibre. Ils observent des cinétiques de croissance notablement plus rapides que celles qui sont tracées sur les figures 1 et 2, ce qui leur permet d'observer la saturation du réseau de type IIA pour une durée d'insolation raisonnable (quelques minutes). Ils montrent ainsi que l'inverse de la durée d'insolation nécessaire pour atteindre la saturation de réseau de type IIA varie linéairement en fonction de la fluence par tir. Ces auteurs rendent compte de cette observation à l'aide d'un modèle phénoménologique similaire à celui initialement proposé par W.X. Xie et *al.*[74] (paragraphe 1).

En conclusion, nos expériences montrent que l'utilisation d'un laser à ArF pour inscrire des réseaux dans des fibres germanosilicates assez fortement dopées à l'oxyde de germanium (fibres non hydrogénées) se traduit par la formation de réseaux de type IIA. Il est donc raisonnable de penser que la saturation très rapide des réseaux signalée par J. Albert et *al.*[69] provient en fait de la compétition entre un mécanisme rapide de création d'un changement d'indice de réfraction positif (réseau de type I) et d'un mécanisme plus lent de fabrication d'un changement d'indice de réfraction négatif (réseau de type IIA).

Par ailleurs, nos expériences montrent que la cinétique des réseaux de type IIA dépend de la concentration de l'oxyde de germanium contenu dans le cœur de la fibre mais aussi d'autres paramètres non identifiés au cours de notre étude. La tension appliquée à la fibre lors du tirage pourrait être un de ces paramètres[35,75]. Les insolations de fibres faiblement dopées à l'oxyde de germanium conduisent à des cinétiques de type I.

Les pentes à l'origine des dynamiques de croissance de modulation d'indice de réfraction ont été calculée dans le cas des fibres BPG 286 ([GeO_2] = 7 % mol), FPG 385 ([GeO_2] = 6 % mol) et SMF 28([GeO_2] = 3 % mol). Les pentes à l'origine évoluent linéairement en fonction de la densité de puissance incidente F sur la fibre pour les fibres BPG 286 et FPG 385. Le calcul des pentes à l'origine réalisé pour la fibre SMF 28 montre que celles ci suivent une loi quadratique de F (figure 4b). Ce résultat est en accord avec l'observation décrite par J. Albert et *al.*[69]. De ce fait, ces auteurs ont émis l'hypothèse que la modulation d'indice de réfraction résulte d'une réaction photochimique activée par un mécanisme d'absorption à 1 photons ou à 2 photons respectivement pour les fibres fortement ou faiblement dopées par de l'oxyde de germanium.

2.1.1.3. Dynamiques d'inscription de réseaux de Bragg dans les fibres germanosilicates lors d'insolations réalisées à l'aide d'un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde 244 nm

Afin de comparer les efficacités des sources disponibles au laboratoire, la photosensibilité des fibres étudiées aux paragraphes précédents a été évaluée en relevant l'évolution de la réflectivité de réseaux de Bragg au cours d'insolations réalisées à l'aide des deux lasers ultraviolets émettant un rayonnement de longueur d'onde égale à 244 nm. L'évolution temporelle de Δn_{mod} est déduite de ces

mesures au moyen de la relation (**11**) décrite au chapitre I. Deux sources laser (chapitre I, paragraphe 2.3.1.i) ont été alternativement utilisées pour inscrire les réseaux de Bragg. La première source est le laser impulsionnel à excimère LPX 100 associé au laser à colorant doublé (LPD 3000). La seconde source est le laser fonctionnant en régime continu FRED. Le dispositif permettant d'obtenir le champ de franges est le miroir de Lloyd (chapitre I, paragraphe 2.3.1.ii). L'analyse des caractéristiques spectrales des réseaux est réalisée à l'aide de la source lumineuse à large spectre (lampe blanche) et du spectromètre décrit au chapitre I, paragraphe 2.3.2 [figure 14(a)]. Dans toute cette partie, les résultats expérimentaux sont représentés par des symboles alors que les courbes tracées en traits pleins ou en pointillés correspondent aux ajustements de lois mathématiques aux données expérimentales.

2.1.1.3.i. *[GeO_2]=11,5 % mol (BPG 285)*

Quatre réseaux de Bragg ont été inscrits dans la fibre BPG 285 à l'aide du laser fonctionnant en régime impulsionnel (λ_p = 244 nm). Pour réaliser les insolations, la densité d'énergie par impulsion du laser a été ajustée à des valeurs respectivement égales à 120, 180, 270 et 450 mJ/cm^2. L'évolution de Δn_{mod} pour chacun des réseaux, au cours des insolations, est représentée sur la figure 5. L'évolution de la modulation d'indice de réfraction, au cours des insolations, est maintenant monotone et croissante en fonction de la durée de l'inscription (réseaux de type I). Des inscriptions de réseaux de Bragg ont été réalisées dans ce type de fibre à des densités d'énergie de l'ordre de 500 mJ/cm^2. Des valeurs de Δn_{mod} de l'ordre de 10^{-3} ont été relevées après 50 000 impulsions (les courbes ne sont pas présentées ici pour ne pas surcharger la figure). La relation (**5**) est utilisée pour représenter l'évolution de Δn_{mod} au cours des insolations, en fonction du nombre d'impulsions (N). Les termes Δn_0 et α sont déterminés, pour chaque valeur de la densité d'énergie F par impulsion, selon une méthode de moindres carrés non linéaire appliquée aux résultats expérimentaux.

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot N^{\alpha}, \quad \left\{ \begin{array}{c} 120\ \text{mJ/cm}^2 \le F \le 450\ \text{mJ/cm}^2 \\ 60\ \text{tirs} \le N \le 15\,000\ \text{tirs} \end{array} \right\} \qquad (5)$$

Dans la gamme de densité d'énergie [120 mJ/cm^2 - 450 mJ/cm^2], le coefficient α s'est avéré être indépendant de F : $\alpha = 0{,}5 \pm 0{,}05$. Le terme Δn_0 augmente de façon monotone en fonction de F. La variation de Δn_0 en fonction de F est représentée sur la figure 5b. Δn_0 peut être représenté par une

fonction linéaire de F sur la gamme de densité d'énergie étudiée.

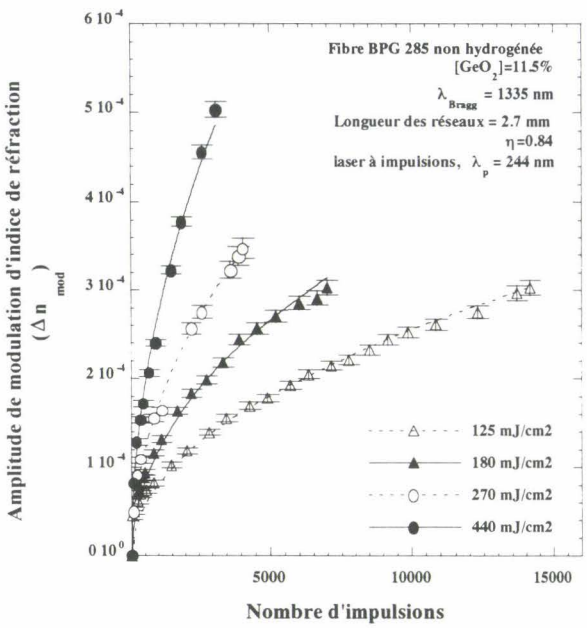


Figure 5 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre BPG 285 non hydrogénée.

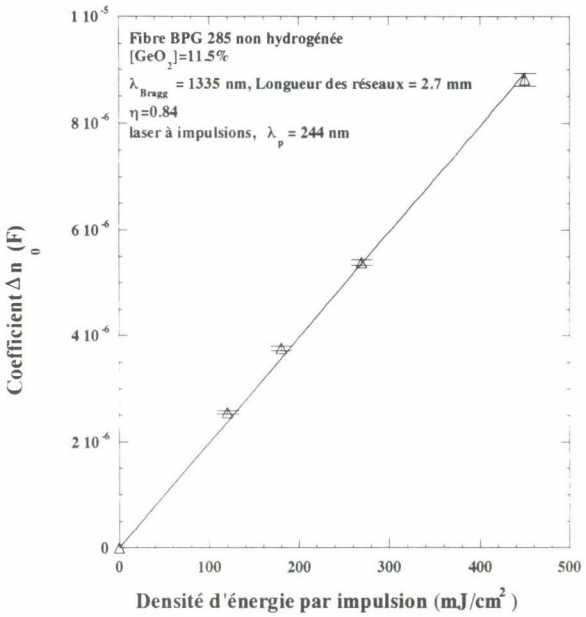


Figure 5b : Evolution du coefficient Δn_0 en fonction de la densité moyenne d'énergie par impulsion.

Les dynamiques de croissance de réseaux de Bragg sous l'effet d'une insolation par le laser fonctionnant en régime continu (FRED, $\lambda_p = 244$ nm) sont présentées sur la figure 6. Lors de ces insolations, la densité de puissance du rayonnement ultraviolet a été ajustée à 30, 40, 55 et 115 W/cm^2. Tout comme dans le cas précédent, l'évolution de Δn_{mod} est monotone au cours des insolations. Les courbes en traits pleins et en pointillés correspondent à l'ajustement des courbes d'évolution de Δn_{mod} à la relation (**6**).

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot t^{\alpha}, \qquad \left\{ \begin{array}{c} 30\ \mathrm{W/cm^2} \le I \le 115\ \mathrm{W/cm^2} \\ 20\ \mathrm{s} \le t \le 3000\ \mathrm{s} \end{array} \right\} \tag{6}$$

Dans la relation (**6**), le terme t désigne la durée de l'insolation. Les ajustements de la relation (**6**) avec les données expérimentales ont été effectués selon une méthode de moindres carrés non linéaire. Le coefficient $\alpha = 0{,}55 \pm 0{,}04$ est indépendant de I (densité de puissance du spot irradiant la fibre). Le coefficient Δn_0 évolue de façon monotone en fonction de I. Cette évolution est représentée sur la figure 6b. Pour des valeurs de I inférieures ou égales à 55 W/cm^2 , Δn_0 peut être représenté par une fonction linéaire de I, la croissance devenant sublinéaire pour les irradiances les plus fortes.

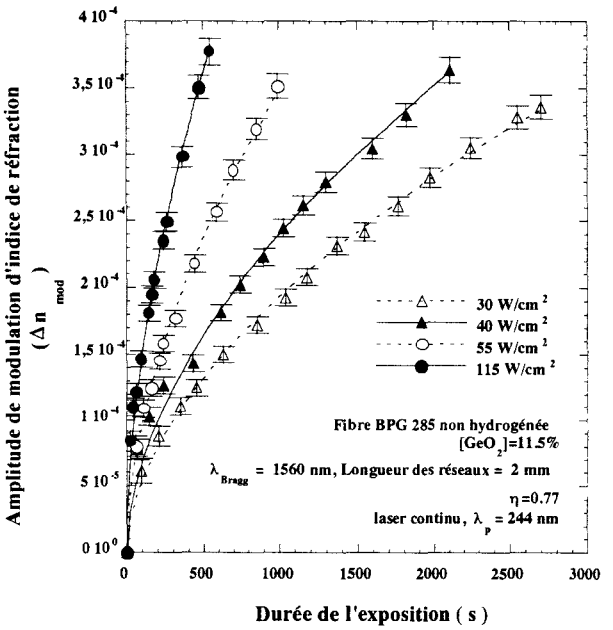


Figure 6 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre BPG 285 non hydrogénée (laser FRED).

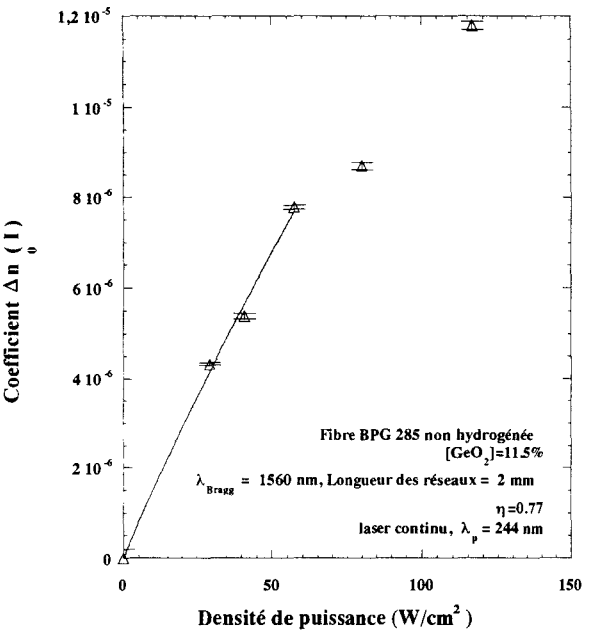


Figure 6b : Evolution du coefficient Δn_0 en fonction de la densité moyenne de puissance (laser FRED).

2.1.1.3.ii. $[GeO_2]$=7 % mol (BPG 286)

L'évolution de la modulation de l'indice de réfraction du cœur de fibres de type BPG 286 au cours d'insolations réalisées à l'aide du laser UV impulsionnel (λ_p = 244 nm) est représentée sur la figure 7. Trois réseaux ont été inscrits à des densités d'énergie par impulsion respectivement égales à 100, 200 et 300 mJ/cm^2. L'évolution de Δn_{mod} est monotone et croissante en fonction du nombre d'impulsions N (réseaux de type I). Les insolations ont été poursuivies jusqu'au moment où les courbes de croissance font apparaître un début de saturation (10^5 impulsions environ). Pour rendre compte de cette saturation, l'évolution des données expérimentales (Δn_{mod}) a été représentée, en fonction du nombre d'impulsions incidentes sur la fibre, par une loi exponentielle étirée [relation (7)]. Les valeurs de Δn_0 évoluent de façon linéaire avec F [valeurs représentées sur la figure 7b]. La valeur de α obtenue à partir des ajustements est égale à 0,5 ± 0,05. La valeur de τ est indépendante de F, τ = (40 000 ± 5 000) impulsions.

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot \left(1 - e^{-\left(\frac{N}{\tau}\right)^{\alpha}}\right), \quad \left\{\begin{array}{c} 100\ \text{mJ/cm}^2 \le F \le 300\ \text{mJ/cm}^2 \\ 150\ \text{tirs} \le N \le 100\,000\ \text{tirs} \end{array}\right\} \qquad (7)$$

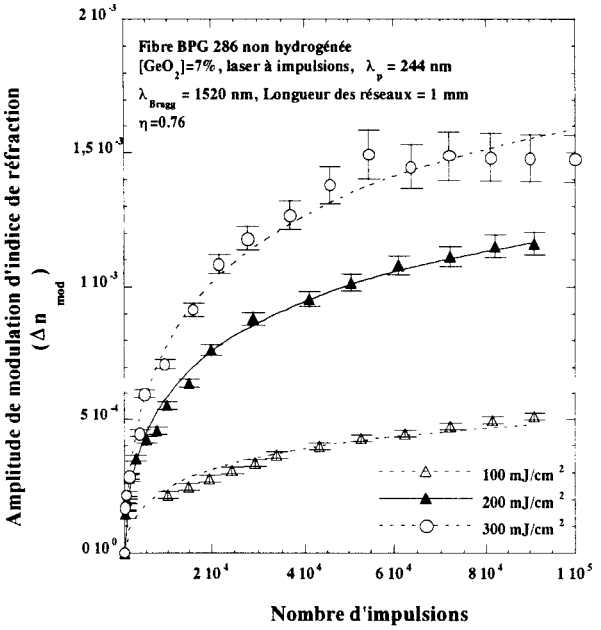


Figure 7 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre BPG 286 non hydrogénée.

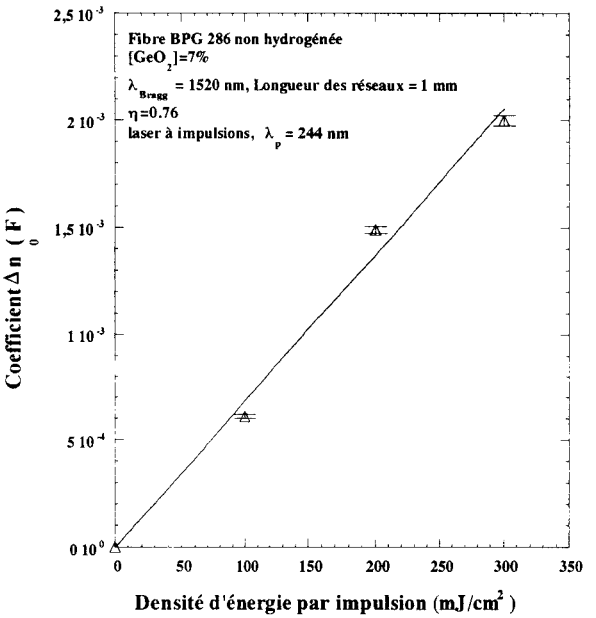


Figure 7b : Evolution du coefficient Δn_0 en fonction de la densité moyenne d'énergie par impulsion.

Nous avons ensuite insolé deux sections de fibres BPG 286 à l'aide du montage à miroir de Lloyd et du laser fonctionnant en régime continu. La longueur des réseaux est égale à 4 mm, la densité de puissance du faisceau a été fixée à deux valeurs différentes : 12 et 29 W/cm^2. L'évolution de Δn_{mod} au cours des insolations est représentée sur la figure 8. La modulation d'indice de réfraction, Δn_{mod}, croît de manière monotone avec le temps d'exposition (réseau de type I). L'évolution de Δn_{mod} au cours des insolations a été représentée par une loi exponentielle étirée [relation **(8)**]. Une méthode de moindres carrés non linéaire a été utilisée pour réaliser un ajustement de la relation **(8)** aux données expérimentales. La valeur de α obtenue à partir des ajustements est égale à 0,34 ± 0,05. Les valeurs du produit (Δn_0 x $1/\tau$) évoluent de façon linéaire avec F. Ces valeurs sont représentées sur la figure 8b.

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot \left(1 - e^{-\left(\frac{t}{\tau}\right)^{\alpha}}\right), \left\{\begin{array}{c} 12\ \text{W/cm}^2 \le I \le 29\ \text{W/cm}^2 \\ 20\ \text{s} \le t \le 3500\ \text{s} \end{array}\right\} \qquad \textbf{(8)}$$

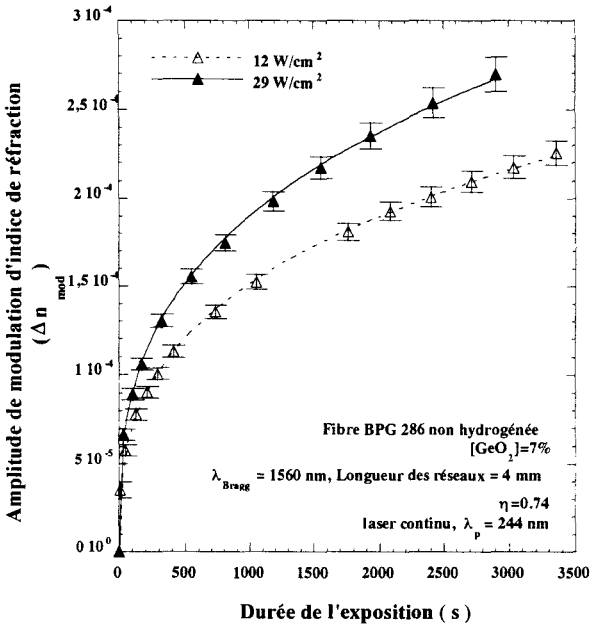


Figure 8 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre BPG 286 non hydrogénée (laser FRED).

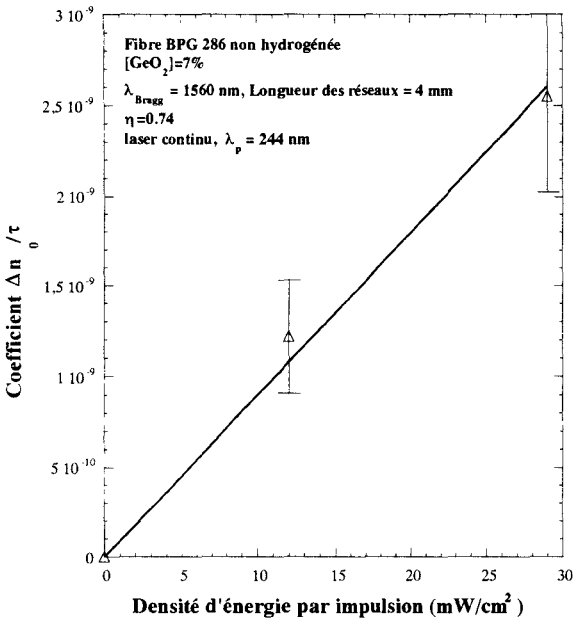


Figure 8b : Evolution du coefficient $\Delta n_0 x 1/\tau$ en fonction de la densité moyenne de puissance (laser FRED).

2.1.1.3.iii. *$[GeO_2]$=6 % mol (FPG 385)*

L'évolution au cours des tirs de la modulation d'indice de réfraction créée dans la fibre FPG 385 à l'aide du laser impulsionnel (λ_p = 244 nm) est représentée sur la figure 9 en fonction du nombre d'impulsions lumineuses incidentes sur la fibre. L'examen de cette figure (F = 200, 310 et 500 mJ/cm^2) permet de constater que l'évolution de la modulation d'indice de réfraction est monotone au cours des tirs (réseaux de type I). La valeur maximale de Δn_{mod} obtenue au cours des insolations réalisées au laboratoire reste limitée à environ $4x10^{-4}$ et ceci bien que le nombre d'impulsions lumineuses à une fluence par tir égale à 500 mJ/cm^2 soit de l'ordre de $1x10^5$. Elle est d'autant plus forte que la densité d'énergie par impulsion est élevée.

Les données expérimentales correspondant à la figure 9 ont été représentées par la relation **(9)** à l'aide d'un ajustement par une méthode de moindres carrés non linéaire permettant de déterminer Δn_0 et α en fonction de F.

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot N^{\alpha}, \left\{ \begin{array}{c} 125\ \text{mJ/cm}^2 \le F \le 500\ \text{mJ/cm}^2 \\ 380\ \text{tirs} \le N \le 120\,000\ \text{tirs} \end{array} \right\} \qquad \textbf{(9)}$$

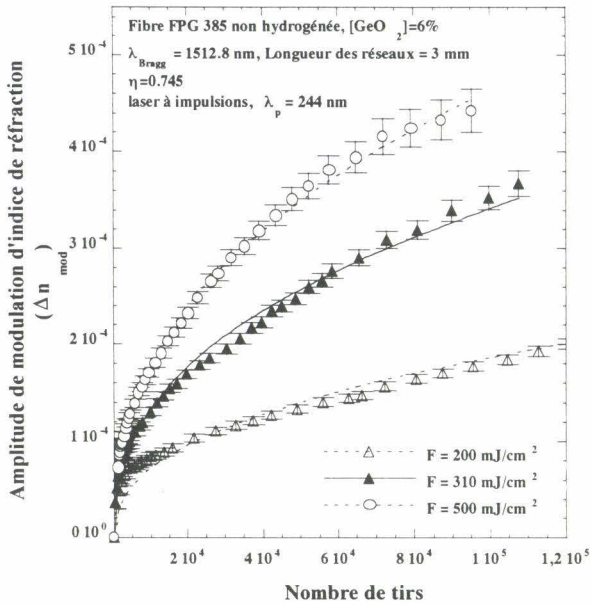


Figure 9 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre FPG 385 non hydrogénée.

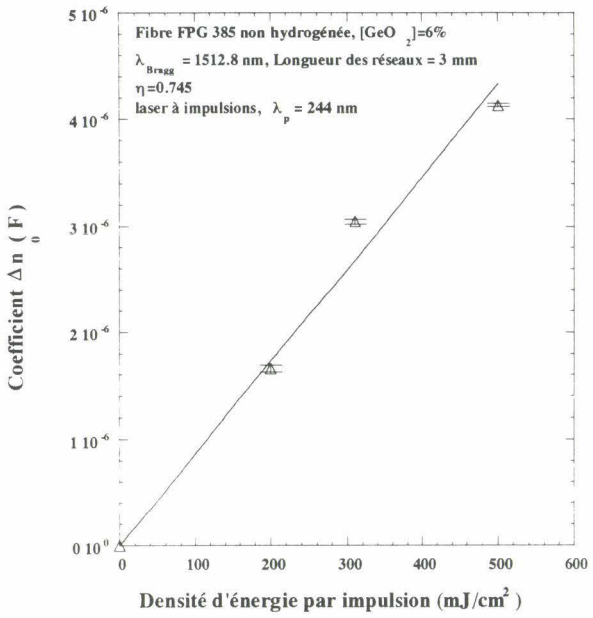


Figure 9b : Evolution du coefficient Δn_0 en fonction de la densité moyenne d'énergie par impulsion.

La valeur de α obtenue à partir des ajustements est égale à 0,4 ± 0,05. Les valeurs de Δn_0 déterminées à partir des ajustements évoluent de façon linéaire avec F. Ces valeurs sont représentées en fonction de F sur la figure 9b.

La figure 10 représente l'évolution de la modulation d'indice de réfraction d'un réseau de Bragg au cours d'une insolation pour laquelle la densité de puissance du laser fonctionnant en régime continu a été ajustée à la valeur de 100 W/cm^2. La fibre FPG 385 est peu photosensible lorsque l'insolation est réalisée à l'aide de ce laser. Par conséquent, nous avons restreint la mesure à une seule densité de puissance du faisceau laser. Les données expérimentales correspondant à la figure 10 ont été représentées par la relation **(10)** à l'aide d'un ajustement par une méthode de moindres carrés non linéaire. L'ajustement est réalisé pour $\Delta n_0 = 2{,}5\text{x}10^{-4} \pm 1{,}2\text{x}10^{-5}$ et $\tau = 2\,037 \pm 362\ s^{-1}$.

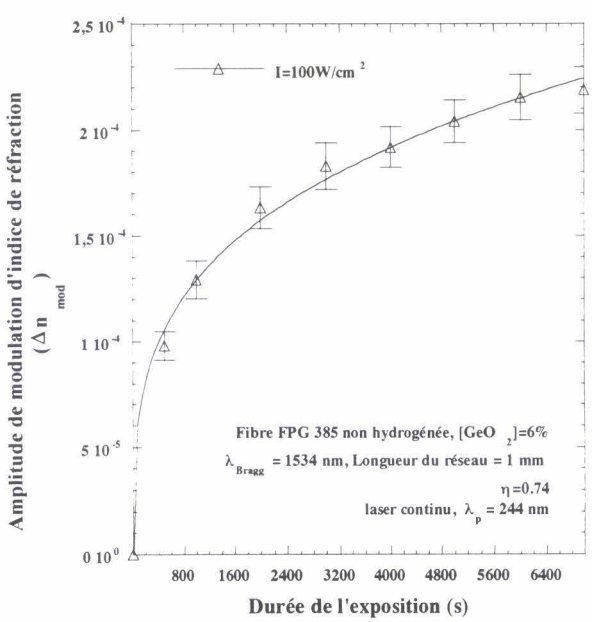


Figure 10 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription d'un réseau de Bragg dans la fibre FPG 385 non hydrogénée (laser FRED).

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right), I = 100\ \mathrm{W/cm^2}, 500\ \mathrm{s} < t < 7000\ \mathrm{s} \qquad \textbf{(10)}$$

2.1.1.3.iv. [GeO_2]=3 % mol (SMF 28)

Lors des insolations réalisées avec le laser fonctionnant en régime impulsionnel comme avec le laser fonctionnant en régime continu, la photosensibilité de la fibre SMF 28 ([GeO_2]=3 % mol) s'est montrée trop faible pour qu'il soit possible d'évaluer les variations d'indice de réfraction photoinduites ($\Delta n_{mod} < 10^{-5}$).

2.1.1.3.v. Discussion

En conclusion, nos expériences montrent que l'utilisation d'un laser de longueur d'onde 244 nm pour inscrire des réseaux de Bragg dans des fibres germanosilicates faiblement dopées ([GeO_2]<11,5% mol) conduit à des cinétiques de croissance de réseaux de type I. **Avant tout début de saturation, les cinétiques de croissance de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction peuvent être représentées par une loi en puissance** α (α<1 dépend peu de F ou de I) de la durée d'insolation ($\Delta n_{mod} = c \cdot N^{\alpha}$ ou $\Delta n_{mod} = c \cdot t^{\alpha}$)[i] et ceci aussi bien lorsque l'insolation est réalisée avec le laser continu qu'avec le laser à impulsions. **Lorsqu'une saturation apparaît, les données expérimentales peuvent être représentées par une loi exponentielle simple ou étirée**. Ce résultat est en bon accord avec les observations publiées par nos prédécesseurs. Le **coefficient c de la loi de puissance varie linéairement ou de façon sublinéaire en fonction de la fluence** F (ou de l'irradiance I) incidente sur la fibre. La fluence cumulée (en J/cm^2) nécessaire pour atteindre une valeur fixée de l'indice de réfraction au moyen du laser continu est supérieur de plus d'un ordre de grandeur à celle utilisée avec le laser à impulsions (cas des fibres non hydrogénées).

[i] Ce résultat n'est bien sur correct que si la durée d'insolation est suffisamment courte pour que la saturation de Δn_{mod} ne soit pas atteinte.

2.1.2. Photosensibilité des fibres germanosilicates préalablement hydrogénés

2.1.2.1. Présentation des matériaux

Nous nous intéressons maintenant à la comparaison de la photosensibilité des fibres optiques germanosilicates préalablement traitées par de l'hydrogène insolées soit par un laser à ArF soit par une radiation de longueur d'onde 244 nm. De manière à pouvoir aussi comparer la photosensibilité des fibres optiques germanosilicates non hydrogénées à celle des fibres hydrogénées, nous avons choisi d'utiliser les mêmes types de fibres dans les deux études. Les fibres qui ont été chargées en hydrogène sont donc des fibres BPG 285, BPG 286, SMF 28 et FPG 385. A cet effet, les fibres sont stockées dans une enceinte étanche contenant de l'hydrogène sous forte pression (100 atm) pendant un laps de temps de l'ordre de 15 jours, à température ambiante (chapitre I, paragraphe 6). L'insolation des fibres est réalisée au plus tard quelques heures après leur sortie de l'enceinte contenant l'hydrogène.

2.1.2.2. Dynamiques d'inscription de réseaux de Bragg dans les fibres germanosilicates hydrogénées lors d'insolations réalisées à l'aide d'un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde 193 nm

Pour évaluer la photosensibilité des fibres sous l'effet d'une insolation par un rayonnement de longueur d'onde 193 nm, nous utilisons à nouveau le dispositif d'inscription comprenant un masque de phase (chapitre I, paragraphe 2.3.1.iii), le système d'analyse TUNIX 1550 / RIFOCS 575L (chapitre I, paragraphe 2.3.2) et la source laser à excimère ArF (λ_p = 193 nm). La photosensibilité de ces fibres est déterminée en mesurant l'évolution de la réflectivité de réseaux de Bragg lors de leur inscription. La réflectivité des réseaux de Bragg est utilisée pour calculer l'évolution de l'amplitude de modulation de l'indice de réfraction du cœur de la fibre [chapitre I, relation **(11)**]. Comme dans le paragraphe précédent, nous proposons des lois analytiques qui décrivent l'évolution de Δn_{mod} au cours de l'insolation en fonction du type de fibre. Les courbes que nous présentons dans cette section regroupent deux types d'informations : le premier type est représenté par les symboles (carrés, cercles,...) et correspond aux données mesurées expérimentalement, le second type est symbolisé par des lignes continues ou discontinues. Il s'agit de tracés réalisés selon des lois analytiques ajustées de manière à correspondre aux données expérimentales.

2.1.2.2.i. *$[GeO_2]$=11,5 % mol (BPG 285)*

Cinq réseaux de Bragg ont été inscrits dans le cœur de la fibre de dénomination BPG 285 à des densités d'énergie par impulsion F respectivement égales à 15, 30, 60, 80 et 100 mJ/cm^2. L'évolution de la modulation d'indice de réfraction du cœur de la fibre au cours de ces insolations est représentée sur la figure 11. Les conditions de l'insolation sont rappelées sur la figure. L'amplitude de modulation d'indice de réfraction du cœur de la fibre croît de façon monotone au cours des insolations (croissance de type I). L'évolution de Δn_{mod} au cours des insolations a été représentée en fonction du nombre d'impulsions N à l'aide de la relation **(11)**. Dans cette expression le terme Δn_0 a été déterminé par ajustement de la relation **(11)** avec les données expérimentales selon une méthode de moindres carrés non linéaire. Ce terme, indépendant de la densité d'énergie par impulsion, égal à 0,0022 ± 0,0002 est environ deux fois plus grand que l'ordre de grandeur du maximum de modulation d'indice de réfraction (réseau de type I) créée dans la fibre non hydrogénée. τ évolue de façon monotone en fonction de F, la quantité $1/\tau$ est une fonction linéaire de F, elle est représentée sur la figure 11b.

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot \left(1 - e^{\frac{-N}{\tau}}\right), \left\{\begin{array}{c} 15\ \text{mJ/cm}^2 \le F \le 100\ \text{mJ/cm}^2 \\ 135\ \text{tirs} \le N \le 10\,000\ \text{tirs} \end{array}\right\} \qquad \textbf{(11)}$$

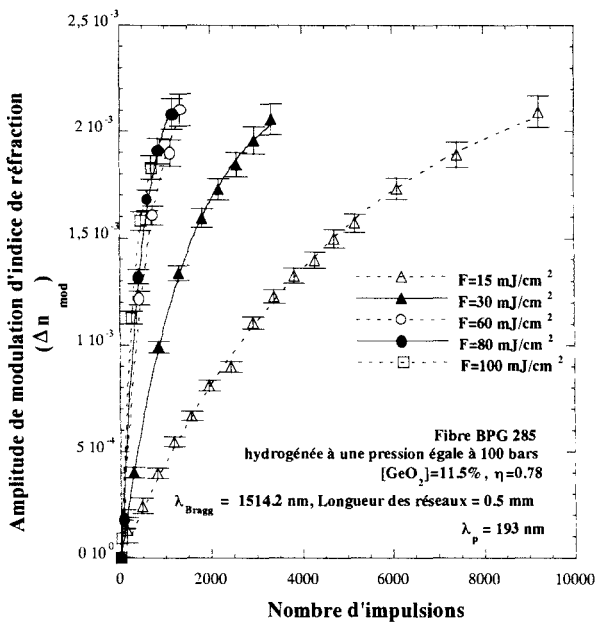


Figure 11 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre BPG 285 non hydrogénée.

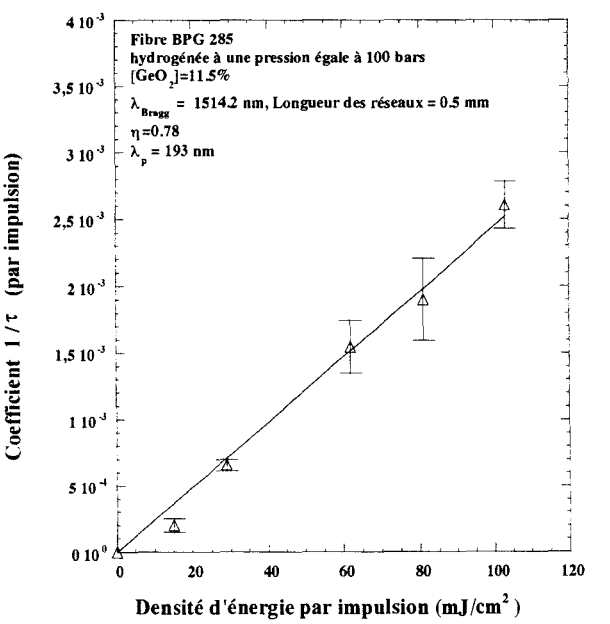


Figure 11b : Evolution du coefficient $1/\tau$ en fonction de la densité moyenne d'énergie par impulsion.

2.1.2.2.ii. *$[GeO_2]$=7 % mol (BPG 286)*

Les résultats obtenus lors de l'insolation de la fibre BPG 286, à l'aide du laser à excimère ArF, sont rassemblés dans la figure 12. Les réseaux ont été inscrits à des densités d'énergie comprises entre 15 mJ/cm^2 et 120 mJ/cm^2. L'évolution de Δn_{mod} est monotone et croissante en fonction du nombre d'impulsions N (réseaux de type I). La relation **(12)** a été ajustée aux données expérimentales par une méthode de moindre carrés non linéaire. Le paramètre Δn_0 est indépendant du nombre d'impulsions et de la densité d'énergie par impulsion F. Les ajustements conduisent à $\Delta n_0 = 0{,}0028 \pm 0{,}0004$. Le terme $1/\tau$ est une fonction linéaire de F, il est représenté sur la figure 12b.

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot \left(1 - e^{-\left(\frac{N}{\tau}\right)^{0.7}}\right), \left\{\begin{array}{c} 15\ \text{mJ/cm}^2 \le F \le 100\ \text{mJ/cm}^2 \\ 135\ \text{tirs} \le N \le 10\,000\ \text{tirs} \end{array}\right\} \qquad \textbf{(12)}$$

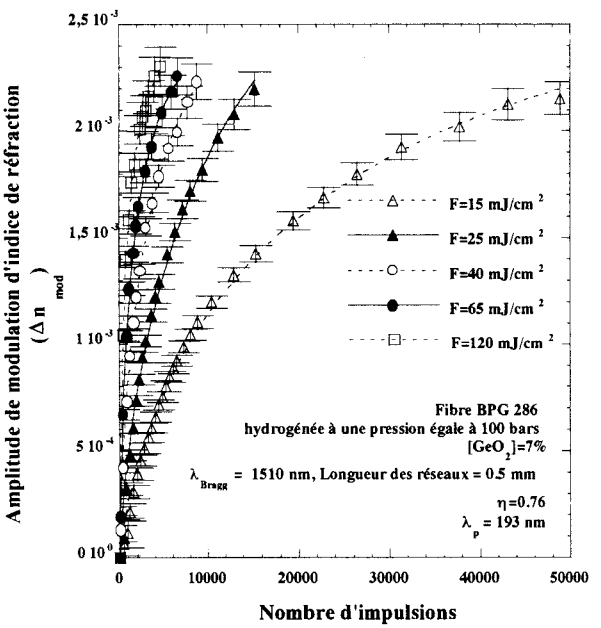


Figure 12 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre BPG 286 non hydrogénée.

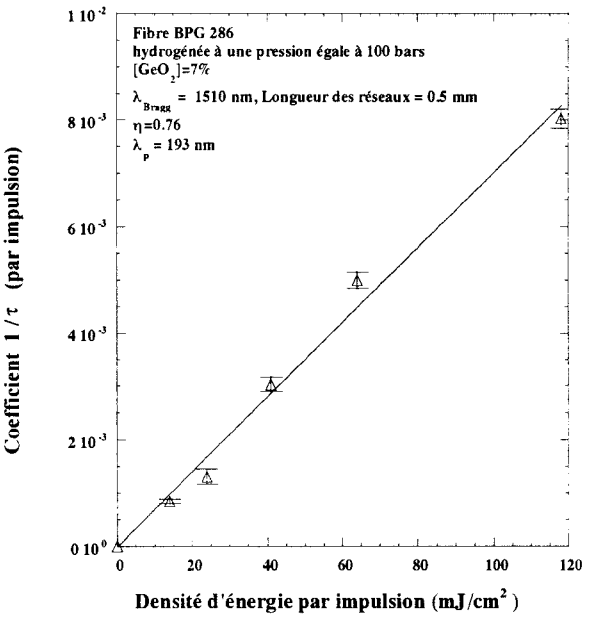


Figure 12b : Evolution du coefficient $1/\tau$ en fonction de la densité moyenne d'énergie par impulsion.

2.1.2.2.iii. *$[GeO_2]$=6 % mol (FPG 385)*

Nous avons insolé 4 sections de fibre de type FPG 385 à l'aide du dispositif à masque de phase. La photosensibilité de cette fibre est déterminée en étudiant la croissance de réseaux de Bragg photoinscrits par un rayonnement UV dont la densité d'énergie par impulsion F s'échelonne entre 35 et 150 mJ/cm^2. L'évolution Δn_{mod} au cours des insolations est représentée sur la figure 13. Au cours

des insolations, la variation d'indice de réfraction du cœur de la fibre atteint le tiers de la différence d'indice de réfraction entre le cœur et la gaine de la fibre optique. De ce fait l'intégrale de recouvrement $\eta(V)$ augmente au cours de l'insolation (chapitre I, paragraphe 2.4.b). Pour tenir compte de cette augmentation, les amplitudes de modulation d'indice de réfraction calculées à partir de la réflectivité des réseaux ont été corrigées selon la méthode décrite au chapitre I, paragraphe 2.4.b. Les valeurs numériques de Δn_{mod} reportées sur les courbes de la figure 13 correspondent à des valeurs obtenues après correction. L'évolution de Δn_{mod} est monotone et croissante en fonction du nombre d'impulsions N (réseaux de type I). La relation **(13)** a été ajustée aux données expérimentales selon une méthode de moindres carrés non linéaire qui conduit à $\Delta n_0 = 0{,}0019 \pm 0{,}0002$ (indépendant de F sur la gamme de densité d'énergie par impulsion étudiée $35\ mJ/cm^2 < F < 150\ mJ/cm^2$). La quantité $1/\tau$ est fonction linéaire de F, cette fonction est représentée sur la figure 13b.

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot \left(1 - e^{\frac{-N}{\tau}}\right), \left\{\begin{array}{c} 35\ mJ/cm^2 \le F \le 150\ mJ/cm^2 \\ 340\ tirs \le N \le 18\,000\ tirs \end{array}\right\} \qquad \textbf{(13)}$$

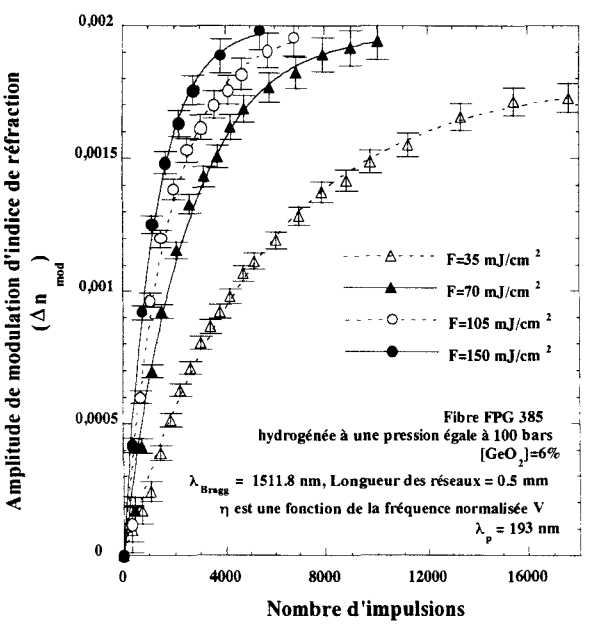


Figure 13 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre FPG 385 non hydrogénée.

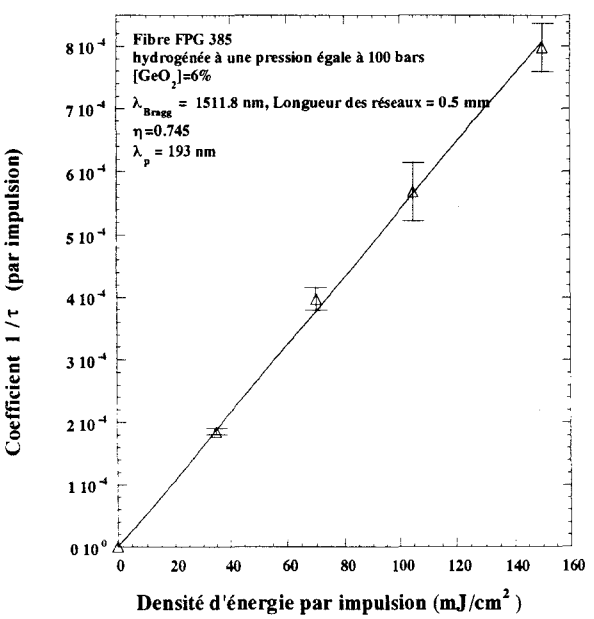


Figure 13b : Evolution du coefficient $1/\tau$ en fonction de la densité moyenne d'énergie par impulsion.

2.1.2.2.iv. *$[GeO_2]$=3 % mol(SMF 28)*

La fibre de type SMF 28 est la fibre dont la concentration en oxyde de germanium est la plus faible. Quatre réseaux de Bragg ont été inscrits dans le cœur de cette fibre à l'aide du laser à excimère

ArF. La gamme des densités d'énergie par impulsion F du faisceau utilisées pour l'insolation s'étend de 25 à 230 mJ/cm^2. L'amplitude de modulation d'indice de réfraction induite par l'insolation atteint des valeurs de l'ordre de grandeur de la différence des indices de réfraction du cœur et de la gaine de la fibre optique. De ce fait, les amplitudes de modulation d'indice de réfraction ont été corrigées selon la méthode décrite au chapitre I, paragraphe 2.4.b. Les valeurs de Δn_{mod} calculées avec la correction sont représentées sur la figure 14 en fonction du nombre d'impulsions incidentes N. La densité d'énergie par impulsion constitue le paramètre du réseau d'abaques. Δn_{mod} évolue de façon monotone et croissante avec le nombre d'impulsions. La relation **(14)** a été ajustée aux données expérimentales par une méthode de moindres carrés non linéaire. Lors de ces ajustements, il a été mis en évidence que (sur la gamme d'énergie étudiée 25 mJ/cm^2 < F < 230 mJ/cm^2) Δn_0 est indépendant de F (Δn_0 = 0,0025 ± 0,0004). La quantité $1/\tau$ évolue de façon linéaire avec F, sa dépendance avec F est représentée sur la figure 14b.

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot \left(1 - e^{\frac{-N}{\tau}}\right), \left\{\begin{array}{c} 25\ \text{mJ/cm}^2 \le F \le 230\ \text{mJ/cm}^2 \\ 740\ \text{tirs} \le N \le 28\,000\ \text{tirs} \end{array}\right\} \qquad \textbf{(14)}$$

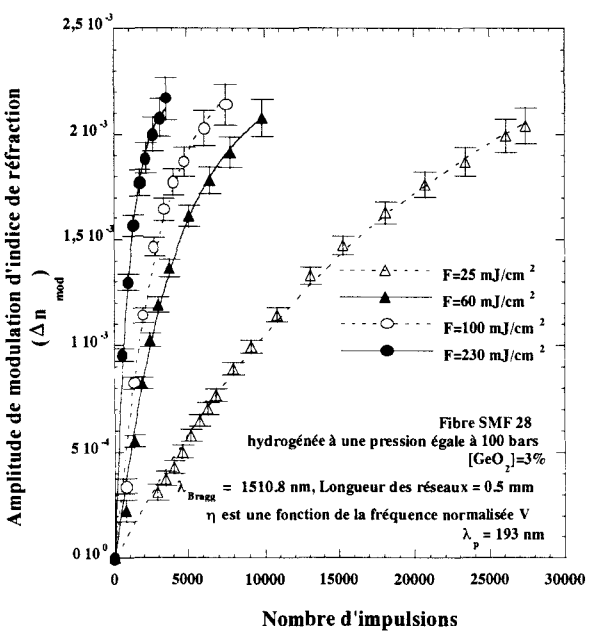


Figure 14 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre SMF 28 non hydrogénée.

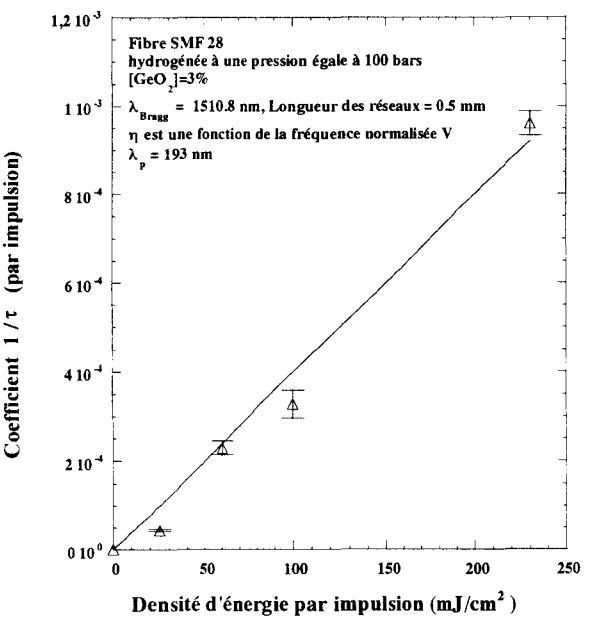


Figure 14b : Evolution du coefficient $1/\tau$ en fonction de la densité moyenne d'énergie par impulsion.

2.1.2.2.v. Discussion

En conclusion, il apparaît que l'utilisation du laser à ArF pour effectuer des inscriptions de

réseaux de Bragg dans des fibres hydrogénées conduit à des cinétiques d'inscription qu'il est possible de décrire à l'aide de lois mono-exponenetielles simples ou mono-exponentielles étirées. Dans le domaine de densités d'énergie par impulsion retenues pour l'étude, la saturation apparaît pour un nombre d'impulsions assez faible (inférieur à 50 000). **L'ordre de grandeur de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction mesuré à saturation dépend peu de la densité d'énergie par impulsion et du type de fibre**. Nos expériences montrent que, par ailleurs, **l'inverse des constantes de temps** τ, intervenant dans les lois qui nous ont permis de décrire les cinétiques de croissance, **est proportionnel à la densité d'énergie par impulsion du rayonnement ultraviolet**.

2.1.2.3. Dynamiques d'inscription de réseaux de Bragg dans les fibres germanosilicates hydrogénées lors d'insolations réalisées à l'aide d'un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde 244 nm

Ce paragraphe est consacré à l'étude de la photosensibilité des fibres germanosilicates préalablement hydrogénées en fonction de la nature de la fibre, les insolations étant effectuées au moyen d'un rayonnement ultraviolet de longueur d'onde 244 nm. L'amplitude de modulation d'indice de réfraction a été évaluée en relevant l'évolution de la réflectivité de réseaux de Bragg au cours des insolations [chapitre I, relation (**11**)]. Les sources laser ultraviolettes utilisées pour inscrire les réseaux de Bragg sont décrites au chapitre I, paragraphe 2.3.1.i. Il s'agit du laser impulsionnel à excimère XeCl (LPX 100) associé au laser à colorant doublé (LPD 3000) et du laser fonctionnant en régime continu FRED. Le champ de franges ultraviolettes dans lequel est placée la fibre est obtenu à l'aide du miroir de Lloyd chapitre I, paragraphe 2.3.1.ii). L'analyse des caractéristiques spectrales des réseaux est réalisée à l'aide de la source lumineuse à large spectre (lampe blanche) et du spectromètre décrit au chapitre I, paragraphe 2.3.2 [figure 14(a)].

Un ensemble de figures est présenté dans cette section. Pour chaque figure, les symboles correspondent aux résultats expérimentaux, les courbes tracées en traits pleins ou en pointillés proviennent d'ajustements de lois mathématiques aux données expérimentales.

2.1.2.3.i. $[GeO_2]$=11,5 % mol (BPG 285)

Un réseau de Bragg a été inscrit dans une fibre BPG 285 préalablement hydrogénée à l'aide du laser impulsionnel (λ_p = 244 nm). Les conditions de l'insolation sont les suivantes :

$F = 400$ mJ/cm^2, longueur du réseau = 3,1 mm. Contrairement à toutes les autres fibres dont traite cette étude, cette fibre optique a été hydrogénée sous une pression de 120 atm. L'évolution de la modulation d'indice de réfraction du cœur de la fibre au cours de cette insolation est représentée sur la figure 15. La faible quantité de fibre optique de ce type qui restait à notre disposition, au moment de cette expérience, ne nous a pas permis de réaliser d'autres inscriptions à l'aide de ce type de laser, si bien que les enseignements qui peuvent se déduire de cette expérience sont parcellaires. L'amplitude de modulation d'indice de réfraction du cœur de la fibre croît de façon monotone au cours de l'insolations (réseau de type I).

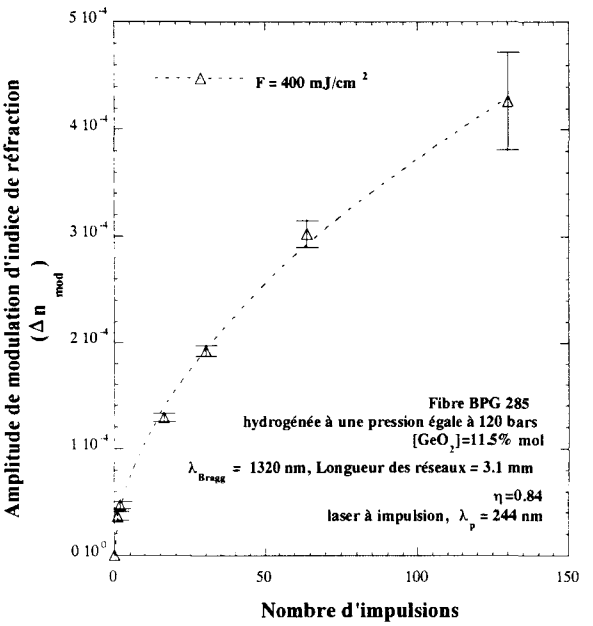


Figure 15 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription d'un réseau de Bragg dans la fibre BPG 285 hydrogénée.

La relation (**15**) a été utilisée pour réaliser un ajustement aux données expérimentales. L'ajustement conduit à $\Delta n_{mod} = 3{,}1 \times 10^{-5} \pm 2{,}2 \times 10^{-6}$ et $\alpha = 0{,}54 \pm 0{,}02$.

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot N^{\alpha}, \; 1 \text{ tir} < N < 130 \text{ tirs}, F = 400 \text{ mJ/cm}^2 \qquad \textbf{(15)}$$

Quatre réseaux de Bragg ont été inscrits dans une fibre BPG 285 préalablement hydrogénée à l'aide du laser fonctionnant en régime continu (I = 10, 15, 25 et 120 W/cm^2). L'évolution de la modulation d'indice de réfraction de la fibre au cours des insolations est représentée sur la figure 16. Les courbes présentées sur cette figure correspondent à une croissance monotone (réseaux de type I). Les points expérimentaux peuvent être représentés par la relation (**16**). Les quantités Δn_0 et α sont calculées à l'aide d'un ajustement par une méthode de moindres carrés non linéaire. L'ajustement est réalisé pour $\alpha = 0{,}83 \pm 0{,}05$ (α indépendant de la densité de puissance du rayonnement si 10 W/cm^2 < I < 120 W/cm^2), le terme Δn_0 évolue linéairement avec I comme le montre la figure 16b.

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot t^{\alpha}, \left\{ \begin{array}{c} 10 \text{ W/cm}^2 \le I \le 120 \text{ W/cm}^2 \\ 40 \text{ s} \le t \le 250 \text{ s} \end{array} \right\} \qquad \textbf{(16)}$$

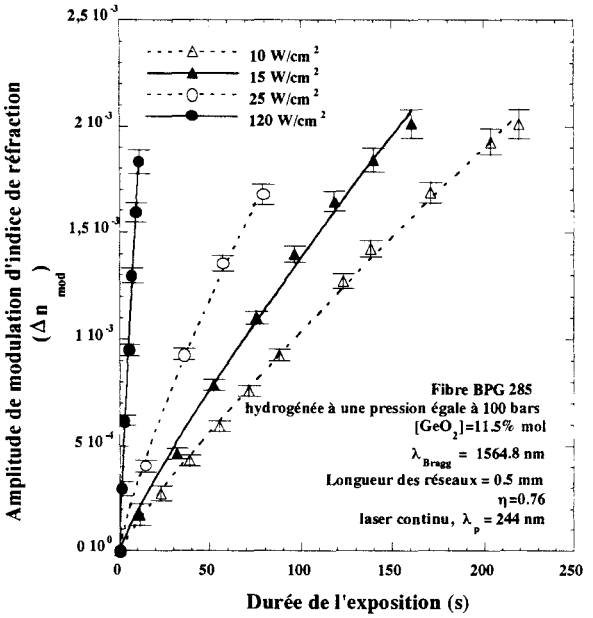


Figure 16 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre BPG 285 hydrogénée (laser FRED).

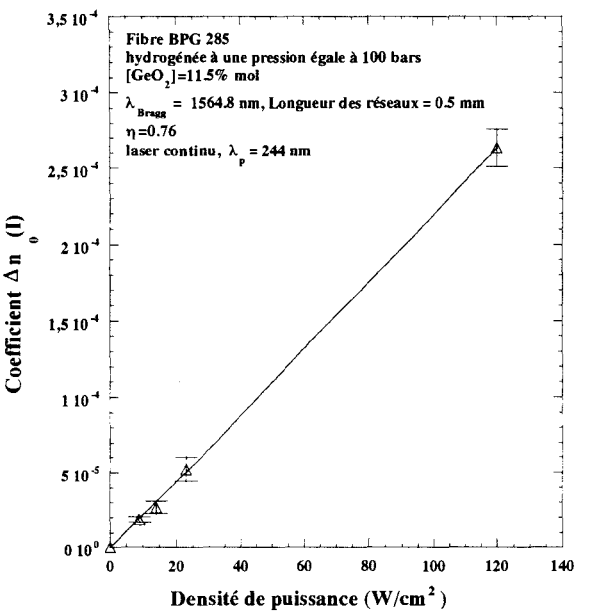


Figure 16b : Evolution du coefficient Δn_0 en fonction de la densité moyenne de puissance (laser FRED).

2.1.2.3.ii. $[GeO_2]$=7 % mol (BPG 286)

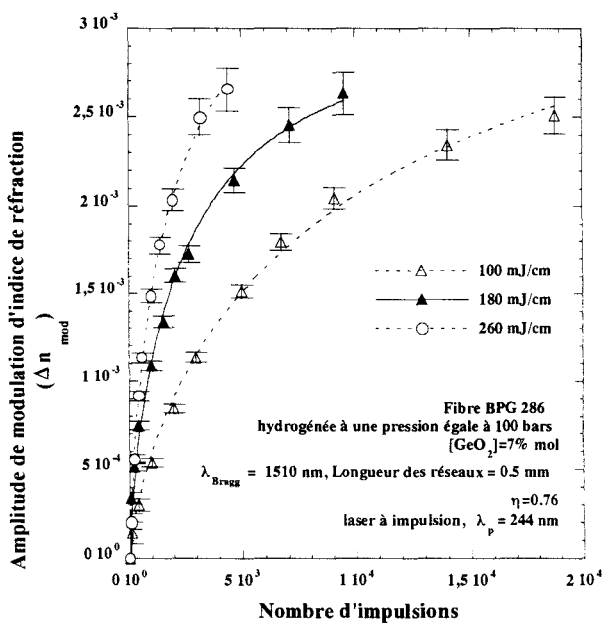


Figure 17 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre BPG 286 hydrogénée.

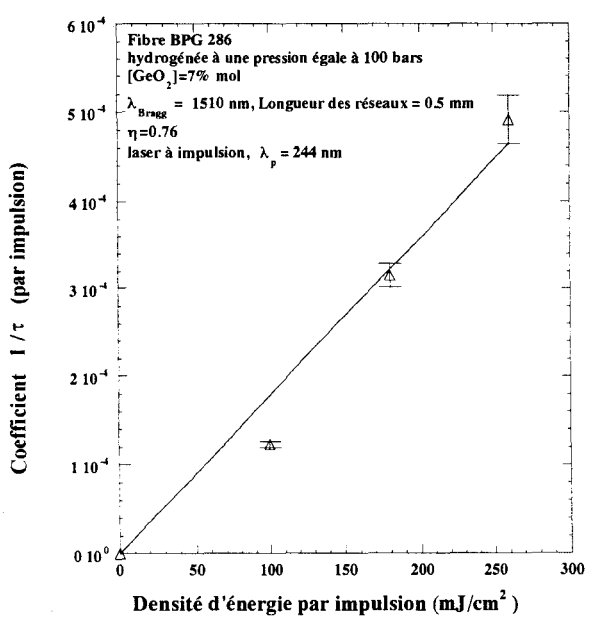


Figure 17b : Evolution du coefficient $1/\tau$ en fonction de la densité moyenne d'énergie par impulsion.

Les dynamiques de croissances qui correspondent à trois réseaux de Bragg inscrits dans la fibre BPG 286 hydrogénée à l'aide du laser impulsionnel (F = 100, 180 et 260 mJ/cm^2) sont représentées sur la figure 17. Pour chaque densité d'énergie F, l'évolution de Δn_{mod} est croissante monotone (réseaux de type I). La relation **(17)** a été ajustée aux données expérimentales par une méthode de moindres carrés non linéaire. Dans la gamme de densité d'énergie par impulsion [100 mJ/cm^2 < I < 260 mJ/cm^2], l'ajustement conduit à $\Delta n_0 = 0{,}003 \pm 0{,}0002$, ce paramètre est indépendant de F. L'ordre de grandeur de cette valeur numérique quoique supérieur reste comparable à celui déterminé lorsque les insolations sont effectuées avec le laser à ArF. Le facteur $1/\tau$ est une fonction linéaire de F, son évolution est représentée sur la figure 17b en fonction de F.

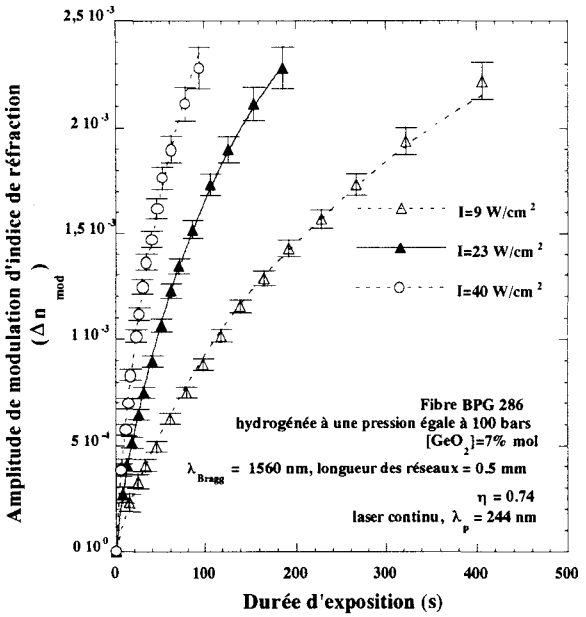


Figure 18 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre BPG 286 hydrogénée (laser FRED).

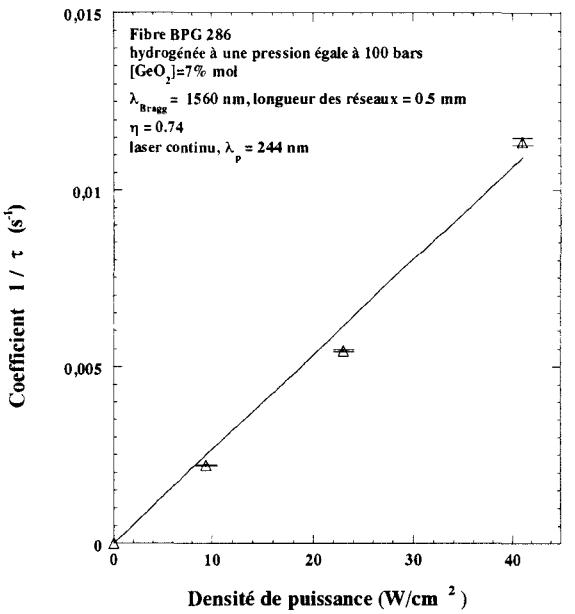


Figure 18b : Evolution du coefficient 1/τ en fonction de la densité moyenne de puissance (laser FRED).

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot \left(1 - e^{-\left(\frac{N}{\tau}\right)^{0.7}}\right), \begin{cases} 100\ \text{mJ/cm}^2 \le F \le 260\ \text{mJ/cm}^2 \\ 50\ \text{tirs} \le N \le 25\,000\ \text{tirs} \end{cases} \qquad \textbf{(17)}$$

Trois réseaux de Bragg ont été inscrits dans cette fibre à l'aide du laser fonctionnant régime continu (λ_p = 244 nm). La densité de puissance moyenne a été choisie égale successivement à 9, 23 et 40 W/cm^2. Les évolutions de Δn_{mod} correspondant aux trois réseaux sont tracées en fonction de la durée d'insolation sur la figure 18. Les courbes présentées sont croissantes et monotones (réseaux de type I). Elles peuvent être représentées par la relation **(18)** à l'aide d'un ajustement selon une méthode de moindres carrés non linéaire. Le paramètre Δn_0 est indépendant de F ($\Delta n_0 = 0{,}0036 \pm 0{,}0005$). Son

ordre de grandeur est comparable à celui déterminé lors des insolation réalisées à l'aide des lasers impulsionnels (λ_p = 193 nm ou λ_p = 244 nm). Le paramètre $1/\tau$ est une fonction croissante et linéaire de la densité de puissance. Son évolution est indiquée par la figure 18b.

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot \left(1 - e^{-\left(\frac{t}{\tau}\right)^{0.8}}\right), \begin{cases} 9\ \text{W/cm}^2 \le I \le 40\ \text{W/cm}^2 \\ 14\ \text{s} \le t \le 400\ \text{s} \end{cases} \quad \textbf{(18)}$$

2.1.2.3.iii. [GeO$_2$]=6 % mol (FPG 385)

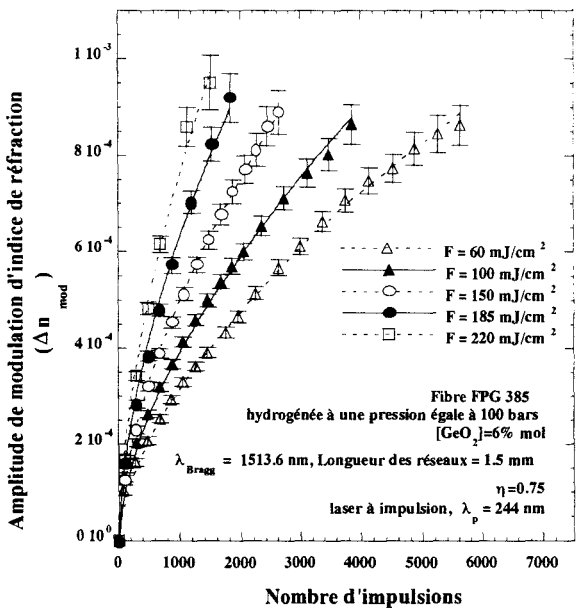


Figure 19 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre FPG 385 hydrogénée.

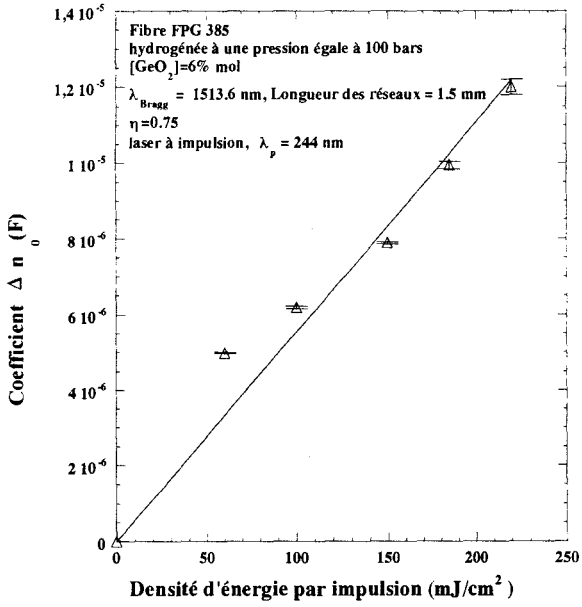


Figure 19b : Evolution du coefficient Δn_0 en fonction de la densité moyenne d'énergie par impulsion.

Les évolutions de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction de réseaux de Bragg photoinscrits dans la fibre FPG 385 hydrogénée lors d'insolations réalisées à l'aide du laser fonctionnant en régime impulsionnel (λ_p = 244 nm) sont représentées sur la figure 19. Ces réseaux de Bragg ont été réalisés en insolant la fibre par des densités d'énergie comprises entre 60 et 220 mJ/cm^2. L'évolution de Δn_{mod} en fonction du nombre d'impulsions ultraviolettes N est monotone et croissante (réseaux de type I). Cette évolution est représentée par la relation **(19)** grâce à un ajustement aux données expérimentales selon une méthode de moindres carrés non linéaire. Le facteur α, déduit de ces ajustements, est indépendant de F (α = 0,6 ± 0,05). Le terme Δn_0 dépend linéairement de F. Cette dépendance est décrite par la figure 19b.

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot N^{\alpha}, \left\{ \begin{array}{c} 60\,\mathrm{mJ/cm^2} \le F \le 220\,\mathrm{mJ/cm^2} \\ 80\,\mathrm{tirs} \le N \le 5\,700\,\mathrm{tirs} \end{array} \right\} \quad \textbf{(19)}$$

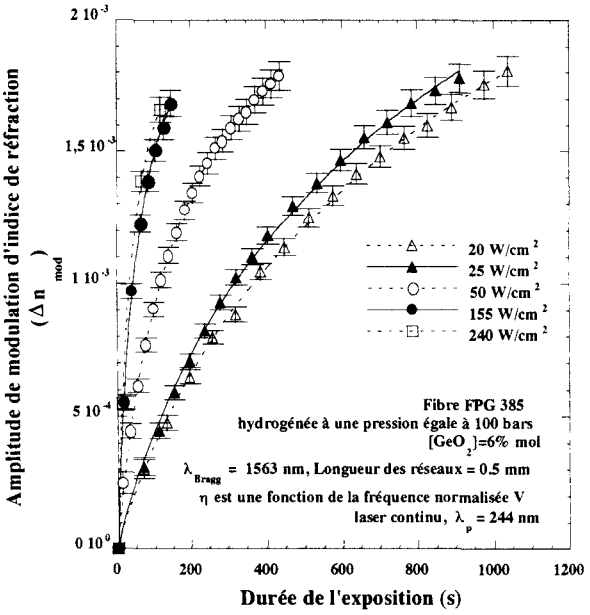


Figure 20 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre FPG 385 hydrogénée (laser FRED).

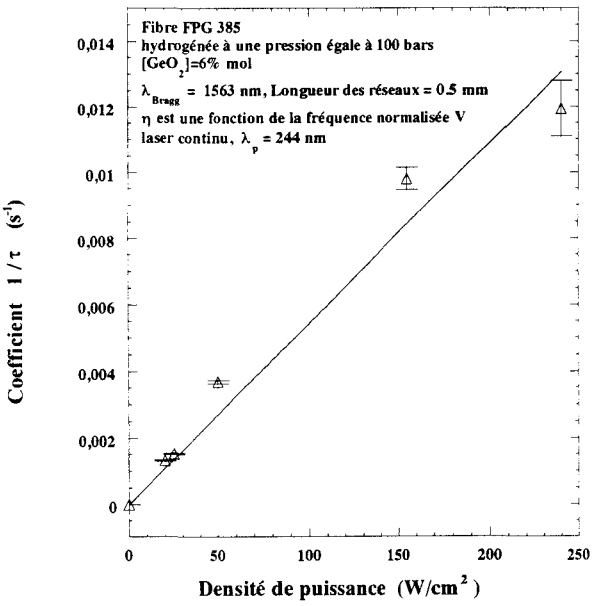


Figure 20b : Evolution du coefficient 1/τ en fonction de la densité moyenne de puissance (laser FRED).

Les inscriptions de réseaux de Bragg, réalisées dans la fibre FPG 385 hydrogénée grâce au laser FRED sont représentées sur la figure 20. L'évolution de Δn_{mod} en fonction de la durée de l'insolation est croissante et monotone pour chaque densité de puissance (réseaux de type I). L'évolution de Δn_{mod} en fonction du temps peut être décrite à l'aide de la relation **(20)** qui a été ajustée aux paramètres expérimentaux.

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot \left(1 - e^{-\left(\frac{t}{\tau}\right)^{0.8}} \right), \left\{ \begin{array}{c} 20\,\mathrm{W/cm^2} \le I \le 240\,\mathrm{W/cm^2} \\ 12\,\mathrm{s} \le t \le 1000\,\mathrm{s} \end{array} \right\} \quad \textbf{(20)}$$

Le paramètre Δn_0 ne dépend pas de la densité de puissance du rayonnement (dans la gamme de densité de puissance explorée). Les ajustements conduisent à $\Delta n_0 = 0{,}0024 \pm 0{,}0004$. L'évolution du paramètre $1/\tau$ en fonction de la densité de puissance I du rayonnement incident sur la fibre est présentée sur la figure 20b. Ce paramètre croît linéairement en fonction de I.

2.1.2.3.iv. *$[GeO_2]$=3 % mol (SMF 28)*

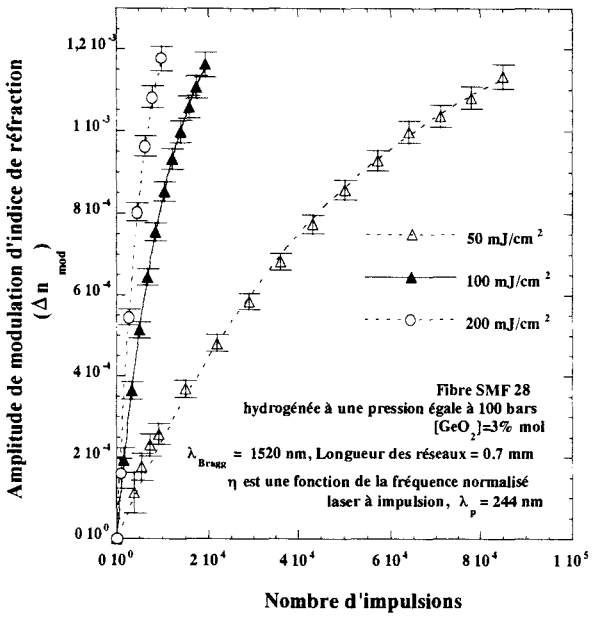


Figure 21 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre SMF 28 hydrogénée.

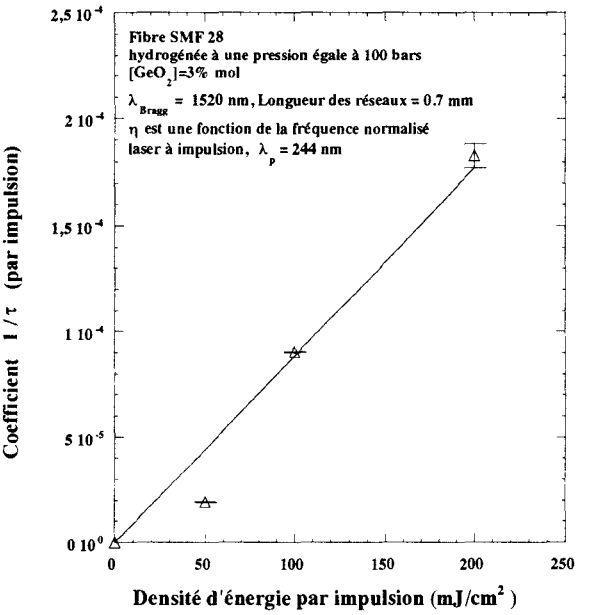


Figure 21b : Evolution du coefficient $1/\tau$ en fonction de la densité moyenne d'énergie par impulsion.

Trois réseaux de Bragg ont été inscrits dans la fibre SMF 28 hydrogénée à l'aide du laser impulsionnel ($\lambda_p = 244$ nm) en insolant la fibre par des spots de densités d'énergie par impulsion égales à $F = 50$, 100 et 200 mJ/cm^2. L'évolution de la modulation d'indice de réfraction du cœur de la fibre au cours des insolations est représentée sur la figure 21. Compte tenu de l'ordre de grandeur des variations d'indice de réfraction comparé à la différence des indice de réfraction du cœur et de la gaine de la fibre, il a été nécessaire de corriger les valeurs de Δn_{mod} obtenues en utilisant la relation **(11)** selon le protocole défini au chapitre I paragraphe 2.4.b. Les valeurs de Δn_{mod} présentées sur la figure sont les valeurs corrigées. La croissance des réseaux est monotone (réseaux de type I). Les données de la figure 21 ont été représentées à l'aide de la relation **(21)** dans laquelle les paramètres Δn_0 et τ sont déterminés par une méthode de moindres carrés non linéaire.

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot \left(1 - e^{-\frac{N}{\tau}}\right), \left\{\begin{array}{c} 50\ \text{mJ/cm}^2 \le F \le 200\ \text{mJ/cm}^2 \\ 800\ \text{tirs} \le N \le 80\,000\ \text{tirs} \end{array}\right\} \qquad \textbf{(21)}$$

Les ajustements de la relation **(21)** réalisés à l'aide des données expérimentales conduisent aux conclusions suivantes sur les valeurs des paramètres Δn_0 et $1/\tau$: Δn_0 est indépendant de F et est égal à 0,0014 ± 0,0005, $1/\tau$ est une fonction linéaire de F, croissante, représentée sur la figure 21b.

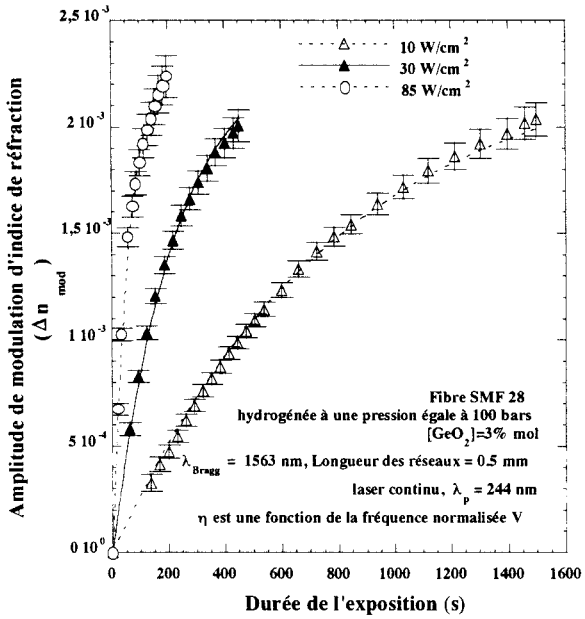


Figure 22 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre SMF 28 hydrogénée (laser FRED).

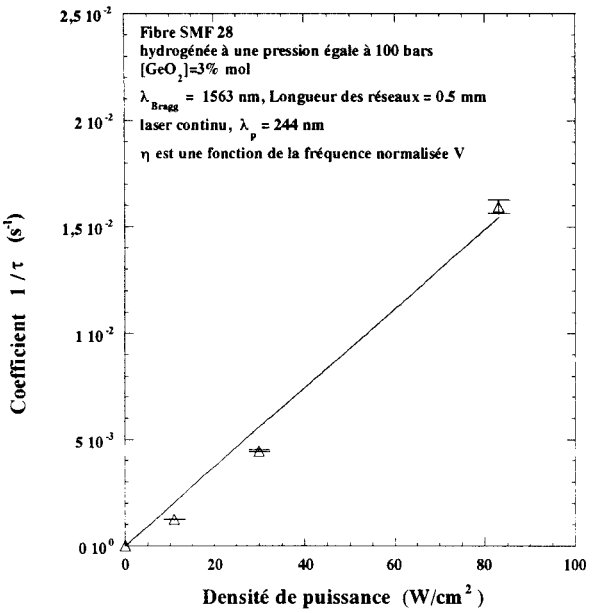


Figure 22b : Evolution du coefficient 1/τ en fonction de la densité moyenne de puissance (laser FRED).

D'une manière similaire, nous avons inscrit trois réseaux de Bragg dans la fibre SMF 28 (hydrogénée) à l'aide du laser fonctionnant en régime continu. La densité de puissance I du rayonnement incident sur la fibre a été échelonnée entre 10 et 85 W/cm^2. Les valeurs de Δn_{mod} obtenue à l'aide de la relation **(11)** ont été corrigées en procédant comme indiqué au chapitre I paragraphe 2.4.b. Les valeurs corrigées de Δn_{mod} sont représentées en fonction de la durée de l'insolation sur la figure 22. La croissance des réseaux est monotone (réseaux de type I). L'évolution de Δn_{mod} au cours de l'insolation a été représentée, pour chaque densité de puissance, par la relation **(22)**. Les valeurs des paramètres Δn_0 et $1/\tau$ sont obtenues par ajustement de la relation **(22)** aux données expérimentales. Δn_0 est indépendant de I, $\Delta n_0 = 0{,}0023 \pm 0{,}0002$. Le paramètre $1/\tau$ est une fonction croissante et linéaire de I, il est représenté sur la figure 22b en fonction de I.

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right), \left\{\begin{array}{c} 10\ \text{W/cm}^2 \le I \le 85\ \text{W/cm}^2 \\ 22\ \text{s} \le t \le 1500\ \text{s} \end{array}\right\} \qquad \textbf{(22)}$$

2.1.3. Discussion des résultats

Les courbes décrivant l'évolution de la modulation d'indice de réfraction des réseaux de type I, au cours des insolations, ont été représentées au moyen de 6 relations analytiques.

Relation (23) : $\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot N^{\alpha}, (\alpha < 1)$

Relation (24) : $\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot \left(1 - e^{-\frac{N}{\tau}}\right)$

Relation (25) : $\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot \left(1 - e^{-\left(\frac{N}{\tau}\right)^{\alpha}}\right), (\alpha < 1)$

Relation (26) : $\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot t^{\alpha}, (\alpha < 1)$

Relation (27) : $\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right)$

Relation (28) : $\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot \left(1 - e^{-\left(\frac{t}{\tau}\right)^{\alpha}}\right), (\alpha < 1)$

Il est tout d'abord nécessaire de remarquer que les relations **(23)** et **(26)** constituent des cas limites respectivement des relations **(25)** et **(28)** pour des durées d'insolations faibles. Par ailleurs, les relations **(23)**, **(24)** et **(25)** sont en fait identiques respectivement aux relations **(26)**, **(27)** et **(28)**, le nombre d'impulsions étant une fonction linéaire de la durée d'insolation puisque la cadence est fixe. On peut donc supposer que si nos insolations avaient été prolongées suffisamment longtemps pour atteindre la saturation de Δn_{mod} pour toutes les fibres [cas des croissances représentées par les relations **(23)** et **(26)**], les croissances de Δn_{mod} auraient pu être représentées soit par une loi mono-exponentielle [relation **(27)**], soit par une loi mono-exponentielle étirée [relation **(28)**].

Ces lois phénoménologiques ne représentent en fait correctement l'évolution de la modulation d'indice de réfraction en fonction de la durée de l'insolation que dans un intervalle limité de cette variable et dans un intervalle limité de densité d'énergie par impulsion F (ou de densité de puissance I). Les valeurs numériques de ces intervalles sont précisées dans le texte [relations **(4)** à **(22)**]. En effet, notre objectif dans ce mémoire a consisté à établir les lois dynamiques d'évolution de la modulation d'indice de réfraction en procédant de façon à ce que la dynamique de la mesure de Δn_{mod} soit la plus grande possible. La longueur des réseaux a de ce fait été fixée le plus souvent à 500 µm. Ce choix se traduit par une sensibilité de mesure de l'ordre de 2×10^{-4}. Toute une zone de croissance du réseau ($0 < \Delta n_{mod} < 2 \times 10^{-4}$) n'est pas analysée. Le fait de faire passer les courbes par l'origine constitue donc une interpolation qui peut se révéler hasardeuse. Le cas de la fibre SMF 28 hydrogénée insolée au moyen du rayonnement issu du laser FRED (λ_p = 244 nm) constitue un exemple de cette affirmation. En effet, D. Ramecourt[91] a photoinscrit des réseaux long de plusieurs millimètres dans cette fibre en l'insolant avec des densités de puissance beaucoup plus faibles (quelques W/cm^2) que celles utilisées pour tracer le réseau d'abaque de la figure 22. Il a ainsi été en mesure d'observer la croissance des réseaux pour des amplitudes de modulation d'indice de réfraction inférieures à 2×10^{-4} et a montré que les courbes de croissance peuvent se représenter par une somme de deux lois de croissance

mono-exponentielle. Une des lois représente une évolution rapide de Δn_{mod} qui se sature à une valeur faible après quelques secondes d'insolation. L'autre loi décrit une évolution plus lente de Δn_{mod} et correspond aux courbes représentées sur la figure 22. La dynamique de la mesure de Δn_{mod} est limitée par la saturation de la réflectivité des réseaux et par la stabilité des montages expérimentaux qui restreint la durée des inscriptions. Pour des raisons explicitées au chapitre I, la longueur des réseaux a toujours été choisie supérieure ou égale à 500 μm, ce qui fixe la dynamique de la mesure de Δn_{mod} entre $1x10^{-3}$ et $2x10^{-3}$. Cette valeur s'avère insuffisante pour observer complètement la saturation de la modulation d'indice de réfraction de quelques fibres hydrogénées. C'est le cas en particulier des fibres BPG 285, BPG 286, SMF 28 insolées par le laser à ArF et de la fibre SMF 28 insolée par les lasers de longueur d'onde 244 nm. Les croissances des réseaux dans ces fibres ont été représentées par une loi du type mono-exponentielle simple ou étirée [relations **(24)**, **(25)**, **(27)** et **(28)**]. Il peut donc rester un doute sur la signification réelle du terme Δn_0 correspondant à des durées d'insolation infinie et donc à une extrapolation de nos conditions d'expériences. Cependant, l'examen du tableau 2 fait apparaître un fait remarquable : Δn_0 dépend très faiblement du type d'insolation et de la nature de la fibre (et donc en particulier de la concentration de l'oxyde de germanium dans le cœur de la fibre). D. Ramecourt[91] a confirmé l'ordre de grandeur de Δn_0 ($\approx 2x10^{-3}$) dans ses expériences d'inscription de réseaux réalisées dans la fibre SMF 28, hydrogénée (P_{H2} = 100 atm), par des insolations à faible densité de puissance au moyen d'un laser continu. Il étudie en ce moment l'évolution de Δn_0 en fonction de la pression d'hydrogène utilisée pour photosensibiliser la fibre.

Le choix des fonctions analytiques utilisées pour représenter nos données expérimentales (croissance mono-exponentielle, loi en puissance α, loi de croissance mono-exponentielle étirée) nous a tout d'abord été dicté (outre le fait que ces fonctions représentent correctement nos données) par l'examen de la bibliographie. En effet, ces fonctions sont habituellement retenues pour décrire la croissance des réseaux sous l'effet d'insolation par une radiation de longueur d'onde 244 nm[35,49,70,71,72,73]. Nos expériences montrent que des fonctions mono-exponentielles ou mono-exponentielles étirées représentent aussi la croissance des réseaux dans les fibres hydrogénées insolées par le laser à ArF.

Type de fibre	λ_p = 193 nm régime impulsionnel		λ_p = 244 nm régime impulsionnel		λ_p = 244 nm régime continu	
	Sans H_2	Avec H_2	Sans H_2	Avec H_2	Sans H_2	Avec H_2
$[GeO_2]$ = 11,5 % mol (BPG285)	Type IIA	Type I **Relation (24)** $\Delta n_0 = 0{,}0022 \pm 0{,}0002$ $1/\tau = k.F$	Type I **Relation (23)** $\alpha = 0{,}5 \pm 0{,}05$ $\Delta n_0 = k.F$	Type I **Relation (23)** $\alpha = 0{,}54 \pm 0{,}02$ $\Delta n_0 = 3{,}1x10^{-5} \pm 2{,}2x10^{-6}$	Type I **Relation (26)** $\alpha = 0{,}55 \pm 0{,}05$ $\Delta n_0 = k.I$	Type I **Relation (26)** $\alpha = 0{,}83 \pm 0{,}05$ $\Delta n_0 = k.I$
$[GeO_2]$ = 7 % mol (BPG 286)	Type IIA	Type I **Relation (25)** $\alpha = 0{,}7 \pm 0{,}02$ $\Delta n_0 = 0{,}0028 \pm 0{,}0004$ $1/\tau = k.F$	Type I **Relation (25)** $\alpha = 0{,}5 \pm 0{,}05$ $\Delta n_0 = k.F$ $\tau = 40\,000 \pm 5\,000$	Type I **Relation (25)** $\alpha = 0{,}7 \pm 0{,}02$ $\Delta n_0 = 0{,}003 \pm 0{,}0002$ $1/\tau = k.F$	Type I **Relation (28)** $\alpha = 0{,}34 \pm 0{,}05$ $\Delta n_0 \times 1/\tau = k.I$	Type I **Relation (28)** $\alpha = 0{,}8 \pm 0{,}03$ $\Delta n_0 = 0{,}0036 \pm 0{,}0005$ $1/\tau = k.I$
$[GeO_2]$ = 6 % mol (FPG 385)	Type IIA	Type I **Relation (24)** $\Delta n_0 = 0{,}0019 \pm 0{,}0002$ $1/\tau = k.F$	Type I **Relation (23)** $\alpha = 0{,}4 \pm 0{,}05$ $\Delta n_0 = k.F$	Type I **Relation (23)** $\alpha = 0{,}6 \pm 0{,}05$ $\Delta n_0 = k.F$	Type I **Relation (27)** $\Delta n_0 = 2{,}5x10^{-4} \pm 1{,}2x10^{-5}$ $\tau = 2\,037 \pm 362$	Type I **Relation (28)** $\alpha = 0{,}8 \pm 0{,}05$ $\Delta n_0 = 0{,}0024 \pm 0{,}0004$ $1/\tau = k.I$
$[GeO_2]$ = 3 % mol (SMF 28)	Type I **Relation (24)** $\Delta n_0 \times I/\tau = k.F^2$	Type I **Relation (24)** $\Delta n_0 = 0{,}0025 \pm 0{,}0004$ $1/\tau = k.F$	Type I **Photosensibilité insuffisante**	Type I **Relation (24)** $\Delta n_0 = 0{,}0014 \pm 0{,}0005$ $1/\tau = k.F$	Type I **Photosensibilité insuffisante**	Type I **Relation (27)** $\Delta n_0 = 0{,}0023 \pm 0{,}0002$ $1/\tau = k.I$

Relation (23) : $\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot N^{\alpha}, (\alpha < 1)$

Relation (24) : $\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot \left(1 - e^{-\frac{N}{\tau}}\right)$

Relation (25) : $\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot \left(1 - e^{-\left(\frac{N}{\tau}\right)^{\alpha}}\right), (\alpha < 1)$

Relation (26) : $\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot t^{\alpha}, (\alpha < 1)$

Relation (27) : $\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right)$

Relation (28) : $\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot \left(1 - e^{-\left(\frac{t}{\tau}\right)^{\alpha}}\right), (\alpha < 1)$

Tableau 2 : Récapitulatif des résultats expérimentaux.

Nous utilisons ce tableau récapitulatif ainsi que les figures des paragraphes précédents pour analyser l'influence de paramètres tels que la longueur d'onde de pompe, l'hydrogénation ou la concentration en germanium sur la photosensibilité des fibres optiques germanosilicates.

Le choix d'une fonction du type de celles représentées par la relation **(24)** ou **(27)** peut être étayée à l'aide d'un modèle de réaction photochimique du premier ordre du type :

$$A \xrightarrow{k_1} B \qquad \textbf{(29)}$$

Dans ce modèle, A est une espèce chimique dont la transformation, activée par les photons incidents, produit l'espèce chimique B. Dans le cas des fibres chargées en hydrogène, le mécanisme de passage de A à B est complexe [les étapes intermédiaires ne sont pas représentées dans la réaction **(29)**] et correspond surtout à la formation de centres colorés [principalement des centres Ge(E')]. Le modèle suppose que le changement photoinduit d'indice de réfraction est proportionnel à la concentration de l'espèce B. Comme le montre le tableau 2, l'inverse du paramètre τ (τ peut être assimilée à la « constante de temps » de la réaction) s'est avéré être proportionnel à la fluence par tir F [relation **(24)**] ou à l'irradiance [relation **(24)**]. Il est donc raisonnable de formuler l'hypothèse que la réaction **(29)** est activée par un mécanisme d'absorption à un photon, c'est à dire que la constante de vitesse k_1 de la réaction est proportionnelle à F (ou a I).

$$k_1 = k'_1(\lambda_p) \cdot F \qquad \textbf{(30)}$$

$$k_1 = k'_1(\lambda_p) \cdot I \qquad \textbf{(31)}$$

L'intégration de l'équation cinétique conduit à l'expression de la concentration de l'espèce chimique B, soit [B] après N impulsions ou après une insolation de durée t.

$$[B] = [A_0] \cdot \left(1 - e^{-(k'_1 \cdot F \cdot N)}\right) \qquad \textbf{(32)}$$

$$[B] = [A_0] \cdot \left(1 - e^{-(k'_1 \cdot I \cdot t)}\right) \qquad \textbf{(33)}$$

Les expressions **(32)** et **(33)** sont identiques aux relations **(24)** et **(27)** si l'on admet que $\Delta n(t) \cong [B]$ et $\Delta n_0 \cong [A_0]$.

Comme il apparaît à l'examen du tableau 2, les relations **(23)** et **(26)** (loi en puissance α) représentent la croissance de la modulation d'indice de réfraction dans de nombreux cas. Des lois de ce type (ou des lois de type fonction exponentielle étirée) ont été établies pour décrire la cinétique de phénomènes physico-chimiques gouvernée par la diffusion[92]. Plus récemment, B. Poumellec[93,94] a proposé un modèle de réactions physico-chimiques (le modèle VAREPA = VArious REaction PAtheways) permettant d'expliquer l'origine des lois en puissance α. Les hypothèses du modèle sont identiques à celles formulées lors de la présentation de la réaction **(29)**, à une différence importante près. Une des étapes de la transformation A → B fait intervenir une énergie d'activation E_1. La prise en compte d'une énergie d'activation est justifiée par le fait que la vitesse d'écriture du réseau est une fonction de la température de la fibre (paragraphe 2.2). B. Poumellec suppose donc que la constante de vitesse k_1 de la réaction **(29)** évolue avec la température selon une loi de type Arrhénius.

$$k_1 = k_1^{\,0} \cdot e^{\frac{-E_1}{k_B \cdot T}} \qquad \textbf{(34)}$$

Dans cette expression, k_B représente la constante de Boltzmann.

L'inhomogénéité du verre (son désordre) se traduit par la présence de sites caractérisés chacun par une énergie d'activation . Les chemins de réaction dépendent donc des sites. Il devient nécessaire de choisir la distribution $g(E_1)$ (distribution normalisée) qui représente le pourcentage de chemins de réaction caractérisés par l'énergie d'activation E_1. B. Poumellec calcule alors le degré d'avancement x à l'instant t de la réaction **(29)** caractérisée par l'énergie d'activation E_1[ii].

$$x = 1 - e^{-(k_1 \cdot t)} \qquad \textbf{(35)}$$

La concentration en espèce chimique $[B]_t$ à l'instant t se déduit donc de la relation **(36)**.

[ii] Le modèle présenté par B. Poumellec est général et pourrait, si nécessaire être étendu à des lois cinétiques plus compliquées.

$$[B]_t = [A_0] \cdot \int_0^{\infty} g(E_1) \cdot x(E_1,t) \cdot dE_1 \qquad \text{avec} \qquad \int_0^{\infty} g(E_1) \cdot dE_1 = 1 \tag{36}$$

Le calcul de l'intégrale figurant dans l'expression **(36)** peut être effectué par un procédé numérique à condition de connaître $g(E_1)$. Cependant, B. Poumellec remarque que cette intégrale peut être souvent déterminée sous une forme analytique approchée à condition de supposer que :

$$\begin{cases} x(E_1,t) = 1 & \text{si} \quad E_1 < E_d \\ x(E_1,t) = 0 & \text{si} \quad E_1 > E_d \end{cases} \tag{37}$$

L'introduction d'une énergie de démarcation $E_d(t)$ simplifie considérablement le calcul de l'intégrale **(36)**.

$$[B]_t = [A_0] \cdot \int_0^{E_d(t)} g(E_1) \cdot x(E_1,t) \cdot dE_1 \tag{38}$$

B. Poumellec définit l'énergie $E_d(t)$ en posant :

$$x(E_d,t) = 1 - \frac{1}{e} \qquad \text{avec} \qquad E_d = k_B \cdot T \cdot \ln(k_1^{\,0} \cdot t) \tag{39}$$

B. Poumellec choisit alors quelques formes particulières de $g(E_1)$ par exemple une forme en fonction de Gauss[93] ou une forme de courbe en cloche[94]. La relation **(40)** correspond au cas de la courbe en cloche (courbe en cloche centrée sur E_0, de largeur $3k_B.T_0$).

$$g(E_1) = \frac{1}{k_B \cdot T_0} \cdot \frac{e^{\left(\frac{E_1 - E_0}{k_B \cdot T_0}\right)}}{1 + e^{\left(\frac{E_1 - E_0}{k_B \cdot T_0}\right)}} \tag{40}$$

L'introduction de la forme **(40)** dans l'expression **(38)** conduit à l'expression **(41)** de la concentration des espèces chimiques $[B]_t$.

$$[B]_t = [A_0] \cdot \frac{\left(k_1^{\,0} \cdot t\right)^{\frac{T}{T_0}} \cdot e^{\left(\frac{-E_0}{k_B \cdot T_0}\right)}}{1 + \left(k_1^{\,0} \cdot t\right)^{\frac{T}{T_0}} \cdot e^{\left(\frac{-E_0}{k_B \cdot T_0}\right)}} \qquad \textbf{(41)}$$

Ainsi, il apparaît d'après ce modèle, que les lois cinétiques représentant la croissance du changement photoinduit d'indice de réfraction dépendent de la forme de la fonction $g(E_1)$ et de celle de $E_d(t)$. On peut s'intéresser par exemple au cas particulier dans lequel la distribution d'énergie d'activation est une fonction en cloche. Pour des durées d'insolation faibles, définies par la relation **(42)**, le modèle montre que la croissance du changement d'indice de réfraction suit une loi en puissance de la durée d'insolation, l'exposant α de cette loi en puissance dépendant linéairement de la température.

$$\left(k_1^{\,0} \cdot t\right)^{\frac{T}{T_0}} < e^{\left(\frac{E_0}{k_B \cdot T_0}\right)} \qquad \textbf{(42)}$$

Le modèle permet d'estimer T_0 et donc la largeur de la distribution d'énergie d'activation en partant des valeurs numériques de α figurant dans le tableau 2 [relations **(23)** et **(26)**]. Ainsi par exemple : $\alpha \approx 0{,}5, T \approx 300\text{K}, T_0 \approx 600\text{K}, 3k_B.T_0 \approx 1250\ \text{cm}^{-1}$.

Si l'on admet la validité de la relation **(30)** ou **(31)** (mécanisme d'activation à un photon, $k_1^{\,0} \cong I$, $k_1^{\,0} \cong F$), le modèle prévoit que la loi fixant l'évolution du changement d'indice de réfraction en fonction de la fluence par tir (ou de l'irradiance) est identique à la loi d'évolution temporelle. Cette réciprocité des rôles de F et de N (ou de I et de t) n'a pas été mise en évidence par nos mesures.

Dans le cas où le mécanisme d'activation est tel que $k_1^{\,0} \cong I^n$, ou $k_1^{\,0} \cong F^n$, les lois d'évolution du changement d'indice de réfraction en fonction de la durée t d'insolation et en fonction de l'irradiance sont encore des lois en puissance dont l'exposant est égal à n x (T / T_0) pour F (ou I) et (T / T_0) pour N (ou t). Cette situation semble être rencontrée dans plusieurs cases du tableau 2 (fibre BPG 285 non hydrogénée insolée avec le laser impulsionnel ou à l'aide du laser continu λ_p = 244 nm, fibre BPG 285 hydrogénée insolée avec le laser impulsionnel λ_p = 244 nm, Fibre FPG 385 hydrogénée et non hydrogénée insolée avec le laser impulsionnel λ_p = 244 nm).

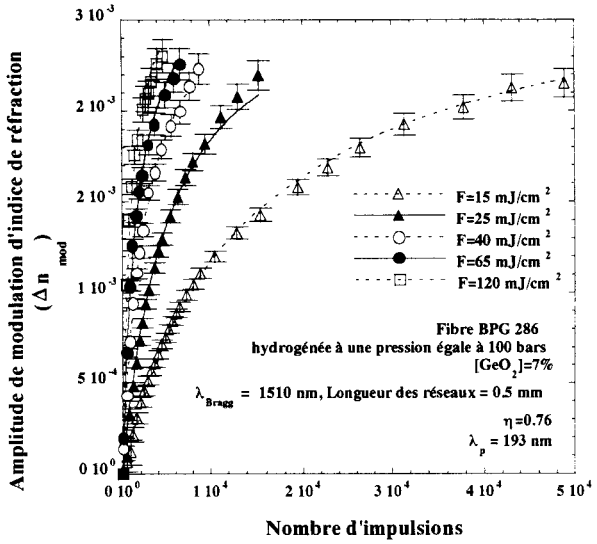


Figure 23a : Ajustement des données expérimentales de la figure 12 à la loi 23a.

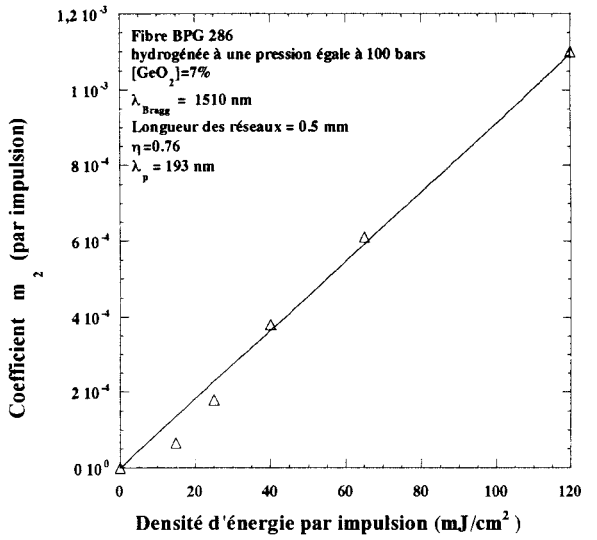


Figure 23b : Evolution du coefficient m_2 (loi 23a) en fonction de la densité moyenne d'énergie par impulsion.

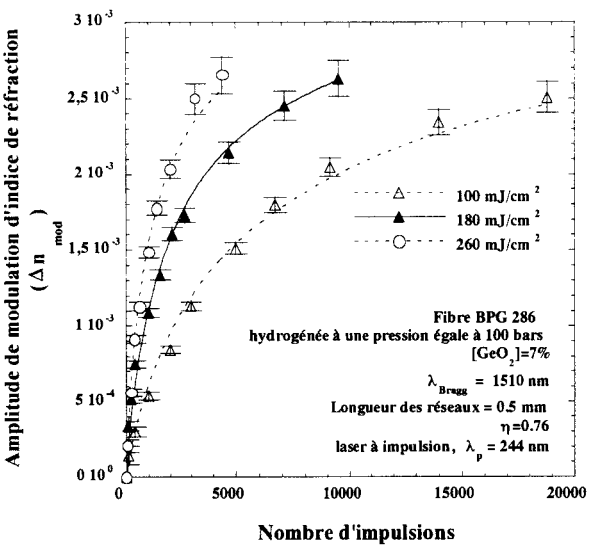


Figure 24a : Ajustement des données expérimentales de la figure 17 à la loi 24a.

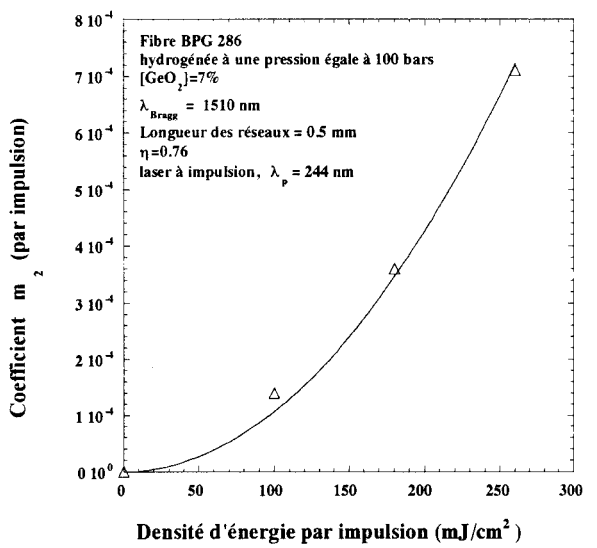


Figure 24b : Evolution du coefficient m_2 (loi 24a) en fonction de la densité moyenne d'énergie par impulsion.

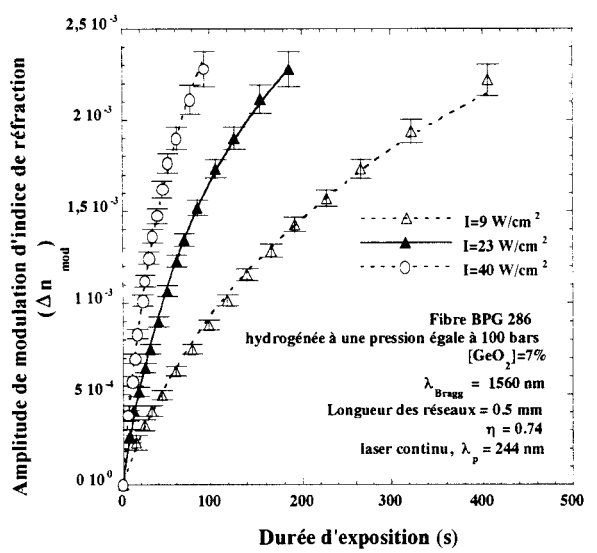


Figure 25a : Ajustement des données expérimentales de la figure 18 à la loi 25a.

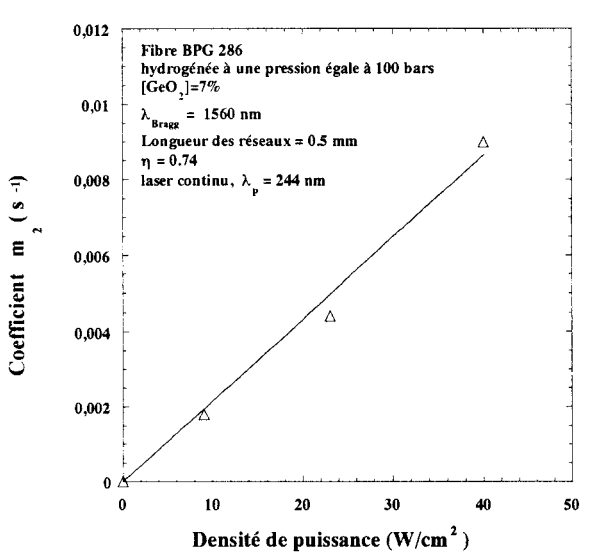


Figure 25b : Evolution du coefficient m_2 (loi 25a) en fonction de la densité moyenne d'énergie par impulsion.

Il semble donc intéressant à ce niveau de notre mémoire d'examiner dans quelle mesure les données expérimentales qui ont été représentées par les relations (**25**) ou (**28**) peuvent également être ajustées sur une relation telle que (**41**). Les figures 23a, 24a et 25a correspondent respectivement aux figures 12, 17 et 18 c'est à dire au cas d'inscriptions réalisées dans la fibre BPG 286 chargée en hydrogène. Les données expérimentales sont représentées par des symboles, les courbes sont relatives aux ajustements sur des lois :

$$\Delta n_{mod} = 0{,}0029 \cdot \frac{(m_2 \cdot N)^{0,94}}{1 + (m_2 \cdot N)^{0,94}} \qquad \text{figure 23a} \qquad (\mathbf{43})$$

$$\Delta n_{mod} = 0{,}0036 \cdot \frac{(m_2 \cdot N)^{0,85}}{1 + (m_2 \cdot N)^{0,85}} \qquad \text{figure 24a} \qquad (\mathbf{44})$$

$$\Delta n_{mod} = 0{,}005 \cdot \frac{(m_2 \cdot t)^{0,85}}{1 + (m_2 \cdot t)^{0,85}} \qquad \text{figure 25a} \qquad (\mathbf{45})$$

Les évolutions des coefficients m_2 avec la fluence par impulsion (figures 23a et 24a) ou l'irradiance (figure 25a) incidente sur la fibre sont représentées respectivement sur les figures 23b, 24b et 25b. Dans le cas des figures 23b et 25b, la dépendance de m_2 avec la fluence est linéaire ($k_1^{\,0} \cong I$, ou $k_1^{\,0} \cong F$), dans le cas de la figure 24b, la dépendance est quadratique.

Nous avons montré que les insolations de la fibre BPG 286 non hydrogénée réalisées à l'aide de lasers de longueur d'onde 244 nm conduisent à des dynamiques de croissance de la modulation d'indice de réfraction qui peuvent être représentées par des lois de saturation exponentielles étirées. Comme il apparaît sur les figures 7b et 8b, l'amplitude de modulation d'indice de réfraction suit à saturation (durée d'insolation t grand) une loi de croissance linéaire en fonction de la densité de puissance incidente sur la fibre. Un modèle simplifié développé dans l'annexe 1 permet de rendre compte de ce type d'évolution.

Cas des fibres non hydrogénées : étude de l'influence de λ_p, du type de fibre et de la densité d'énergie (ou de puissance) du rayonnement incident sur la fibre.

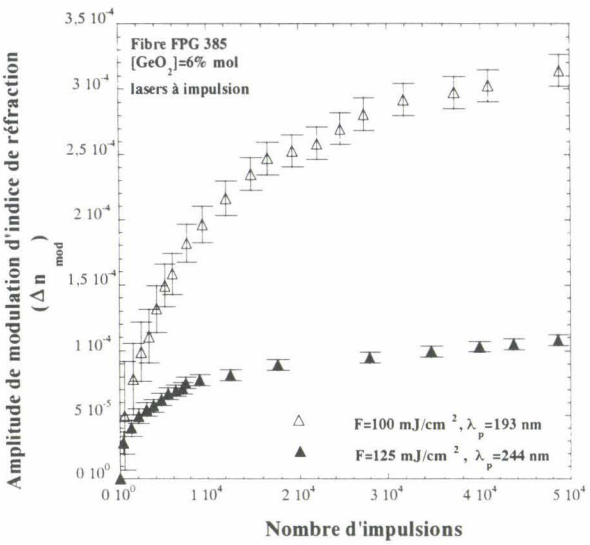


Figure 26a : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription (λ_p = 193 nm et 244 nm) de réseaux de Bragg dans la fibre FPG 385 non hydrogénée.

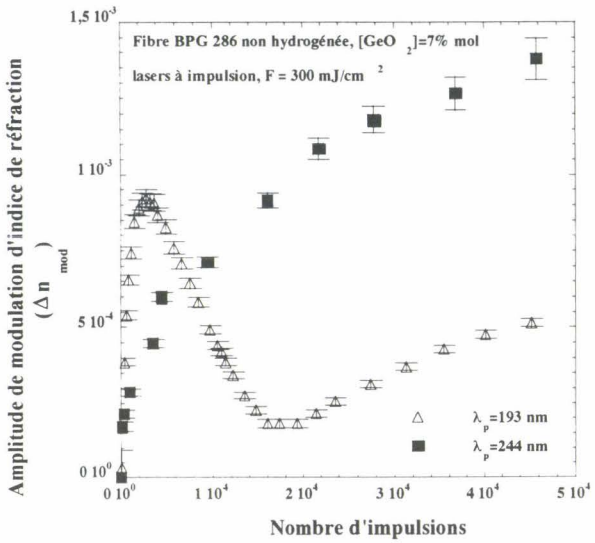


Figure 26b : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription (λ_p = 193 nm et 244 nm) de réseaux de Bragg dans la fibre BPG 286 non hydrogénée.

Le choix de la longueur d'onde λ_p du laser de pompe constitue un paramètre critique des expériences d'inscription de réseaux de Bragg dans les fibres germanosilicates. Les cinétiques d'inscription obtenues lorsque λ_p = 193 nm sont plus rapides que lorsque λ_p = 244 nm. Cette affirmation est illustrée sur les figures 26a et 26b. La figure 26a permet d'effectuer une comparaison entre des cinétiques typiques de croissances de réseaux de type I inscrits dans une fibre faiblement dopée ([GeO_2] = 6 % mol) au moyen d'un laser à ArF (λ_p = 193 nm) ou du laser à impulsions émettant un rayonnement de longueur d'onde λ_p = 244 nm. Les densités d'énergie par impulsion utilisées pour inscrire les réseaux sont égales à 100 mJ/cm^2. Comme il apparaît sur la figure, l'usage du laser à ArF semble dans ce cas intéressant. Lorsque les fibres sont plus fortement dopées et que la densité d'énergie par impulsion est supérieure à 100 mJ/cm^2, l'avantage procuré par l'utilisation du laser à ArF n'apparaît pas aussi clairement. Des cinétiques de croissance de réseaux inscrits dans la fibre BPG 286 ([GeO_2] = 7 % mol) par des radiations de longueur d'onde 193 nm ou 244 nm sont représentées sur la figure 26b. La fluence (= densité d'énergie) par tir est égale à 300 mJ/cm^2. Lorsque λ_p = 193 nm, la cinétique de croissance du réseau est typique d'une cinétique de type IIA :

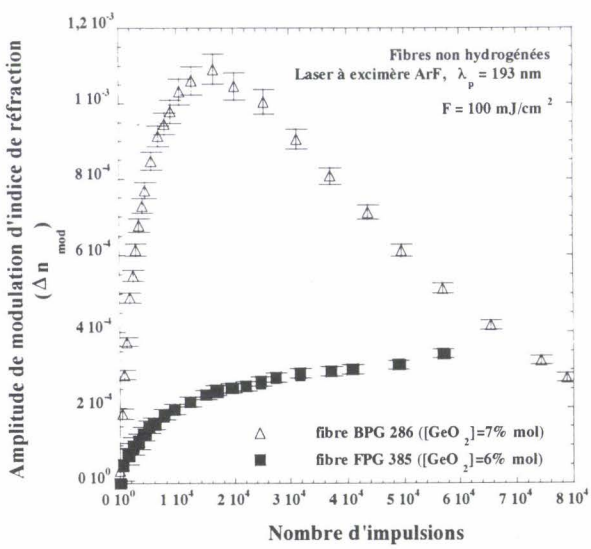


Figure 26c : Comparaison des variations d'indice de réfraction induites dans les fibres BPG 286 et FPG 385 non hydrogénées par une insolation ultraviolette (λ_p = 193 nm).

l'amplitude de modulation d'indice de réfraction se sature à $9.2x10^{-4}$ lorsque le nombre de tirs atteint 3 000 puis décroît et augmente à nouveau pour atteindre $5.5x10^{-4}$ après 50 000 tirs. Lorsque $\lambda_p = 244$ nm, la cinétique de croissance du réseau est monotone (réseau de type I), l'amplitude de modulation d'indice de réfraction atteint $1.4x10^{-3}$ après 50 000 impulsions. Ainsi, comme il apparaît sur la figure 26b, l'utilisation d'une radiation de longueur d'onde égale à 193 nm favorise la formation de réseaux de type IIA. La formation de ce type de réseaux est d'autant plus probable que la concentration de l'oxyde de germanium contenu dans le cœur de la fibre est forte. Toutefois, d'autres paramètres non identifiés régissent la formation des réseaux de type IIA. La croissance de deux réseaux dans des fibres dopées selon des concentrations voisines (FPG 385 et BPG 286) est présentée sur la figure 26c. Les conditions d'insolation des deux fibres sont identiques : $\lambda_p = 193$ nm, $F = 100$ mJ/cm^2. La photosensibilité de la fibre dopée par une concentration d'oxyde de germanium de 7 % mol est, au début de l'insolation, notablement supérieure à celle de la fibre dopée par une concentration égale à 6% mol. Cependant, la modulation d'indice de réfraction se sature très vite dans la fibre BPG 286 puis décroît, ce qui traduit l'apparition d'une photosensibilité de type IIA, alors que la modulation d'indice de réfraction croît de façon monotone dans la fibre FPG 385.

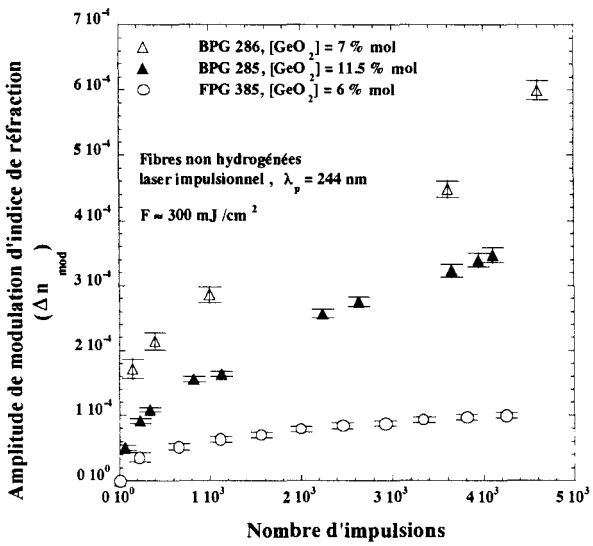


Figure 27a : Comparaison des variations d'indice de réfraction induites dans les fibres BPG 285, BPG 286 et FPG 385 non hydrogénées par une insolation ultraviolette ($\lambda_p = 244$ nm, laser impulsionnel).

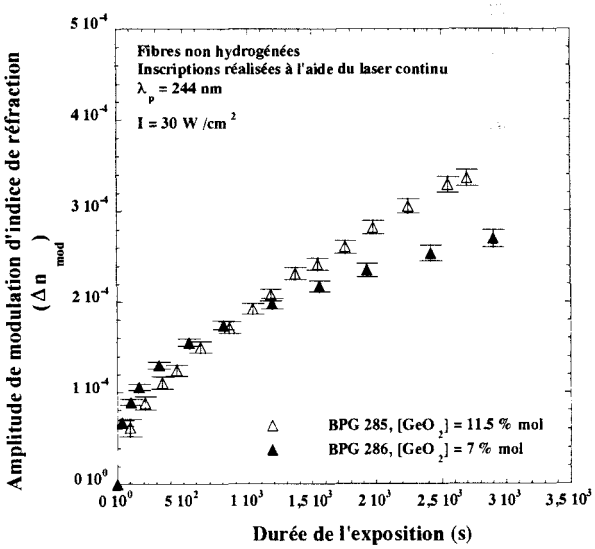


Figure 27b : Comparaison des variations d'indice de réfraction induites dans les fibres BPG 285 et BPG 286 non hydrogénées par une insolation ultraviolette ($\lambda_p = 244$ nm, laser continu).

L'incidence de la concentration de l'oxyde de germanium sur la photosensibilité des fibres germanosilicates non hydrogénées s'avère difficile à appréhender et ceci quel que soit le type de laser utilisé pour procéder à l'inscription des réseaux. Cette affirmation est illustrée par la figure 27a dans laquelle la croissance de réseaux, inscrits dans des conditions analogues ($\lambda_p = 244$ nm, $F \approx 300$ mJ/cm^2) respectivement dans trois fibres dopées par des concentrations d'oxyde de germanium différentes, est représentée en fonction du nombre d'impulsions incidentes sur la fibre.

Une difficulté supplémentaire provient du fait que, comme nous l'avons déjà montré [figure 26b], le paramètre que constitue la durée de l'inscription intervient notablement dans les conclusions qui peuvent se déduire de nos expériences. Cette constatation s'explique par la différence qui peut exister entre les formes des cinétiques de croissance des réseaux en fonction de la concentration de l'oxyde de germanium dans le cœur de la fibre. La croissance de réseaux inscrits au moyen du laser continu respectivement dans la fibre BPG 286 et BPG 285 est représentée sur la figure 27b. L'irradiance (= densité du puissance) du rayonnement était égale à 30 W/cm^2. Au début de l'insolation, la modulation d'indice de réfraction créée dans la fibre la moins dopée est supérieure à celle induite dans la fibre la plus dopée. Après 1 000 secondes d'insolation, la conclusion inverse peut être déduite de la figure 27b.

Quelle que soit la longueur d'onde du rayonnement utilisé pour inscrire les réseaux , il apparaît que la vitesse de croissance des réseaux est d'autant plus grande que la fluence F par tir (ou l'irradiance I dans le cas de l'utilisation d'un laser continu) est importante. La dépendance en fonction de F (ou de I) de la modulation d'indice de réfraction créée dans chaque fibre est indiquée dans le tableau 2.

Cas des fibres hydrogénées : étude de l'influence de λ_p, du type de fibre et de la densité d'énergie (ou de puissance) du rayonnement incident sur la fibre.

On peut remarquer en examinant les figures 1, 2, 11 et 12 que le traitement des fibres germanosilicates par de l'hydrogène sous forte pression conduit à une photosensibilité de type I lorsque la longueur d'onde du rayonnement de pompe est égale à 193 nm. Il apparaît donc, en tenant compte de la référence 75 qui cite un résultat similaire pour λ_p = 244 nm, que quelle que soit la source de rayonnement utilisée pour réaliser l'insolation, seule une photosensibilité de type I est observée dans les fibres hydrogénées. De plus, la photosensibilité (pour λ_p = 193 nm et λ_p = 244 nm) est fortement augmentée par le chargement de la fibre germanosilicate par de l'hydrogène.

Les inscriptions de réseaux réalisées au moyen d'un rayonnement de longueur d'onde égale à 193 nm sont notablement plus efficaces au début de l'insolation que celles effectuées dans la fibre correspondante au moyen d'un rayonnement de longueur d'onde égale à 244 nm. Cette propriété est illustrée sur les figures 28a et 28b. La figure 28a permet de comparer des cinétiques typiques de croissances de réseaux de type I inscrits dans une fibre, dopée par 6 % mol d'oxyde de germanium, au moyen d'un laser à ArF (λ_p = 193 nm) ou du laser à impulsions émettant un rayonnement de longueur

d'onde $\lambda_p = 244$ nm. Les densités d'énergie par impulsion utilisées pour inscrire les réseaux sont égales à 100 mJ/cm^2. La croissance de trois réseaux dans la fibre SMF 28 est représentée en fonction de la fluence cumulée (J/cm^2) incidente sur la fibre sur la figure 28b. Le premier réseau (triangles pleins) a été inscrit à l'aide du laser à ArF (F = 60 mJ/cm^2). Les deux autres réseaux (cercles pleins et vides) ont été inscrits par un rayonnement de longueur d'onde 244 nm. L'inscription représentée en cercles pleins a été effectuée avec le laser à impulsions (F = 60 mJ/cm^2). Les cercles vides correspondent à une inscription réalisée avec le laser continu (I =30 W/cm^2). Ces différentes conditions expérimentales sont typiques de celles habituellement fixées. Dans les trois cas, la modulation d'indice de réfraction peut dépasser 10^{-3}. Avec le laser à ArF, cette valeur est obtenue pour une fluence cumulée égale à 150 J/cm^2 alors qu'elle n'est atteinte que pour des fluences cumulées égales respectivement à 3 250 J/cm^2 et 3 600 J/cm^2 avec le laser à impulsions ou continu émettant une radiation de longueur d'onde 244 nm. Il apparaît, à l'examen du tableau 2, que pour des insolations prolongées l'amplitude de modulation d'indice de réfraction se sature à une valeur approximativement égale à 2x10^{-3} que l'insolation soit réalisée avec l'un ou l'autre des trois lasers. Ce dernier résultat doit cependant être examiné avec une certaine circonspection puisqu'il résulte bien souvent d'extrapolations des lois analytiques avec lesquelles les points expérimentaux ont été représentés.

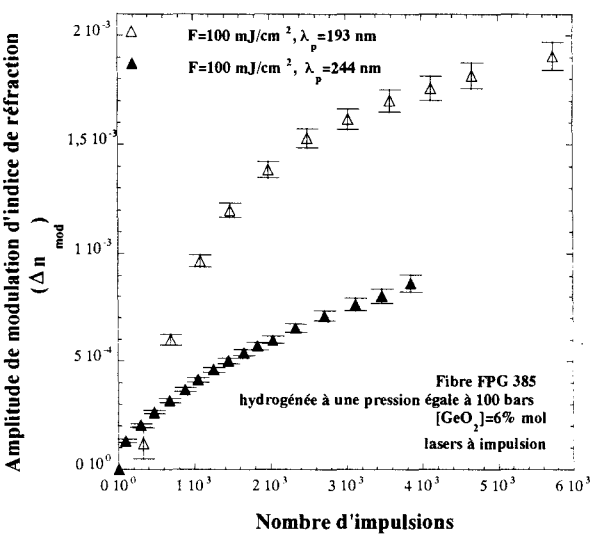


Figure 28a : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription (λ_p = 193 nm et 244 nm) de réseaux de Bragg dans la fibre FPG 385 hydrogénée.

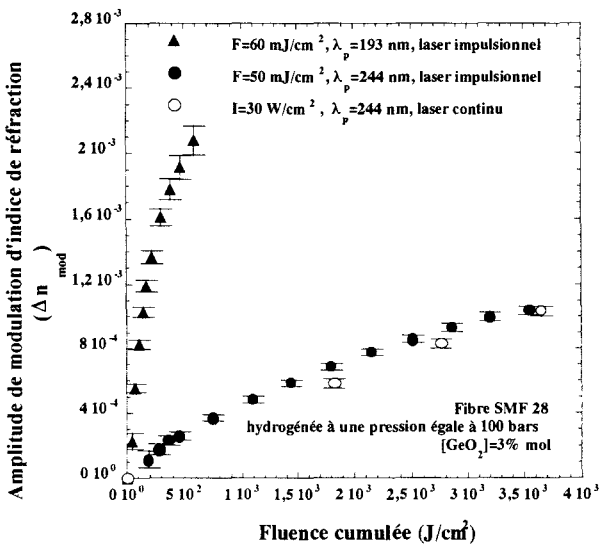


Figure 28b : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription (lasers impulsionnels λ_p = 193 nm et 244 nm, laser continu λ_p = 244 nm) de réseaux de Bragg dans la fibre SMF 28 hydrogénée.

Des courbes de croissances de réseaux dans trois fibres dopées par des concentrations différentes d'oxyde de germanium sont présentées sur les figures 29, 30 et 31. Les inscriptions correspondant à chacune de ces figures ont été réalisées, sauf exception, dans des conditions d'irradiance fixées. La figure 29 est relative à des insolations effectuées avec le laser à ArF, alors que les figures 30 et 31 correspondent à des insolations réalisées avec les lasers de longueur d'onde

244 nm fonctionnant respectivement en régime d'impulsions ou continu. Sur la figure 30, deux cinétiques de croissances sont présentées pour la fibre FPG 385 afin de situer la photosensibilité de cette fibre par rapport à celle de la fibre SMF 28. La concentration de l'oxyde de germanium constitue donc le paramètre de ces réseaux d'abaques. Il apparaît que l'amplitude de modulation d'indice de réfraction créée par les insolations réalisées au moyen des lasers à impulsions augmente avec la concentration de l'oxyde de germanium du cœur (tous les autres paramètres étant fixés). La loi de croissance est sensiblement linéaire lorsque les insolations sont réalisées avec le laser à ArF. Aucune progression régulière de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction n'est mise en évidence en fonction de la concentration d'oxyde de germanium sur la figure 28 (insolations réalisées avec le laser continu). Il apparaît donc que la concentration de l'oxyde de germanium contenu dans le cœur de la fibre hydrogénée ne constitue pas toujours un paramètre pertinent de la photosensibilité de la fibre. Il est donc probable que, comme c'était le cas des fibres non hydrogénées, l'évolution d'une fibre à l'autre d'autres paramètres non identifiés modifie les conclusions de l'étude.

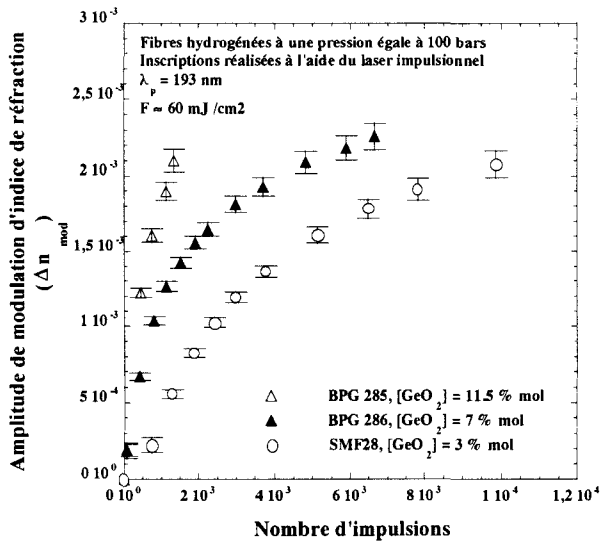


Figure 29 : Comparaison des variations d'indice de réfraction induites dans les fibres BPG 285, BPG 286 et SMF 28 hydrogénées par une insolation ultraviolette (λ_p = 193 nm).

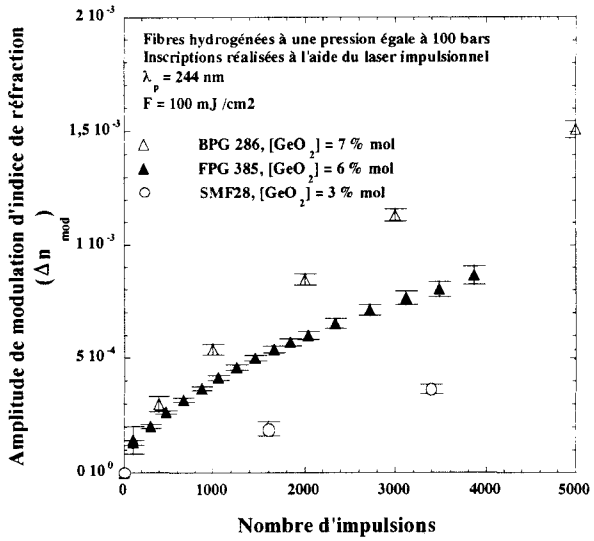


Figure 30 : Comparaison des variations d'indice de réfraction induites dans les fibres BPG 286, FPG 385 et SMF 28 hydrogénées par une insolation ultraviolette (λ_p = 244 nm, laser impulsionnel).

Comme dans le cas des fibres non hydrogénées, la vitesse de croissance des réseaux croît avec F (ou I) selon les relations rappelées dans le tableau 2.

Il apparaît donc que la photosensibilité d'une fibre optique germanosilicate ne peut pas être estimée d'une manière directe à partir d'enseignements recueillis sur des fibres de concentration en oxyde de germanium différentes. Certes, les cinétiques d'inscriptions de réseaux de Bragg sont plus rapides lorsque les insolations sont réalisées à l'aide d'un laser excimère à ArF que lorsqu'elles sont

réalisées à l'aide d'un rayonnement de longueur d'onde 244 nm. Certes, placer une fibre germanosilicate dans une enceinte étanche contenant de l'hydrogène sous forte pression pendant 15 jours à température ambiante augmente la photosensibilité de cette fibre quelle que soit le rayonnement utilisé pour l'insolation. Mais il n'est pas possible d'établir de lien cohérent entre la photosensibilité des fibres germanosilicates, sur lesquelles nous avons mené nos investigations, et la concentration en oxyde de germanium du cœur de ces fibres.

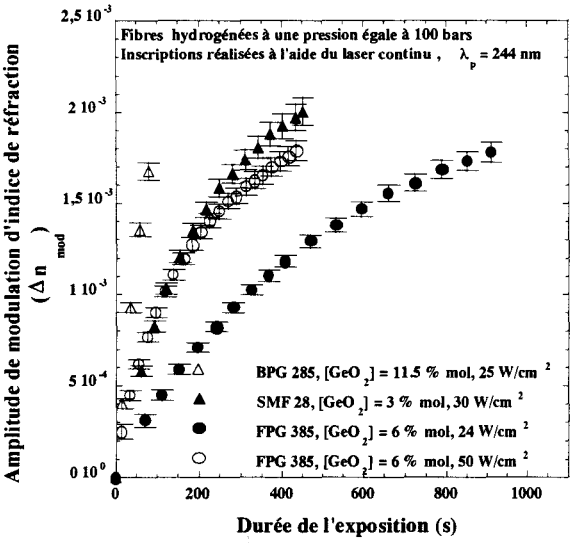


Figure 29 : Comparaison des variations d'indice de réfraction induites dans les fibres BPG 285, FPG 385 et SMF 28 hydrogénées par une insolation ultraviolette (λ_p = 244 nm, laser continu).

2.2. Etude des variations d'indice photoinduites en fonction de la température à laquelle la fibre est portée lors de l'insolation ultraviolette

Nous présentons dans ce paragraphe les inscriptions de réseaux de Bragg effectuées dans des fibres portées à une température supérieure à la température ambiante. Les résultats de ces expériences, réalisées à l'aide des lasers de longueur égale à 244 nm, ont fait l'objet d'une présentation orale au congrès « Doped Fiber Devices, Denver, 1996 ». L'article publié dans le recueil de conférences est présenté dans ce paragraphe.

2.2.1. « Inscription kinetics and thermal stability of Bragg gratings written within heated fibers »

Inscription kinetics and thermal stability of Bragg gratings written within heated fibers

P. BERNAGE, T. TAUNAY, B. LECONTE, M. DOUAY, P. NIAY

Laboratoire de Dynamique Moléculaire et Photonique, URA CNRS 779,
Centre d'Etudes et de Recherches Lasers et Applications, Université de Lille I, 59655 Villeneuve d'Ascq Cedex

J.F. BAYON, H. POIGNANT
LAB/RIO/TSO, France-Telecom CNET-Lannion, BP 40, 22301 Lannion Cedex

F. HERLEMONT, J. LEGRAND
Laboratoire de Spectroscopie Hertzienne, URA CNRS 249,
Centre d'Etudes et de Recherches Lasers et Applications, Université de Lille I, 59655 Villeneuve d'Ascq Cedex

B. POUMELLEC
Laboratoire des Composés Non-Stoechiométriques, URA CNRS 446,
Université Paris Sud, 91405 Orsay Cedex

ABSTRACT

The writing of gratings within heated hydrogen loaded, non H_2 loaded germanosilicate or Ce^{3+} doped aluminosilicate fibers was carried out through UV exposure. The fibers were heated by means of a CO_2 laser beam. The thermally induced change in the grating growth kinetics depends on the type of fiber used to write the grating. The thermal stability of gratings written in either heated or unheated germanosilicate fibers was investigated through isochronal (30 min) annealing experiments. Difference between the thermal behaviors of gratings written in the H_2 loaded and the non H_2 loaded fibers was demonstrated. There exists strong evidence that structural changes are involved in the photosensitivity of the germanosilicate fibers.

Keywords : Bragg gratings, Germanosilicate fiber, Aluminosilicate fiber, Photosensitivity.

1. INTRODUCTION

Photosensitivity in germanosilicate fibers or preforms is generally associated to the UV induced bleaching of the ultraviolet absorption band near 5 eV ascribed to germanium oxygen-deficient centers (G.O.D.C)[1]. The precise origins of the refractive index change are not yet fully clarified although two classes of mechanism are generally put forward. The first is based on color-center related changes in UV absorption which give rise to refractive index changes in the infrared via the Kramers-Kronig relationship;[2] and the second is based on light-induced structural changes in the glass matrix.[3] There exist experimental and theoretical evidences that these two models are relevant for explaining photosensitivity in germanosilicate glass,[4-9] but the question of accurately determining to what extend each of them accounts for the grating growths still awaits an answer. In a recent paper, P.J. Lemaire et al. have shown that heating H_2 loaded standard GeO_2 doped optical fibers to 250°C - 400°C resulted in dramatic reaction rate increases in GeO_2 fibers.[10] Heating was accomplished by directing a hot air flow to the fiber during a fringeless 248 nm light exposure.[10] Furthermore, increasing the core temperature during irradiation caused P_2O_5 doped H_2 loaded

fiber to become photosensitive to 248 nm light.[10] Except for the paper by P.J. Lemaire et al., little is known about the dependence of fiber photosensitivity on temperature. Thus the aim of this paper is to illuminate some of the issues involved in this field.

Firstly, the work by P.J. Lemaire et al. raises the question whether the heating-induced enhancement in the photosensitivity of hydrogen-loaded germanosilicate fibers is also effective to increase the rate of Bragg grating inscription within these fibers. This issue had yet to be solved since

1) writing a grating requires that the fiber is exposed to a fringe pattern i.e. to a large ranges of fluences varying in accordance with a sinusoïdal law along the fiber axis.

2) no indication is given in [ref. 10] about the dependence of the heating induced increase in photosensitivity on the pulse energy density. Any non-linearity would introduce saturation or distorsion of the shape of the refractive index along the fiber axis and thus to poor enhancement of the index modulation.

Secondly, the models proposed by T. Erdogan et al.[11] (charge transfer model) for the one hand and by B. Poumellec et al.[12] (densification model) for the other hand, in attempts to account for thermal stability of gratings, both show that accelerated aging of the gratings should result in more stable gratings at room temperature. As the accelerated aging is performed at the time of the inscription when the grating is fabricated within an heated fiber, it is obviously expected that gratings written within heated fibers are more stable than those written at room temperature. However, the distribution of activation energies involved in these models a priori depends on the thermal history of the glass. Accordingly, comparing the kinetics of annealing for a grating written within a fiber heated at a given temperature T to this of a grating written at room temperature and afterwards preannealed at a given temperature T for a time similar to the exposure time is a way to investigate how far the distribution of activation energy is affected by the heating.

Thirdly, as low temperature hydrogen loading has proved to not only efficiently increase the photosensitivity in germanosilicate glass, but also this in a large variety of silicate glasses,[10-13-14-15-16] it seems interesting to answer the question whether the enhancement of fiber photosensitivity induced by heating hydrogen loaded fiber is shared by all these glasses. In the paper, we present preliminary results obtained when writing gratings in heated hydrogen loaded Ce^{3+} doped aluminosilicate fibers.

2. EXPERIMENTAL

Two fibers manufactured by C.N.E.T. laboratory in Lannion were mainly used in the study. The characteristics of these fibers, labelled by A, B, are summarized in Table I. Fiber A is a standard telecommunication fiber whereas fiber B is the Ce^{3+} doped Ge free aluminosilicate fiber previously used to show that hydrogen loading can enhance the photosensitivity of rare earth ion doped aluminosilicate fibers.[13]

Table I - Characteristics of the two fibers used in the study

Type of fiber	LP_{11} cut off wavelength µm	Cladding dopants	Core dopants (mole %)	Fiber core diameter µm
A	1.2	F.,P.	Ge 5%	6.5
B	0.74	F.,P.	Ce 5000 ppm Al 3.3 % Ge 0%	5

Samples of fibers A and B were hydrogen-loaded at room temperature for 30 days at 100 atm. The UV exposures were performed within one day after the fiber had been removed from the pressure chamber.

The Bragg gratings were written in the fibers through the holographic method.[1] The experimental set-up is shown in Fig. 1. The UV fringe pattern was obtained by using a Lloyd's mirror type interferometer and a pulsed UV beam at 244 nm or at 265 nm from a frequency-doubled pulsed XeCl laser-pumped dye laser (LPD 3002E, LPX 105 i system from LAMBDA-PHYSICS). After expansion and spatial filtering through an afocal beam-expander, the beam was focused onto the horizontal fiber by a cylindrical lens to a spot approximately rectangular in dimensions (1-3 mm wide by 15 μm in height). The spectral transmission of the Bragg gratings were recorded in real time in the course of the inscription using a white light source, a high resolution spectrometer (theoretical resolving power 240 000) and a 193°K cooled germanium detector. A continuous discharge waveguide CO_2 laser, emitting 5 W of optical power at 10.6 μm, with a near Gaussian transverse profile allows a 10 mm long part of the fiber to be heated. The stability of the optical power was maintained to within ± 0.1%. A screen was set near the mirror edge as a protection from the CO_2 beam. An other screen was put horizontally above the fiber to minimise possible convection flow and associated turbulence of the heated air around the fiber. The temperature of the fiber could be made to vary from room temperature up to 1000°C by means of ZnSe cylindrical lenses which could be moved towards the fiber to change the vertical size of the CO_2 beam-waist at the place of the fiber. A shuttering screen was centered on the optical axis of the UV beam in order to ensure the middle of the grating to coincide with the axis of the infrared beam. Due to the near Gaussian structure of the infrared beam, the heating of the fiber was non uniform along the fiber. To minimize the effects of the fiber temperature variation around the grating place, the length ($L \leq 3$ mm) of the grating was made significantly shorter than the longitudinal size of the infrared spot. The mean temperature of the exposed part of the fiber at the time of the grating inscription was estimated by measuring the spectral shift experienced by the Bragg wavelength after the CO_2 laser beam was blocked. In order to calibrate these shifts as a function of the temperature, Bragg gratings written in fibers A and B were heated in a furnace which was calibrated to ± 10°C while their Bragg wavelengths were measured as a function of the oven temperature.

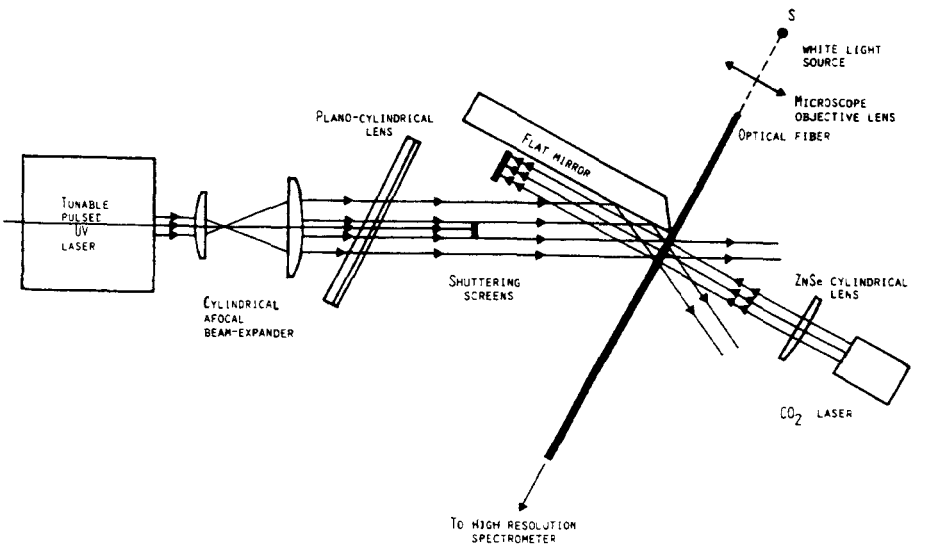


Fig. 1 : Scheme of the experimental set-up used to write Bragg gratings within heated fibers.

The annealing experiments of gratings written in fiber A were performed according to the following procedure. Firstly, in order to ensure a nearly complete out diffusion of the H_2 from the hydrogen loaded fibers, the gratings written in these fibers were stored at room temperature for forty days between UV exposure and the annealing experiment. The decay of gratings written in the hydrogen loaded or unloaded fibers was then studied through 30 min isochronal step annealing experiments. In an attempt to compare the distribution of annealing activation energies, gratings written either in the fiber at room temperature or in a fiber heated up to T were treated through similar thermal procedure. To this end, the grating written in the "cold" fiber was, before the isochronal annealing, preannealed at T for the time used to write the grating in the "hot" fiber.

3. RESULTS

3.1. Kinetics of grating growth

• Gratings were written in the hydrogen-loaded fibers A heated up to various temperatures. The temperatures were chosen within the range {150°C - 500°C}. These exposure times were limited to few minutes to minimize the influence of thermally enhanced hydrogen out diffusion. One can note that heating the fiber at 400°C for 1 minute reduces the hydrogen pressure at the fiber core by a factor of 5. This figure is obtained through numerical simulations performed under the assumption that heating the fiber did not induce chemical reactions of hydrogen with the glass. The heating of the fiber proved to significantly increase the rate of the Bragg grating inscription on both conditions that the temperature of the fiber and the exposure time were respectively lower than 400°C and 40 s. The heating induced enhancement in photosensitivity peaked near 350°C for exposure time of 40 s. Heating the fiber above 400°C, for exposure time higher than 4 min led to rates of inscription lower than these measured when writing gratings at 23°C.

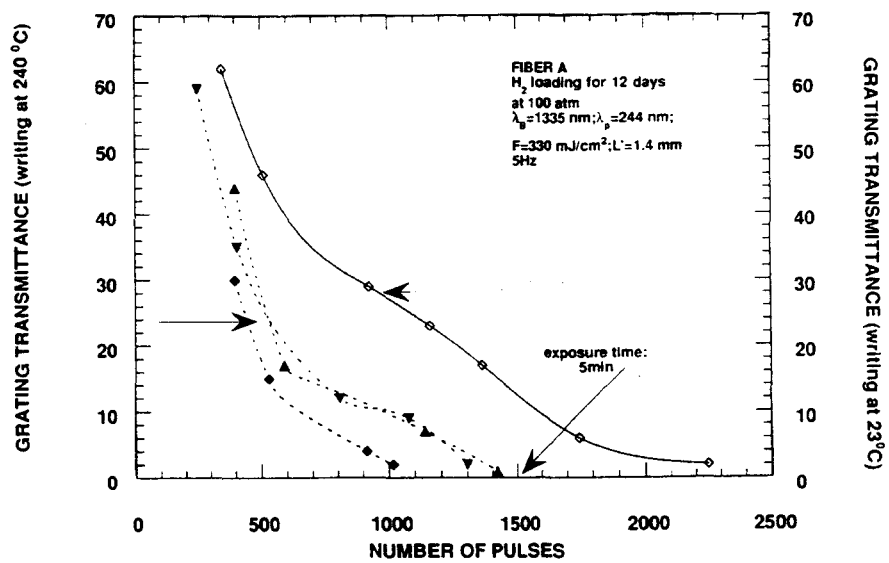


Fig. 2 : Growth of gratings written in the H_2 loaded fiber A. The experimental conditions are given in the box. Curve in open symbols corresponds to a grating written at room temperature. Curves in black symbols are for growths of gratings successively written at places distant by 15 mm along the fiber heated to 240°C.

These features are illustrated in Figs 2 and 3. Figure 2 shows the evolution of Bragg grating transmittances as a function of the number of UV light pulses. The conditions of the Bragg grating inscriptions are displayed in the figure box. The inscriptions were performed either at room temperature or in the fiber heated to 240°C. The reproducibility of the grating inscription at 240°C can be appreciated by looking at the broken lines in figure 2. These graphs correspond to successive inscriptions of gratings performed along the fiber axis at spots distant by ≈ 15 mm. Figure 3 shows that the refractive index modulation (measured from the grating reflectivity after exposure to a given number of pulses) was higher by a factor of 1.3 - 1.6. for the fiber heated at 235°C than this obtained during the room temperature inscription. Similar enhancement could be observed for inscriptions performed near 240°C using fluences per pulse ranging from 220 mJ/cm^2 to 400 mJ/cm^2.

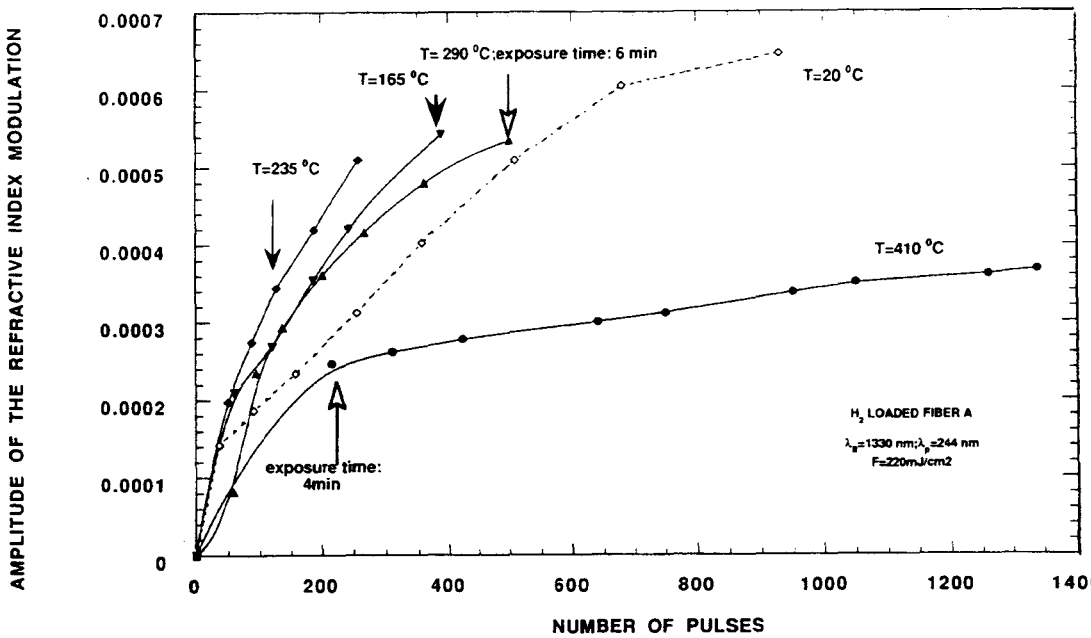


Fig. 3 : Refractive index modulation as a function of the number of pulses for gratings written in the hydrogen loaded fiber A. The experimental conditions are given in the box. Curve in open symbols corresponds to an inscription performed at room temperature, whereas those in black symbols are for gratings written in the heated fiber.

•• Gratings were written in hydrogen free fibers A put at various temperatures. These temperatures were chosen within the range {190°C - 700°C}. Figure 4 shows typical evolution of the refractive index modulation as a function of the number of pulses, the parameter of the experiment being the temperature of the fiber, at the time of the grating inscription. The conditions of the inscription are displayed in the box of Fig 4. At the beginning of the grating inscription, the heating of the fiber decreased the rate of the grating growth. When the number of pulses was increased up to 10^5 pulses, it could be observed that the grating growth in the room temperature fiber saturated more markedly than this in the fibers heated at temperature ranging from 250°C to 450°C. Consequently as shown in Fig 4, the amplitude of the refractive index modulation measured in

these heated fibers became higher than this in the room temperature fiber on the condition that the exposure time was long enough. The heating induced enhancement peaked at a temperature of ≈ 380°C. For fibers heated above 450°C, no heating induced enhancement in grating growth could be noticed although the number of pulses could reach 10^5. In contrast, the heating of the fibers at these temperatures led to a decrease in the grating efficiency.

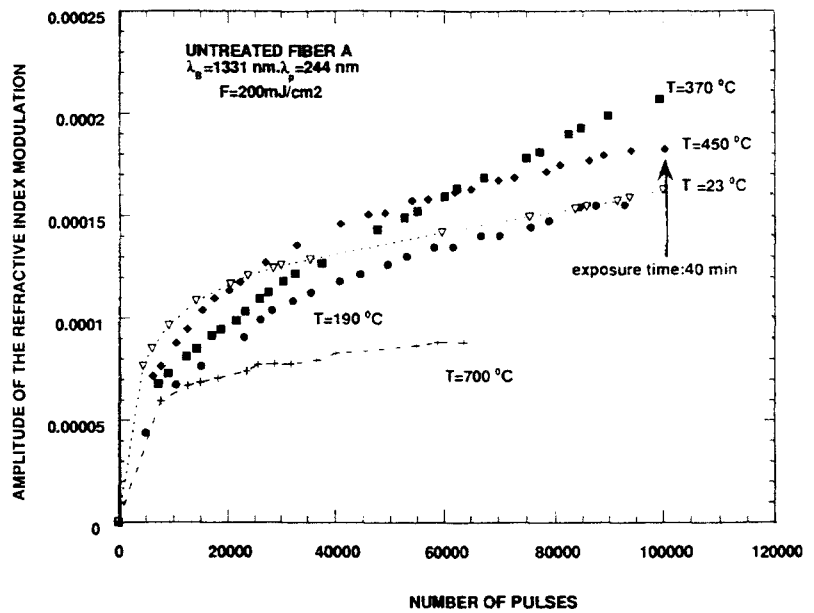


Fig. 4 : Refractive index modulation as a function of the number of pulses for gratings written in the untreated fiber A. The experimental conditions are given in the box. Curve in open symbols corresponds to an inscription performed at room temperature.

••• Gratings were written in the H_2 loaded and in the H_2 free doped aluminosilicate fiber B by using a pump laser tuned to a wavelength of 265 nm. This wavelength leads to a maximum in the photosensitivity of the H_2 free fiber B.

The fiber temperature range investigated when writing gratings within the H_2 loaded fiber B spanned from 23°C to 390°C. As, after hydrogen loading the photosensitivity of fiber B has proved to be lower than this of the fiber A, it appeared necessary to expose fiber B to a higher number of pulses than this used to write gratings in fiber A. The exposure times were however limited below 18 min (i.e. : below the characteristic time of H_2 out diffusion at 225°C from a fiber with a diameter of 125 µm). Fig 5 shows the evolution of the refractive index modulation induced in the H_2 loaded fiber B as a function of the number of UV light pulses. The parameter of the experiment was the temperature of the fiber. Fig 5 shows that the inscription performed in the fiber put at 130°C was, for the time of the experiment (16 min), more efficient than this carried out in the fiber at room temperature. The reproducibility of the grating inscription at 250°C can be appreciated in Fig 5. The graphs labelled 250°C correspond to two gratings written successively in the fiber at places distant by 15 mm. For exposure times smaller than 2-3 min, the grating growth was more efficient in the fiber at 250°C than during the room-temperature experiment. When the exposure time was increased further, the rise in the refractive index modulation saturated. At 390°C, no heating-

induced enhancement could be detected, but in contrast due to the outdiffusion of the dissolved hydrogen, the amplitude of the refractive index modulation was only 1.1×10^{-4} after 18 000 pulses i.e. : the order of magnitude of the index modulation obtained when writing a grating within an unloaded fiber B using experimental conditions similar to these in Fig. 5.

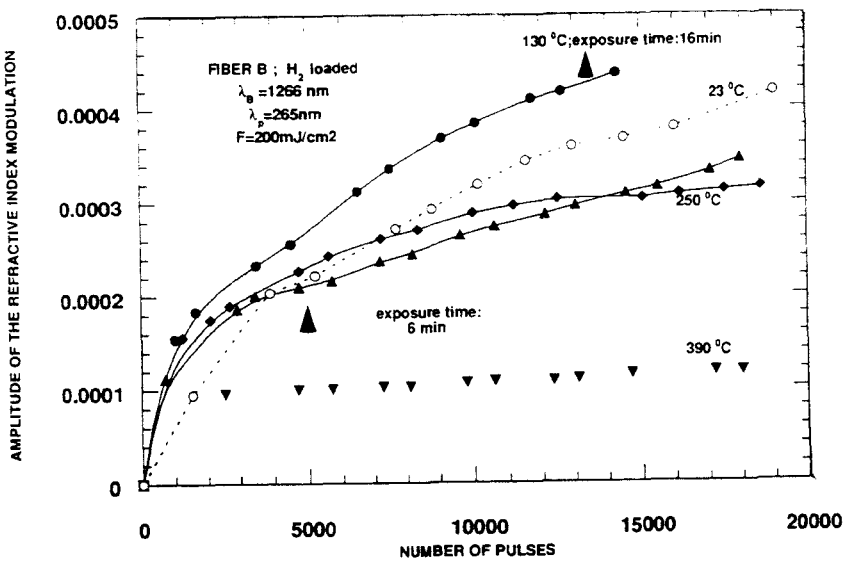


Fig. 5 : Refractive index modulation as a function of the number of pulses impinging onto the hydrogen loaded fiber B. The conditions of the inscription are given in the box. Curve in open symbols is for a grating written at room temperature.

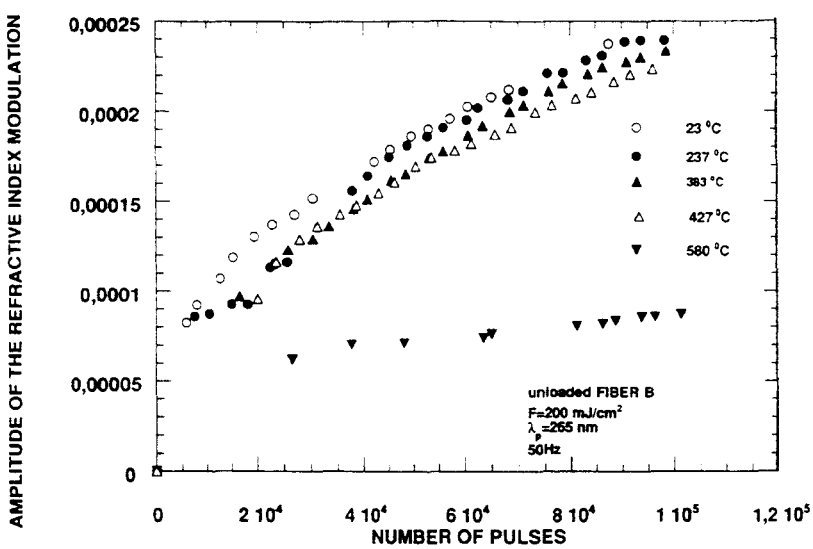


Fig. 6 : Refractive index modulation as a function of the number of pulses impinging onto the untreated fiber B.

The fiber temperature range investigated when writing gratings within the H_2 free fiber B spanned from 23°C to 580°C. Fig 6 shows the evolution of the refractive index modulation induced in fiber B as a function of the number of UV light pulses. The heating of the fiber B up to 430°C did not change significantly the dynamics of the grating growth although a slight decay in the rate of grating inscription can be noticed in Fig 6. At 580°C, the fiber photosensitivity turned out to be quite low as the refractive index modulation remained lower than 9×10^{-5} after 10^5 pulses.

3.2. 30 min isochronal annealing of gratings written in fiber A

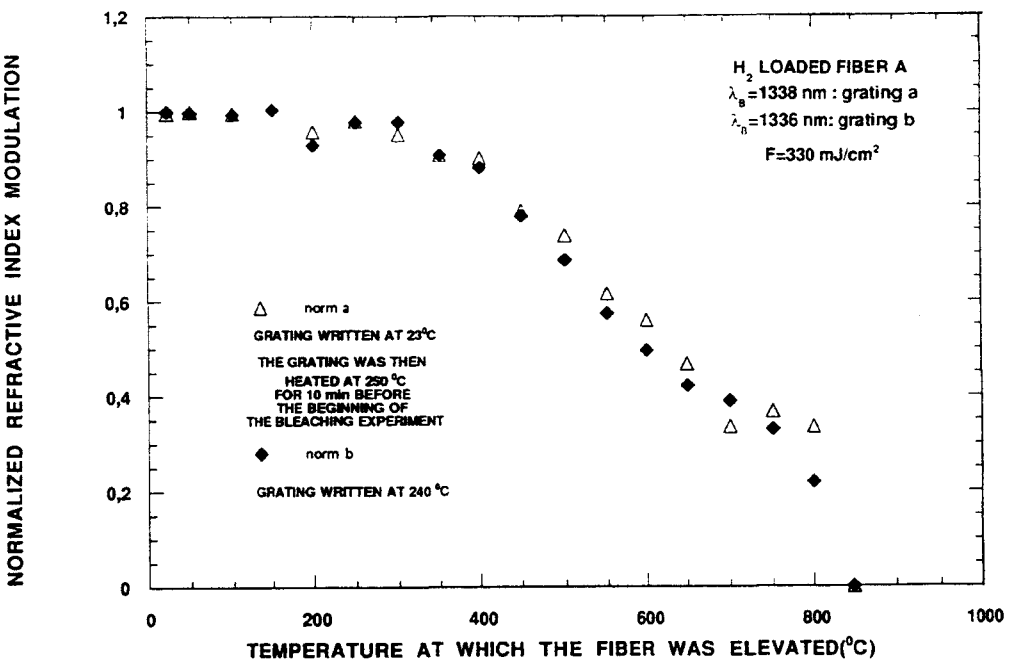


Fig. 7 : 30 min isochronal annealing of two gratings written in the H_2 loaded fiber A. Grating b was written in the fiber heated at 240°C (exposure time : 10 min). Grating a was written in the fiber at room temperature and preannealed for 10 min at 250°C.

Fig. 7 shows typical 30 min isochronal annealing curves for two gratings written in the H_2 loaded fiber A. In fig 7, the refractive index modulations were calculated from the grating reflectance measured at room temperature after annealing at subsequent temperatures. Afterwards they were normalized against the index modulation calculated from the reflectance of the grating before the annealing experiment began. Grating (a) was written at room temperature by exposure of the fiber to 4 000 pulses of UV light at a fluence per pulse of F = 330 mJ/cm^2. Grating (b) was written the fiber heated at 240°C by exposure to 1 800 pulses (F = 330 mJ/cm^2, exposure time : 10 min). Grating (a) was then preannealed at 250°C for 10 min before the beginning of the 30 min isochronal annealing. As shown in Fig. 7, no significant difference in the decrease of the index

modulation with temperature is seen between the two cases. It is worth noticing that similar conclusions can be drawn when comparing the annealing behaviour of gratings written under various experimental conditions (writing temperature and exposure time ranging respectively from 20°C to 450°C and from 50 s to 10 min). Furthermore, the thermal strength of these gratings turned out to be very large. Indeed, after a sharp decrease in the grating strength near 900°C, it could be observed that increasing further the temperature of the fiber revealed a weak first order spectrum which could persist up to 1 200°C. This behavior is illustrated in Fig. 8 which shows the bleaching of 3 gratings written respectively at 20°C, 235°C and 450°C.

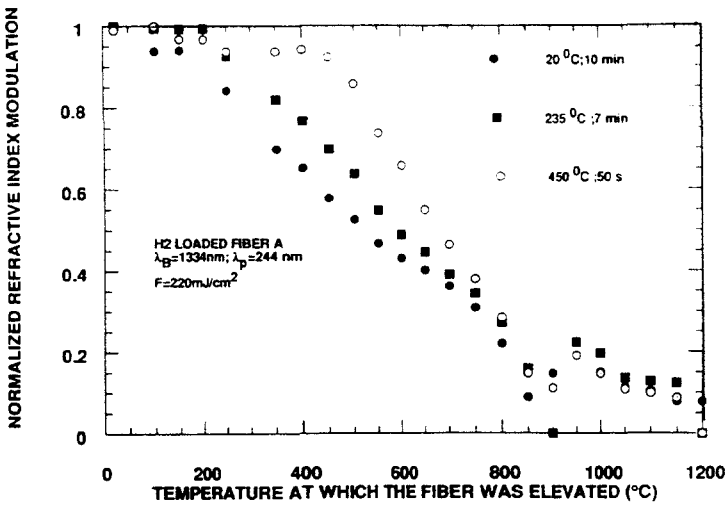


Fig. 8 : 30 min isochronal annealing of three gratings written in the H_2 loaded fiber A at respectively 20°C, 235°C and 450°C. The exposure times were respectively 10 min, 7 min and 50 s.

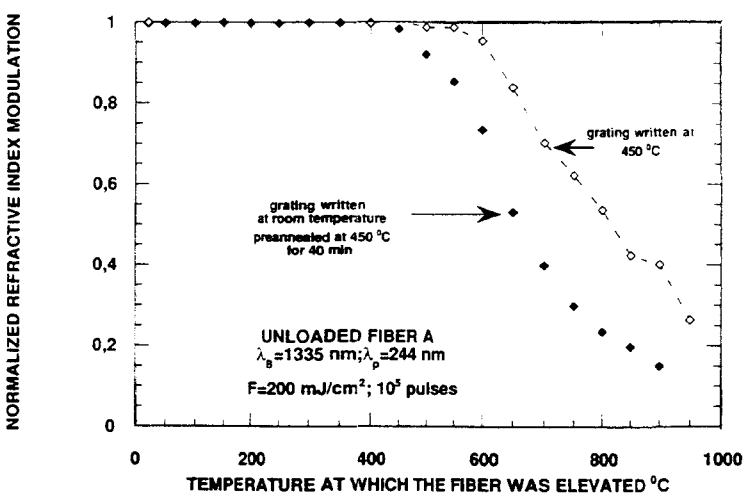


Fig. 9 : 30 min isochronal annealing of two gratings written in the non H_2 loaded fiber A for 40 min (10^5 pulses). One grating was written at 450°C. The other grating was written at room temperature and preannealed at 450°C for 40 min.

Fig. 9 displays 30 min isochronal annealing curves for two gratings written in the untreated fiber A. Gratings (a) and (b) were respectively written at room temperature and at 450°C. Grating (a) was written at room temperature by exposure of the fiber to 10^5 pulses of UV light at a fluence of 200 mJ/cm^2 and then preannealed at 450°C for 40 min. Grating (b) was written in the fiber heated at 450°C (10^5 pulses, F = 200 mJ/cm^2, exposure time 40 min). As shown Fig. 9, heating the fiber at the time of the inscription increased the grating thermal stability when compared to this for a grating written at room temperature and subsequently preannealed. Similar conclusions can be drawn when studying the decay of gratings written at 190°C and 370°C. This result contrasts with that obtained for gratings written in the hydrogen-loaded fiber.

4. DISCUSSION

As the origin of photosensitivity in silicate glasses is not yet fully understood, discussing heating induced enhancement of this photosensitivity needs some level of speculation.

Figs. 2 and 3 show that heating the hydrogen loaded germanosilicate fiber A at temperatures ranging from 150°C to 350°C increases the rate of inscription of Bragg gratings providing that the exposure time is short enough to avoid an important hydrogen out diffusion from the fiber. This observation is consistent with these previously reported by P.J. Lemaire et al. when performing fringeless exposure of heated hydrogen-loaded fibers at 20 Hz repetition rate.[10] R.M. Atkins et al. have shown that the mechanisms of enhanced UV photosensitiviy via hydrogen loading in germanosilicate glasses include both photolycally and thermally driven reactions between hydrogen and germania, forming deep UV absorption species and OH.[17] More specifically P.J. Lemaire et al. have suggested that a possible explanation consists in assuming that absorption of UV photons lead to the excitation of Ge-O bonds at tetrahedrally coordinated Ge.[10] The excitation of these bonds occurs as long as the photon-glass interaction is sufficiently strong regardless of whether the UV wavelength pumps the GODC band or not.[10] Within this picture, the excited bonds then react irreversibly with a H_2 molecule to form stabilized photoinduced defects absorbing in the UV, together with SiOH and GeOH bonds.[10] On the other hand, H. Patrick et al. have shown that the thermal stability of Bragg gratings written in hydrogen loaded fibers is lower than this in the unloaded counterpart.[18] They have studied the decay of gratings between room temperature and 350°C and shown that a grating in a hydrogen loaded fiber decreased by more than 20% after 10 h at a temperature as low as 100°C.[18] So, the heating induced enhancement in UV photosensitivity results from a competition between thermally enhanced UV induced production of species responsible for the index change and thermally activated bleaching of these species when the UV light was off. Although the repetition rate was as low as a few Hz in some of our experiments, the balance between the two processes yielded to a net increase in the fiber photosensitivity. Althought the model by Lemaire et al. does not throw light on the detailed mechanism of the Ge-O bond excitation, it can however explain the heating induced enhancement in the rate of grating growth. Firstly, one can assume with P.J. Lemaire et al. that the heating of the fiber markedly increases the rate of reaction of H_2 with the excited bonds.[10] This process increases the UV induced loss and thus the color center related photosensitivity. Secondly, one can also assume that increasing the UV loss results in better production of excited bonds which, in turn, leads to increased photosensitivity.[10] So we have to foresee other possibilities which could a priori lead to heating induced enchancement in the UV losses. Irreversible thermally induced reaction of hydrogen with the glass in the absence of light seems unlikely since, as reported by P.J. Lemaire et al., simply heating a fiber to 250°C - 400°C without UV irradiation resulted in a very small irreversible changes in the loss spectra recorded near 240 nm.[19] Heating a fiber induces a reversible shift of the intrinsic absorption band towards the red which in turn increases the fiber attenuation.[20] However, the order of magnitude of the thermal variation of the fiber attenuation calculated from data in ref. 20 shows that this effect is

negligible within the range of temperature used in this study. R.M. Atkins et al. have shown that when a sample which had been exposed to UV light was heated up to 800°C, the GODC band grew and became stronger than this prior to UV exposure.[17] Although this phenomenon was, to our best knowledge, not demonstrated at lower temperature, we can postulate that it occured to a some degree in the course of our experiments. Now, Figs. 2 and 3 show that heating the fiber increases the rate of the growth of refractive index modulation by a factor similar to this reported for the mean index change by P.J. Lemaire et al. Accordingly by applying the argument given in the introduction, one can conclude that the heating induced enhancement in photosensitivity does not depend strongly on the pulse energy density ($0 < F < 600$ mJ/cm^2). The isochronal annealing of gratings written in the hydrogen-loaded germanosilicate fiber shows that heating the fiber at the time of the grating photoimprinting leads to distribution of activation energy and to relative occupation number at a given energy similar to these corresponding to the bleaching of a grating written at room temperature and subsequently preannealed so that the thermal history of the fiber is the same in both experiments. Thus, our observations are consistent with the hypothesis by P.J. Lemaire according to which heating the fiber simply enhances reaction rates and production of excited bonds. We suggest also that the existence of gratings above 650°C in Figs. 8 and 9 is indicative of some UV induced structural change of the fiber core, probably densification. Indeed, T.E. Tsai et al. have compared the thermal stability of gratings written in unloaded Ge-doped silica core fibers to this of paramagnetic defects induced by UV exposure.[21] They have shown that, for temperatures ranging from 23°C to 800°C the temperature dependence of the grating reflectivity correlates fairly well with that of the total GeE's under 650°C. Above 650°C, the paramagnetic centers were bleached, whereas the grating was not completly erased at 800°C. Furthermore, R.M. Atkins et al. have reported that much but not all, of the deep UV absorption below 220 nm disappeared when a sample which had been exposed to UV light was heated up to 800°C.[17] Thus at this temperature, the color center related photosensitivity can be assumed to be quite low. On the other hand, C. Fiori and R.A.B. Devine have shown that laser irradiation of amorphous SiO_2 thin film produces thermally reversible compaction of the film, a process similar to hydrostatic compaction (accumulated fluence lower than 2 kJ/cm^2).[22] Now, one can note that densification of glass under hydrostatic pressure depends strongly upon the temperature of the sample. This was reported in 22 for a Suprasil glass. The enhancement in densification induced by heating the glass at a temperature of 400°C-500°C was explained by C. Fiori and R.A.B. Devine through the collapse of high-ordering structures into lower membered rings, a process which does not require very large activation energies.[22] As enhancement in the fiber photosensitivity was observed in this range of temperature, we suggest that heating the fiber A not only increases the color center related photosensitivity but also increases the structural change related photosensitivity. Figure 8 shows that increasing the temperature above the step of annealing at 900°C increased the grating reflectivity and this whatever the temperature of the inscription may be. As the temperatures involved in this phenomenom are around the transition temperature of the core glass we suggest that heating the fiber produced some new structural change and that this change differs at the places of the bright fringes from this at the previously unexposed parts of the fiber. The origin of this effect is currently under investigation.

Photosensitivity of non-H_2 loaded fiber is strongly related to the GODC band.[10] R.M. Atkins et al. have shown that grating written for short exposure time (240 s) in germanosilicate fiber can be thermally erased and then rewritten without significant change in the fiber photosensitivity.[4] This demonstrates that the process is thermally reversible. So, we can imagine that the species B at the origin of the change in refractive index comes from the following chain of reactions

$$GODC \xrightarrow{h\nu} GODC^* \xrightarrow{E_2} B \qquad (1)$$
$$\xleftarrow[E_3]{}$$

Firstly, the GODC are transformed into $GODC^*$ excited species through a one photon absorption activated reaction. Secondly, some $GODC^*$ excited species are transformed into species B through a thermally activated reaction, with an activation energy barrier E_2. The activation energy of the reverse reaction is E_3.

As exposure of the heated fiber to ≈ 20 000 pulses seems to lead to a lower refractive index change than this obtained in the room temperature fiber (Fig. 4, low number of pulses) we can conclude that the thermally activated enhancement in the production of species B is lower than this for their bleaching and thus that $E_3 > E_2$. This conclusion is not consistent with the graphs in Fig. 4 at a high number of pulses which show that for high UV doses the efficiency of gratings written in the heated fibers became higher than those in the room temperature fiber. Figure 9 shows that the thermal reliability of gratings written in the heated fiber is higher than this in the room temperature fiber. So, one possibility to explain these observations could consist in assuming that the above mentionned reaction scheme is over-simplified and that other reaction pathways are activated by the fiber heating. Using a procedure similar to this in ref. 4, we have checked that the photosensitivity of fiber A is thermally reversible for UV dose comparable to these used in our experiments. Accordingly, we can speculate that the new pathways correspond to reversible reactions involving rate constants slower than these in the first pathway. Possible models involving these reaction pathways are currently under investigation.

The same argumentation as this given for the hydrogen loaded fiber A can be put forward to speculate that an important part of the refractive index modulation remaining after annealing the non-H_2 loaded fiber above 650°C can be explained by structural change. Under the above hypothesis, the second reactions can be regarded as leading to the most part of this structural change. Note that densification was recently demonstrated at the Lille University through T.E.M. (transmission electron microscopy) inspection of gratings written in a non-H_2 loaded germanosilicate fiber,[23] extending the results in the preform.

In a recent paper, we have shown that the UV enhanced photosensitivity in Ce^{3+} doped alumino-silicate fibers or glasses through hydrogen loading cannot be conveniently explained by invoking the color-center model.[24] UV exposure does not induce excess loss within {220 nm - 750 nm} ; in contrast it slightly reduces the absorption at the pump wavelength. We have shown that the fiber photosensitivity is strongly related to H_2 assisted bond breaking within the glass network. Microscopic inspections of gratings written in the core of H_2 loaded or non loaded preforms have shown corrugations embedded in a valley, demonstrating that densification must be taken into account to explain the photosensitivity in this glass. Figure 5 shows that a slight heating of the hydrogen loaded fiber B increased the kinetics of the grating growth for exposure time short enough to avoid out diffusion of H_2 from the fiber. This observation is in good agreement with these in the fiber A, except that the temperature at which the enhancement is at peak is now around 100°C-200°C. According to the similarity between our observations in fibers A and B, we suggest that, as it was assumed for the germanosilicate glass, UV exposure of the Ce^{3+} doped aluminosilicate glass could excite some bonds on the matrix. These excited bonds could then react with hydrogen through a thermally activated reaction giving birth to enhanced structural changes.

Figure 6 shows that heating the fiber up to 250°C does not significantly change the balance between the production of species responsible for the index change and the decay of these species.

In conclusion, we have shown that heating H_2 loaded or non-loaded germanosilicate fibers, or H_2 loaded Ce^{3+} doped aluminosilicate fibers increases the rate of inscription of gratings. 30 min isochronal annealing of gratings written in the germanosilicate fibers has revealed that the stability of grating written in the H_2 loaded fiber does not depend on the temperature of the fiber at the time of the inscription on the condition that the gratings written in the room temperature fiber were preannealed for temperature and time comparable to these used when writing in the hot fibers. This result contrasts with the thermal behavior of gratings written in the non-H_2 loaded fiber : the relative occupation number at deep energy is higher for gratings written in these fibers put at elevated temperature than at room temperature. To account for our observations, we have assumed that the writing of grating written in the unloaded fiber involves at least two thermally reversible reactions with different rate constants : the slower one is endothermic and thus its degree of advancement is thermally activated. Existence of gratings at temperature around 1 200°C indicates that structural changes are involved in the germanosilicate fiber photosensitivity. To explain the heating induced enhancement in the hydrogen loaded Ce^{3+} doped aluminosilicate fiber photosensitivity, we have assumed that heating the fiber increases the rate of hydrogen reaction with bonds excited by UV light. Although this argument was previously applied to H_2 loaded P_2O_5 or GeO_2 doped SiO_2 glasses[10] further experiments seem necessary to check it.

5. ACKNOWLEDGMENTS

The Laboratoire de Dynamique Moléculaire et Photonique is "Unité de Recherche Associée au CNRS". The Centre d'Etudes et de Recherches Lasers et Applications (CERLA) is supported by the Ministère chargé de la Recherche, the Région Nord/Pas de Calais and the Fonds Européen de Développement Economique des Régions. This work was supported by a CNET contract (93 1B 180). The authors would like to thank Mrs BREBION and Mr COINTAULT for help in carrying out the fibre heating experiments.

6. REFERENCES

1. G. Meltz, W.W. Morey, and W.H. GLenn, "Formation of Bragg gratings in optical fibers by a transverse holographic method", *Opt. Lett.* Vol. 14, pp. 823-825, 1989.

2. D.P. Hand and P.St.J. Russell, "Photoinduced refractive-index changes in germanosilicate fibers", *Opt. Lett.* Vol. 15, pp. 102-104, 1990.

3. P.St.J. Russell, L.J. Poyntz-Wright and D.P. Hand, "Frequency doubling, absorption and grating formation in glass fibres : effective defects or defective effects ?", *S.P.I.E.* Vol. 1373, "Fiber Laser Sources and Amplifiers II", pp. 126-139, 1990.

4. R.M. Atkins, V. Mizrahi and T. Erdogan, "248 nm induced vacuum UV spectral changes in optical fibre preform cores : Support for a colour centre model of photosensitivity", *Elec. Lett.* Vol. 29, pp. 385-387, 1993.

5. L. Dong, J.L. Archambault, L. Reekie, P.St.J. Russell and D.N. Payne, "Photoinduced absorption change in germanosilicate preforms : evidence for the color-center model of photosensitivity", *Appl. Opt.* Vol. 34, pp. 3436-3440, 1995.

6. P. Cordier, J.C. Doukhan, E. Fertein, P. Bernage, P. Niay, J.F. Bayon and T. Georges, "TEM characterization of structural changes in glass associated to Bragg grating inscription in a germanosilicate fibre preform", *Opt. Comm.* Vol. 111, pp. 269-275, 1994.

7. B. Poumellec, I. Riant, P. Niay, P. Bernage, J.F. Bayon, "UV induced densification during Bragg grating inscription in Ge:SiO_2 preforms : Interferometric microscopy investigations", *Opt. Mat.* Vol. 4, pp. 404-409, 1995.

8. B. Poumellec, P. Guénot, I. Riant, P. Sansonetti, P. Niay, P. Bernage and J.F. Bayon, "UV induced densification during Bragg grating inscription in Ge:SiO_2 preforms", *Opt. Mat.* Vol. 4, pp. 441-449, 1995.

9. P.Y. Fonjallaz, H.G. Limberger, R.P. Salathé, F. Cochet and B. Leuenberger, "Tension increase correlated to refractive index change in fibers containing UV-written Bragg gratings", *Opt. Lett.* Vol. 20, pp. 1346-1348, 1995.

10 P.J. Lemaire, A.M. Vengsarkar, W.A. Reed and D.J. Di Giovanni, "Thermally induced ultraviolet photosensitivity in GeO_2 and P_2O_5 doped optical fibers", *Appl. Phys. Lett.* Vol. 66, pp. 2034-2036, 1995.

11. T. Erdogan, V. Mizrahi, P.J. Lemaire and D. Monroe, "Decay of ultraviolet-induced fiber Bragg gratings", *J. Appl. Phys.* Vol. 75, pp. 73-80, 1994.

12. B. Poumellec, P. Niay, P. Bernage, M. Douay, J.F. Bayon and V.B. Soulimov, "Densification mechanisms for type I gratings", *Proc. of the 1st Eur. COST Worshop on Bragg grating reliability*, pp. 177-200, Berne, 1995.

13. P. Niay, P. Bernage, M. Douay, T. Taunay, W.X. Xié, G. Martinelli, J.F. Bayon, H. Poignant and E. Delevaque, "Bragg grating photoinscription within various types of fibers and glasses", *Proc. of the Opt. Meeting on Photosensitivity and Quadratic Non-Linearity in Glass Waveguides - Fundamentals and Applications"*, , O.S.A. Technical Digest Series Vol. 22, pp. 66-69, Portland, 1995

14. J. L. Archambault, L. Reekie, L. Dong and P.St.J. Russell, "High reflectivity photorefractive Bragg gratings in germania free optical fibers", *Tech. Digest of C.L.E.O. Conf.* , paper CWK3, p. 242-243, 1994.

15. J. Canning, M.G. Sceats, H.G. Inglis and P. Hill, "Transient and permanent gratings in phosphosilicate optical fibers produced by the flash condensation technique", *Opt. Lett.* Vol. 20, pp. 2189-2191, 1995.

16. B. Malo, J. Albert, F. Bilodeau, T. Kitagawa, D.C. Johnson, K.O. Hill, K. Hattori, Y. Hibino and S. Guzrathi, "Photosensitivity in phosphorus-doped silica glass and optical waveguides", *Appl. Phys. Lett.* Vol. 65, pp. 394-396, 1994.

17. R.M. Atkins, P.J. Lemaire, T. Erdogan and V. Mizrahi, "Mechanisms of enhanced UV photosensitivity via hydrogen loading in germanosilicate glasses", *Elec. Lett.* Vol. 29, pp. 1234-1236, 1996.

18. H. Patrick, S.L. Gilbert, A. Lidgart and M.D. Gallagher, "Annealing of Bragg gratings in hydrogen-loaded optical fiber", *J. Appl. Phys.* Vol. 78, pp. 2940-2945, 1995.

19. R.M. Atkins and P.J. Lemaire, "Effect of elevated hydrogen exposure on short-wavelength optical losses and defect concentrations in germanosilicate optical fibers", *J. Appl. Phys.* Vol. 72, pp. 344-348, 1992.

20. S. Takahashi and S. Shibata, "Thermal variation of attenuation for optical fibers", *J. Non Cryst. Sol.* Vol. 30, pp. 359-370, 1979.

21. T.E. Tsai, E.J. Friebele and D.L. Griscom, "Thermal stability of self-organized gratings and defects in Ge- and Ge-P-doped silica core fibers", *Proc. S.P.I.E.*, Vol. 2044 on Photosensitivity and Self Organization in Optical Fibers and Waveguides, pp. 121-133, 1993.

22. C. Fiori and R.A.B. Devine, "Ultraviolet irradiation induced compaction and photoetching in amorphous thermal SiO_2", *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* Vol. 61, pp. 187-195, 1986.

23. P. Cordier, J.C. Doukhan (L.S.P.E.S., URA CNRS 234, Université de Lille), Personal communication.

24. T. Taunay, P. Bernage, M. Douay, W.X. Xié, G. Martinelli, P. Niay, J.F. Bayon, E. Delevaque and H. Poignant, "UV enhanced photosensitivity in cerium doped aluminosilicate fibers and glasses through high pressure H_2 loading", Accepted to *J.O.S.A. B.* (1996).

Il faut noter que la dépendance de la vitesse d'écriture des réseaux en fonction de la température est une des hypothèses (prise en compte d'une énergie d'activation) formulées par B. Poumellec lors de la présentation du modèle VAREPA[93,94] (paragraphe 2.1.3). Les résultats des croissances de réseaux dans des fibres portées à haute température sont cohérents avec cette supposition. Par ailleurs, B. Poumellec indique que la stabilité thermique des réseaux (non saturés en variation d'indice de réfraction) doit augmenter lorsque la température à laquelle le réseau est inscrit augmente. Ce comportement est cohérent avec les résultats des destructions thermiques des réseaux inscrits dans la fibre A dans différentes conditions d'insolation et d'hydrogénation (avec ou sans H_2), présentées sur les figures 8 et 9 de l'article.

2.3. Stabilité thermique de la réflectivité de réseaux de Bragg photoinscrits par des radiations de longueur d'onde égales à 193 nm ou 244 nm.

Nous nous sommes proposé de comparer la permanence de la modulation d'indice de réfraction induite dans des fibres germanosilicates par une insolation réalisée à une longueur d'onde égale à 193 nm à celle effectuée à une longueur d'onde égale à 244 nm. L'étude porte sur des réseaux photoinscrits dans des fibres ayant été préalablement hydrogénées ainsi que dans des fibres n'ayant subi aucun traitement.

A cet effet, nous avons tout d'abord examiné l'évolution spontanée de la réflectivité de réseaux de Bragg inscrits dans des fibres germanosilicates par une insolation ultraviolette (λ_p = 193 nm et λ_p = 244 nm) lorsque les fibres optiques sont conservées à température ambiante. La réflectivité des réseaux de Bragg photoinscrits dans des fibres non hydrogénées semble ne pas évoluer (évolution de l'indice de réfraction inférieure à 10^{-5} après quelques semaines), quel que soit le laser utilisé pour l'insolation. En ce qui concerne les réseaux inscrits dans les fibres hydrogénées, une diminution spontanée de la modulation de l'indice de réfraction se produit à température ambiante. Cependant cette évolution reste trop faible devant notre précision de mesure pour que nous puissions effectuer une comparaison significative de la stabilité thermique des réseaux de Bragg inscrits au moyen des trois lasers dont nous disposons.

Nous avons donc choisi d'utiliser une méthode de vieillissement accélérée par élévation thermique isochrone. Le principe de cette méthode est décrit au chapitre I, paragraphe 5.2. Cette

méthode a été sélectionnée de préférence à la méthode isotherme[33] car il s'agit d'un procédé très rapide qui permet d'explorer une grande gamme de températures. Elle s'avère donc tout à fait adaptée à une étude phénoménologique portant sur de nombreuses fibres.

L'exposé de nos résultats comporte deux parties. La première partie concerne la stabilité thermique des modulations d'indice de réfraction induites dans les fibres germanosilicates par une insolation réalisée à l'aide du laser à ArF (λ_p = 193 nm). Nous cherchons tout d'abord à établir s'il existe une relation entre la stabilité thermique de la modulation d'indice de réfraction photoinduite et la concentration en oxyde de germanium du cœur de la fibre, que ce soit pour les fibres préalablement hydrogénées ou non. Par ailleurs, des expériences antérieures ont montré[21,77], qu'il y existe une différence très nette entre la stabilité thermique de réseaux de Bragg de type I et celle de réseaux de type IIA inscrits à l'aide d'un laser émettant à 244 nm. Nous étudions donc par la suite la dépendance de la stabilité thermique de Δn_{mod} avec la fluence cumulée du rayonnement de longueur d'onde 193 nm. Dans la seconde partie, nous utilisons des résultats provenant d'études réalisées au laboratoire ou publiées dans la littérature scientifique pour effectuer une comparaison entre la stabilité thermique des modulations d'indice de réfraction induites par un rayonnement de longueur d'onde 193 nm ou 244 nm.

2.3.1. Stabilité thermique de la réflectivité de réseaux de Bragg inscrits par une radiation de longueur d'onde 193 nm

2.3.1.1. Les échantillons

Pour procéder à cette étude, des réseaux de Bragg ont été inscrits à l'aide du laser à ArF dans différentes fibres germanosilicates hydrogénées ou non. Les tableaux 3 et 4 regroupent les caractéristiques initiales de ces réseaux. Les concentrations d'oxyde de germanium contenues dans le cœur des fibres dans lesquelles les réseaux ont été inscrits se situent dans la gamme (3 % mol < [GeO_2] < 11,5 % mol). La photosensibilité de ces fibres a été étudiée dans les paragraphes 2.1.1,.2.i et 2.1.2.2.i.

Les réseaux de Bragg dont les caractéristiques initiales sont rassemblées dans le tableau 4 ont été inscrits dans des fibres préalablement hydrogénées. Le traitement a consisté à placer les fibres

pendant un mois dans une enceinte contenant de l'hydrogène à une pression égale à 100 bar. L'enceinte était maintenue à température ambiante (paragraphe 6.2, chapitre I).

Réseau	Fibre	$[GeO_2]$	Nombre de tirs	Densité d'énergie par impulsion	Longueur du réseau	$\Delta n_{mod\ initial}$	Longueur d'onde de Bragg	Type du réseau
R1	BPG 286	7 % mol	1 000	200 mJ/cm^2	1,5 mm	5,9x10^{-4}	1510,3 nm	I
R2	BPG 286	7 % mol	73 626	200 mJ/cm^2	1,5 mm	6x10^{-4}	1510,7 nm	IIA
R3	FPG 385	6 % mol	26 810	200 mJ/cm^2	1,5 mm	5,9x10^{-4}	1510,9 nm	I
R4	FPG 385	6 % mol	25 590	300 mJ/cm^2	1,5 mm	9,8x10^{-4}	1510,9 nm	I
R5	SMF 28	3 % mol	86 570	200 mJ/cm^2	1,5 mm	4,8x10^{-4}	1509,3 nm	I

Tableau 3 : Caractéristiques initiales des réseaux soumis à une destruction thermique isochrone (fibres non hydrogénées).

Réseau	Fibre	$[GeO_2]$	Nombre de tirs	Densité d'énergie par impulsion	Longueur du réseau	$\Delta n_{mod\ initial}$	Longueur d'onde de Bragg
R6	BPG 285	11,5 % mol	574	100 mJ/cm^2	0,5 mm	1,53x10^{-3}	1510,7 nm
R7	BPG 286	7 % mol	1 138	100 mJ/cm^2	0,5 mm	1,56x10^{-3}	1510,7 nm
R8	FPG 385	6 % mol	2 081	100 mJ/cm^2	0,5 mm	1,45x10^{-3}	1510,9 nm
R9	SMF 28	3 % mol	3 210	100 mJ/cm^2	0,5 mm	1,59x10^{-3}	1509,3 nm
R10	FPG 385	6 % mol	36 000	200 mJ/cm^2	0,5 mm	2x10^{-3}	1510,9 nm

Tableau 4 : Caractéristiques initiales des réseaux destinés à êtres soumis à une destruction thermique isochrone (fibres hydrogénées).

2.3.1.2. Etude expérimentale

Réseaux inscrits dans des fibres non hydrogénées

Les réseaux R1 (fibre BPG 286), R3 (fibre FPG 385) et R5 (fibre SMF 28) sont trois réseaux de type I[iii] réalisés dans des fibres dont la concentration de l'oxyde de germanium contenu dans le

[iii] Cette étude n'a pas été effectuée sur des réseaux de type IIA car il s'est avéré impossible d'obtenir des réseaux de même amplitude de modulation d'indice dans des conditions raisonnables d'insolation (Nombre de tirs < 120 000 et densité

cœur est différente. L'ordre de grandeur de l'amplitude initiale de modulation d'indice de réfraction de ces trois réseaux est comparable. Pour arriver à ce résultat, il a fallu insoler ces fibres avec un nombre d'impulsions différent pour chaque fibre. La fluence par tir a été fixée à 200 mJ/cm^2. Les conditions expérimentales sont rappelées dans le tableau 3. Les réseaux ont été détruits selon le protocole présenté au paragraphe 5.2, chapitre I. L'évolution de $\Delta n_{mod}(T)/\Delta n_{mod\ initial}$ (modulation normalisée d'indice de réfraction) est représentée sur la figure 32 en fonction de la température à laquelle la fibre est portée. Les barres d'erreur tracées sur les graphes ont été déterminées grâce à la relation (**28**) du chapitre I. L'évolution de la modulation d'indice normalisée des trois réseaux est monotone et décroissante. Il ressort de la figure 32 que, quelle que soit la température à laquelle les trois réseaux de type I ont été portés, la modulation normalisée d'indice de réfraction de la fibre la moins dopée (SMF 28) reste supérieure à celle des deux autres fibres.

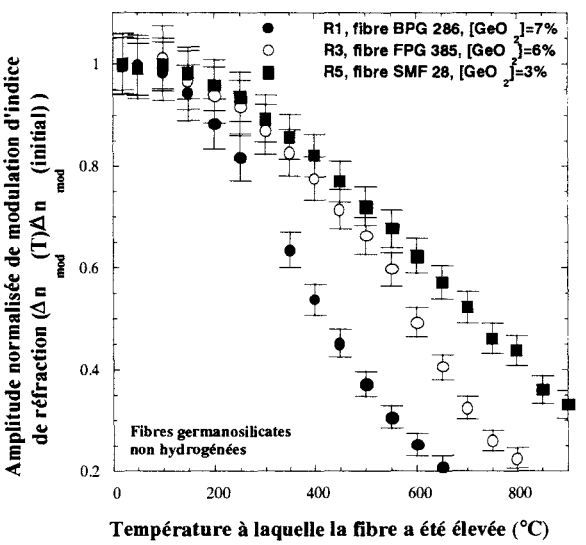


Figure 32 : Evolution de la modulation normalisée d'indice de réfraction de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre BPG 286, FPG 385 et SMF 28 (fibres non hydrogénées).

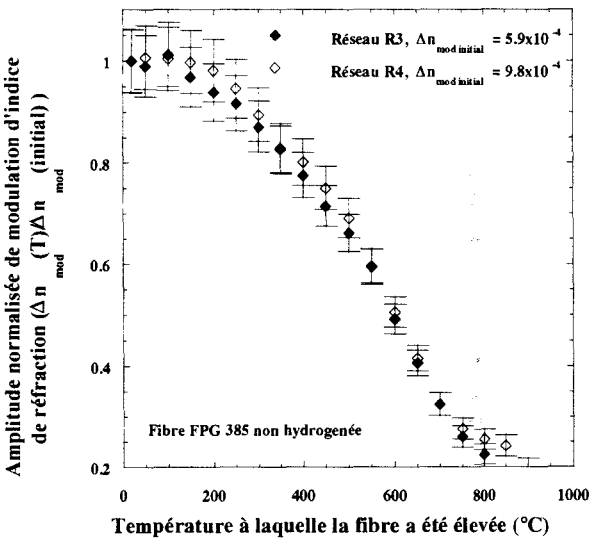


Figure 33 : Evolution de la modulation normalisée d'indice de réfraction de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre FPG 385 non hydrogénée. Le paramètre de l'étude est la valeur de $\Delta n_{mod\ initial}$.

Les réseaux R3 et R4 ont été inscrits dans la fibre FPG 385 non hydrogénée respectivement par 26 810 et 25 590 impulsions lumineuses (λ_p = 193 nm) présentant des densités d'énergie par impulsion différentes (200 mJ/cm^2 pour R3 et 300 mJ/cm^2 pour R4). La modulation initiale d'indice de réfraction des deux réseaux est égale à 5,9x10^{-4} (R3) et 9,8x10^{-4} (R4). Les évolutions de la modulation normalisée d'indice de réfraction de ces réseaux au cours de leur destruction thermique isochrone sont représentées sur la figure 33. Pour chacun de ces deux réseaux, la modulation normalisée d'indice de réfraction décroît de façon monotone au cours des cycles d'élévation de

d'énergie par impulsion < 350 mJ/cm^2) dans les fibres BPG 286, BPG 285 et FPG 385.

température. Les points expérimentaux correspondant aux deux mesures sont très proches, à une température donnée, tout au long des destructions (écart inférieur aux incertitudes de mesures) et ceci jusque 800°C. Le point de mesure à 850°C du réseau R3 n'a pu être enregistré car l'amplitude du signal était comparable à l'amplitude des fluctuations d'intensité de la source de lumière blanche.

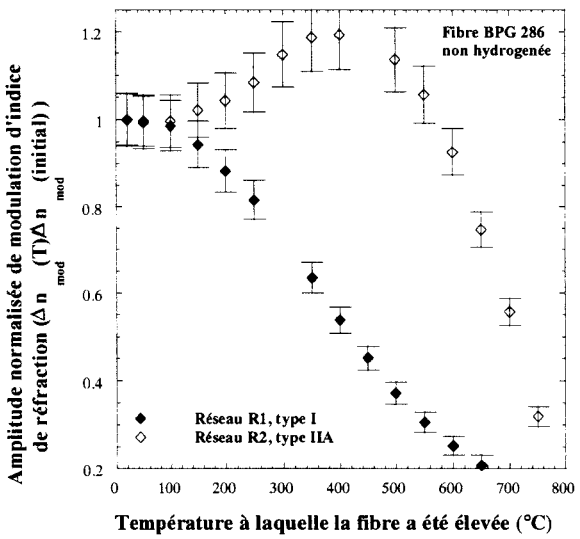


Figure 34 : Comparaison de la stabilité thermique de réseaux de Bragg de type I et de type IIA inscrits dans une fibre BPG 286 non hydrogénée à l'aide d'une radiation de longueur d'onde 193 nm.

Les stabilités thermiques des réseaux R1 et R2 (inscrits dans des fibres dopées par des concentrations similaires d'oxyde de germanium) sont par contre très différentes. Les réseaux R1 et R2 ont été inscrits dans une fibre de type BPG 286 non hydrogénée pour deux doses de rayonnement ultraviolet différentes. Le réseau R1 est un réseau dit de type I, le réseau R2 est un réseau de type IIA[74]. Les conditions d'inscriptions ont été fixées de sorte que l'ordre de grandeur de la modulation photoinduite d'indice de réfraction soit similaire pour chacun de ces deux réseaux. L'évolution de la modulation normalisée d'indice de réfraction des réseaux R1 et R2 lors des destructions thermiques isochrones est représentée sur la figure 34. La normalisation est réalisée par rapport aux valeurs de Δn_{mod} avant le cycle de chauffage. L'examen de la figure 34 montre que l'évolution de l'amplitude normalisée de modulation d'indice, dépend très nettement du type de photosensibilité mis en œuvre. Alors que l'amplitude normalisée de modulation d'indice de réfraction du réseau de type I (R1) décroît de façon monotone dès 200°C et ne vaut plus que 0,5 dès 400°C, l'amplitude normalisée de modulation d'indice de réfraction du réseau de type IIA (R2) augmente dès le palier à 200°C, elle commence à décroître à 450°C et atteint la valeur 0,5 au palier 700°C. Les spectres des deux réseaux R1 et R2 restent détectables respectivement jusqu'au palier 700°C et 800°C. Le réseau de type IIA s'avère donc beaucoup plus résistant que le réseau de type I.

Réseaux inscrits dans des fibres hydrogénées

L'étude précédente a été reproduite sur des fibres préalablement hydrogénées. Un réseau a été inscrit à l'aide du laser à excimère ArF dans quatre fibres hydrogénées dopées par des concentrations différentes d'oxyde de germanium (fibre BPG 286 = R6, fibre BPG 285 = R4, fibre FPG 385 = R8 et

fibre SMF 28 = R9). La fluence par tirs a été fixée à 100 mJ/cm^2. Le nombre d'impulsions lumineuses incidentes sur chaque fibre a été choisi pour que les amplitudes initiales de modulation d'indice de réfraction des quatre réseaux soient similaires ($\Delta n_{mod\ initial} \approx 1{,}5x10^{-3}$, R6 : 574 impulsions, R7 : 1138 impulsions, R8 : 2 081 impulsions et R9 : 3 210 impulsions : R8). Après l'inscription des réseaux, les fibres ont été stockées à température ambiante pendant 2 mois (paragraphe 5.1, chapitre I). Les destructions thermiques isochrones ont alors été réalisées. La figure 35 regroupe l'évolution de $\Delta n_{mod}(T)/\Delta n_{mod\ initial}$ en fonction de la température[iv], telle qu'elle a été obtenue au cours des destructions isochrones de chacun des réseaux cités ci dessus.

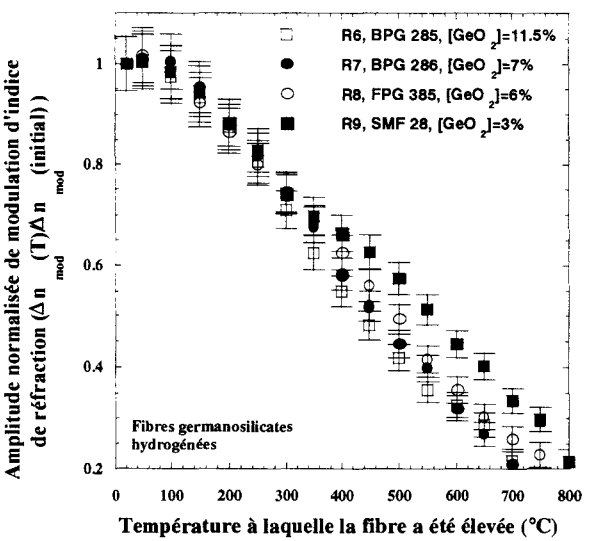


Figure 35 : Evolution de la modulation normalisée d'indice de réfraction de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre BPG 285, BPG 286, FPG 385 et SMF 28 (fibres hydrogénées).

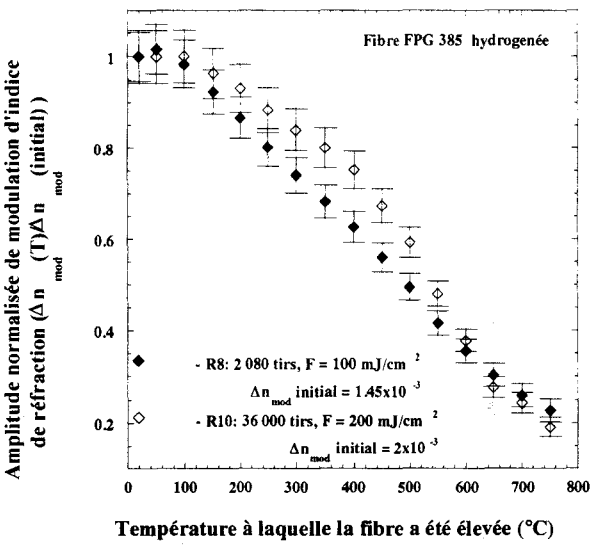


Figure 36 : Evolution de la modulation normalisée d'indice de réfraction de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre FPG 385 hydrogénée. Le paramètre de l'étude est la valeur de $\Delta n_{mod\ initial}$.

L'évolution de la modulation normalisée d'indice de réfraction des quatre réseaux est monotone et décroissante en fonction de la température. Il apparaît à l'examen des courbes de la figure 35 que le réseau inscrit dans la fibre SMF 28 (R9) est sensiblement plus résistant à l'élévation de température que les autres réseaux. Les stabilités thermiques des réseaux R6, R7 et R8 sont similaires. Cependant, bien que les écarts entre les courbes restent inférieurs aux incertitudes de mesure, le graphe correspondant au réseau R8 se situe systématiquement au-dessus de celui relatif au réseau R7, lui-même au-dessous du graphe du réseau R6.

Un cinquième réseau (R10) a été inscrit dans la fibre FPG 385 (hydrogénée à une pression de

[iv] Dans le cas des fibres FPG 385 et SMF 28 le calcul de l'amplitude de modulation d'indice effectué selon la méthode itérative décrite au paragraphe 2.4.6 du chapitre I

100 bar) en insolant la fibre par une fluence cumulée (7,2 kJ/cm^2) nettement supérieure à celle utilisée pour inscrire le réseau R8 (0,21 kJ/cm^2). Les amplitudes initiales de modulation d'indice de réfraction correspondant aux réseaux R8 et R10 sont respectivement égales à 1,45x10^{-3} et 2x10^{-3}. Les évolutions de la modulation normalisée d'indice de réfraction des réseaux R8 et R10 sont représentées sur la figure 36 en fonction de la température à laquelle la fibre a été élevée. Il apparaît à l'examen de cette figure que la stabilité du réseau R10 est significativement plus grande que celle du réseau R8 dès le palier à 150°C.

Stabilité thermique comparée de la réflectivité de réseaux inscrits au moyen du laser à ArF dans la fibre FPG 385 non hydrogénée et hydrogénée.

Les réseaux R4, R8 et R10 ont été inscrits dans la fibre FPG 385 non hydrogénée et hydrogénée, selon des conditions expérimentales rappelées dans les tableaux 3 et 4 (fluence cumulée = 7,6 kJ/cm^2 pour le réseau R4, 0,21 kJ/cm^2 pour le réseau R8 et 7,2 kJ/cm^2 pour le réseau R10). Les amplitudes initiales de modulation d'indice de réfraction des réseaux R4, R8 et R11 sont respectivement égales à 9,8x10^{-4}, 1,45x10^{-3} et 2x10^{-3}. Les évolutions des amplitudes normalisées de modulation d'indice de réfraction de ces trois réseaux sont représentées sur la figure 37 en fonction de la température à laquelle les fibres ont été portées. Il apparaît à l'examen de la figure 37 que la stabilité de la réflectivité du réseau R8 (fibre hydrogénée insolée à une faible fluence cumulée) est significativement plus faible que celle du réseau R4 (fibre non hydrogénée insolée par une forte fluence cumulée). La stabilité thermique du réseau R4 et meilleure que celle du réseau R10 (fibre hydrogénée insolée par une forte fluence cumulée).

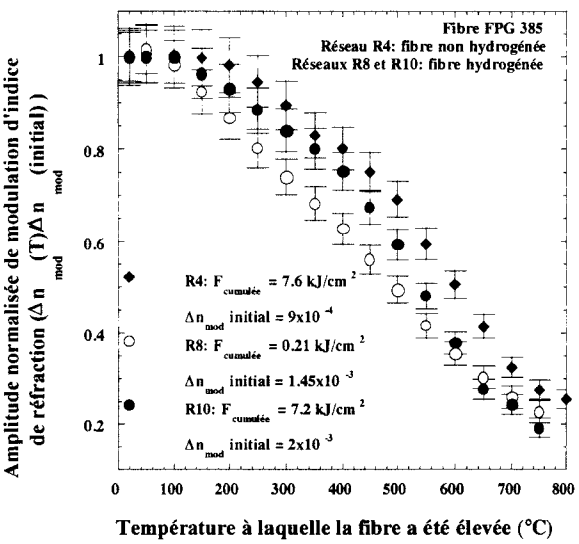


Figure 37 : Comparaison de la stabilité thermique de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre FPG 385 non hydrogénée ou hydrogénée.

2.3.1.3. Discussion

Les courbes représentées sur la figure 32 correspondent à la destruction thermique de réseaux de type I inscrits dans trois fibres germanosilicates non hydrogénées par insolation au moyen du laser à ArF. Les amplitudes initiales de modulation d'indice de réfraction sont comparables, mais les

fluences cumulées utilisées pour inscrire les réseaux sont notablement différentes en raison de la différence de photosensibilité des trois fibres. L'écart significatif qui apparaît entre les stabilités des réflectivités de ces réseaux peut résulter de la différence de nature entre les trois fibres ou (et) de la différence entre les conditions d'insolation. La fluence cumulée qu'il a été nécessaire d'utiliser pour inscrire les réseaux semble constituer un paramètre pertinent qui conditionne la stabilité des réseaux. Ce paramètre est bien sûr lié à la concentration de l'oxyde de germanium contenu dans le cœur des fibres. En effet, les courbes relatives aux réseaux R1, R3 et R5 (inscrits dans des fibres présentant des concentrations différentes d'oxyde de germanium) sont significativement différentes. La stabilité thermique des réseaux augmente avec la fluence cumulée qu'il a été nécessaire d'utiliser pour atteindre une amplitude initiale donnée de modulation d'indice de réfraction (R1 : 0,2 kJ/cm^2, R3 : 5,3 kJ/cm^2, R5 : 17,3 kJ/cm^2). Les graphes présentés sur la figure 33 correspondent à la destruction de deux réseaux inscrits dans une fibre non hydrogénée. Les insolations ont été réalisées selon des fluences cumulées différentes mais voisines (5,3 kJ/cm^2 pour le réseau R3 ; 7,6 kJ/cm^2 pour le réseau R4). La stabilité thermique de la réflectivité du réseau R4 est légèrement supérieure à celle du réseau R3, la différence entre les deux graphes se situe en limite de précision de la mesure.

Récemment, B. Poumellec[93] a proposé un modèle qui étaye nos observations. L'hypothèse principale de ce modèle consiste à supposer que le chemin de réaction correspondant à l'effacement du réseau (sous l'effet du chauffage) est identique à celui qui est relatif à l'écriture.

Ecriture : $A \xrightarrow{k_1} B$ avec $k_1 = k_1^{\,0} \cdot e^{-\left(\frac{E_1}{k_B \cdot Te}\right)}$ **(46)**

Dans cette expression, *Te* représente la température de la fibre lors de l'écriture.

Effacement : $B \xrightarrow{k_{-1}} A$ avec $k_{-1} = k_{-1}^{\,0} \cdot e^{-\left(\frac{E_{-1}}{k_B \cdot T}\right)}$ **(47)**

Les distributions d'énergie d'activation correspondant aux chemins réactionnels inverses sont identiques et égales à la distribution $g(E_1)$. En se plaçant dans l'hypothèse de réactions cinétiques du 1er ordre, B. Poumellec[93] établit l'expression analytique de la concentration des espèces chimiques *B* obtenue après une durée d'insolation t_e puis une durée *t* de chauffage de la fibre à la température *T* (cas où la distribution normalisée *g* peut être représentée par une distribution d'Erdogan[33]).

$$\frac{[B(t)]}{[A_0]} = \frac{1 - \frac{\left(k_{-1}^{0} \cdot t\right)^{\frac{T}{T_0}} \cdot e^{-\left(\frac{\Delta E}{k_B \cdot T_0}\right)}}{(k_1 \cdot t_e)}}{1 + \left(k_{-1}^{0} \cdot t\right)^{\frac{T}{T_0}} \cdot e^{-\left(\frac{\Delta E - E_0}{k_B \cdot T_0}\right)}} \qquad \textbf{(48)}$$

Dans cette expression, T_0 a la même signification que dans la relation **(40)** et $\Delta E = E_{-1} - E_1$.

L'expression **(48)** montre que lorsque la photosensibilité n'est pas saturée[v], la stabilité du réseau augmente avec la durée d'insolation et la température à laquelle la fibre est maintenue lors de l'exposition au rayonnement UV. Lorsque la durée de l'insolation est prolongée de façon à saturer la photosensibilité de la fibre, $t_e \rightarrow \infty$, l'expression **(48)** tend assymptotiquement vers celle proposée par T. Erdogan et *al.*[33] Le modèle développé par B. Poumellec est en bon accord avec nos observations (paragraphe 2.2.1). Cependant, des expériences complémentaires d'étude de la stabilité thermique de réseaux de Bragg caractérisés par des valeurs initiales de Δn_{mod} différentes de plusieurs ordres de grandeurs doivent être réalisées sur des réseaux inscrits dans une fibre unique. Il sera ainsi possible de préciser la dépendance de la stabilité des réseaux en fonction d'un seul paramètre (la fluence cumulée) et ceci sur une large plage de variation de ce paramètre.

Les expériences de destruction thermique de réseaux inscrits dans les fibres hydrogénées conduisent à des **conclusions similaires** à celles qui se déduisent des destructions thermiques des réseaux inscrits dans les fibres non hydrogénées : les stabilités thermiques de réseaux de même réflectivité inscrits dans des fibres dopées par des concentrations différentes d'oxyde de germanium peuvent s'avérer différentes (figure 35). La stabilité de la réflectivité des réseaux augmente avec la fluence cumulée utilisée pour procéder à l'inscription (figure 36). Le modèle de B. Poumellec[93] peut rendre compte de cette observation. Il faut toutefois noter qu'il est nécessaire de comparer les stabilités de la réflectivité de réseaux inscrits par des fluences cumulées différentes d'au moins un ordre de grandeur pour être en mesure d'observer des différences sensibles entre leur stabilité.

La stabilité thermique d'un réseau écrit dans une fibre hydrogénée (λ_p = 193 nm) est plus faible que celle d'un réseau écrit dans une fibre non traitée et ceci même lorsque l'amplitude de

[v] Dans ce modèle, la saturation de la photosensibilité correspond à l'épuisement de tous les chemins réactionnels et en particuliers à ceux dont l'énergie d'activation est la plus importante. Ce type de saturation ne doit pas être confondu avec la saturation de la réflectivité du réseau.

modulation initiale d'indice de réfraction du réseau écrit dans la fibre hydrogénée est le double celle du réseau écrit dans la fibre non traitée (cas des réseaux R4 et R10). Un résultat analogue a été établi dans le cas d'inscriptions effectuées au moyen de lasers continu ou à impulsion de longueur d'onde 244 nm[32,95,96]. Si la durée de l'insolation de la fibre hydrogénée est prolongée de façon à ce que la saturation de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction soit atteinte (cas du réseau R10), la stabilité de la réflectivité du réseau augmente, elle reste cependant inférieure à celle d'un réseau inscrit dans la fibre non hydrogénée.

La différence entre les stabilités thermiques de réseaux inscrits dans des fibres hydrogénées et non hydrogénées peut s'interpréter en supposant que les espèces chimiques responsables des changements d'indice de réfraction sont différents dans les deux cas. Une confirmation de cette hypothèse est fournie par I. Riant et *al.*[79]. En effet, ces auteurs ont inscrit des réseaux dans des fibres hydrogénées (λ_p =248 nm, fibres placées 15 jours dans une enceinte contenant de l'hydrogène à une pression de 170 bar). Ils ont ensuite enregistré l'évolution de la réflectivité des réseaux soumis à des élévations thermiques en fonction de la durée du chauffage (méthode isotherme). En appliquant le modèle prédictif développé par T. Erdogan[33], I. Riant et *al.* montrent qu'il est nécessaire pour rendre compte de leurs observations d'introduire **deux distributions** d'énergie d'activation et **non pas une** comme c'est le cas lorsque l'on considère des réseaux inscrits dans les fibres non hydrogénées[33]. Cette conclusion est en bon accord avec des expériences effectuées par T. Tsai et *al.*[64]. Ces auteurs ont insolé des fibres non chargées en hydrogène et chargés en hydrogène au moyen d'impulsions lumineuses en provenance d'un laser à KrF (λ_p = 248 nm). En utilisant la spectroscopie de résonance de spin, ils ont enregistré l'évolution de trois défauts paramagnétiques [Ge(E'), Ge(1) et Ge(2)] en fonction de la fluence cumulée incidente sur la fibre. Ils montrent ainsi que la croissance de la concentration des défauts Ge(E') est parfaitement corrélée à celle de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction et ceci aussi bien dans les fibres chargées en hydrogène que dans les fibres non traitées. Ils ont ensuite procédé à des expériences de destructions thermiques de réseaux de Bragg (méthode isotherme) inscrits dans des fibres hydrogénées et non hydrogénées dans lesquelles la fibre, rechargée en hydrogène, est soumise à une élévation thermique modérée ($\approx$ 100°C). Ils mesurent l'évolution de la réflectivité des réseaux mais aussi celle de la concentration des centres Ge(E') (ces centres sont transformés en GeH selon la réaction Ge(E') + 0,5 H_2 → GeH). Ils ont enfin réalisé des mesures similaires dans des fibres non rechargées en hydrogène. Ils interprètent le résultat de leurs expériences en supposant que le changement d'indice de réfraction induit **dans les fibres hydrogénées provient de la formation des espèces Ge(E'), GeH et X** (espèce diamagnétique non

identifiée). Dans les **fibres non hydrogénées, l'espèce GeH n'est bien sûr pas créée** par l'insolation, si bien que le changement photoinduit d'indice de réfraction provient principalement de la formation des centres Ge(E'). Ainsi T. Tsai et *al.* expliquent l'augmentation de la photosensibilité des fibres qui résulte de l'hydrogénation par une plus grande efficacité de formation des centres Ge(E') et par la création de l'espèce GeH. Ils supposent donc que Δn dépend linéairement des concentrations [*Ge(E')*], [*GeH*] et [*X*] suivant la relation (**49**).

$$\Delta n = k_{Ge(E')} \cdot [Ge(E')] + k_{GeH} \cdot [GeH] + k_X \cdot [X] \qquad (49)$$

Ils ont déterminé les valeurs numériques des coefficients de proportionnalité :

$$k_{Ge(E')} = 6x10^{-23}\ cm^{-3}\ ;\ k_{Ge(E')} = 4{,}5x10^{-23}\ cm^{-3}$$

Récemment, au laboratoire, C. Dalle a étudié l'évolution de la concentration de l'espèce chimique GeH en fonction de la durée de l'insolation, puis sa stabilité thermique lors d'une destruction thermique isochrone. A cet effet, elle a insolé le cœur d'un de lame à faces parallèles découpée dans une préforme (BPG 693) au moyen d'impulsions lumineuses en provenance d'un laser de longueur d'onde 244 nm (F = 140 mJ/cm^2). La transmission de lame hydrogénée (15 jours à P = 100 bar et T = 23°C) d'épaisseur e = 100 μm était analysée après une rafale d'impulsions (ou après un cycle de chauffage lors de la destruction isochrone) au moyen d'un spectromètre à transformée de Fourier. Le cœur de la lame était éclairé par le flux lumineux d'une source à spectre large, la région spectrale analysée s'étend de 580 cm^{-1} à 5 200 cm^{-1}. Il était ainsi possible d'enregistrer l'évolution du pic qui se situe à 2 185 cm^{-1}, attribué à l'espèce chimique GeH. Les principales conclusions qui peuvent se déduire de cette étude sont les suivantes. L'intensité du pic situé à 2 185 cm^{-1} croît très rapidement au début de l'insolation, puis n'évolue plus sensiblement après qu'une fluence cumulée égale à 2,8 kJ/cm^2 ait insolé la fibre. La stabilité thermique de l'espèce chimique GeH est notablement plus faible que celle de Ge(E'). En effet, le pic d'absorption de nombre d'onde 2 185 cm^{-1} est réduit d'un facteur 3 après le palier d'élévation thermique de 500°C alors que T. Tsai et *al.*[105] ont montré que la présence des défauts paramagnétiques Ge(E') n'était plus détectée par spectrométrie RPE après le palier à 650°C. A 450°C, la concentration des centres Ge(E') a chuté d'environ 20 %. Si l'on admet que les espèces chimiques formées par l'insolation d'un verre germanosilicate hydrogéné avec des rayonnements de longueur d'onde 244 nm ou 193 nm sont identiques, ces différents résultats expérimentaux permettent de formuler une interprétation cohérente de nos observations : les réseaux

fabriqués dans les fibres hydrogénées sont moins stables que ceux inscrits dans les fibres non traitées car une espèce chimique (GeH) moins stable que Ge(E') apporte, au début de l'insolation, une contribution non négligeable à la modulation d'indice de réfraction. Lorsque l'insolation est prolongée au-delà d'une certaine fluence cumulée, l'espèce chimique GeH n'est plus formée, les autres espèces plus stables thermiquement continuent à être créées si bien que la stabilité de la réflectivité du réseau augmente avec la durée de l'insolation.

2.3.2. Eléments de comparaison de la stabilité thermique de la réflectivité des réseaux inscrits à l'aide d'un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde 193 nm ou 244 nm

2.3.2.1. Echantillons

Réseau	Fibre	[GeO_2]	Hydrogène	Nombre de tirs	Densité d'énergie (mJ/cm^2)	Longueur du réseau (mm)	$\Delta n_{mod\ initial}$	Longueur d'onde de Bragg (nm)	λ_p (nm)	Type du réseau
R11	BPG 286	7% mol	non	2 100	430	2.1	$3{,}1 \times 10^{-4}$	1160	244	I
R12	FPG 385	6% mol	Oui	200 000	200	0,5	$1{,}8 \times 10^{-3}$	1538,1	244	I

Tableau 5 : Caractéristiques initiales des réseaux inscrits à l'aide du laser émettant un rayonnement impulsionnel de longueur d'onde 244 nm.

Le tableau 5 regroupe les caractéristiques des réseaux de Bragg, utilisés afin de comparer la stabilité thermique de la réflectivité de réseaux inscrits par des lasers à impulsions de longueur d'onde λ_p = 193 nm ou λ_p = 244 nm. Les réseaux inscrits à l'aide du laser de longueur d'onde égale à 193 nm ont été réalisés à l'aide du montage à masque de phase (paragraphe 2.3.1.iii, chapitre I). Le dispositif interférométrique à miroir de Lloyd (paragraphe 2.3.1.ii, chapitre I) a été utilisé pour inscrire les réseaux avec le laser émettant une radiation de longueur d'onde égale à 244 nm.

La fibre portant la mention hydrogénée a été conservée dans l'enceinte contenant de l'hydrogène sous pression (100 bar) pendant 1 mois à température ambiante. La destruction thermique isochrone du réseau inscrit dans cette fibre a été réalisée 2 mois après l'inscription du réseau, celui ci étant stocké, à température ambiante, à l'air libre.

2.3.2.2. *Résultats expérimentaux*

Les réseaux R1 (λ_p = 193 nm) et R11 (λ_p = 244 nm) sont deux réseaux de type I inscrits dans une fibre BPG 286 non hydrogénée. La valeur initiale de Δn_{mod} correspondant au réseau R1 est du même ordre de grandeur que celle du réseau R11 ($5{,}9 \times 10^{-4}$ pour le réseau R1 inscrit avec le laser à ArF ; $3{,}1 \times 10^{-4}$ pour le réseau R11 inscrit avec le laser de longueur d'onde 244 nm). Les fibres ont été insolées avec des fluences cumulées différentes (R1 : 0,2 kJ/cm^2, R11 : 0,9 kJ/cm^2). Les nombres d'impulsions et les densités d'énergie par impulsion utilisés pour inscrire les réseaux sont rappelés dans le tableau 5.

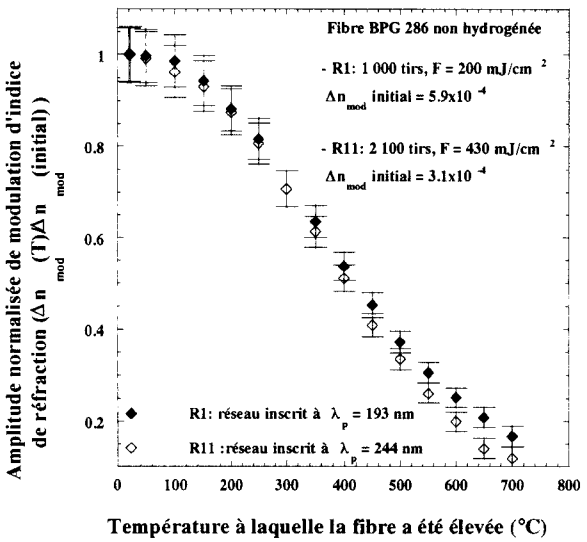


Figure 38 : Comparaison de la stabilité thermique de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre BPG 286 non hydrogénée par des radiations de longueur d'onde 193 nm ou 244 nm.

Les réseaux ont été détruits selon le protocole présenté au paragraphe 5.2 du chapitre I. L'évolution de $\Delta n_{mod}(T)/\Delta n_{mod\ initial}$ est représentée sur la figure 38 en fonction de la température à laquelle la fibre est portée.

L'examen de la figure 38, indique que les évolutions de la modulation normalisée d'indice des deux réseaux sont similaires. Elles sont monotones et décroissantes en fonction de la température. Pour les températures les plus élevées (> 350°C), la modulation normalisée d'indice de réfraction du réseau R1 (inscrit à la longueur d'onde 193 nm) conserve une valeur légèrement supérieure à celle du réseau R11. La différence devient significative devant l'incertitude de mesure au-delà de 550°C.

Une section de fibre FPG 385 (6 % mol de germanium) a été hydrogénée pendant 1 mois, deux réseaux ont été inscrits dans cette fibre : R10 par une radiation de longueur d'onde λ_p = 193 nm et R12 par une radiation de longueur d'onde λ_p = 244 nm. Les valeurs initiales des amplitudes de modulation d'indice de réfraction ont été rendues aussi proches que possible en ajustant la fluence cumulée (R10 : 7,2 kJ/cm^2; R12 : 40 kJ/cm^2). Les évolutions des amplitudes normalisées de modulation d'indice de réfraction des réseaux R10 et R12 sont représentées sur la figure 39 en fonction de la température à laquelle les fibres ont été portées. La modulation d'indice de réfraction

est une fonction monotone décroissante de la température. Bien que, quelle que soit la température à laquelle les fibres ont été portées, les barres d'incertitude représentées sur les deux courbes de la figure 35 se coupent, il apparaît que la courbe caractérisant le réseau R12 se trouve systématiquement en dessous de celle correspondant au réseau R10.

2.3.2.3. Discussion

A l'examen des figures 38 et 39 et compte tenu des conclusions du paragraphe précédent, il apparaît que la stabilité thermique des réseaux de type I inscrits par un rayonnement de longueur d'onde 193 nm est légèrement supérieure à celle de réseaux inscrits par une radiation de longueur d'onde 244 nm (à condition que les fluences cumulées reçues par les fibres soient équivalentes. Cette conclusion semble s'appliquer aussi bien pour les fibres hydrogénées que pour les fibres non traitées. Les cinétiques des changements d'indice de réfraction induits par des insolations à des longueurs d'onde de pompe égales à 193 nm ou 244 nm sont différentes. Pour cette raison, les conditions d'insolation correspondant à l'égalité des fluences cumulées incidentes sur la fibre se traduisent par une réflectivité initiale des réseaux inscrits à l'aide du laser à ArF plus grande que celle des réseaux inscrits par la radiation de longueur d'onde 244 nm. Nous ne disposons pas d'une comparaison effectuée sur des réseaux caractérisés par des amplitudes initiales de modulation d'indice de réfraction rigoureusement égales. Cependant, une extrapolation des résultats présentés sur les figures 38 et 39 effectuée à l'aide des figures 33 et 35 permet de conclure à la similarité de la stabilité thermique des réseaux inscrits par l'une ou l'autre des deux sources, à condition que leurs réflectivités initiales soient égales.

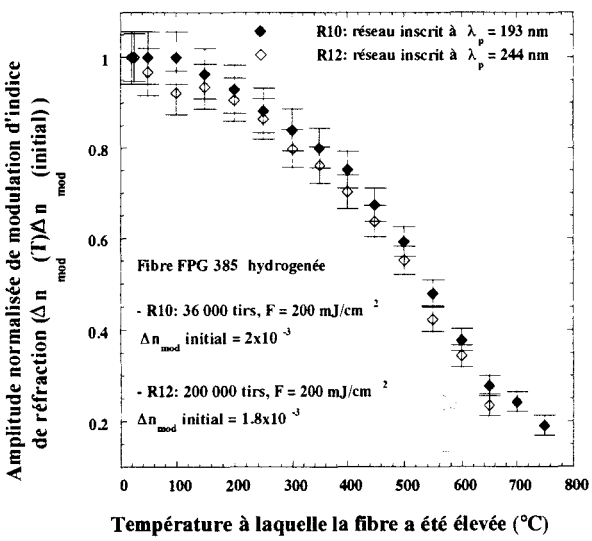


Figure 39 : Comparaison de la stabilité thermique de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre FPG 385 hydrogénée par des radiations de longueur d'onde 193 nm ou 244 nm.

La référence 32 indique que la stabilité thermique de réseaux de Bragg (de type I) inscrits dans une fibre germanosilicate ([GeO_2]= 9 % mol) par un laser de longueur d'onde 244 nm fonctionnant en régime impulsionnel est identique à celle de réseaux de même réflectivité inscrit par un laser continu. Ce point est confirmé par P. Niay et *al.* dans la référence 21.

Notre étude permet donc de conclure que la stabilité thermique des modulations d'indice de réfraction (de réseaux de type I) photoinduites dans les fibres germanosilicates hydrogénées ou non traitées est similaire pour les trois sources à notre disposition (λ_p = 193 nm impulsionnel, λ_p = 244 nm impulsionnel et λ_p = 244 nm continu) à condition que les réflectivités initiales des réseaux soient égales.

La conclusion relative au cas des réseaux inscrits dans les fibres non hydrogénées est cohérente avec celle qui peut se déduire des études de Nishii et *al.*[97,98] et Hosono et *al.*[99]. En effet, ces auteurs ont montré qu'un mécanisme commun est à l'origine des changements d'indice de réfraction induits par des radiations de longueur d'onde 193 nm, 244 nm ou 308 nm : la création de centres GEC par un mécanisme d'absorption à 2 photons, suivie d'une transformation des centres GEC en Ge(E'). La production des centres GEC est d'autant plus efficace que la longueur d'onde du laser de pompe est courte.

3. Les excès de pertes photoinduits

3.1. Les excès de pertes dans le domaine spectral [1 μm - 1,6 μm]

3.1.1. Choix des matériaux et protocole expérimental

La fibre optique que nous avons choisie pour réaliser l'étude est une fibre de dénomination FPG 385. Ses caractéristiques opto-géométriques sont décrites dans le tableau 1. La concentration de l'oxyde de germanium contenu dans le cœur de cette fibre est égale à 6 % mol. Cette valeur se situe dans la gamme des concentrations intermédiaires d'oxyde de germanium contenu dans le cœur des fibres à notre disposition (de 3 % mol à 11,5 % mol de germanium). La longueur d'onde de coupure du mode LP_{11} est égale à 1,2 μm. La fibre n'est donc monomode que dans le domaine spectral correspondant à des longueurs d'onde supérieures à 1,2 μm. Les pertes correspondent donc à des pertes « effectives » (terme choisi par analogie à l'usage du terme indice « effectif » qui désigne l'indice de réfraction associé à la propagation guidée).

Les excès de pertes photoinduits dans la fibre ont été évalués en mesurant l'évolution de la transmission de la fibre qui résulte de l'insolation. Le principe de la mesure est exposé au paragraphe 4.2 du chapitre I. Le schéma du montage optique utilisé à cet effet est représenté sur la figure 28 du chapitre I. La fibre hydrogénée ou non hydrogénée a été insolée successivement par des radiations issues des trois lasers du laboratoire. Le spot incident sur la fibre est uniforme. Dans la gamme spectrale analysée, les excès de pertes sont de l'ordre du cm^{-1}. Par conséquent les fibres ont été insolées sur une longueur de plusieurs centimètres en utilisant une platine à translation qui permet de les déplacer devant le spot du faisceau laser (largeur du spot du laser à excimère ArF = 2,4 cm, largeur du spot du laser à excimère XeCl associé au laser à colorant doublé = 2,5 mm).

3.1.2. Utilisation de la source de longueur d'onde λ_p = 193 nm fonctionnant en régime pulsé

Une fibre de type FPG 385 non hydrogénée a été insolée sur une zone longue de 57,5 mm, à l'aide du laser à excimère ArF (λ_p = 193 nm). La densité d'énergie moyenne par impulsion a été fixée à 180 mJ/cm^2, la fluence cumulée reçue par la fibre a été limitée à 1,8 kJ/cm^2. La variation d'indice de réfraction induite dans ce type de fibre lors de l'inscription d'un réseau de Bragg dans des conditions similaires de fluence cumulée est de l'ordre de $3{,}5 \times 10^{-4}$.

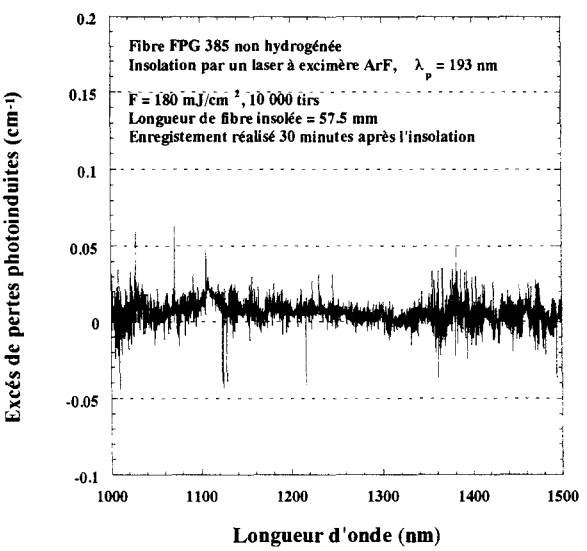


Figure 40 : Excès de pertes induites dans la fibre FPG 385 non hydrogénée par 10 000 impulsions ultraviolettes (λ_p = 193 nm, F = 180 mJ/cm^2).

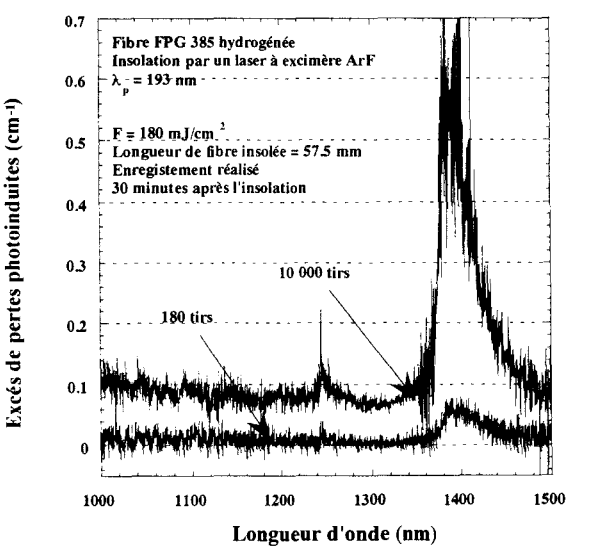


Figure 41 : Excès de pertes induites dans la fibre FPG 385 hydrogénée par 180 et 10 000 impulsions ultraviolettes (λ_p = 193 nm, F = 180 mJ/cm^2).

Le spectre d'excès pertes mesuré après l'insolation est présenté dans la figure 40. Une

limitation en capacité du système d'acquisition nous a conduit à limiter la gamme spectrale d'investigation à l'intervalle [1 μm - 1,5 μm]. La mesure a été effectuée 30 minutes après l'insolation. Le temps d'acquisition d'un spectre de transmission de la fibre est de l'ordre de 30 minutes. Après cette 1ère mesure, un second spectre a été enregistré. La comparaison de ces deux spectres indique que pendant l'intervalle de temps séparant les deux mesures, la transmission de cette fibre n'a pas évolué de manière sensible. Aucune structure spectrale n'apparaît clairement sur la figure 40. Dans ces conditions d'insolation, le niveau d'excès de pertes, comparable au bruit de mesure, reste inférieur à 0,02 cm^{-1} dans toute la gamme spectrale analysée.

Une fibre de type FPG 385 préalablement hydrogénée a été ensuite insolée au moyen du rayonnement délivré par le laser à excimère ArF. Le traitement par de l'hydrogène (P = 100 bar) a duré 1 mois et a été réalisé à température ambiante (chapitre I, paragraphe 6.3). La longueur de fibre insolée a été fixée à 57.5 mm. La fluence cumulée incidente sur la fibre lors d'une première insolation a été limitée à 0,03 kJ/cm^2 (180 tirs). Ces conditions d'insolation conduisent à la même variation d'indice de réfraction ($\Delta n = 4x10^{-4}$) que celle obtenue dans la fibre non hydrogénée insolée avec une fluence cumulée égale à 1,8 kJ/cm^2. La transmission de la fibre a été mesurée 30 minutes après la fin de l'insolation. Un second spectre a ensuite été enregistré. Les deux spectres sont similaires, il n'y a donc pas eu d'évolution de la transmission de la fibre entre ces deux mesures. Une seconde section de cette fibre a ensuite été insolée en portant la fluence cumulée à 1,8 kJ/cm^2. Cette valeur conduit à une variation d'indice de réfraction supérieure à $2x10^{-3}$. La mesure de la transmission de la fibre est réalisée 30 minutes après cette seconde exposition. Deux enregistrements successifs sont réalisés. Leur similitude indique l'absence d'évolution de la transmission de la fibre entre les deux mesures.

Les spectres d'excès de pertes induites dans cette fibre par l'insolation ultraviolette sont représentés sur la figure 41. Le spectre d'atténuation de la fibre a été (dans la zone spectrale étudiée) modifié par l'insolation. L'insolation se traduit par des pertes en excès qui présentent deux structures de bandes bien résolues. La bande d'intensité la plus faible se situe vers 1,24 μm. La deuxième bande d'intensité environ dix fois plus grande que la bande précédente présente un pic d'atténuation vers 1,39 μm. L'excès de pertes mesuré à la longueur d'onde 1,39 μm est de l'ordre de 0,08 cm^{-1} sur le spectre qui correspond à une fluence cumulée égale à 0,03 kJ/cm^2 (le fond d'atténuation est de l'ordre de 0,01 cm^{-1}). L'excès de pertes à 1,39 μm atteint 0.6 cm^{-1} sur le spectre relatif à la fibre insolée par une fluence cumulée égale à 1,8 kJ/cm^2 (le fond d'atténuation est de l'ordre de 0,1 cm^{-1}).

3.1.3. Utilisation de la source de longueur d'onde λ_p = 244 nm fonctionnant en régime pulsé

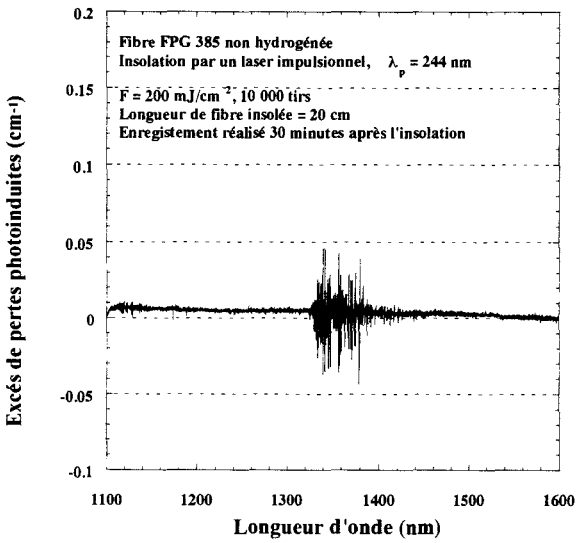


Figure 42 : Excès de pertes induites dans la fibre FPG 385 non hydrogénée par 10 000 impulsions ultraviolettes (λ_p = 244 nm, laser impulsionnel, F = 200 mJ/cm²).

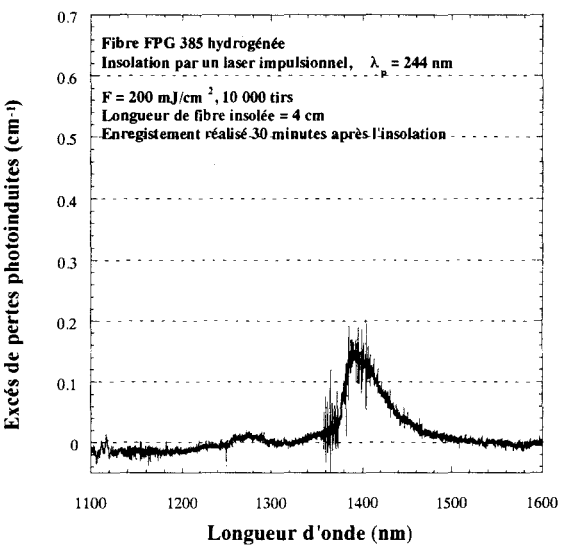


Figure 43 : Excès de pertes induites dans la fibre FPG 385 hydrogénée par 10 000 impulsions ultraviolettes (λ_p = 244 nm, laser impulsionnel, F = 200 mJ/cm²).

Le spectre d'excès de pertes induit par l'exposition d'une fibre de type FPG 385 au rayonnement de longueur d'onde égale à 244 nm issu d'un laser pulsé est représenté sur la figure 42. La gamme spectrale étudiée correspond à [1,1 µm – 1,6 µm]. Le spectre est enregistré 30 minutes après la fin de l'insolation. La fibre de type FPG 385 non hydrogénée a été insolée sur une longueur égale à 200 mm. La densité d'énergie par impulsion a été fixée à 200 mJ/cm^2, la fluence cumulée incidente sur la fibre est égale à 2 kJ/cm^2. La variation d'indice de réfraction photoinduite par une insolation effectuée dans ces conditions est de l'ordre de $8x10^{-5}$[vi]. Aucune structure de bande n'apparaît sur le spectre. Seule une remontée du fond d'atténuation peut être observée du côté des courtes longueurs d'ondes. L'ordre de grandeur des pertes en excès reste inférieur à $5x10^{-3}$ cm^{-1} c'est à dire à l'incertitude de mesure. Le bruit apparent aux environs de 1 350 nm provient d'un léger écart de longueur d'onde entre le spectre de référence et le spectre de transmission de la fibre enregistré après l'insolation. Cet écart est provoqué par un manque de précision du système d'acquisition lorsqu'il est utilisé sur des gammes spectrales étendues.

Une fibre de type FPG 385 préalablement hydrogénée (P = 100 bar à 23°C pendant 1 mois) a

[vi] Pour atteindre une variation d'indice de réfraction de l'ordre de $5x10^{-4}$ dans cette fibre, il est nécessaire de l'insoler par 100 000 impulsions avec une densité d'énergie par impulsion égale à 500 mJ/cm^2. Nous avons donc choisi de comparer des insolations réalisées dans des conditions de fluence cumulée fixées.

ensuite été exposée au rayonnement de longueur d'onde 244 nm issu du laser à colorant doublé pompé par le laser XeCl. L'exposition a été réalisée sur une zone longue de 40 mm dans des conditions telles que la fluence cumulée reçue par la fibre soit égale à 2 kJ/cm^2. La variation d'indice de réfraction induite dans cette fibre par une insolation réalisée dans ces conditions est supérieure à $1x10^{-3}$. Le spectre d'excès de pertes représenté sur la figure 43 a été enregistré 30 minutes après la fin de l'exposition. Deux enregistrements successifs ont montré que la transmission de la fibre n'a pas évolué dans cet intervalle de temps. La valeur des pertes photoinduites reste plus petite que 0,03 cm^{-1} pour les longueurs d'ondes inférieures à 1,33 μm. Comme il apparaît sur la figure 43, les excès de pertes situés à des longueurs d'ondes inférieures à 1,33 μm sont négatifs. Ce résultat provient d'un artefact expérimental lié à une légère variation du signal du rayonnement sonde au cours de la mesure : une seconde insolation, réalisée sur une autre section de fibre a infirmé la présence d'un blanchiment de l'absorption située à des longueurs d'ondes inférieures à 1,33 μm. d'une façon analogue, cette deuxième insolation n'a pas confirmé la présence de la large bande dont le maximum ($\Delta\alpha$ = 0,02 cm^{-1}) se situe vers 1,28 μm. La bande intense dont le pic est centré vers 1,39 μm a été enregistré dans les deux cas. Le maximum d'atténuation introduit par cette bande est de l'ordre de 0,16 cm^{-1}.

3.1.4. Utilisation de la source fonctionnant en régime continu, de longueur d'onde λ_p = 244 nm

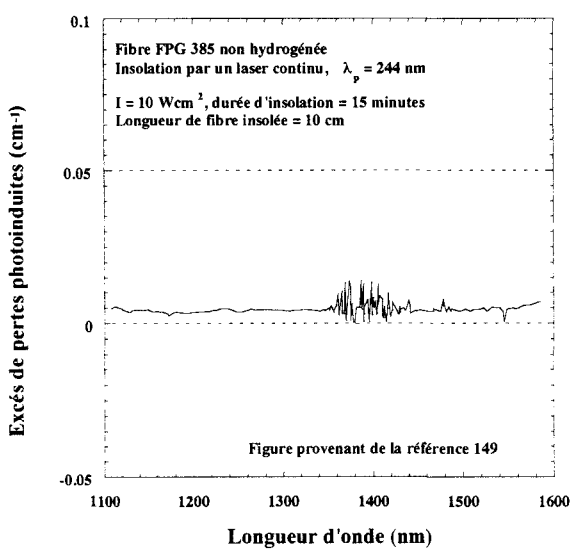


Figure 44 : Excès de pertes induites dans la fibre FPG 385 non hydrogénée par une insolation de durée égale à 15 minutes (λ_p = 244 nm, laser continu, I = 10 W/cm^2).

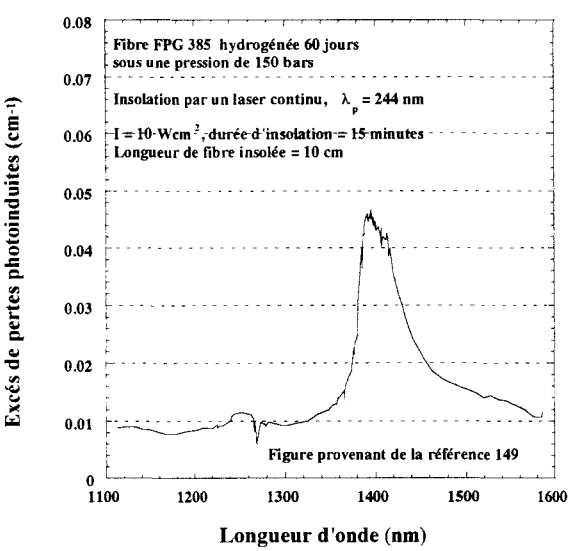


Figure 45 : Excès de pertes induites dans la fibre FPG 385 hydrogénée par une insolation de durée égale à 15 minutes (λ_p = 244 nm, laser continu, I = 10 W/cm^2).

Dans cette partie, nous faisons référence aux résultats présentés par S. Boj[31]. Ce dernier a

insolé deux sections de fibre de type FPG 385 longues de 10 cm à l'aide du laser Coherent FRED continu (λ_p = 244 nm).

La première section correspond à une fibre non hydrogénée. Cette fibre a été insolée de façon uniforme avec une densité moyenne de puissance égale à 10 W/cm^2 selon une fluence cumulée égale à 9 kJ/cm^2. Dans ces conditions, l'insolation du cœur de la fibre FPG 385 par un rayonnement ultraviolet induit une variation de l'indice de réfraction du cœur inférieure à $5x10^{-5}$. Le spectre d'excès de pertes mesuré par S. Boj[31] est représenté sur la figure 44. Le fond continu d'excès de pertes est de l'ordre de 0,005 cm^{-1} sur la gamme spectrale [1,1 μm – 1,6 μm].

La seconde section est constituée par une fibre FPG 385 qui a été préalablement hydrogénée à une pression de 150 bar pendant une durée de 60 jours. Cette fibre a été insolée de façon uniforme avec une densité de puissance de 10 W/cm^2 selon une fluence cumulée de 9 kJ/cm^2. La variation d'indice de réfraction du cœur d'une fibre hydrogénée FPG 385 créée par une insolation réalisée dans les conditions précédentes est de l'ordre de $1x10^{-3}$. Le spectre d'excès de pertes mesuré dans cette fibre par S. Boj est représenté sur la figure 45. L'excès de pertes reste inférieur à 0,01 cm^{-1} sur la gamme spectrale [1,1 μm - 1,3 μm]. L'amplitude du pic d'absorption induite à 1,39 μm reste limitée à 0,05 cm^{-1}. Aucune autre structure de bande n'est signalée par S. Boj.

3.1.5. Interprétation des résultats

Nous avons évalué les excès de pertes permanents induits, dans la gamme spectrale [1 μm - 1,6 μm] par l'insolation ultraviolette d'une fibre germanosilicate (dopée par 6 % mol d'oxyde de germanium). Pour une fluence cumulée équivalente incidente sur l'échantillon, les excès de pertes photoinduites dans la fibre varient très largement selon les échantillons et la source de rayonnement utilisée. L'ensemble des conditions d'insolation sont rassemblées dans le tableau 6.

Les figures 40 et 42 permettent de comparer les excès de pertes induits par des insolations de la fibre non hydrogénée réalisées à l'aide de lasers émettant des impulsions lumineuses de longueur d'onde 193 nm ou 244 nm. Les insolations ont été réalisées avec des fluences cumulées sensiblement égales. L'aspect du spectre dépend peu de la longueur d'onde de pompe ; il s'apparente à un fond continu dont l'amplitude décroît lorsque la longueur d'onde augmente, sans structure de bande particulière. Il apparaît par contre une différence significative entre les niveaux du fond continu d'excès de pertes (0,02 cm^{-1} pour λ_p = 193 nm et 0,006 cm^{-1} pour λ_p = 244 nm). La figure 44

correspond au spectre d'excès de pertes induit, dans une fibre FPG 385 non hydrogénée, par le rayonnement du laser ultraviolet fonctionnant en régime continu (FRED). La fluence cumulée reçue par la fibre est égale à 9 kJ/cm^2. Cette valeur est supérieure à celle utilisée lors des insolations réalisées à l'aide des lasers impulsionnels, le fond continu d'excès de pertes est inférieur à celui relevé sur les spectres présentés sur les figures 40 et 42.

	FPG 385 non hydrogénée			**FPG 385 hydrogénée**			
	Fluence cumulée	**Δn**	**Fond d'atténuation**	**Fluence cumulée**	**Δn**	**Fond d'atténuation**	**Δα mesuré à λ = 1,4 μm**
λ_p = 193 nm laser à impulsions	1,8 kJ/cm^2	3,5x10^{-4}	0,02 cm^{-1}	0,03 kJ/cm^2 1,8 kJ/cm^2	4x10^{-4} 2x10^{-3}	0,01 cm^{-1} 0,1 cm^{-1}	0,08 cm^{-1} 0,6 cm^{-1}
λ_p = 244 nm laser à impulsions	2 kJ/cm^2	8x10^{-5}	0,006 cm^{-1}	2 kJ/cm^2	1x10^{-3}	Non significatif	0,16 cm^{-1}
λ_p = 244 nm laser continu	9 kJ/cm^2	5x10^{-5}	0,005 cm^{-1}	9 kJ/cm^2	1x10^{-3}	0,01 cm^{-1}	0,05 cm^{-1}

Tableau 6 : Récapitulatif des excès de pertes induits par une insolation ultraviolette dans une fibre FPG 385.

L'origine des excès de pertes créés dans la fibre non hydrogénée n'est pas complètement clarifiée. L'augmentation du fond d'atténuation observé sur les figures 40, 42 et 44 peut être *a priori* attribué à l'augmentation du coefficient de diffusion Rayleigh[vii]. Dans cette hypothèse, la valeur numérique des pertes en excès devrait être cinq fois plus importante à 1 μm qu'à 1,5 μm. Cette loi de dépendance spectrale (loi en $1/\lambda^4$) ne représente pas correctement la légère augmentation du fond d'atténuation observée entre 1,5 μm et 1 μm. Cette conclusion est en accord avec les résultats publiés récemment par M. Janos et *al.*[15]. Ces auteurs signalent que l'insolation de fibres germanosilicates (non hydrogénées et hydrogénées) au moyen d'un spot d'éclairement uniforme en provenance d'un laser à ArF ne modifie pas le coefficient de diffusion de Rayleigh des fibres. La légère augmentation d'indice de réfraction du cœur de la fibre qui résulte des insolations (tableau 6) se traduit par un accroissement de l'intégrale de recouvrement $\eta(V)$ entre le mode fondamental et le cœur de la fibre. Il est difficile d'admettre que cette modification des conditions de guidance puisse se traduire par une baisse de la transparence de la fibre. Une troisième possibilité consisterait à supposer que les excès de pertes mis

[vii] Une telle augmentation pourrait provenir d'une modification de structure ou de composition chimique provoquée par l'insolation.

en évidence dans le domaine infrarouge proviennent d'une aile d'une bande d'absorption créée par l'insolation dans le domaine visible ou le proche ultraviolet. La structure spectrale des pertes induites dans le visible ou le proche ultraviolet par l'insolation est étudiée dans le paragraphe 3.2. Comme il apparaît sur les figures 46a et 48a, une bande d'excès de pertes dont le pic se situe vers 375 nm apparaît sous l'effet de l'insolation. La corrélation entre le fond continu d'atténuation permanente mesuré dans le proche infrarouge et cette bande d'absorption induite dans le proche UV est difficile à établir en raison de l'évolution spontanée de l'intensité de la bande observée après l'arrêt des tirs (figure 46b). Les bandes d'absorption induites créées dans l'ultraviolet (210 nm < λ < 320 nm) se sont révélées permanentes sur l'échelle de temps (1 heure) avec laquelle les spectres infrarouges ont été enregistrés. A défaut d'autre hypothèse réaliste, il est donc possible d'attribuer une partie des excès de pertes du domaine infrarouge à l'aile des bandes ultraviolettes. Dans le paragraphe 3.3, nous étudions l'évolution des excès de pertes ultraviolettes en fonction de la fluence cumulée F_c incidente sur une fibre BPG 286 non hydrogénée. Lorsque la longueur d'onde du laser de pompe est égale à 193 nm, les pertes en excès augmentent de façon monotone avec F_c, dans tout le domaine spectral 210 nm - 320 nm. Donc, si l'hypothèse formulée précédemment est correcte, le fond continu d'atténuation mis en évidence dans le domaine [1 μm – 1,6 μm] devrait suivre la même loi de croissance. Un calcul réalisé à partir d'une extrapolation des variations spectrales d'amplitude des bandes d'absorption dans le domaine spectral [210 nm - 320 nm] indique que la contribution des excès de pertes dans cette zone spectrale aux pertes dans la gamme [1 μm – 1,6 μm] reste inférieure à $1x10^{-9}$ cm^{-1} (calcul effectué pour les pertes induites dans un verre hydrogéné par une radiation de longueur d'onde 193 nm). Cette valeur s'avère trop faible pour que sa contribution au fond continu d'atténuation mis en évidence dans le domaine [1 μm – 1,6 μm] soit significative. Le fond continu peut aussi être attribué à la création de pertes en excès photoinduites à des longueurs d'onde inférieure à 190 nm. Les limites de nos dispositifs expérimentaux ne nous ont pas permis de tester cette hypothèse.

Lorsque la longueur d'onde du laser de pompe est égale à 244 nm (régime d'impulsion ou régime continu), la situation s'avère plus compliquée, puisque les évolutions de l'intensité des bandes ultraviolettes s'avèrent très différentes en fonction de F_c selon la bande absorption considérée. Ces évolutions ont été étudiées en décomposant le spectre en une somme de bandes de forme gaussienne. En raison des nombreuses hypothèses formulées pour mener à bien cette décomposition, il ne nous semble pas raisonnable d'extrapoler le résultat de ces calculs pour prédire l'évolution des pertes infrarouges en fonction de la fluence cumulée. La comparaison des niveaux de pertes infrarouges induit par les trois lasers du laboratoire, à changement d'indice de réfraction fixé, passe

nécessairement par la réalisation de nouvelles expériences d'insolation. Il apparaît cependant, à l'examen du tableau 6, que les niveaux des pertes générées par les lasers (laser à impulsions ou laser continu) de longueur d'onde 244 nm sont comparables.

Les spectres d'excès de pertes induits dans les fibres hydrogénées par les insolations ultraviolettes (figures 41, 43 et 45) présentent des structures de bandes caractérisées par un maximum d'absorption situé aux environs de 1,4 μm et une remontée vers 1,24 μm. Contrairement aux excès de pertes transitoires attribués à l'absorption de la molécule H_2 qui surviennent aux environs de 1,24 μm, lorsque de l'hydrogène a diffusé dans le cœur de la fibre (sans toutefois que la fibre soit insolée[63]), ces excès de pertes sont permanents. La bande dont le maximum se situe vers 1,4 μm est en réalité composée de deux bandes d'absorption non complètement résolues. Le maximum d'absorption de la première bande est situé à une longueur d'onde égale à 1,39 μm (bande attribuée à SiOH), celui de la seconde bande (attribuée à GeOH) est situé à 1,41 μm. La dissymétrie de la bande d'excès de pertes par rapport à la longueur d'onde centrale, apparente sur les trois figures, montre que l'intensité de la bande attribuée à GeOH est comparable (quoique légèrement inférieure) à celle attribuée à SiOH. La proximité spectrale des bandes attribuées à ces deux espèces ne permet toutefois pas d'évaluer précisément le rapport de leur concentration. La similitude de l'intensité des deux bandes, alors que la concentration du silicium contenue dans le cœur de la fibre est supérieure à celle du germanium par un ordre de grandeur, montre que la probabilité d'attaque chimique du germanium est supérieure à celle du silicium. Cette conclusion confirme le résultat d'expériences effectuées au laboratoire par C. Dalle au moyen d'un spectromètre d'absorption infrarouge. Le maximum secondaire qui peut être observé vers 1,25 μm sur les figures 41 et 43 est attribué à une autre bande harmonique de la liaison OH. L'épaulement observé vers 1,52 μm sur le spectre représenté su la figure 45 peut être attribué à une bande harmonique de vibration de la liaison SiH[100]. Les intensités des pics d'absorption induits par les insolations réalisées au moyen de chacun des trois lasers sont rassemblées dans le tableau 6. Le niveau des pertes en excès créées vers 1,4 μm par l'insolation effectuée au moyen du laser à ArF est environ quatre fois plus important que celui relevé lorsque l'insolation est réalisée avec le laser à impulsions de longueur d'onde 244 nm. Les fluences cumulées reçues par les fibres sont dans les deux cas comparables (F_c = 2 kJ/cm^2), les changements d'indice de réfraction induits dans ces conditions sont respectivement égaux à $2x10^{-3}$ (λ_p = 193 nm) et $1x10^{-3}$ (λ_p = 244 nm). L'insolation effectuée au moyen du laser continu a été réalisée dans des conditions telles que le changement d'indice de réfraction induit dans la fibre présente le même ordre de grandeur que celui créé par l'insolation réalisée au moyen du laser à impulsions (λ_p = 244 nm). Les niveaux d'excès de pertes en excès vers 1,4 μm sont respectivement égaux à 0,05 cm^{-1} et 0,16 cm^{-1}. Ces résultats montrent qu'il n'existe pas de corrélation

directe entre le niveau des pertes en excès vers 1,4 μm et l'amplitude du changement d'indice de réfraction. Par ailleurs, pour un changement d'indice de réfraction présentant le même ordre de grandeur, les niveaux d'excès de pertes photoinduites dans tout le domaine infrarouge exploré [1 μm - 1,6 μm] sont d'autant plus élevées que la longueur d'onde du rayonnement utilisé pour réaliser l'insolation est basse. Pour des raisons analogues à celles présentées dans le cas des fibres non hydrogénées, il est peu probable que le fond continu d'atténuation apparent sur les figures 41 et 43 provienne des ailes de bandes d'absorption induites dans le visible dont le pic se situe vers 400 nm ; en effet, cette bande se blanchit partiellement spontanément après l'arrêt de l'insolation (figure 44b) alors que le fond d'atténuation semble permanent.

Par ailleurs, en observant les figures 40 et 41, il est possible de comparer les niveaux d'excès de pertes induites dans une fibre insolée par le laser à excimère ArF selon que la fibre a été hydrogénée ou pas. Les fluences cumulées reçues par les fibres ont été ajustées de manière à ce que les insolations conduisent à une variation d'indice de réfraction identique ($\Delta n = 4x10^{-4}$). Il apparaît que le niveau du fond continu d'excès de pertes présente dans les deux cas le même ordre de grandeur. Cependant la bande d'absorption dont le maximum se situe à 1,4 μm est observée dans le spectre d'atténuation de la fibre hydrogénée. Les excès de pertes à cette longueur d'onde se détachent très largement du fond continu, ils atteignent approximativement 0,06 cm^{-1} à 1,39 μm. Par conséquent, selon la longueur d'onde considérée dans le domaine spectral [1 μm – 1,6 μm], le niveau des pertes créées pour induire une variation d'indice de réfraction donnée dans la fibre hydrogénée est supérieur ou comparable à celui induit dans la fibre non traitée.

3.2. Les excès de pertes dans le visible – proche ultraviolet [350 nm – 700 nm]

3.2.1. Protocole expérimental

Comme dans le cas de l'étude des excès de pertes induits dans l'infrarouge, les mesures des excès de pertes créés dans le domaine spectral [350 nm - 700 nm] ont été menées en insolant sur une fibre FPG 385 (6 % mol d'oxyde de germanium) au moyen de radiations issues d'un des trois lasers à notre disposition.

Les excès de pertes induites dans la fibre sont déterminés en mesurant l'évolution de sa

transmission lors de l'insolation. Le schéma du montage optique utilisé à cet effet est représenté sur la figure 28 du chapitre I. Une lampe au xénon a été utilisée pour fournir le rayonnement à spectre large injecté dans la fibre. Le système de détection est constitué d'un réseau holographique concave ($\Delta\lambda$ = 3 nm) et d'une barrette de photodiodes intensifiées. L'acquisition est contrôlée par un système informatisé (OMA system n°1463/1403/1420 de EGG corporation). Le détail du protocole expérimental est présenté au paragraphe 4.2 du chapitre I. Dans la gamme spectrale [350 nm - 700 nm], les excès de pertes sont de l'ordre d'une dizaine de cm^{-1}. Par conséquent, la longueur des sections insolées de fibre a été fixée à 3 mm. Les excès de pertes sont mesurés au cours des insolations. Chaque enregistrement de la transmission des fibres est effectué 1 ms après l'arrivée d'une impulsion lumineuse sur la fibre. Un phénomène d'accumulation de charges électriques dans le système d'amplification provoque une perte de l'information correspondant aux 5 premiers tirs. Les résultats que nous présentons sont donc postérieurs à cet événement.

3.2.2. Utilisation de la source pulsée de longueur d'onde λ_p = 193 nm

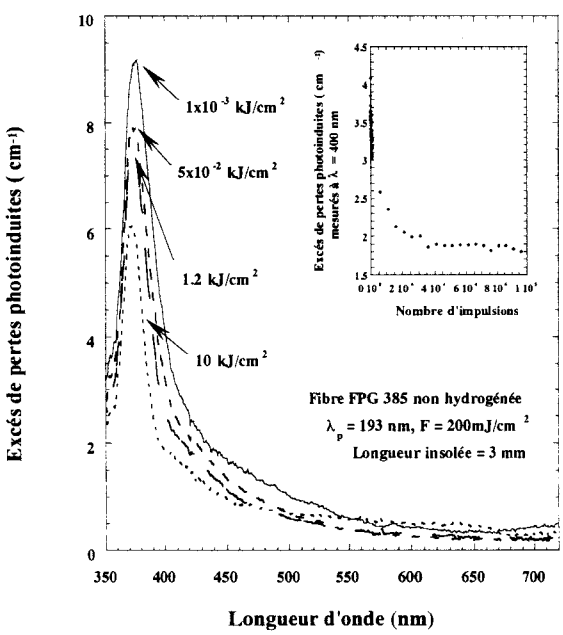


Figure 46a : Evolution des excès de pertes induites dans la fibre FPG 385 non hydrogénée au cours d'une insolation ultraviolette (λ_p = 193 nm, F = 200 mJ/cm²).

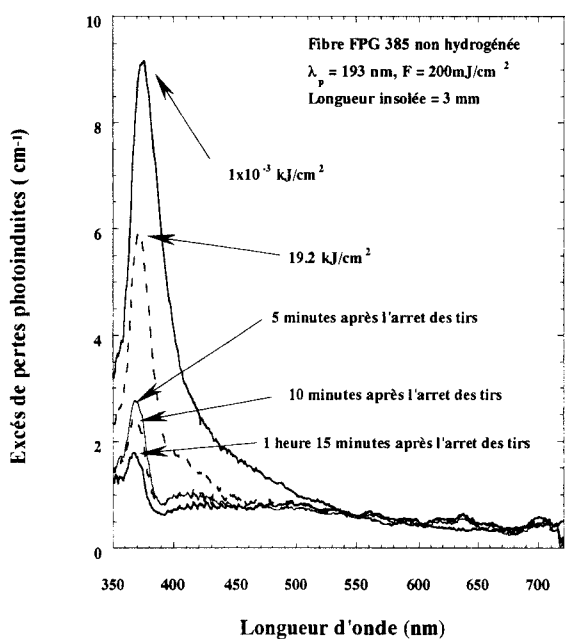


Figure 46b : Evolution des excès de pertes représentés sur la figure 46a après arrêt des tirs.

Les changements provoqués, dans le spectre d'atténuation d'une fibre FPG 385 non hydrogénée, par une insolation réalisée à l'aide du laser à excimère ArF (λ_p = 193 nm) sont présentés sur la figure 46a. La densité d'énergie moyenne par impulsion du laser incidente sur la fibre a été fixée à 200 mJ/cm². L'insolation est stoppée après qu'une fluence cumulée égale à 19,2 kJ/cm² ait été reçue

par la fibre. Les excès de pertes sont mesurés 5 minutes, 10 minutes puis 1 heure 15 minutes après l'arrêt des tirs. Les résultats de ces mesures sont représentés sur la figure 46b.

Le spectre d'excès de pertes induit par les 5 premiers tirs présente une structure caractérisée par un maximum d'absorption situé aux environs de 375 nm (figure 47a). A cette longueur d'onde, le niveau d'excès de pertes est égal à 9 cm^{-1}. Les pertes en excès décroissent de façon monotone lorsque la longueur d'onde augmente [375 nm – 720 nm]. Les excès de pertes induits par les premiers tirs ($1x10^{-3}$ kJ/cm^2) sont progressivement blanchis au cours de l'insolation. Les pertes se stabilisent à une valeur représentée par la courbe correspondant à la fluence cumulée 10 kJ/cm^2. La valeur maximale des pertes en excès est à cet instant égale à 4.5 cm^{-1} à la longueur d'onde 375 nm. Les pertes n'évoluent pas bien que l'insolation soit prolongée jusqu'à une fluence cumulée égale à 19,2 kJ/cm^2. Le faisceau du laser est alors occulté. Comme l'indique la figure 46b, l'excès de pertes au maximum d'absorption chute spontanément à une valeur égale à 2,7 cm^{-1}, 5 minutes après l'arrêt des tirs. Les pertes décroissent ensuite progressivement pour atteindre 1.7 cm^{-1} à la longueur d'onde 375 nm au bout de 1 heure 15 minutes.

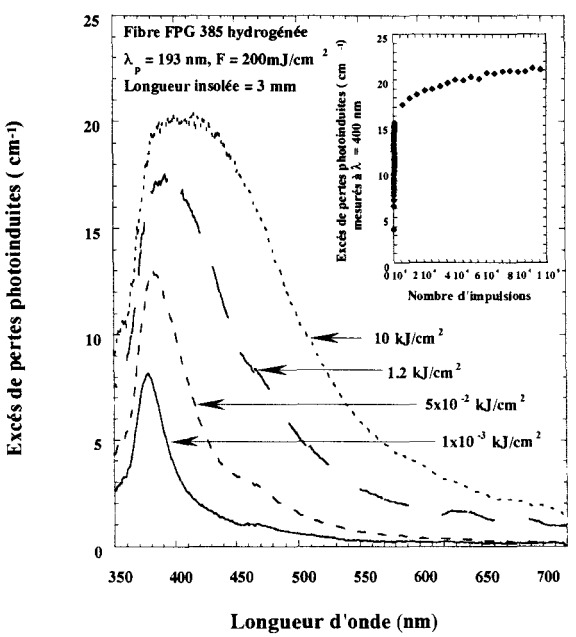


Figure 47a : Evolution des excès de pertes induites dans la fibre FPG 385 hydrogénée au cours d'une insolation ultraviolette (λ_p = 193 nm, F = 200 mJ/cm^2).

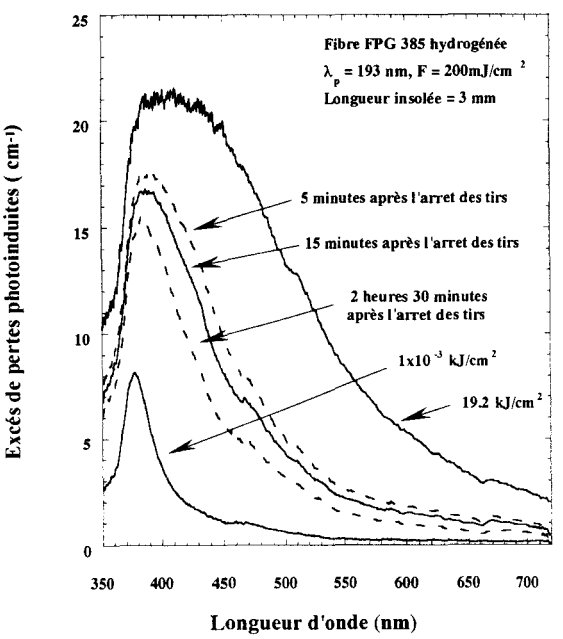


Figure 47b : Evolution des excès de pertes représentés sur la figure 47a après arrêt des tirs.

L'évolution des spectres d'excès de pertes induits par l'insolation d'une fibre FPG 385 préalablement hydrogénée (λ_p = 193 nm) est représentée sur la figure 47a. Le protocole utilisé pour hydrogéner la fibre est décrite au paragraphe 6.3 du chapitre I. La pression de l'enceinte a été fixée à

100 bar. L'insolation de la fibre a été réalisée dans l'heure qui a suivi sa sortie de l'enceinte contenant l'hydrogène. La densité d'énergie par impulsion du laser a été ajustée à 200 mJ/cm^2. L'insolation est stoppée après qu'une fluence cumulée égale à 19,2 kJ/cm^2 ait été reçue par la fibre. Par ailleurs, les excès de pertes ont été enregistrés 5 minutes, 15 minutes et 2 heure 30 minutes après l'arrêt des tirs. Les résultats de ces mesures sont représentés sur la figure 47b.

Le spectre d'excès de pertes enregistré après que 5 impulsions ultraviolettes aient été reçues par la fibre (F_c = 1x10^{-3} kJ/cm^2) présente une allure générale semblable à celui relevé dans la fibre non hydrogénée insolée par une fluence cumulée équivalente : le spectre est caractérisé par un pic d'absorption situé à 375 nm ($\Delta\alpha_{max}$ = 8 cm^{-1}). Une structure de plus faible intensité est apparente du coté des longueurs d'onde supérieures à 375 nm. Elle se manifeste par un léger décrochement de la courbe , centré vers 470 nm. Lorsque l'insolation est prolongée au-delà d'une fluence cumulée égale à 1x10^{-3} kJ/cm^2, l'évolution du spectre d'excès de pertes correspondant à la fibre hydrogénée s'avère totalement différente de celle enregistrée dans la fibre non hydrogénée. En effet, comme il apparaît sur la figure 47a, les pertes en excès mesurées dans l'intervalle spectral [350 nm – 720 nm] augmentent rapidement au début de l'insolation (N < 6 000 impulsions). Puis, lorsque l'insolation est prolongée au-delà de 6 000 impulsons, la vitesse de croissance des pertes en excès[viii] diminue, si bien que la valeur du maximum des pertes en excès n'augmente plus que de 1 cm^{-1} lorsque la fluence cumulée passe de 10 kJ/cm^2 ($\Delta\alpha_{max}$ = 20 cm^{-1}) à 19,2 kJ/cm^2 ($\Delta\alpha_{max}$ = 21 cm^{-1}). A mesure que la fluence incidente sur la fibre augmente, le pic d'excès de pertes s'élargit. Ainsi par exemple, lorsque F_c atteint 10 kJ/cm^2, le spectre d'excès de pertes est « plat » entre 385 nm et 425 nm ($\Delta\alpha_{max}$ = 20 cm^{-1}). Lorsque l'insolation est stoppée (F_c = 19,2 kJ/cm^2), les pertes en excès diminuent progressivement et la largeur du pic d'absorption décroît. 2 heures 30 minutes après la fin de l'insolation, les pertes maximales (aux environs de 375 nm) sont égales à 15 cm^{-1}.

3.2.3. Utilisation de la source de longueur d'onde λ_p = 244 nm fonctionnant en régime continu

Les spectres d'excès de pertes représentés sur la figure 48 ont été enregistrés lors de l'insolation d'une fibre de type FPG 385 à l'aide du laser continu Coherent FRED (λ_p = 244 nm). La densité de puissance moyenne du laser a été fixée à 43 W/cm^2. La zone spectrale concernée par la

[viii] Voir l'encart de la figure 47a dans lequel est représentée l'évolution des pertes en excès à 400 nm.

mesure s'étend de 350 nm à 720 nm. La fluence cumulée constitue le paramètre de l'étude.

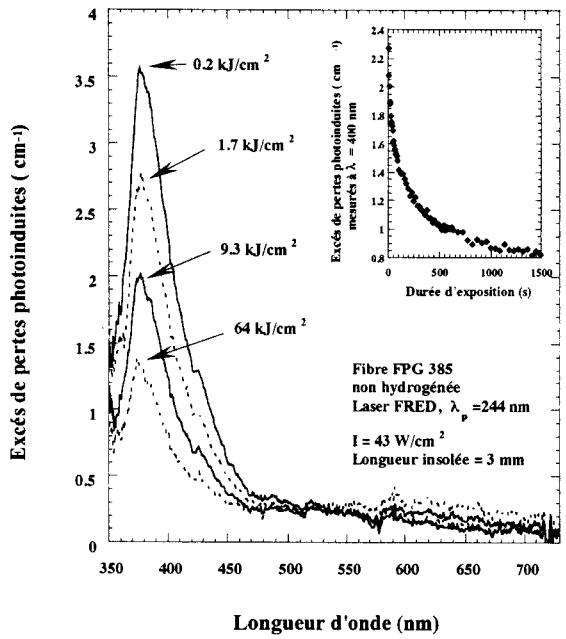


Figure 48 : Evolution des excès de pertes induites dans la fibre FPG 385 non hydrogénée au cours d'une insolation ultraviolette (λ_p = 244 nm, laser continu, I = 43 W/cm^2).

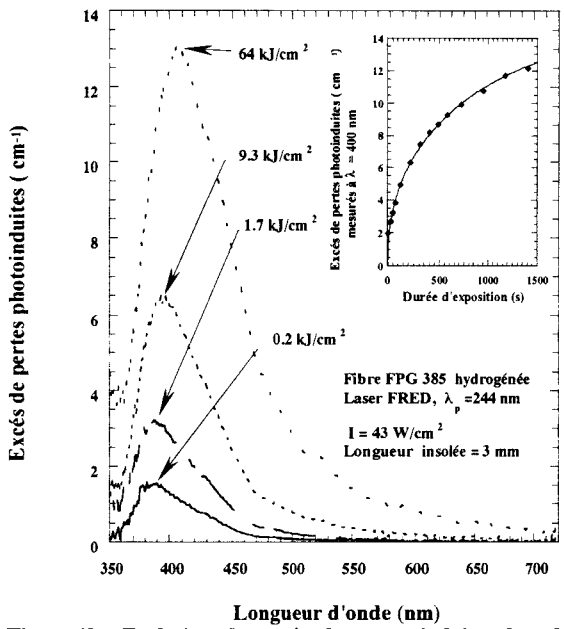


Figure 49 : Evolution des excès de pertes induites dans la fibre FPG 385 hydrogénée au cours d'une insolation ultraviolette (λ_p = 244 nm, laser continu, I = 43 W/cm^2).

Comme il apparaît sur la figure 48 (et sur l'encart de cette figure), la dépendance des pertes en excès en fonction de la longueur d'onde et leur évolution en fonction de la fluence cumulée sont semblables à celles relevées lors de l'insolation de la fibre correspondante réalisée à l'aide du laser à ArF (figure 47a). Le spectre présente un pic intense centré vers 375 nm. Ce pic atteint une valeur maximale ($\Delta\alpha$ = 1,5 cm^{-1}) lorsque la fluence cumulée reçue par la fibre est égale à 0,2 kJ/cm^2. Il décroît ensuite lorsque l'insolation est prolongée au-delà de cette valeur, puis se stabilise à une valeur minimale de 3,5 cm^{-1} pour une fluence cumulée égale à 64 kJ/cm^2. Il existe cependant des différences notables entre les résultats obtenus par les deux types d'insolation. Les niveaux d'excès de pertes portés sur la figure 48 sont significativement plus faibles que ceux de la figure 47a ($\Delta\alpha$ = 3,5 cm^{-1} au lieu de 9 cm^{-1}). La décroissance des pertes en excès en fonction de la fluence cumulée observée lors des insolations effectuées à l'aide du laser continu s'avère plus lente que celles relevées lors des insolations effectuées en régime pulsé. En effet, les pertes induites par l'insolation effectuée avec le laser continu se stabilisent à une valeur minimale pour une fluence cumulée de l'ordre de 64 kJ/cm^2, alors que le régime stationnaire est atteint pour une fluence cumulée d'environ 10 kJ/cm^2 lors des insolations effectuées avec le laser à excimère ArF.

L'évolution des spectres d'excès de pertes induites par l'insolation une fibre de type FPG 385

préalablement hydrogénée effectuée au moyen du laser continu Coherent FRED (λ_p = 244 nm) est représentée en fonction de la fluence cumulée sur la figure 49. Les excès de pertes ont été enregistrés dans la gamme spectrale [350 nm - 720 nm]. L'insolation de cette fibre a été réalisée dans l'heure qui a suivi sa sortie de l'enceinte contenant l'hydrogène sous pression. La densité de puissance du laser a été à nouveau fixée à 43 W/cm^2.

L'allure générale du spectre d'excès de pertes créées par l'insolation effectuée au moyen du laser continu est comparable à celle du spectre qui résulte de l'insolation effectuée au moyen du laser à ArF. Comme cela peut être observé sur la figure 49, une structure de bande présentant un maximum aux environs de 385 nm est visible dès les premiers instants de l'insolation ($\Delta\alpha_{385\,nm}$ = 3,5 cm^{-1}, F_c = 0.2 kJ/cm^2). Le maximum de cette structure se déplace, au cours de l'insolation, pour se situer aux environs de 410 nm lorsque la fluence cumulée atteint 64 kJ/cm^2 ($\Delta\alpha_{410\,nm}$ = 3,5 cm^{-1}, F_c = 64 kJ/cm^2). Bien que les pertes augmentent de façon monotone avec la durée d'insolation sur toute la gamme spectrale étudiée, leur évolution est beaucoup plus lente que celle qui a été mesurée lors des insolations réalisées avec le laser à ArF. L'évolution des pertes en excès mesurées à λ_s = 400 nm est montrée sur l'encart de la figure 49. Ces données ont été représentées au moyen d'une relation analytique [relation **(50)**] grâce à un ajustement par une méthode de moindres carrés non linéaire.

$$\Delta\alpha_{400nm} = \Delta\alpha_0 \cdot \left(1 - e^{-\left(\frac{t}{\tau}\right)^{0.5}}\right) \qquad \textbf{(50)}$$

Les paramètres correspondant à l'ajustement sont : $\Delta\alpha_0$ = 18,2 ± 0,8 cm^{-1} et τ = (1 121 ± 145) s^{-1}.

L'évolution spontanée des spectres représentés sur les figures 48 et 49 n'ont pas été étudiées.

3.2.4. Utilisation d'une source pulsée de longueur d'onde λ_p = 244 nm

Les spectres d'excès de pertes induits dans une fibre germanosilicate lors d'une insolation uniforme réalisée à l'aide d'un laser à impulsions émettant un rayonnement de longueur d'onde égale à 244 nm sont représentées sur la figure 50. La fluence cumulée reçue par la fibre constitue le paramètre du réseau d'abaques. La concentration de l'oxyde de germanium contenu dans le cœur de

cette fibre est égale à 11,5 % mol. La densité d'énergie moyenne par impulsion est égale à 200 mJ/cm^2. Cette fibre n'a pas été hydrogénée préalablement. Les mesures présentées sur cette figure sont extraites du mémoire de thèse de E. Fertein[84].

Les pertes en excès sur la gamme spectrale [400 nm – 600 nm] évoluent de façon monotone avec la longueur d'onde. Elles sont d'autant plus importantes que la longueur d'onde est basse. On peut remarquer que les pertes augmentent pendant les premiers temps de l'insolation (fluence cumulée < 3,2x10^{-3} kJ/cm^2). Puis ces pertes décroissent au fur et à mesure que la durée de l'insolation augmente.

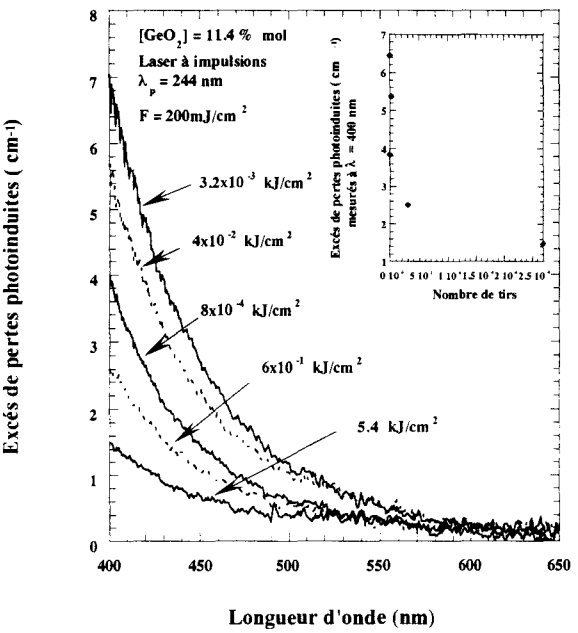


Figure 50 : Evolution des excès de pertes induites dans la fibre FPG 385 non hydrogénée au cours d'une insolation ultraviolette (λ_p = 244 nm, laser impulsionnel, F = 200 mJ/cm^2).

3.2.5. Discussion

Fibres non hydrogénées

L'allure des spectres d'excès de pertes enregistrés dans la gamme spectrale [350 nm - 720 nm] ne dépend pas du choix du laser utilisé pour procéder aux insolations (λ_p = 193 nm, laser à impulsions ; λ_p = 244 nm, laser continu). La valeur numérique des pertes en excès est simplement notablement plus importante lorsque l'insolation est réalisée avec le laser à ArF. Les spectres sont caractérisés par un pic d'atténuation centré vers 375 nm. A notre connaissance, l'existence de ce pic d'atténuation n'a jamais été signalée dans la littérature scientifique[ix]. En l'absence de données correspondant à λ < 400 nm[x], il n'est pas possible d'affirmer l'existence du pic dans le spectre induit

[ix] E. Fertein ne disposait pas, à l'époque où il a effectué ses mesures d'une lampe spectrale adaptée (lampe à xénon) lui permettant de disposer d'un flux lumineux, à des longueurs d'ondes inférieures à 400 nm, suffisant pour que les mesures soient significatives.

[x] V.B. Neustreuv[85] indique que les excès de pertes créés dans le domaine visible par insolation d'une fibre germanosilicate sont très stables. Nos expériences permettent d'aboutir à une conclusion contraire (figure 46b).

par l'insolation effectuée au moyen du laser à impulsions de longueur d'onde 244 nm. Cependant, la similitude des formes des spectres enregistrés entre 400 nm et 650 nm laissent penser qu'il s'agit là d'une hypothèse vraisemblable. Comme il apparaît sur les figures 46a, 48 et 50, les évolutions des spectres avec la fluence cumulée incidente sur la fibre sont similaires. Quel que soit le laser utilisé pour insoler la fibre, les premiers instants de l'insolation provoquent un excès de pertes très important qui se blanchit progressivement à mesure que l'insolation se prolonge. Le choix du laser de pompe a une influence sur la cinétique du phénomène qui s'avère plus rapide lorsque le laser fonctionne en régime d'impulsions qu'avec le laser continu.

Comme le montre les relations de Kramers-Kronig[14], la formation photoinduite d'un spectre d'excès de pertes se traduit toujours par une modification de l'indice de réfraction du matériau. La contribution du spectre d'excès de pertes du domaine visible à la modulation d'indice de réfraction créée lors de l'inscription d'un réseau de Bragg s'avère très faible. En effet, toutes nos expériences ont montré que l'arrêt de l'insolation par le système de franges ne modifie pas de façon sensible la réflectivité du réseau ($\Delta n_{mod} < 1x10^{-5}$), alors que comme il apparaît à l'examen de la figure 46b l'arrêt de l'insolation se traduit par un blanchiment quasi total du spectre d'excès de pertes du domaine visible. L'arrêt de l'insolation par le système de franges se traduit par contre par une légère translation de la longueur d'onde de Bragg du réseau vers les courtes longueurs d'ondes. Un déplacement égal à 0,01 nm est couramment mesuré à la fin de l'inscription du réseau dans une fibre hydrogénée. Ce déplacement peut trouver son origine dans une diminution de la température de la fibre mais aussi dans le blanchiment d'un excès de pertes tels que ceux présentés sur les figures 46b et 47b. Nous avons évalué le changement d'indice de réfraction provoqué par le blanchiment du spectre des figures 46b et 47b. La variation d'indice de réfraction attribuée au blanchiment, après l'arrêt des tirs, du spectre d'excès de pertes représenté sur la figure 46b a été estimée à $-7x10^{-7}$ (fibre non hydrogénée). Dans le cas de la fibre hydrogénée, la variation d'indice de réfraction est de l'ordre de $-1,1x10^{-5}$. L'ordre de grandeur de la variation d'indice de réfraction liée au blanchiment du spectre d'excès de pertes de la fibre hydrogénée est compatible avec le déplacement de la longueur d'onde de Bragg du réseau à la fin des tirs. Dans le cas de la fibre non hydrogénée, le blanchiment des excès de pertes dans le domaine visible correspond à un déplacement de la longueur d'onde de Bragg du réseau inférieur à 0,001 nm, donc imperceptible avec notre précision de mesure.

Les similitudes observées sur les figures 46a, 48 et 50 indiquent que les trois types d'insolation génèrent un défaut (ou des défauts) identiques responsables de l'aspect du spectre d'excès de pertes dans le visible. Nos expériences de spectroscopie d'absorption ne nous ont pas permis d'identifier la

nature de ce défaut. Récemment, J. Nishii et *al.*[97,98] et Hosono et *al.*[99] ont établi que des insolations réalisées avec des lasers à impulsions de longueur d'onde 193 nm ou 248 nm provoquent la formation des mêmes défauts paramagnétiques : des centres GEC [Ge(1) et Ge(2)]. Ces centres se transforment en centres Ge(E') sous l'effet de l'insolation. On pourrait donc penser attribuer le pic d'atténuation centré vers 375 nm à l'un des défauts GEC. Cette hypothèse conduit à un désaccord entre nos résultats expérimentaux et diverses conclusions tirées par d'autres expérimentateurs. En fait, comme il apparaît sur les figures 46, 48 et 50, une insolation prolongée blanchit l'atténuation induite au début de l'insolation, ce qui se traduit par une diminution de la concentration du défaut (ou des défauts) responsable (s) du spectre. T. Tsai et *al.*[65,101] ont utilisé la spectroscopie de résonance paramagnétique de spin pour étudier l'évolution de la concentration de différents défauts paramagnétiques [en particulier Ge(1) et Ge(2)] lors d'insolations de fibres germanosilicates effectuées avec un laser à KrF (λ_p = 248 nm). Les concentrations des défauts Ge(1) et Ge(2) augmentent très rapidement au début de l'insolation[xi], puis se saturent dès que la fluence cumulée reçue par la fibre devient supérieure à 2 J/cm^2. T. Tsai et *al.* ne font pas état d'une décroissance monotone de la concentration de ces défauts avec la fluence cumulée mais bien de l'établissement d'une population stationnaire. Par ailleurs, le défaut responsable du pic d'atténuation centré à 375 nm est instable à température ambiante puisque comme il apparaît sur la figure 46b, les pertes en excès se blanchissent partiellement après l'arrêt des tirs. Les défauts Ge(1) et Ge(2) sont stables à température ambiante.

Fibres hydrogénées

Deux types de sources ont été utilisées pour insoler la fibre préalablement chargée en hydrogène : le laser à ArF (λ_p = 193 nm), le laser continu de longueur d'onde 244 nm. L'aspect des spectres d'excès de pertes générés entre 350 nm et 700 nm, le sens de leur évolution avec la fluence cumulée reçue par la fibre sont indépendant de la nature du laser de pompe. Cette dernière influence simplement la cinétique des phénomènes observés : les évolutions sont considérablement plus rapides (par trois ordres de grandeur environs) lorsque les insolations sont réalisées avec le laser à impulsions de longueur d'onde 193 nm. Au début de l'insolation, les spectres présentent un maximum d'atténuation situé aux environs de 375 nm. Pour une fluence cumulée reçue par la fibre fixée, le spectre d'excès de pertes créé par l'insolation réalisée avec le laser à ArF est plus intense que le spectre généré avec le laser continu. L'intensité du maximum d'atténuation augmente de façon monotone

[xi] Des valeurs typiques des concentrations des défaut Ge(1) et Ge(2) générées par une fluence cumulée reçue par la fibre égale à 2 J/cm^2 sont indiquées par T. Tsai et *al.* : [Ge(1)]=1x10^{18} cm^{-3} et [Ge(2)]=6x10^{17} cm^{-3}.

avec la fluence cumulée reçue par la fibre, le spectre s'élargit et la longueur d'onde à laquelle se situe le maximum d'atténuation se translate vers les grandes longueurs d'ondes.

La similitude entre les spectres créés dans le domaine visible par les deux types d'insolation permet d'émettre l'hypothèse suivante : les insolations de la fibre hydrogénée avec l'une ou l'autre des deux sources génèrent une même espèce chimique qui absorbe dans cette région spectrale. Par ailleurs, on peut noter la similitude entre les spectres formés lors des premiers temps de l'insolation dans les fibres hydrogénées et non hydrogénées. Ainsi, par exemple, il apparaît à l'examen des figures 46a et 47a (insolation effectuée avec le laser à ArF d'une fibre hydrogénée et non hydrogénée) que le maximum d'excès de pertes situé dans les deux cas vers 375 nm est de l'ordre de 9 cm^{-1} lorsque la fluence cumulée reçue par la fibre est égale à 1 J/cm^2 . Les largeurs à mi-hauteur de la bande d'excès de pertes sont dans les deux cas comparables. Il semble donc que l'on puisse supposer que l'espèce chimique conduisant à un maximum d'absorption vers 375 nm est commune aux deux fibres et que l'hydrogénation de la fibre non seulement bloque la réaction de destruction photoinduite de l'espèce mais aussi favorise sa formation sous l'effet de l'insolation. L'instabilité du spectre d'excès de pertes observée après la fin de l'insolation aussi bien dans la fibre hydrogénée que dans la fibre non hydrogénée constitue un argument favorable de cette hypothèse

3.3. Les excès de pertes dans l'ultraviolet

Les niveaux d'atténuation des verres germanosilicates fabriqués par la méthode MCVD peuvent atteindre 500 cm^{-1} dans la gamme spectrale [190 nm – 260 nm]. Pour effectuer les mesures d'excès de pertes dans le domaine spectral [210 nm – 320 nm], nous avons donc choisi d'utiliser le cœur de fines lames de préforme MCVD d'épaisseur comprise entre 50 et 100 µm. Plusieurs articles ont montré que les spectres d'atténuation du cœur de lames découpées dans des préformes, dans l'ultraviolet, sont similaires à ceux des fibres correspondantes[102, 103]. Les lames à faces parallèles ont été découpées dans une partie d'une préforme de référence BPG 286 dopée à 7 % mol en oxyde de germanium.

Le montage expérimental utilisé pour mesurer l'évolution des spectres de pertes en excès sous l'effet d'une insolation ultraviolette (λ_p = 193 nm ou 244 nm) est décrit sur la figure 27. Les excès de pertes sont déterminés, dans le domaine spectral analysé, en mesurant l'évolution de la transmission des lames de préforme lors de leur insolation. A cet effet, le rayonnement sonde à spectre large dans

l'ultraviolet est délivré par une lampe au deutérium. L'intensité de ce faisceau sonde est détectée après traversée de la lame, pendant toute la durée de l'insolation par le faisceau de pompe. Le système de détection est constitué d'un réseau holographique concave (intervalle spectral résolu : $\Delta\lambda = 3$ nm) et d'une barrette de photodiodes intensifiées. L'acquisition est contrôlée par un système informatisé (OMA system n°1463/1403/1420 de EGG Corporation). Le détail du protocole expérimental est présenté au paragraphe 4.2, chapitre I. Chaque enregistrement de la transmission des lames de préforme est effectué 1 ms après occultation du faisceau de pompe.

3.3.1. Utilisation de la source laser émettant une radiation de longueur d'onde égale à 193 nm (régime impulsionnel)

Les quatre spectres de la figure 51 ont été enregistrés lors de l'insolation uniforme du cœur de lames de préforme BPG 286 à l'aide d'un faisceau lumineux délivré par le laser à excimère ArF ($\lambda_p = 193$ nm). La densité moyenne d'énergie par impulsion incidente sur le cœur de la lame a été fixée à 100 mJ/cm^2. Les lames n'ont pas été préalablement hydrogénées. L'épaisseur des lames a été choisie égale à 100 microns. La zone spectrale concernée par la mesure s'étend de 210 nm à 320 nm. La fluence cumulée reçue par l'échantillon insolé constitue le paramètre de l'étude.

Le niveau des pertes en excès croît de façon monotone dans la gamme spectrale [210 nm - 320 nm] au cours de l'insolation. La croissance, rapide au début de l'insolation, ralentit très nettement lorsque la fluence cumulée atteint 5 kJ/cm^2. Le niveau d'excès de pertes est maximal aux environs de la longueur d'onde 225 nm et vaut alors 200 cm^{-1}. L'évolution de l'excès de pertes à cette longueur d'onde est représentée en fonction de la fluence cumulée (F_c) dans l'encart de la figure 51. Ces données ont été représentées au moyen de la relation analytique **(51)** grâce à un ajustement par une méthode de moindres carrés non linéaire.

$$\Delta\alpha_{225\,nm} = \Delta\alpha_0 \cdot \left(1 - e^{-\left(\frac{F_c}{\tau}\right)^{0.2}}\right) \qquad \textbf{(51)}$$

Les paramètres de l'ajustement sont : $\Delta\alpha_0 = 259 \pm 2$ cm^{-1} et $\tau = (3 \pm 0{,}5)$ cm^2/kJ.

Le niveau des pertes en excès enregistrées dans la gamme spectrale 300 nm – 320 nm prend une valeur maximale après les premiers tirs. Il atteint par exemple 40 cm^{-1} vers 300 nm. Lorsque

l'insolation est prolongée au-delà de 5 tirs, l'évolution du niveau de pertes n'est pas significative devant l'incertitude de mesure [$d(\Delta\alpha) \pm 5\ cm^{-1}$].

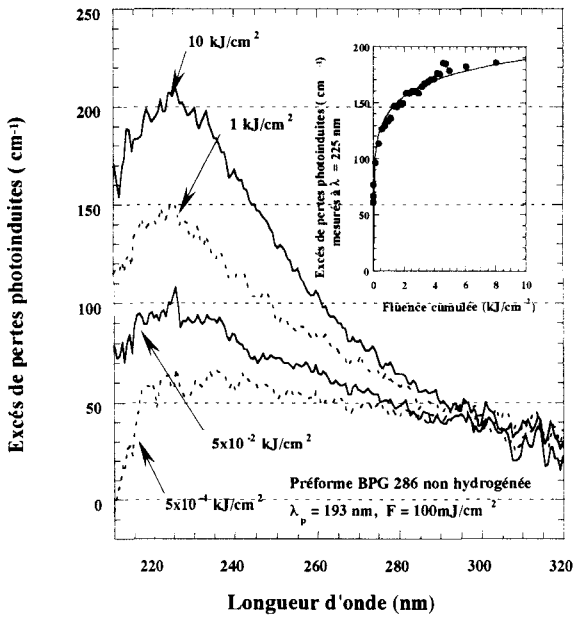


Figure 51 : Evolution des excès de pertes induites dans une lame de préforme BPG 286 non hydrogénée au cours d'une insolation ultraviolette (λ_p = 193 nm, F = 100 mJ/cm²).

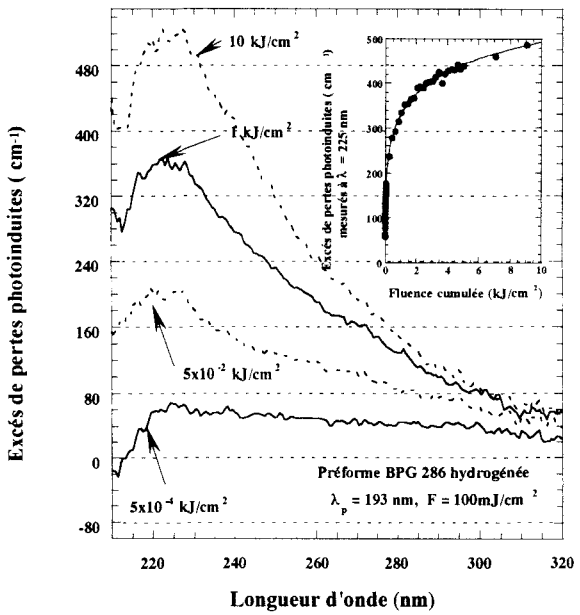


Figure 52 : Evolution des excès de pertes induites dans une lame de préforme BPG 286 hydrogénée au cours d'une insolation ultraviolette (λ_p = 193 nm, F = 100 mJ/cm²).

L'évolution des spectres d'excès de pertes induites par insolation (λ_p = 193 nm) du cœur d'une lame de préforme BPG 286 préalablement hydrogénée est représentée sur la figure 52. La préforme a été stockée à température ambiante pendant un mois dans une enceinte contenant de l'hydrogène à la pression de 100 bar. L'insolation de la lame a été achevée dans l'heure qui a suivi sa sortie de l'enceinte contenant l'hydrogène (durée de l'insolation = 55 minutes)[xii]. La densité d'énergie par impulsion du laser a été fixée à 100 mJ/cm². La figure 52 présente quatre spectres d'excès de pertes enregistrés respectivement après que la lame ait reçu les fluences cumulées {$5x10^{-4}$ kJ/cm², $5x10^{-2}$ kJ/cm², 1 kJ/cm² et 10 kJ/cm²}. Le niveau des pertes en excès enregistrées dans la zone spectrale [210 nm – 320 nm] croît de façon monotone avec la fluence cumulée reçue par la lame. Pour une fluence cumulée égale à 10 kJ/cm², il est maximal à la longueur d'onde 230 nm ($\Delta\alpha$ = 520 cm^{-1}). La croissance des pertes en excès à cette longueur d'onde est représentée en fonction de la fluence cumulée dans l'encart de la figure 52. Cette croissance a été représentée par la fonction analytique **(52)**

[xii] La durée caractéristique correspondant à la désorption de l'hydrogène sur une distance l = 25 µm (demi-épaisseur de la lame) est égal à $\frac{l^2}{4 \cdot D} \approx 19$ heures à température ambiante (D représente le coefficient de diffusion de l'hydrogène dans la silice pure).

grâce à un ajustement réalisé par une méthode de moindres carrés non linéaire. Les paramètres correspondants à l'ajustement sont : $\Delta\alpha_0 = (780 \pm 3)$ cm^{-1} et $\tau = (3 \pm 0{,}5)$ cm^2/kJ. Le niveau des pertes en excès enregistrées dans la gamme spectrale [300 nm – 320 nm] correspondant à une fluence cumulée égale à $5\text{x}10^{-2}$ kJ/cm^2 est significativement supérieure à celle qui a été mesurée après quelques tirs ($5\text{x}10^{-4}$ kJ/cm^2). Il est de l'ordre de 40 cm^{-1} vers 320 nm. Lorsque l'insolation est prolongée au-delà d'une fluence cumulée égale à $5\text{x}10^{-2}$ kJ/cm^2, l'évolution des pertes en excès n'est plus significative dans cette région spectrale devant l'incertitude de la mesure [d($\Delta\alpha$) ± 5 cm^{-1}].

$$\Delta\alpha_{225\,nm} = \Delta\alpha_0 \cdot \left(1 - e^{-\left(\frac{F_c}{\tau}\right)^{0.25}}\right) \qquad (52)$$

3.3.2. Utilisation de la source laser émettant une radiation de longueur d'onde égale à 248 nm (régime impulsionnel)

L'insolation uniforme du cœur de lames de préforme BPG 286 a été réalisée à l'aide du laser à excimère KrF ($\lambda_p = 248$ nm). La densité moyenne d'énergie par impulsion du laser a été fixée à 100 mJ/cm^2. L'épaisseur des lames insolées a été choisie égale à 100 microns. La zone spectrale concernée par la mesure s'étend de 210 nm à 320 nm. Les spectres décrits sur la figure 53 ont été enregistrés lors de l'insolation de lames qui n'ont pas été préalablement hydrogénées.

Le niveau des pertes en excès, sur la gamme spectrale présentée, croît de façon importante au début de l'insolation. Ainsi, les pertes en excès atteignent des valeurs de l'ordre de 84 cm^{-1} à 220 nm et 53 cm^{-1} à 275 nm pour une fluence cumulée égale à $5\text{x}10^{-2}$ kJ/cm^2. Lorsque l'insolation est prolongée au-delà de cette valeur, les excès de pertes dans la zone spectrale [210 nm - 270 nm] diminuent de façon monotone en fonction de la fluence cumulée. Les excès de pertes aux longueurs d'onde 220 nm, 240 nm et 275 nm saturent respectivement à une valeur égale à 65, -30 et 41 cm^{-1} dès que la fluence cumulée incidente sur les lames est de l'ordre de 5 kJ/cm^2. A titre d'illustration, les évolutions des excès de pertes aux longueurs d'onde 220 nm, 240 nm et 275 nm sont représentées en fonction de la fluence cumulée incidente sur la fibre dans l'encart de la figure 53. Le niveau des pertes en excès enregistrées dans la gamme spectrale 300 nm – 320 nm prend une valeur importante après les premiers tirs (30 cm^{-1} vers 300 nm). Le niveau des pertes n'évolue pas de façon significative lorsque F_c passe de $5\text{x}10^{-4}$ kJ/cm^2 à 10 kJ/cm^2.

L'évolution des spectres d'excès de pertes induites par l'insolation du cœur d'une préforme hydrogénée est représentée sur la figure 54. La lame de préforme d'épaisseur égale à 100 microns a été stockée à température ambiante pendant un mois dans une enceinte contenant de l'hydrogène à la pression de 100 bar. L'insolation de la lame a été achevée dans l'heure qui a suivi sa sortie de l'enceinte contenant l'hydrogène. La densité moyenne d'énergie par impulsion incidente sur le cœur de la lame a été fixée à 100 mJ/cm^2.

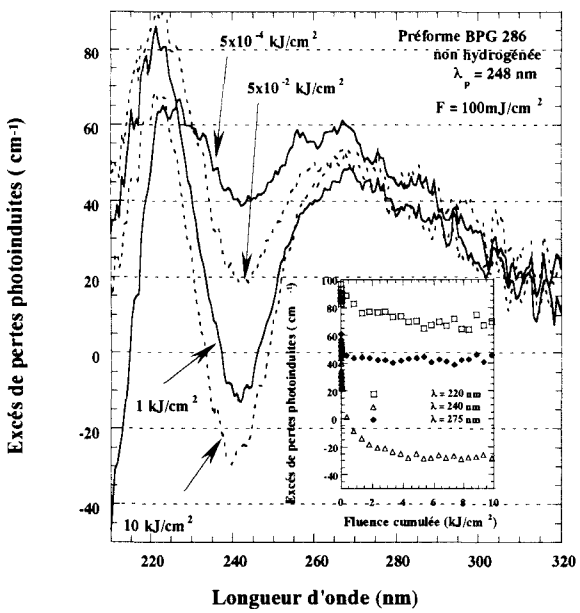


Figure 53 : Evolution des excès de pertes induites dans une lame de préforme BPG 286 non hydrogénée au cours d'une insolation ultraviolette (λ_p = 248 nm, laser impulsionnel, F = 100 mJ/cm^2).

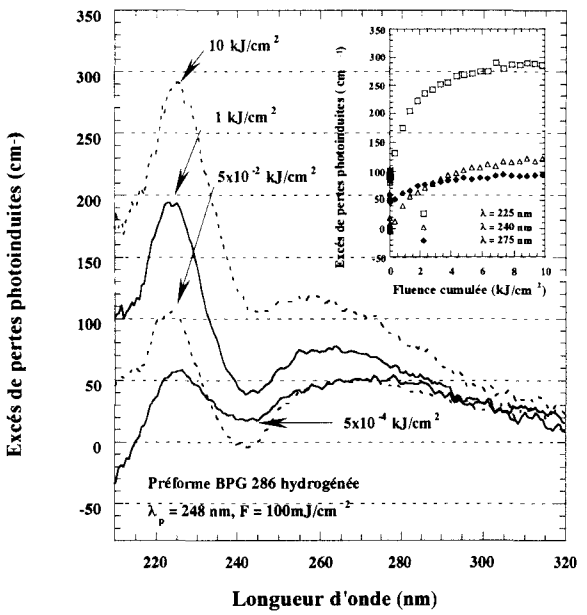


Figure 54 : Evolution des excès de pertes induites dans une lame de préforme BPG 286 hydrogénée au cours d'une insolation ultraviolette (λ_p = 248 nm, laser impulsionnel, F = 100 mJ/cm^2).

Dans la plus grande partie de la zone spectrale explorée, le niveau des pertes en excès augmente de façon monotone avec la fluence cumulée. La région spectrale située aux environs de 240 nm fait exception à cette observation. En effet, le niveau des pertes en excès créées dans cette région spectrale diminue lorsque la fluence cumulée passe de 5x10^{-4} kJ/cm^2 à 5x10^{-2} kJ/cm^2, puis augmente ensuite à mesure que l'insolation se prolonge. Ce comportement est décrit dans l'encart de la figure 54 dans lequel se trouvent représentées les évolutions des niveaux de pertes en excès mesurées aux longueurs d'onde 225, 240 et 270 nm. Les évolutions se saturent lorsque la fluence cumulée atteint 8 kJ/cm^2. Le niveau de pertes en excès est maximal à la longueur d'onde 225 nm et est égal à 290 cm^{-1}, lorsque la saturation est atteinte.

3.3.3. Utilisation de la source laser émettant une radiation de longueur d'onde égale à 244 nm (régime continu)

Le laser continu Coherent FRED (λ_p = 244 nm) a été utilisé pour insoler uniformément le cœur d'une lame de préforme BPG 286 non hydrogénée. L'épaisseur de la lame à faces parallèles a été choisie égale à 100 microns. La densité de puissance moyenne faisceau incident sur le cœur a été fixée à 43 W/cm^2.

Quatre spectres d'excès de pertes, enregistrés sur la gamme spectrale [210 nm - 320 nm], sont représentés sur la figure 55. Ces spectres correspondent à une fluence cumulée incidente sur le cœur de la lame égale 0,2, 1,7, 9,3 et 64 kJ/cm^2. Les pertes en excès sont caractérisées par la présence d'un minimum de pertes aux environs de 240 nm. Les évolutions des niveaux des pertes en excès aux longueurs d'onde 225, 240 et 275 nm sont représentées en fonction de la fluence cumulée dans l'encart de la figure 55. Les excès de pertes dans les régions spectrales éloignées de la bande centrée à 240 nm augmentent de façon monotone avec la fluence cumulée puis saturent à des valeurs de l'ordre de 51 cm^{-1} à 210 nm et 26 cm^{-1} à 265 nm pour des doses supérieures à 30 kJ/cm^2. Comme le montre l'encart de la figure 55, la saturation des excès pertes à la longueur d'onde 265 nm se produit à une fluence cumulée inférieure (F_c = 1 kJ/cm^2) celle qui correspond à la saturation des excès de pertes à la longueur d'onde 275 nm (F_c = 25 kJ/cm^2). L'excès de pertes à 241 nm passe de 5 cm^{-1} au début de l'insolation (F_c = 0,19 kJ/cm^2) à –21 cm^{-1} à la fin de l'insolation (F_c = 64 kJ/cm^2).

Une lame d'épaisseur 100 µm a été hydrogénée selon le protocole décrit dans le paragraphe 6.2 du chapitre I. Quatre spectres d'excès de pertes induites par l'insolation du cœur de cette lame à faces parallèle à l'aide d'un faisceau lumineux délivré par le laser continu (λ_p = 244 nm) sont représentés sur la figure 55. Les fluences cumulées correspondant à ces spectres, la densité moyenne de puissance optique incidente sur le cœur de la lame sont identiques à celles utilisées dans le cas de la figure précédente.

Les pertes en excès présentent une structure qui peut être divisée en bandes spectrales caractérisées par des maxima situés aux environs de 225 nm et 265 nm et un minimum localisé à une longueur d'onde égale à 244 nm. Les évolutions des niveaux de pertes à ces extremums sont représentées en fonction de la fluence cumulée incidente sur le cœur de la lame dans l'encart de la figure 55. Les pertes en excès aux longueurs d'onde 225 nm et 265 nm augmentent de façon

monotone au cours de l'insolation selon une loi de croissance qui s'infléchit fortement au-delà d'une fluence cumulée égale à 30 kJ/cm^2. Les pertes en excès dans la région spectrale centrée à 240 nm commencent à décroître au début de l'insolation (0,2 kJ/cm^2) puis augmentent ensuite de façon monotone.

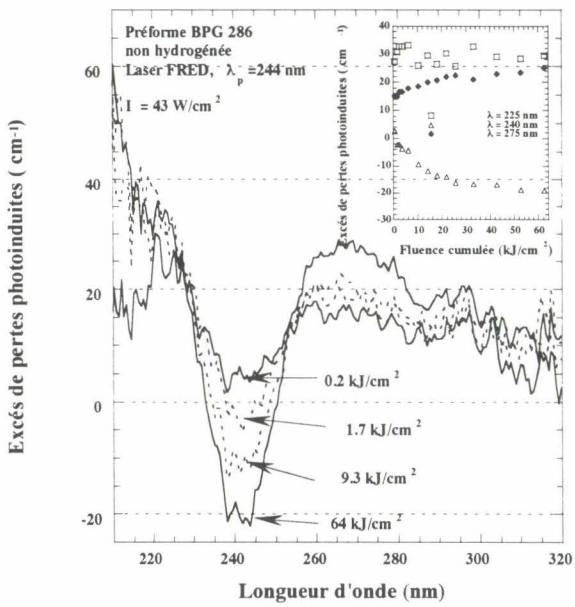


Figure 55 : Evolution des excès de pertes induites dans une lame de préforme BPG 286 non hydrogénée au cours d'une insolation ultraviolette (λ_p = 244 nm, laser continu, I = 43 W/cm^2).

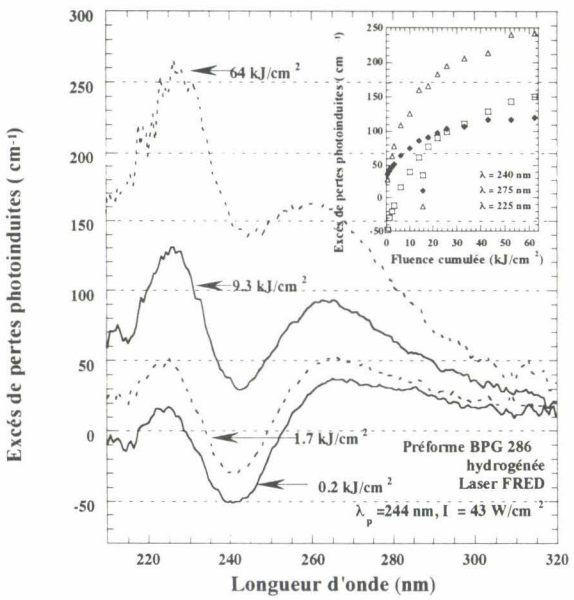


Figure 56 : Evolution des excès de pertes induites dans une lame de préforme BPG 286 hydrogénée au cours d'une insolation ultraviolette (λ_p = 244 nm, laser continu, I = 43 W/cm^2).

3.3.4. Comparaison des pertes en excès induites par les différentes sources

Dans ce paragraphe, nous nous proposons d'effectuer une comparaison phénoménologique des spectres induits dans des lames d'une préforme germanosilicate ([GeO_2] = 7 % mol) par des insolations uniformes de leur cœur au moyen des trois sources lasers du laboratoire. Dans la gamme spectrale analysée [210 nm – 320 nm], la forme des spectres de pertes en excès et leur évolution en fonction de la fluence cumulée reçue par la lame non seulement dépendent de la source utilisée pour l'insoler mais aussi du fait que l'échantillon a été chargé ou non par de l'hydrogène avant son insolation.

Les formes des spectres de pertes en excès créées par les insolations effectuées au moyen d'une radiation de longueur d'onde 248 nm (laser à impulsions) sont similaires à celles des spectres obtenus par insolation au moyen du laser continu (λ_p = 244 nm) et ceci aussi bien dans les échantillons

chargés en hydrogène que dans les échantillons non traités. L'insolation des lames de préforme non hydrogénées se traduit par un blanchiment progressif de la bande d'absorption située vers 240 nm et par l'apparition de pertes en excès dans des régions spectrales situées à des longueurs d'onde supérieures à 250 nm ou inférieures à 230 nm. La cinétique des évolutions spectrales est plus rapide en fonction de la fluence cumulée reçue par le cœur des échantillons et l'amplitude des évolutions spectrales est plus grande lorsque l'insolation est effectuée au moyen du laser à impulsions. Les spectres obtenus par insolation des préformes hydrogénées diffèrent surtout de ceux créés dans les verres non chargés en hydrogène par des amplitudes plus importantes et des pertes en excès qui augmentent de façon monotone au cours de l'insolation.

L'allure des spectres induits lors de l'utilisation du laser à ArF s'avère par contre très différente de celle qui résulte des insolations effectuées avec les lasers de longueur d'onde 244 nm ou 248 nm. Que l'échantillon soit chargé ou non par de l'hydrogène, l'insolation réalisée avec une radiation de longueur d'onde 193 nm n'induit aucun blanchiment de l'atténuation située vers 240 nm. Elle crée des pertes en excès présentant un pic situé vers 225 nm. L'amplitude des pertes augmente avec la durée de l'insolation et s'avère deux fois plus grande dans le matériau hydrogéné que dans le verre non traité. A fluence cumulée égale reçue par l'échantillon, les pertes en excès intégrées sur la zone spectrale analysée sont plus importantes lorsque l'insolation a été réalisée avec le laser à ArF que lorsque les lasers de longueur d'onde 244 nm et 248 nm ont été utilisés pour insoler les échantillons. Ces différentes observations sont en bon accord avec la littérature scientifique. Ainsi, R.M. Atkins et *al.*[30] ont étudié l'évolution de la transmission spectrale de verres germanosilicates hydrogénés qui résulte d'insolations effectuées à l'aide d'un laser à impulsions de longueur d'onde 248 nm. L'insolation provoque une augmentation de l'atténuation sur la gamme spectrale [170 nm – 300 nm] et blanchit totalement la bande d'absorption centrée vers 240 nm. Ils indiquent que le blanchiment de cette bande reste incomplet si le verre n'est pas hydrogéné. A ce stade de notre analyse, nous pouvons simplement faire remarquer que l'insolation du verre non hydrogéné par une fluence cumulée supérieure à 2 kJ/cm^2 (λ_p = 244 ou 248 nm) augmente la transmission initiale du verre aux environs de 240 nm (excès de pertes négatifs). L'insolation du verre hydrogéné (λ_p = 244 ou 248 nm) se traduit par contre par une diminution de la transmission initiale dès que la fluence cumulée reçue par l'échantillon est supérieure à 4 kJ/cm^2. Neustreuv et *al.*[85] ne constatent aucun blanchiment de l'atténuation aux environs de 240 nm lors de l'insolation d'un verre germanosilicate à l'aide d'un rayonnement de longueur d'onde égale à 193 nm. Nous confirmons ce résultat et nous montrons qu'il peut s'étendre au cas de l'insolation d'un verre hydrogéné.

Permanence des pertes en excès

Les spectres présentés sur les figures 51 à 56 ont été enregistrés 1 ms après occultation du faisceau de pompe incident sur le cœur des lames de préforme. Nous avons constaté que la transmission de la partie insolée des lames non hydrogénées n'évolue pas de façon sensible dans la journée qui suit l'insolation par la radiation de pompe [variations d'atténuation de l'ordre de l'incertitude de mesure d($\Delta\alpha$) ± 5 cm^{-1}]. Ce résultat est en bon accord avec les observations publiées dans la littérature[81,84]. Nous n'avons pas procédé à des études de stabilité des spectres d'excès de pertes induits dans les lames chargées en hydrogène. Nous avons simplement observé la stabilité des spectres pendant l'heure qui a suivi la fin de l'insolation. Nous n'avons pas constaté d'évolution sensible dans la zone spectrale [220 nm - 350 nm]. Ce résultat parait surprenant puisque H. Itoh et *al.*[104] signalent que certains défauts paramagnétiques tels que Ge(1) et Ge(2) qui absorbent dans cette zone spectrale sont instable en présence d'hydrogène. Ces défauts sont créés par les trois types d'insolation (paragraphe 3.3.5.2). Il est donc manifestement nécessaire de procéder à des mesures plus approfondies en maintenant les lames de préforme dans une enceinte contenant de l'hydrogène de façon à ce que la concentration du gaz soit constante au cours de la durée d'analyse. A notre connaissance, il n'y a pas eu d'études équivalentes effectuées sur des spectres d'excès de pertes induits dans des verres chargés en hydrogène.

3.3.5. Etude des variations de l'atténuation spectrale d'un verre germanosilicate lors d'insolations ultraviolettes : déconvolution des spectres en Gaussiennes. Application à la détermination de l'évolution des concentrations des différents défauts qui absorbent dans le domaine spectral [4 eV – 6 eV].

3.3.5.1. Introduction et principe de la méthode

Les atténuations spectrales des cœurs de quatre lames de préforme BPG 286 non insolées sont reproduites sur la figure 57a. L'épaisseur de ces lames est de l'ordre de 100 microns. Les échantillons (a) et (b) n'ont pas été hydrogénés, les lames (c) et (d) ont été traitées par de l'hydrogène sous forte pression selon le protocole défini au paragraphe 6.3 du chapitre I (100 bar, 21°C, 15 jours). Ces spectres peuvent être décomposés à l'aide d'une somme de fonctions Gaussiennes dont la variable est l'énergie. Chaque fonction Gaussienne est caractéristique de l'atténuation provoquée par un défaut

identifié ou non. Une opération similaire peut être réalisée pour les spectres enregistrés après que les verres aient été insolés. La forme de la somme des fonctions Gaussiennes utilisées pour représenter l'atténuation spectrale des échantillons correspond à la relation (53).

$$\alpha(E) = \sum_{i=1}^{N} c_i \cdot e^{-4\cdot\ln(2)\cdot\left(\frac{E_i - E}{\sigma_i}\right)^2} \qquad \textbf{(53)}$$

Dans la relation **(53)**, N représente le nombre de fonctions Gaussiennes utilisées pour décrire le spectre de pertes de l'échantillon. Les termes c_i, E_i et σ_i désignent respectivement l'amplitude de $i^{ème}$ fonction gaussienne, l'énergie à laquelle se trouve centrée cette gaussienne et la demi-largeur spectrale de la fonction gaussienne. La demi-largeur spectrale est définie selon la convention utilisée par V.B. Neustruev[85]. Elle correspond à l'énergie pour laquelle la valeur de la fonction gaussienne est approximativement égale à $c_i / 16$. On peut formuler l'hypothèse que le nombre des fonctions Gaussiennes ou que certains paramètres caractéristiques restent constants au cours de l'insolation (par exemple la position E_i et la demi-largeur σ_i) alors que d'autres paramètres (par exemple l'amplitude c_i) évoluent. Si l'on admet que l'amplitude c_i est proportionnelle à la concentration de défauts dont l'absorption est caractérisée par la $i^{ème}$ fonction gaussienne, cette façon de procéder permet de déterminer l'évolution de la concentration des défauts en fonction de la durée d'insolation. La méthode implique cependant une part d'arbitraire. Il est en effet clair que des insolations prolongées peuvent créer des concentrations suffisantes de défauts non identifiés caractérisés par de nouvelles bandes d'absorption qui apportent alors une contribution significative au spectre d'atténuation. Si le nombre de fonctions gaussiennes est fixé dans la décomposition, il devient nécessaire de modifier l'énergie à laquelle elles sont centrées. D'une façon analogue des insolations prolongées peuvent modifier l'environnement des défauts qui absorbent et de ce fait la largeur spectrale σ_i des Gaussiennes. Devant cette situation, nous avons choisi de nous baser sur la description de V.B. Neustreuv[85] des défauts recensés dans les verres germanosilicates et de faire évoluer le moins de paramètres possible. Les énergies de fonctions gaussiennes ainsi que leur demi-largeur sont tirées de cette référence et sont rappelées dans le tableau 6.

D'un point de vue pratique, la représentation de l'atténuation spectrale par la relation **(53)** est réalisée en ajustant la relation aux résultats expérimentaux par une méthode de moindres carrés non linéaire. Les termes c_i, E_i et σ_i ainsi que le nombre N de fonctions Gaussiennes sont les paramètres de l'ajustement. Le nombre des Gaussiennes que nous avons introduites est constant et égal à 7, leur demi-largeur a été choisie constante à l'exception de celle qui correspond à la fonction centrée à

5,41 eV. L'énergie à laquelle sont centrées ces fonctions est constante à l'exception de la bande située aux environs de 5,8 eV dont la position peut constituer un paramètre des ajustements. Dans le tableau 6, le sigle ♣ permet d'identifier les paramètres que nous laissons varier librement lors des ajustements par la méthode des moindres carrés.

Position de la bande Ei (λi)	**Amplitude de la bande c_i (cm^{-1})**	**Demi-largeur σ_i (eV)**
4,41 eV (281 nm)	♣	0,58
4,75 eV (261 nm)	♣	0,49
5,12 eV (242 nm)	♣	0,2
5,41 eV (229 nm)	♣	♣
5,81 eV (213 nm) ♣	♣	0,3
6,2 eV (200 nm)	♣	0,7
7,5 eV (165 nm)	900	1,4

Tableau 7 : Paramètres des composantes gaussiennes utilisées lors des déconvolutions.

3.3.5.2. Résultats des déconvolutions en somme de gaussiennes

Fiabilité de la méthode

Position de la bande Ei (λi)	**Courbe (a) c_i (cm^{-1})**	**Courbe (b) c_i (cm^{-1})**
4,41 eV (281 nm)	2,8	12,8
4,75 eV (261 nm)	1	0
5,12 eV (242 nm)	63,4	46,28
5,41 eV (229 nm)	84,6	86,2
5,81 eV (213 nm)	171,84	134,2
6,2 eV (200 nm)	62,4	100,38

Tableau 8 : Paramètres c_i déduits des ajustements des courbes (a) et (b) par la loi (53).

L'incertitude de mesure sur les spectres représentés sur la figure 57a est de l'ordre de 5%. Cette incertitude résulte principalement de l'incertitude sur la mesure de l'épaisseur de la lame, et de l'incertitude sur la mise en place de l'échantillon sur le banc de mesure. Cette incertitude s'explique par le fait que le cœur de la lame n'est pas parfaitement homogène si bien qu'un déplacement relatif de

la position du faisceau sonde par rapport au cœur se traduit par un spectre légèrement différent. L'écart entre les courbes (a), (b), (c) et (d) reste inférieur à 5 %, par conséquent, il est possible de considérer que la différence qui existe entre les spectres n'est pas significative devant l'incertitude de mesure. On peut noter en particulier que le traitement par de l'hydrogène ne modifie pas le spectre d'absorption des échantillons[xiii].

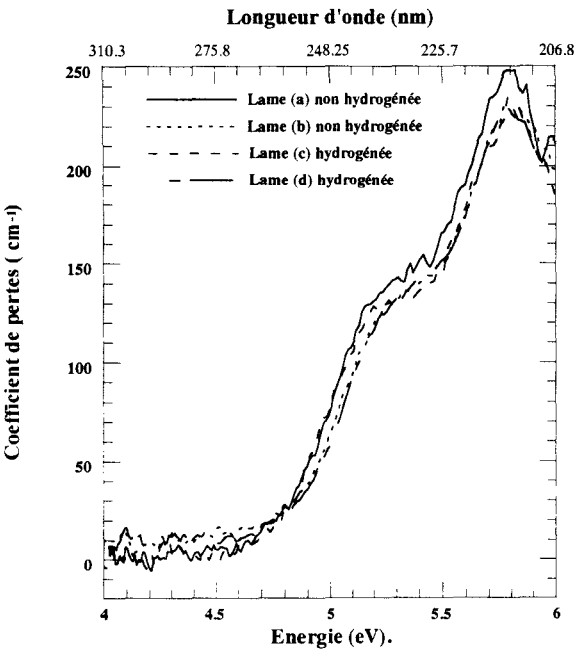


Figure 57a : Spectres d'atténuation du cœur de lames de préforme BPG 286 hydrogénées et non hydrogénées (épaisseur des lames = 100 µm).

Les spectres (a) et (b) ont été ajustés à l'aide de la somme de sept gaussiennes selon la méthode décrite ci dessus. Le spectre expérimental (a) est superposé au résultat de l'ajustement (courbe en trait plein) sur la figure 57b. Nous avons fait figurer sur cette figure les différentes fonctions gaussiennes utilisées pour réaliser l'ajustement (traits en pointillés). Lors de ces ajustements, nous avons fixé la position de la bande située aux environs de 5,8 eV et la demi-largeur de la bande centrée à 5,41 eV en prenant en compte les valeurs numériques publiées par V.B. Neustreuv[85] (5,81 eV et 0,43 eV respectivement). Le tableau regroupe les coefficients c_i obtenus à partir des ajustements réalisés sur les courbes (a) et (b).

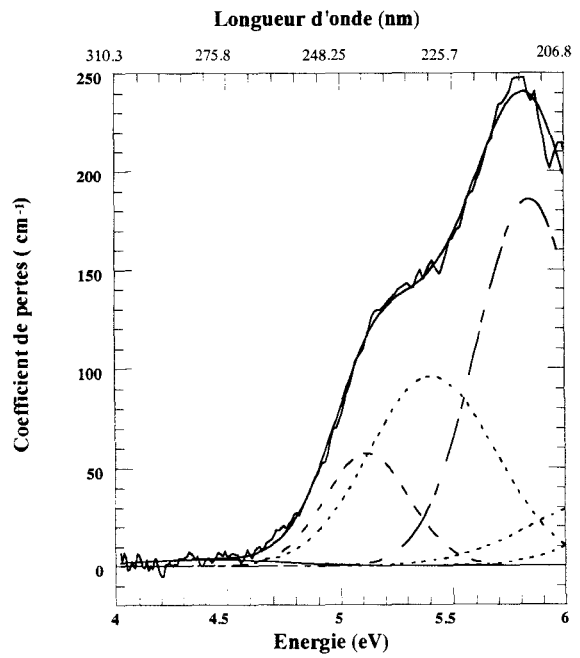


Figure 57b : Décomposition en somme de fonctions gaussiennes du spectres d'atténuation du cœur d'une lame de préforme BPG 286 (en traits pleins : le spectre d'atténuation et l'ajustement par la relation (53), en pointillés : les différentes fonctions utilisées pour réaliser l'ajustement).

Les valeurs des coefficients c_i présentés dans le tableau 7 ne sont pas identiques d'une colonne à l'autre. L'écart entre les valeurs des paramètres c_i peut être important : pour la fonction centrée à 4,41 eV le rapport de ces termes est égal à $c_{(b)} / c_{(a)} = 4,5$.

[xiii] Ce résultat est en accord avec les observations de R.M. Atkins et *al.*[30].

La sensibilité du système à une petite différence entre les spectres d'atténuation provient d'une part du fait que les bandes d'absorption se recouvrent fortement (caractéristique du matériau) et de l'absence de mesures d'atténuation correspondant à énergies supérieures à 6 eV (limite du système de détection). Par conséquent, la corrélation entre les coefficients est forte et une comparaison quantitative des caractéristiques des fonctions gaussiennes obtenues par les ajustements n'est pas significative, dès lors que les mesures d'atténuation ont été réalisées dans des conditions expérimentales telles que le faisceau sonde a été déplacé par rapport au cœur de la lame (c'est en particulier le cas lorsque les mesures portent sur des échantillons différents). Cependant, l'évolution des spectres de transmission d'une lame au cours d'une insolation est uniquement liée aux conditions d'insolation et au traitement éventuel que la lame a subi. Quantifier l'évolution des caractéristiques des fonctions gaussiennes obtenues par ajustement de l'évolution du spectre d'absorption de l'échantillon au cours de l'insolation semble donc significatif.

Présentation des résultats

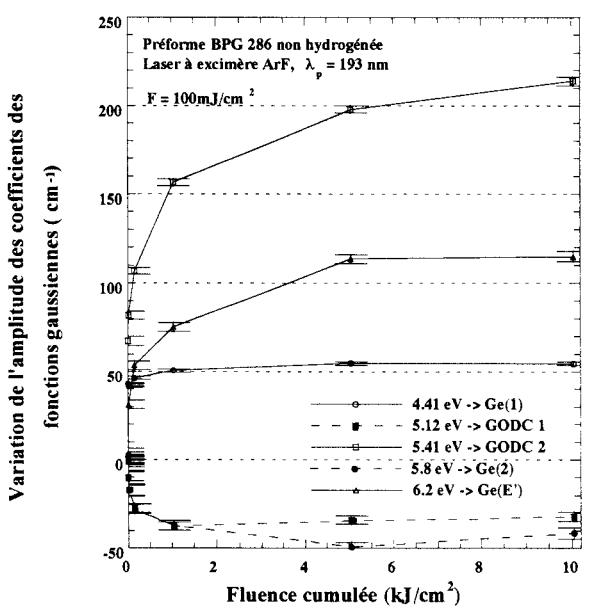


Figure 58a : Evolution, au cours d'une insolation, des paramètres δc_i calculés à partir des ajustements des spectres de la figure 51 avec la relation (53) (lame non hydrogénée, λ_p = 193 nm).

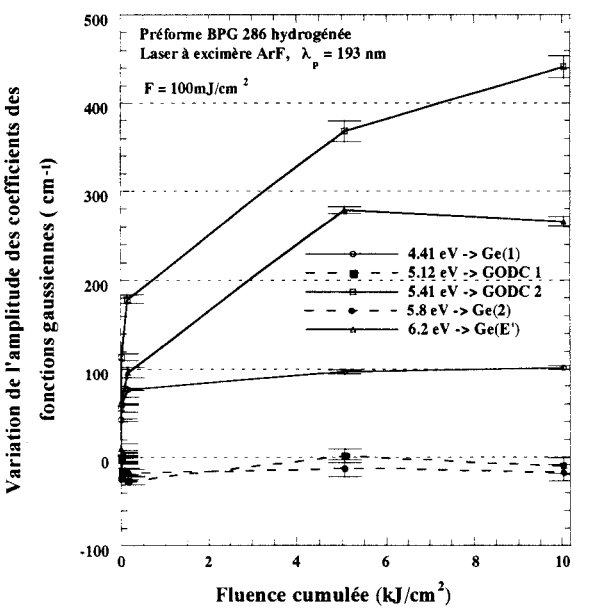


Figure 58b : Evolution, au cours d'une insolation, des paramètres δc_i calculés à partir des ajustements des spectres de la figure 52 avec la relation (53) (lame hydrogénée, λ_p = 193 nm).

Nous présentons dans ce qui suit l'évolution des paramètres c_i qui résultent des ajustements, réalisés sur les spectres d'atténuation de lames de préforme de type BPG 286. Les spectres ont été enregistrés au cours d'insolations réalisées dans différentes conditions expérimentales. De manière à

améliorer la lisibilité des courbes, les valeurs des paramètres c_i obtenues à partir des ajustements réalisés sur les lames non insolées sont soustraites aux valeurs des paramètres correspondants déterminés après une durée d'insolation t. L'étude porte donc sur les variations δc_i des paramètres c_i au cours des insolations.

Par ailleurs, nous focalisons notre attention sur les variations des paramètres c_i qui correspondent aux bandes d'absorption qui ont été attribuées[85] aux centres de défauts Ge(1) (4,41 eV) , Ge(2) (5,8 eV) , GeE' (6,2 eV) et GODC (5,12 eV et 5,41 eV).

Les figures 58a et 58b ont été obtenues par ajustement avec la relation **(53)** des spectres d'atténuation mesurés lors des insolations réalisées à l'aide du laser à excimère ArF (λ_p = 193 nm). Les conditions d'insolations ont été présentées dans le paragraphe 3.3.1. La figure 58a correspond au cas de l'insolation de la lame non hydrogénée alors que la figure 58b est relative à la lame hydrogénée.

Les évolutions des composantes δc_i qui correspondent aux bandes d'atténuation enregistrées lors des insolation avec le laser à KrF (λ_p = 248 nm) sont représentées sur la figures 59.

Les spectres d'atténuation mesurés lors de l'insolation des lames de préforme hydrogénées par le laser FRED (λ_p = 244 nm, régime continu) sont traités de la même manière. Les conditions de l'insolation sont décrites au paragraphe 3.3.3. Les résultats des évolutions des paramètres δc_i ajustements sont représentés sur la figure 60.

Lors de l'utilisation du laser à ArF (figure 58a et 58b), l'évolution des paramètres δc_i obtenus lors de l'insolation de la lame hydrogénée sont similaires en fonction de la fluence cumulée à ceux qui caractérisent la lame non hydrogénée. Les amplitudes des bandes attribuées aux centres Ge(1), GeE' augmentent de façon monotone au début de l'insolation puis saturent dès que la fluence cumulée incidente sur l'échantillon devient supérieure à 5 kJ/cm^2. Le niveau atteint à saturation dans la lame hydrogénée est plus élevé que pour la lame non traitée. L'amplitude de la bande centrée à 5,41 eV (GODC 2) croît de façon monotone avec la fluence cumulée sans qu'une saturation de la croissance ne soit observée. La croissance de cette bande est plus importante dans l'échantillon hydrogéné que dans la lame non traitée. Les bandes gaussiennes centrées à 5,12 eV (GODC 1) et 5,8 eV [Ge(1)] décroissent au cours de l'insolation de la lame non hydrogénée, alors qu'elles n'évoluent que faiblement au cours de l'insolation de la lame hydrogénée (variation inférieure à 20 cm^{-1}).

Dans le cas des insolations de la lame hydrogénée réalisées soit avec le laser à KrF (λ_p = 248 nm) soit avec le laser continu (λ_p = 244 nm), les évolutions des coefficients δc_i avec la fluence cumulée incidente sur la fibre sont faibles et de ce fait peu significatifs dès que la fluence cumulée est supérieure à 1 kJ/cm^2 (λ_p = 248 nm) ou 4 kJ/cm^2 (λ_p = 244 nm). Seuls les sens des évolutions au début des insolations sont significatifs. Ainsi, l'insolation de la lame par l'un ou l'autre des deux lasers se traduit par la croissance de la bande centrée à 6,2 eV [Ge(E')], la décroissance des bandes centrées à 5,12 eV (GODC 1) et 5,81 eV [Ge(2)]. Le cas des bandes associées aux défauts Ge(1) est plus complexe. Après une croissance rapide au début de l'insolation, l'évolution de cette bande n'est ensuite plus perceptible. Les évolutions des paramètres δc_i déterminés lors des insolations des lames hydrogénées sont représentées respectivement sur les figures 59 (λ_p = 248 nm, laser à impulsions) et 60 (λ_p = 244 nm, laser continu). Quel que soit le laser utilisé, il apparaît que l'intensité de la bande centrée vers 6,2 eV [bande attribuée à Ge(E')] croît avec la fluence cumulée incidente sur la fibre sans qu'une saturation franche apparaisse dans la gamme de fluence explorée. La décroissance de la bande centrée à 5,12 eV (GODC 1) est rapide au début de l'insolation, puis se sature (λ_p = 248 nm) ou même s'atténue (λ_p = 244 nm). Les amplitudes des bandes attribuées à Ge(1) et Ge(2) augmentent au début de l'insolation puis se saturent.

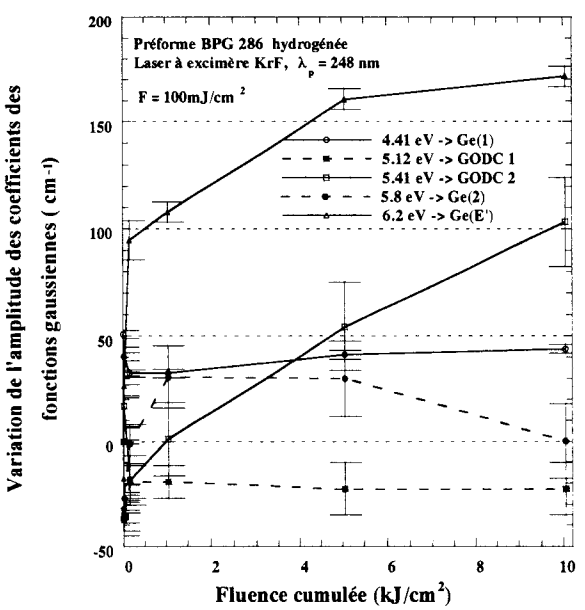


Figure 59 : Evolution, au cours d'une insolation, des paramètres δc_i calculés à partir des ajustements des spectres de la figure 54 avec la relation (53) (lame hydrogénée, λ_p = 248 nm, laser impulsionnel).

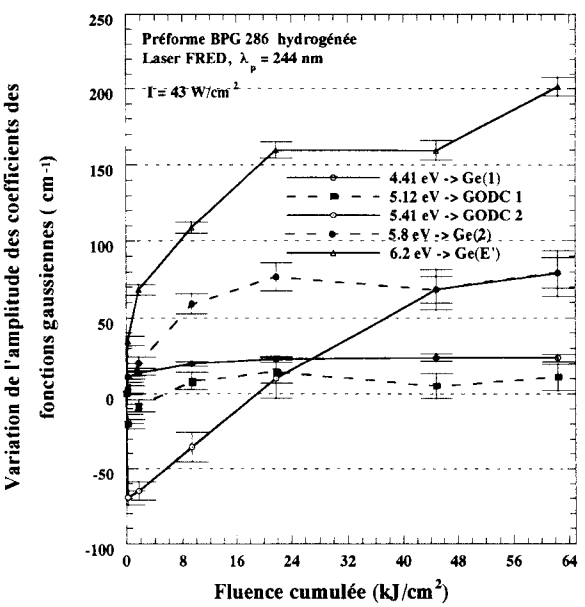


Figure 60 : Evolution, au cours d'une insolation, des paramètres δc_i calculés à partir des ajustements des spectres de la figure 56 avec la relation (53) (lame hydrogénée, λ_p = 244 nm, laser continu).

3.3.6. Discussion

Nous montrons dans la suite de ce mémoire comment utiliser les spectres d'excès de pertes pour calculer leur contribution (contribution du type Kramers-Kronig) à la modulation d'indice de réfraction ou la variation d'indice moyen du cœur de la fibre. Il n'est donc pas opportun d'établir ici une corrélation entre les évolutions des différentes bandes de défauts et la croissance de la modulation d'indice de réfraction.

Bien que les décompositions des évolutions des spectres en fonctions gaussiennes fassent appel à un grand nombre de paramètres corrélés et doivent de ce fait être interprétées avec précaution, quelques point particuliers méritent d'être signalés. Par ailleurs, il nous a semblé intéressant de comparer les évolutions de ces bandes dans les lames hydrogénées insolées par l'un des trois lasers à notre disposition.

Tout d'abord, les amplitudes des coefficients δc_i correspondant aux insolations des lames hydrogénées sont deux à trois fois plus grandes (à condition d'insolation fixées) que celles déterminées à partir des spectres relevés dans les lames non hydrogénées. L'ordre de grandeur de cette différence est similaire à celui de la différence des amplitudes de modulation d'indice de réfraction dans les fibres BPG 286 hydrogénées et non hydrogénées. Le blanchiment de la bande à 5,12 eV (δc_i négatif) s'avère environ deux fois plus faible dans les lames hydrogénées que dans les lames non hydrogénées et ceci quelle que soit la longueur d'onde du laser de pompe. Dans les lames hydrogénées, la bande d'absorption attribuée à GODC 1 n'est pas complètement blanchie. Ce résultat est en désaccord avec une observation de R.M. Atkins et *al.*[30]. Ces auteurs signalent en effet que l'insolation du cœur d'une lame de préforme germanosilicate hydrogénée par une radiation issue d'un laser à KrF fait disparaître la bande d'absorption attribuée à GODC 1. Il est par contre cohérent avec un résultat publié récemment par T. Tsai et *al.*[101]. Ces auteurs ont en effet utilisé la spectroscopie RPE afin de mesurer la concentration de défauts Ge(E') induits dans différentes fibres germanosilicates hydrogénées par des insolations effectuées au moyen d'un laser à KrF. L'allure générale des courbes de croissance de la concentration des centres Ge(E') est similaire en fonction de la fluence cumulée à la courbe de croissance de la bande centrée à 6,2 eV tracée sur la figure 59. Le point important relevé par T. Tsai et *al.* réside dans le fait que la concentration des centres Ge(E') dépend assez peu de l'intensité initiale de la bande GODC 1. T. Tsai et *al.* en déduisent que la formation des centres Ge(E') est assez peu corrélée au blanchiment de la bande GODC 1.

Par ailleurs, il apparaît à l'examen des différentes figure que la saturation du blanchiment (partiel ou total) de la bande GODC 1 est très rapide en fonction de la fluence cumulée. Ces observations ne sont pas en bon accord avec le modèle proposé par K. Awazu et *al.*[66]. Ces auteurs supposent en effet que l'insolation d'un verre germanosilicate hydrogéné par le flux lumineux issu d'une lampe à xénon provoque une transformation des différents composants de la bande de défauts GODC 1 en centres Ge(E'). Selon ce schéma, la cinétique de formation de la bande centrée à 6,2 eV devrait être similaire à celle correspondant au blanchiment de la bande GODC 1 et l'amplitude du blanchiment observé dans les fibres hydrogénées devrait être plus important que celle relevée dans les lames non hydrogénées (la concentration de défauts Ge(E') créés dans la lame hydrogénée est plus importante que dans la lame non chargée). Manifestement, l'aspect de nos courbes ne peut s'interpréter qu'en supposant qu'un autre mécanisme intervient dans la formation des centres Ge(E'). La saturation rapide de la croissance de la bande attribuée aux défauts Ge(1) et la décroissance en fonction de la fluence cumulée de la bande attribuée aux défauts Ge(2) constituent des phénomènes généraux observés dans les lames non hydrogénées. Ce comportement est cohérent avec le modèle de formation des centres Ge(E') proposé par J. Nishii et *al.*[97]. Ces auteurs supposent en effet que l'insolation d'un verre germanosilicate par le flux lumineux issu d'un laser ultraviolet provoque la formation des centres GEC [Ge(1) et Ge(2)] via un mécanisme photochimique à deux photons puis, lorsque l'insolation est prolongée, la transformation de ces centres en centres Ge(E').

Dans le cas des insolations de la lame hydrogénée avec l'un des trois lasers, les intensités des bandes attribuées aux défaut Ge(E') et GODC 2 augmentent avec la fluence cumulée. Plus précisément, l'intensité de la bande centrée vers 6,2eV se sature dès que la fluence cumulée devient supérieure à 5 kJ/cm^2 lorsque l'insolation est réalisée avec le laser à ArF. Lorsque les insolation sont réalisées avec les lasers de longueur d'onde 244 nm ou 248 nm, aucune saturation franche de la croissance n'apparaît. Ce comportement général est en accord avec une autre hypothèse de T. Tsai et *al.* qui stipule que la plus grande partie de la modulation d'indice de réfraction provient de la formation photoinduite des centres Ge(E')[101, 105]. En effet, comme le montrent les figures 12, 17 et 18, l'insolation de la fibre BPG 286 hydrogénée par un système de franges réalisées à l'aide du laser à ArF conduit à une saturation de la modulation d'indice de réfraction plus rapide que lorsque l'insolation est réalisée à l'aide d'un laser de longueur d'onde égale à 248 nm ou 244 nm.

3.4. Calcul de variation d'indice de réfraction par l'utilisation des excès de pertes: modèle de Kramers-Kronig

BU LILLE I

3.4.1.1. Introduction

Dans les paragraphes précédents, nous avons décrit dans quelle mesure les excès de pertes induits par une isolation ultraviolette dans la gamme spectrale [210 nm – 1500 nm] permettent d'obtenir des informations sur les mécanismes et centres de défauts mis en jeu dans la photosensibilité. Dans ce paragraphe, nous présentons, sous la forme d'un article publié dans le journal Applied Optics, une méthode d'utilisation des mesures d'excès de pertes photoinduites pour évaluer la modulation d'indice de réfraction et la variation d'indice moyen du verre créés par l'insolation. Cette méthode qui inclut à la fois un caractère temporel et local permet de prendre en compte les effets de saturations des excès de pertes. Il est ainsi possible de modéliser la distribution spatiale d'indice de réfraction le long d'un réseau de Bragg dont l'origine serait uniquement liée à des changements du coefficient d'absorption du verre dans la gamme [210 nm - 350 nm].

3.4.1.2. « ANALYSIS OF COLOR CENTER RELATED CONTRIBUTION TO BRAGG GRATING FORMATION IN Ge:SiO_2 FIBER BASED ON A LOCAL KRAMERS KRONIG TRANSFORMATION OF EXCESS LOSS SPECTRA »

La présentation de cet article débute à la page qui suit. Il s'insère dans ce mémoire sans modifications par rapport à la version publiée, c'est à dire que les numérotations des figures et des références y sont laissées telles quelles. Cette insertion ne provoque pas d'incrémentation de la numérotation appliquée au reste du chapitre. Nous détaillons dans l'annexe 2 la manière dont nous obtenons la relation (1) de l'article et les différentes approximations que son utilisation impliquent.

Analysis of color-center-related contribution to Bragg grating formation in Ge:SiO_2 fiber based on a local Kramers–Kronig transformation of excess loss spectra

Bruno Leconte, Wen-Xiang Xie, Marc Douay, Pascal Bernage, Pierre Niay, Jean François Bayon, Eric Delevaque, and Hubert Poignant

UV-induced excess losses have been measured at various pulse energy densities and exposure times in germanosilicate optical fiber preform cores. The corresponding refractive-index changes have been determined through a Kramers–Kronig analysis. Because of the nonlinear behavior of the excess losses as a function of both exposure time and fluence per pulse, one should be careful when comparing the refractive-index modulation deduced from such measurements with that obtained from Bragg grating reflectivity. Indeed nonlinear effects such as saturation imply that it is necessary to take into account the local character of the change in absorption to calculate the evolution of the refractive-index modulation accurately as a function of the exposure time. Implications of these results are discussed.
© 1997 Optical Society of America
Key words: Optical fiber, UV absorption, Kramers–Kronig analysis.

1. Introduction

Photosensitivity has been observed in a large variety of samples, such as germanosilicate fibers,[1,2] rare earth-doped aluminosilicate fibers[3–5] (rare earths of Eu^{2+}, Ce^{3+}, Tb^{3+}, Tm^{3+}, Er^{3+}), aluminoborosilicate waveguides,[6] multicomponent silicate glasses doped with various rare-earth ions,[7,8] Ce^{3+}-doped ZBLALi fluoride glasses or fibers,[9] Eu^{3+}- or Ce^{3+}-doped PZG fluoride waveguides,[10] TiO_2-doped silicate waveguide,[11] chalcogenide glasses,[12] phosphosilicate fibers[13] [which might or might not be doped by rare earths[14] or by Sn (Ref. 15)] and Ta-doped silicate fibers.[16] Owing to a wide range of applications in optical communication, in optical sensors or in laser areas, the understanding of microscopic mechanisms of photosensitivity in glass is of paramount importance, particularly when looking forward to the accurate prediction of the reliability of photowritten components. The precise origins of refractive-index change are not yet fully clarified, although it is generally known that photosensitivity in germanosilicate glass is initiated by the UV-induced breaking of Ge–Si wrong bonds.[17] Two classes of mechanisms are generally presented. The first is based on color-center-related changes in UV absorption that give rise to refractive-index changes in the infrared by the Kramers–Kronig (KK) relationship. Some authors have reported that the order of magnitude of the index changes obtained through this process are in good agreement with those of the refractive-index modulation Δn_{mod} deduced from the reflectivity of gratings written in the corresponding fibers.[18–20] Thus these results provided evidence that the color-center model of photosensitivity plays an important role in germanosilicate fibers for type I gratings.[19,20] In contrast, for rare-earth-doped aluminosilicate or fluoride glasses, the KK analysis performed with UV and visible changes in absorption spectra (analyzed spectral range: 200–800 nm) failed to account for the UV-induced refractive-index changes.[5–9] The second mechanism is based on light-induced structural changes in the glass matrix.[5,10,21–23] Indeed, microscopic inspections of gratings written in germanosilicate preform[22–24] cores or in fibers[25] have established that a specific volume decrease is evident for bright fringes. The corrugations

B. Leconte, W. X. Xie, M. Douay, P. Bernage, and P. Niay are with the Laboratoire de Dynamique Moléculaire et Photonique, Centre d'Etudes et de Recherches Laser et Applications, Université de Lille I, Unite de Formation et Recherche de Physique, Batiment P5, 59655 Villeneuve d'Ascq Cedex, France. J. F. Bayon, E. Delevaque, and H. Poignant are with the Laboratoire/Direction de la Transmission et de la Distribution/Traitement du Signal Optique, France Telecom, Centre National d'Etudes des Télécommunication, Technopole Anticipa, 22301 Lannion Cedex, France.

Received 11 July 1996; revised manuscript received 10 April 1997.

0003-6935/97/245923-08$10.00/0
© 1997 Optical Society of America

observed in preform cores result from a permanent densification and from elastic strains distributed along the exposed pattern. Starting from these observations, Poumellec *et al.*[24] recently proposed a simplified model that not only accounts for a large part of the measured refractive-index change but also for the localization of UV-induced birefringence along the grating wave vector within the preform plate. Thus experimental and theoretical evidence exists confirming that these two models are relevant for explaining the photosensitivity in germanosilicate glass, but the question of accurately determining to what extent each accounts for the grating growth still awaits an answer.

Our aim in this paper is to show that some common simplifying assumptions (for example, the linearity of the UV-induced changes in absorption $\Delta\alpha$ as a function of pulse energy density F), implicitly hypothesized when the contribution of the color-center-related absorption change to the refractive-index modulation is calculated, are questionable and thus have to be investigated further. Indeed, the color-center model is local; consequently, its assessment through KK transformation ideally requires that, when writing a grating within a fiber, one measures the UV-induced excess loss spectrum at each exposure time and at each place along the grating wave vector on the spectral range within which the color centers absorb. Thus assuming that these measurements can be realized with a spatial lateral resolution high enough to match the grating pitch, KK analysis would then give at each exposure time the true form of the periodic refractive-index change along the fiber axis, which results from UV-induced change in glass polarizability. Color-center trapping at defect sites brings out such changes in polarizability, but other possibilities also exist such as the photoelastic effect. Afterward, a Fourier series expansion of the change in refractive index would give the mean refractive-index change along the fiber axis and the amplitude of the refractive-index modulation corresponding to the grating pattern. As the above-mentioned procedure cannot be strictly followed, we suggest a simplified method for performing the KK analysis. This method starts from reasonable hypotheses and should lead to a better estimation of the color-center-related index changes than that previously obtained. For the sake of demonstration, we limit the presentation of absorption changes in hydrogen-loaded or hydrogen-unloaded germanosilicate preform plates as analyzed through a spectral range spanning from 220 to 350 nm. Our analysis enables one to predict that the thermally activated decay for the mean refractive-index change can be different from that for the amplitude of the refractive-index modulation. We present the results of a grating annealing experiment that confirms this statement.

2. Method and Experimental Details

First, let us assume that the pulse energy density $F(z)$ along the fiber axis $\mathbf{O}z$ is perfectly sinusoidal, the fringe visibility $V(z)$ is a piece of information of the experiment, and the UV-induced changes in the absorption spectrum are nearly identical in preform and fiber cores. This last hypothesis is supported by the observation reported in Refs. 26 and 27 according to which both the shape and the intensity of the UV absorption bands found in fibers correspond to those measured in preforms. Under these assumptions the following procedure can be used, which consists of recording the dynamics of excess loss spectra during exposure of the preform core to spatially uniform UV light at various pulse energy densities. The set of values for pulse energy densities ($F = F_1, F_2, F_n \cdots$) must be chosen to sample the range of pulse energy densities corresponding to those in the fringe pattern used to fabricate the gratings. Afterward, a KK transformation starting, for example, from Eq. (1) can be used to calculate the numerical values of the change in refractive-index $\Delta n^{KK}(t, F)$ versus the exposure time and the pulse energy density. Knowledge of the shape of the UV light energy distribution along the fiber axis enables one to determine the index change profile $\Delta n^{KK}(t, z)$. In the end, Fourier analysis leads to the different terms of series expansion, which then can be compared with the corresponding ones deduced from measurement of the grating reflectance. As shown below, using this somewhat complex procedure is useful because $\Delta\alpha(\lambda, t, F)$ is generally a nonlinear function of F.

The germanosilicate preform under investigation was prepared with a 7-mol.% germania core by use of modified chemical vapor deposition process at the Centre National d'Etudes des Télécommunication laboratory in Lannion. The cladding was doped with boron and phosphorus. Plates that were 75–100 μm thick were cut from this preform and, after optical polishing, were used to get the UV-induced absorption changes. Some samples were hydrogen loaded for 15 days at 100 atm at room temperature. Light from a deuterium lamp was used to probe the UV-induced absorption change, and after dispersion by a low-resolution concave holographic grating, $\Delta\lambda = 3$ nm, was detected by an intensified silicon photodiode array processed by a computerized acquisition system (optical multichannel analyzer system 1463/1403/1420 from EG&G). A 300-μm-diameter circular aperture was set in front of the core of the preform plates to ensure that the pump and the probe UV beams crossed through the core. The corresponding analyzed spectral range spanned from 220 to 350 nm. A pulsed KrF excimer laser operating at 248.5 nm and 30 Hz was used for all the UV exposures. During irradiation, spectra were recorded after a time delay of 1 ms with reference to the emission time of the KrF pulse so that the effect of possible KrF laser-induced fluorescence on the absorption spectra was minimized. (The lifetime of UV-induced fluorescence in germanosilicate glass is typically $\cong$100 μs.[28])

Furthermore, the thermal stability of a grating written in an unloaded fiber, drawn from the preform, was investigated through a 30-min isochronal annealing experiment. To write the grating, the fiber was exposed to 2100 pulses of UV light at 248.5 nm (length of the grating, 2.1 mm, fluence per pulse, 430 mJ/cm^2).

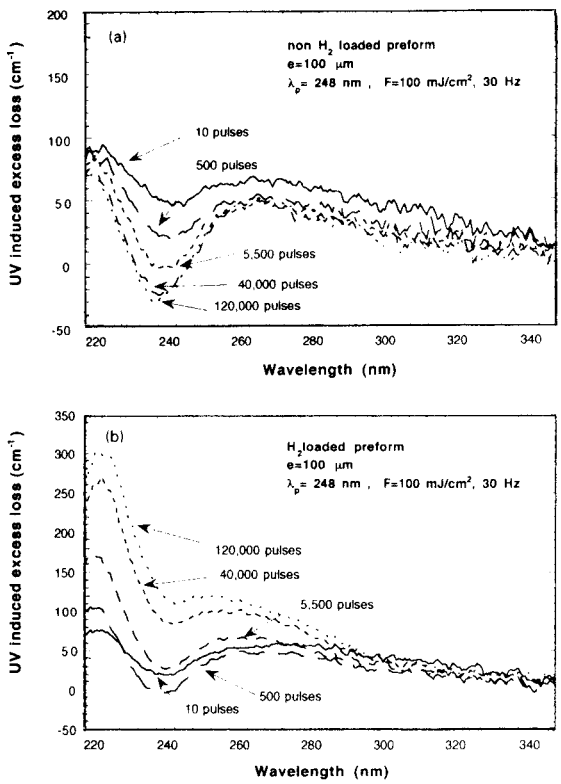


Fig. 1. Excess loss spectra measured in the germanosilicate preform core (7-mol.% GeO_2 doped) after exposure to UV pulses at 100 mJ/cm^2: (a) unloaded plate and (b) hydrogen-loaded plate.

These exposure conditions led to a change in the mean refractive index of $(3.6 \pm 0.2) \times 10^{-4}$ as deduced from the shift in the Bragg wavelength in the course of inscription. From the grating reflectivity (R = 81%) at the peak, the amplitude of the refractive-index modulation was estimated to be $(3.1 \pm 0.2) \times 10^{-4}$. The grating was then placed in an oven to investigate its thermal stability. After each step during which the temperature of the grating was kept at $T \pm 5$ °C for 30 min, the temperature of the fiber was reduced to room temperature to record its transmission spectrum. Then the temperature of the fiber was raised and held at T + 50 °C for 30 min to get the following step.

3. Experimental Results and Data Analysis

The absorption spectrum of the preform consists of the germanium oxygen defect center (GODC) band peaking near 240 nm; this overlaps with a strong UV tail of a band peaking below 220 nm. It looks like the spectrum of sample 3 in Fig. 4 of Ref. 29. Figures 1(a) and 1(b) show the UV-induced loss spectra recorded, respectively, in a hydrogen-free and in a hydrogen-loaded sample. The fluence per pulse was 100 mJ/cm^2, the UV-accumulated fluence being the parameter of the experiment. As shown in Fig. 1(a), a few pulses of UV light impinging onto the hydrogen-free sample led to strong attenuation from an UV band tail with a broad dip that corresponds to partial bleaching of the GODC band. Increasing the exposure time mainly induced an increase in GODC band bleaching, which saturated and showed no further significant change from 40,000 pulses to 120,000 pulses. The features of the spectra displayed in Fig. 1(b) (hydrogen-loaded samples) are similar to those shown in Fig. 1 of Ref. 30. For as many as 140,000 pulses, the UV-induced losses increased monotonically, leveling off at a higher level than that in the unloaded sample.

Spectra similar to those shown in Fig. 1 were recorded after exposure of the samples to UV light at fluences per pulse of F = 65, 100, 130, 280, 310, 430, and 520 mJ/cm^2 for the unloaded samples and at fluences per pulse of F = 65, 100, 310, and 470 mJ/cm^2 for the hydrogen-loaded samples. A direct KK analysis of the excess loss spectra $\Delta\alpha(\lambda, F, N)$ was then carried out through Eq. (1) (Ref. 31) to derive the magnitude of the refractive-index change $\Delta n^{KK}(\lambda', F, N)$ as a function of the number of pulses (N) impinging on the core of the preform plate.

$$\Delta n^{KK}(\lambda', F, N) = \frac{1}{2\pi^2} \int_{\lambda 1}^{\lambda 2} \frac{\Delta\alpha(\lambda, F, N)}{1 - \left(\frac{\lambda}{\lambda'}\right)^2} d\lambda. \quad (1)$$

In Eq. (1), λ_1 and λ_2 are the boundaries of the spectral range within which absorption changes are taken into account. λ' is the wavelength at which the refractive-index change was calculated. Equation (1) is valid for $\lambda' \gg \lambda_2 > \lambda_1$. The numerical values of λ', λ_2, and λ_1 were, in our calculations, set at 1500, 350, 220 nm, respectively. Figures 2(a) and 3 show the evolution of Δn^{KK} as a function of the pulse energy density after various exposure times for the hydrogen-free and hydrogen-loaded samples, respectively. Note that Δn^{KK} not only saturates as a function of exposure time, but also shows a nonlinear dependence on the fluence per pulse. This behavior was already reported in Ref. 19. The saturation and nonlinear dependence of Δn^{KK} as a function of F occur, respectively, earlier and at a lower pulse energy density in the unloaded sample than in its hydrogen-loaded counterpart. As shown in Fig. 2(a), the change in refractive index of the unloaded sample Δn^{KK} was observed to decrease as a function of exposure time after a few pulses of UV light. This decrease contrasts with the rise in refractive index reported in other studies[19] and with the grating growth, which is a result of the small size of the analyzed spectral range, limited by the detection system. Indeed, within the spectral range (220–350 nm), the change in refractive index is governed by bleaching the Ge–Si wrong bond band at 243 nm. This bleaching contributes negatively to the refractive-index change.[19,32,33] To overcome this drawback, one can take advantage of the result by Dong *et al.*[19] who established that a good correlation exists between the UV-induced absorption changes at 195 and 242 nm because the equation $\Delta\alpha_{195}/\Delta\alpha_{242} = -2$ holds in many experimental situations. Accordingly, it sounds reasonable to extend the span of the analyzed spectral range by including the contribution

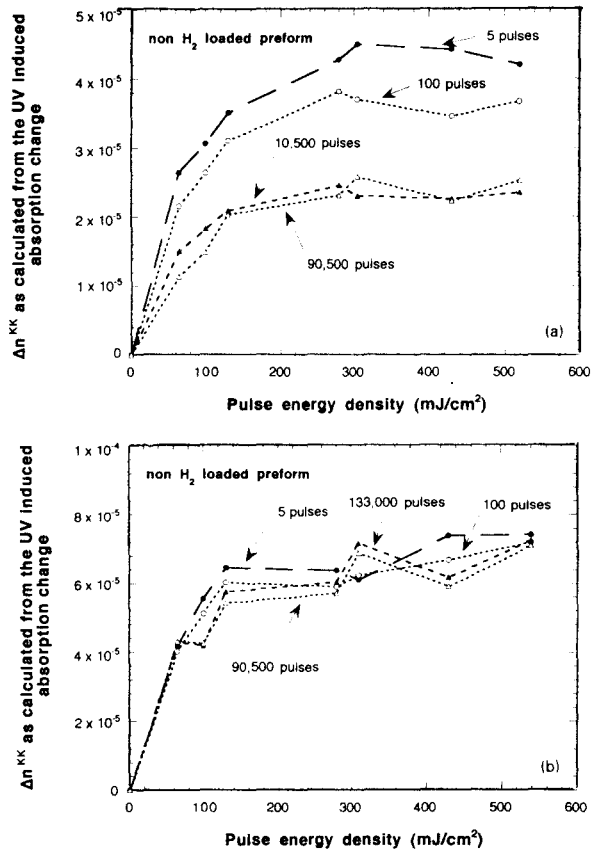


Fig. 2. Changes in refractive index Δn^{KK} for unloaded samples as a function of UV pulse energy density: (a) calculated from UV-induced excess loss spectra similar to those displayed in Fig. 1(a) and (b) data extended by including the change in absorption at 195 nm.

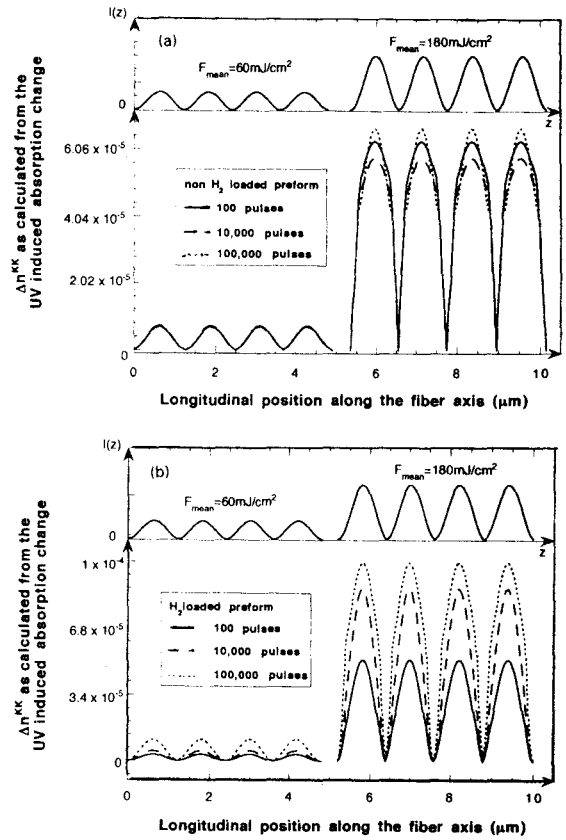


Fig. 4. Change in refractive index as a function of position along the fiber axis. The graphs correspond to two mean fluences per pulse (F_{mean} = 60 and 180 mJ/cm^2). These were obtained with the changes displayed (a) in Fig. 2(b) for an unloaded preform and (b) in Fig. 3 for a hydrogen-loaded preform under the assumption that fringe visibility V = 1.

of the UV-induced absorption change at 195 nm in the calculus. To this purpose, it was assumed that the line shapes of the bands at 195 and 243 nm are Gaussian, the ratio of half of the full $1/e$ bandwidths is 0.77/0.23 eV for the 195- and 243-nm bands,[19] and the equation $\Delta\alpha_{195}/\Delta\alpha_{242} = -2$ is valid. The value of $\Delta\alpha_{242}$ was obtained from UV-induced absorption spectra as were those in Fig. 1. The result of the simulation is shown in Fig. 2(b). It is obvious that the main conclusions drawn from Fig. 2(a) remain valid except for the change in refractive index, which is now increased. Accordingly, it appears that, when writing a grating, although the irradiance distribution could be perfectly sinusoidal along **Oz**, a distortion of the refractive-index profile along **Oz** comes from these saturation effects. The order of magnitude of the distortion depends on the exposure time, on the mean fluence per pulse, and on the hydrogen treatment. This is illustrated in Fig. 4, which represents the evolution of change in refractive-index $\Delta n^{KK}(z, N)$ along **Oz** for the hydrogen-free [Fig. 4(a)] or for the hydrogen-loaded [Fig. 4(b)] samples. To draw the graphs displayed in these figures, we assumed that the pulse energy density along the fiber axis follows Eq. (2):

$$F(z) = F_{\text{mean}}\left(1 + V\cos\frac{2\pi z}{\Lambda}\right). \qquad (2)$$

In Eq. (2), F_{mean} is the mean fluence per pulse, V is the fringe visibility assumed to be constant along the fringe pattern, and Λ is the grating pitch. An inter-

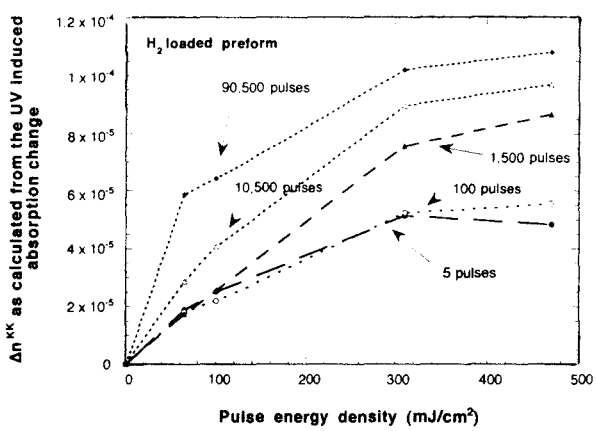


Fig. 3. Change in refractive index Δn^{KK} for hydrogen-loaded samples as a function of UV pulse energy density. The change was calculated from UV-induced loss spectra similar to those displayed in Fig. 1(b).

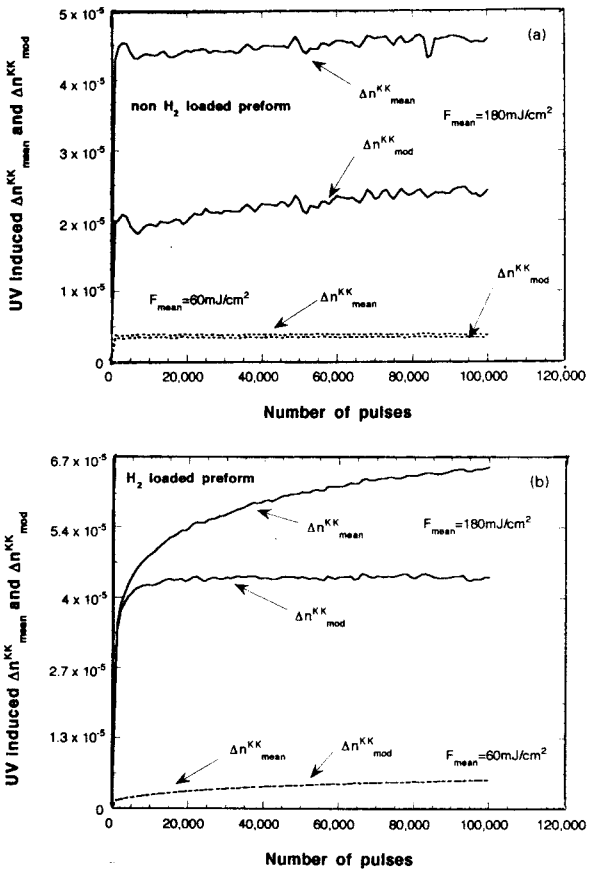


Fig. 5. Evolutions of $\Delta n_{\text{mean}}{}^{\text{KK}}$ and $\Delta n_{\text{mod}}{}^{\text{KK}}$ as a function of number of pulses impinging on the fiber. These changes were calculated with a Fourier analysis performed on the shapes shown in Figs. 4(a) and 4(b) for the change in refractive index for (a) an unloaded preform and (b) a hydrogen-loaded preform.

polation of our data, obtained at sampled fluences per pulse, was used to calculate the change in refractive index at any point along the fiber. In Fig. 4, the arbitrary parameters are chosen as $F_{\text{mean}} = 60$ and 180 mJ/cm^2; $N = 100$, 1000, and 10,000 pulses; and $V = 1$. The plots in Fig. 4a were drawn from the data displayed in Fig. 2(b) (i.e., when taking into account the change in absorption at 195 nm). Figure 4 shows that the shape of the refractive-index change as calculated from Eq. (1) is no longer sinusoidal at high pulse energy density. The distortion is especially significant in the unloaded sample. The evolutions of the first terms $\Delta n_{\text{mean}}{}^{\text{KK}}$ and $\Delta n_{\text{mod}}{}^{\text{KK}}$ of the Fourier series expansion [Eq. (3)] for $\Delta n^{\text{KK}}(z, N)$ are shown as a function of N in Fig. 5(a) (unloaded samples) and in Fig. 5(b) (hydrogen-loaded samples).

$$\Delta n^{\text{KK}}(z, N) = \Delta n_{\text{mean}}{}^{\text{KK}} + \Delta n_{\text{mod}}{}^{\text{KK}} \cos\left(\frac{2\pi z}{\Lambda}\right) + \ldots \tag{3}$$

Mostly because of the distortion noticeable in Fig. 4a, $\Delta n_{\text{mean}}{}^{\text{KK}}$ [Fig. 5(a)] is, for $F > 150$ mJ/cm^2, significantly higher than $\Delta n_{\text{mod}}{}^{\text{KK}}$ whatever the number of

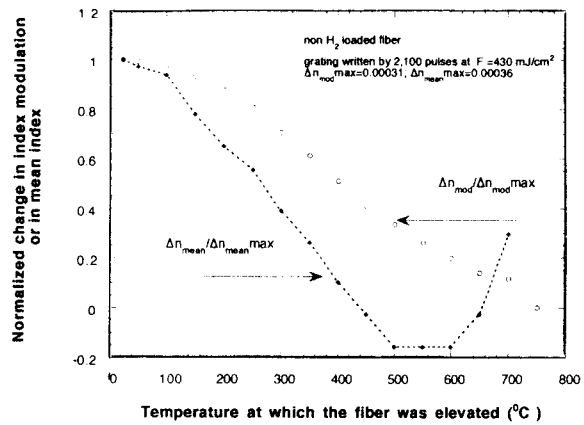


Fig. 6. Thirty-minute isochronal bleaching of a grating written in the studied fiber. The changes in refractive index were normalized against the changes measured at the end of the grating inscription.

pulses. Although less important than in Fig. 5(a), a similar effect can be deduced from inspection of the evolutions for $\Delta n_{\text{mean}}{}^{\text{KK}}$ and $\Delta n_{\text{mod}}{}^{\text{KK}}$ in the hydrogen-loaded sample.

The results of the 30-min isochronal annealing experiment are displayed in Fig. 6 in which the decays of the refractive-index modulation $\Delta n_{\text{mod}}(T)$ and the mean refractive-index $\Delta n_{\text{mean}}(T)$ are plotted as a function of the temperature at which the fiber was elevated. $\Delta n_{\text{mean}}(T)$ and $\Delta n_{\text{mod}}(T)$ (measured at room temperature after the step at T) are normalized against the corresponding data at the beginning of the experiment. The rate of heating-induced decay in the mean refractive-index change is higher than that in the refractive-index modulation. The normalized mean index change was roughly $\cong 0$ after the step at 450 °C and became negative around 500–600 °C. Within this temperature range $\Delta n_{\text{mod}}(T)$ kept ~30% of its initial value. Above 600 °C, the Bragg wavelength shift changed its way, which means that the mean refractive-index change increased.

4. Discussion

Our purpose is to examine the shape of Δn^{KK} along the wave vector while carrying out the numerical simulations in a time short enough that it could be performed with a personal computer. Accordingly, we used a simplified form [Eq. (1)] of the KK transform. Note that a method for applying the KK model has recently been provided to compute the change in refractive index from the change in absorption spectra.[20] This method starts on a rigorous expression of the KK transformation and uses data from the decomposition of the absorption spectra into Gaussian (or Lorentzian) lines.

When Eq. (1) is used, decomposition of bands is unnecessary but implies some level of approximation. Equation (1) can be derived from the rigorous KK relation connecting the real (ε') and the imaginary part (ε'') of the dielectric permittivity (ε) (Ref. 34) on

the assumption that $\varepsilon'' \ll \varepsilon'$, which is the dispersion of the medium, can be neglected and the relative change in refractive index is lower than that of the absorption coefficient. A numerical calculus that removes the last two hypotheses was carried out with the KK relation.[34] It showed that the error induced in Eq. (1) by these approximations remains lower than 0.1%.

Thus our results show that an accurate check of the color-center model with the KK relationship requires the recording of numerous excess loss spectra when one exposes glass to UV light at various fluences per pulse. As, in the example reported in this paper, the UV-induced losses are nonlinear as a function of fluence per pulse and saturate with exposure time, the shape of the change in refractive index calculated along the fiber axis with the KK relation exhibits strong distortions, which, in turn, lead to the following inequality:

$$\Delta n_{\text{mean}}{}^{\text{KK}} > \Delta n_{\text{mod}}{}^{\text{KK}}. \tag{4}$$

The analyzed spectral range used to establish inequality (4) spanned from 220 to 350 nm for the hydrogen-loaded sample. For the unloaded sample, the range of data was extended by an extrapolation of the analyzed portion of the spectrum, including the contribution of absorption change at 195 nm. Accordingly, our analysis only gives proof of the validity of inequality (4) for the part of the index change that can be ascribed to defects that absorb in these spectral ranges. It is noteworthy that UV-induced excess loss spectra have also been recorded in our laboratory when Ce^{3+}-doped aluminosilicate or ZBLALi fluoride glasses were exposed to UV light at various fluences (50 mJ/cm^2 < F < 300 mJ/cm^2).[5-9] The analyzed spectral range spanned from 200 to 800 nm: the corresponding change in refractive index (as calculated with a KK analysis) saturated as a function of the fluence per pulse for fluences higher than 100 mJ/cm^2. This means that inequality (4) is also valid for these glasses for defects that absorb between 200 and 800 nm.

The origin of permanent excess losses induced in the unloaded sample by the first few shots remains at present unclear. Interestingly, another paper has reported that the first pulses of UV light that impinge onto a germanosilicate fiber induce strong permanent absorption at 488 nm, a few hundred microseconds after the abrupt decrease in transmission that immediately follows pulse impact.[35] One can surmise that this visible loss is the tail of the excess loss shown in Fig. 1(a).

One can understand the results of the annealing experiment by considering that there exists contributors to the index changes other than an UV-induced creation of point defect centers, for example, compaction and/or stress-related mechanism. Indeed, Fonjallaz *et al.*[36] recently showed that the tension in the core of single-mode germanosilicate fibers is strongly increased by the formation of a Bragg grating. The phenomenon was explained by a structural change of the glass in the fiber core into a more compact configuration.[36] Inspection of gratings written in the fiber studied in this paper has been performed with transmission electron microscopy and has confirmed the hypothesis of UV-induced compaction of fiber cores.[25] The Switzerland team has also shown that the tension increase lowers the refractive index because of the photoelastic effect.[37] They reported that, after exposure of germanosilicate fibers to accumulated fluence of 35 kJ/cm^2, the total mean index change Δn_{mean} was at least 20% smaller than the total index modulation Δn_{mod}. Owing to a fringe visibility in their experiment of close to 100%, they could assume that the compaction-induced change in the mean refractive index $\Delta n_{\text{mod}}{}^{\text{comp}}$ equals the inelastic index amplitude $\Delta n_{\text{mean}}{}^{\text{comp}}$. As the photoelastic effect contributes negatively to the index change, $\Delta n_{\text{mean}} < \Delta n_{\text{mod}}$ implies that the amplitude of the elastic mean index was higher than that of the index modulation. Thus the situation seems somewhat complicated. Total mean refractive-index changes lower or higher than the total refractive-index modulation can be observed when a grating is written. It depends on fringe visibility, exposure time, pulse energy density, and whether color center or compaction is the chief mechanism of photosensitivity. Therefore it must be emphasized that the ratio $\Delta n_{\text{mod}}{}^{\text{KK}}/\Delta n_{\text{mod}}{}^{\text{comp}}$ can be different from $\Delta n_{\text{mean}}{}^{\text{KK}}/\Delta n_{\text{mean}}{}^{\text{comp}}$. Erdogan *et al.*[38] proposed a charge-transfer model for the decay mechanism in which carriers excited during writing are trapped in a broad distribution of trap states and the rate of thermal depopulation is an activated function of the trap depth. A macroscopic theory of thermal annealing of compacted vitreous silica was published 40 years ago by Primak.[39] His theory assumes that the kinetics can be described through a reaction of order n involving a continuous distribution of activation energies.[39] Starting from similar assumptions, Poumellec *et al.*[40] recently showed that behavior similar to this given by the Erdogan *et al.*[38] model can be deduced from the model of densification annealing. The kinetics and the distribution of activation energies for compaction annealing presumably differ from those for color-center annealing. As a result, the inequality $\Delta n_{\text{mod}}{}^{\text{KK}}/\Delta n_{\text{mod}}{}^{\text{comp}} \neq \Delta n_{\text{mean}}{}^{\text{KK}}/\Delta n_{\text{mean}}{}^{\text{comp}}$ implies that thermally activated decay for Δn_{mod} can be different from that for Δn_{mean}.

This is observed in Fig. 6, which shows that the thermally activated decay in the mean index change appears to be faster than that in the index modulation. However, some care must be taken before drawing a definitive conclusion about the difference in the rates of decay for UV-induced Δn_{mod} and Δn_{mean}. Indeed, during the inscription and the annealing experiments, the change in mean refractive index was measured by the shift in the grating Bragg wavelength with reference to the Bragg wavelength when the grating was created. It is obvious from the features of the plots in Fig. 5(a) that the first UV pulses chiefly produced an increase in Δn_{mean}. Suppose that now Δn_{mod} remained too low to lead to a

noticeable change in the fiber transmission spectrum. [The sensitivity of our detection scheme in the conditions of grating inscription allowed us to detect $\Delta n_{mod} = 3 \times 10^{-5}$; the grating could be detected after exposure to 20 UV light pulses (reflectivity of 5%).] This gave rise to an offset in the measurement of Δn_{mean} at the time of grating inscription. One can use this offset to explain why the normalized mean index change is negative around 500 and 600 °C. Let us assume that the thermally induced shift in Bragg wavelength resulted only from bleaching the UV-induced, mean refractive-index change and that heating the fiber to 500 °C for 30 min fully erased Δn_{mean}. As, after this step of temperature, the grating was not fully erased, we were able to measure its Bragg wavelength shift. Owing to the annealing of the offset, this wavelength was shorter than that for the grating at its inception. Under the above hypotheses, we can conclude that the rate of decay for the UV-induced Δn_{mean} was different from that for Δn_{mod}. For a temperature higher than 600 °C the Bragg wavelength shift changes its direction and Δn_{mean} increases, whereas Δn_{mod} continues to decrease. This shows that analysis of the phenomenon is more complex than simply assuming a bleaching of UV-induced Δn^{KK} and Δn^{comp}. For example, annealing can induce relaxation of fiber internal stresses,[41] leading to a large change in the mean refractive index. It is noteworthy that it has already been reported that annealing a borosilicate glass at a temperature of 300 °C increases the glass refractive index.[42] As the cladding of the fiber used in this study is doped by boron, we suggest that the change in Bragg wavelength shift comes from this phenomenon. A practical implication can be drawn from this paper: studying the long-term stability of Bragg gratings requires that not only the reflectivity evolution but also the Bragg wavelength shift be checked as a function of temperature and time.

5. Conclusion

To summarize, the evolutions of the UV-induced changes in refractive index calculated through a Kramers–Kronig analysis of excess loss spectra in germanosilicate preform cores have been found to be nonlinear as a function of both the UV fluence per pulse and the exposure time. The experimental investigations were carried out within the (220–350-nm) spectral range. Based on the changes in absorption spectra recorded at various times and various fluences per pulse, the dynamics of the growth of a Bragg grating under exposure to a perfectly sinusoidal UV beam intensity were simulated. This simulation shows that the value of mean index change is more important than the index modulation change. The difference between Δn_{mod} and Δn_{mean} is significant for UV energy density higher than 150 mJ/cm^2. It has then been suggested that different parts of the index changes that contribute to the grating formation (color center, compaction, or related photoelastic effect) should be further taken into account separately in the study of the long-term stability of Bragg gratings. This last point of view is supported by the result of the grating annealing experiment presented in this paper in which significant difference in thermal behavior between the average index and the amplitude of index modulation could be observed.

The research at the Laboratoire de Dynamique Moleculaire et Photonique was supported by a Centre National d'Etudes des Télécommunication contract 931B180. The Centre d'Etudes et de Recherches Lasers et Applications is supported by the Ministère Chargé de la Recherche, the Region Nord/Pas de Calais, and the Fonds Européens de Développement Economique des Régions.

The authors thank the referee who helped them to improve the clarity of this paper.

References

1. K. O. Hill, Y. Fujii, D. C. Johnson, and B. S. Kawasaki, "Photosensitivity in optical waveguides: application to reflection filter fabrication," Appl. Phys. Lett. **32,** 647–649 (1978).
2. G. Meltz, W. W. Morey, and W. H. Glenn, "Formation of Bragg gratings in optical fibers by a transverse holographic method," Opt. Lett. **14,** 823–825 (1989).
3. K. O. Hill, B. Malo, F. Bilodeau, D. C. Johnson, J. F. Morse, A. Kilian, L. Reinhart, and K. Oh, "Photosensitivity in Eu^{2+}: Al_2O_3 doped core fiber: preliminary results and application to mode converters," in *Conference on Optical Fiber Communication*, Vol. 14 of 1991 OSA Technical Digest Series (Optical Society of America, Washington, D.C., 1991), pp. 14–17.
4. M. M. Broer, R. L. Cone, and J. R. Simpson, "Ultraviolet-induced distributed-feedback gratings in Ce^{3+}-doped silica optical fibers," Opt. Lett. **16,** 1391–1393 (1991).
5. T. Taunay, P. Bernage, G. Martinelli, M. Douay, P. Niay, J. F. Bayon, H. Poignant, "Photosensitisation of terbium doped aluminosilicate fibres through high pressure H_2 loading," Opt. Commun. **133,** 454–462 (1997).
6. J. E. Roman and K. A. Winick, "Photowritten gratings in ion-exchanged glass waveguides," Opt. Lett. **18,** 808–810 (1993).
7. F. M. Durville, E. G. Brehens, and R. C. Powell, "Laser-induced refractive-index gratings in Eu-doped glasses," Phys. Rev. B **34,** 4213–4220 (1986).
8. G. M. Williams, D. A. Dutt, J. A. Ruller, D. L. Griscom, J. M. Jewell, K. K. Crahan, and E. J. Friebele, "Photosensitivity of rare earth-doped glasses," in *Photosensitivity and Self-Organization in Optical Fibers and Waveguides*, F. Ouellette, ed., Proc. SPIE **2044,** 322–329 (1993).
9. P. Niay, P. Bernage, T. Taunay, W. X. Xie, S. Boj, E. Delevaque, H. Poignant, and M. Monerie, "Fabrication of Bragg gratings in fluorozirconate fibers and application to fiber lasers," in *Conference on Lasers and Electro-Optics*, Vol. 8 of 1994 OSA Technical Digest Series (Optical Society of America, Washington, D.C., 1994), paper CPD 91/21.
10. W. X. Xie, P. Bernage, D. Ramecourt, M. Douay, T. Taunay, P. Niay, B. Boulard, Y. Gao, C. Jacoboni, A. Da Costa, H. Poignant, and M. Monerie, "UV induced permanent gratings in Ce^{3+} or Eu^{2+} doped PZG glass thin-film waveguides deposited on CaF_2 substrates," Opt. Commun. **134,** 36–42 (1997).
11. H. Hibino, M. Abe, K. Kominato, and Y. Ohmori, "Photoinduced refractive-index changes in TiO_2-doped silica optical waveguides on silicon substrate," Electron. Lett. **27,** 2294–2295 (1991).
12. K. Shiramine, H. Hisakuni, and T. Kanaka, "Photoinduced

Bragg reflector in As_2–S_3 glass," Appl. Phys. Lett. **64,** 1771–1773 (1994).
13. B. Malo, J. Albert, F. Bilodeau, T. Kitagawa, D. C. Johnson, K. O. Hill, K. Hattori, Y. Hibino, and S. Gujrathi, "Photosensitivity in phosphorus-doped silica glass and optical waveguides," Appl. Phys. Lett. **65,** 394–396 (1994).
14. L. Dong, P. J. Wells, D. P. Hand, and D. N. Payne, "Photosensitivity in Ce^{3+}-doped optical fibers," J. Opt. Soc. Am. B **10,** 89–93 (1993).
15. L. Dong, J. L. Cruz, L. Reekie, M. G. Xu, and D. N. Payne, "Enhanced photosensitivity in Tin-codoped germanosilicate optical fibers," IEEE Photonics Technol. Lett. **7,** 1048–1050 (1995).
16. L. Dong, J. L. Archambault, E. Taylor, M. P. Roe, L. Reekie, and P. St. J. Russell, "Photosensitivity in tantalum-doped silica optical fibers," J. Opt. Soc. Am. B **12,** 1747–1750 (1995).
17. D. P. Hand and P. St. J. Russell, "Photoinduced refractive index changes in germanosilicate fibers," Opt. Lett. **15,** 102–104 (1990).
18. R. M. Atkins, V. Mizrahi, and T. Erdogan, "248 nm induced vacuum UV spectral changes in optical fibre preform cores: support for a colour centre model of photosensitivity," Electron. Lett. **29,** 385–387 (1993).
19. L. Dong, J. L. Archambault, L. Reekie, P. St. J. Russell, and D. N. Payne, "Photoinduced absorption change in germanosilicate preforms: evidence for the color center model of photosensitivity," Appl. Opt. **34,** 3436–3440 (1995).
20. M. J. Digonnet, "A Kramers–Kronig analysis of the absorption change in fiber gratings," Proc. SPIE **2841,** 109–120 (1996).
21. P. Cordier, J. C. Doukhan, E. Fertein, P. Bernage, P. Niay, J. F. Bayon, and T. Georges, "TEM characterization of structural changes in glass associated to Bragg grating inscription in a germanosilicate optical fiber preform," Opt. Commun. **111,** 269–275 (1994).
22. B. Poumellec, P. Guénot, I. Riant, P. Sansonetti, P. Niay, P. Bernage, and J. F. Bayon, "UV induced densification during Bragg grating inscription in Ge:SiO_2 preforms," Opt. Mater. **4,** 441–449 (1995).
23. B. Poumellec, I. Riant, P. Niay, P. Bernage, and J. F. Bayon, "UV induced densification during Bragg grating inscription in Ge:SiO_2 preforms: interferometric microscopy investigations," Opt. Mater. **45,** 404–409 (1995).
24. B. Poumellec, P. Niay, M. Douay, and J. F. Bayon, "UV induced refractive index gratings in Ge:SiO_2 preforms: additional CW experiments and macroscopic origin of index change," J. Phys. D **29,** 1842–1856 (1996).
25. P. Cordier, S. Dupont, M. Douay, G. Martinelli, P. Bernage, P. Niay, J. F. Bayon, and L. Dong, "Transmission electron microscopy evidence of densification associated to Bragg grating photoimprinting in germanosilicate optical fibers," accepted for publication by Appl. Phys. Lett. **70,** 1204–1206 (1997).
26. M. D. Gallagher and U. L. Osterberg, "Ultraviolet absorption measurements in single-mode optical glass fibers," Appl. Phys. Lett. **60,** 1791–1793 (1992).
27. R. M. Atkins, "Measurement of the ultraviolet absorption spectrum of optical fibers," Opt. Lett. **17,** 469–471 (1992).
28. M. Gallagher and U. Osterberg, "Time resolved 3.10 eV luminescence in germanium-doped silica glass," Appl. Phys. Lett. **63,** 2987–2989 (1993).
29. L. Dong, J. Pinkstone, P. St. J. Russell, and D. N. Payne, "Ultraviolet absorption in modified vapor deposition preforms," J. Opt. Soc. Am. B **11,** 2106–2111 (1994).
30. R. M. Atkins, P. J. Lemaire, T. Erdogan, and V. Mizrahi, "Mechanisms of enhanced UV photosensitivity via hydrogen loading in germanosilicate glasses," Electron. Lett. **29,** 1234–1235 (1993).
31. J. E. Roman and K. A. Winick, "Photowritten gratings in ion-exchanged glass waveguides," Opt. Lett. **18,** 808–810 (1993).
32. R. M. Atkins and V. Mizrahi, "Observation of changes in UV absorption bands of single mode germanosilicate core optical fibres on writing and thermally erasing refractive index gratings," Electron. Lett. **28,** 1743–1744 (1992).
33. D. L. Williams, S. T. Davey, R. Kashyap, J. R. Armitage, and B. J. Ainslie, "Direct observation of UV induced bleaching of 240 nm absorption band in photosensitive germanosilicate glass fibres," Electron. Lett. **28,** 369–371 (1992).
34. L. Landau and E. Lifchitz, "Electrodynamique des milieux continus," in *Cours de Physique Théorique*, tome VIII, (Mir, Moscow, Russia, 1969), relation (62-10), p. 341.
35. M. B. Danailov and P. Apai, "UV-induced transmission frustration in optical fibers," Appl. Phys. Lett. **67,** 3393–3395 (1995).
36. P. Y. Fonjallaz, H. G. Limberger, R. P. Salathé, F. Cohet, and B. Lauenberger, "Tension increase correlated to refractive-index change in fibers containing UV-written Bragg gratings," Opt. Lett. **20,** 1346–1348 (1995).
37. H. G. Limberger, P. Y. Fonjallaz, R. P. Salathé, and F. Cochet, "Compaction and photoelastic-induced index changes in fiber Bragg gratings," Appl. Phys. Lett. **68,** 3069–3071 (1996).
38. T. Erdogan, V. Mizrahi, P. J. Lemaire, and D. Monroe, "Decay of ultraviolet-induced fiber Bragg gratings," J. Appl. Phys. **76,** 73–80 (1994).
39. W. Primak, "The compacted states of vitreous silica," in *Studies in Radiation Effects in Solids* (Gordon & Breach, New York, 1975) and references therein.
40. B. Poumellec, P. Niay, P. Bernage, M. Douay, J. F. Bayon, and V. B. Soulimov, "Writing mechanism of photorefractive Bragg gratings in Ge:SiO_2," First European COST Workshop on Bragg Grating Reliability (Ecole Polytechnique Federal, Lausanne, Switzerland, 1995), pp. 179–200.
41. Y. Mohanna, J. M. Saugrain, J. C. Rousseau, and P. Ledoux, "Relaxation of internal stresses in optical fibers," J. Lightwave Technol. **8,** 1799–1802 (1990).
42. I. Camlibel, D. A. Pinnow, and F. W. Dabby, "Optical aging characteristics of borosilicate clad fused silica core fiber optical waveguides," Appl. Phys. Lett. **26,** 185–187 (1975).

3.4.1.3. Utilisation du modèle local de Kramers-Kronig dans le cas de l'insolation d'un verre germanosilicate par une radiation de longueur d'onde égale à 193 nm.

Nous appliquons la méthode décrite au paragraphe précédent au cas des excès de pertes induites par l'insolation de lame de préforme BPG 286 à l'aide du laser à excimère ArF (λ_p = 193 nm). Les spectres ont été enregistrés au cours d'insolations réalisées dans différentes conditions expérimentales de fluence par impulsion. Le protocole expérimental suivi pour insoler les lames et pour mesurer les coefficients d'excès de pertes a été présenté dans le paragraphe 3.3.

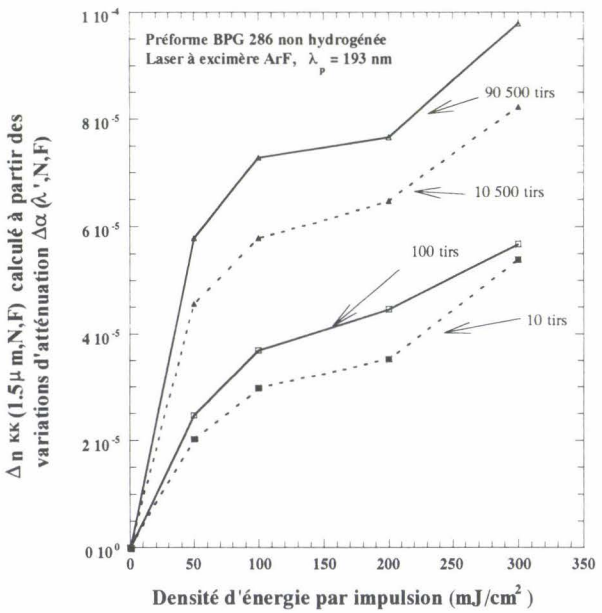


Figure 61 : Evolution en fonction de la densité moyenne d'énergie par impulsion de la variation photoinduite d'indice de réfraction Δn^{KK} (lame de préforme BPG 286 non hydrogénée).

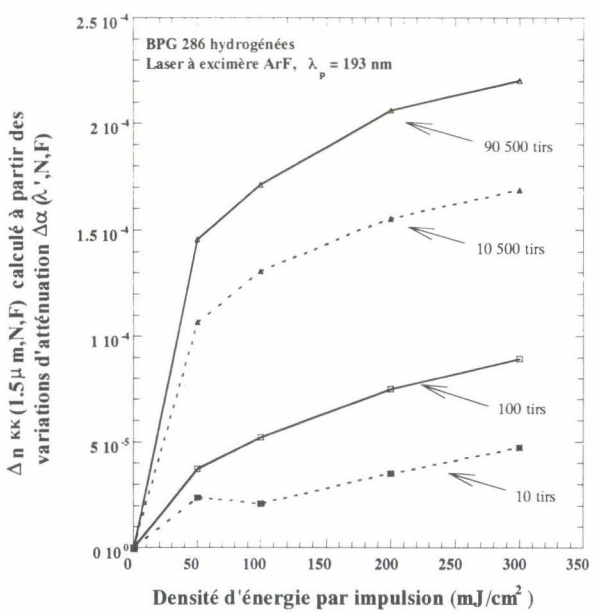


Figure 62 : Evolution en fonction de la densité moyenne d'énergie par impulsion de la variation photoinduite d'indice de réfraction Δn^{KK} (lame de préforme BPG 286 hydrogénée).

Trois spectres similaires à ceux des figures 51 et 52 ont été enregistrés lors de l'insolation uniforme du cœur de lames de préforme BPG 286 à l'aide du faisceau lumineux délivré par le laser à ArF. La densité moyenne d'énergie par impulsion incidente sur le cœur de la lame a été fixée à 50, 200 et 300 mJ/cm^2. L'épaisseur des lames a été choisie égale à 100 µm. L'insolation a été réalisée sur des lames hydrogénées et des lames non hydrogénées. Les conditions de traitement des lames par de l'hydrogène sont identiques à celles décrites dans le paragraphe 3.3.1. Les mesures de transmission du cœur des lames de préforme ont été réalisées au cours des insolations, pour un nombre d'impulsions ultraviolettes compris entre 5 et 100 000.

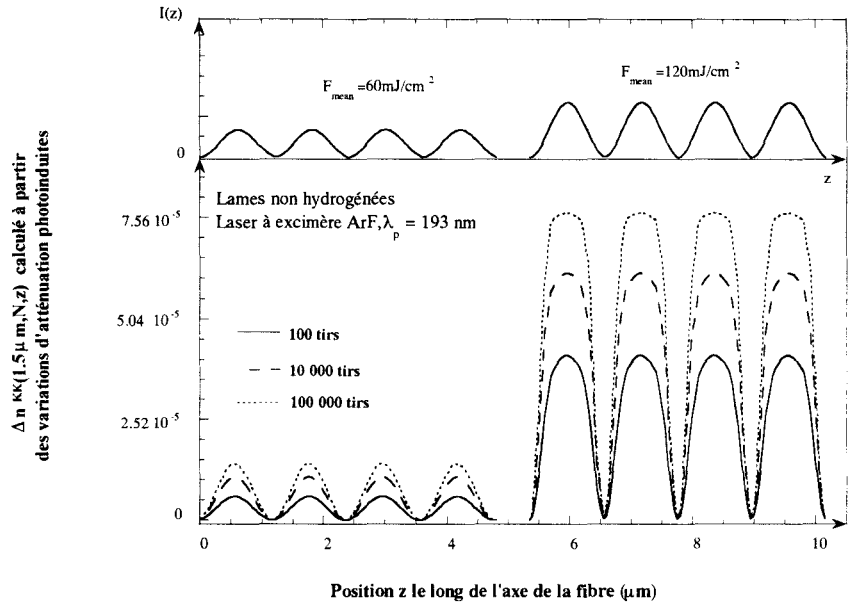


Figure 63 : Variation de l'indice de réfraction $\Delta n^{KK}(1{,}5\ \mu m, N, z)$ en fonction de la position le long de l'axe *Oz* de la fibre non hydrogénée. Les variations de $\Delta n^{KK}(1{,}5\ \mu m, N, z)$ le long de l'axe *Oz* sont représentées pour deux densités moyennes d'énergie par impulsion : 60 et 120 mJ/cm^2. Visibilité des franges V = 1.

La relation (1) de l'article inclus dans le paragraphe 3.4.1.2 a été utilisée pour calculer le terme $\Delta n^{KK}(1{,}5\ \mu m, N, F)$ pour les différentes valeurs de N et de F correspondant à nos conditions expérimentales. Les variations photoinduites d'indice de réfraction, $\Delta n^{KK}(1{,}5\ \mu m, N, F)$, sont représentées sur les figures 61 et 62, en fonction de la densité d'énergie moyenne par impulsion du rayonnement incident, respectivement pour les lames non hydrogénées et les lames hydrogénées. Les courbes tracées correspondent à N = 10, 100, 10 500, 90 500 impulsions. Comme le montrent les figures 61 et 62, $\Delta n^{KK}(1{,}5\ \mu m, N, F)$ **évolue selon une loi non linéaire** en fonction de la densité d'énergie par impulsion du rayonnement incident sur le cœur de la lame de préforme. La variation d'indice de réfraction calculée à l'aide de la relation de Kramers-Kronig est une fonction croissante de la densité d'énergie par impulsion, dont la croissance s'infléchit dès que F est supérieur à 50 mJ/cm^2. Pour un nombre d'impulsions N et une densité d'énergie par impulsion F fixés, la valeur de $\Delta n^{KK}(1{,}5\ \mu m, N, F)$ est sensiblement plus élevée dans le cas des lames hydrogénées (figure 62) que dans le cas des lames non hydrogénées (figure 61).

Une distribution d'éclairement dans la direction ***Oz*** a été calculée numériquement à l'aide de la relation 2 de l'article présenté dans le paragraphe 3.4.1.2. Deux densités moyennes d'énergie par impulsion F_{mean}, égales à 60 et 120 mJ/cm^2, ont été choisies pour réaliser le calcul. La visibilité des

franges est égale à $V = 1$. La distribution d'intensité lumineuse, correspondant à ces deux valeurs de F_{mean}, est représentée en fonction de z sur la partie haute des figures 63 et 64. Les données présentées sur les figures 61 et 62, pour différentes valeurs de N, ont été interpolées de manière à décrire l'intervalle de valeurs de F (0 mJ/cm^2 - 300 mJ/cm^2) avec un pas de 0,1 mJ/cm^2 afin de représenter le profil de variation d'indice de réfraction le long de l'axe ***Oz*** de la fibre. La partie basse de des figures 63 et 64 décrit l'évolution du terme $\Delta n^{KK}(1{,}5\ \mu m, N, z)$ le long de l'axe ***Oz***. Il apparaît que, même si l'éclairement le long de l'axe ***Oz*** de la fibre est parfaitement sinusoïdal, la non-linéarité des excès de pertes en fonction de la densité d'énergie par impulsion provoque une distorsion des profils de variation d'indice de réfraction. Cette distorsion est notable pour des densités d'énergie par impulsion supérieures à 60 mJ/cm^2. La distorsion qui apparaît dans les simulations effectuées sur les échantillons non hydrogénés est plus forte que celle qui se déduit des calculs portant sur les lames hydrogénées.

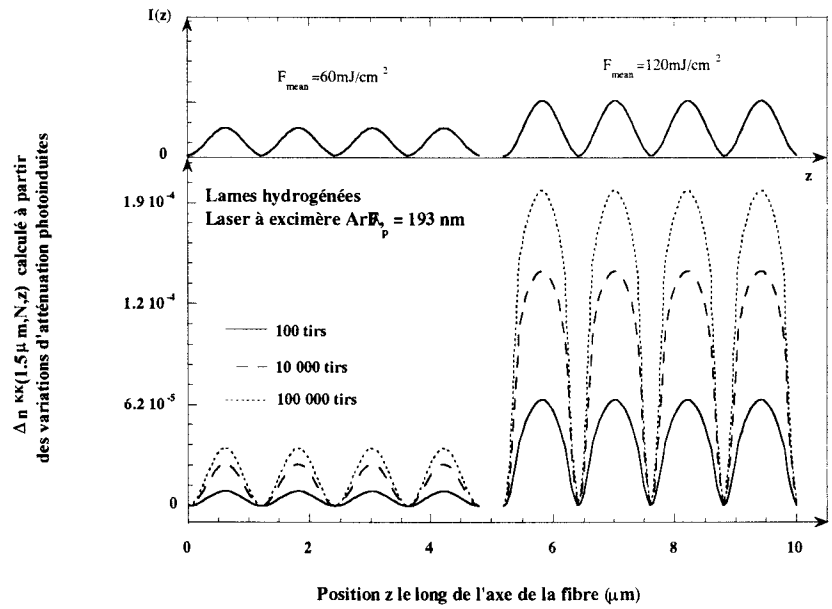


Figure 64 : Variation de l'indice de réfraction $\Delta n^{KK}(1{,}5\ \mu m, N, z)$ en fonction de la position le long de l'axe *Oz* de la fibre hydrogénée. Les variations de $\Delta n^{KK}(1{,}5\ \mu m, N, z)$ le long de l'axe *Oz* sont représentées pour deux densités moyennes d'énergie par impulsion : 60 et 120 mJ/cm^2. Visibilité des franges V = 1.

Les données $\Delta n^{KK}(1{,}5\ \mu m, N, z)$ représentées en fonction de z pour différentes valeurs du paramètre N (figures 63 et 64) ont été décomposées en série de Fourier. La forme de la décomposition correspond à la relation (3) de l'article présenté dans le paragraphe 3.4.1.2. Les termes d'ordre 0 et 1 de la décomposition en série de Fourier sont respectivement notés $\Delta n_{mean}{}^{KK}$ et $\Delta n_{mod}{}^{KK}$. L'évolution des termes $\Delta n_{mean}{}^{KK}$ et $\Delta n_{mod}{}^{KK}$ en fonction du paramètre N est tracée sur les figures 65 et 66 respectivement pour les échantillons non hydrogénés et les lames hydrogénées. Lorsque la densité d'énergie moyenne F_{mean} est supérieure à 60 mJ/cm^2, $\Delta n_{mean}{}^{KK}$ est sensiblement supérieur à $\Delta n_{mod}{}^{KK}$.

L'évolution de Δn_{mean}^{KK} et Δn_{mod}^{KK} est très rapide au début des insolations (nombre de tirs < 10 000), puis la croissance de ces grandeurs s'infléchit. Quelle que soit la densité d'énergie moyenne par impulsion, les termes Δn_{mean}^{KK} et Δn_{mod}^{KK} calculés pour les échantillons hydrogénés sont supérieurs d'un facteur supérieur à 2 à ceux calculés pour les échantillons non hydrogénés.

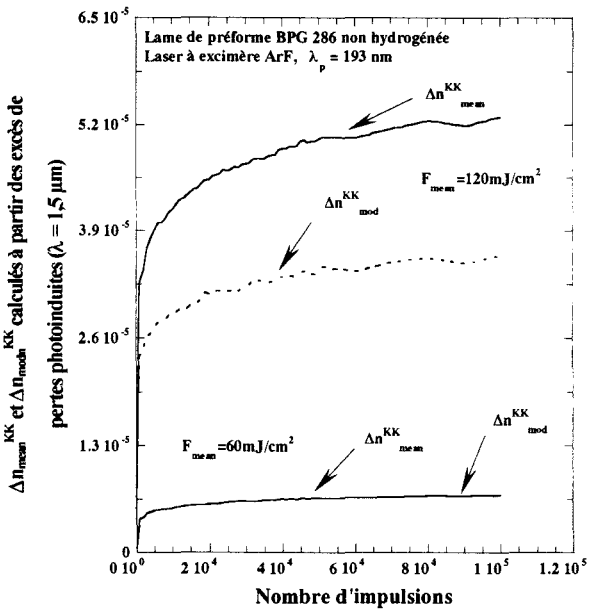


Figure 65 : Evolution des termes Δn_{mean}^{KK} et Δn_{modn}^{KK} en fonction du nombre d'impulsions incidentes sur la fibre. Ces termes sont calculées par décomposition en série de Fourier de la fonction $\Delta n^{KK}(1{,}5\ \mu m, N, z)$ représentée sur la figure 63.

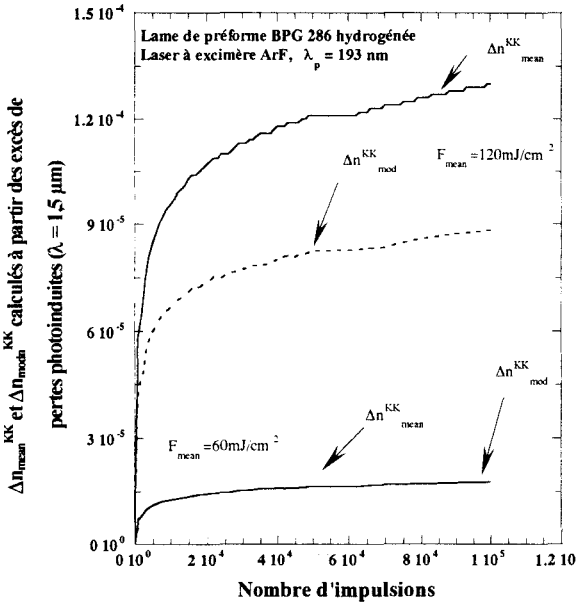


Figure 66 : Evolution des termes Δn_{mean}^{KK} et Δn_{modn}^{KK} en fonction du nombre d'impulsions incidentes sur la fibre. Ces termes sont calculées par décomposition en série de Fourier de la fonction $\Delta n^{KK}(1{,}5\ \mu m, N, z)$ représentée sur la figure 64.

3.4.1.4. Discussion

Nous avons proposé un modèle d'utilisation de la relation de Kramers-Kronig qui tient compte du caractère local des changements de transmission du matériau insolé. Ce procédé est plus complexe à mettre en œuvre que la méthode qui consiste à appliquer la relation de Kramers-Kronig à un unique spectre d'excès de pertes pour déterminer une valeur de variation d'indice de réfraction. Notre méthode nécessite en effet d'enregistrer des spectres de transmission du verre dans des conditions variées d'insolation (différentes valeurs de F et N). Un traitement mathématique est ensuite appliqué aux données recueillies. Il permet d'en extraire l'évolution des valeurs de Δn_{mean}^{KK} et Δn_{mod}^{KK} qui peut être attribuée aux variations de la transmission du verre dans la gamme spectrale [210 nm – 350 nm]. Il n'est pas possible d'évaluer les variations d'indice de réfraction liées au changement de transmission du matériau sur tout le spectre électromagnétique. Cette limitation arbitraire du domaine spectral analysé explique la différence significative entre l'ordre de grandeur de la modulation d'indice de réfraction mesurée à partir de la réflectivité des réseaux et celui qui se déduit

des spectres d'excès de pertes. Il faut donc rechercher l'origine des modulations d'indice de réfraction dans des modifications de la transmission du matériau dans une région spectrale située en dessous de 210 nm. L'application du procédé de calcul au cas du cœur de lames de préforme germanosilicates hydrogénées et non hydrogénées insolées par un rayonnement de longueur d'onde 193 nm ou 248 nm a cependant permis de mettre en évidence un point important : les effets de saturation des pertes en excès conduisent à des différences notables entre les évolutions de Δn_{mean}^{KK} et Δn_{mod}^{KK} au cours des insolations. Ces différences n'auraient pas été mises en évidence sans la prise en compte du caractère localisé des changements d'absorption du verre.

L'écart entre Δn_{mean}^{KK} et Δn_{mod}^{KK} est d'autant plus important que la densité d'énergie par impulsion est grande (figures 5a et 5b de l'article inséré dans le paragraphe 3.4.1.2, figures 65 et 66).

4. Mise en évidence d'un phénomène de densification des verres germanosilicates lors d'insolations ultraviolettes

4.1. Choix des matériaux et protocole expérimental

Nous avons choisi d'utiliser pour cette étude le cœur de lames de préforme MCVD dopées par 7% d'oxyde de germanium (BPG 286). L'épaisseur des lames est égale à (50 ± 2) μm. Le diamètre du cœur de ces lames est égal à 600 μm. Les lames à faces parallèles ont été polies avec une qualité meilleure que λ.

Les lames à faces parallèles ont été insolées à l'aide du laser à ArF (λ_p = 193 nm) et du montage à masque de phase (paragraphe 2.3.1.iii, chapitre I)[xiv]. Deux réseaux de Bragg ont été inscrits dans chaque lame à l'aide de ces dispositifs, selon des conditions d'insolation fixées. Le pas des réseaux de Bragg photoinscrits est égal à 521,5 nm. Les efficacités de diffraction des hologrammes photoinscrits dans le cœur des lames de préforme ont été mesurées selon le protocole expérimental défini au paragraphe 3.2, chapitre I. Nous avons ensuite examiné la surface des lames au moyen d'un

[xiv] Nous ne disposons pas au laboratoire de dispositif permettant de réaliser un champ de franges d'interférences de pas de

microscope interférométrique à balayage de phase (microscope MicroXAM de la société Phase Shift Technology).

4.2. Insolation des lames non hydrogénées

Deux réseaux de Bragg (nommés R1 et R2) ont été inscrits dans le cœur d'une lame de préforme BPG 286 non hydrogénée ($\phi_c \approx 800$ - 900 µm). A cet effet, le cœur de la lame a été exposé, en deux endroits distants d'environ 500 µm, au champ de franges ultraviolettes (λ_p =193 nm). Les dimensions du champ de franges selon des directions ***Oz*** et ***Oy*** sont égales respectivement à 1,5 mm et 40 µm[xv]. La densité moyenne d'énergie par impulsion est égale à 300 mJ/cm^2. Les réseaux R1 et R2 ont été inscrits respectivement par 10 000 et 60 000 impulsions. L'amplitude de modulation d'indice de réfraction (Δn_{mod}^{p}) de chacun des réseaux a été mesurée en utilisant comme faisceau sonde le rayonnement issu d'un laser HeNe (λ_s = 632,8 nm).

Les valeurs de Δn_{mod}^{p} mesurées sont respectivement égales à $(1{,}2 \pm 0{,}5) \times 10^{-4}$ (R1) et $(3 \pm 1{,}2) \times 10^{-4}$ (R2). La sélectivité angulaire $\Delta\theta \approx 1°40'$ des hologrammes montre que l'épaisseur équivalente des réseaux est de l'ordre de 25 µm.

Nous avons procédé à l'examen de l'état de la surface du cœur de la lame insolée à l'aide du microscope interférométrique à balayage de phase. La surface de l'échantillon directement exposée au faisceau UV a été examinée de façon systématique de manière à en établir la topographie. La résolution est de l'ordre de 1,5 µm. Deux zones fortement contrastées ont été détectées au microscope. La forme de ces zones est sensiblement elliptique, les grands axes des ellipses étant parallèles. Les dimensions approximatives de chacune des axes de l'ellipse sont égales à 740 µm x 410 µm. La distance entre les grands axes est égale à 510 ± 10 µm. L'état de surface de la lame à l'emplacement d'une de ces deux zones est représenté sur la figure 67 en fausses couleurs (l'échelle de couleur est définie sur la gauche de la figure). La teinte de ces zones indique l'existence d'un défaut de planéité correspondant à une bosse dont la hauteur par rapport aux zones représentées en noir est de l'ordre de respectivement 600 nm pour la zone ayant subi une insolation par 60 000 tirs et 300 nm pour celle qui a été insolée par 10 000 impulsions. Une photographie du cœur de la préforme prise entre polariseur et

---

l'ordre de 5 à 10 µm à partir du laser à ArF.

[xv] La direction ***Oz*** est parallèle au masque de phase et perpendiculaire aux gravures. La direction ***Oy*** désigne la direction parallèle aux gravures.

analyseur croisés est présentée sur la figure 68. Les spots de focalisation du faisceau UV sont parfaitement visibles. La distance entre ces spots est égale à 540 ± 30 µm. La présence d'un contraste indique la création d'une biréfringence. Les axes de la biréfringence sont respectivement parallèle et perpendiculaire à la direction des impacts visibles sur la photographie.

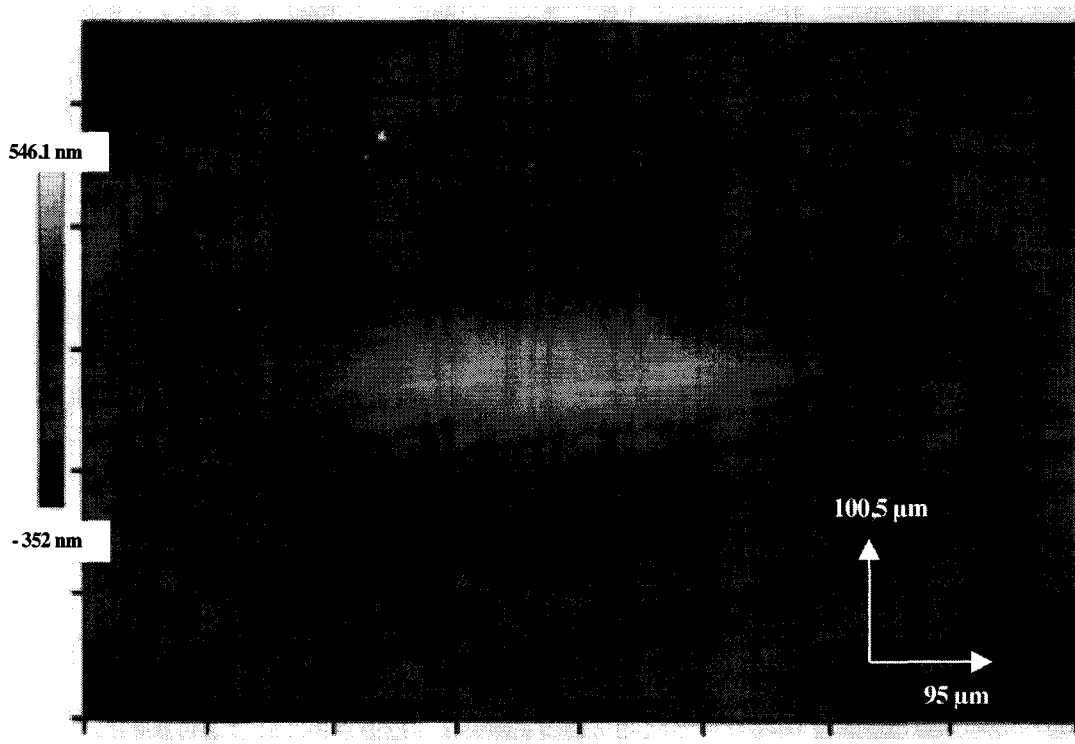


Figure 67 : Etat de surface de la lame de préforme BPG 286 non hydrogénée. Défaut de planéité correspondant à une bosse détectée au microscope interférométrique.

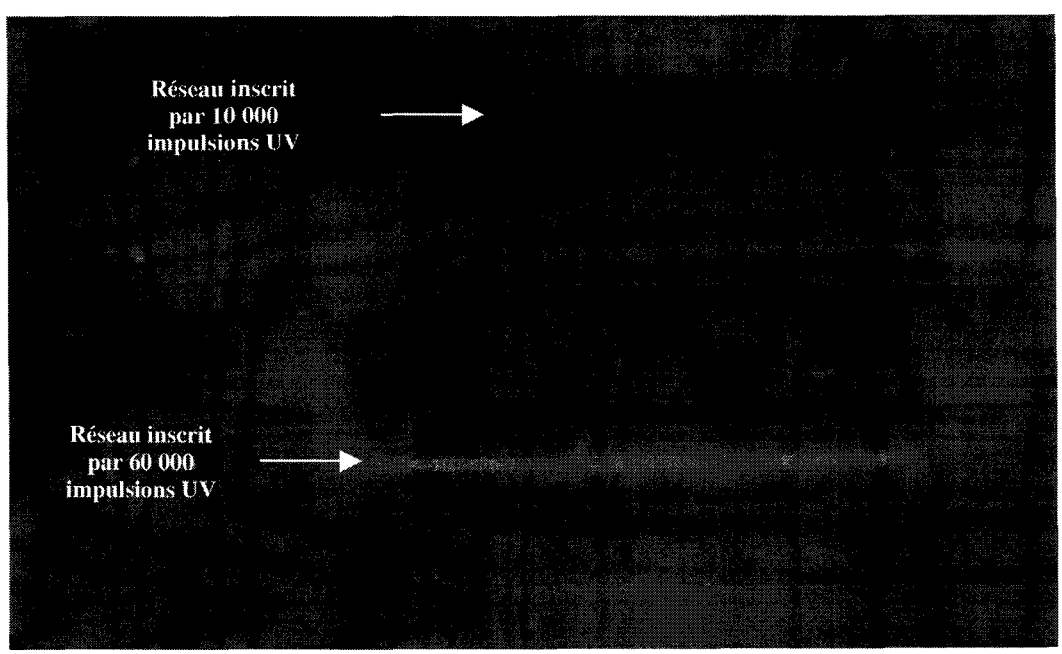


Figure 68 : Etat de la lame de préforme BPG 286 non hydrogénée. Photographie prise entre polariseur et analyseur croisés.

4.3. Insolation d'une lame hydrogénée

Une lame de préforme BPG 286 a été placée pendant un mois, à température ambiante, dans une enceinte contenant de l'hydrogène sous forte pression (100 bar). Deux réseaux ont été inscrits dans cette lame dans la demi-heure qui a suivi sa sortie de l'enceinte contenant l'hydrogène. La densité d'énergie par impulsion du rayonnement ultraviolet a été ajustée à 40 mJ/cm^2. La lame d'épaisseur égale à 50 μm a été insolée, en deux endroits distants de 500 μm respectivement par 1 000 (R3) et 5 000 (R4) impulsions ultraviolettes (λ_p =193 nm).

Les valeurs des amplitudes de modulation d'indice de réfraction ont été mesurées en utilisant le protocole défini au paragraphe 3.2, chapitre I. Les valeurs de Δn_{mod}^{P} des réseaux R3 et R4 sont respectivement égales à (1,4 ± 0,6) x 10^{-4} et (2 ± 0,8) x 10^{-4}. La sélectivité angulaire des hologrammes montre que l'épaisseur équivalente des réseaux est de l'ordre de 30 μm.

L'état de surface du cœur de la lame a ensuite été examiné à l'aide d'un microscope interférométrique à balayage de phase (résolution spatiale = 1,5 μm). Une photographie d'un interférogramme de la surface du cœur de la lame est présentée sur la figure 69. Aucune déformation de la surface n'a été mise en évidence et ceci quelle que soit la face examinée. Le cœur présente un défaut de polissage situé dans sa partie inférieure. Les zones dans lesquelles ont été inscrits les réseaux sont indiquées sur la figure. Nous avons réalisé une topographie de ces zones en augmentant le grossissement d'un facteur 4. Aucune modification significative de l'état de surface de la lame n'a été mise en évidence dans la région où les réseaux ont été inscrits. Une photographie du cœur de la préforme a été prise entre polariseur et analyseur croisés. Aucun contraste n'a été mis en évidence lors de cet examen.

4.4. Discussion des résultats

Comme le montre la figure 2 du chapitre II, les dynamiques de croissance de réseaux de Bragg au cours de leur inscription dans une fibre BPG 286 insolée à l'aide d'un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde 193 nm correspondent à des dynamiques de croissance de type IIA. W.X. Xie et *al.*[22] ont mesuré l'évolution de l'efficacité de diffraction de réseaux inscrits dans des

lames de préforme lors d'insolations réalisés avec des rayonnements de longueur d'onde 244 nm. Ils ont comparé l'évolution des réseaux inscrits dans le cœur des lames de préforme à celle de réseaux inscrits dans des fibres tirées à partir de sections de ces préformes. W.X. Xie et *al.* ont montré que, alors que des dynamiques de croissance de réseaux de Bragg rencontrées dans les fibres germanosilicates fortement dopées correspondent à des dynamiques de type IIA, l'évolution de l'efficacité de diffraction de réseaux inscrits dans des lames de préforme de même nature est monotone en fonction de la durée d'insolation. Par ailleurs, ils ont remarqué que, les variations d'indice de réfraction Δn_{mod}^{p} photoinduites dans ce type de lames de préforme dans des conditions d'insolation fixées sont significativement plus faibles que les variations d'indice de réfraction induites dans les fibres équivalentes.

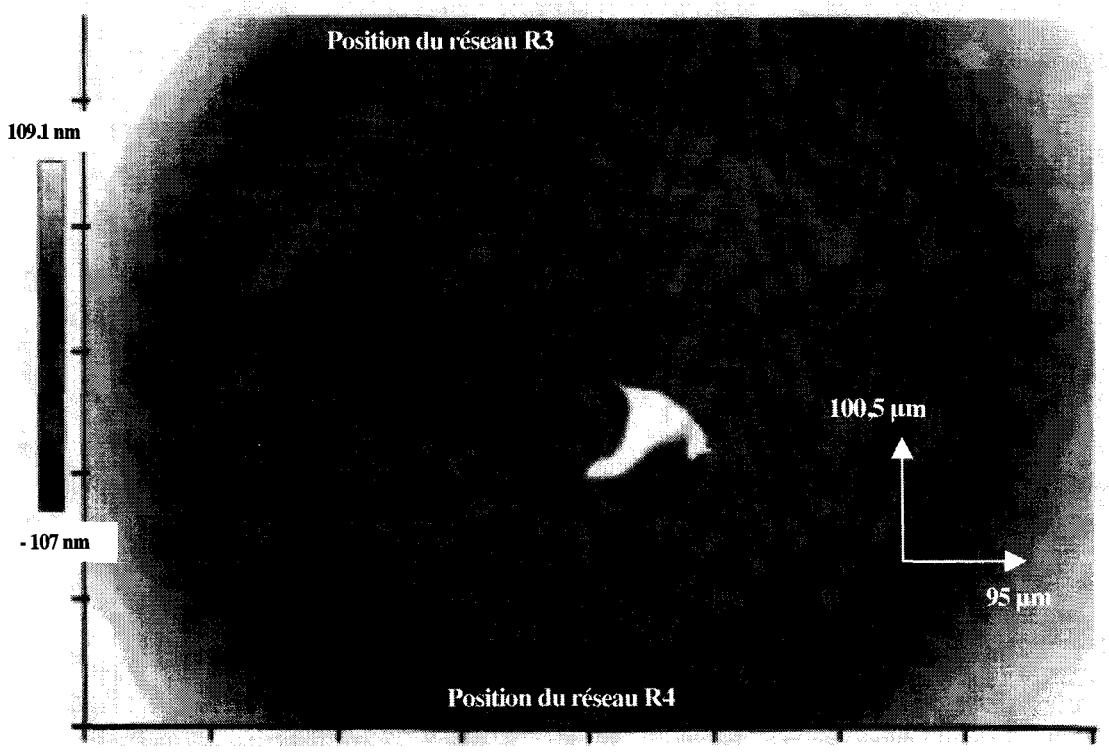


Figure 69 : Etat de surface du cœur de la lame de préforme BPG 286 hydrogénée. La préforme a été insolée à l'aide du montage à masque de phase et du laser à ArF. Les emplacements sur lesquels les réseaux R3 et R4 ont été inscrits sont symbolisés par les traits blancs sur la figure

Nous n'avons pas, pour notre part, procédé à l'enregistrement de l'efficacité de diffraction des hologrammes au cours de leur inscription dans les lames de préforme (λ_p = 193 nm)[xvi].

[xvi] Cette expérience s'avère très difficile à réaliser compte tenu de la présence nécessaire du masque de phase au contact de la préforme et de la faiblesse du pas des réseaux ($\Lambda \approx 0{,}5$ µm, cette valeur implique un angle d'incidence du faisceau sonde sur la lame de l'ordre de 37°). Il apparaît nécessaire de réaliser un nouveau montage optique pour tenir compte de ces paramètres. Une simplification du montage serait apportée par l'utilisation d'un masque de phase de pas a = 2 µm.

Il n'est donc pas possible de dire si les observations effectuées par W.X. Xie[22] correspondent également au cas des insolations effectuées avec une radiation de longueur d'onde égale à 193 nm. Dans ces conditions, la comparaison entre les amplitudes de modulation d'indice de réfraction créées dans la fibre et la préforme est sujette à caution.

L'origine des bosses sur les points d'impact du faisceau laser (lame non hydrogénée) n'est pas parfaitement éclaircie. Ces bossent peuvent en effet correspondre à une dilatation du matériau constituant la lame de préforme ou à une déformation de sa surface sous l'effet de l'impact du faisceau laser (l'épaisseur de la lame est de l'ordre de 50 μm). Une façon de procéder pour lever cette indétermination aurait consisté à examiner l'état de surface de la lame non directement exposée au faisceau laser. Malheureusement, cette vérification n'a pas été effectuée en raison de la casse accidentelle de l'échantillon. L'expérience doit être recommencée dans un proche avenir au laboratoire en examinant l'état de surface de lames d'épaisseur égale à 100 μm dans lesquelles des réseaux seront inscrits à l'aide du laser à ArF.

L'examen des réseaux inscrits dans les lames hydrogénées a été effectué à l'aide d'un microscope interférométrique. Cet examen n'a pas permis de mettre en évidence l'existence d'un phénomène de densification (ou de dilatation) à l'emplacement des points d'impact du faisceau laser. Cette conclusion est cohérente avec les cliché des lames pris entre polariseur et analyseur croisés au microscope polarisant. Il s'agit là d'une observation différente de celles effectuées sur des réseaux inscrits dans des lames de préforme BPG 286 avec un laser continu de longueur d'onde 244 nm. L'inscription des réseaux dans une lame non hydrogénée ou hydrogénée se traduit en effet par la création d'une corrugation qui se forme au fond d'une vallée (densification). Pour une modulation d'indice de réfraction équivalente, la profondeur de la vallée est notablement moins importante dans la lame hydrogénée. Nos expériences montrent donc que les changements d'indice de réfraction induits par les insolations avec le laser à ArF sont différents de ceux des insolations avec le laser de longueur d'onde égale à 244 nm.

5. Conclusion du chapitre II

La comparaison de la photosensibilité induite dans les fibres germanosilicates par une insolation effectuée à l'aide d'un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde 193 nm ou

244 nm est le premier objectif que nous avons cherché à atteindre en réalisant les expériences présentées dans ce chapitre. Nous avons tout d'abord déterminé des lois phénoménologiques qui gouvernent l'évolution de l'indice de réfraction en fonction de la durée d'insolation. Les lois ont été établies en fonction de divers paramètres : la nature de la fibre, celle du laser utilisé pour réaliser les insolations, l'utilisation d'un traitement des fibres par de l'hydrogène moléculaire sous forte pression. Nous montrons que la solution à ce problème n'est pas unique. D'autres lois d'évolution, non plus phénoménologiques, mais basées sur un modèle théorique peuvent tout aussi bien rendre compte de l'évolution des variations d'indice de réfraction au cours des insolations.

La longueur d'onde du laser utilisé pour insoler les fibres constitue un paramètre critique des expériences d'inscription. Les inscriptions de réseaux de Bragg sont plus rapides lorsque λ_p = 193 nm que lorsque λ_p = 244 nm. Cependant, en ce qui concerne les fibres non hydrogénées, il apparaît que l'utilisation d'un rayonnement de longueur d'onde 193 nm conduit le plus souvent à des cinétiques de croissances de réseaux de type IIA. Ce type de dynamique est rencontré dès que la concentration d'oxyde de germanium dans le cœur de la fibre est de l'ordre de 7 % mol. Dans le cas d'insolations réalisées à l'aide de radiations de longueur d'onde 244 nm, des dynamiques de type IIA ne sont observées que lorsque la concentration de l'oxyde de germanium dans le cœur de la fibre dépasse 11,5 % mol. Quelle que soit la longueur d'onde de pompe, un traitement à température ambiante des fibres par de l'hydrogène sous forte pression conduit à une photosensibilité de type I. Dans cette situation, les dynamiques de croissances de réseaux sont significativement plus rapides lorsque les insolations sont réalisées à l'aide d'un laser à ArF que lorsqu'elles sont réalisées à l'aide d'un rayonnement de longueur d'onde égale à 244 nm. Nous n'avons pas pu dégager de tendance claire d'évolution de la photosensibilité des fibres germanosilicates en fonction de la concentration de l'oxyde de germanium contenu dans le cœur de ces fibres. Il apparaît que des paramètres non maîtrisé (conditions d'étirage de la fibre, composition chimique du cœur et de la gaine de la fibre...) jouent un rôle important dans la photosensibilité des fibres germanosilicates. En conclusion, il est nécessaire d'étudier la photosensibilité d'une fibre dans différentes conditions d'insolation pour pouvoir cerner avec précision l'efficacité d'une source laser particulière à produire une variation d'indice de réfraction donnée. Il n'est pas concevable de se contenter d'une étude réalisée sur une fibre présentant des caractéristiques apparemment similaire et d'en extrapoler les résultats.

Dans la plupart des expériences, les inscriptions de réseaux de Bragg sont réalisées à une température ambiante. Nous avons mis en évidence qu'il est possible d'accélérer les croissances de réseaux, aussi bien dans des fibres non hydrogénées que dans des fibres hydrogénées, en portant la

fibre à une température T supérieure à l'ambiante au cours de l'insolation (réalisée à l'aide d'un laser impulsionnel λ_p = 244 nm). L'existence d'un optimum de température T_{opt} a été observée, élever la température de la fibre au-delà de cet optimum ralenti la croissance de la réflectivité. A une température T_{lim} suffisamment élevée par rapport à la température T_{opt} l'évolution de la réflectivité du réseau photoinscrit est plus lente que lorsque l'insolation est réalisée à température ambiante. L'accélération des variations d'indice de réfraction obtenue en élevant la température de la fibre n'est pas suffisante pour présenter un intérêt d'ordre technologique. Toutefois ce phénomène apporte des informations importantes pour la compréhension des mécanismes en jeu dans la photosensibilité : il met en évidence le fait que lors de l'inscription d'un réseau, il y a une compétition entre un mécanisme de création de défauts et un mécanisme de destruction de ces mêmes défauts et/ou d'autres. La dépendance des cinétiques de croissance de réseaux avec la température à laquelle la fibre est portée pendant l'insolation, permet par ailleurs, d'étayer le modèle développé par B. Poumellec[93,94] qui est basé sur l'idée de réactions activées thermiquement. Ce modèle est par ailleurs cohérent avec l'amélioration de la stabilité thermique des réseaux photoinscrits à $T > T_{ambiant}$ observée dans des fibres germanosilicates non hydrogénées.

Les expériences de vieillissement accéléré de réseaux inscrits dans les différents types de fibres germanosilicates à notre disposition ont montré que la tenue thermique des réseaux de type I était similaire quelle que soit la source utilisée à condition que les réflectivités initiales des réseaux soit égales. Par ailleurs, la stabilité thermique de réseaux correspondant à des dynamiques de croissance de type IIA est notablement plus importante que celle des réseaux de type I (λ_p = 193 nm ou 244 nm). Les expériences de destructions thermiques de réseaux inscrits dans différentes fibres hydrogénées indiquent une différence de stabilité thermique avec les fibres non traitées. Dans l'ensemble des cas rencontrés, la stabilité thermique des réseaux inscrits dans les fibres traitées par de l'hydrogène est inférieure à celle de réseaux inscrits dans les fibres non hydrogénées (pour une fluence cumulée équivalente).

L'inscription d'un réseau de Bragg dans une fibre optique se traduit à la fois par une variation de l'indice de réfraction du cœur de la fibre et par une modification de sa transmission. Les excès de pertes induits à des longueurs d'ondes supérieures à 1 µm peuvent se révéler gênantes pour la transmission de signaux. Nous avons montré les insolations de fibres non hydrogénées réalisées avec des fluences cumulées égales, conduisent à des excès de pertes induits dans la gamme spectrale [1 µm - 1,5 µm] significativement plus élevés avec un laser impulsionnel qu'avec un laser continu

(λ_p = 244 nm). Ces excès de pertes sont d'autant plus élevées que la longueur d'onde du laser de pompe est basse (λ_p = 193 nm). La répartition spectrale de ces excès de pertes présente la forme d'un fond continu sans structure spectrale particulière. Les excès de pertes, induit dans cette gamme spectrale par les insolations de fibres hydrogénées sont caractérisés par une structure de bandes dont le maximum d'absorption se situe vers 1,4 μm. Nous avons montré qu'il n'existe pas de corrélation directe entre le niveau des pertes en excès vers 1,4 μm et l'amplitude du changement d'indice de réfraction induit par les différentes sources. Toutefois, pour un changement d'indice de réfraction du même ordre de grandeur, les niveaux d'excès de pertes photoinduits dans tout le domaine [1 μm - 1,6 μm] sont d'autant plus élevés que la longueur d'onde du rayonnement utilisé pour réaliser l'insolation est basse. Nous avons par ailleurs mis en évidence la similitude du niveau du fond continu d'atténuation mesuré lors de l'insolation d'une fibre non hydrogénée et d'une fibre hydrogénée dès lors que la variation d'indice de réfraction est égale (λ_p = 193 nm).

L'étude du photochromisme induit dans le visible lors de l'inscription de réseaux dans des fibres nous a permis de déceler la formation d'un défaut absorbant aux environs de 375 nm au début des insolations. Le pic d'atténuation a été observé lors des insolations réalisées à l'aide du laser à ArF ou du laser continu (λ_p = 244 nm). Cette espèce est commune aux fibres hydrogénées ainsi qu'aux fibres non hydrogénées insolées. Le défaut est détruit au cours de l'insolation de la fibre non hydrogénée alors que l'hydrogénation semble bloquer la disparition de ce défaut et en favoriser l'apparition en cours d'insolation. Par ailleurs, la contribution des excès de pertes induits dans la zone spectrale [350 nm - 720 nm] aux variations d'indice de réfraction n'est pas négligeable. Nous montrons que le blanchiment des pertes lors de l'arrêt de l'insolation peut expliquer en partie la légère translation de la longueur d'onde de Bragg du réseau vers les basses longueurs d'onde qui est couramment observée.

Les excès de pertes induites dans la gamme spectrale [210 nm - 350 nm] sont couramment utilisés pour évaluer la contribution des espèces absorbant dans cette gamme spectrale aux variations d'indice de réfraction photoinduites. Nous avons étudié la dynamique de formation de ces excès de pertes lors d'insolations du cœur de lames de préforme réalisées à l'aide des trois lasers à notre disposition. Les spectres de pertes ont été décomposés sous la forme de fonctions gaussiennes. La déconvolution de ces spectres selon des gaussiennes correspondant à des défauts identifiés confirme la complexité des mécanismes mis en jeu lors des insolations. La principale information que nous pouvons déduire de ces calculs est la grande similitude de comportement entre la bande d'atténuation

attribuée au centre Ge(E') et l'évolution de l'indice de réfraction lors des insolations de verres germanosilicates. Ce résultat est cohérent avec les observations de T. Tsai[101,105]. Nous avons ensuite proposé une nouvelle méthode de calcul des variations photoinduite d'indice de réfraction à partir des spectres d'excès de pertes. Cette méthode est basée sur l'utilisation de la transformation de Kramers-Kronig qui lie les variations d'indice de réfraction d'un matériau à son atténuation. Jusqu'à présent, les variations d'indice de réfraction induites dans une fibre (Δn_{mod} ou Δn_{mean}) étaient comparées au résultat d'un calcul effectué à partir des spectres d'atténuation relevés dans des lames de préforme. Ce calcul était réalisé d'une façon rudimentaire : pour une densité de puissance fixée, une valeur de variation d'indice de réfraction était déterminée grâce à la relation de Kramers-Kronig. La variation d'indice de réfraction ainsi calculée correspond à un éclairement uniforme, ce cas n'est manifestement pas représentatif de l'inscription d'un réseau de Bragg. Nous avons développé un protocole qui permet de tenir compte des variations locales de l'atténuation du matériau. Ce protocole permet de déterminer, à partir de nombreuses mesures d'atténuation réalisées dans des conditions d'insolation variées, l'évolution de deux paramètres Δn_{mod}^{KK} et Δn_{mean}^{KK} au cours d'une insolation. Ces deux paramètres peuvent alors être comparés de manière représentative aux termes Δn_{mod} et Δn_{mean} évalués lors de la croissance d'un réseau de Bragg dans une fibre optique. Nous avons montré que des effets de saturation des pertes qui surviennent lors des expériences peuvent conduire à des évolutions de Δn_{mod}^{KK} et Δn_{mean}^{KK} significativement différentes. L'utilisation courante de la relation de Kramers-Kronig masque de tels phénomènes. Au cours de ce travail, nous n'avons pas cherché à comparer les valeurs des variations d'indice de réfraction Δn_{mod}^{KK} et Δn_{mean}^{KK} et de Δn_{mod} et Δn_{mean}. Cette comparaison n'a de sens qu'à la condition de connaître les variations d'atténuation des lames sur une gamme spectrale plus large que celle étudiée, de manière à ne pas sous évaluer (ou sur évaluer) la contribution des changements de transmission des lames aux variations d'indice de réfraction photoinduites. Le protocole correct de travail a été mis au point, sont application sur une gamme spectrale plus étendue peut maintenant être mise en place.

Nos expériences n'ont pas établi la présence de phénomènes de densification dans les lames de préforme germanosilicates insolées par un rayonnement de longueur d'onde égale à 193 nm. L'absence de modification de l'état de surface d'une lame hydrogénée insolée à l'aide du laser à ArF doit être confirmée par de nouvelles expériences. L'insolation d'une lame non hydrogénée s'est traduite par l'apparition d'une modification de l'état de surface de la lame et par la création d'une biréfringence. Il reste à établir si la modification de l'état de surface provient d'une dilatation du matériau ou d'une déformation de la lame.

CHAPITRE III: CONTRIBUTION À L'ÉTUDE DE LA PHOTOSENSIBILITÉ DES FIBRES OPTIQUES ALUMINOSILICATES CODOPÉES PAR DES IONS DE TERRES RARES INSOLÉES PAR UNE RADIATION DE LONGUEUR D'ONDE ÉGALE À 193 NM

1. Introduction **224**

2. Photosensibilité des fibres aluminosilicates codopées ou non par des ions de terres rares (λ_p = 193 nm) **227**

2.1. Présentation des matériaux et du protocole expérimental 227

2.2. Etude des variations d'indice de réfraction photoinduites dans une fibre aluminosilicate ne contenant pas d'ions de terre rare 228

2.3. Dynamiques d'inscription de réseaux de Bragg dans une fibre aluminosilicate dont le cœur est dopé par du cérium 230

2.4. Photosensibilité de fibres aluminosilicates dopée par des ions erbium ou codopée par des ions ytterbium et erbium 235

2.5. Etude de la stabilité thermique de réseaux de Bragg photoinscrits dans les fibres aluminosilicates 239

3. Effet de l'insolation ultraviolette (λ_p = 193 nm) d'une fibre aluminosilicate dopée par des ions Er et hydrogénée sur la durée de vie de la luminescence à 1,5 μm des ions erbium pompés optiquement **247**

3.1. Principe de la méthode de mesure de la durée de vie de la luminescence 247

3.2. Dispositif expérimental 249

3.3. Mise en évidence de la décroissance de la durée de vie de la fluorescence à 1,5 μm émise par des ions erbium dans une matrice aluminosilicate sous l'effet du chargement du matériau par de l'hydrogène ou (du D_2) 251

4. Conclusion **262**

Chapitre III: Contribution à l'étude de la photosensibilité des fibres optiques aluminosilicates codopées par des ions de terres rares insolées par une radiation de longueur d'onde égale à 193 nm

1. Introduction

L'étude de la photosensibilité des fibres optiques actives constitue un sujet qui présente un grand intérêt technologique dans le domaine des télécommunications optiques. En effet, les fibres actives sont largement utilisées pour réaliser des amplificateurs optiques et des sources monofréquences du type lasers DFB[36,37,106]. Le gain des amplificateurs à fibre optique utilisé dans les réseaux de télécommunications à grand débit (WDM) doit être plat sur une large gamme spectrale (typiquement 60 nm). L'aplatissement du gain est réalisé grâce à l'utilisation de réseaux de Bragg à traits inclinés ou de réseaux à longue période. L'inscription de ces réseaux n'est possible dans la fibre active que si cette dernière est photosensible. Dans le cas contraire, il est nécessaire d'inscrire des réseaux dans des fibres photosensibles, puis de souder ces dernières à la fibre amplificatrice. Cette opération, coûteuse, introduit des pertes en excès. La stabilité de la longueur d'onde des lasers à fibre à cavité fermée par des réseaux de Bragg constitue l'un de leurs principaux attraits. En effet, la sensibilité aux variations de température de la longueur d'onde d'émission de ces lasers est plus faible que celle des lasers à semi-conducteurs (typiquement 0,01 nm par °C pour les lasers à cavité fermée par des réseaux de Bragg, à comparer à 0,3 nm/°C pour les lasers à semi-conducteurs). La réalisation de lasers à fibre optique à structure DFB n'est bien sur possible qu'à la condition nécessaire que la fibre amplificatrice soit photosensible.

Les fibres actives sont fabriquées par incorporation d'ions de terre rare dans la matrice vitreuse. La matrice vitreuse est le plus souvent fabriquée par méthode MCVD[80]. L'incorporation des ions de terre rare est effectuée par la méthode du dopage en solution[107]. Les rendements et les puissances optiques des lasers réalisés dans des fibres germanosilicates dopées par des terres rares s'avèrent généralement faibles[108] (0,1% et quelques mW respectivement). Ces mauvaises

performances s'expliquent par la faiblesse de la section efficace d'absorption des ions inclus dans le cœur de la fibre (classiquement de l'erbium). La faiblesse de l'absorption du rayonnement de pompe s'est montrée difficilement compensable par une augmentation de la concentration des ions de terre rare contenus dans le cœur de ces fibres. Ceux ci ont en effet tendance à se regrouper en agrégats au lieu de se disperser de façon homogène dans le verre hôte. La formation d'agrégats conduit à des dégradations du rendement des lasers réalisés (couplage ion-ion[109]). Une plus grande solubilité des ions est rendue possible par l'incorporation de Al_2O_3 dans la matrice vitreuse. Dans ces conditions, la concentration en ions de terre rare de la fibre peut être portée à des valeurs élevées (quelques milliers de ppm).

A mon arrivée au laboratoire, peu d'articles traitaient de la photosensibilité de ce type de verres[3,108,110]. T. Taunay avait cependant montré[35] que le fait de doper le cœur d'une fibre aluminosilicate par des ions de terre rare rend la fibre photosensible. La photosensibilité augmente sensiblement lorsque la fibre est préalablement hydrogénée[34,35]. La photosensibilité dépend fortement de la nature de la terre rare. L'incorporation de cérium conduit à une photosensibilité maximale ($\Delta n_{mod} \approx 1x10^{-3}$). Cependant T. Taunay avait limité son étude à la photosensibilité induite par des lasers ultraviolets de longueur d'onde située dans la gamme [235 nm - 270 nm]. Nous avons établi que l'utilisation d'un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde égale à 193 nm (au lieu de $\lambda_p \approx 240$ nm) permet d'accélérer significativement les dynamiques de croissance de réseaux de Bragg de type I dans les fibres germanosilicates. Nous nous sommes proposé d'examiner dans quelle mesure cette propriété se trouve vérifiée si la fibre insolée est une fibre active aluminosilicate. L'étude de la photosensibilité de fibres optiques aluminosilicates insolées par une radiation de longueur d'onde égale à 193 nm constitue donc l'objet de ce chapitre.

Notre étude débute par l'évaluation de la photosensibilité d'une fibre optique aluminosilicate ne contenant aucune terre rare. Par la suite, nous évaluons la photosensibilité d'une fibre aluminosilicate dopée par des ions cérium ($\lambda_p \approx 193$ nm). Le choix de cet ion nous permet de nous référer aux travaux effectués par T. Taunay[35] et de comparer ainsi les changements d'indice de réfraction induits par les différentes sources disponibles au laboratoire. Nous avons ensuite étudié la photosensibilité de fibres actives adaptées à la réalisation de lasers ou d'amplificateurs : une fibre aluminosilicate dopée par des ions erbium et une fibre aluminosilicate dopée par des ions ytterbium et erbium. L'incorporation d'ions Yb^{3+} dans une fibre aluminosilicate dopée par des ions Er^{3+} permet de palier à la faiblesse du coefficient d'absorption des ions erbium à la longueur d'onde du rayonnement ($\lambda_p = 980$ nm) utilisé pour pomper le milieu actif[106,109]. La section efficace d'absorption des ions

ytterbium est en effet supérieure à celle des ions erbium et leur concentration peut être relativement élevée tout en évitant les effets coopératifs. Le rayonnement de pompe est principalement absorbé par les ions Yb^{3+} qui transfèrent ensuite l'énergie aux ions Er^{3+}. Par conséquent l'association de ces deux dopants permet d'améliorer l'absorption du rayonnement de pompe et le rendement du composant.

Les variations d'indice de réfraction induites dans une fibre optique par une insolation ultraviolettes doivent être caractérisées à la fois par leur évolution au cours de l'insolation et par leur évolution lors d'expériences de vieillissement accéléré. Nous avons donc étudié l'évolution thermique de la réflectivité de réseaux de Bragg (inscrits dans des fibres aluminosilicates). L'objet de cette étude consiste, entre autre, à mette en évidence des similitudes ou des différences entre les variations d'indice de réfraction induites par une insolation réalisée à l'aide d'un laser à ArF ou à l'aide d'un rayonnement de longueur d'onde proche de 244 nm. Nous cherchons, par ailleurs, à obtenir par ce moyen des informations sur le rôle de la terre rare dans la photosensibilité des fibres aluminosilicates.

Nous montrons dans ce chapitre, que l'inscription de réseaux de Bragg présentant une forte modulation d'indice de réfraction ($\Delta n_{mod} \approx 1x10^{-3}$) nécessite que les fibres dopées par des ions de terre rare soient traitées par de l'hydrogène sous forte pression. L'insolation d'une fibre hydrogénée par un rayonnement ultraviolet peut induire un certain nombre d'effets dommageables aux performances des lasers à cavité fermée par des réseaux de Bragg . Dans le chapitre II, nous avons indiqué l'ordre de grandeur des pertes en excès créées dans la gamme spectrale [1 μm – 1,5 μm] par l'insolation ultraviolette. Ces excès de pertes sont inférieurs à 0,2 dB/cm dans le cas des fibres non hydrogénées et peuvent atteindre 3 dB/cm pour les fibres hydrogénées. Un excès de pertes créé dans une fibre utilisée comme milieu amplificateur dans un laser à fibre se traduit par une augmentation des pertes de la cavité et par conséquent une majoration du seuil du laser réalisé[16]. Cependant, il est possible de réduire les pertes en excès créées dans les fibres hydrogénées à des valeurs inférieures à 0.2 dB/cm en substituant du deutérium à de l'hydrogène. J.D. Prohaska[16] a montré que les performances d'un laser à cavité photoinscrite dans une fibre germanosilicate codopée par de l'aluminium et du néodyme sont davantage perturbées par des effets de désexcitation non radiatives que par l'augmentation des pertes de la cavité. Ils indiquent que les désexcitations non radiatives sont liées à la présence d'hydrogène[111] dans la fibre (l'hydrogène a été introduit pour faciliter l'inscription de réseaux de Bragg). Après un chauffage de la fibre à 80°C pendant 7 jours, les effets liés à la présence de l'hydrogène (qui a quitté la fibre par diffusion) s'estompent totalement. D'autres références [17,111, 112] signalent par ailleurs que la durée de vie de la luminescence à 1,5 μm d'ions erbium insérés dans une matrice silicate est notablement plus faible lorsque cette dernière est codopée par des radicaux OH. Cet effet s'avère bien

sûr préjudiciable au rendement des lasers fonctionnant sur la transition $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ (1,45 µm< λ < 1,55 µm).

Nous nous sommes proposés d'examiner dans quelle mesure les fibres aluminosilicates dopées par de l'erbium, mises à notre disposition par le CNET, sont elles aussi sujettes à de tels effets. Nous indiquons de plus pour quelle raison le traitement des fibres par de l'hydrogène est sensiblement plus pénalisant pour la réalisation de lasers à structure DFB que pour la réalisation de lasers à structure DBR[108]. Pour cela, nous discernons le rôle de l'hydrogène moléculaire présent dans une fibre insolée par un rayonnement ultraviolet du rôle joué par les liaisons hydroxyles créées lors des insolations.

2. Photosensibilité des fibres aluminosilicates codopées ou non par des ions de terres rares (λ_p = 193 nm)

2.1. Présentation des matériaux et du protocole expérimental

Référence fibre	FPA 527 Ce	FPA 611 YbEr	FPA 488 Er	FPA 486
Origine	CNET	CNET	CNET	CNET
Paramètres opto-géométriques	$\varnothing_{coeur}$=5,2 µm $\varnothing_{ext}$=125 µm n_c-n_g=0,52x10^{-2} λ_c= 0,74 µm	$\varnothing_{coeur}$=5 µm $\varnothing_{ext}$=125 µm n_c-n_g=0,8x10^{-2} λ_c= 1 µm	$\varnothing_{coeur}$=4 µm $\varnothing_{ext}$=125 µm n_c-n_g=1,1x10^{-2} λ_c= 0,84 µm	$\varnothing_{coeur}$=3,7 µm $\varnothing_{ext}$=125 µm n_c-n_g=2,7x10^{-2} λ_c= 1,26 µm
Dopants du cœur	Al_2O_3 3% mol [Ce^{3+}] ≈ 5000 ppm	Al_2O_3 3,5 % mol [Er^{3+}] ≈ 7000 ppm [Yb^{3+}] ≈ 2 % mol	Al_2O_3 7% mol [Er^{3+}] ≈ 1500 ppm	Al_2O_3 6% mol
Dopant gaine	F,P	F,P	F,P	F,P

Tableau 1 : Caractéristiques opto-géométriques des fibres aluminosilicates utilisées dans l'étude.

Les caractéristiques opto-géométriques des fibres optiques utilisées dans cette étude sont détaillées dans le tableau 1. Ces quatre fibres aluminosilicates ont été réalisées au CNET de Lannion par J.F. Bayon selon la méthode MCVD[80]. Le cœur de la fibre FPA 486 est composé uniquement des espèces SiO_2 et Al_2O_3. Les trois autres fibres contiennent, outre ces deux espèces, des ions de terre rare ; ces ions ont été insérés dans la matrice aluminosilicate lors de la fabrication de la préforme selon le procédé de dopage en solution[107].

Ces fibres sont identiques à celles utilisées par T. Taunay[35] dans ses études.

La photosensibilité des fibres a été évaluée en étudiant l'évolution de la réflectivité de réseaux de Bragg photoinscrits en fonction du nombre d'impulsions incidentes sur la fibre. La relation **(11)** du chapitre I permet de déterminer l'évolution de la modulation d'indice de réfraction (Δn_{mod}) à partir de la mesure de la réflectivité du réseau. La source laser utilisée pour insoler les fibres est un laser à ArF (λ_p = 193 nm). Les inscriptions ont été réalisées à l'aide du dispositif à masque de phase décrit au paragraphe 2.3.1.iii du chapitre I. Les caractéristiques spectrales des réseaux photoinscrits sont déterminées au moyen du système d'analyse présenté au chapitre I, paragraphe 2.3.2 (figure14a). Les barres d'erreur sur l'amplitude de modulation d'indice de réfraction portées sur les figures ont été calculées grâce à la relation **(28)** du chapitre I.

2.2. Etude des variations d'indice de réfraction photoinduites dans une fibre aluminosilicate ne contenant pas d'ions de terre rare

2.2.1. Mise en évidence d'une photosensibilité des fibres aluminosilicates (λ_p = 193 nm)

Deux réseaux de Bragg ont été inscrits dans une fibre aluminosilicate FPA 486 à l'aide du laser à excimère ArF. Cette fibre ne contient aucun ion de terre rare. Les caractéristiques opto-géométriques de cette fibre sont rappelées dans le tableau 1.

Le premier réseau de Bragg a été inscrit dans une fibre qui n'a subi aucun traitement particulier avant d'être insolée. La densité d'énergie par impulsion du faisceau incident sur la fibre et la longueur du réseau ont été fixées respectivement à 300 mJ/cm^2 et 9 mm.

Le second réseau de Bragg a été inscrit dans une fibre qui a été placée pendant 1 mois dans une enceinte contenant de l'hydrogène sous pression (100 atm) à température ambiante (paragraphe 6.2, chapitre I). La densité d'énergie par impulsion du rayonnement incident sur la fibre est identique à celle fixée pour insoler la fibre non hydrogénée. La longueur du réseau était cette fois égale à 4 mm.

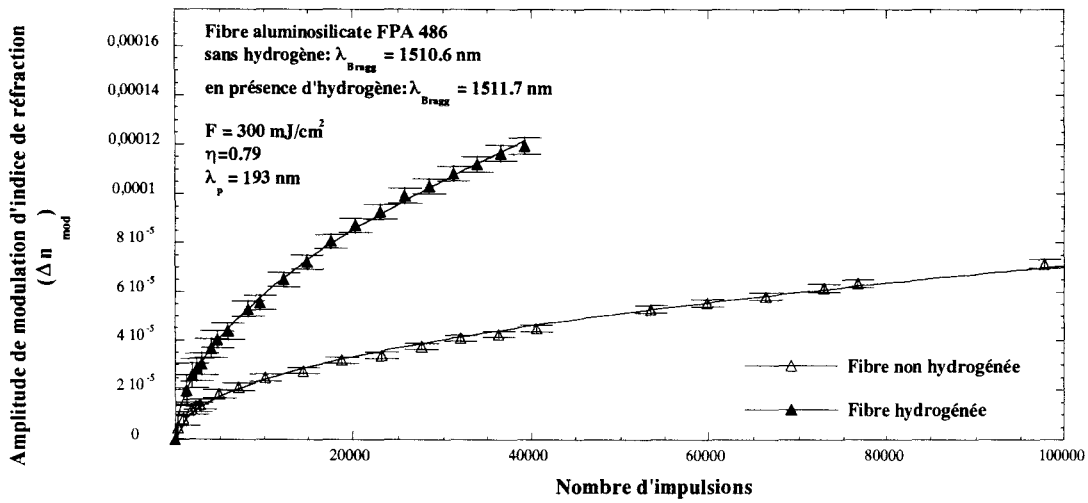


Figure 1 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription d'un réseau de Bragg dans la fibre aluminosilicate FPA 486 (λ_p = 193 nm).

Lors des deux insolations décrites ci dessus, il a été possible de détecter la présence du spectre caractéristique d'un réseau de Bragg (réflectivité du réseau > 5 %). Les symboles placés sur la figure 1 caractérisent l'évolution de Δn_{mod} au cours de l'insolation de la fibre hydrogénée (triangles évidés) et de la fibre non traitée (triangles pleins), par un rayonnement de longueur d'onde égale à 193 nm. Comme le montre la figure 1, l'évolution de Δn_{mod} est monotone en fonction du nombre d'impulsions ultraviolettes incidentes sur la fibre. L'augmentation de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction est sensiblement plus rapide pour la fibre hydrogénée que pour la fibre non traitée. Après l'insolation par 40 000 tirs, Δn_{mod} est de l'ordre de $1{,}1 \times 10^{-4}$ pour la fibre hydrogénée, alors que pour la fibre non traitée Δn_{mod} reste inférieur à 7×10^{-5} après 97 000 impulsions.

La relation **(1)** a été utilisée pour représenter l'évolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours des insolations en fonction du nombre *N* d'impulsions incidentes sur la fibre. Les paramètres Δn_0 et α ont été déterminés par ajustement de cette relation aux données expérimentales selon une méthode de moindres carrés non linéaires.

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot N^{\alpha} \qquad \textbf{(1)}$$

Dans le cas de la fibre non hydrogénée, pour une densité d'énergie par impulsion égale à 300 mJ/cm^2, les ajustements conduisent à $\Delta n_0 = (3{,}3 \pm 0{,}2) \times 10^{-7}$ et $\alpha = 0{,}47 \pm 0{,}006$. A partir des ajustements réalisés grâce aux mesures effectuées lors de l'insolation de la fibre hydrogénée (triangles évidés de la figure 1), nous obtenons $\Delta n_0 = (4{,}6 \pm 0{,}2) \times 10^{-7}$ et $\alpha = 0{,}52 \pm 0{,}005$.

2.2.2. Discussion

Dans la référence 35, T. Taunay stipule que l'insolation d'une fibre FPA 486 préalablement hydrogénée (30 jours, 110 atm), effectuée à l'aide d'un laser à impulsions accordé à 244 nm, conduit à des variations d'indice de réfraction trop faibles pour qu'un réseau, long de 2 cm, soit détecté ($\Delta n_{mod} < 1x10^{-6}$). L'insolation, prolongée jusque $2x10^5$ tirs, a été réalisée en fixant la densité moyenne d'énergie par impulsion à 230 mJ/cm^2.

L'insolation de la fibre par quelques dizaines de milliers d'impulsions en provenance d'un laser de longueur d'onde 193 nm permet d'obtenir une amplitude de modulation d'indice de réfraction supérieure à $1,1x10^{-4}$ dans la fibre hydrogénée et à $1,1x10^{-5}$ dans la fibre non hydrogénée (figure 1). Par conséquent, la photosensibilité de cette fibre augmente très fortement lorsque la longueur d'onde du laser de pompe diminue.

Le traitement par de l'hydrogène n'améliore que faiblement la photosensibilité des fibres aluminosilicates non dopées (λ_p = 193 nm): pour une fluence cumulée fixée, l'hydrogénation permet d'atteindre une valeur de Δn_{mod} supérieure d'un facteur 3 à celle induite dans une fibre non hydrogénée.

2.3. Dynamiques d'inscription de réseaux de Bragg dans une fibre aluminosilicate dont le cœur est dopé par du cérium

2.3.1. Dynamiques d'inscription de réseaux de Bragg dans une fibre aluminosilicate codopée par des ions cérium lors d'insolations ultraviolettes (λ_p = 193 nm)

Trois réseaux de Bragg de longueur égale à 5 mm ont été inscrits dans la fibre FPA 527 Ce. Les densités moyenne d'énergie par impulsion F ont été respectivement fixées à 215, 320, 405 mJ/cm^2. La figure 2a représente l'évolution de Δn_{mod} au cours de l'insolation de la fibre. Les symboles correspondent aux mesures expérimentales. Les paramètres Δn_{mod} et α ont été déterminés pour chaque croissance de réseau par ajustement de la relation (2) aux données expérimentales selon

une méthode de moindres carrés non linéaires (traits pleins de la figure 2).

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot N^{\alpha}, \left\{ \begin{array}{c} 215\ \text{mJ/cm}^2 \le F \le 405\ \text{mJ/cm}^2 \\ 900\ \text{tirs} \le N \le 110\,000\ \text{tirs} \end{array} \right\} \quad (2)$$

Le terme α déterminé grâce aux ajustements est égal à $0{,}6 \pm 0{,}1$. Les valeurs de Δn_0 déterminées à partir des ajustements évoluent de façon quadratique en fonction de F. Cette évolution est représentée en fonction de F sur la figure 2b.

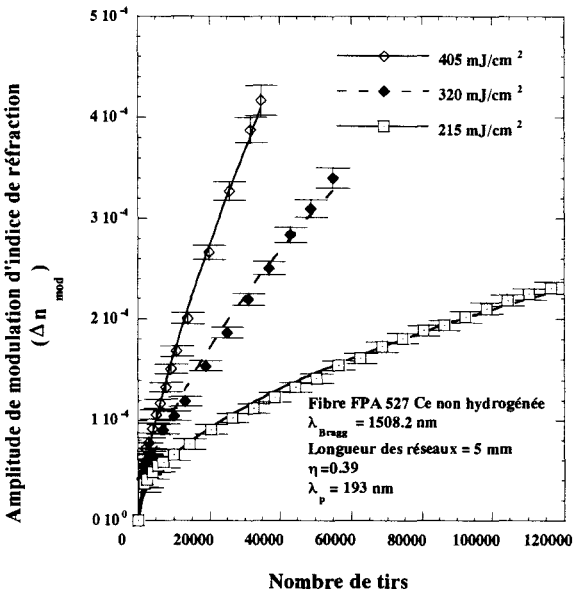


Figure 2a : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre aluminosilicate FPA 527 Ce, non hydrogénée.

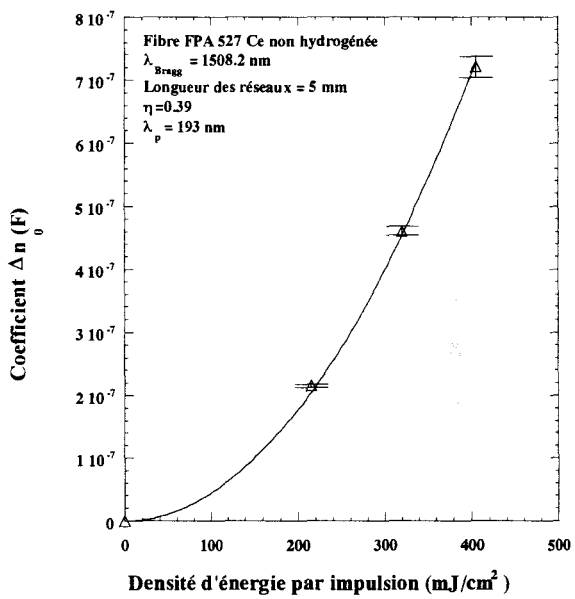


Figure 2b : Variations du coefficient Δn_0 avec la densité d'énergie par impulsion incidente sur la fibre FPA 527 Ce, non hydrogénée.

Les dynamiques de croissance qui correspondent à quatre réseaux de Bragg inscrits dans la fibre FPA 527 Ce hydrogénée à l'aide du laser à ArF (F = 110, 205, 310 et 430 mJ/cm^2) sont représentées sur la figure 3. La fibre a été placée, à température ambiante, dans une enceinte contenant de l'hydrogène à la pression de 100 bar pendant 1 mois. L'insolation a été réalisée dans l'heure qui a suivi la sortie de la fibre de l'enceinte contenant l'hydrogène. L'évolution de Δn_{mod} est croissante et monotone en fonction du nombre d'impulsions incidentes. La relation **(3)** a été ajustée aux données expérimentales (représentées par les symboles) par une méthode de moindres carrés non linéaires. Dans la gamme de densité d'énergie par impulsion [110 mJ/cm^2 < F < 430 mJ/cm^2], l'ajustement conduit à $\alpha = 0{,}75 \pm 0{,}1$. Le facteur Δn_0 est une fonction linéaire de F. Son évolution est représentée sur la figure 3b en fonction de F.

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot N^{\alpha}, \left\{ \begin{array}{c} 110\ \text{mJ/cm}^2 \leq F \leq 430\ \text{mJ/cm}^2 \\ 700\ \text{tirs} \leq N \leq 40\,000\ \text{tirs} \end{array} \right\} \quad (3)$$

Les amplitudes de modulation d'indice de réfraction maximales obtenues lors d'insolations réalisées dans la fibre FPA 527 Ce hydrogénée sont de l'ordre de $3{,}5 \times 10^{-3}$ après insolation de la fibre par environs 60 000 impulsions à F = 450 mJ/cm^2.

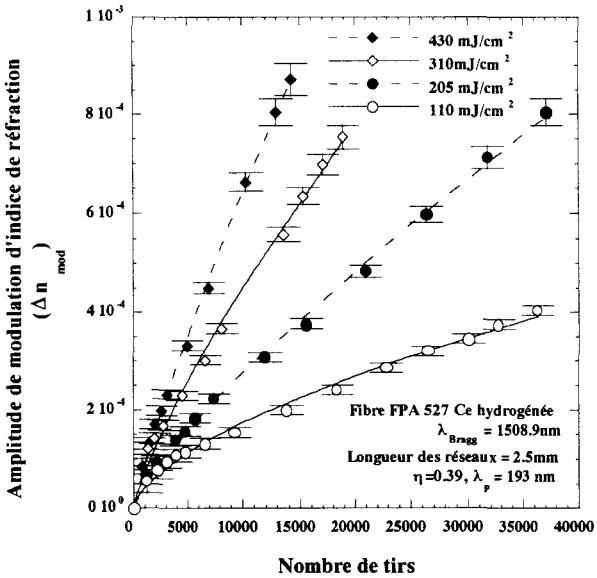


Figure 3a : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre aluminosilicate FPA 527 Ce hydrogénée.

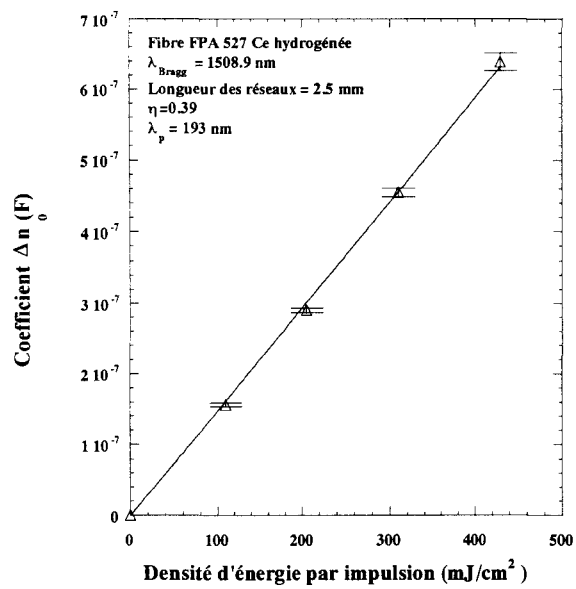


Figure 3b : Variations du coefficient Δn_0 avec la densité d'énergie par impulsion incidente sur la fibre FPA 527 Ce hydrogénée.

2.3.2. Discussion

Cas des fibres non hydrogénées : étude de l'influence de λ_p

Le choix du laser de pompe est un paramètre important des inscriptions de réseaux de Bragg dans les fibres aluminosilicates dopées par du cérium. Nous avons représenté sur la figure 4 la croissance de deux réseaux de Bragg inscrits dans une fibre aluminosilicate dopée par du cérium et non hydrogénée. Les inscriptions ont été réalisées à l'aide des lasers à impulsions. Dans l'un des cas l'insolation a été réalisée à l'aide du laser à ArF (λ_p = 193 nm) et du montage à masque de phase ; la fluence F a été fixée à 320 mJ/cm^2. Dans le second cas, la cavité du laser contenait le gaz KrF

(λ_p = 248 nm), le montage d'inscription du réseau mettait en œuvre un second masque de phase adapté à cette longueur d'onde. La densité de puissance a été fixée à 330 mJ/cm^2. La courbe correspondant à cette croissance est extraite du mémoire de thèse de T. Taunay[35]. Comme il est indiqué sur la figure 4, les cinétiques d'inscription sont plus rapides lorsque λ_p = 193 nm que lorsque λ_p = 248 nm. L'usage du laser à ArF semble dans ce cas plus intéressant. Par ailleurs, les dynamiques de croissance sont monotones en fonction de la durée d'insolation quelle que soit la source utilisée (λ_p = 193 nm ou 248 nm, nombre d'impulsions limitées à 60 000).

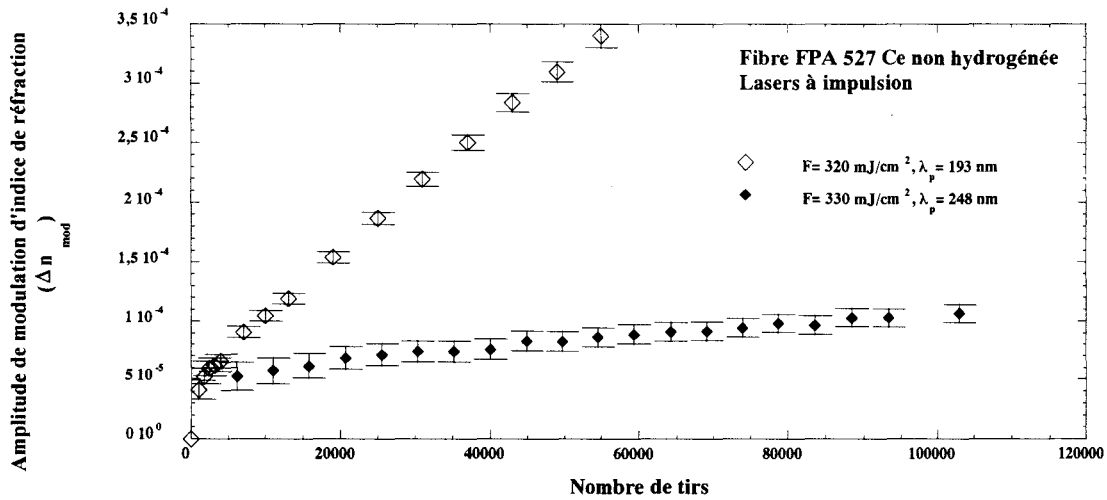


Figure 4 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription (λ_p = 193 nm et 248 nm) de deux réseaux de Bragg dans la fibre aluminosilicate FPA 527 Ce non hydrogénée.

Cas des fibres hydrogénées : étude de l'influence du traitement par de l'hydrogène sous forte pression et de λ_p

L'examen des figures 2 et 3 indique que le chargement en hydrogène des fibres augmente la photosensibilité de la fibre FPA 527 Ce d'un facteur 6 lorsque l'insolation est réalisée à l'aide du laser à ArF. L'évolution de l'indice de réfraction dans ces conditions d'insolation est monotone en fonction du nombre d'impulsions ultraviolettes incidentes. Une observation similaire a été faite par T. Taunay[35]. Ce dernier a insolé des fibres aluminosilicates dont le cœur est dopé par du cérium à l'aide de sources laser émettant un rayonnement dont la longueur d'onde se situe entre 240 nm et 290 nm. Il a montré que le traitement par de l'hydrogène sous pression de ces fibres améliorait leur photosensibilité par un facteur supérieur à dix lorsque la longueur d'onde se situe vers 248 nm. T. Taunay a constaté par ailleurs que les variations maximales d'indice de réfraction induite lors des insolations croissent lorsque la longueur d'onde du laser de pompe diminue de 265 nm à 240 nm.

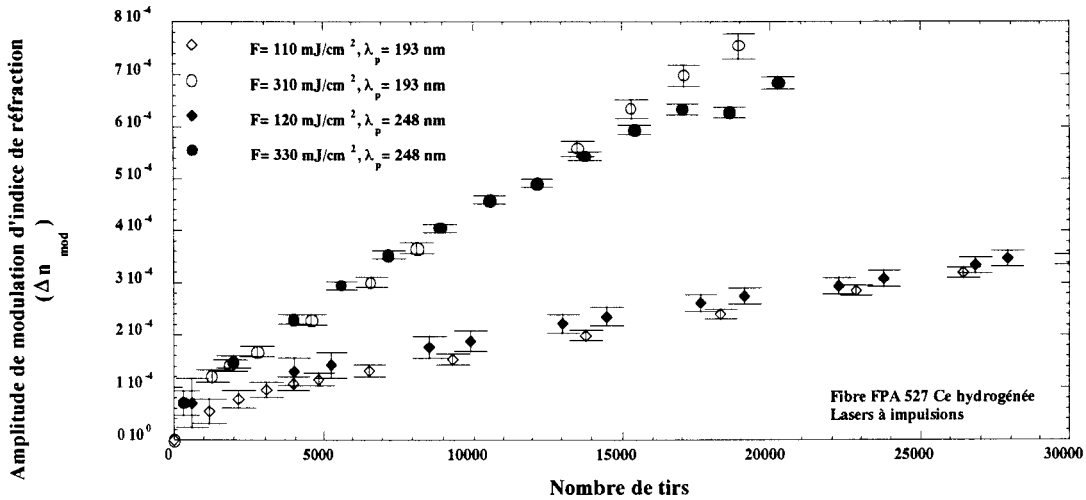


Figure 5 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription (λ_p = 193 nm et 248 nm) de réseaux de Bragg dans la fibre aluminosilicate FPA 527 Ce hydrogénée.

Pour préciser l'influence de λ_p sur la photosensibilité de la fibre hydrogénée, quatre courbes de croissances de réseaux dans une fibre FPA 527 Ce ont été représentées sur la figure 5. Deux insolations ont été réalisées à l'aide du laser à ArF dans les conditions décrites au paragraphe 1.1.1. Les données correspondant aux deux autres insolations réalisées à l'aide d'un laser dont la longueur d'onde est accordée à 248 nm proviennent du mémoire de thèse de T. Taunay[35]. Les conditions d'insolation sont rappelées sur la figure, les fibres ont été placées, à température ambiante, dans une enceinte contenant de l'hydrogène sous une pression de 100 bar, pendant une période de 30 jours. A l'examen de la figure 5, il apparaît que les croissances réalisées à des densités d'énergie par impulsion identiques sont similaires pour les deux longueurs d'onde de pompe. Il apparaît donc que l'utilisation d'un laser de longueur d'onde égale à 193 nm n'augmente pas la photosensibilité des fibres aluminosilicates hydrogénées dont le cœur est dopé par du cérium en référence à l'utilisation d'un laser de longueur d'onde égale à 248 nm[i]. Cette situation est différente de celle rencontrée lors de l'insolation de la fibre aluminosilicates non dopée pour laquelle, comme cela a été indiqué au paragraphe 2.2.2, le choix d'une radiation de longueur d'onde égale à 193 nm améliore nettement la photosensibilité.

[i] Cette étude prouve également que la longueur d'onde de pompe permettant d'obtenir dans cette fibre une photosensibilité optimale se situe entre 240 nm et 193 nm.

2.4. Photosensibilité de fibres aluminosilicates dopée par des ions erbium ou codopée par des ions ytterbium et erbium

2.4.1. Evaluation de la photosensibilité d'une fibre aluminosilicate dopée par des ions erbium lors d'insolations ultraviolettes (λ_p = 193 nm)

Le cœur de la fibre aluminosilicate FPA 488 Er est dopé par 7 000 ppm d'ions erbium. La photosensibilité de cette fibre a été estimée en inscrivant deux réseaux de Bragg respectivement dans une fibre non hydrogénée et dans une fibre hydrogénée (les conditions d'hydrogénation sont similaires à celles décrites dans le paragraphe précédent). Les insolations, effectuées à l'aide du laser à ArF, ont été réalisées dans les mêmes conditions de fluence par tir : 300 mJ/cm^2. La longueur des réseaux inscrits dans la fibre non hydrogénée et dans la fibre hydrogénée a été respectivement fixée à 9 mm et 6 mm. La figure 6 représente l'évolution des amplitudes de modulation d'indice de réfraction Δn_{mod} au cours des insolations de ces deux fibres. Comme l'indique la figure 6, la photosensibilité de la fibre préalablement hydrogénée est plus élevée que celle de la fibre non traitée d'un facteur 1,5 environ.

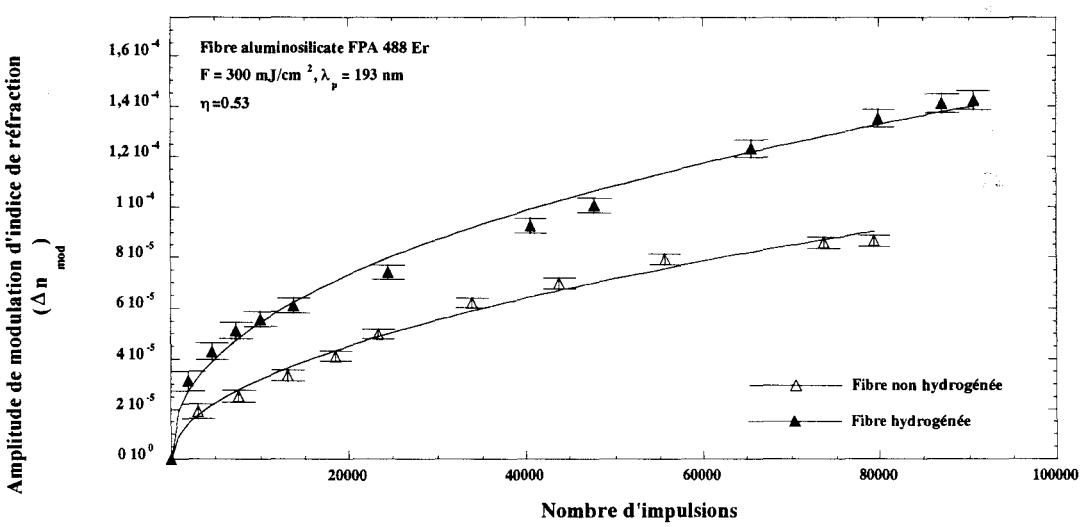


Figure 6 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription d'un réseau de Bragg dans la fibre aluminosilicate FPA 488 Er.

L'évolution de Δn_{mod} au cours des insolations a été représentée par la relation (4). Cette relation a été ajustée aux données expérimentales par une méthode de moindres carrés non linéaires.

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot N^{\alpha} \qquad (4)$$

Dans le cas de la croissance réalisée dans la fibre non hydrogénée, les paramètres de

l'ajustement sont : à $\Delta n_0 = (3,1 \pm 0,7) \times 10^{-7}$ et $\alpha = 0,5 \pm 0,02$. Les ajustements sur les mesures correspondant à la fibre hydrogénée conduisent à : $\Delta n_0 = (1 \pm 0,2) \times 10^{-6}$ et $\alpha = 0,43 \pm 0,02$.

En raison de la faible photosensibilité de cette fibre ($\lambda_p = 193$ nm) nous n'avons pas étudié l'évolution des dynamiques de croissance des réseaux en fonction de la densité d'énergie incidente sur la fibre.

2.4.2. Inscription de réseaux de Bragg dans une fibre aluminosilicate codopée par des ions ytterbium et erbium lors d'insolations ultraviolettes (λ_p = 193 nm)

La seconde fibre active (FPA 611 YbEr), sélectionnée pour notre étude, est une fibre aluminosilicate codopée par des ions ytterbium (2 % mol) et erbium (7 000 ppm). Un réseau a été inscrit dans cette fibre à l'aide du laser à ArF en fixant la densité d'énergie par impulsion égale 400 mJ/cm^2. La longueur du réseau est égale à 8 mm. L'évolution de Δn_{mod} au cours de l'inscription de ce réseau est monotone en fonction du nombre d'impulsions incidentes sur la fibre ; elle est représentée sur la figure 7a (cercles vides). Après insolation de la fibre par 80 000 impulsions, l'amplitude de modulation d'indice de réfraction est restée inférieure à 1×10^{-4}. Etant donnée la faible photosensibilité de la fibre non hydrogénée, une seule dynamique a été relevée.

La relation **(5)** a été ajustée aux données expérimentales selon une méthode de moindres carrés non linéaires. Les ajustements conduisent à $\Delta n_0 = (4,1 \pm 1) \times 10^{-8}$ et $\alpha = 0,69 \pm 0,02$.

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot N^{\alpha} \qquad \textbf{(5)}$$

Une section de fibre FPA 611 YbEr a été ensuite placée pendant 1 mois, à température ambiante, dans une enceinte contenant de l'hydrogène sous une pression égale à 100 bar. Trois réseaux ont été inscrits dans cette fibre à l'aide du laser à ArF (F = 120, 200 et 400 mJ/cm^2). Les dynamiques de croissance des réseaux sont monotones en fonction du nombre d'impulsions incidentes sur la fibre. Elles sont tracées sur la figure 7a. Les symboles pleins représentent les données expérimentales, les traits pleins et discontinus correspondent à l'ajustement de la relation **(6)** aux données expérimentales.

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \cdot N^{\alpha}, \left\{ \begin{array}{c} 120\,\mathrm{mJ/cm^2} \le F \le 400\,\mathrm{mJ/cm^2} \\ 700\,\mathrm{tirs} \le N \le 60\,000\,\mathrm{tirs} \end{array} \right\} \quad (6)$$

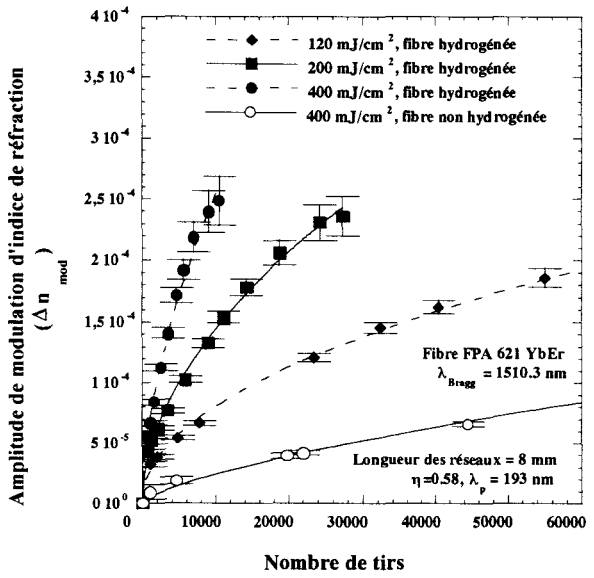


Figure 7a : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans une fibre aluminosilicate FPA 611 YbEr hydrogénée ou non hydrogénée .

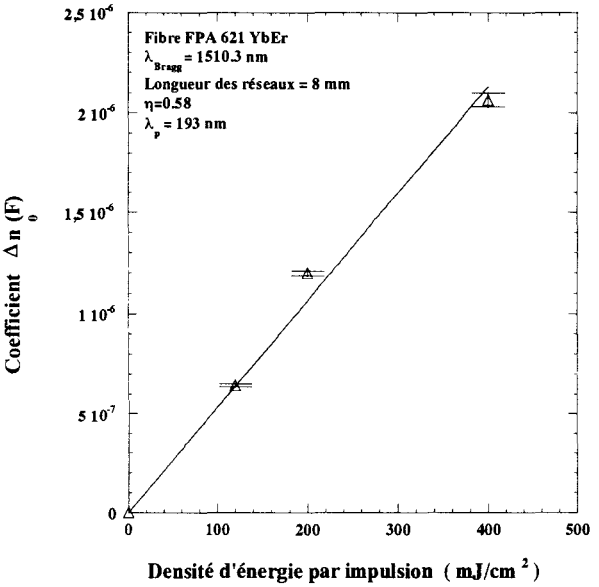


Figure 7b : Variations du coefficient Δn_0 avec la densité d'énergie par impulsion incidente sur la fibre FPA 611 YbEr hydrogénée.

Les ajustements, réalisés selon une méthode de moindres carrés non linéaires, permettent d'obtenir $\alpha = 0{,}52 \pm 0{,}04$. Le coefficient Δn_0 évolue linéairement en fonction de F. Cette évolution en fonction de F est représentée sur la figure 7b.

2.4.3. Discussion

Un traitement par de l'hydrogène améliore la photosensibilité des fibres aluminosilicates (λ_p = 193 nm). Cette augmentation dépend de la nature de la terre rare insérée dans la matrice vitreuse. Comme le montre la figure 6, l'augmentation de la photosensibilité de la fibre dopée par des ions erbium est, pour une fluence cumulée fixée, de l'ordre de 1,5. Le gain sur l'amplitude de modulation d'indice de réfraction est de l'ordre d'un facteur 6 pour la fibre aluminosilicate dopée par du cérium (comparaison effectuée à fluence cumulée fixée). Le gain est plus important pour les fibres codopées par de l'ytterbium et de l'erbium (x10). Il apparaît donc nécessaire d'hydrogéner les fibres dopées par des ions de terre rare pour obtenir des variations photoinduites d'indice de réfraction supérieures à 1×10^{-3}.

Le gain de photosensibilité qui résulte de l'utilisation du laser à ArF de préférence à un laser de longueur d'onde 248 nm a été systématiquement mis en évidence dans les fibres aluminosilicates hydrogénées. Dans les fibres hydrogénées, il ne constitue pas un phénomène général. En effet, les expériences de T. Taunay[35] ont montré que sous l'effet d'une insolation réalisée à l'aide d'un laser impulsionnel de longueur d'onde 235 nm, la fibre FPA 488 Er n'est photosensible que si elle a été préalablement hydrogénée (modulation d'indice de réfraction inférieure à $1x10^{-5}$ dans une fibre non hydrogénée, 200 000 tirs, F = 200 mJ/cm^2). Cependant les variations d'indice de réfraction induites lors d'une insolation de la fibre hydrogénée à l'aide du laser cité ci dessus restent modestes : $\Delta n_{mod} \approx 5x10^{-5}$ pour 200 000 impulsions laser (F = 200 mJ/cm^2). L'utilisation d'un laser à ArF conduit à une augmentation notable des changements photoinduits d'indice de réfraction puisque comme le montre la figure 6 les valeurs de Δn_{mod} sont de l'ordre de $1x10^{-4}$ après insolation des fibres hydrogénées (ou non hydrogénées) par $1x10^5$ impulsions. Les insolations de la fibre non dopée par des ions de terre rare (FPA 486) conduisent à des résultats similaires. Cependant, l'utilisation du laser à ArF pour insoler des fibres codopées par des ions cérium, ou ytterbium et erbium hydrogénées ne conduit à aucun gain notable si les résultats obtenus sont comparés à ceux qui se déduisent des insolations effectuées avec un laser à KrF (λ_p = 248 nm).

Il est intéressant d'examiner maintenant le rôle joué par la nature des terres rares utilisées pour doper les fibres. En examinant les figures 1 et 6, on peut remarquer que la photosensibilité de la fibre aluminosilicate FPA 488 Er (dopée par de l'erbium) est similaire à celle de la fibre aluminosilicate non dopée. Une fluence cumulée égale à 24 kJ/cm^2 reçue par les fibres non hydrogénées dopées par de l'erbium ou non dopées induit une variation d'indice de réfraction de l'ordre de respectivement $9x10^{-5}$ et $6x10^{-5}$. Dans le cas des fibres hydrogénées, une fluence cumulée égale à 12 kJ/cm^2 crée dans la fibre dopée par de l'erbium et dans la fibre non dopée une modulation d'indice de réfraction respectivement égale à $\Delta n_{mod} \approx 0{,}9x10^{-4}$ et $1{,}1x10^{-4}$. La concentration de l'oxyde d'aluminium présent dans le cœur de ces fibres est de l'ordre de 6 à 7 %. L'insertion de 1 500 ppm d'erbium dans la matrice vitreuse ne semble pas avoir une influence notable sur la photosensibilité de la fibre aluminosilicate lorsque l'insolation est réalisée avec le laser à ArF.

Les cinétiques de croissances de réseaux de Bragg réalisées dans les fibres FPA 488 Er et FPA 611 YbEr sont regroupées sur la figure 8 (fibres non hydrogénées) et sur la figure 9 (fibres hydrogénées). Les insolations des fibres non hydrogénées ont été réalisées en utilisant des densités d'énergie par tir respectivement égales à F = 300 mJ/cm^2 et F = 400 mJ/cm^2. La photosensibilité de la

fibre codopée par 7 000 ppm d'erbium est plus faible que celle de la fibre peu dopée en erbium (1500 ppm). Lorsque les fibres sont hydrogénées, la tendance s'inverse nettement (figure 9). La fibre codopée par 7 000 ppm d'erbium est alors plus photosensible que la fibre FPA 488 Er. L'influence de la terre rare sur la photosensibilité des fibres aluminosilicate apparaît donc difficile à cerner.

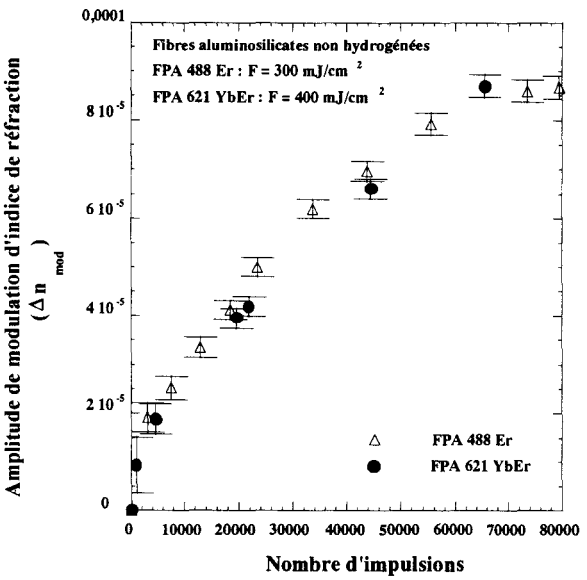


Figure 8 : Comparaison des variations d'indice de réfraction induites dans les fibres FPA 488 Er et FPA 611 YbEr non hydrogénées par une insolation ultraviolette (λ_p = 193 nm).

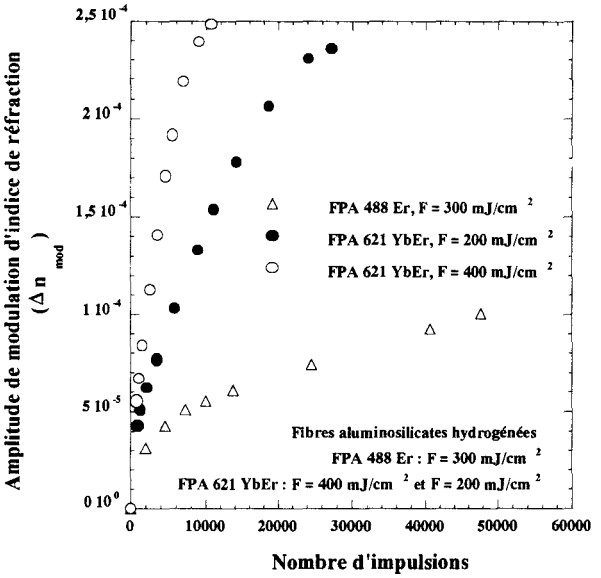


Figure 9 : Comparaison des variations d'indice de réfraction induites dans les fibres FPA 488 Er et FPA 611 YbEr hydrogénées par une insolation ultraviolette (λ_p = 193 nm).

2.5. Etude de la stabilité thermique de réseaux de Bragg photoinscrits dans les fibres aluminosilicates

Nous nous sommes proposés de comparer la stabilité des variations d'indice de réfraction induites dans les fibres aluminosilicates lors des insolations réalisées à l'aide d'un rayonnement de longueur d'onde 193 nm et 244 nm. La fibre que nous avons choisie pour cette étude est la fibre aluminosilicate dopée par des ions cérium (FPA 527 Ce). Cette fibre a été sélectionnée en raison de sa forte photosensibilité[ii] (par rapport aux autres fibres aluminosilicates) ; il est possible d'y inscrire des réseaux de Bragg dans des conditions très variables d'insolation. Un ensemble de quatre réseaux a été inscrit dans cette fibre selon différentes conditions expérimentales (pour différentes valeurs de fluence cumulée, hydrogénation ou non). La stabilité thermique de ces réseaux a été étudiée selon la méthode de destruction isochrone décrite au paragraphe 5.2 du chapitre I.

Une évolution spontanée de la réflectivité des réseaux de Bragg inscrits dans la fibre FPA 527 Ce a lieu lorsque la fibre est maintenue à température ambiante. Cependant, cette évolution s'avère faible (de l'ordre du %). Nous n'avons procédé à aucune étude systématique de cette évolution.

2.5.1. Stabilité thermique de réseaux de Bragg inscrits par une radiation de longueur d'onde égale à 193 nm dans une fibre aluminosilicate dopée par du cérium

2.5.1.1. Etude expérimentale

Référence réseau	Fibre	Hydrogénation	Nombre de tirs	Densité d'énergie	$\Delta n_{mod\ initial}$	Longueur d'onde de Bragg
R1	FPA 527 Ce	non	16880	300 mJ/cm^2	1,45x10^{-4}	1508,1 nm
R2	FPA 527 Ce	non	37 500	300 mJ/cm^2	2,3x10^{-4}	1508 nm
R3	FPA 527 Ce	oui	4020	300 mJ/cm^2	1,8x10^{-4}	1508,3 nm
R4	FPA 527 Ce	oui	33 470	300 mJ/cm^2	1x10^{-3}	1508,3 nm

Tableau 2 : Caractéristiques initiales des réseaux, inscrits à l'aide du laser à ArF, soumis à une destruction thermique isochrone

Quatre réseaux de Bragg ont été inscrits à l'aide du laser à ArF dans des fibres aluminosilicates FPA 527 Ce. Les conditions d'insolation des fibres ainsi que les caractéristiques initiales de ces réseaux sont regroupées dans le tableau 2.

Les réseaux R1 et R2 sont deux réseaux de Bragg réalisés dans une fibre non hydrogénée. Ils ont été inscrits respectivement par 16 880 et 37 500 impulsions lumineuses (F = 300 mJ/cm^2). La modulation d'indice de réfraction initiale des deux réseaux est respectivement égale à 1,43x10^{-4} (R1) et 2,3x10^{-4} (R2). L'évolution de la modulation normalisée d'indice de réfraction ($\Delta n_{mod}(T)/\Delta n_{mod\ initial}$) est représentée sur la figure 10 en fonction de la température T (en °C) à laquelle la fibre est portée. Les symboles représentent les données expérimentales, les barres d'erreur ont été déterminées en utilisant la relation **(28)** du chapitre I. Pour chacun des réseaux, l'évolution de $\Delta n_{mod}(T)/\Delta n_{mod\ initial}$ en

[ii] La photosensibilité de cette fibre a été étudiée dans le paragraphe 2.3.

fonction de la température est monotone et décroissante. Comme l'indiquent les tracés de la figure 10, quel que soit le palier à la température T, la modulation d'indice de réfraction normalisée du réseau R2 est supérieure à celle du réseau R1.

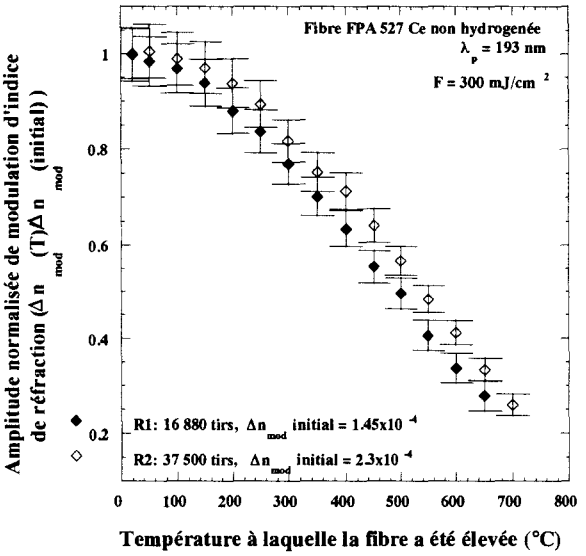


Figure 10 : Evolution de la modulation normalisée d'indice de réfraction de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre FPA 527 Ce non hydrogénée. Le paramètre de l'étude est la valeur de $\Delta n_{mod\ initial}$.

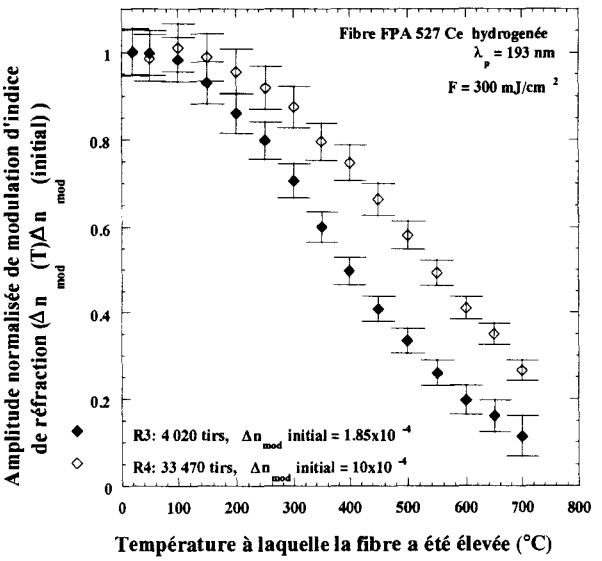


Figure 11 : Evolution de la modulation normalisée d'indice de réfraction de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre FPA 527 Ce hydrogénée. Le paramètre de l'étude est la valeur de $\Delta n_{mod\ initial}$.

Une section de fibre FPA 527 Ce a été traitée par de l'hydrogène sous forte pression (100 bar) selon le protocole décrit au paragraphe 6.3 du chapitre I. Deux réseaux de Bragg (R3 et R4) ont été inscrits dans cette fibre à l'aide du laser à ArF. La densité moyenne d'énergie par impulsion du rayonnement ultraviolet a été fixée à $F = 300\ mJ/cm^2$. Les réseaux R3 et R4 ont été inscrits respectivement par 4 020 et 33 470 impulsions ultraviolettes. Les évolutions de $\Delta n_{mod}(T)/\Delta n_{mod\ initial}$ pour ces réseaux au cours de leur destruction thermique isochrone sont représentées sur la figure 11. Pour chacun des réseaux, $\Delta n_{mod}(T)/\Delta n_{mod\ initial}$ décroît de façon monotone au fur et à mesure que la température des paliers de chauffage s'élève. Les stabilités thermiques des réseaux R3 et R4 sont très différentes. Le réseau R4 (réseau le plus insolé) est beaucoup plus stable que le réseau R3.

2.5.1.2. Discussion

Les courbes représentées sur les figures 10 et 11 correspondent à la destruction thermique de réseaux inscrits par des fluences cumulées sensiblement différentes. La fluence cumulée reçue par le réseau R2 est supérieure d'un facteur 2,2 à celle reçue par le réseau R1 (fibres non hydrogénées). Dans

le cas de la fibre hydrogénée, la fluence cumulée utilisée pour inscrire le réseau R4 est égale à 8 fois la fluence cumulée incidente sur le réseau R3. Quel que soit le palier de température T, la modulation normalisée d'indice de réfraction est significativement plus élevée pour le réseau R2 que pour le réseau R1. La situation est similaire en ce qui concerne les réseaux inscrits dans les fibres hydrogénées : quelle que soit la température à laquelle la fibre a été portée, $\Delta n_{mod}(T)/\Delta n_{mod\ initial}$ est plus élevé pour le réseau R4 que pour le réseau R3. Nous avons indiqué au paragraphe 2.3.1 que la modulation d'indice de réfraction induite dans une fibre FPA 527 Ce (hydrogénée ou non hydrogénée) est une fonction croissance de la durée d'exposition au rayonnement ultraviolet (λ_p= 193 nm). **Les expériences de vieillissement accélérées (méthode isochrone) montrent donc que la tenue thermique des réseaux inscrits dans la fibre FPA 527 Ce dépend de la modulation d'indice de réfraction initiale (λ_p = 193 nm). Plus $\Delta n_{mod\ initial}$ est élevé, plus le réseau est résistant à l'élévation de la température[iii].** T. Taunay[35] tire des conclusions similaires à partir des résultats sur des réseaux inscrits dans la FPA 527 Ce à l'aide d'un laser impulsionnel de longueur d'onde située aux environs de 240 nm. Il note que la variation de la modulation d'indice de réfraction provoquée par des cycles de chauffage isochrone est d'autant plus forte que la modulation d'indice de réfraction initiale est faible. La différence de stabilité thermique entre des réseaux inscrits par des fluences cumulées différentes est cohérente avec le modèle présenté par B. Poumellec[94]. Nous avons rappelé les principales hypothèses de ce modèle dans le paragraphe 2.3.1.3 du chapitre II.

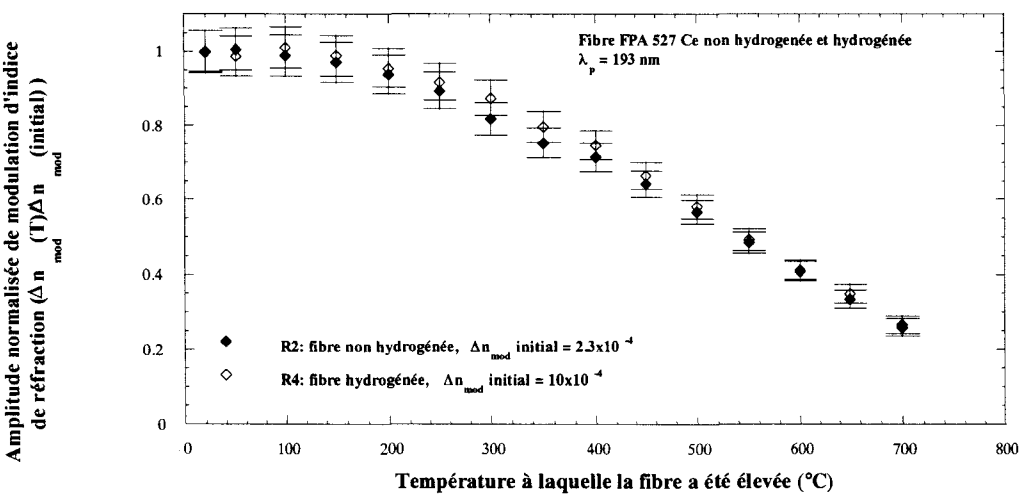


Figure 12 : Comparaison de la stabilité thermique de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre FPA 527 Ce non hydrogénée ou hydrogénée par une fluence cumulée de l'ordre de 10 kJ/cm^2.

Les réseaux R2 et R4 ont été inscrits dans la fibre FPA 527 Ce respectivement non

[iii] Cette comparaison n'a de sens que si l'on compare la stabilité de réseaux inscrits dans un type de fibre fixé (non hydrogéné ou hydrogéné).

hydrogénée et hydrogénée (tableau 2). Les amplitudes initiales de modulation d'indice de réfraction des réseaux R2 et R4 sont respectivement égales à $2{,}3\text{x}10^{-4}$ (fluence cumulée $F_c = 11{,}3$ kJ/cm^2) et $10\text{x}10^{-4}$ ($F_c = 10$ kJ/cm^2). La figure 12 montre que la stabilité thermique du réseau R4 inscrit dans une fibre FPA 527 Ce hydrogénée est similaire à celle du réseau R2 inscrit dans une fibre non hydrogénée. On peut corréler cette observation avec le fait que les fluences cumulées avec lesquelles ces réseaux ont été inscrits sont approximativement égales[iv]. L'insolation des fibres avec une fluence cumulée fixée conduit à une amplitude de modulation d'indice de réfraction plus importante dans la fibre hydrogénée que dans la fibre non hydrogénée. **La stabilité thermique des réseaux inscrits dans la fibre hydrogénée est donc moins bonne, à amplitude initiale de modulation d'indice de réfraction fixée, que celle des réseaux inscrits dans la fibre non hydrogénée.** T. Taunay a établi un résultat similaire en procédant à la destruction thermique de deux réseaux écrits au moyen d'une radiation de longueur d'onde ≈ 240 nm. Deux réseaux inscrits l'un dans une fibre FPA 527 Ce non hydrogénée et l'autre dans une fibre préalablement hydrogénée (30 jours, 100 atm) respectivement par des fluences cumulées égales à 24 kJ/cm^2 ($\Delta n_{mod\ initial}=1{,}7\text{x}10^{-4}$) et 1,2 kJ/cm^2 ($\Delta n_{mod\ initial}=2{,}5\text{x}10^{-4}$) présentent des stabilités thermiques sensiblement différentes. La résistance à l'élévation de température du réseau inscrit dans la fibre hydrogénée est plus faible que celle du réseau inscrit dans la fibre non traitée. Par conséquent, quelle que soit la source utilisée pour réaliser l'insolation ($\lambda_p \approx$ 240 nm ou 193 nm), la tenue à l'élévation de la température de la réflectivité de deux réseaux de Bragg présentant la même modulation initiale d'indice de réfraction $\Delta n_{mod\ initial}$ l'un inscrit dans une fibre hydrogénée, le second inscrit dans une fibre non traitée, est différente. Le réseau réalisé dans la fibre hydrogénée est moins résistant à l'élévation de la température que le réseau inscrit dans une fibre non hydrogénée (pour une valeur de $\Delta n_{mod\ initial}$ identique).

2.5.2. Comparaison de la stabilité thermique de réseaux de Bragg inscrits par une radiation de longueur d'onde égale à 193 nm ou proche de 240 nm dans une fibre aluminosilicate dopée par du cérium

2.5.2.1. Données expérimentales

Les trois réseaux décrits dans le tableau 3 ont été inscrits dans des fibres FPA 527 Ce

[iv] L'examen de la figure 37 présentée dans le chapitre II montre que cette corrélation est propre à ce type de fibre ou aux

hydrogénées et non hydrogénées à l'aide d'un laser accordable fonctionnant en régime d'impulsion (laser excimère LPX 100 / colorant LPD 3000, paragraphe 2.3.1.i chapitre I) et de l'interféromètre à miroir de Lloyd (paragraphe 2.3.1.ii chapitre I). Les évolutions de la modulation normalisée d'indice de réfraction de ces réseaux ont été mesurées par T. Taunay[35] au cours de destructions thermiques. Ces évolutions sont présentées sur les figures 13 (fibre non hydrogénée) et 14 (fibres hydrogénées). Nous avons également fait figurer sur ces figures les données correspondant aux destructions thermiques des réseaux R1 (figure 13) et R4 (figure 14). Les courbes tracées sur les figures 13 et 14 sont monotones et décroissantes en fonction de la température.

Référence réseau	Fibre	Hydrogénation	λ_p	Nombre de tirs	Densité d'énergie	$\Delta n_{mod\ initial}$	Longueur d'onde de Bragg
R5	FPA 527 Ce	non	260 nm	160 000	150 mJ/cm^2	1,7x10^{-4}	1335 nm
R6	FPA 527 Ce	oui	240 nm	80 000	250 mJ/cm^2	10,7x10^{-4}	1335 nm
R7	FPA 527 Ce	oui	245 nm	80 000	250 mJ/cm^2	10x10^{-4}	1335 nm

Tableau 3 : Caractéristiques initiales des réseaux, inscrits à l'aide du laser accordable fonctionnant en régime d'impulsions, soumis à une destruction thermique isochrone

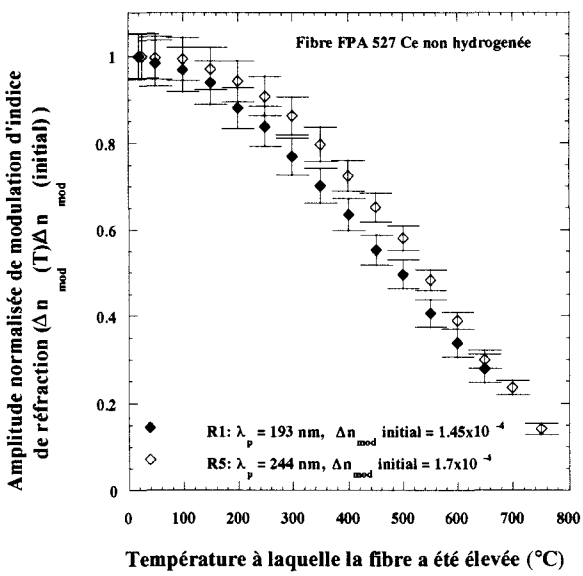


Figure 13 : Comparaison de la stabilité thermique de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre FPA 527 Ce non hydrogénée par des radiations de longueur d'onde 193 nm ou 244 nm.

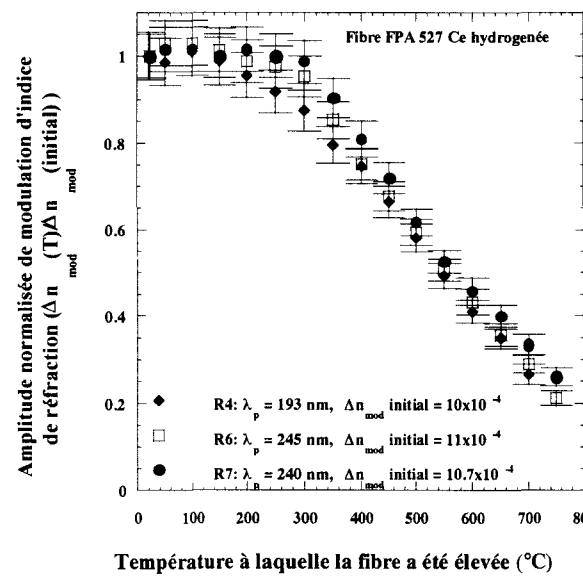


Figure 14 : Comparaison de la stabilité thermique de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre FPA 527 Ce hydrogénée par des radiations de longueur d'onde 193 nm, 240 nm ou 244 nm.

conditions d'insolation utilisées.

2.5.2.2. Discussion

La modulation initiale d'indice de réfraction du réseau R1 ($1{,}45x10^{-4}$) est légèrement plus faible que celle du réseau R5 ($1{,}7x10^{-4}$). Il apparaît à l'examen de la figure 13 que la stabilité thermique du réseau R5 est légèrement supérieure à celle du réseau R1. Par ailleurs, nous avons montré que la stabilité thermique de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre non hydrogénée à l'aide d'un laser à ArF est une fonction croissante de l'amplitude initiale de modulation d'indice de réfraction. Nous interprétons la légère différence de stabilité thermique des réseaux R1 et R5 comme provenant surtout de la différence des modulations initiales d'indice de réfraction. Par conséquent la stabilité thermique de réseaux inscrits par une radiation de longueur d'onde λ_p = 193 nm est similaire à celle de réseaux inscrits par une radiation de longueur d'onde 244 nm à condition que les modulations initiales d'indice de réfraction des deux réseaux soient égales.

Des conclusions identiques peuvent être tirées de l'examen de la figure 14 sur laquelle figurent les évolutions de la modulation d'indice de réfraction normalisée de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre FPA 527 Ce hydrogénée, au cours de destructions thermiques isochrones. Les réseaux R4, R6 et R7 ont été inscrits à l'aide de sources laser émettant un rayonnement de longueur d'onde égale à 193 nm (R4), 245 nm (R6) et 240 nm (R7). L'amplitude de modulation d'indice de réfraction initiale de ces réseaux est approximativement égale à $10x10^{-4}$. La chute de modulation d'indice de réfraction normalisée des réseaux R6 et R7 est plus faible que celle du réseau R4 lors de l'élévation de la température, par paliers, de 23°C à 450°C. Par la suite, l'écart entre les courbes diminue et devient de l'ordre de l'incertitude de mesure. Cependant, la courbe qui correspond au réseau R7 reste au-dessus de celle qui correspond au réseau R6. De la même manière le tracé des données correspondant à la destruction thermique du réseau R6 est au-dessus de celui correspondant au réseau R4, tout au long de l'expérience. Cependant, l'écart entre les différentes courbes reste faible tout au long des expériences de destruction thermique. **Nous pouvons donc conclure que la longueur d'onde du laser de pompe est un paramètre qui a peu d'influence sur la stabilité thermique du réseau.**

2.5.3. Influence de la nature des terres rares utilisées pour doper des fibres aluminosilicates sur la stabilité thermique des réseaux de Bragg qui y sont photoinscrits.

Trois réseaux de Bragg ont été inscrits dans une fibre aluminosilicate respectivement non

dopée, dopée par de l'erbium et codopée par de l'ytterbium et de l'erbium. Ces fibres n'ont pas été traitées par de l'hydrogène préalablement à l'insolation. Les réseaux ont été inscrits à l'aide du montage à masque de phase et du laser à ArF dans les conditions suivantes : réseau R8, 124 610 tirs, réseau R9 51 200 tirs et réseau R10 79 490 tirs. La densité d'énergie par impulsion a été fixée à 300 mJ/cm^2. Les caractéristiques de ces réseaux sont rassemblées dans le tableau 4. Les modulations initiales d'indice de réfraction de ces réseaux présentent des ordres de grandeur comparables (la modulation créée dans le réseau R9 est cependant légèrement supérieure aux autres). Les évolutions thermiques des amplitudes de modulation d'indice normalisée correspondant aux réseaux R8, R9 et R10 sont représentées sur la figure 15. $\Delta n_{mod}(T)/\Delta n_{mod\ initial}$ évolue de façon monotone et décroissante en fonction de la température à laquelle chacun des réseaux a été porté.

Référence réseau	Fibre	Nombre de tirs	Densité d'énergie	Longueur du réseau	$\Delta n_{mod\ initial}$	Longueur d'onde de Bragg
R8	FPA 486	124 610	300 mJ/cm^2	9 mm	7,7x10^{-5}	1510,62 nm
R9	FPA 611 YbEr	51 200	300 mJ/cm^2	8 mm	1,31x10^{-4}	1509,4 nm
R10	FPA 488 Er	79 490	300 mJ/cm^2	9 mm	8,6x10^{-5}	1509,7 nm

Tableau 4 : Caractéristiques initiales des réseaux soumis à une destruction thermique isochrone (fibres aluminosilicates).

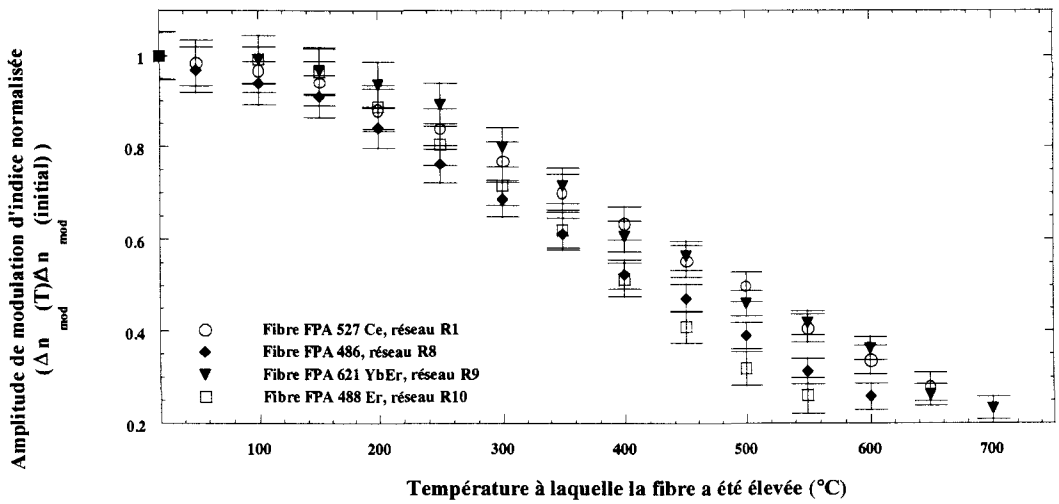


Figure 15 : Comparaison de la stabilité thermique de réseaux de Bragg inscrits dans des fibres aluminosilicates de nature différente (λ_p = 193 nm).

Tout au long de la destruction thermique la courbe relative au réseau R9 est située au-dessus de celle qui correspond au réseau R1. L'écart entre ces deux courbes reste faible. La modulation

initiale d'indice de réfraction de ces réseaux est égale respectivement égale à $1{,}45 \times 10^{-4}$ (R1) et à $1{,}31 \times 10^{-4}$ (R9). De la même manière, les courbes représentant l'évolution de la modulation normalisée d'indice de réfraction des réseaux R8 et R10 restent très proches tout au long de l'expérience de destruction. La courbe qui correspond au réseau R8 reste au-dessus de celle du réseau R10, du palier de chauffage à 50°C au palier à 700°C. L'écart de valeur de $\Delta n_{mod\ initial}$ est significatif entre les groupes de réseaux R1, R9 et R8, R10. $\Delta n_{mod\ initial}$ est plus élevé d'un facteur 1,5 pour le premier groupe de réseau. Nous avons indiqué au paragraphe 3.1.1 que la stabilité thermique d'un réseau inscrit dans une fibre aluminosilicate dopée par du cérium est une fonction croissante de $\Delta n_{mod\ initial}$. Il est possible de formuler l'hypothèse que l'écart entre les deux groupes de courbes provient de la différence entre les amplitudes initiales de modulation d'indice de réfraction. Dans cette hypothèse, il est possible de conclure que la stabilité thermique des réseaux inscrits dans une fibre aluminosilicate ne dépend que faiblement de la nature de la terre rare utilisée pour doper le cœur. Un résultat similaire a été relevé par T. Taunay[35] lors de la destruction thermique de réseaux inscrits dans des fibres aluminosilicates hydrogénées dopées par du cérium ou du terbium ou de l'erbium à l'aide d'une radiation de longueur d'onde située aux environs de 240 nm.

3. Effet de l'insolation ultraviolette (λ_p = 193 nm) d'une fibre aluminosilicate dopée par des ions Er et hydrogénée sur la durée de vie de la luminescence à 1,5 µm des ions erbium pompés optiquement

3.1. Principe de la méthode de mesure de la durée de vie de la luminescence

Le schéma 16 représente le diagramme des niveaux d'énergie de l'ion erbium. Pour un état excité indexé j et un état d'arrivée de la transition radiative indexé i, on désigne par A_{ij} la probabilité par seconde pour qu'un ion excité dans le niveau j se désexcite spontanément sur le niveau i par une transition radiative. S'il existe plusieurs niveaux vers lesquels l'ion peut se désexciter, le taux d'émission spontanée à partir du niveau j sera alors noté Γ_j^{fluo} (Γ_j^{fluo} ne tient pas compte des désexcitations non radiatives) :

$$\Gamma_j^{fluo} = \sum_i A_{ij} \qquad (7)$$

Les termes Γ_j^{nr} et Γ_j^{fluo} désignent respectivement le taux de désexcitation non radiative et la probabilité de fluorescence à partir du niveau j. La durée de vie du niveau j est désignée par τ_j. On peut alors écrire dans le cas où la désexcitation du niveau j met en jeu à la fois des transitions radiatives et des transitions non radiatives (phénomènes supposés indépendants) :

$$\frac{1}{\tau_j} = \sum_i A_{ij} + \Gamma_j^{nr} = -\frac{1}{n_j} \cdot \frac{dn_j}{dt} \qquad (8)$$

Dans l'expression (8), n_j représente le nombre d'ions par unité de volume portés dans l'état j.

Par conséquent, une augmentation du taux de transition non radiative peut être mise en évidence puisqu'elle se traduit par une modification du temps de vie des signaux de fluorescence issus du niveau j. Plus les désexcitations non radiatives sont probables, plus la durée de vie des luminescences est réduite. Nous nous proposons donc de présenter les résultats d'une étude que nous avons réalisée pour évaluer les effets d'un traitement par de l'hydrogène ou du deutérium (suivi ou non d'une insolation ultraviolette) sur la durée de vie d'un signal de fluorescence d'ions erbium insérés dans la silice.

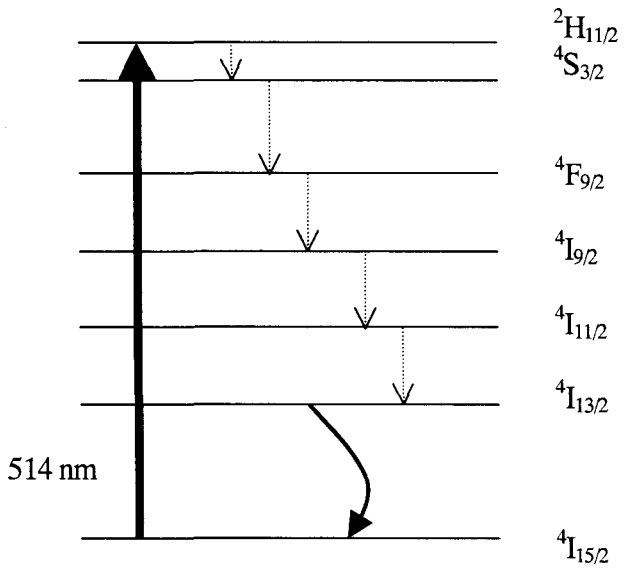


Figure 16 : Diagramme partiel des niveaux d'énergie des ions Er^{3+} dans la silice. Le rayonnement d'excitation est un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde égale à 514 nm. Les désexcitations non radiatives sont représentées par des flèches en pointillés. La transition radiative $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ est indiquée par la flèche courbée.

3.2. Dispositif expérimental

Les fibres que nous avons choisies pour effectuer cette étude sont des fibres aluminosilicates codopées par des ions erbium. Leurs caractéristiques opto-géométriques sont rappelées dans le tableau 5. Les fibres ont été réalisées par J.F. Bayon selon la méthode MCVD[80]. Elles contiennent des concentrations variables d'ions de terre rare. Les concentrations sont indiquées en ppm poids (partie par million). Nous avons choisi de faire porter cette étude sur des fibres ne contenant pas d'oxyde de germanium. En effet, l'absence de germanium favorise la désexcitation des états excités par voie radiative[109]. La présence d'aluminium permet quand à elle d'augmenter la concentration en terre rare tout en évitant la formation d'agrégats[113]. Après chargement par de l'hydrogène, ces fibres sont photosensibles (λ_p = 193 nm ou 244 nm).

Référence fibre	**FPA 537 Er**	**FPA 540 Er**	**FPA 488 Er**
Fournisseur	CNET	CNET	CNET
Paramètres optogéométriques	$\varnothing_{coeur}$=6,5 µm $\varnothing_{ext}$=125 µm n_c-n_g=0,8x10^{-2} λ_c= 1,3 µm	$\varnothing_{coeur}$=6,5 µm $\varnothing_{ext}$=125 µm n_c-n_g=0,8x10^{-2} λ_c= 1,15 µm	$\varnothing_{coeur}$=4 µm $\varnothing_{ext}$=125 µm n_c-n_g=1,1x10^{-2} λ_c= 0,84 µm
Dopants du cœur	Al_2O_3 3% mol [Er^{3+}]≈8000 ppm	Al_2O_3 4,5% mol [Er^{3+}]≈6000 ppm	Al_2O_3 7% mol [Er^{3+}]≈1500 pm
Dopant gaine	F,P	F,P	F,P

Tableau 5 : Caractéristiques opto-géométriques des fibres aluminosilicates choisies pour l'étude. Les fibres sont codopées par de l'erbium.

Nous avons utilisé le montage décrit sur le schéma 17 pour effectuer la mesure de la durée de vie de la luminescence des ions erbium pour la transition $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$. Le faisceau lumineux issu d'un laser à argon ionisé a été utilisé de manière à pomper les ions sur le niveau $^4H_{11/2}$. Pour cela, le laser à argon ionisé est accordé sur son émission de longueur d'onde 514 nm. Les ions se désexcitent par des transitions non radiatives sur le niveau métastable $^4I_{13/2}$. Ils émettent alors un signal de fluorescence de longueur d'onde ≈ 1,5 µm correspondant à la transition vers l'état fondamental $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$. Le faisceau lumineux issu du laser à argon ionisé est haché par un modulateur mécanique à la fréquence de 15 Hz. Il est ensuite injecté dans le cœur d'une fibre optique à l'aide d'un objectif de microscope x10. La fibre, longue de quelques centimètres, est dénudée sur une petite zone (0,5 à 1 cm). La luminescence issue de la partie dénudée de la fibre est collectée transversalement au travers de la gaine à l'aide d'une lentille sphérique. La puissance optique collectée est filtrée spectralement par un filtre

passe haut de coupure 1,4 μm. Le signal de fluorescence est focalisé sur la face d'entrée d'un détecteur au germanium refroidi par de l'azote liquide grâce à cette lentille. Le signal électrique délivré par ce détecteur est amplifié puis est transféré sur un système informatique (bande passante du système de mesure = [3Hz – 300 kHz]). Le signal enregistré correspond à la décroissance du signal de fluorescence au cours du temps. La durée de la luminescence des ions erbium a été mesurée à température ambiante.

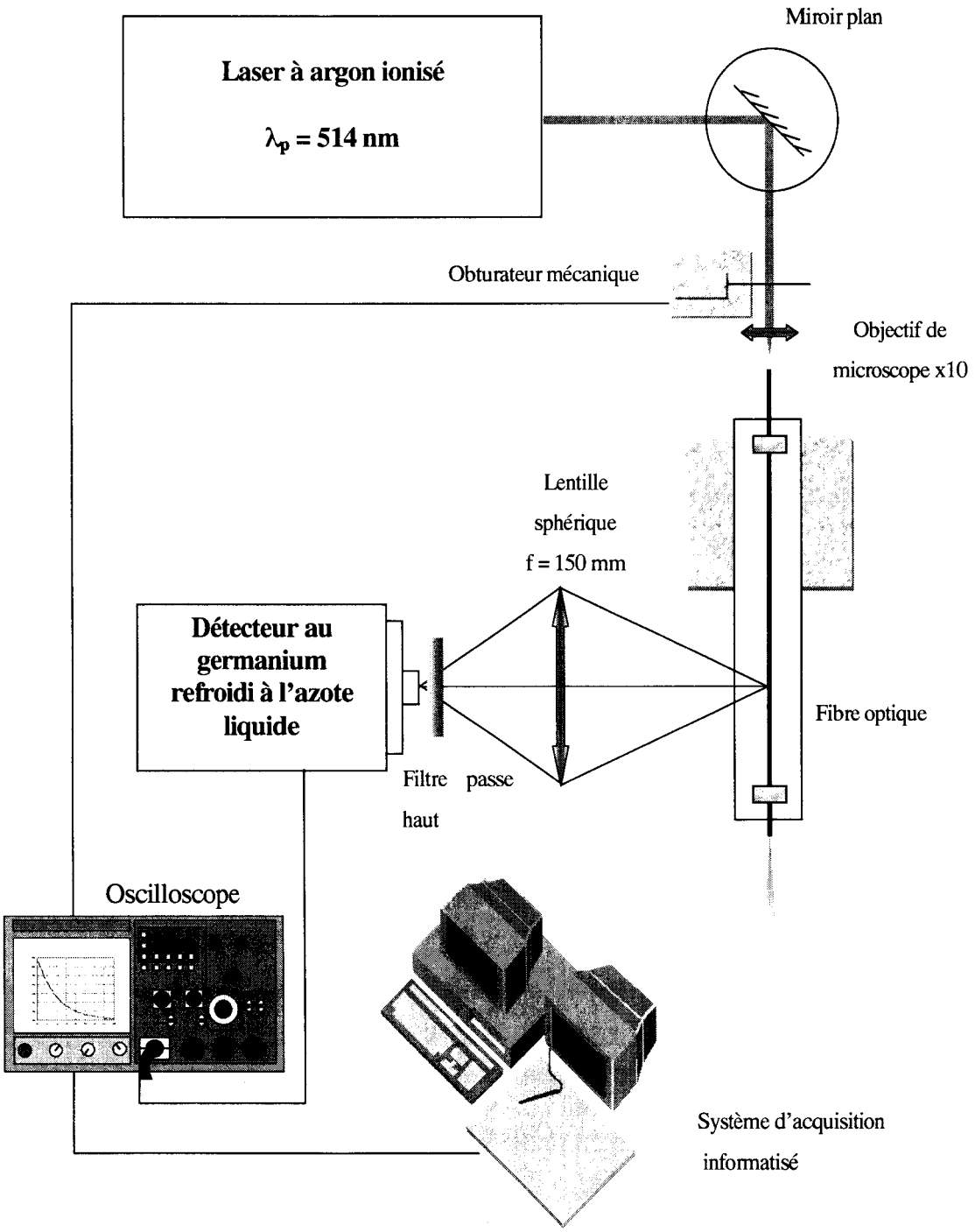


Figure 17 : Schéma du montage expérimental utilisé pour l'étude de la fluorescence des ions erbium dans une fibre aluminosilicate sous une excitation de longueur d'onde égale à 514 nm.

La mesure de la durée de vie du signal a été effectuée de la manière suivante : 50 enregistrements du signal sont moyennés de manière à améliorer le rapport signal sur bruit. Nous ajustons une fonction mono-exponentielle en fonction du temps (**9**) sur l'évolution temporelle du signal détecté (ou en une somme d'exponentielles si une seule exponentielle ne suffit pas) en utilisant une méthode de moindres carrés non linéaire.

$$I(t) = I_0 \cdot e^{-\frac{t}{\tau}} \qquad (9)$$

Dans la relation (**9**), $I(t)$ et I_0 représentent respectivement l'intensité du signal de luminescence au temps t et au temps $t = 0$. Le paramètre τ caractérise la durée de vie de la luminescence. Elle correspond à une diminution d'un facteur 1/e de l'intensité de la luminescence. Les valeurs numériques de I_0 et τ constituent les paramètres de l'ajustement.

La durée d'exposition de la fibre à la radiation de pompe ($\lambda_p = 514$ nm) est égale à (11 ± 0,11) ms avec un temps de montée (et de descente) de l'ordre de (0,4 ± 0,04) ms. La valeur de la résolution temporelle avec laquelle l'estimation de la durée de vie des luminescences est effectuée est donc égale à 0,45 ms.

3.3. Mise en évidence de la décroissance de la durée de vie de la fluorescence à 1,5 µm émise par des ions erbium dans une matrice aluminosilicate sous l'effet du chargement du matériau par de l'hydrogène ou (du D_2)

3.3.1. Définition des conditions expérimentales

Les transferts d'énergie par up-conversion[17] ou par absorption par état excité (ESA) ont une influence sur la mesure de la durée de vie de la transition $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$. Ces phénomènes sont d'autant plus fréquent que la puissance du rayonnement injectée dans la fibre est forte et que la distance entre les ions de terre rare est faible[114]. La première étape de l'étude consiste à rechercher les conditions expérimentales permettant de s'affranchir au mieux de ces phénomènes. Il s'agit de trouver la gamme de puissance optique de pompe pour laquelle la probabilité de ces transferts d'énergie est faible. Dans

cette gamme de puissance, une variation de puissance lumineuse injectée dans la fibre n'aura que peu d'influence sur la durée de vie de la fluorescence correspondant à la transition $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$.

Nous avons procédé à une mesure de l'évolution de la durée de vie de la luminescence en fonction de la puissance optique de pompe incidente sur la fibre[v].

La décroissance en fonction du temps du signal de fluorescence $I(t)$, mesuré sur une section de fibre FPA 488 Er, est représentée sur la figure 18 (moyennage de 50 signaux de fluorescence successifs). Les figures 18a et 18b correspondent à l'évolution en fonction du temps du signal détecté pour une puissance du laser de pompe égale respectivement à 20 mW et 600 mW. Nous avons fait figurer sur ces schémas le logarithme du signal détecté normalisé par rapport à la valeur à $t = 0$. $\ln(I(t)/I(t=0))$ est une fonction linéaire du temps. Par conséquent, dans les deux cas l'évolution du signal en fonction du temps suit une loi mono-exponentielle. Des enregistrements similaires ont été réalisés pour les fibres FPA 540 Er et FPA 488 Er pour des puissances du laser de pompe comprises entre 50 et 600 mW. Pour l'ensemble des mesures effectuées, l'évolution du signal en fonction du temps peut être décrite par une loi mono-exponentielle

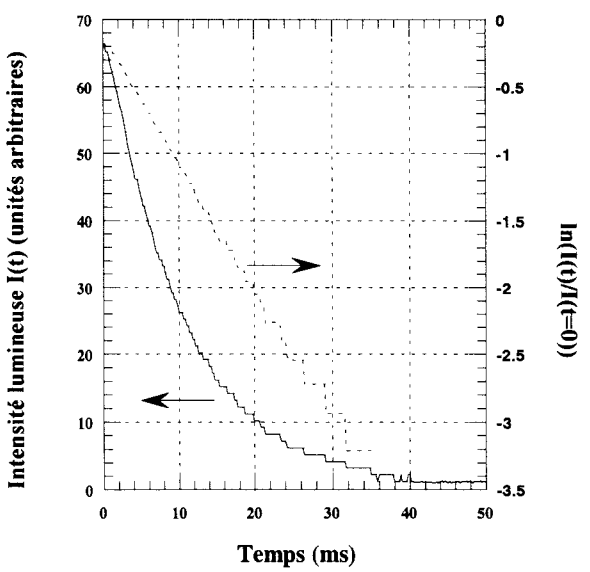


Figure 18a : Décroissance de la fluorescence correspondant à la transition $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ pour une fibre aluminosilicate dont le cœur est dopé avec 1 500 ppm d'erbium (le signal est moyenné sur 50 mesures). Puissance de la pompe à 514 nm : 50 mW. La droite tracée sur la figure correspond au logarithme du signal de fluorescence normalisé.

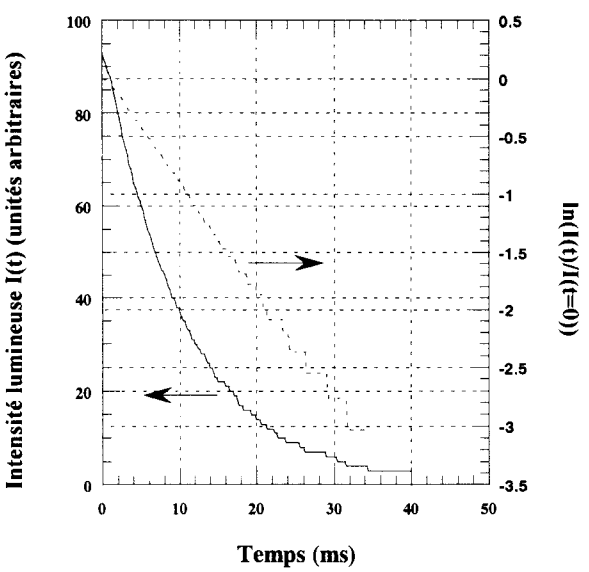


Figure 18b : Décroissance de la fluorescence correspondant à la transition $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ pour une fibre aluminosilicate dont le cœur est dopé avec 1 500 ppm d'erbium (le signal est moyenné sur 50 mesures). Puissance de la pompe à 514 nm : 100 mW. La droite tracée sur la figure correspond au logarithme du signal de fluorescence normalisé.

[v] Cette façon de procéder suppose que la puissance optique injectée dans la fibre dépend linéairement de la puissance incidente.

La figure 19 représente la variation de la durée de vie de la luminescence à 1,5 µm issue des fibres FPA 537 Er, FPA 540 Er et FPA 488 Er non hydrogénées en fonction de la puissance délivrée par le laser à argon ionisé. La puissance du laser a été ajustée sur la gamme [50 mW - 600 mW], ces données correspondent à une densité de puissance comprise entre 16 kW/cm^2 et 270 kW/cm^2.

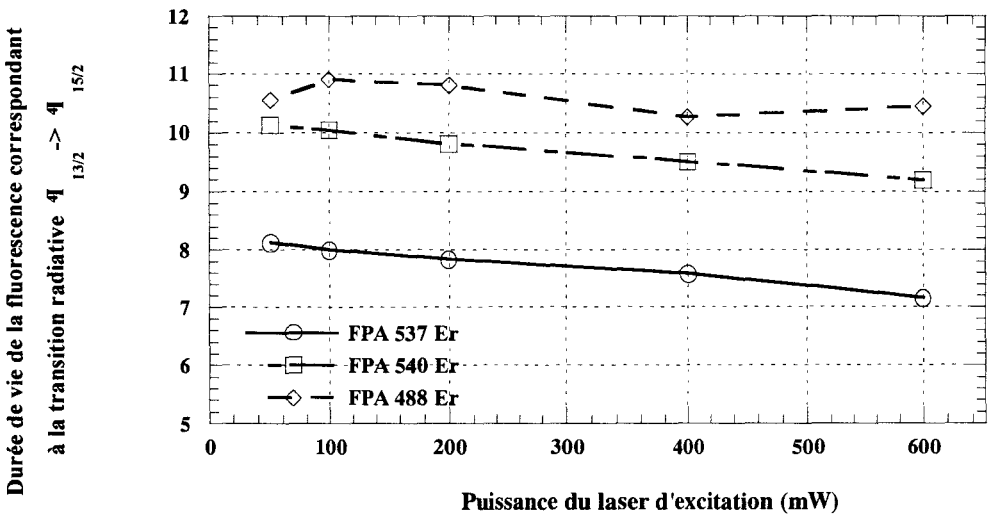


Figure 19 : Evolution de la durée de vie de la fluorescence correspondant à la transition $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ en fonction de la puissance délivrée par le laser de pompe.

Dans le cas de la fibre FPA 488 Er (1 500 ppm d'erbium), la durée de vie de la luminescence ne varie pas de façon significative lorsque la puissance du laser est fixée dans la gamme [50 mW - 600 mW]. La durée de vie de la luminescence enregistrée dans les fibres FPA 537 Er et FPA 540 Er diminue significativement lorsque la puissance délivrée par le laser à argon ionisé augmente. Cependant, il est à noter que la variation du temps de vie de la luminescence reste inférieure à 0.4 ms lorsque la puissance du laser à argon ionisé évolue de 50 mW à 100 mW.

Discussion

Nous avons effectué une série de mesure de la durée de vie du signal de fluorescence à 1,5 µm issu de différentes fibres dont le cœur a été dopé par de l'erbium. La fibre FPA 488 Er est faiblement dopée en erbium (1 500 ppm), son cœur contient la plus forte concentration d'oxyde d'aluminium des trois fibres étudiées: 7 % mol. La durée de vie τ de la fluorescence à 1,5 µm de cette fibre est supérieure à celle des autres fibres. τ est sensiblement plus faible dans le cas de la fibre FPA 537 Er

que pour la fibre FPA 540 Er. Le cœur de la fibre FPA 540 Er est dopé par 6 000 ppm d'erbium et 4,5 % mol de Al_2O_3, les concentrations de ces éléments sont respectivement égales à 8 000 ppm et 3 % mol pour la fibre FPA 537 Er. La valeur de τ diminue donc lorsque la concentration en erbium augmente et/ou lorsque la concentration de Al_2O_3 baisse. Les mesures que nous avons réalisées sont en accord avec le fait qu'une augmentation de la concentration de l'oxyde d'aluminium contenue dans le cœur de la fibre favorise la dispersion de l'erbium dans la matrice vitreuse[109,115]. Les phénomènes d'absorption par états excités (Excited State Absorption = ESA) sont d'autant moins probables que la distance entre les ions de terre rare est grande. Ces phénomènes contribuent à la réduction de la durée de vie de la fluorescence correspondant à la transition $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ en dépeuplant le niveau métastable $^4I_{13/2}$.

Les résultats présentés sur la figure 19 indiquent que l'évolution de la durée de vie du signal de fluorescence (transition $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$) en fonction de la puissance de pompe P dépend fortement de la fibre. Nous n'avons pas observé d'évolution notable dans le cas de la fibre la moins dopée (FPA 488 Er) alors que dans le cas des fibres dopées respectivement par 6 000 et 8 000 ppm d'erbium la durée de vie τ diminue lorsque P augmente. Ces résultats sont cohérents avec l'existence de phénomènes d'ESA. Les ions excités sur le niveau métastable $^4I_{13/2}$ peuvent opérer un transfert d'énergie entre eux de telle sorte que l'ion qui a transféré son énergie retourne sur l'état fondamental. Le second ion mis en jeu dans l'échange est excité sur un niveau d'énergie supérieure à celle du niveau $^4I_{13/2}$ à partir duquel il se désexcite par transition non radiative vers le niveau $^4I_{13/2}$. La probabilité d'apparition de ce type de phénomènes est directement liée à la séparation entre les ions d'erbium et à la puissance du rayonnement de pompe[114]. Elle augmente par conséquent avec la concentration des ions erbium contenus dans le cœur de la fibre. Nous pouvons donc faire l'hypothèse que ces mesures mettent en évidence un phénomène d'ESA dans les fibres FPA 540 Er et FPA 537 Er.

Comme le montre la figure 19, l'évolution de la durée de vie des fluorescences est inférieure à l'incertitude de mesure pour des densités de puissance du laser de pompe comprises entre 50 mW et 100 mW. Pour des puissances supérieures à 100 mW, les variations de τ en fonction de la puissance délivrée par le laser de pompe sont, dans le cas des fibres FPA 540 Er et FPA 537 Er, supérieures à 0,45 ms. Nous avons donc décidé d'effectuer toutes les mesures de l'étude en fixant la puissance de pompe à 100 mW.

3.3.2. Effets d'un traitement par de l'hydrogène ou du deutérium.

Une section de chacune des fibres sur laquelle porte l'étude a été chargée en hydrogène à la pression de 100 bar à température ambiante. Une seconde section a été traitée par du deutérium à la pression de 70 bar à température ambiante. Dans chaque cas, la fibre a été stockée dans l'enceinte contenant le gaz pendant une durée de 2 mois. Nous avons effectué la mesure de la durée de vie de la fluorescence correspondant à la transition $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ pour chacun de ces échantillons selon la méthode décrite au paragraphe 3.2. Les mesures ont été réalisées dans les minutes qui ont suivi la sortie des échantillons de l'enceinte contenant les gaz.

Type de fibre	*Durée de vie avant traitement (ms)*	*Durée de vie après traitement par de l'hydrogène (ms)*	*Durée de vie après traitement par du deutérium (ms)*
FPA 537 Er	8 ± 0.5	4,6 ± 0.5	4,5 ± 0.5
FPA 540 Er	10,1 ± 0.5	5,3 ± 0.5	5,2 ± 0.5
FPA 488 Er	10,9 ± 0.5	5,2 ± 0.5	6,8 ± 0.5

Tableau 6 : Effet de l'hydrogène sur la durée de vie de la fluorescence à 1,5 µm d'ions erbium dans une fibre aluminosilicate.

Les durées de vie obtenues à partir des ajustements par moindres carrés des données expérimentales sont présentées sur le tableau 6. Pour référence, nous avons indiqué les durées de vie obtenues pour les échantillons non hydrogénés correspondant à une puissance d'excitation de 100 mW.

La durée de vie τ de la fluorescence de la transition $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ est divisée par un facteur 2 lorsque la fibre est saturée en gaz (H_2 ou D_2). Ceci est vérifié pour les trois fibres sur lesquelles porte l'étude. Par ailleurs, dans le cas des fibres FPA 537 Er et FPA 540 Er, le temps τ calculé à partir des ajustements est lorsque la fibre est traitée par du deutérium égal à celui calculé lorsqu'elle est placée dans de l'hydrogène sous une forte pression. Dans le cas de la fibre FPA 488 Er, le traitement par du deutérium conduit à une valeur de τ égale à (6,8 ± 0,5) ms alors qu'un traitement par de l'hydrogène conduit à τ = (5,2 ± 0,5) ms. L'écart de ces deux valeurs est supérieur à l'incertitude de mesure.

La section de fibre FPA 488 Er traitée par de l'hydrogène a été conservée pendant 2 mois à température ambiante à l'air libre de manière à laisser sortir l'hydrogène contenu dans le cœur de la fibre (chapitre I, paragraphe 6.1). La durée de vie τ a été déterminée selon la méthode décrite au

paragraphe 3.2. Les ajustements réalisés conduisent à $\tau = (10{,}6 \pm 0{,}5)$ ms. C'est à dire à une valeur comparable à celle mesurée avant le traitement.

Discussion

Comme le montre le tableau 6, le traitement des fibres aluminosilicates par de l'hydrogène ou du deutérium sous forte pression (à température ambiante) réduit de manière significative la durée de vie τ de la fluorescence de la transition $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$. Par ailleurs, l'expérience réalisée sur la fibre FPA 488 Er indique que la durée de vie de la fluorescence retrouve sa valeur initiale lorsque la pression partielle de l'hydrogène inclus dans le cœur de la fibre est négligeable. Dans la référence 16, J.D. Prohaska *et al.* font une observation similaire : ils ont placé une fibre optique codopée par du néodyme pendant 7 jours à température ambiante dans une enceinte contenant de l'hydrogène à la pression de 83 bar. Le cœur de cette fibre était dopé par 2 % mol d'aluminium, 10 % mol de germanium et 0,08 % en poids de Nd_2O_3. Un réseau de Bragg a été inscrit dans cette fibre à l'aide d'un laser à KrF (λ_p = 248 nm). Le laser formé d'un milieu amplificateur long de 1 m (= la fibre dopée par du néodyme) et de deux miroirs (= réseau de Bragg de réflectivité $\approx$ 100 % et interface verre/air de la fibre) a alors été pompé à l'aide d'une source laser émettant un rayonnement de longueur d'onde égale à 820 nm. Aucun effet laser n'a été observé par J.D. Prohaska *et al.* dans ces conditions. Ils ont mesuré la durée de vie de la fluorescence émise par la fibre aux environs de 1 064 nm lorsque la fibre est pompée par un rayonnement de longueur d'onde égale à 820 nm (puissance injectée = 48 mW). Le temps au bout duquel l'intensité de la fluorescence est égale à 1/e fois sa valeur initiale (τ) est notablement plus faible dans la fibre hydrogénée que dans la fibre non traitée (313 µs au lieu de 481 µs). La fibre, dans laquelle la mesure a été réalisée, a alors été chauffée pendant 7 jours à 80°C de manière à faire diffuser l'hydrogène contenu dans le cœur de la fibre vers l'extérieur. La diffusion d'hydrogène, lorsqu'elle est effectuée à une faible température est un phénomène réversible qui ne s'accompagne pas de réaction chimique du gaz dissous avec la matrice vitreuse[64,66]. Un effet laser a alors été mis en évidence (seuil d'effet laser = 26 mW). Ils ont à nouveau mesuré la durée de vie de la fluorescence à 1 064 nm, la valeur obtenue est égale à 474 µs. Ils concluent que l'hydrogène moléculaire contenu dans le cœur de la fibre est responsable de la diminution de la durée de vie de la fluorescence à 1 064 nm. Il apparaît par conséquent que la présence d'hydrogène dissous dans le cœur d'une fibre aluminosilicate dopée par de l'erbium ou aluminosilicate codopée par du germanium et du néodyme se traduit par une diminution de la durée de vie des fluorescences respectivement à 1,5 µm et 1,064 µm. On peut raisonnablement faire l'hypothèse que le deutérium a un effet similaire sur les

fibres aluminosilicates dopées par de l'erbium. Cet effet est réversible : lorsque le gaz dissous dans la fibre quitte la fibre, la luminescence retrouve sa durée de vie initiale.

Le traitement réalisé à l'aide d'hydrogène a été réalisé à une pression égale à 100 bar. Le traitement des fibres par du deutérium a été réalisé à la pression de 70 bar. Les deux conditionnements des fibres provoquent une réduction de la durée de vie τ du même ordre de grandeur. Les concentrations de H_2 et D_2 dans le cœur des fibres dans ces conditions sont respectivement égales à 9 200 ppm et 6 880 ppm[62]. Elles sont comparables aux concentrations d'ions erbium contenus dans les fibres.

3.3.3. Evolution de la durée de vie du signal de fluorescence émis vers 1,5 µm par des ions erbium dans une matrice aluminosilicate hydrogénée lors d'une insolation ultraviolette

Neuf sections de fibres, découpées dans les trois fibres citées ci dessus, ont été insolées de manière uniforme à l'aide du laser à ArF. Pour chacune des fibres, l'insolation est réalisée sur une section non traitée, sur une section traitée par de l'hydrogène sous forte pression (100 bar, 1 mois, $T = 23°C$) et sur une section traitée par du deutérium sous une pression égale à 70 bar (1 mois, $T = 23°C$). Les conditions d'insolation ont été choisies de manière à ce qu'elles soient similaires à des conditions typiques d'exposition fixées utilisées pour réaliser l'inscription d'un réseau de Bragg. A cet effet, la densité d'énergie du faisceau ultraviolet a été fixée à 300 mJ/cm^2, le nombre d'impulsions auquel chaque fibre a été exposée est supérieur à 20 000. A des intervalles de temps réguliers, les tirs sont arrêtés et une mesure de la durée de vie du signal de luminescence de la transition est réalisée $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$. Après cette mesure, l'insolation est poursuivie jusqu'à la mesure suivante.

L'évolution de la durée de vie de signaux de luminescence correspondant à la transition $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ issus des trois sections de fibre FPA 488 Er est présentée sur la figure 20 en fonction du nombre d'impulsions incidentes sur la fibre. La diminution de la durée de vie des signaux au cours des insolations s'avère très faible. Elle est inférieure à l'incertitude de mesure qui est de l'ordre de 0,5 ms.

L'évolution de la durée de vie des signaux de luminescence issus des trois sections de fibre FPA 540 Er est présentée sur la figure 21. Les durées de vies τ diminuent au cours des insolations, cependant cette diminution est comparable à l'ordre de grandeur de nos incertitudes de mesure.

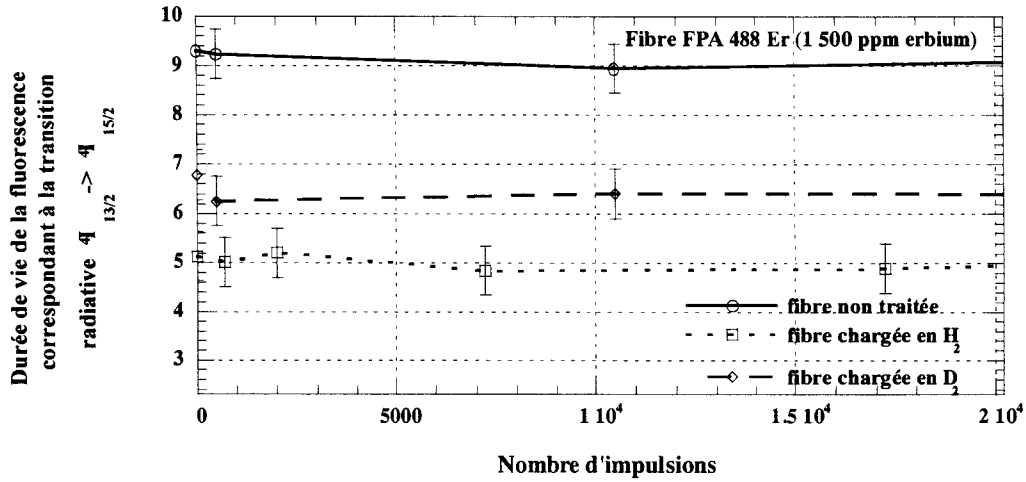


Figure 20 : Evolution de la durée de vie de la fluorescence correspondant à la transition $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ en fonction de la durée d'insolation ultraviolette de la fibre FPA 488 Er. L'insolation est réalisée sur une section de fibre non traitée, une section traitée par de l'hydrogène et une section traitée par du deutérium.

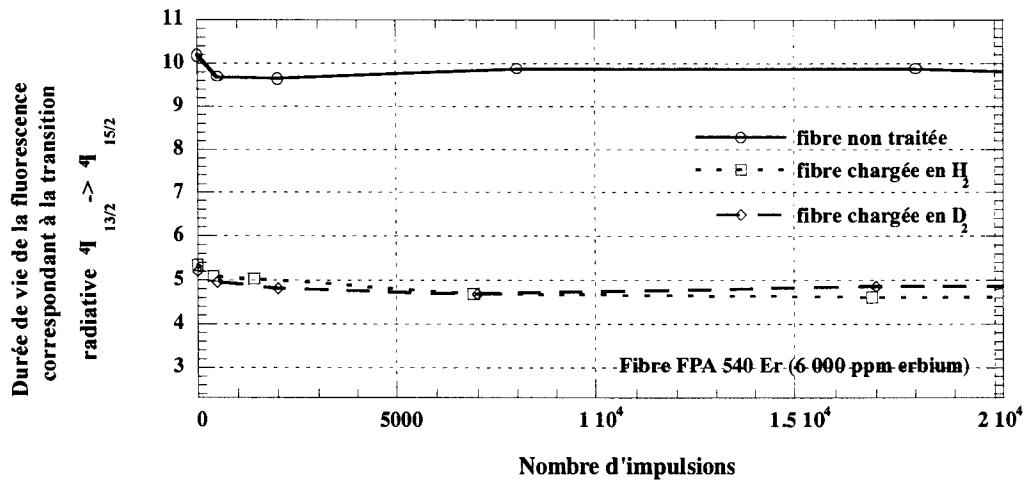


Figure 21 : Evolution de la durée de vie de la fluorescence correspondant à la transition $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ en fonction de la durée d'insolation ultraviolette de la fibre FPA 540 Er. L'insolation est réalisée sur une section de fibre non traitée, une section traitée par de l'hydrogène et une section traitée par du deutérium.

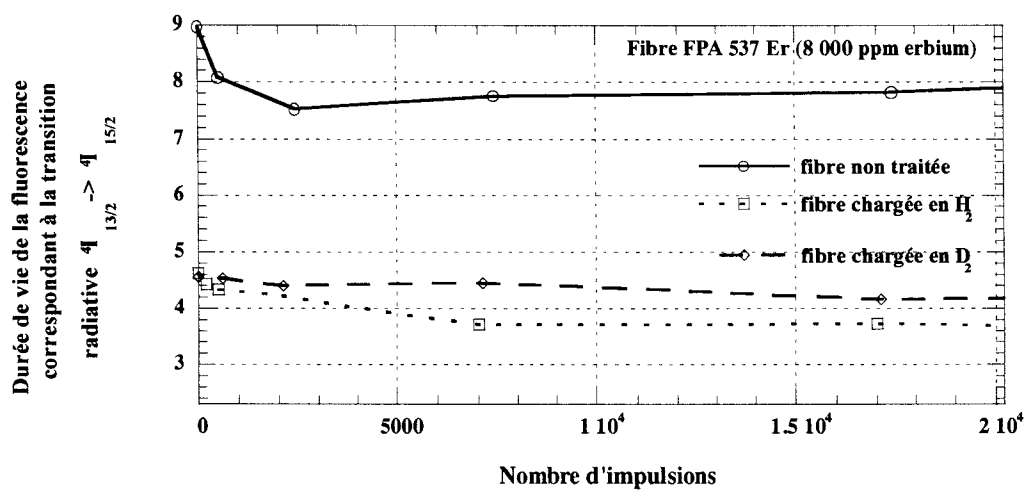


Figure 22 : Evolution de la durée de vie de la fluorescence correspondant à la transition $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ en fonction de la durée d'insolation ultraviolette de la fibre FPA 537 Er. L'insolation est réalisée sur une section de fibre non traitée, une section traitée par de l'hydrogène et une section traitée par du deutérium.

La figure 22 représente l'évolution de la durée de vie de la luminescence $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ au cours des insolations des trois sections de fibre FPA 537 Er respectivement non traitée, hydrogénée et chargée en deutérium. La diminution de la durée de vie de la fluorescence s'avère très faible pour les fibres traitées, puisque la durée de vie décroît dans ce cas de moins de 1 ms au cours des insolations. La durée de vie de la fluorescence issue de la fibre non traitée chute de 1,5 ms au cours des premiers tirs puis augmente légèrement.

Les 3 sections de fibres traitées par de l'hydrogène et insolées à l'aide du laser à ArF ont été conservées à température ambiante à l'air libre pendant 2 mois. La durée de vie τ de la transition radiative $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ a alors été mesurée selon la méthode décrite au paragraphe 3.2. Les résultats des mesures sont présentés dans le tableau 7. Dans ce tableau figurent les valeurs de τ correspondant aux signaux de fluorescence issus des fibres avant chargement par de l'hydrogène, après chargement par de l'hydrogène, après insolation et après désorption de l'hydrogène.

Type de fibre	*Durée de vie avant traitement*	*Durée de vie après traitement par H_2*	*Durée de vie après traitement par H_2 + 20 000 tirs UV*	*Durée de vie 2 mois après l'insolation (fibre traitée avec H_2)*
FPA 537 Er	8 ± 0,5 ms	4,6 ± 0,5 ms	3,6 ± 0,5 ms	4,9 ± 0,5 ms
FPA 540 Er	10,1 ± 0,5 ms	5,3 ± 0,5 ms	4,6 ± 0,5 ms	6,7 ± 0,5 ms
FPA 488 Er	10,9 ± 0,5 ms	5,2 ± 0,5 ms	5,15 ± 0,5 ms	7,3 ± 0,5 ms

Tableau 7 : Effet d'une insolation ultraviolette sur la durée de vie de la fluorescence à 1,5 µm d'ions erbium dans une fibre aluminosilicate hydrogénée.

L'examen du tableau 7 permet de mettre en évidence une augmentation de la durée de vie des signaux de luminescence à 1,5 µm issus des fibres étudiées lorsque ces fibres sont stockées à l'air libre pendant 2 mois. Les durées de vie déterminées après désorption de l'hydrogène restent cependant significativement inférieures aux valeurs correspondant aux signaux issus des fibres non traitées : (4,9 ± 0,5) ms au lieu de (8 ± 0,5) ms pour la fibre FPA 537 Er, (6,7 ± 0,5) ms au lieu de (10,1 ± 0,5) ms pour la fibre FPA 540 Er et (7,3 ± 0,5) ms au lieu de (10,9 ± 0,5) ms pour la fibre FPA 537 Er.

Discussion

Il apparaît à l'examen des figures 20, 21 et 22 que l'insolation des fibres aluminosilicates hydrogénées par un rayonnement ultraviolet a peu d'influence sur la durée de vie de la luminescence

associée à la transition $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$. Les variations de τ relevées dans le cas des fibres FPA 488 Er et FPA 540 Er sont à la limite de notre résolution de mesure et ne peuvent être considérées comme étant significatives. Dans le cas de la fibre la plus fortement dopée en erbium, τ diminue d'une manière sensible au cours des 2 000 premières impulsions laser (fibre non traitée) ou n'évolue pas de façon significative au cours de l'insolation. **L'insolation de ces fibres par le rayonnement ultraviolet semble avoir pour conséquence principale de rendre permanente la chute transitoire de la durée de vie qui résulte du chargement de la fibre par de l'hydrogène.** En effet, les données regroupées dans le tableau 7 mettent en évidence le caractère permanent après insolation de la diminution de la durée de vie de la luminescence associée à la transition $^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ (fibres aluminosilicates hydrogénées). Lorsque la fibre n'est pas insolée, la réduction de cette durée de vie τ, liée à la présence d'hydrogène moléculaire dans la fibre, est réversible (paragraphe 3.3.2). Comme nous l'avons indiqué dans le paragraphe précédent l'insolation ultraviolette d'une fibre aluminosilicate dopée par de l'erbium, non traitée a une incidence faible sur la durée de vie τ. L'action conjointe de l'hydrogène dissous dans la fibre et du rayonnement ultraviolet est donc responsable de la diminution de τ.

Les expériences effectuées par Y. Yan *et al.*[17] permettent de présenter une explication du phénomène de réduction de la durée de vie de la luminescence de l'erbium mis en évidence après insolation de la fibre hydrogénée. Ces auteurs ont réalisé des mesures de verres alumino-phosphosilicates, de différentes compositions, dopés par de l'erbium. La gamme spectrale analysée s'étendait de 2,5 µm à 5 µm Les spectres d'absorption ont été enregistrés avant et après une phase de recuit des verres[vi]. L'atténuation provoquée par les liaisons OH a été corrélée avec la durée de la luminescence à 1,5 µm. Lors des phases de recuit, ces auteurs ont systématiquement relevé une augmentation des durées de vie des luminescences. Ils ont noté que la concentration des espèces OH présentes dans le verre constitue le paramètre déterminant de la durée de vie de cette transition. Pour rendre compte de leurs observations, Y. Yan *et al.* proposent un modèle de transfert d'énergie entre les ions Er^{3+} et les centres OH. Nous pouvons donc reprendre cette explication en formulant l'hypothèse que l'insolation des fibres aluminosilicates préalablement hydrogénées au moyen d'un laser à ArF provoque la formation de liaisons OH ; la production des liaisons OH conduit à une augmentation du taux de désexcitations non radiatives du niveau métastable $^4I_{13/2}$. La transformation progressive au cours des insolations des molécules H_2 (responsables d'une diminution du temps de vie τ de la

[vi] Ce recuit est destiné à diminuer la concentration des espèces OH dans le verre.

fluorescence à 1,5 μm) en liaisons OH explique la faible évolution de τ au cours de l'insolation. Lorsque les fibres sont stockées à l'air libre, l'hydrogène qui n'a pas participé à la formation de liaisons OH quitte la fibre. La contribution de l'hydrogène moléculaire non consommé disparaît alors et τ augmente. Cependant, la stabilité des liaisons OH à température ambiante permet d'expliquer pourquoi τ reste inférieur à la valeur qui correspond à celle de la fibre non traitée par de l'hydrogène.

L'incidence de la photosensibilisation des fibres aluminosilicates dopées par des ions de terre rare sur la réalisation de lasers intégrés dans le cœur de la fibre peut maintenant être précisée. Dans le cas des lasers DBR, constitués de deux réseaux de Bragg séparés de quelques centimètres, nos résultats étayent les conclusions établies par J.D. Prohaska *et al.*[16]. Le traitement par de l'hydrogène moléculaire de la fibre se traduit par une diminution de la durée de vie τ de la luminescence à 1,5 μm de l'erbium. Lorsque l'hydrogène diffuse vers l'extérieur de la fibre, τ retrouve sa valeur initiale sur la section de la fibre qui n'a pas été insolée. Le milieu amplificateur situé entre les deux réseaux conserve donc ses propriétés. L'insolation se traduit donc par une perturbation localisée à l'emplacement des réseaux. Le principal inconvénient qui résulte de l'hydrogénation (ou à un traitement par du deutérium, puisque les deux gaz ont un effet similaire sur τ) réside dans le fait que le gain du milieu amplificateur se trouve diminué (à puissance de pompe fixée) tant que l'hydrogène résiduel n'a pas dégazé. Lorsqu'une section de fibre aluminosilicate est traitée par de l'hydrogène dans le but de réaliser un laser DFB, l'effet de l'insolation est beaucoup plus pénalisant que dans le cas discuté précédemment. En effet, la diminution de la durée de vie de la luminescence à 1,5 μm, provoquée par l'insolation est permanente. La zone sur laquelle τ est diminué est localisée sur la longueur totale du réseau photoinscrit, c'est à dire sur la totalité du milieu amplificateur du laser DFB. Il est donc nécessaire de ne pas traiter les fibres destinées à la réalisation de ce type de lasers par de l'hydrogène ou du deutérium. L. Dong *et al.*[116] ont une réponse originale à ce problème : ils ont réalisé une fibre dont cœur est constitué par un verre alumino-phosphosilicate dopée de l'ytterbium et de l'erbium. Le cœur de la fibre est entouré d'un anneau composé de silice dopée par du bore et du germanium. La présence de bore rend l'anneau très photosensible, ce qui permet de s'affranchir de l'hydrogénation. Le cœur de la fibre constitue le milieu amplificateur (qui comme nous l'avons montré n'est pas perturbé par l'insolation ultraviolette), la structure périodique du laser DFB est réalisée grâce à l'évolution de l'indice de réfraction du cœur de l'anneau B/Ge/Si provoquée par l'insolation. Dans ces conditions, aucun traitement de la fibre n'est nécessaire pour obtenir des variations d'indice de réfraction importantes sur la longueur du laser.

4. Conclusion

Nous avons étudié la photosensibilité de fibres aluminosilicates dopées par des ions de terre rare lorsqu'elles sont insolées par un rayonnement de longueur d'onde égale à 193 nm. L'évolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction du cœur de ces fibres est une fonction monotone de la durée d'exposition au rayonnement ultraviolet. En d'autres termes, une photosensibilité de type I a été observé dans ces fibres. Ceci est la première similitude entre les variations d'indice de réfraction photoinduites dans ces fibres à l'aide d'un laser à ArF et celles induites par une insolation réalisée à l'aide d'un laser à impulsion émettant un rayonnement de longueur d'onde 244 nm. L'évolution de Δn_{mod} en fonction du nombre d'impulsions peut être représentée par des lois en puissance. Nous avons discuté de la forme de ces lois, qui sont couramment utilisées pour représenter les variations d'indice de réfraction au cours des insolations, au paragraphe 2.1.3 du chapitre II.

Nos résultats montrent qu'il n'est pas nécessaire de codoper le cœur d'une fibre aluminosilicate par des ions de terre rare pour obtenir des amplitudes de modulation d'indice de réfraction de l'ordre de quelques 10^{-5}. La photosensibilité de la fibre aluminosilicates augmente dans différentes proportions selon la nature du codopant introduit dans le cœur. La facilité avec laquelle une variation d'indice de réfraction fixée est obtenue augmente lorsque l'on passe de l'absence de codopant à l'association ytterbium et erbium, à l'erbium seul, puis au cérium. Les variations d'indice de réfraction induites dans les fibres aluminosilicates non dopées, dopées par de l'erbium et dopées par du cérium sont notablement plus élevées lorsque l'insolation est réalisée à l'aide d'un laser à ArF que lorsque la longueur d'onde rayonnement est proche de 240 nm. Il reste cependant nécessaire de traiter les fibres par de l'hydrogène pour obtenir des variations d'indice de réfraction élevées ($> 5x10^{-4}$) dans des conditions raisonnables d'insolations (typiquement 10 000 impulsions, 300 mJ/cm^2).

Un traitement par de l'hydrogène sous forte pression, préalable à l'insolation et réalisé à température ambiante, des fibres aluminosilicates permet d'améliorer leur photosensibilité. Lors de nos expériences, nous avons constaté que l'on pouvait classer les fibres aluminosilicates hydrogénées selon un ordre de photosensibilité croissante différent de celui du cas des fibres non hydrogénées : fibre dopée par de l'erbium, fibre non dopée, fibre codopée par de l'ytterbium et de l'erbium et fibre dopée par du cérium. Par conséquent, le gain de photosensibilité apporté par le traitement par de l'hydrogène dépend de la nature de la fibre. La situation des fibres hydrogénées est d'autant plus complexe que l'on peut remarquer que l'utilisation d'un laser à ArF plutôt qu'une source émettant un

rayonnement de longueur d'onde ≈ 240 nm n'est pas profitable dans tous les cas. La photosensibilité des fibres aluminosilicates non dopées ou des fibres aluminosilicates codopées par de l'ytterbium et de l'erbium est améliorée par le choix d'un rayonnement de longueur d'onde égale à 193 nm. La photosensibilité des fibres aluminosilicates dopées par des ions cérium est similaire aux deux longueurs d'onde (λ_p = 193 nm ou 244 nm).

La stabilité thermique des réseaux de Bragg inscrits dans une fibre aluminosilicate dont le cœur a été dopé par du cérium est une fonction croissante de la fluence cumulée avec laquelle le réseau a été inscrit (fibres non hydrogénées et hydrogénées). Nous avons noté une différence très nette de stabilité thermique entre les réseaux inscrits dans ce type de fibres selon qu'elles ont ou qu'elles n'ont pas été traitées par de l'hydrogène sous forte pression. Pour des fluences cumulées correspondant à des variations d'indice de réfraction similaires, la stabilité thermique des réseaux inscrits dans des fibres traitées par de l'hydrogène est significativement plus faible que celle de réseaux réalisés dans des fibres non traitées. Un résultat similaire avait été présenté par T. Taunay[35] dans le cas de l'utilisation de sources lasers émettant un rayonnement de longueur d'onde proche de 240 nm. Nous avons de plus remarqué que la stabilité thermique des réseaux de Bragg inscrits dans des fibres aluminosilicates dépend faiblement de la longueur d'onde du rayonnement utilisé pour réaliser l'insolation ($\lambda_p \approx$ 244 nm ou 193 nm) et de la nature de la terre rare incluse dans la fibre.

La photosensibilité des fibres aluminosilicates dopées par des ions de terre rare, lors d'une insolation ultraviolette, peut être mise à profit pour réaliser de composants inscrits du type lasers à fibres. Nous avons montré qu'il est cependant nécessaire de traiter les fibres par de l'hydrogène ou du deutérium pour créer des variations d'indice de réfraction importantes dans le cœur de ces fibres. L'étude de l'influence de ce type de traitement sur le signal de fluorescence émis par des ions Er^{3+} inclus dans le cœur d'une fibre aluminosilicate a permis de mettre en évidence deux points importants : le traitement des fibres par de l'hydrogène (ou du deutérium) est faiblement pénalisant lorsque les fibres ne sont pas insolées. La présence de ce gaz dans la fibre provoque une diminution de la durée de vie de la luminescence à 1,5 μm. Le caractère transitoire de cet effet est lié à l'aspect provisoire de la présence du gaz dans la fibre (le gaz dissous diffuse progressivement hors la fibre). Le second point souligné est le lien entre la création de liaisons OH lors des insolations de fibres hydrogénées (ou OD pour les fibres contenant du deutérium) et la diminution de la durée de vie de la luminescence à 1,5 μm de l'erbium. La permanence d'espèces chimique[64,112] de ce type conduit à une dégradation permanente des caractéristiques du milieu amplificateur. Nous avons pu ainsi expliquer

les difficultés rencontrées au laboratoire pour réaliser des lasers de type DFB dans des fibres aluminosilicates dopées par des ions de terre rare lorsque ces fibres avaient été préalablement hydrogénées.

CHAPITRE IV: LA PHOTOSENSIBILITÉ DES FIBRES OPTIQUES OXYNITURES SPCVD

1. Introduction **266**

2. Photosensibilité des fibres oxynitures **269**

2.1. Les matériaux 269

2.2. Effet d'une insolation par une radiation de longueur d'onde égale à 193 nm ou à 244 nm 270

2.3. Conclusion de l'étude 281

3. Comparaison de l'efficacité du couplage introduit par des réseaux, inscrits dans une fibre germanosilicate ou dans une fibre dopée par de l'azote, entre des modes guidés et des modes radiatifs. **282**

3.1. Introduction 282

3.2. Méthodologie et résultats expérimentaux 284

3.3. Discussion 287

4. Action de différents paramètres physiques sur la stabilité de réseaux inscrits dans des fibres oxynitrures **289**

4.1. Stabilité thermique du pic de réflectivité des réseaux de Bragg inscrits dans des fibres optiques dopées par de l'azote 289

4.2. Réseaux soumis à une irradiation gamma 293

5. Conclusion **296**

Chapitre IV: La photosensibilité des fibres optiques oxynitures SPCVD

1. Introduction

A l'époque ou nous avons commencé nos travaux sur la photosensibilité des verres en silice insolés par une radiation de longueur d'onde 193 nm, nous avions choisi d'étudier surtout des verres ou des fibres optiques fabriquées par le procédé MCVD[80]. La méthode MCVD est en effet la plus couramment employée pour réaliser des fibres optiques dopées par du germanium, de l'aluminium, du bore ou du phosphore. Il existe bien sûr d'autres procédés de fabrication des fibres optiques. Ainsi par exemple, la méthode PECVD[40,100] (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) permet d'utiliser de l'azote au lieu du germanium pour élever l'indice du cœur de la fibre. Le verre de silice constituant le cœur de la fibre est synthétisé à partir d'une réaction chimique induite dans un plasma de silane (SiH_4), d'ammoniac (NH_3) et d'oxyde d'azote (N_2O). Il est ainsi possible d'obtenir de larges variations d'indice de réfraction (de 1,46 pour SiO_2 à 2,1 pour Si_3N_4) aisément contrôlables en modifiant le rapport des concentrations d'oxyde d'azote et d'ammoniac dans le mélange gazeux. Malgré cet avantage, la méthode PECVD[100] n'est pas utilisée pour fabriquer des fibres optiques à usage de télécommunication en raison des pertes importantes[i] vers 1,5 μm inhérentes au procédé (création d'espèces chimiques SiOH, NH et SiH caractérisées par des bandes d'absorption situées vers 1,39 μm pour SiOH et vers 1,52 μm pour NH et SiH[100]).

En 1995, K.M. Golant au Fibre Optics Research *Centre du General Physics Institute of the Russian Academy of Sciences* de Moscou (GPI) a montré qu'il est possible de fabriquer des fibres optiques à faibles pertes, sans formation d'hydrure, en utilisant une variante de la méthode PECVD : le procédé SPCVD[40] (Surface Plasma Chemical Vapor Deposition). Le mélange gazeux employé pour synthétiser le verre est constitué de tétrachlorure de silicium ($SiCl_4$), d'oxygène (O_2) et d'azote (N_2). La pression totale du mélange est quelques torrs. L'utilisation d'un plasma conduit à la dissociation des molécules d'azote et leur incorporation

[i] Des pertes de l'ordre de 1000 dB/km ont été mesurées dans des guides en silice dopée par de l'azote[40].

dans la matrice vitreuse à une température de l'ordre de 1 200°C. Les étapes suivantes de fabrication des préformes sont les suivantes : une couche de silice pure est d'abord déposée à l'intérieur d'un tube en silice, maintenu à 1 240°C, puis suivent les dépôts des différentes couches de silice dopée par de l'oxyde d'azote. La préforme ainsi réalisée subit ensuite un rétreint à l'aide d'une torche externe, en atmosphère d'oxygène pur. K.M. Golant *et al.* ont ainsi été en mesure de réaliser des fibres optiques conçues avec une gaine optique en silice pure et un cœur dopé par de l'oxyde d'azote. Les pertes de ces fibres optiques dans le domaine [1 μm – 1,6 μm] sont égales à environ 1 dB/km à 1,6 μm, 0,3 dB/km à 1,55 μm et 0,5 dB/km à 1,3 μm. Outre ce faible niveau de pertes, ces fibres présentent une autre particularité. Les niveaux d'excès de pertes créées dans ces fibres par irradiation gamma s'avèrent comparable à ceux induits dans les fibres en silice pure et notablement inférieurs aux niveaux mesurés dans les fibres germanosilicates[41] (l'ordre de grandeur des pertes induites aux environs de 1,3 μm par une dose égale 10 kGy est 1,5 dB/km, 3 dB/km et 70 dB/km respectivement pour une fibre en silice pure, une fibre dopée par de l'azote et une fibre germanosilicate). Les fibres à cœur dopé par de l'azote constituent donc d'excellents supports de transmission optique en environnement hostile. E.M. Dianov *et al.*[117] publient en cours du mois de mars 1996 un article consacré à la présentation des spectres d'absorption ultraviolette de fibres optiques dopées par de l'azote, fabriquées par la méthode SPCVD. Ces spectres d'absorption ont été enregistrés dans la zone spectrale [4,3 eV – 6,3 eV]. Ils ont été décomposés en somme de quatre bandes gaussiennes comportant une bande de faible intensité (0,4 cm^{-1}) centrée à 4,54 eV, une bande dont l'amplitude est de l'ordre de 4 cm^{-1} centrée à une énergie de 5 eV, une bande d'amplitude environ 14 cm^{-1} dont le pic se situe à 5,77 eV et une bande plus intense (> 25 cm^{-1}) dont le pic se situe à une énergie supérieure à 6,3 eV. La bande située vers 5 eV (248 nm) a été attribuée à une transition d'un défaut correspondant à une lacune d'oxygène[117] (SiODC) analogue à la bande du défaut GODC[85] observée vers 242 nm dans les verres germanosilicates. La bande dont le pic se situe vers 5,77 eV a été attribuée à un défaut diamagnétique non identifié. Les attributions des autres bandes restent incertaines. En procédant par analogie avec les caractéristiques de la photosensibilité des verres germanosilicates, le groupe de E.M. Dianov a alors procédé à des essais d'inscription de réseaux de Bragg en insolant la fibre dopée par de l'azote par une radiation en résonance avec la bande SiODC (λ_p = 248 nm). Ces essais se sont soldés par un échec.

Nous avons montré dans les chapitre II que la photosensibilité des verres germanosilicates n'est pas nécessairement induite par le pompage de la bande de défauts

GODC[26,85] située vers 5 eV. Des variations d'indice de réfraction peuvent être créées en insolant le verre par une radiation de longueur d'onde égale à 193 nm, c'est à dire en pompant l'aile d'une bande d'absorption dont le pic se situe dans l'ultraviolet à une énergie égale à environ 6,8 eV[84]. La présence dans le spectre[117] de la préforme SPCVD d'une bande d'absorption située vers les courtes longueurs d'onde nous a donc incité à utiliser un laser à ArF pour chercher à mettre en évidence la photosensibilité de ce type de fibre. Au cours de l'année 1996, nous avons donc développé une collaboration avec le « Fibre Optics Research Centre » au GPI à Moscou (groupe de E.M. Dianov). L'objectif de cette collaboration[ii] consistait à montrer la faisabilité d'inscriptions de réseaux de Bragg dans ce type de fibre de façon à développer des capteurs à réseaux de Bragg susceptibles d'être utilisés en environnement hostile. P. Niay *et al.*[42] ont étudié l'influence d'une irradiation gamma sur les caractéristiques spectrales de réseaux de Bragg inscrits dans diverses fibres optiques en silice[iii]. Les doses et vitesses de dose utilisées dans ces expériences étaient comprises respectivement dans les intervalles [100 Gy – 1,2x10^4 Gy] et [10 Gy/h – 130 Gy/h]. Ces expériences ont permis d'établir que l'irradiation gamma ne modifie pas de façon sensible les caractéristiques spectrales des réseaux mais fait chuter fortement la transmission des fibres étudiées. En effet, aucun changement significatif de longueur d'onde de Bragg des réseaux (précision de mesure = ± 0,01 nm) ou de réflectivité des réseaux (précision de mesure = ± 3 %) n'a été mis en évidence au cours de ces expériences, alors que l'atténuation induite dans les fibres germanosilicates peut atteindre 600 dB/km dans l'infrarouge vers 1,3 μm. Les fibres optiques du type de celles que nous étudions (cœur en silice dopée par de l'azote et gaine en silice pure) offrent une excellente solution[iv] pour s'affranchir partiellement des problèmes pratiques que soulève le photochromisme créé dans les fibres germanosilicates par l'irradiation gamma.

[ii] Cette collaboration se trouve maintenant officialisée par l'intermédiaire d'un contrat INTAS, regroupant le GPI de Moscou, l'institut Lebedev à Moscou, le laboratoire SCK/CEN Nuclear Research Center en Belgique et notre laboratoire.

[iii] Il s'agit de réseaux inscrits dans des fibres germanosilicates et aluminosilicates chargées ou non par de l'hydrogène. La longueur d'onde des sources lasers (laser continu ou à impulsion) utilisées pour procéder aux insolations se situait vers 244 nm).

[iv] Le photochromisme créé par une irradiation gamma dans les fibres dont le cœur est constitué par de la silice pure et la gaine par de la silice dopée avec du fluor s'avère plus faible que dans les fibres à cœur dopé par de l'oxyde d'azote[40]. Nous n'avons pas étudié ce type de fibres en raison de leur faible photosensibilité[118] et de leur sensibilité aux pertes par courbure (faible ON).

Nous nous sommes donc proposé d'examiner dans quelle mesure une irradiation gamma modifie les caractéristiques spectrales de réseaux de Bragg inscrits dans les fibres dopées par de l'azote. Il s'agissait de déterminer si ces dernières présentent la même insensibilité à l'irradiation gamma que les réseaux inscrits dans les fibres germanosilicates.

Nous présentons dans ce chapitre les études que nous avons réalisées pour estimer l'ordre de grandeur des changements d'indice de réfraction induits dans fibres dopées par de l'azote (fibres SPCVD) lorsqu'elles sont exposées à un rayonnement de longueur d'onde égale à 193 nm ou 248 nm. L'effets sur la photosensibilité des fibres d'un traitement par de l'hydrogène est étudié pour chaque source laser utilisée pour réaliser les insolations. Les pertes induites dans les fibres par l'inscription d'un réseau (pertes par diffusion cohérente, atténuation) sont estimées. Les propriétés des réseaux de Bragg sous l'action de divers paramètres physiques sont analysées : permanence des réseaux lors d'une élévation de température de la fibre, influence d'une irradiation gamma sur les caractéristiques spectrales des réseaux. Nous discutons ensuite de l'intérêt que représente l'utilisation des réseaux inscrits dans ces fibres pour réaliser des capteurs.

2. Photosensibilité des fibres oxynitures

2.1. Les matériaux

Les principales caractéristiques des fibres dopées par de l'azote (paramètres opto-géométriques et nature des dopants présents dans le cœur et dans la gaine) sont rassemblées dans le tableau 1. Les trois fibres SPN 95 05 04, SPN 94 09 06 et SPN 97 04 09 ont été réalisées par K.M. Golant au GPI selon la méthode SPCVD. Le cœur des fibres est dopé par de l'azote. Les concentrations d'azote dans le cœur des trois fibres sont différentes[v]. Les diamètres des cœurs des fibres sont comparables au diamètre typique de cœur ($\phi \approx 2$ - 3 µm) des fibres germanosilicates dans lesquelles il a été mis en évidence une photosensibilité de type IIA[21,74].

Les spectres d'absorption de lames de préforme correspondant à des fibres de ce type

[v] Nous ne disposons pas de mesure quantitative de ce paramètre.

ont été enregistrés dans la région spectrale [200 nm – 275 nm] et sont présentés dans la référence 117. Les spectre de transmission des fibres dans la gamme spectrale [400 nm - 1800 nm] est présenté dans la référence 41.

Référence fibre	**SPN 95 05 04**	**SPN 94 09 06**	**SPN 97 04 09**
Origine	FORC-GPI	FORC-GPI	FORC-GPI
Paramètres opto-géométriques	$\varnothing_{cœur}$=3,5 µm n_c-n_g=1,5x10^{-2} λ_c= 0,940 µm	$\varnothing_{cœur}$=1,96 µm n_c-n_g=4,2x10^{-2} λ_c= 0,9 µm	$\varnothing_{cœur}$=2,3 µm n_c-n_g=3,5x10^{-2} λ_c= 0,96 µm
Dopants du cœur	N_2, SiO_2	N_2, SiO_2	N_2, SiO_2
Dopant gaine	SiO_2	SiO_2	SiO_2
Taux N_2/O_2 dans le mélange gazeux utilisé pour la fabrication des fibres	≈2,5	> 5	> 5

Tableau 1 : Caractéristiques opto-géométriques des fibres dopées par de l'oxyde d'azote utilisées dans notre étude

2.2. Effet d'une insolation par une radiation de longueur d'onde égale à 193 nm ou à 244 nm

Les changements d'indice de réfraction induits dans les fibres SPN 95 05 04 et SPN 94 09 96 ont été déterminés en mesurant la réflectivité de réseaux de Bragg inscrits dans différentes conditions expérimentales. Les fibres ont été insolées soit à l'aide de la source laser composée d'un laser impulsionnel à excimère LPX 100 associé au laser à colorant doublé (LPD 3000) (λ_p = 244 nm) soit à l'aide d'un laser à excimère ArF (λ_p = 193 nm). Le dispositif choisi pour obtenir le champ de franges et inscrire les réseaux de Bragg était respectivement constitué par le miroir de Lloyd ou le masque de phase suivant que la longueur d'onde de pompe était égale à 244 nm ou 193 nm. Les montages optiques correspondant sont décrits dans les paragraphes 2.3.1.ii et 2.3.1.iii du chapitre I. Dans ce cas, la longueur d'onde de résonance des réseaux de Bragg a été fixée aux environs de 1510 nm.

Le système d'analyse spectrale décrit au chapitre I, paragraphe 2.3.2 (figure 14a) a permis de mesurer l'évolution des caractéristiques spectrales des réseaux de Bragg au cours des insolations ultraviolettes. L'évolution temporelle de la modulation d'indice de réfraction des fibres est déduite de ces mesures au moyen de la relation (**11**) décrite au chapitre I.

2.2.1. Utilisation de la source laser à excimère XeCl associée à un laser à colorant doublé (λ_p = 244 nm)

2.2.1.1. Fibre SPN 95 05 04 non hydrogénée

Des essais d'inscription de réseaux dans la fibres SPN 95 04 05 ont été effectués dans les conditions d'inscription suivantes : longueur des réseaux égale à 5 mm, fluence moyenne par tir égale à 300 mJ/cm^2. Après insolation de la fibre par 50 000 impulsions lumineuses (fluence cumulée : 15 kJ/cm^2) la réflectivité du réseau est restée inférieure à 2 %, ce qui correspond à une amplitude maximale de modulation d'indice de réfraction égale à $2x10^{-5}$. Compte tenu de la faiblesse de la réflectivité du réseau, nous n'avons pas étudié l'évolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction en fonction du nombre d'impulsions lumineuses incidentes sur la fibre.

2.2.1.2. Fibre SPN 95 05 04 chargée en hydrogène (100 bar)

Des essais d'inscription de réseaux ont également été effectués dans la fibre SPN 95 04 05 chargée en hydrogène (fibre maintenue à une pression de 100 bar pendant 15 jours, puis insolée à sa sortie de l'enceinte). L'hydrogénation de la fibre a conduit à une légère augmentation de sa photosensibilité sous l'action d'une radiation de longueur d'onde 244 nm. Ainsi par exemple, l'insolation d'une longueur de fibre égale à 5 mm par 120 000 impulsions lumineuses avec une fluence moyenne par impulsion égale à 130 mJ/cm^2 (fluence cumulée : 15,6 kJ/cm^2) s'est traduite par l'inscription d'un réseau de réflectivité égale à 5%. L'amplitude de modulation d'indice de réfraction ($\Delta n_{mod} = 4,1x10^{-5}$) est environ 1,6 fois supérieure à celle mesurée dans les fibres non traitées par de l'hydrogène après insolation par une fluence cumulée équivalente.

2.2.1.3. Conclusion

Nos expériences ont confirmé les résultats obtenus au GPI de Moscou relatifs à la faible photosensibilité des fibres dopées par de l'azote lorsque les insolations sont effectuées

par une radiation en résonance avec la bande d'absorption attribuée au défaut SiODC. L'hydrogénation des fibres augmente légèrement leur photosensibilité sans toutefois conduire à des gains comparables à ceux créés dans les fibres germanosilicates.

2.2.2. Utilisation de la source laser à excimère ArF (λ_p = 193 nm)

2.2.2.1. Fibre SPN 95 05 04 non hydrogénée

Le spectre de transmission d'une fibre SPN 95 05 04 dans laquelle un réseau de Bragg long de 3 mm a été inscrit est représenté sur la figure 1. Lors de cette inscription, la fluence par tir a été fixée à 200 mJ/cm^2, le nombre d'impulsions issues du laser à ArF a été fixé à 93 000. Le spectre enregistré dans l'ordre 1 se révèle symétrique par rapport à la longueur d'onde de Bragg et laisse apparaître la présence de pieds. L'amplitude de modulation d'indice de réfraction correspondant à ce réseau est égale à 4,1x10^{-4}. La cinétique de croissance des spectres d'ordre 1 d'un réseau a été enregistrée en fonction du nombre d'impulsions lumineuses incidentes sur la fibre. Les variations de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction et de l'indice moyen du cœur de la fibre obtenues à partir de ces spectres sont représentées sur la figure 2 en fonction du nombre de tirs (fluence moyenne par tir fixée à 450 mJ/cm^2). Comme c'est le cas pour les réseaux de type IIA inscrits dans les fibres germanosilicates, il apparaît que la cinétique de croissance de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction n'est pas monotone en fonction de la durée d'insolation. Après une croissance rapide de la réflectivité du réseau au début de l'insolation, cette dernière décroît puis augmente à nouveau à mesure que l'insolation se prolonge. L'allure de l'évolution de la longueur d'onde de Bragg du réseau en fonction de la durée d'insolation permet de poursuivre l'analogie avec les réseaux

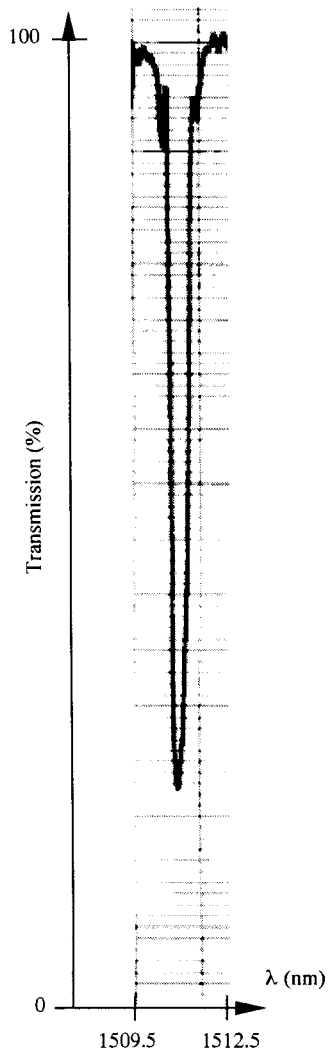


Figure 1 : Spectre de transmission d'un réseau inscrits dans la fibre SPN 95 05 04 à l'aide du laser à ArF.

de type IIA inscrits dans les fibres germanosilicates. En effet, la longueur d'onde de Bragg du réseau augmente rapidement au début de l'insolation (translation de la longueur d'onde de Bragg vers le rouge) cette croissance s'infléchissant ensuite lors de la décroissance de la réflectivité du réseau, pour devenir à peu près nulle lors de la deuxième croissance du spectre des réseaux.

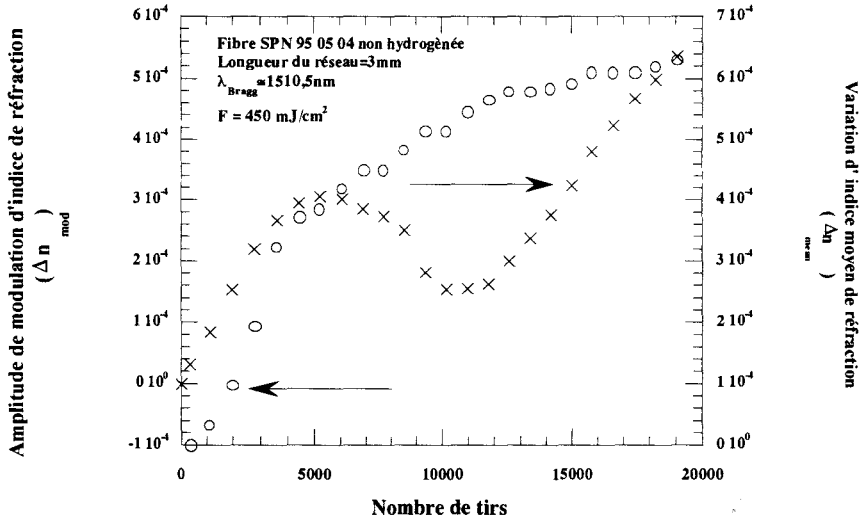


Figure 2 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction et de l'indice moyen au cours de l'inscription d'un réseau de Bragg dans la fibre SPN 95 05 04 non hydrogénée.

La reproductibilité des cinétiques des spectres de croissance des réseaux dans l'ordre 1 a alors été estimée de la façon suivante : des réseaux ont été successivement inscrits dans une région fixée de la fibre sans changer les conditions expérimentales et ceci jusqu'à épuisement du mélange gazeux utilisé pour obtenir l'espèce ArF dans un état électronique excité. Les évolutions des amplitudes de modulation d'indice de réfraction correspondant à trois inscriptions successives sont représentées sur la figure 3 en fonction du nombre d'impulsions lumineuses incidentes sur la fibre (symboles pleins). Il apparaît que, dans les conditions de l'inscription (fluence moyenne par tir 260 mJ/cm^2), la reproductibilité des cinétiques de croissances est assez bonne. Ainsi, par exemple, le minimum de réflectivité est observé en moyenne après 45 200 tirs avec un écart pouvant atteindre ± 10 000 tirs d'une inscription à la suivante. Dans certaines portions de fibre, la cinétique de croissance des Δn_{mod} s'est révélée différente de celles observées usuellement et ceci sans qu'apparemment les conditions d'inscription aient été changées. Cette observation est illustrée sur la figure 3 par la courbe représentée en symboles creux. Cette divergence entre les résultats est attribuée à une inhomogénéité longitudinale des propriétés de la fibre.

La figure 4 illustre l'effet conjugué du manque d'homogénéité longitudinale des propriétés de photosensibilité de la fibre et d'éclairement du faisceau UV. Cette figure

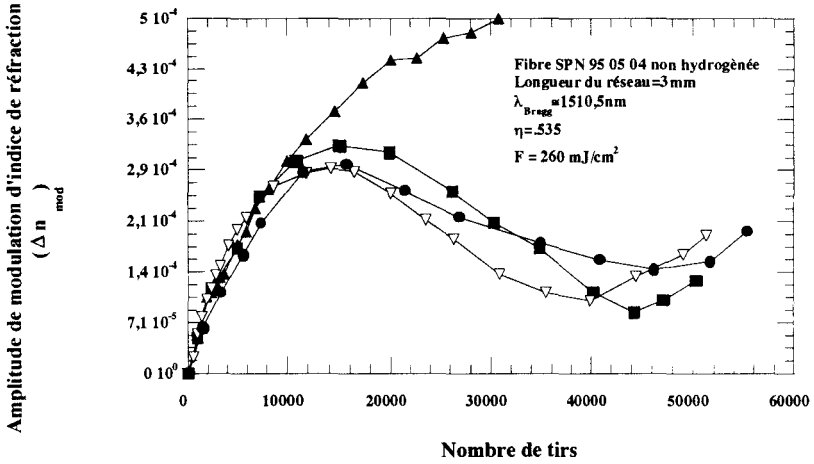


Figure 3 : Reproductibilité des cinétiques de croissance des réseaux de Bragg dans la fibres SPN 95 05 04 non chargée en hydrogène

représente la variation le long de l'axe de la fibre de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction d'un réseau de Bragg de longueur 3 mm de réflectivité R = 59 % inscrit dans la fibre SPN 97 04 09 (λ_p = 193 nm, F = 300 mJ/cm^2, N = 13 840 impulsions ; enregistrement effectué à l'aide du montage présenté dans le paragraphe 2.4.4.ii du chapitre I). Il apparaît que l'amplitude de modulation d'indice de réfraction n'est pas uniforme le long du réseau. La figure 4 peut être comparée à la figure 20 du chapitre I sur laquelle est représentée l'amplitude de modulation d'indice de réfraction le long du vecteur d'onde d'un réseau inscrit dans une fibre germanosilicate. Devant cette situation, nous avons procédé de la façon suivante : pour une valeur fixée du paramètre de l'étude, nous effectuons plusieurs inscriptions successives de réseaux dans une portion de fibre pour laquelle la reproductibilité des cinétiques s'avère bonne, puis nous retenons la cinétique de croissance qui s'apparente le plus à la moyenne des cinétiques enregistrées.

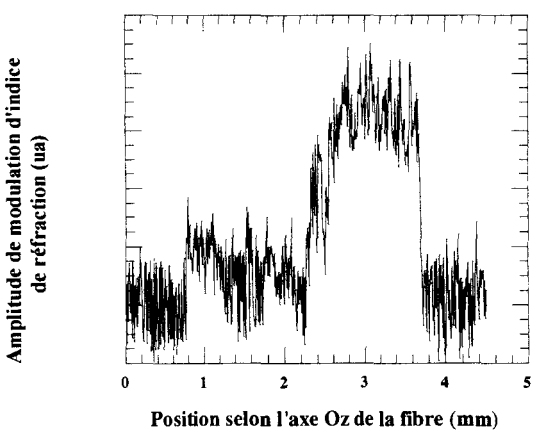


Figure 4 : Mesure de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction le long de l'axe *Oz* d'un réseau de Bragg inscrit dans la fibre SPN 97 04 09, sur une portion non homogène de la fibre.

Des cinétiques de croissances de réseaux inscrits dans les fibres SPN 95 05 04 et SPN 94 09 06 sont représentées respectivement sur les figures 5 et 6, la fluence moyenne par

impulsion constitue le paramètre du réseau d'abaques. L'allure générale des cinétiques de croissances des réseaux dans la fibre SPN 94 09 06 (fibre dopée par une concentration en azote supérieure au celle de la fibre SPN 95 05 04) est similaire à celle relevée dans la fibre la moins dopée. La cinétique de croissance de type IIA apparaît d'autant plus rapidement que la fluence moyenne par impulsion est élevée. Une observation analogue avait déjà été effectuée lors des croissances de réseaux de type IIA dans les fibres germanosilicates.

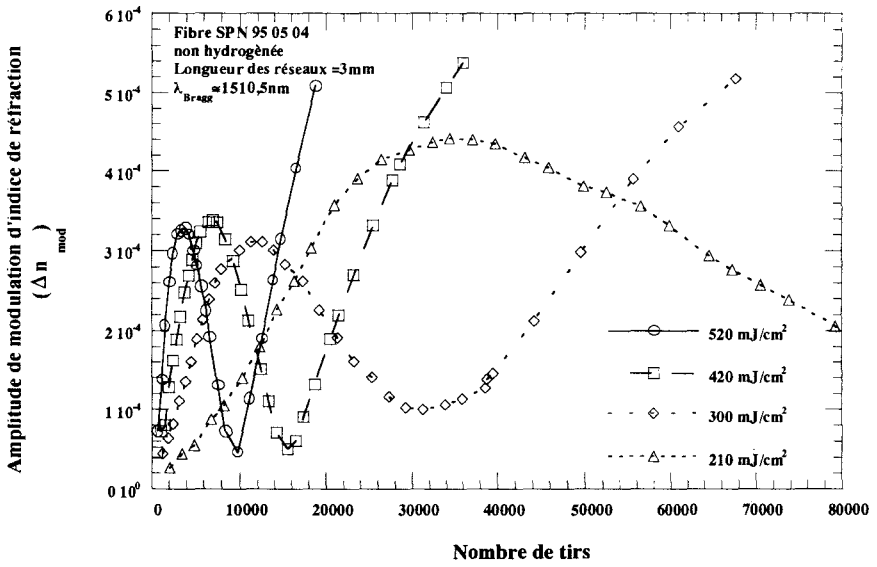


Figure 5 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre SPN 95 05 04 non hydrogénée.

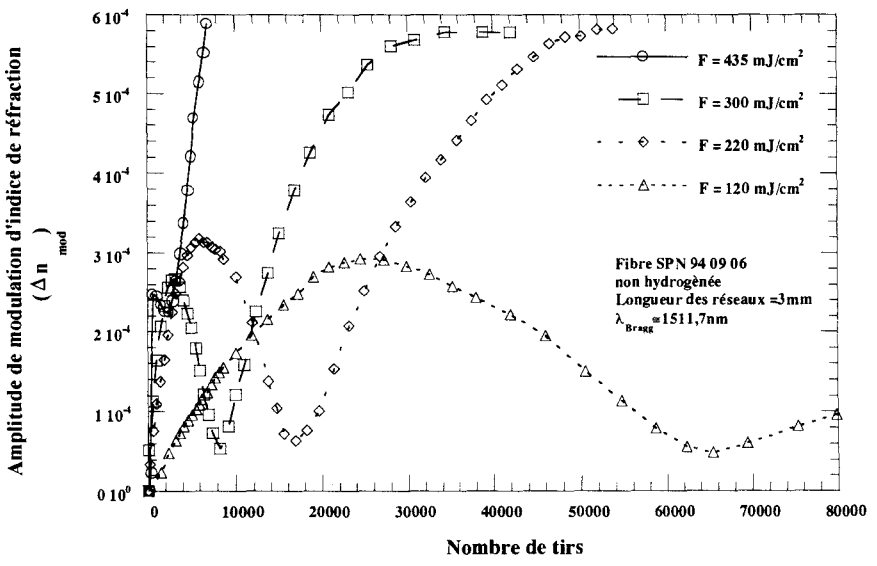


Figure 6 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre SPN 94 09 06 non hydrogénée.

Les pentes à l'origine correspondant à la première croissance du réseau ont été calculées en prenant l'inverse du nombre d'impulsions nécessaire pour induire une amplitude

de modulation d'indice de réfraction égale à $1x10^{-4}$ (unité des pentes : par impulsion). Les pentes à l'origine des graphes tracés sur les figures 5 et 6 sont représentées en fonction de la fluence F par impulsion respectivement sur les figures 7 et 8. Les évolutions des pentes en fonction de F peuvent être ajustées sur une loi quadratique en F [relation **(1)**] par une méthode de moindres carrés.

$$p = m_1 \cdot F^2 \qquad \textbf{(1)}$$

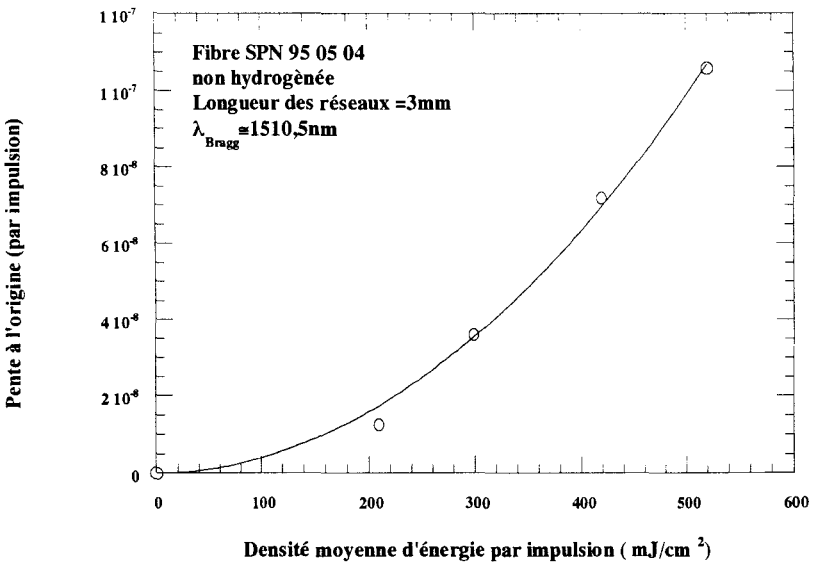


Figure 7 : Evolution de la pente à l'origine des courbes tracées sur la figure 5 (croissance de réseaux de Bragg dans la fibre SPN 95 05 04) en fonction de la densité moyenne d'énergie par impulsion.

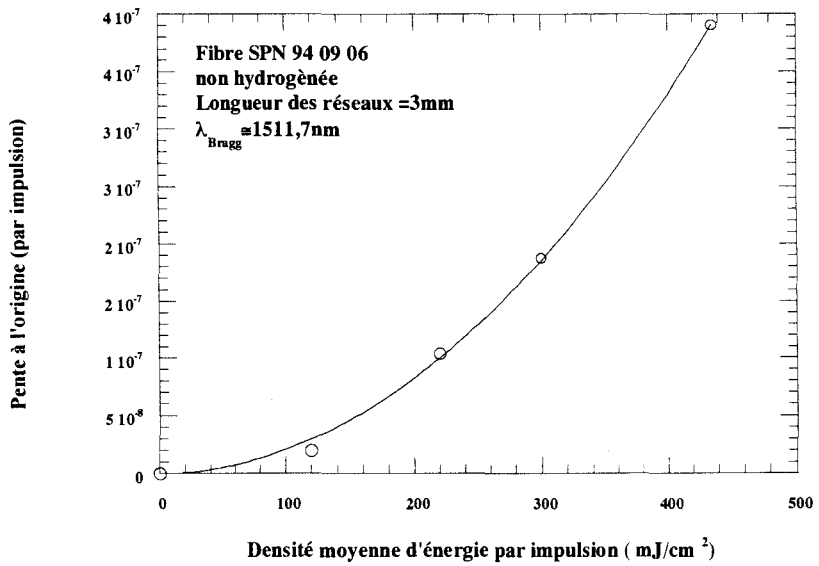


Figure 8 : Evolution de la pente à l'origine des courbes tracées sur la figure 6 (croissance de réseaux de Bragg dans la fibre SPN 94 09 06) en fonction de la densité moyenne d'énergie par impulsion.

Les courbes correspondant à ces ajustements sont représentées en traits pleins sur les figures 7 et 8. Le paramètre de l'ajustement m_1 déterminé par l'ajustement des données obtenues dans la fibre SPN 94 09 06 est environ cinq fois plus grand que le paramètre correspondant de la fibre dopée par la concentration d'azote la plus faible (SPN 95 05 04).

L'évolution temporelle de la modulation d'indice de réfraction correspondant à l'inscription de réseaux de type IIA dans les fibres germanosilicates a été modélisée à l'aide de deux réactions photochimiques parallèles (relations (**2**) et (**3**) présentées dans le chapitre II). La première réaction, rapide, caractérisée par une constante de vitesse k_1 conduit à une variation d'indice de réfraction positive. La deuxième réaction, plus lente que la première produit une variation négative d'indice de réfraction, sa constante de réaction est k_2 telle que $k_2 << k_1$. Il est possible d'admettre que les cinétiques de croissance de réseaux inscrits dans les fibres dopées par de l'azote obéissent à un schéma de ce type. Sous réserve de validité de cette hypothèse, la dépendance quadratique de p en fonction de F (figures 7 et 8) peut s'interpréter en supposant que k_1 est proportionnelle à F^2, c'est à dire que le mécanisme physico-chimique représenté par la première réaction résulte d'un processus d'absorption à deux photons.

2.2.2.2. Fibre SPN 95 05 04 chargée en hydrogène (100 bar)

Des fibres SPN 95 05 04 ont été placées pendant 2 mois dans une enceinte contenant de l'hydrogène sous une pression de 100 bar. Elles ont ensuite été insolées à l'aide du montage optique utilisant le masque de phase et le laser à ArF (λ_p = 193 nm). La densité d'énergie par impulsion a été fixée à 200 mJ/cm^2. La longueur des réseaux a été choisie égale soit à 3 mm soit à 8 mm.

Les essais d'inscription de réseaux de longueur 8 mm effectués quelques heures après la sortie des fibres de la cuve contenant l'hydrogène se sont tous soldés par des échecs ($1x10^5$ tirs effectués avec une fluence par tir égale à 400 mJ/cm^2). Ce résultat implique que les variations photoinduites de modulation d'indice de réfraction sont restées inférieures à $1x10^{-5}$.

Une étude préliminaire de l'effet de la durée de désorption de l'hydrogène a alors été entreprise selon le protocole suivant. La fibre SPN 95 05 04, préalablement hydrogénée dans

les conditions décrites précédemment, a été insolée à des intervalles de temps réguliers après sa sortie de la cuve à hydrogénation et ceci pendant une durée de 90 jours. Les inscriptions ont été réalisées dans des conditions expérimentales fixées (L = 3 mm, F = 200 mJ/cm^2). Entre deux insolation, la fibre a été stockée dans le laboratoire à température ambiante (T ≈ 22°C). Lorsque l'insolation est réalisée une journée après la sortie de la fibre de

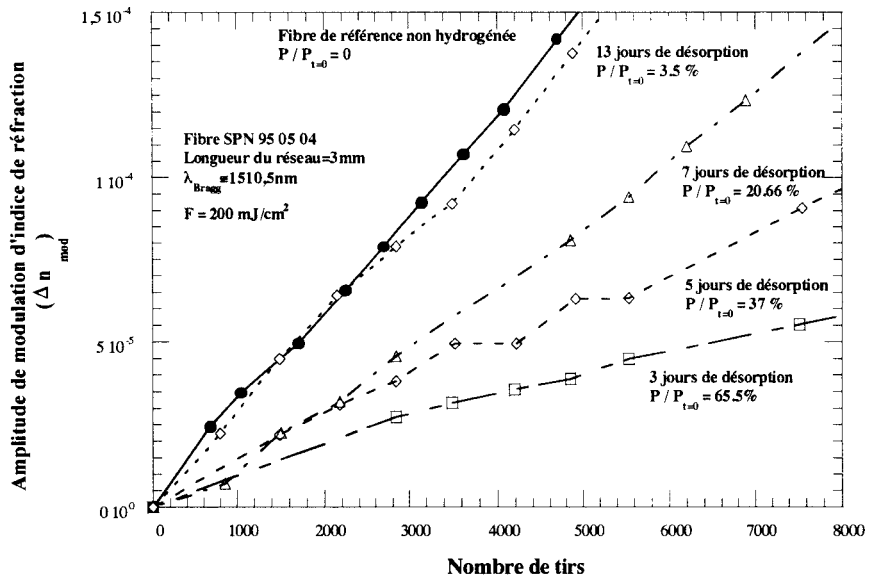


Figure 9 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au début de l'inscription de réseaux de Bragg dans la fibre SPN 95 05 04 pour différentes durée de désorption de l'hydrogène du cœur de la fibre.

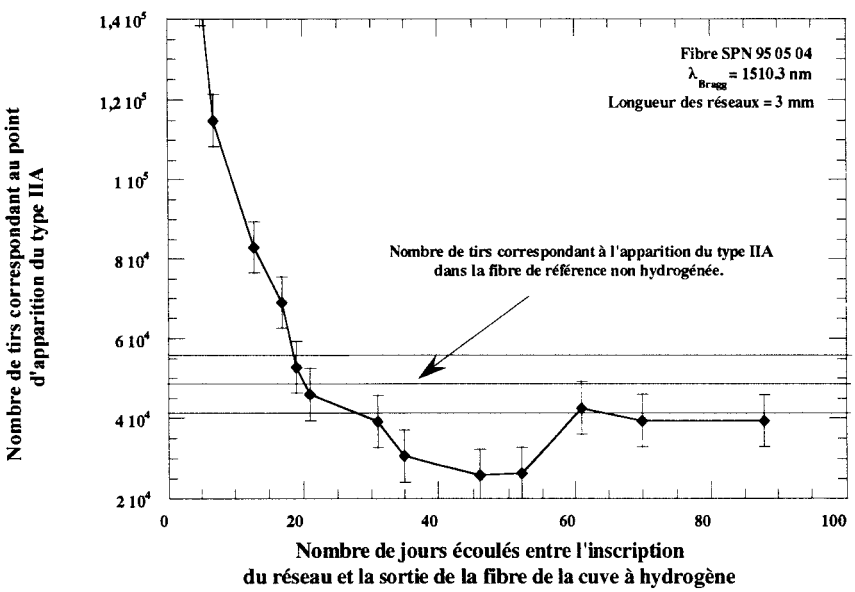


Figure 10 : Evolution du nombre d'impulsions lumineuses nécessaires pour observer deuxième la croissance d'un réseau dans la fibre SPN 95 05 04 en fonction de la durée de désorption de l'hydrogène du cœur de la fibre.

l'enceinte d'hydrogénation, le spectre du réseau s'est avéré suffisamment contrasté pour que l'amplitude de modulation d'indice de réfraction Δn_{mod} puisse être mesurée. Cependant, l'évolution de Δn_{mod} s'est avérée beaucoup plus lente en fonction du nombre d'impulsions lumineuses incidentes sur la fibre que celle relevée dans une fibre non hydrogénée insolée selon les mêmes conditions. La différence entre les cinétiques devenant de plus en plus faible en fonction de la durée de désorption de l'hydrogène du cœur de la fibre.

Cette observation est illustrée à l'aide des figures 9 et 10. L'évolution de Δn_{mod} en fonction du nombre de tirs au début de l'insolation est représentée sur la figure 9, la durée de désorption[vi] constituant le paramètre du réseau d'abaques (courbes en symboles pointillés, symboles creux). La cinétique de croissance d'un réseau inscrit dans une fibre non hydrogénée est représentée en référence sur cette figure (trait plein et symboles pleins). Lorsque l'insolation est prolongée au-delà de 8 000 impulsions, l'évolution de Δn_{mod} correspond à une cinétique de croissance de réseaux de type IIA. Le nombre d'impulsions lumineuses nécessaires pour observer la deuxième croissance du spectre dans l'ordre 1 est portée sur la figure 10 en fonction du nombre de jours écoulés entre la sortie de la fibre de la cuve et l'inscription du réseau. Les barres d'erreur, déterminées grâce à une série de tests de reproductibilité sont égales à l'écart type relatif à la mesure du nombre d'impulsions lumineuses nécessaires pour observer le début de la croissance du spectre de type IIA. Lorsque l'insolation est réalisée entre le jours suivant la sortie de la fibre de la cuve à hydrogène et dix huit jours après la sortie de la cuve, la croissance du spectre de type IIA apparaît plus tardivement que lors des insolations effectuées dans la fibre non hydrogénée. Les deux cinétiques tendent à se rapprocher à mesure que la durée de désorption croît. Entre le 30ème et le 50ème jour, le spectre de type IIA apparaît plus rapidement dans la fibre hydrogénée que dans la fibre non traitée. Après le 50ème jour, la durée nécessaire pour observer l'apparition du spectre de type IIA dans la fibre préalablement hydrogénée devient similaire à celle relevée dans le fibre non hydrogénée.

[vi] Les pressions résiduelles figurant en regard des courbes représentées sur la figure 9 ont été calculées en supposant que le coefficient de diffusion du matériau constituant le verre de la fibre est identique à celui publié par P.J. Lemaire[64] pour la silice pure ($D_{H_2} = 2{,}83x10^{-4} \cdot e^{\left(\frac{-40190}{R \cdot T}\right)}$ cm^2/s, R = 8,314 J.K^{-1}.mol^{-1}, T en K).

Discussion

Nos observations doivent être rapprochées de celles effectuées lors des insolations de fibres germanosilicates hydrogénées fortement dopées à l'oxyde de germanium. Comme il apparaît à l'examen des figures 11, 12 et 13 du chapitre II enregistrées une heure après la sortie des fibres de la cuve contenant l'hydrogène, l'hydrogénation des fibres germanosilicates inhibe fortement la formation des réseaux de type IIA, si bien que la décroissance du réseau de type I observée dans les fibres non hydrogénées n'est plus décelable dans les conditions usuelles d'insolation des fibres hydrogénées.

La croissance du spectre d'ordre 1 correspondant au réseau de type I est par contre fortement accélérée par l'hydrogénation des fibres germanosilicates. Dans le cas des fibres dopées par de l'azote, l'hydrogénation inhibe la croissance des deux types de spectres. Cependant, nos expériences ont montré qu'après une journée de désorption, le spectre d'un réseau peut à nouveau être détecté. Ce résultat semble surprenant puisque le calcul de la pression résiduelle de l'hydrogène contenu dans le cœur de la fibre indique que cette pression n'a que très faiblement baissé par rapport à la pression initiale (98,6 % de la pression initiale, notée $P_{t=0}$). La pression partielle résiduelle peut être aussi calculée en tout point de la section transverse de la fibre. Le calcul montre que la baisse est d'autant plus sensible que l'on se rapproche de l'interface gaine mécanique/air[119]. Après une journée de désorption, la pression résiduelle d'hydrogène est voisine de zéro à cette interface.

H. Poignant a réalisé récemment une étude analogue à celle que nous avons présentée. Dans cette étude, H. Poignant s'est en particulier intéressé à l'influence de la durée de désorption de l'hydrogène sur la cinétique de formation des réseaux de type IIA dans des fibres germanosilicates. A cet effet, H. Poignant a chargé des fibres germanosilicates fortement dopées (30 % mol) par différentes pressions initiales d'hydrogène (5 bar, 20 bar, 150 bar). Il a inscrit des réseaux dans ces fibres au moyen d'un laser ultraviolet fonctionnant en régime continu et a enregistré la cinétique de formation des spectres des réseaux correspondant à différentes durées de désorption. L'allure des graphes qu'H. Poignant a tracés en portant la durée d'insolation nécessaire à l'obtention du spectre de type IIA en fonction de la durée de désorption est similaire à celle du graphe présenté sur la figure 10. Une différence

notable entre les deux études apparaît cependant ; la pente[vii] à l'origine des courbes représentant l'évolution de la modulation d'indice de réfraction en fonction de la durée de l'insolation est d'autant plus grande dans une fibre hydrogénée que la durée de désorption est courte (elle est supérieure à celle relevée lors des inscriptions de réseaux dans des fibres non hydrogénées). Dans le cas de la fibre dopée par de l'azote, cette pente est d'autant plus faible que la durée de désorption est courte. L'interprétation de nos observations nécessite manifestement que des expériences complémentaires soient réalisées. En particulier, il semble utile de mesurer l'évolution de la pression résiduelle d'hydrogène dans le cœur de la fibre, fabriquée par la méthode SPCVD, en fonction de la durée de désorption afin d'être en mesure de contrôler la validité des résultats du calcul effectué en utilisant la valeur numérique du coefficient de diffusion d'un verre de silice pure.

Il apparaît également nécessaire de reprendre nos expériences en faisant varier le paramètre que constitue la pression initiale d'hydrogène occlus dans la fibre. Il sera ainsi possible d'examiner si l'analogie qui a été établie entre les résultats obtenus dans les fibres dopées par de l'azote et celles dopées par du germanium présente ou non un caractère fortuit.

2.3. Conclusion de l'étude

Des amplitudes de modulation d'indice de réfraction de l'ordre de $1x10^{-3}$ peuvent être aisément créées dans des fibres en silice dopées par de l'azote fabriquées par le procédé SPCVD à condition de les insoler avec un laser de longueur d'onde 193 nm et de ne pas hydrogéner les fibres. La cinétique de croissance des réseaux s'apparente à une cinétique de type IIA couramment observée dans les fibres germanosilicates hydrogénées. L'hydrogénation des fibres dopées par de l'azote inhibe la formation des réseaux. L'interprétation de ce résultat nécessite que notre étude préliminaire soit poursuivie.

[vii] Les courbes correspondant aux courbes en pointillés sur la figure 9 sont situés au-dessous de la courbe en traits pleins.

3. Comparaison de l'efficacité du couplage introduit par des réseaux, inscrits dans une fibre germanosilicate ou dans une fibre dopée par de l'azote, entre des modes guidés et des modes radiatifs.

3.1. Introduction

D. Pureur[55] a étudié, au laboratoire, les caractéristiques de la diffraction qui résulte d'un couplage introduit entre le mode fondamental guidé et le continuum des modes radiatifs par des réseaux de type I ou de type IIA. Dans ces expériences, des réseaux de Bragg, de longueur d'onde de Bragg voisine de 1,2 μm, étaient inscrits dans des fibres germanosilicates fortement dopées par de l'oxyde de germanium (typiquement 30 % mol). L'insolation a été effectuée au moyen d'un laser à impulsions de longueur d'onde 244 nm. Une des expériences a consisté à injecter le flux lumineux issu d'un laser HeNe (λ_p = 632,8 nm) dans le cœur de la fibre et à mesurer l'efficacité de diffraction partielle du réseau vers les modes radiatifs (diffraction cohérente) et ceci au cours ou après son inscription. L'*efficacité de diffraction partielle* se définit comme le rapport entre la puissance optique diffractée détectée dans *une direction particulière* et la puissance optique injectée dans la fibre. La mesure de l'évolution de l'efficacité de diffraction partielle cohérente au cours de l'inscription du réseau a été effectuée à l'aide d'un détecteur placé en un point du cône de diffusion correspondant à la diffusion du réseau dans l'ordre 1[viii]. La mesure de l'efficacité de *diffraction totale* (diffusion cohérente et incohérente) a été effectuée après inscription des réseaux, en plaçant la partie de la fibre contenant le réseau dans une sphère intégratrice dont le rôle consistait à collecter la lumière émergente de la fibre, diffractée dans toutes les directions.

[viii] La direction θ par rapport à l'axe ***Oz*** de la fibre dans laquelle la lumière est diffractée se déduit des relations suivantes : $\beta = \frac{2 \cdot \pi \cdot q}{\Lambda} + \beta_0$ et $\beta = \frac{2 \cdot \pi}{\lambda_i} \cdot n_2 \cdot \cos(\theta)$. q désigne l'ordre de diffraction, Λ la période du réseau, β_0 la constante de propagation du mode LP_{01}, n_2 l'indice de la gaine et λ_i la longueur d'onde du laser sonde (λ_p = 632.8 nm). La géométrie cylindrique de la fibre impose une diffusion répartie dans des cônes (un par ordre si l'on suppose que seul le mode LP_{01} se propage dans la fibre) dont les axes de révolution sont confondus avec celui de la fibre. L'aspect conique de l'indicatrice de diffusion est illustrée sur la figure 11.

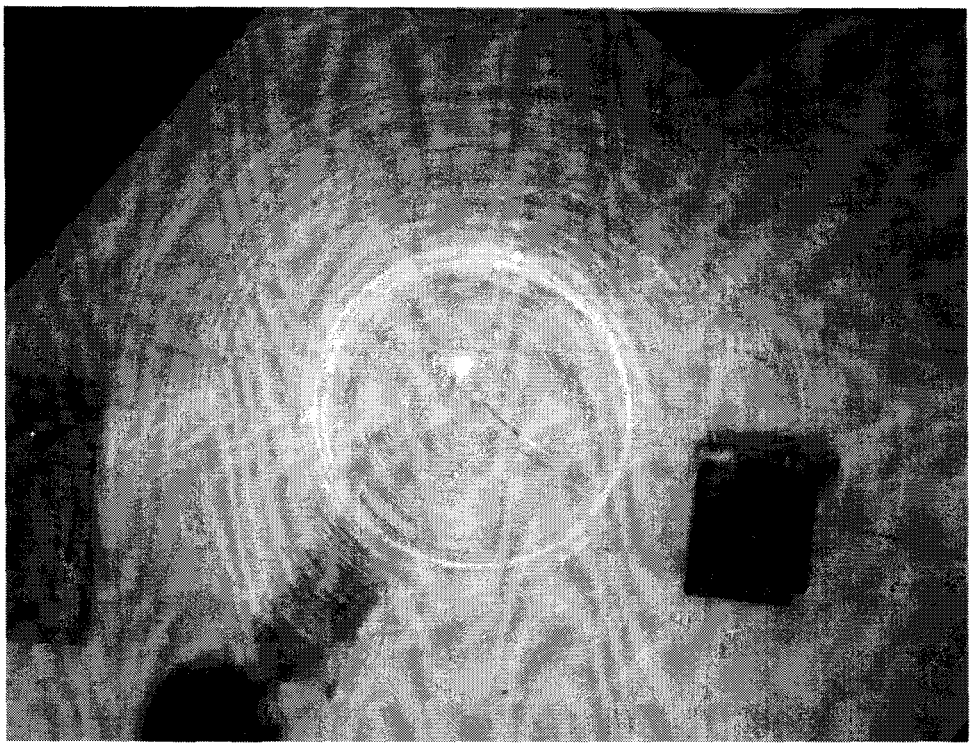


Figure 11 : Photographie de la diffraction transverse due au couplage de l'énergie vers les modes radiatifs induit par l'inscription d'un réseau de Bragg dans la fibre SPN 97 04 09. La longueur d'onde du rayonnement injecté dans la fibre est égale à 632,8 nm. L'axe *Oz* de la fibre a été placée perpendiculairement au plan de figure.

Ainsi, D. Pureur a montré[55] que l'efficacité partielle cohérente de diffraction du réseau augmente de plus d'un ordre de grandeur lorsqu'on compare l'efficacité d'un réseau de type I à celle d'un réseau de type IIA de même réflectivité. Typiquement, l'efficacité de diffraction totale d'un réseau de réflectivité 90 % (longueur 4 mm) est de l'ordre de $1x10^{-5}$ à $1x10^{-4}$ alors que celle d'un réseau de type IIA de même réflectivité est de l'ordre de $1x10^{-3}$. L'augmentation de l'efficacité totale de diffraction d'un réseau observée lorsque l'on compare l'efficacité d'un réseau de type I à celle d'un réseau de type IIA constitue donc une signature de la photosensibilité de type IIA induite dans les fibres germanosilicates par une radiation de longueur d'onde 244 nm. Nous nous sommes donc proposé d'examiner dans quelle mesure cette propriété est caractéristique de la photosensibilité de type IIA des fibres dopées par de l'azote insolées par une radiation lumineuse de longueur d'onde 193 nm. Devant le résultat de nos expériences, nous avons décidé de procéder à quelques mesures d'efficacité de diffraction totale de réseaux inscrits dans des fibres germanosilicates par une insolation réalisée au moyen d'un laser à ArF. Il nous a été possible de comparer les efficacité de diffraction des réseaux écrits dans les deux fibres.

Les utilisateurs de réseaux de Bragg soucieux de développer des applications dans les systèmes capteurs ont souvent besoin d'associer en série des réseaux de Bragg de longueur d'onde de Bragg différente. Cette pratique nécessite une bonne connaissance du spectre des réseaux et en particulier une évaluation des pertes de transmission par couplage vers les modes de gaines. Nous comparons donc le spectre de deux réseaux de réflectivité similaire écrits dans la fibre dopée par de l'azote : un réseau de type I et un réseau de type IIA.

3.2. Méthodologie et résultats expérimentaux

3.2.1. Couplage vers les modes radiatifs

Un réseau de Bragg de type I et un réseau de Bragg de type IIA ont été successivement inscrits respectivement dans la fibre SPN 97 04 09 et dans une fibre germanosilicate (FPG 2034, fibre utilisée par D. Pureur[55]). L'insolation a été réalisée avec le laser à ArF de façon à ce que les réflectivités des quatre réseaux longs de 3 mm soient comparables. Les caractéristiques des fibres, les conditions d'inscription et les caractéristiques des réseaux sont précisées dans le tableau 2.

	Fibre FPG 2034 origine CNET	**Fibre SPN 97 04 09 origine GPI**
Dopant du cœur	$[GeO_2]$ = 29 % mol	N
Diamètre du cœur	ϕ_c = 2,7 µm	ϕ_c = 3,5 µm
Longueur d'onde de coupure du mode LP_{11}	λ_c = 1,2 µm	λ_c = 0,96 µm
$\Delta n_{cœur/gaine}$	$3{,}9\times10^{-2}$	$3{,}5\times10^{-2}$
Réseau de type I	R1, 570 tirs, 200 mJ/cm^2	R3, 600 tirs, 300 mJ/cm^2
λ_p = 193 nm, λ_{Bragg} ~ 1520 nm	$\Delta n_{mod} = 2{,}4\times10^{-4}$	$\Delta n_{mod} = 2{,}1\times10^{-4}$
Réseau de type IIA	R2, 9 520 tirs, 200 mJ/cm^2	R4, 13 840 tirs, 300 mJ/cm^2
λ_p = 193 nm, λ_{Bragg} ~ 1520 nm	$\Delta n_{mod} = 3{,}4\times10^{-4}$	$\Delta n_{mod} = 3{,}1\times10^{-4}$

Tableau 2 : caractéristiques opto-géométriques des fibres utilisées pour l'étude ainsi que des réseaux inscrits dans ces fibres.

Chaque portion de fibre contenant un réseau a été placée successivement à l'intérieur d'une sphère intégratrice (modèle LABSPHERE, commercialisée par la société ORIEL)

équipée d'un détecteur de puissance optique au silicium. Le flux lumineux issu d'un laser HeNe (λ_p = 632,8 nm) a été injecté à l'entrée des fibres au moyen d'un objectif de microscope x20. La puissance optique totale diffractée par le réseau à l'extérieur de la fibre placée dans la sphère intégratrice a été mesurée à l'aide du détecteur de puissance incorporé à cette dernière ; l'extrémité de la fibre a été placée dans du liquide d'indice afin d'éviter les réflexions parasites. La précision relative de cette mesure est de l'ordre du pour cent. La puissance optique diffusée par une portion de fibre non insolée a alors été soustraite à la puissance totale diffractée par le réseau. La puissance optique transmise par la fibre a également été mesurée à l'aide de la sphère intégratrice en prenant soin de ne pas modifier les conditions d'injection du faisceau HeNe dans la fibre. Le tableau 3 rassemble les résultats des mesures des *efficacités de diffraction totale* η_d des quatre réseaux R1, R2, R3 et R4.

	FPG 2034		**SPN 97 04 09**	
	R1 (type I)	R2 (type IIA)	R3 (type I)	R4 (type IIA)
η_d	$4x10^{-2}$	$5,4x10^{-2}$	48 %	43 %

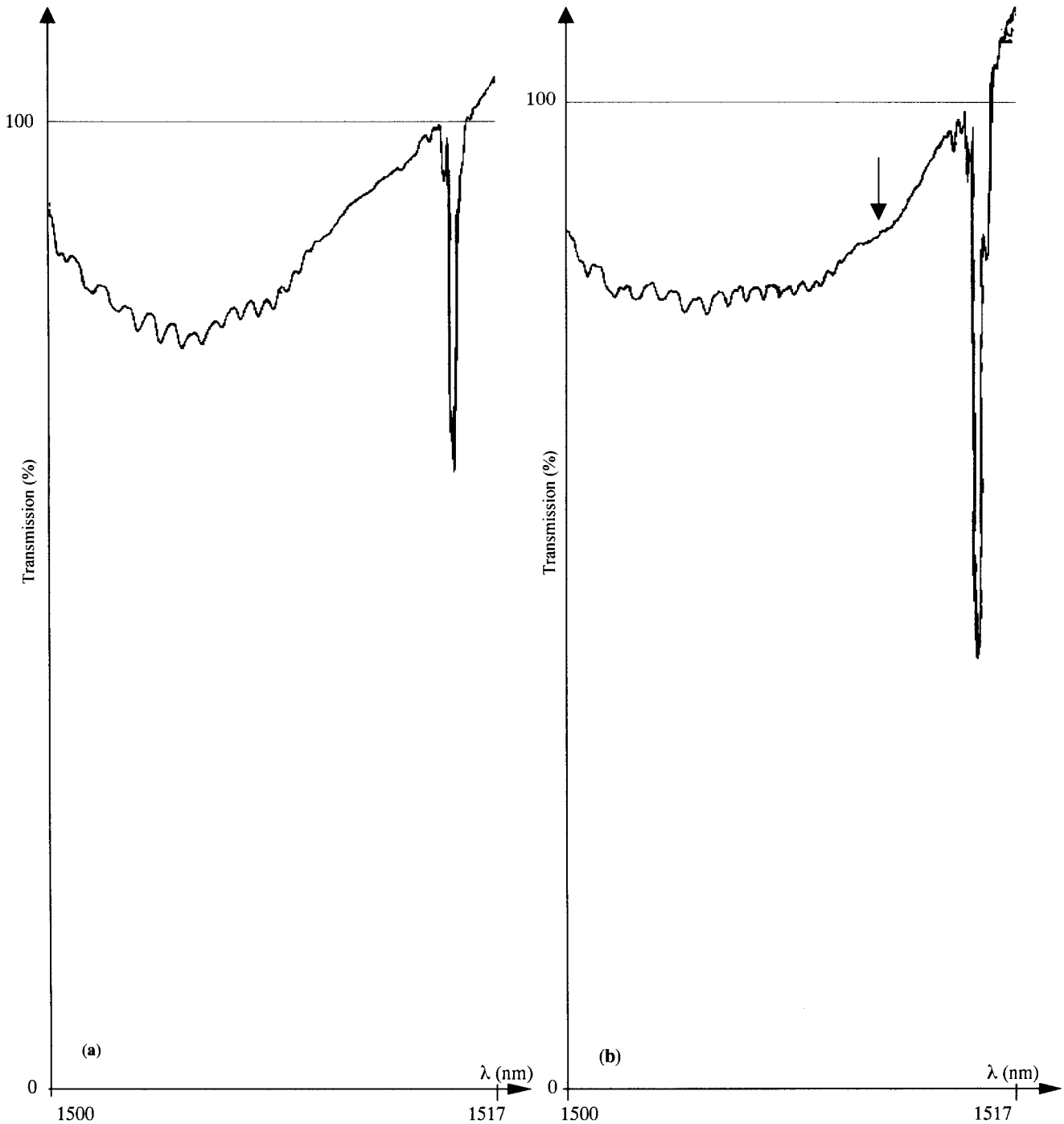
Tableau 3 :Mesure des efficacités de diffraction totale des réseaux de Bragg inscrits à l'aide du laser à ArF dans les fibres FPG 2034 et SPN 97 04 09.

Les résultats présentés dans le tableau 3 indiquent que dans le cas des réseaux inscrits dans la fibre FPG 2034, l'efficacité de diffraction totale est égale à $4x10^{-2}$ pour le réseau de type I (R1) et $5.4x10^{-2}$ pour le réseau de type IIA (R2). L'efficacité de diffraction totale η_d des réseaux inscrits dans la fibre dopée par de l'azote est égale à 48 % et 43 % respectivement pour les réseaux de type I (R3) et de type IIA (R4).

3.2.2. Comparaison des spectres de transmission d'un réseau de type I à celui d'un réseau de type IIA

Les spectres de transmission des réseaux R3 et R4, inscrits dans la fibre SPN 97 04 09, sont représentés respectivement sur les figures 12a et 12b. Les deux spectres sont peu différents, bien que la réflectivité des réseaux soit assez faible (R = 37 % pour le réseau R3 et R = 60 % pour le réseau R4), il apparaît que les pertes provoquées, du côté des basses longueurs d'ondes en référence à la longueur d'onde de Bragg, par couplage vers les modes de gaine sont importants (typiquement 23 % au maximum de pertes).

Les niveaux des pertes induites par les deux types de réseaux sont comparables. L'inscription du réseau de type IIA s'accompagne de l'apparition d'un couplage vers une nouvelle famille de modes de gaine. Le spectre de pertes correspondant à cette famille est repéré par une flèche sur la figure 12b. La figure 12c représente le résultat d'une modélisation du spectre de transmission d'un réseau de longueur 3 mm écrit dans la fibre dopée par de



Figures 12 a et 12b : Spectre de transmission des réseaux R3 (figure 12a) et R4 (figure 12b) inscrits dans la fibre SPN 97 04 09 à l'aide du laser à ArF. La flèche représentée sur la figure 12b désigne un couplage vers une famille de modes de gaines qui n'est par relevé sur la figure 12a (réseau de type I).

l'azote. L'hypothèse formulée pour procéder à ce calcul a consisté à supposer que l'amplitude de modulation d'indice de réfraction Δn_{mod} ($\Delta n_{mod} = 3x10^{-4}$) est uniforme sur la section transverse du cœur de la fibre et nulle dans la gaine. Les autres paramètres de la modélisation étaient les suivants : fibre à saut d'indice, $\phi_c = 3,5$ µm, $\Delta n_{cœur/gaine} = 3,5x10^{-2}$. Le calcul de la transmission du réseau modélisé a été réalisé sur la gamme spectrale [1450 nm - 1517 nm]. La réflectivité du réseau est égale à 60,3 %. Le couplage vers les modes de gaines est faible (de l'ordre de 1,86 %).

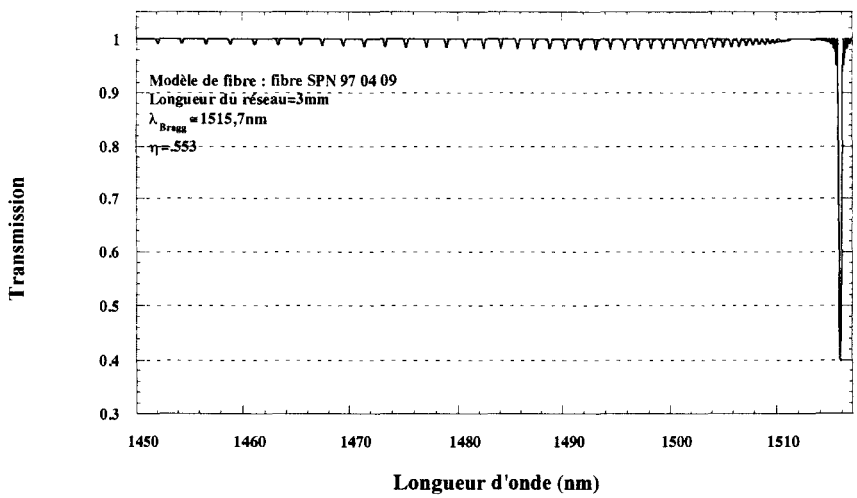


Figure 12c : Spectre de transmission d'un réseau modélisé à l'aide du logiciel FOGS 2.2 (Apollo Photonics Inc.) dans une fibre dont les caractéristiques opto-géométriques sont similaires à celles de la fibre SPN 97 04 09. Paramètre du calcul : $\Delta n_{cœur/gaine} = 3.5x10^{-2}$.

3.3. Discussion

Nos mesures montrent que les efficacités de diffraction totale des réseaux de type IIA inscrits par une radiation de longueur d'onde égale à 193 nm sont comparables à celles de réseaux de type I et ceci aussi bien dans une fibre dopée par de l'azote que dans une fibre germanosilicate. Cette observation est différente de celle effectuée par D. Pureur[55] à partir de réseaux inscrits dans la fibre FPG 2034 au moyen d'un laser de longueur d'onde 244 nm. La méthode utilisée dans nos expériences ne permet pas de séparer les contribution cohérente et incohérente de la diffraction des réseaux. Cependant, comme il apparaît sur la figure 11, l'intensité diffractée par le réseau R4 dans l'ordre –1 peut aisément être observée à l'œil dans une salle éclairée. Cette observation laisse suspecter qu'une partie importante de la puissance optique diffractée par le réseau provient de la diffraction cohérente. Il apparaît donc nécessaire d'établir le degré de corrélation temporelle qui existe entre l'apparition du spectre

de type IIA et l'augmentation de la diffusion cohérente lorsqu'un réseau est écrit dans ces fibres au moyen d'un laser de longueur d'onde égale à 193 nm.

Par ailleurs, les valeurs de η_d reportées dans le tableau 3 sont supérieures par plus d'un ordre de grandeur à celles relevées par D. Pureur[55] à partir de réseaux de type IIA écrits dans la fibre FPG 2034. Dans la fibre dopée par de l'azote, la puissance optique totale diffractée par le réseau est de l'ordre de 50 % de la puissance incidente. Cette valeur numérique doit être rapprochée de l'ordre de grandeur des pertes induites dans l'infrarouge par l'inscription d'un réseau dans la fibre dopée par de l'azote. Typiquement, l'inscription d'un réseau (type I ou IIA) de longueur 3 mm se traduit par une chute de la puissance transmise par la fibre de l'ordre de 2 % à une longueur d'onde égale à λ_{Bragg} + 5 nm. Cette donnée correspond à un coefficient d'atténuation de l'ordre de 0,07 cm^{-1}. Si l'on admet que l'atténuation induite à cette longueur d'onde par l'inscription d'un réseau dans la fibre dopée par de l'azote provient d'une augmentation du coefficient de diffusion Rayleigh, l'ordre de grandeur du coefficient d'atténuation correspondant aux pertes en excès vers 633 nm est égal à 2,24 cm^{-1}. La puissance optique diffusée par un réseau de Bragg long de 3 mm est, dans ces conditions, égale à environ 50 % de la puissance incidente sur le réseau. Cette valeur est en bon accord avec nos observations.

Les spectres de pertes (introduits par le couplage vers les modes de gaine) représentés sur la figure 12 sont relatifs à un réseau de type I (figure 12b), à un réseau de type IIA (figure 12b) et à une modélisation effectuée en supposant que le changement d'indice de réfraction créé par l'insolation est uniforme sur la section transverse du cœur de la fibre. La différence entre les niveaux de pertes apparents sur spectres des figures 12a et 12b d'une part et le spectre de la figure 12c d'autre part, la différence entre les formes de ces spectres montrent que l'hypothèse d'uniformité du changement d'indice de réfraction sur la section transverse du cœur de la fibre n'est probablement pas réaliste. Une étude est en cours au laboratoire afin de rechercher si des profils plus complexes de changement d'indice de réfraction sur la section de la fibre rendent mieux compte de nos observations.

4. Action de différents paramètres physiques sur la stabilité de réseaux inscrits dans des fibres oxynitrures

4.1. Stabilité thermique du pic de réflectivité des réseaux de Bragg inscrits dans des fibres optiques dopées par de l'azote

4.1.1. Introduction et méthodologie

Dans ce paragraphe, nous nous proposons de présenter les résultats d'une étude préliminaire consacrée au comportement thermique du pic de réflectivité de réseaux de Bragg inscrits dans des fibres dopées par de l'azote[ix]. Il s'est tout d'abord agi de comparer les résistances à l'élévation thermique des réseaux de type I et de type IIA inscrits dans une fibre dopée par de l'azote. La méthode expérimentale suivie pour procéder à cette comparaison est la méthode de destruction isochrone (chapitre I, paragraphe 5.2). Au cours de cette première étude, il est apparu que la résistance des réseaux de type IIA inscrits dans la fibre dopée par de l'azote est supérieure à celle des réseaux de type IIA inscrits dans des fibres dopées par de l'oxyde de germanium. La réflectivité de ces réseaux chute de façon significative dès que la température de la fibre est supérieure à 600°C (figure 34 du chapitre II). Afin de préciser cette propriété, la température d'un réseau de type IIA inscrit dans une fibre dopée par de l'azote a été maintenue à 600°C pendant plusieurs jours. La réflectivité du réseau a été mesurée régulièrement au cours de cette période de chauffage (mesure isotherme). Beaucoup d'expériences ont montré que l'évolution thermique de réseaux de type I inscrits dans les fibres germanosilicates peut être décrite à partir des lois d'Erdogan[33]. Il nous a semblé intéressant d'examiner si cette propriété se trouve vérifiée par les réseaux inscrits dans des fibres dopées par de l'azote.

Afin de mener à bien notre étude, nous avons inscrit cinq réseaux de Bragg notés R1 à R5 dans des fibres dopées par de l'azote. Les conditions d'inscription des réseaux et les

[ix] P. Ferdinand et son équipe ont engagé un programme de recherche sur ce thème au CEA à Saclay. Nous avons collaboré à ce programme en inscrivant les réseaux de Bragg dans des fibres dopées par de l'azote.

amplitudes de modulation d'indice de réfraction initiales correspondantes sont rappelées dans le tableau 4.

Référence réseau	Fibre	Nombre de tirs	Densité d'énergie	Longueur du réseau	$\Delta n_{mod\ initial}$	Longueur d'onde de Bragg	Type du réseau
R1	SPN 95 05 04	117 800	100 mJ/cm^2	3 mm	2,6 x10^{-4}	1510 nm	I
R2	SPN 95 05 04	24 165	500 mJ/cm^2	1,5 mm	8x10^{-4}	1510 nm	IIA
R3	SPN 95 05 04	23 400	460 mJ/cm^2	3 mm	5,5 x10^{-4}	1510 nm	IIA
R4	SPN 97 04 09	856	300 mJ/cm^2	3 mm	2,3x10^{-4}	1510 nm	I
R5	SPN 97 04 09	3 600	300 mJ/cm^2	3 mm	2x10^{-4}	1510 nm	I

Tableau 4 : Caractéristiques des réseaux de Bragg soumis à des élévations thermiques

Les données figurant sur ce tableau illustrent bien le manque de reproductibilité rencontré parfois au cours de l'inscription des réseaux. Ainsi les réseaux R4 et R5 inscrits avec des fluences cumulées incidentes sur la fibre différentes d'un facteur 4 environ sont caractérisés par des amplitudes initiales de modulation d'indice de réfraction similaires.

4.1.2. Résultats des expériences

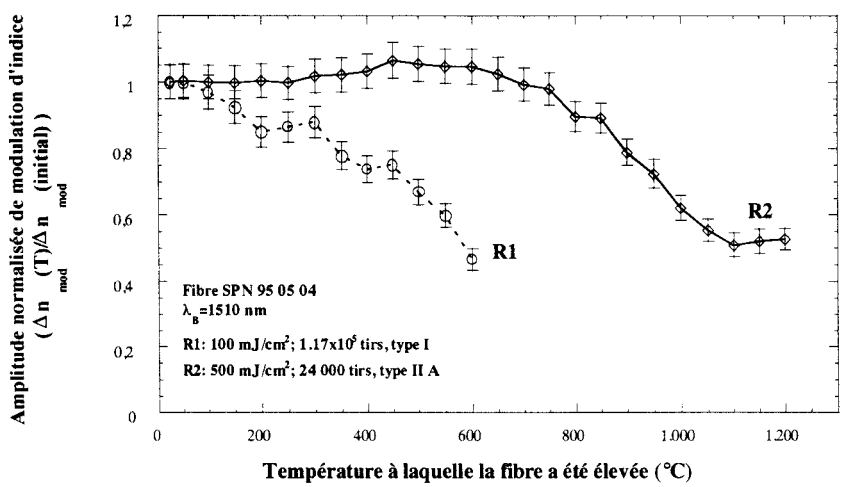


Figure 13 : Comparaison de la stabilité thermique de réseaux de Bragg de type I et de type IIA inscrits dans une fibre SPN 95 05 04 non hydrogénée à l'aide d'une radiation de longueur d'onde 193 nm.

Les évolutions des modulations d'indice de réfraction normalisées correspondant aux réseaux R1 (type I) et R2 (type IIA) au cours d'une expérience de destruction thermique isochrone (durée des paliers : 30 minutes) sont représentées sur la figure 13 en fonction de la

température à laquelle les fibres ont été élevées. L'amplitude de modulation d'indice de réfraction du réseau de type I a chuté d'environ 50 % après le palier de température à 600°C. Le spectre du réseau de type I n'est plus décelable après que la fibre ait été portée à 650°C, ce qui signifie que $\Delta n_{mod}(650°C) < 3x10^{-5}$. La modulation d'indice de réfraction normalisée du réseau de type IIA (R2) augmente par contre entre 350°C et 600°C. Le spectre du réseau R2 reste détectable jusqu'au palier correspondant à une élévation de température égale à 1200°C.

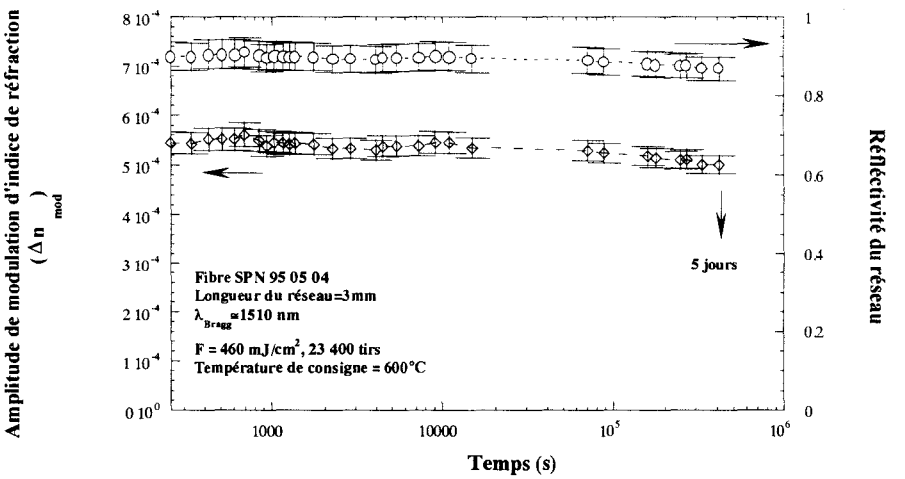


Figure 14 : Evolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction et de la réflectivité d'un réseau de Bragg de type IIA (R3) inscrit dans une fibre une fibre SPN 95 05 04 (λ_p = 193 nm) en fonction de la durée de chauffage isotherme (T = 600°C).

L'évolution de la modulation d'indice de réfraction du réseau R3 (type IIA) est représentée sur la figure 14 en fonction de la durée du chauffage au cours d'une expérience de destruction isotherme à 600°C. Après une durée de chauffage égal à 5 jours, la modulation d'indice de réfraction a chuté de 10 % environ.

Les évolutions des amplitudes de modulation normalisées d'indice de réfraction des réseaux de type I (R4 et R5) sont représentées par des symboles sur la figure 15 en fonction de la durée du chauffage isotherme. L'encart de la figure 15 détaille les résultats présentés sur cette figure pour une durée de chauffage inférieure à 10 000 s. Les barres d'erreur n'ont pas été représentées dans l'encart de manière à améliorer la lisibilité des courbes. La température du réseau R4 à été maintenue à 180°C, celle du réseau R5 à 250°C. Après une décroissance rapide de la réflectivité des réseaux, il apparaît que la prolongation de la durée de chauffage se traduit par une augmentation de la réflectivité du réseau R4 et un état stationnaire de la réflectivité du réseau R5. Les ajustements de ces courbes à la loi de décroissance

d'Erdogan[33] (**2**) sont représentés en traits pleins sur la figure 15.

$$\frac{\Delta n(t,T)}{\Delta n_{initial}} = \frac{1}{1 + a \cdot t^{\alpha}} \qquad (2)$$

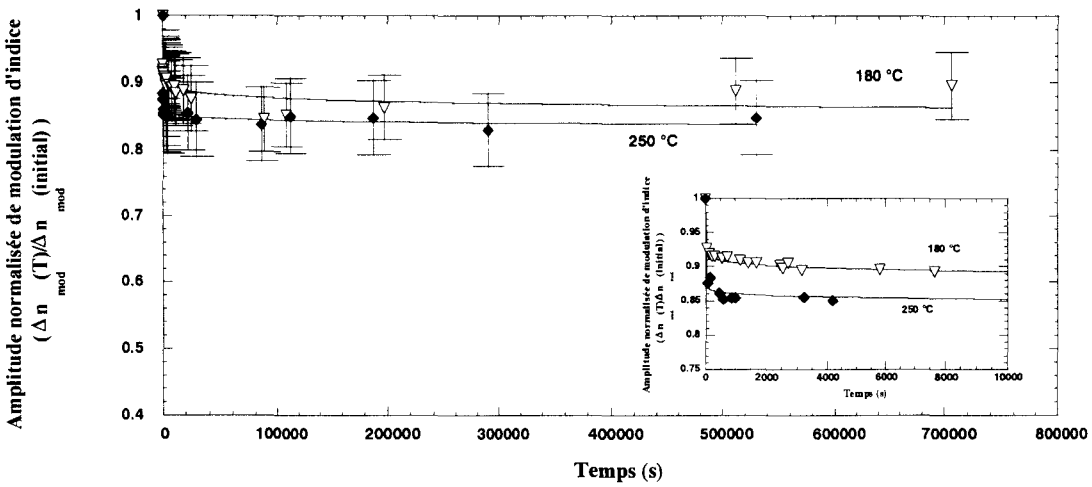


Figure 15 : Evolution de l'amplitude normalisée de modulation d'indice de réfraction de réseaux de Bragg de type I inscrit dans une fibre une fibre SPN 97 04 09 (λ_p = 193 nm) en fonction de la durée de chauffage isotherme. Le paramètre de l'étude est la température à laquelle est maintenue la fibre.

4.1.3. Discussion

L'aspect des courbes de destruction thermique isochrone des réseaux R1 et R2 ressemble à celui des courbes relatives à des réseaux respectivement de type I et IIA inscrits dans des fibres germanosilicate (figure 34 du chapitre II) : la réflectivité des réseaux de type IIA est plus stable que celle des réseaux de type I. L'échelle de température sur laquelle se produit la destruction des réseaux inscrits dans la fibre dopée par de l'azote est simplement plus étendue que celle qui correspond aux réseaux écrits dans les fibres germanosilicates. La remontée de la réflectivité du réseau R2 entre les paliers de température 350°C et 600°C peut donc s'interpréter de la même façon que dans le cas de réseaux de type IIA dans des fibres germanosilicates. Il suffit d'admettre que les défauts qui conduisent à la formation d'une variation négative d'indice de réfraction (relation (**2**) du chapitre II) sont plus stables que ceux responsables de la photosensibilité de type I (relation (**1**) du chapitre II). E. Ternier *et al.*[120] ont présenté récemment le résultat d'une destruction thermique isochrone d'un réseau de type I inscrit dans une fibre dont les caractéristiques sont proches de celles de la fibre

SPN 95 05 04 ($\Delta_{cœur/gaine} = 1,2x10^{-2}$). Le réseau (RF1) a été inscrit par 65 000 impulsions à une fluence par tir égale à 300 mJ/cm^2. La modulation initiale d'indice de réfraction était égale à $4x10^{-4}$. La stabilité du réseau étudiée par E. Ternier *et al.* semble comparable à celle du réseau R1[x]. Ce résultat indique que la stabilité des réseaux de type I dépend assez peu de la modulation initiale d'indice de réfraction. Ces auteurs ont également procédé à la destruction thermique isochrone d'un réseau de type IIA très réflecteur ($R = 96$ %, $\Delta n_{mod} = 6,6x10^{-4}$) inscrit dans une fibre SPN 97 04 09. La stabilité de la réflectivité du réseau très réflecteur s'avère significativement meilleure que celle de R2. Les conditions d'insolation jouent donc un rôle sur la stabilité des réseaux de type IIA. Les courbes représentées sur les figures 14 et 15 montrent que la théorie d'Erdogan ne permet pas de prendre en compte la totalité des phénomènes observés lors des destructions isothermes. Cette conclusion est en bon accord avec celle formulée par E. Ternier *et al.*[120].

4.2. Réseaux soumis à une irradiation gamma

4.2.1. Méthodologie et résultats expérimentaux

Référence réseau	Fibre	Nombre de tirs	Densité d'énergie	Longueur du réseau	R (%)	Longueur d'onde de Bragg	Type du réseau
A1	SPN 95 05 04	9 000	350 mJ/cm^2	3 mm	58	1510 nm	I
A2	SPN 95 05 04	47 760	350 mJ/cm^2	3 mm	64.5	1510 nm	IIA
A3	SPN 94 09 06	5 800	250 mJ/cm^2	3 mm	44	1511,7 nm	I
A4	SPN 94 09 06	25 600	250 mJ/cm^2	3 mm	57	1511,7 nm	IIA

Tableau 5 : Caractéristiques des réseaux de Bragg soumis à une irradiation gamma.

Deux campagnes d'irradiation de réseaux inscrits dans les fibres dopées par de l'azote gamma ont été réalisées par des laboratoires indépendants. La première campagne a été effectuée par le Dr Golant (FORC, GPI Moscou) avec notre collaboration. Deux réseaux (un réseau de type I et un réseau de type IIA) ont été inscrits dans chacune des fibres

[x] Le réseau étudié par E. Ternier et al. était initialement plus réflecteur que R1. De ce fait, ces auteurs ont été en mesure de poursuivre leur étude au-delà de 600°C. La comparaison n'a donc été effectuée que dans la gamme 50°C - 600°C.

SPN 95 05 04 et SPN 94 09 06 au moyen d'une insolation réalisée avec le laser à excimère ArF (λ_p = 193 nm). Les conditions d'insolation ont été choisies pour que la réflectivité de chaque réseau soit de l'ordre de 60 %. Le détail des conditions d'inscription des réseaux est présenté dans le tableau 5.

Les réseaux ont ensuite été soumis à quatre irradiations gamma successives réalisées à l'aide d'une source au cobalt (^{60}Co) avec un débit de dose égal à 6,6 Gy/s pour les 3 premières et avec un débit de dose égal à 5,4 Gy/s pour la dernière irradiation. Les durées d'irradiation ont été fixées de façon à ce que les doses cumulées atteintes lors de ces irradiations successives soient respectivement égales à 9,3, 17,8, 71,3, 1 370 kGy. Les irradiations ont été effectuées à une température de 40°C. Les caractéristiques spectrales (réflectivité, longueur d'onde de Bragg) de chacun des réseaux ont été enregistrées quelques heures après chaque irradiation gamma. Les caractéristiques spectrales des réseaux, relevées après les irradiations, sont présentées dans le tableau 6.

Dose (kGy)	***- Variation du coefficient de réflexion ($\Delta R = R_{dose2} - R_{dose\ 1}$ en %)*** ***- Déplacement de la longueur d'onde de Bragg ($\Delta\lambda_{Bragg} = \lambda_{Bragg\ dose2} - \lambda_{Bragg\ dose\ 1}$ en nm)***			
	A1	A2	A3	A4
9,3	+0,5 +0,18	-1,0 +0,18	-1,0 +0,13	+1,0 +0,1
17,8	-2,5 +0,05	0,0 +0,02	-2,5 -0,01	-2,5 +0,01
71,3	+2,0 -0,03	+0,5 0,0	+0,5 0,03	+1,0 -0,01
1370	-2,0 +0,02	-1,5 -0,06	+0,5 -0,03	+2,5 -0,04

Tableau 6 : Evolution des caractéristiques spectrales de réseaux de Bragg soumis à une irradiation gamma.

D'après les résultats[121] présentés dans le tableau 6, les changements de la réflectivité des réseaux irradiés gamma ne sont pas significatifs si l'on suppose que les mesures ont été réalisées avec une précision de 2 %. Ce résultat signifie que la variation de la modulation d'indice de réfraction induite par les irradiations gamma est restée inférieure à $1x10^{-5}$. La variation maximale de la longueur d'onde de résonance des réseaux, est égale à 0,18 nm.

Cette valeur, supérieure à la précision de mesure estimée à 0,1 nm correspond à une variation d'indice de réfraction moyen de l'ordre de $1x10^{-4}$. Cependant, l'évolution non monotone du de la translation de la longueur d'onde de Bragg en fonction de la dose cumulée irradiant la fibre nous a fait suspecter la validité de cette observation. Une expérience de reproductibilité a donc été mise en œuvre à notre demande au GPI de Moscou. Cette expérience a permis de conclure que les chiffres portés à la deuxième ligne du tableau 6 résultent probablement d'une erreur de manipulation par exemple d'une traction non contrôlée exercée sur la fibre lors de la mesure.

La seconde campagne s'est déroulée au CEA Saclay et a été réalisée par P. Ferdinand. Trois réseaux ont été inscrits dans la fibre SPN 95 05 04 et ont été soumis à une irradiation gamma réalisée au CEA au moyen d'une source au ^{60}Co. Les réflectivités des réseaux ont été mesurées à Lille avant et après l'irradiation gamma. Le tableau 7 recense les conditions d'inscription des réseaux ainsi que les résultats des mesures.

	Réseau Ra avant irradiation γ	***Réseau Ra après irradiation γ***	***Réseau Rb avant irradiation γ***	***Réseau Rb après irradiation γ***	***Réseau Rc avant irradiation γ***	***Réseau Rc après irradiation γ***
Dose cumulée		386,3 kGy		386,3 kGy		386,3 kGy
Longueur	2,5 mm		2,5 mm			3 mm
Fluence	200 mJ/cm^2		260 mJ/cm^2		350 mJ/cm^2	
λ_{Bragg}	1509,3 nm	x	1508,94 nm	x	1509,28 nm	x
Réflectivité	89 %	92 %	65 %	66 %	90 %	91 %
Type	IIA		IIA		IIA	

Tableau 7 : Résumé des principaux résultats obtenus lors de l'irradiation gamma de réseaux de Bragg inscrits dans la fibre SPN 95 05 04 (irradiation gamma effectuée au CEA).

Source Gamma de l'irradiateur IRMA du CEA/CE de Saclay.
Débit de dose: 1,01 kGy/h (=0,281 Gy/s).
Dose cumulée: 386,3 kGy.
Durée de l'irradiation: 380,75 heures.

L'examen du tableau 7 indique que la réflectivité des réseaux de Bragg de type IIA inscrits dans la fibre SPN 95 05 04 n'a pas évoluée de façon sensible au cours de l'irradiation gamma (précision de mesure 2 %).

4.2.1.1. Discussion

Les expériences réalisées dans deux laboratoires indépendants montrent que les réseaux inscrits dans les deux fibres dopées par de l'azote sont stables lors d'une exposition à un rayonnement Gamma. Leur réflectivité évolue de moins de 3 % lors d'une exposition à une dose de 1,37 MGy, et leur longueur d'onde se déplace de moins de 0,1 nm.

5. Conclusion

Nos expériences d'inscription de réseaux de Bragg dans des fibres optiques en silice dopées par de l'azote ont montré pour la première fois qu'il est possible de créer des amplitudes de modulation d'indice de réfraction de l'ordre de $1x10^{-3}$ dans ce type de fibres à condition de les insoler avec un laser à ArF. Les cinétiques de croissance des réseaux s'apparentent à celles des réseaux de type IIA observées lors d'insolations de fibres germanosilicates fortement dopées à l'oxyde de germanium. L'hydrogénation de la fibre inhibe sa photosensibilité. Il s'agit là d'un résultat particulièrement intéressant d'un point de vue fondamental car c'est la première observation de ce type de comportement dans une fibre optique de silice. En effet, il est bien établi que l'hydrogénation des fibres optiques germanosilicates, aluminosilicates ou phosphosilicates conduit à une augmentation de la photosensibilité de ces fibres. Aucune étude portant sur les mécanismes de la photosensibilité des fibres dopées par de l'azote n'a été conduite dans le cadre de ce mémoire. Le relevé des dynamiques d'inscription des réseaux a permis cependant de formuler l'hypothèse selon laquelle la photosensibilité résulte d'un mécanisme à deux photons. Des expériences de spectroscopie d'excès de pertes, d'analyse chimique, des observations de lames au moyen de microscope optique interférométrique ou de microscope AFM sont programmés dans le cadre d'un programme INTAS et devrait apporter des précisions à ce sujet.

La stabilité de la réflectivité des réseaux de Bragg inscrits dans les fibres dopées par de l'azote vis à vis d'une élévation thermique ou d'une irradiation gamma montre que ces

composants peuvent former des transducteurs utiles pour des mesures en milieu hostile (température élevée en milieu nucléaire par exemple). Cependant, des études complémentaires s'avèrent nécessaires avant d'émettre un avis définitif sur la réalité de cette perspective. Il semble en effet que l'inscription des réseaux provoque une forte augmentation du coefficient de diffusion Rayleigh du verre de silice, ce qui implique que l'utilisation des réseaux est optimale (pertes minimales) dans le domaine de l'infrarouge. Par ailleurs, le spectre du réseau relatif à la réflexion du mode fondamental s'accompagne vers les basses longueurs d'ondes de pertes importantes provoquées par le couplage vers les modes de gaine. Cette propriété peut s'avérer gênante dans certaines configurations de système capteur dans lesquelles des réseaux de Bragg de longueur d'onde voisine sont inscrits en série sur la fibre. Dans ce cas, il est nécessaire d'envisager la réalisation de nouvelles fibres selon des paramètres opto-géométriques calculés afin de minimiser les pertes créées par ce type de couplage.

Conclusion

BU LILLE I

Dans le cadre de ce travail doctorat, nous avons réalisé un ensemble d'études sur la photosensibilité de verres de silice sous l'action d'insolations réalisées à l'aide d'un laser émettant une radiation de longueur d'onde 193 nm (laser à ArF). A cet effet, nous avons développé un dispositif expérimental adapté à l'insolation des fibres optiques ou des lames de préformes. Ce dispositif est basé sur l'utilisation d'un masque de phase et d'un laser à excimère à ArF. La nécessité *d'estimer de façon précise les variations d'indice de réfraction photoinduites* nous a incité à étudier l'influence des caractéristiques physiques des masques de phase utilisés sur l'inscription de réseaux de Bragg. Des critères stricts d'utilisation de ce type de dispositifs ont été présentés dans ce mémoire. Pour déduire de la mesure de la réflectivité des réseaux de Bragg photoinscrits les amplitudes de la variation de l'indice de réfraction, nous avons formulé quelques hypothèses (uniformité longitudinale des variations d'indice de réfraction photoinduites, limitation des changements d'indice de réfraction créé par l'insolation lumineuse au seul cœur de la fibre...). Nous avons *discuté de la validité de ces hypothèses* et présenté des moyens de contrôle de cette validité. Il est apparu que l'hypothèse d'une modulation d'indice de réfraction uniforme sur la section transverse du cœur de la fibre insolée n'est pas strictement conforme à la réalité expérimentale. La correction qu'il est nécessaire d'apporter aux mesures pour tenir compte de cette distribution transverse de la modulation d'indice de réfraction constitue un problème ouvert qui n'a pas été traité dans le cadre de ce mémoire. Les protocoles expérimentaux des expériences décrites dans ce mémoire ont, par ailleurs, étés précisés dans le chapitre I.

Le premier type de fibre optique en silice, dont la photosensibilité a été étudiée, est constitué par des fibres dont le cœur est dopé par de l'oxyde de germanium, fabriquées selon la méthode MCVD. Les résultats obtenus lors des insolations réalisées à l'aide d'un laser à ArF ont été comparés de façon détaillée avec les mesures réalisées lors de l'utilisation de sources laser de longueur d'onde située vers 244 nm (laser continu ou impulsionnel). Nous nous sommes attachés à déterminer de façon systématique, pour l'ensemble des fibres mise à notre disposition par le CNET, les lois analytiques qui gouvernent l'évolution de l'indice de réfraction en fonction de la durée d'insolation, du traitement de la fibre et de la nature de la fibre. Nous avons mis en évidence la non unicité des solutions de ce

problème. Des conclusions intéressantes ont été tirées de ces expériences. *Les inscriptions de réseaux de Bragg se sont avérées plus rapides lorsque λ_p = 193 nm que lorsque λ_p = 244 nm.* Il est toutefois apparu que l'utilisation d'un rayonnement de longueur d'onde 193 nm, dans le cas des fibres non hydrogénées, conduit fréquemment à des cinétiques de croissances de réseaux de type IIA (dès que $[GeO_2] \geq 7$ % mol). Le traitement préalable des fibres par de l'hydrogène sous forte pression à température ambiante se traduit par des évolutions monotones des variations d'indice de réfraction (réseaux de type I), quel que soit le laser de pompe (laser impulsionnel $\lambda_p \approx$ 244 nm ou 193 nm et laser continu λ_p = 244 nm). Ces évolutions sont plus rapides que lorsque la fibre n'a pas été hydrogénée. Nos expériences n'ont pas permis de mettre en évidence une évolution nette de la photosensibilité des fibres germanosilicates en fonction de la concentration de l'oxyde de germanium contenu dans le cœur de des fibres. Le manque de connaissance des paramètres tels que les conditions d'étirage de la fibre, composition chimique d'éventuelles impuretés contenues dans le cœur et de la gaine de la fibre, etc... impliquent qu'*il n'est pas concevable d'utiliser une étude réalisée sur une fibre donnée et d'extrapoler des résultats pour une fibre de caractéristiques apparemment proches.* Les réseaux de Bragg sont habituellement inscrits à température ambiante. Nous avons montré que dans des conditions particulières de température, les cinétiques de croissance des réseaux peuvent être significativement accélérées. L'hypothèse d'une compétition provoquée par l'insolation entre un mécanisme de création de défauts et un mécanisme de destruction de ces mêmes défauts et/ou d'autres défauts est confortée par nos observations.

L'étude de *la stabilité thermique* des variations photoinduites d'indice de réfraction a montré que la tenue des réseaux de type I à l'élévation de *température ne dépend pas de la nature de la source laser utilisée*, pourvu que les amplitudes initiales de modulation d'indice de réfraction soient similaires. Les expériences de destructions isochrones ont mis en évidence la moindre résistance à l'élévation de température des réseaux inscrits (par des fluences cumulées équivalentes) dans des fibres hydrogénées par rapport aux réseaux inscrits dans des fibres non traitées.

La connaissance des pertes en excès provoquées par les insolations est aussi importante que la connaissance des pertes des fibres liées aux propriétés de la propagation guidée ou aux caractéristiques du matériau. Nous avons étudié par spectrométrie de transmission les excès de pertes induits dans le domaine infrarouge, le visible et l'ultraviolet (gamme spectrale couverte : [210 nm - 1600 nm]) dans un verre germanosilicate (fibre et lame de préforme) insolé par les différentes sources à notre disposition. Le travail présenté dans ce mémoire a en particulier montré que dans la gamme spectrale

[1 μm – 1,5 μm], les excès de pertes qui apparaissent lors de l'inscription de réseaux de Bragg varient très largement selon la source de rayonnement ultraviolet et le traitement de la fibre. Nous avons observé que les niveaux d'excès de pertes sont d'autant plus élevés que la longueur d'onde du laser utilisé pour réaliser l'insolation est basse (à Δn_{mod} fixé). Nous avons par ailleurs établi la similitude du niveau du fond continu d'excès de pertes dans la gamme spectrale [1 μm – 1,5 μm] lors d'insolation de fibres non hydrogénées et hydrogénées dès lors que la comparaison est effectuée pour une variation d'indice de réfraction fixée. Une structure de bandes dont le maximum est situé vers 1,4 μm s'ajoute au fond continu dans le cas de la fibre hydrogénée. La mesure des pertes en excès dans la gamme spectrale [350 nm – 720 nm] a permis de souligner, au début des insolations, la création de défauts communs aux fibres hydrogénées et non hydrogénées. Ces défauts évoluent de manière différente selon le traitement de la fibre : le défaut est détruit lors de l'insolation de la fibre non hydrogénée alors que le traitement par de l'hydrogène semble en bloquer la destruction et en accroître la quantité. D'autre part, l'observation de l'évolution des excès de pertes lors de l'arrêt des insolations (λ_p = 193 nm) nous a permis d'expliquer la translation de la longueur d'onde de Bragg des réseaux vers les courtes longueurs d'onde. Nous avons décrit une *méthode d'utilisation des spectres d'excès de pertes* dans le domaine [210 nm - 350 nm] pour déterminer les variations d'indice de réfraction photoinduites associées aux modifications de transmission du matériau. Cette méthode est basée sur une utilisation de la transformation de Kramers-Kronig des spectres d'excès de pertes différente de la méthode habituellement utilisée. Le protocole que nous avons proposé tient compte du *caractère local* des variations de l'atténuation du matériau. Le caractère local des excès de pertes doit nécessairement être pris en compte lorsque les valeurs des variations d'indice de réfraction photoinduites calculées à partir de mesures d'excès de pertes sont destinées à être confrontées aux valeurs déterminées à partir de la mesure de la réflectivité d'un réseau de Bragg. Ce point avait jusqu'à ce jour été négligé.

Une étude destinée à préciser les mécanismes microscopiques à l'origine de la photosensibilité des verres germanosilicates lors d'insolations réalisées à l'aide d'un laser à ArF a été présentée dans ce mémoire. Il s'est agi d'une étude préliminaire destinée à mettre en évidence la présence éventuelle de phénomènes de densification liés à l'inscription d'un réseau. Aucune densification n'a été pour l'instant décelée dans les lames de préformes hydrogénées insolées à l'aide d'un laser à ArF. Des transformations de l'état de surface d'une lame non traitée ont été observées. Il n'a cependant pas été possible de déterminer si cette observation correspond à une déformation de la lame ou à une dilatation provoquée par l'insolation. Les études sur ce sujet seront reproduites, elles seront accompagnées d'expériences destinées à évaluer la réversibilité des modifications observées.

L'inscription des réseaux dans une lame non hydrogénée ou hydrogénée réalisée à l'aide d'un laser de longueur d'onde λ_p = 244 nm se traduit par contre par la création d'une corrugation qui se forme au fond d'une vallée (densification). *Il apparaît donc une différence notable entre les mécanismes physico-chimiques induits par les insolations avec le laser à ArF et ceux provoqués par des insolations avec le laser de longueur d'onde égale à 244 nm.*

Dans le troisième chapitre de ce mémoire, nous nous sommes intéressés à la photosensibilité des fibres aluminosilicates dopées par des ions de terre rare lorsqu'elles sont insolées à l'aide d'un laser à ArF. Nous avons obtenu les résultats suivants : la présence d'ions de terre rare dans les fibres aluminosilicates n'est pas nécessaire pour obtenir des variations d'indice de réfraction de l'ordre de quelques 10^{-5} lors d'une insolation ultraviolette (λ_p = 193 nm). Cependant, l'incorporation d'ions de terre rare dans le cœur de ces fibres aluminosilicates améliore leur photosensibilité dans des proportions qui dépendent de la nature de la terre rare. Un traitement des fibres aluminosilicates par de l'hydrogène sous forte pression améliore leur photosensibilité. L'augmentation de la photosensibilité dépend de la nature de la terre rare insérée dans le cœur de la fibre. Nous avons par ailleurs montré que l'utilisation d'un laser à ArF est préférable à celle d'un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde proche de 244 nm dans le cas des fibres non hydrogénées. Il apparaît cependant que l'augmentation de la photosensibilité des fibres aluminosilicates liée au choix d'un laser à ArF ne permet pas de s'affranchir du traitement de photosensibilisation des fibres par de l'hydrogène ou du deutérium. Lorsque les fibres sont traitées par de l'hydrogène, le choix d'un laser à ArF ne se révèle pas intéressant dans toutes les situations. La nature de la source ($\lambda_p \approx$ 244 nm ou 193 nm, régime impulsionnel) utilisée pour réaliser les insolations a peu d'influence sur la stabilité thermique des variations d'indice de réfraction photoinduites. Comme cela avait été observé lors d'insolations réalisées à l'aide d'un laser de longueur d'onde $\lambda_p \approx$ 244 nm, un traitement des fibres par de l'hydrogène réduit sensiblement la résistance des réseaux inscrits à l'élévation de température. La seconde partie du chapitre III traite de l'incidence d'un traitement par de l'hydrogène sous forte pression, préalablement à l'insolation, sur la durée de vie de la fluorescence des ions erbium inclus dans une fibre aluminosilicate. Nous montrons que deux effets, l'un transitoire, l'autre permanent, provoquent une réduction de la durée de vie de la luminescence à 1,5 μm des ions erbium. Cet effet peut se révéler pénalisant pour la réalisation de lasers à fibre.

Le quatrième chapitre de ce mémoire porte sur un type original de fibres en silice: des fibres dont le cœur est dopé par de l'azote. Nous avons montré qu'il est possible d'induire des variations

d'indice de réfraction supérieures à $1x10^{-3}$ dans ce type de fibre en les insolant à l'aide d'un laser à ArF sans qu'il soit nécessaire de les traiter par de l'hydrogène. Des cinétiques de croissance de réseaux de Bragg comparables au type IIA des fibres germanosilicates ont été relevées lors de l'insolation de ces fibres. Nous avons fait une observation particulièrement intéressante : un traitement par de l'hydrogène inhibe toute photosensibilité de la fibre. Ce type de comportement n'avait jusqu'alors pas été observé dans les verres de silice. Nous avons montré que les réseaux inscrits dans ce type de fibres sont résistants aux radiations γ et à l'élévation de température. Avant de les incorporer dans des systèmes de capteurs, il faudra, toutefois, que des études complémentaires soient mises en œuvre. Les études préliminaires entreprises sur ces matériaux ont favorisé une collaboration entre notre groupe et l'équipe russe qui développe ces fibres. Dans le cadre d'un contrat INTAS , il est prévu de réaliser une étude des mécanismes microscopiques de la photosensibilité des fibres dopées par de l'azote (spectrométrie de transmission, observation de l'état de surface de lames de préformes insolées...).

Annexe 1 : Modélisation de l'évolution de l'indice de réfraction lors d'une insolation ultraviolette

L'objet de cette annexe consiste à montrer que l'aspect des figures 7b et 8b peut s'expliquer à l'aide d'un modèle simplifié de deux réactions photochimiques. Plus précisément, le modèle suppose que l'insolation provoque la disparition d'un constituant X (par exemple Ge-O) au profit d'un constituant Y (par exemple Ge(E')). Nous allons, par ailleurs, supposer que la transition X → Y comporte des étapes intermédiaires dont l'étape la plus lente correspond à un mécanisme à 2 photons. (Ge-O → Ge(1) et Ge(2) par exemple). Les étapes intermédiaires ne sont pas représentées sur le schéma réactionnel.

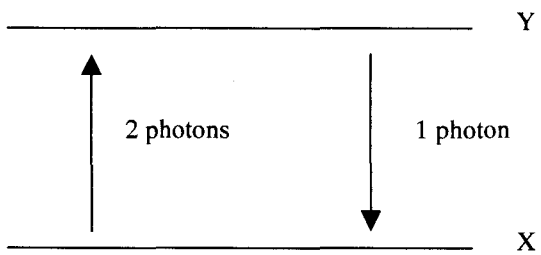


Schéma réactionnel simplifié

La transition Y-X correspond à une destruction de l'espèce Y à un photon qui conduit à la formation de X suite à des réactions intermédiaires non représentées.

Nous exprimons l'évolution de la concentration de chacun des constituants au cours de l'insolation en fonction des sections efficaces de transition σ_1 et σ_2, de l'intensité du rayonnement ultraviolet incident sur la fibre I et du temps t.

$$\frac{d[X]}{dt} = -\sigma_2 \cdot I^2 \cdot [X] + \sigma_1 \cdot I \cdot [X] \qquad \textbf{(1)}$$

$$\frac{d[Y]}{dt} = -\sigma_1 \cdot I \cdot [Y] + \sigma_2 \cdot I^2 \cdot [X] \qquad \textbf{(2)}$$

Prenons comme hypothèse l'absence du constituant Y dans la silice dopée non insolée et désignons par X_0 la concentration initiale du constituant X. La résolution du système d'équations différentielles (**1**) et (**2**) nous permet d'exprimer l'évolution de la concentration de l'espèce Y par la relation (**3**).

$$Y = X_0 \cdot \frac{\sigma_2 \cdot I^2}{\sigma_2 \cdot I^2 + \sigma_1 \cdot I} \cdot \left(1 - e^{-(\sigma_2 \cdot I^2 + \sigma_1 \cdot I)\cdot t}\right) \qquad (3)$$

La dernière hypothèse que nous poserons est que la variation d'indice est proportionnelle à la concentration de l'espèce Y. Cela revient à considérer que la disparition du constituant X n'a qu'une influence négligeable sur l'indice de réfraction. L'évolution de l'indice de réfraction du matériau au cours de l'insolation est alors représentée par la loi de saturation mono-exponentielle (**4**).

$$\Delta n(t) = k \cdot X_0 \cdot \frac{\sigma_2 \cdot I^2}{\sigma_2 \cdot I^2 + \sigma_1 \cdot I} \cdot \left(1 - e^{-(\sigma_2 \cdot I^2 + \sigma_1 \cdot I)\cdot t}\right) \qquad (4)$$

Dans l'expression (**4**), k est un facteur de proportionnalité qui lie la variation d'indice de réfraction à la concentration de l'espèce Y.

Lorsque $t \rightarrow \infty$, la relation (**4**) peut se mettre sous la forme correspondant à la relation (**5**).

$$\Delta n(t)_{t\to\infty} \approx k \cdot X_0 \cdot \frac{\sigma_2 \cdot I^2}{\sigma_2 \cdot I^2 + \sigma_1 \cdot I} \approx k \cdot X_0 \cdot \frac{\frac{\sigma_2}{\sigma_1} \cdot I}{1 + \frac{\sigma_2}{\sigma_1} \cdot I} \qquad (5)$$

Tant que $\frac{\sigma_2}{\sigma_1} \cdot I$ est petit par rapport à 1, on peut réécrire la relation (**5**) sous la forme (**6**).

$$\Delta n(t)_{t\to\infty} \approx k \cdot X_0 \cdot \frac{\sigma_2}{\sigma_1} \cdot I \qquad (6)$$

La variation d'indice de réfraction à saturation (i.e. quand $t \rightarrow \infty$) est par conséquent proportionnelle à I . Ce type d'évolution correspond aux figures 7b et 8b.

Annexe 2 : Liste des publications

Articles publiés

[1] **B. Leconte**, W.X. Xie, M. Douay, P. Bernage, P. Niay, J.F. Bayon, E. Delevaque and H. Poignant, *Analysis of color center related contribution to Bragg grating formation in Ge :SiO_2 fiber based on a local Kramers-Kronig transformation of excess loss spectra*, Applied Optics, 36, 24, 5923-5930, 1997.

[2] E.M. Dianov, K.M. Golant,R.R. Khrapko, A.S. Kurkov, **B. Leconte**, M. Douay, P. Bernage and P. Niay, *Grating formation in a germanium free oxynitride fibre*, Electronics Letters, 33, 3, 236-238, 1997.

[3] M. Douay, W.X. Xie, **B. Leconte**, T. Taunay, P. Bernage, P. Niay, P. Cordier, J.F. Bayon, H. Poignant and E. Delevaque, *Progress in silica optical fibre photosensitivity, annales des télécommunications*, 52, 11/12, 543-556, 1997.

Communications

[1] P. Bernage, T. Taunay, **B. Leconte**, M. Douay, P. Niay, J.F. Bayon, H. Poignant, F. Herlemont, J. Legrand and B. Poumellec, *Inscription kinetics and thermal stability of Bragg gratings written within heated fibers, Doped Fiber Devices*, Denver, 70-83, 1996.

[2] E. M. Dianov, K.M. Golant, R.R. Khrapko, A.S. Kurkov, **B. Leconte**, M. Douay, P. Bernage and P. Niay, *Strong Bragg gratings formation in a germanium free nitrogen - doped silica fibre*, Optical Fiber Communication 97, OSA Technical Digest Series, Dallas Texas, 387-390, 1997.

[3] S.A. Vasiliev, E.M. Dianov, K.M. Golant, O.I. Medvedkov, A.L. Tomashuk, V.I. Karpov, M.V. Grekov, A.S. Kurkov, **B. Leconte** and P. Niay, *Performance of Bragg and Long-Period Gratings Written in N and Ge doped Silica Fibers Under γ-Radiation*, RADEC 97, 4ème congrés européen, PK-8, 1997.

[4] **B. Leconte**, D. Ramecourt, M. Douay, P. Bernage, P. Niay, J.F. Bayon, H. Poignant et E. Delevaque, *Etude comparée de la photosensibilité de fibres silicates sous l'effet d'insolations par des radiations de longueur d'onde égale à 193 nm ou 244 nm*, JNOG, 1997.

[5] **B. Leconte**, W.X. Xie, M. Douay, P. Bernage, P. Niay, J.F. Bayon, E. Delevaque and H. Poignant, Local Kramers-Kronig analysis of UV induced absorption changes : *Dynamics of excess loss induced by exposure to light at 248 nm or 193 nm in Ge :SiO_2 preforms*, Bragg Gratings, Photosensitivity, and Poling in Glass Fibers and Waveguides: Applications and Fundamentals,Williamsburg Virginia, 17, 169-171, 1997.

[6] B. Poumellec, H. Cens, A. Trukhin, J.C. Krupa, **B. Leconte** and M. Bubnov, *Defect population in Ge doped silica studied by fuorescence spectroscopy,* Bragg Gratings, Photosensitivity, and Poling in Glass Fibers and Waveguides: Applications and Fundamentals,Williamsburg Virginia, 17, 80-82, 1997.

[7] E. Ternier, S. Magne, S. Rougeault, P. Ferdinand, **B. Leconte**, P. Bernage et P. Niay, *Caractérisation de réseaux de Bragg photoinscrits dans les fibres optiques dopées azote pour la mesure des hautes températures*, JNOG, 1998.

Bibliographie

1 : K.O. Hill, Y. Fujii, D.C. Johnson and B.S. Kawasaki, *Photosensitivity in optical fiber waveguides: application to reflection filter fabrication*, Appl. Phys. Lett., 32, 647-649, 1978.

2 : G. Meltz, W.W. Morey and W.H. Glenn, *Formation of Bragg gratings in optical fibers by a transverse holographic method*,Optics Letters, 14, 15, 823-825, 1989.

3 : M.M. Broer, R.L. Cone and J.R. Simpson, *Ultraviolet-induced distributed-feedback gratings in Ce^{3+}-doped silica optical fibers*,Optics Letters, 16, 18, 1391-1393, 1991.

4 : J. Albert, B. Malo, F. Bilodeau, D.C. Johnson, K.O. Hill, Y. Hibino and M. Kawachi, *Photosensitivity in Ge-doped silica optical waveguides and fibers with 193-nm ligth from an ArF excimer laser*, Optics Letters, 19, 6, 387-389, 1994.

5 : P.R. Herman, K. Beckley and S. Ness, *157-nm Photosensitivity in germanosilicate waveguides*, Bragg Gratings, Photosensitivity, and Poling in Glass Fibers and Waveguides: Applications and Fundamentals, 17, 159-161, 1997.

6 : C.J. Paddison, J.M. Dawes, D.J.W. Brown, M. Withford, R.I. Trickett and P.A. Krug, *Simultaneous fabrication of multiple fiber gratings using a frequency doubled coper vapor laser*, Optical Fiber Communication 98, 178-179, 1998.

7 : E. M. Dianov, K.M. Golant,V.M. Mashinsky, O.I. Medvedkov, I.V. Nikolin, O.D. Sazhin, S.A. Vasiliev, *Highly photosensitive nitrogen doped germanosilicate fibre for index grating writting*, Electronics Letters, 33, 15, 1334-1336, 1997.

8 : K. Imamura, T. Nakai, K. Moriura, Y. Sudo and Y. Imada, *Mechanical strength characteristics of tin-codoped germanosilicate fibre Bragg gratings by writing through UV transparent coating*, Electronics Letters, 34, 10, 1016-1017, 1998.

9 : P.J. Lemaire, R.M. Atkins, V. Mizrahi and W.A. Reed, *High pressure H_2 loading as a technique for achieving ultrahigh UV photosensitivity and thermal sensitivity in GeO_2 doped optical fibres*, Electronics Letters, 29, 13, 1191-1193, 1993.

10 : B. Poumellec, P. Guenot, I. Riant,P. Sansonetti, P. Niay, P. Bernage, J.F. Bayon, *UV induced densification during Bragg grating inscription in Ge:SiO_2 preforms*, Optical Material, 4, 441-449, 1995.

11 : D.P. Hand and Pt.St.J. Russell, *Photoinduced refractive index changes in germanosilicate fibers*, Optics Letters, 15, 2, 102-104, 1990.

12 : B. Malo, K.A. Vineberg, F. Bilodeau, J. Albert, D.C. Johnson and K.O. Hill, *Ultraviolet light photosensitivity in Ge doped silica fibers: wavelength dependence of the light induced index change*, Optics Letters, 15, 17, 953-955, 1990.

13 : M.J. Digonnet, *A Kramers-Kronig analysis of the absorption change in fiber gratings*, Proc. Soc. Photo-Opt. Instrument. Eng., 2841, 109-120, 1996.

14 : L. Landau and E. Lifchitz, *Electrodynamique des milieux continus*, Cours de Physique Théorique , Edition Mir, VIII, 341, 1969.

15 : M. Janos, J. Canning and M.G. Sceats, *Incoherent scattering losses in optical fiber Bragg gratings*, Optics Letters, 21, 22, 1827-1829, 1996.

16 : J.D. Prohaska, D.P. Machewirth and E. Snitzer, *Quenching of neodymium fluorescence by molecular hydrogen,Optics Letters*, 20, 7, 719-721, 1995.

17 : Y. Yan, A.J. Faber and H. de Waal, *Luminescence quenching by OH groups in highly Er-doped phosphate glasses*, J. of Non-Crystalline Solids, 181, 283-290, 1995.

18 : L.N. Skuja, A.N. Trukhin and A.E. Plaudis, *Luminescence in germanium doped glassy SiO_2*, Physica status solidi (a), 84, 153-157, 1984.

19 : H. Hosono, Y. Abe, D.L. Kinser, R.A. Weeks, K. Muta and H. Kawazoe, *Nature and origin of the 5 eV band in SiO_2:GeO_2 glasses*, Physical Review B, 46, 18, 11445-11451, 1992.

20 : L. Dong, J. Pinkstone, P.St.J. Russell and D.N. Payne, *Ultraviolet absorption in modified vapor deposition preforms*, J. Opt. Soc. Am. B, 11, 2106-2111, 1994.

21 : P. Niay, P. Bernage, S. Legoubin, M. Douay, W.X. Xie, J.F. Bayon, T. Georges, M. Monerie and B. Poumellec, *Behaviour of spectral transmissions of Bragg gratings written in germania-doped fibres: writing and erasing experiments using pulsed or cw UV exposure*, Opt. Commun., 113, 176-192, 1994.

22 : W.X. Xie, P. Niay, P. Bernage, M. Douay, T. Taunay, J.F. Bayon, E. Delevaque and M. Monerie, *Photoinscription of Bragg gratings within preform plates of high NA germanosilicate fibers: searching for an experimental evidence of type IIA photosensitivity in preform plates*, Opt. Commun., 124, 295-300, 1996.

23 : H.G. Limberger, P.Y. Fonjallaz and R.P. Salathé, *Spectral characterisation of photoinduced high efficient Bragg gratings in standard telecommunication fibres*, Electronics Letters, 29, 1, 47-48, 1993

24 : P.J. Lemaire, A.M. Vengsarkar, W.A. Reed and D.J. DiGiovanni, *Thermally enhanced ultraviolet photosensitivity in GeO_2 and P_2O_5 doped optical fibers,* Appl. Phys. Lett., 66, 16, 2034-2036, 1995

25 : D.L. Williams, B.J. Ainslie, J.R. Armitage, R. Kashyap and R. Campbell, *Enhanced UV photosensitivity in boron codoped germanosilicate fibres*, Electronics Letters, 29, 1, 45-47, 1993

26 : M.G. Sceats, G.R. Atkins and S.B. Poole, *Photolytic index changes in optical fibers*, Annu. Rev. Mater. Sci., 23, 381-410, 1993.

27 : D.L. Williams and R.P. Smith, *Accelerated lifetime tests on UV written intra-core gratings in boron germania codoped silica fibre*, Electronics Letters, 31, 24, 2120-2121, 1995.

28 : F. Bilodeau, B. Malo, J. Albert, D. C. Johnson, K. O. Hill, Y. Hibino, *M. Abe and M. Kawachi, Photosensitisation of optical fiber and silica-on-silicon/silica waveguides,* Optics Letters, 18, 12, 953-955, 1993.

29 : P.J. Lemaire and T. Erdogan, *Hydrogen enhanced UV photosensitivity of optical fibers: Mechanisms and reliability*, Photosensitivity and quadratic nonlinearity in glass waveguides, Portland, 22, 78-81, 1995.

30 : R.M. Atkins, P.J. Lemaire, T. Erdogan and V. Mizrahi, *Mechanisms of enhanced UV photosensitivity via hydrogen loading in germanosilicate glasses*, Electronics Letters, 29, 1234-1235, 1993.

31: S. Boj, *Réalisation de filtres sélectifs en fréquence intégrés dans les fibres optiques et applications*, mémoire de thèse, Université des Sciences et technologies de Lille, 1995.

32 : H. Patrick, S.L. Gilbert, A. Lidgard and M.D. Gallagher, *Annealing of Bragg gratings in hydrogen loaded optical fiber*, J. Appl. Phys., 78, 5, 2940-2945, 1995.

33 : T. Erdogan, V. Mizrahi, P.J. Lemaire and D. Monroe, *Decay of ultraviolet-induced fiber Bragg gratings, J. Appl. Phys.*, 76, 73-80, 1994.

34 : T. Taunay, P. Bernage, G. Martinelli, M. Douay, P. Niay, J. F. Bayon, H. Poignant, *Photosensitization of terbium doped aluminosilicate fibres through high pressure H_2 loading*, Opt. Commun., 133, 454-462, 1997.

35 : T. Taunay, *Contribution à l'étude des mécanismes de la photosensibilité de verres et de fibres dopés par des ions de terre rare ou par de l'oxyde de germanium*, mémoire de thèse, Université des Sciences et technologies de Lille, n°1935,1997.

36 : W.H. Loh and R.I. Laming, *1.55 μm phase shifted distributed feedback fibre laser*, Electronics Letters, 31, 17, 1440-1442, 1995.

37 : M. Sejka, P. Varming, J. Hubner and M. Kristensen, *Distributed feedback Er^{3+} doped fiber laser*, Electronics Letters, 31, 17, 1445-1446, 1995.

38 : T.A. Strasser, *Photosensitivity in phophorus fibers*, Optical Fiber Communication 96, 81-82, 1996.

39 : J. Albert, *Photosensitivite processes in silica glass using 193 nm light*, Photosensitivity and Self-Organization in Optical Fibers and Waveguides, 22, 229,231,1995.

40 : E.M. Dianov, K.M. Golant, R.R. Khrapko, A.S. Kurkov and A.L. Tomashuk, *Low-hydrogen silicon oxynitride optical fibers prepared by SPCVD*, J. of Lightwave Technology, 13, 7, 1471-1473, 1995.

41 : E.M. Dianov, K.M. Golant, R.R. Khrapko and A.L. Tomashuk, *Nitrogen doped silica core fibres: A new type of radiation resistant fibre*, Electronics Letters, 30, 31, 1490-1491, 1995.

42 : P. Niay, P. Bernage, M. Douay, E. Fertein, F. Lahoreau, J.F. Bayon, T. George, M. Monerie, P. Ferdinand, S. Rougeault and P. Cetier, *Behavior of Bragg gratings, written in germanosilicate fibers, against γ-ray exposure at low dose rate*, I.E.E.E. Phot. Tech. Lett., 6, 11, 1350-1352, 1994.

43 : S. Legoubin, M. Douay, P. Bernage, P. Niay, S. Boj and E. Delevaque, *Free spectral range variations of grating based Fabry Perot filters photowritten in optical fibers*, J. Opt. Soc. Am. A, 12, 8, 1687-1694, 1995.

44 : S. Legoubin, *Etude expérimentale et théorique de la réponse spectrale de composants photoinscrits dans des fibres optiques*, mémoire de thèse, Université des Sciences et technologies de Lille, n°1360, 1994.

45 : T. Erdogan, *Fiber grating spectra*, J. of Lightwave Technology, 15, 8, 1277-1294, 1997.

46 : D. Marcuse, *Theory of dielectric optical waveguides*, Academic Press Inc, 1991.

47 : L.B. Jeunhomme, *Single mode fiber optics : principles and applications*, Marcel Dekker Editeur, New York,1993.

48 : D.K.W Lam and B.K. Garside, *Characterization of single mode optical fiber filters*, Appl. Opt., 20, 440-445, 1981.

49 : D.Z. Anderson, V. Mizrahi, T. Erdogan and A.E. White, *Production of in fibre gratings using a diffractive optical element*, Electronics Letters, 29, 6, 566-568, 1993.

50 : K.O. Hill, B. Malo, F. Bilodeau, D.C. Johnson and J. Albert, *Bragg gratings fabricated in monomode photosensitive optical fiber by UV exposure through a phase mask*, Appl. Phys. Lett., 62, 10, 1035-1037, 1993.

51 : M. Rothschild, D.J. Ehrlich and D.C. Shaver, *Effects of excimer laser irradiation on the transmission, index of refraction and density of ultraviolet grade fused silica*, Appl. Phys. Lett., 55, 13, 1276-1278, 1989.

52 : P.E. Dyer, R.J. Farley and R. Giedl, *Analysis of grating formation with excimer laser irradiated phase masks*, Opt. Commun., 115, 327-334, 1995.

53 : J.L. Archambault, L. Reekie and P.St.J. Russel, *100% reflectivity Bragg reflectors produced in optical fibres by single excimer laser pulses*, Electronics Letters, 29, 5, 453-455, 1993.

54 : B. Malo, D.C. Johnson, F. Bilodeau, J. Albert and K.O. Hill, *Single excimer pulse writing of fiber gratings by use of a zero order nulled phase mask: grating spectral response and visualization of index perturbation*, Optics Letters, 18, 1277-1279, 1993.

55 : D. Pureur, *Etude de la distribution transverse d'indice photoinduite dans les fibres germanosilicates – Réalisation de lasers à fibre à cavité photoinscrite*, mémoire de thèse, Université des Sciences et technologies de Lille, n°2075, 1997.

56 : P.A. Krug, R. Solte and R. Ulrich, *Measurement of index modulation along an optical fiber Bragg grating*, Optics Letters, 20, 17, 1767-1769, 1995.

57 : L. Dong, L. Reekie, J.L. Cruz and D.N. Payne, *Grating formation in a phosporus-doped germanosilicate fiber*, Optical Fiber Communication 96, 82-83, 1996.

58 : H.G. Limberger, P.Y. Fonjallaz, P. Lambelet, R.P. Salathé, C. Zimmer and H.H. Gilgen, *OLCR characterisation of efficient Bragg gratings in optical fiber*, Photosensitivity and Self-Organization in Optical Fibers and Waveguides, Proceedings, Quebec, 2044, 272-283, 1993.

59 : Pochi Yeh et A Yariv , *Optical waves in crystals*, Wiley, 1984.

60 : B. Malo, K. O. Hill, F. Bilodeau, D. C. Johnson and J. Albert, *Point by point fabrication of micro Bragg gratings in photosensitive fibre using single excimer pulse refractive index modification technique*, Electronics Letters, 29, 18, 1668-1669, 1993.

61 : M. Fujimaki, Y. Ohki and H. Nishikawa, *Energy states of Ge-doped SiO_2 glass estimated through absorption and photoluminescence*, J. Appl. Phys., 81, 3, 1042-1046, 1997.

62 : J. Stone, *Interaction of hydrogen and deuterium with silica optical fibers: a review*, J. of Lightwave Technology, 5, 712-733, 1987.

63 : B.I. Greene, D.M. Krol, S.G. Kosinski, P.J. Lemaire and P.N. Saeta, *Thermal and photoinitiated reactions of H_2 with germanosilicate optical fibers*, J. of Non-Crystalline Solids, 168, 195-199, 1994.

64 : P.J. Lemaire, *Reliability of optical fibers exposed to hydrogen: prediction of long-term loss increases*, Optical Engineering, 30, 6, 780-789, 1991.

65 : T.E. Tsai, G.M. Williams and E.J. Friebele, *Index structure of fiber Bragg gratings in Ge-SiO_2 fibers*, Optics Letters, 22, 224-226, 1997.

66 : K. Awazu, H. Onuki and K.I. Muta, *Mechanism of photobleaching of 5 eV optical absorption band in hydrogen loaded Ge-doped SiO_2*, Photosensitivity and Self-Organization in Optical Fibers and Waveguides, 22, 204-207, 1995.

67 : J. Crank, *Mathematic of diffusion*, Oxford, U. Press, 1975.

68 : P.E. Dyer, R.J. Farley, R. Giedl, K.C. Byron and D. Reid, *High reflectivity fibre gratings produced by incubated damage using a 193 nm ArF laser*, Electronics Letters, 30, 860-862, 1994.

69 : J. Albert, B. Malo, K.O. Hill, F. Bilodeau, D.C. Johnson and S. Thériault, *Comparison of one-photon and two-photon effects in the photosensitivity of germanium-doped silica optical fibers exposed to intense ArF excimer laser pulses*, Appl. Phys. Lett., 67, 3529-3531, 1995.

70 : H. Patrick and S.L. Gilbert, *Growth of Bragg gratings produced by continuous-wave ultraviolet light in optical fiber*, Optics Letters, 18, 18, 1484-1486, 1993.

71 : T. Strasser, T. Erdogan, A.E. White, V. Mizrahi and P.J. Lemaire, *Ultraviolet laser fabrication of strong, nearly polarization-independent Bragg reflectors in germanium-doped silica waveguides on silica substrates*, Appl. Phys. Lett., 65, 26, 3308-3310, 1994.

72 : G.M. Williams, M.A. Putnam, T.E. Tsai, C.G. Askins and E.J. Friebele, *Growth Dynamics of Fiber Bragg Gratings Written with a KrF excimer Laser*, Photosensitivity and Self-Organization in Optical Fibers and Waveguides, 22, 82-84, 1995.

73 : H. Patrick and S. Gilbert, *Comparison of UV photosensitivity and fluorescence during fiber grating formation*, Photosensitivity and Self-Organization in Optical Fibers and Waveguides, 22, 229, 148-151, 1995.

74 : W.X. Xie, P. Niay, P. Bernage, M. Douay, J.F. Bayon, T. Georges, M. Monerie and B. Poumellec, *Experimental evidence of two types of photorefractive effects occuring during photoinscriptions of Bragg gratings within germanosilicates fibres*, Opt. Commun., 104, 185-195, 1993.

75 : I. Riant, F. Haller, *Study of the photosensitivity at 193 nm and comparison with photosensitivity at 240 nm. Influence of fiber tension: type IIA aging*, J. of Lightwave Technology, 15, 1464-1469, 1997.

76 : R.M. Atkins, and R.P. Espindola, *Photosensitivity and grating writing in hydrogen loaded germanosilicate core optical fibers at 325 and 351 nm*, Appl. Phys. Lett., 70, 1068-1069, 1997.

77 : T. Taunay, P. Niay, P. Bernage, M. Douay, W.X. Xie, D. Pureur, P. Cordier, J. F. Bayon, H. Poignant, E. Delevaque and B. Poumellec, *Bragg grating inscriptions within strained monomode high NA germania-doped fibres: part I. Experimentation*, J. Phys. D, 30, 40-52, 1997.

78 : S. Kannan, J.Z. Y. Guo and P.J. Lemaire, *Thermal stability analysis of UV induced fiber Bragg gratings*, J. of Lightwave Technology, 15, 8, 1478-1483, 1997.

79 : G. Robert and I. Riant, *Demonstration of two distributions of defects centers in hydrogen loaded high germanium content fibers*, Optical Fiber Communication 97, 6, 180-181, 1997.

80 : S. R. Nagel, J.B. MacChesney and K.L. Walker, *An overview of the Modified Chemical Vapor Deposition (MCVD) process and performance*, IEEE J. of Quantum Electronics, 18, 459-456, 1982.

81 : R.M. Atkins and V. Mizrahi, *Observation of changes in UV absorption bands of singlemode germanosilicate core optical fibres on writing and thermally erasing refractive index gratings*, Electronics Letters, 28, 1743-1744, 1992.

82 : D.L. Williams, S.T. Davey, R. Kashyap, J.R. Armitage and B.J. Ainslie, *Direct observation of UV induced bleaching of 240 nm absorption band in photosensitive germanosilicate glass fibres*, Electronics Letters, 28, 369-371, 1992.

83 : R.M. Atkins, V. Mizrahi and T. Erdogan, *248 nm induced vacuum UV spectral changes in optical fibre preform cores: support for a colour centre model of photosensitivity*, Electronics Letters, 29, 385-387, 1993.

84 : E. Fertein, *Contribution à l'étude des mécanismes de la photoréfraction dans des fibres optiques dopées à l'oxyde de germanium*, mémoire de thèse, Université des Sciences et technologies de Lille, n°1360, 1995.

85 : V.B. Neustruev, E.M. Dianov, V.M. Kim, V.M. Mashinsky, M.V. Romanov, A.N. Guryanov, V.F. Khopin and V.A. Tikhomirov, *Ultraviolet radiation and γ radiation induced color centers in germanium doped silica glass and fibers*, Fiber and Integrated Optics, 8, 143-156, 1989.

86 : E.V. Anoikin, A.N. Guryanov, D.D. Gusovskii, V.M. Mashinskii, S.I. Miroshnichenko, V.B. Neustreuv and V.A. Tikhomirov, *Formation and bleaching of colour centres in germanium doped silica glass by 3.68 eV photons*, Sov Lightwave Commun, 1, 29-36, 1991.

87 : B. Malo, J. Albert, D.C. Johnson, F. Bilodeau and K.O. Hill, *Elimination of photoinduced absorption in Ge-doped silica fibres by annealing of ultraviolet colour centres*, Electronics Letters, 28, 1598-1599, 1992.

88 : B. Poumellec, P. Niay, M. Douay and J.F. Bayon , *U.V. induced densification during Bragg grating writing*, Photosensitivity and Self-Organization in Optical Fibers and Waveguides, 22, 112-115, 1995.

89 : P. Cordier, S. Dupont, M. Douay, G. Martinelli, P. Bernage, P. Niay, J.F. Bayon and L. Dong, *Evidence by transmission electron microscopy of densification associated to Bragg grating photoimprinting in germanosilicate optical fibers*, Appl. Phys. Lett., 70, 10,1204-1206, 1997.

90 : L. Dong, W.F. Liu and L. Reekie, *Negative index gratings formed by a 193 nm excimer laser*, Optics Letters, 21, 24, 2032-2034, 1996.

91 : D. Ramecourt, M. Douay, P. Bernage, P. Niay et I. Riant, *Effet d'une post insolation UV uniforme d'un réseau de Bragg inscrit dans une fibre germanosilicate faiblement dopée à l'oxyde de germanium chargée en hydrogène*, JNOG, 1998.

92 : M. Poirier, S. Thibault, J. Lauzon and F. Ouellette, *Dynamic and orientational behavior of UV induced luminescence bleaching in Ge doped silica optical fiber*, Optics Letters, 18, 870-872, 1993.

93 : B. Poumellec, P. Bernage and I. Riant, *Mechanisms of refractive index change under UV irradiation in some doped SiO_2 core optical fibers*, Doped Fiber Devices, 2841, 96-108, 1996.

94 : B. Poumellec, *Links between writing and erasing (or stability) of Bragg gratings in disordered media*, Bragg Gratings, Photosensitivity and Poling in Glass Fibers and Waveguides: Applications and Fundamentals, 17, 178-180, 1997.

95 : R.J. Egan, H.G. Inglis, P. Hill, P.A. Krug and F. Ouellette, *Effects of hydrogen loading and grating strength on the thermal stability of fiber Bragg grating*, Optical Fiber Communication 96, 83-85, 1996.

96 : S. Kannan and P.J. Lemaire, Thermal reliability of Bragg gratings written in hydrogen sensitized fibers, Optical Fiber Communication 96, 84-85, 1996.

97 : J. Nishii, K. Fukumi, H. Yamanaka, K.I. Kawamura, H. Hosono and H. Kawazoe, *Photochemical reactions in GeO_2-SiO_2 glasses induced by ultraviolet irradiation: Comparison between Hg lamp and excimer laser*, Physical Review B, 52, 1661-1665, 1995.

98 : J. Nishii, N. Kitamura, H. Yamanaka, H. Hosono and H. Kawazoe, *Ultraviolet-radiation-induced chemical reactions through one and two photon absorption processes in GeO_2-SiO_2 glasses*, Optics Letters, 20, 1184-1184, 1995.

99 : I. Hosono and H. Kawazoe, *Defects formation in SiO_2:GeO_2 glasses studied by irradiation with excimer laser light*, Physical Review B, 53, 18, 921-923, 1996.

100 : F. Bruno, M. del Guidice, R. Recca and F. Testa, *Plasma enhanced chemical vapor deposition of low loss SiON optical waveguides at 1.5 μm wavelength*, Appl. Opt., 30, 31, 4560-4564, 1991.

101 : T.E. Tsai and E.J. Friebele, *Kinetics of defect centers formation and photosensitivity in Ge-SiO_2 fibers of various compositions*, Bragg Gratings, Photosensitivity and Poling in Glass Fibers and Waveguides: Applications and Fundamentals, 17, 101-103, 1997.

102 : M.D. Gallagher and U.L. Osterberg, *Ultraviolet absorption measurements in single-mode optical glass fibers*, Appl. Phys. Lett., 60, 1791-1793, 1992.

103 : R.M. Atkins, *Measurement of the ultraviolet absorption spectrum of optical fibers*, Optics Letters, 17, 469-471, 1992.

104 : H. Itoh, M. Shimizu, Y. Oshmori, and M. Nakahara, *Reaction property of diffused H_2 with defect centers in GeO_2-doped fiber*, J. of Lightwave Technology, 5, 134-139, 1987.

105 : T.E. Tsai, E.J. Friebele and D.L. Griscom, *Thermal stability of photoinduced gratings and paramagnetic centers in Ge and Ge/P doped silica optical fibers*, Optics Letters, 18, 12, 935-937, 1993.

106 : W.H. Loh, B.N. Samson, L. Dong, G.J. Cowle and K. Hsu, *High performance single frequency fiber grating-based erbium-ytterbium codoped fiber lasers*, J. of Lightwave Technology, 16, 1, 114-118, 1998.

107 : J.E. Townsend, S.B. Poole and D. Payne, *Solution doping technique for fabrication of rare earth doped optical fibres*, Electronics Letters, 23, 7, 329-331, 1987.

108 : G.A. Ball and W.W. Morey, *Continuously tunable single-mode erbium fiber laser*, Optics Letters, 17, 6, 420-422, 1992.

109 : J.L. Wagener, P.F. Wysocki, M.J.F. Digonnet, H.J. Shaw and D.J. DiGiovanni, *Effects of concentration and clusters in erbium doped fiber lasers*, Optics Letters, 18, 23, 2014-2016, 1993.

110 : L. Dong, J.L. Archambault, L. Reekie, P.St.J. Russell and D.N. Payne, *Bragg gratings in Ce^{3+} doped fibers written by a single excimer pulse*, Optics Letters, 18, 861-863, 1993.

111 : N.E. Alekseev, V.P. Gapontsev, A.K. Gromov, S.A. Zelentsova, A.A. Izyneev, V.B. Kravchenko, N.A. Paramonova and Y.P. Rudnitskii, *Influence of hydroxyl groups on the luminescent properties of phosphate glasses activated by rare earth ions*, Translated from Izvestiya Akademii Nauk SSSR, Neorganicheskie Materialy, 11, 2, 270-273, 1975.

112 : A.J. Bruce, W.A. Reed, A.E. Neeves, L.R. Copeland, W.H. Grodkiewicz and A. Lidgard, *Concentration and hydroxyl impurity quenching of the $^4I_{13/2}$-$^4I_{15/2}$ luminescence in Er^{3+} doped sodium silicate glasses*, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., 244, 157-161, 1992.

113 : S.P. Craig-Ryan , Glass structure and fabriaction techniques, Optical fibre lasers & amplifiers, 1991.

114 : R. Wyatt, *Spectroscopy of rare earth doped fibres*, Optical fibre lasers & amplifiers, 86-105, 1991.

115 : J.E. Townsend, W.L. Barnes and S.G. Grubb, *Yb^{3+} sensitised Er^{3+} doped silica optical fibre with ultra high transfer efficiency and gain*, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., 244, 143-147, 1992.

116 : L. Dong, W.H. Loh, J.E. Caplen, K. Hsu, J.D. Minelly, *Photosensitive Er/Yb optical fibers for efficient single-frequency fiber lasers*, Optical Fiber Communication 97, 6, 29-30, 1997.

117 : E.M. Dianov, K.M. Golant, R.R. Khrapko, O.I. Medvedkov, A.L. Tomashuk and S.A. Vasil'ev, *UV absorption and luminescence in silicon oxynitride prepared by hydrogen-free SPCVD-process*, Optical Material, 5, 169-173, 1996.

118 : M. Douay, W.X. Xie, B. Leconte, T. Taunay, P. Bernage, P. Niay, P. Cordier, J.F. Bayon, H. Poignant and E. Delevaque, *Progress in silica optical fibre photosensitivity*, annales des télécommunications, 52, 11-12, 543-556, 1997.

119 : F. Bakhti, *Etude et réalisation de filtres passes-bande photo-inscrits dans les fibres optiques*, mémoire de thèse, Université des Sciences et technologies de Lille, n°2220, 1998.

120 : E. Ternier, S. Magne, S. Rougeault, P. Ferdinand, B. Leconte, P. Bernage et P. Niay, *Caractérisation de réseaux de Bragg photoinscrits dans les fibres optiques dopées azote pour la mesure des hautes températures*, JNOG, 1998.

121 : S.A. Vasiliev, E.M. Dianov, K.M. Golant, O.I. Medvedkov, A.L. Tomashuk, V.I. Karpov, M.V. Grekov, A.S. Kurkov, B. Leconte and P. Niay, *Performance of Bragg and Long-Period Gratings Written in N and Ge doped Silica Fibers Under γ-Radiation*, RADEC 97, PK.8,1997.

UNIVERSITÉ DES SC ET TECHN. BIBLIOTHÈQUE UNIVERSITAIRE LILLE