

50376  
2004  
239

N° d'ordre : 3528

# THESE DE DOCTORAT

présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

pour obtenir le titre de

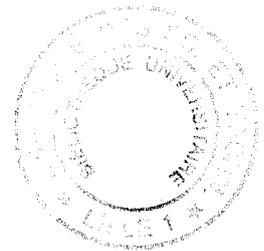
**DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LILLE**

Discipline :

Lasers, MOlécules et Rayonnement Atmosphérique

Par

**Matthieu LANCRY**



## **Contribution à l'étude de méthodes de sensibilisation de fibres optiques de communication et mécanismes associés**

*Soutenue le 8 décembre 2004 devant la commission d'examen :*

B. POUMELLE	Directeur de Recherche au CNRS Université de Paris Sud	Rapporteur
A. BOUKENTER	Professeur Université Jean Monnet (St Etienne)	Rapporteur
P. CORDIER	Professeur, Université de Lille 1	Examineur
C. DEPECKER	Chargé de Recherche au CNRS Université de Lille 1	Examineur
M. DOUAY	Professeur, Université de Lille 1	Examineur
I. RIAN	Ingénieur Alcatel	Examineur
P. NIAY	Professeur, Université de Lille 1	Directeur de thèse



# REMERCIEMENTS

Ce travail de thèse soutenu par une bourse MENRT a été réalisé au sein du Laboratoire de Dynamique Moléculaire et Photonique, à l'Université des Sciences et Technologies de Lille sous la direction de P. NIAY.

J'exprime tout d'abord ma reconnaissance à Jean Michel ROBBE, Directeur du PhLAM pour son accueil dans le laboratoire. Je voudrais ensuite remercier vivement P. NIAY et M. DOUAY pour leur disponibilité. 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 quatre années ainsi que la part d'initiative qu'ils m'ont laissée dans le choix des voies à explorer.

Je remercie Aziz BOUKENTER, Professeur à l'Université de Saint-Étienne, et Bertrand POUMELLEC, Directeur de Recherches à l'Université de Paris Sud, d'avoir accepté la lourde tâche d'être rapporteurs de ce travail de thèse.

Je remercie sincèrement Patrick CORDIER, Professeur à l'USTL, Christophe DEPECKER, Chargé de Recherche à l'USTL, et Isabelle Riant, Ingénieur Recherche Alcatel, d'avoir accepté d'examiner mon mémoire de thèse.

Je voudrais aussi exprimer ma reconnaissance à l'ensemble des membres du PhLAM avec lesquels j'ai eu de nombreuses fois l'occasion de travailler. Je salue plus particulièrement : Yves QUIQUEMPOIS, Gilbert MARTINELLI pour ses nombreuses idées, Jean PESEZ, Jonathan COURBE et l'équipe de mécanique pour leur aide technique, Marie-Thérèse LEDEE, Serge, André, Jean-Marie pour leur disponibilité et leur aide.

J'associe à ces remerciements tous mes collègues et amis pour leur soutien, leur aide mais aussi pour leur bonne humeur : Gonzague AGEZ, Quentin THOMEN, Hans LIGNIER, Emmanuel KERRINCKX, Vincent BEUGIN, Alexandre KUDLINSKI, Francisco LOPEZ GEJO, Arif HIDAYAT ....

# Table des matières

<b>Introduction</b>	<b>5</b>
<b>1 Méthodes expérimentales et traitement des résultats</b>	<b>11</b>
1.1 Présentation des échantillons et des protocoles expérimentaux liés aux procédés de sensibilisation	11
1.2 Montages et dispositifs expérimentaux permettant de photo inscrire, de caractériser et de détruire thermiquement les réseaux de Bragg . . . . .	17
1.3 Détermination de $\Delta n_{mod}$ et $\Delta n_{moy}$ à partir des caractéristiques spectrales des réseaux Bragg	22
1.4 Enregistrement des spectres d'excès de pertes dans la fibre optique SMF 28 et dans les lames de préforme USTL . . . . .	24
<b>2 Étude de la photosensibilité des verres germanosilicates hydrogénés</b>	<b>31</b>
2.1 Présentation de quelques problèmes rencontrés lors de l'utilisation de la méthode d'hydrogénation à haute pression et à température ambiante . . . . .	34
2.2 Étude des cinétiques de photo inscription de réseaux de Bragg dans des fibres SMF 28 chargées en hydrogène . . . . .	37
2.3 Étude de la stabilité thermique de réseaux de Bragg photo inscrits dans des fibres SMF 28 chargées en hydrogène . . . . .	41
2.4 Préambule . . . . .	48
2.5 Modifications spectrales provoquées par l'insolation uniforme d'une lame de préforme ou d'une fibre germanosilicate hydrogénée . . . . .	51
2.6 Le dégazage . . . . .	65
2.7 Stabilité thermique des modifications spectrales photo induites dans un verre germanosilicate hydrogéné par insolation au moyen d'un laser à ArF ou à KrF . . . . .	68
<b>3 Étude de la photosensibilité des verres germanosilicates hypersensibilisés au moyen d'une insolation uniforme</b>	<b>75</b>
3.1 Préambule . . . . .	78
3.2 Étude des cinétiques de photo inscription de réseaux de Bragg dans des fibres SMF 28 hypersensibilisées . . . . .	80
3.3 Stabilité thermique du procédé d'hypersensibilisation par UV ( $\lambda_p = 248\text{ nm}$ ) . . . . .	97
3.4 Stabilité thermique des variations d'indice de réfraction créées dans des fibres SMF 28 hypersensibilisées . . . . .	101
3.5 Préambule . . . . .	110

3.6	Recherche de la densification provoquée par l'insolation d'une lame de préforme hypersensibilisée au moyen d'un système de franges ultraviolettes . . . . .	111
3.7	Modifications spectrales provoquées par insolation uniforme d'une lame de préforme ou d'une fibre SMF 28 hypersensibilisée. Les lasers utilisés pour les insolutions sont des lasers à KrF ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) ou à ArF ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) . . . . .	112
<b>4</b>	<b>Étude de la photosensibilité des verres germanosilicates sensibilisés par chargement en espèces hydroxyles</b>	<b>125</b>
4.1	Préambule . . . . .	128
4.2	Étude des cinétiques de photo inscription de réseaux de Bragg dans des fibres SMF 28 sensibilisées par chargement en hydroxyles . . . . .	129
4.3	Persistance du procédé de sensibilisation par chargement en hydroxyles . . . . .	137
4.4	Stabilité thermique des variations d'indice de réfraction créées dans des fibres SMF 28 sensibilisées par chargement en hydroxyles . . . . .	140
4.5	Préambule . . . . .	144
4.6	Modifications spectrales provoquées par élévation de la température d'une lame de préforme ou d'une fibre germanosilicate hydrogénée à une valeur supérieure à $700^\circ\text{C}$ pendant un court instant . . . . .	145
4.7	Modifications spectrales provoquées par insolation uniforme d'une lame de préforme ou d'une fibre SMF 28 sensibilisée par chargement en hydroxyles . . . . .	150
<b>5</b>	<b>Synthèse des résultats et discussion</b>	<b>157</b>
<b>I</b>	<b>Comparaison de la photosensibilité des fibres SMF 28 sensibilisées au moyen des trois méthodes étudiées</b>	<b>159</b>
5.1	Comparaison des cinétiques de photo inscription de réseaux de Bragg dans des fibres SMF 28 sensibilisées . . . . .	160
5.2	Recherche d'une corrélation entre les variations d'indice de réfraction et les excès de pertes situés vers $1,4 \mu\text{m}$ créés lors d'insolutions de fibres SMF 28 sensibilisées . . . . .	162
5.3	Étude de la permanence des procédés de sensibilisation (hypersensibilisation par UV ou chargement en espèces hydroxyles) . . . . .	164
5.4	Comparaison de la stabilité thermique de réseaux de Bragg photo inscrits dans des fibres SMF 28 sensibilisées par les différents procédés . . . . .	165
<b>II</b>	<b>Étude des pertes photo induites dans des fibres SMF 28 ou dans des lames de préforme USTL sensibilisées</b>	<b>169</b>
5.5	Traitement des données . . . . .	170
5.6	Étude de la formation des défauts et des espèces chimiques hydrogénées au cours de l'insolation ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ou $248 \text{ nm}$ ) d'un verre hydrogéné . . . . .	182
5.7	Étude des dynamiques de croissance des défauts et des espèces hydrogénées photo induits au cours de l'insolation d'un verre germanosilicate hypersensibilisé par UV . . . . .	194

5.8	Le procédé d'hypersensibilisation par UV : Quelle peut être l'origine du gain en photosensibilité compatible avec l'existence d'un optimum en fonction de $N_{pre}$ ? . . . . .	197
5.9	La méthode de chargement en hydroxyles . . . . .	204
5.10	Pourquoi les réseaux inscrits dans des fibres hypersensibilisées (ou chargées en hydroxyles) sont plus stables que les réseaux inscrits dans des fibres hydrogénées ou non traitées ? . . . .	212
<b>Conclusion</b>		<b>215</b>
<b>A Notion de réseau de Bragg uniforme</b>		<b>219</b>
<b>B Réalisation des franges d'interférences avec un masque de phase</b>		<b>221</b>
<b>C Détermination de <math>\Delta n_{mod}</math> et <math>\Delta n_{moy}</math> dans les fibres optiques au cours des expériences d'inscription ou de vieillissement accéléré</b>		<b>223</b>
<b>D Définition des quantités <math>NICC_{mod}(t, T)</math>, <math>NI_{mod}(t, T)</math> et <math>NBW(t, T)</math> utilisées pour présenter les résultats des expériences de vieillissement accéléré de réseaux de Bragg</b>		<b>227</b>
<b>E Détermination de la variation du coefficient d'absorption induite par insolation lumineuse d'une fibre optique</b>		<b>231</b>
<b>F Définition de la densité optique, calcul de la densité optique différentielle et des pertes en excès approchées</b>		<b>233</b>
<b>G Modélisation de l'évolution de l'indice de réfraction lors de l'insolation UV d'un verre hydrogéné</b>		<b>237</b>
<b>H Modélisation de l'évolution de l'indice de réfraction lors de l'insolation UV d'un verre hypersensibilisé</b>		<b>241</b>
<b>I Utilisation des relations de Kramers-Kronig pour déterminer les contributions aux variations d'indice qui résultent de la formation (ou du blanchiment) de bandes de défauts</b>		<b>243</b>
<b>Publications</b>		<b>245</b>
<b>Bibliographie</b>		<b>247</b>



# Introduction

Sous l'effet d'une insolation lumineuse uniforme ou non (en général ultraviolette), l'indice de réfraction de la plupart des verres de silice se modifie de façon permanente. Cet effet est désigné sous le nom de photosensibilité [1, 2]. Ce dont il s'agit ici est un changement d'indice de réfraction de l'ordre de  $10^{-5}$  à  $10^{-2}$  induit dans l'infrarouge vers  $1,5 \mu m$ . Le phénomène se révèle intéressant pour les télécommunications optiques dans la mesure où il permet l'inscription de composants optiques passifs dans le coeur des fibres optiques [3] ou dans des films planaires.

Au début des années 1990, l'ordre de grandeur des variations d'indice photo induites dans les fibres optiques germanosilicates dépassait rarement  $10^{-4}$ . Cette valeur se révélait encore trop faible pour la plupart des applications (telles que la compensation de dispersion chromatique ou l'égalisation du gain des amplificateurs optiques), si bien que de nombreux travaux ont été entrepris à cette époque afin d'augmenter la photosensibilité des fibres optiques. L'examen de la littérature permet de distinguer les deux démarches suivies pour atteindre cet objectif. La première consiste à fabriquer des verres avec une forte photosensibilité intrinsèque, par exemple en augmentant la concentration de l'oxyde de germanium contenu dans le coeur, et (ou) en y introduisant de nouveaux dopants (par exemple du bore [4] ou de l'étain [5]), ou en modifiant les paramètres de fabrication des fibres. La seconde démarche consiste à augmenter la photosensibilité du verre par exemple en utilisant les propriétés de photosensibilisation de l'hydrogène moléculaire [6] (ou en plaçant la fibre sous contrainte lors de l'insolation [7]).

Plus précisément, la méthode de sensibilisation par chargement en hydrogène est la plus utilisée : elle consiste à faire diffuser de l'hydrogène moléculaire sous forte pression (typiquement 100 à 200 bars) dans le coeur de la fibre ou dans le verre germanosilicate avant de l'insoler [8]. Avec un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde égale à 248 nm, l'hydrogénation d'un matériau classique  $Ge : SiO_2$  fait gagner un facteur de 40 à 250 sur la valeur de la photosensibilité à saturation. Le procédé d'hydrogénation a ensuite été généralisé avec succès à de nombreux types de fibres optiques en silice dopée [9, 10] si bien que des variations d'indice de l'ordre de  $10^{-3}$  peuvent être obtenues dans ces matériaux à condition toutefois de choisir convenablement la longueur d'onde du laser de pompe [11].

Cependant, cette méthode complique la fabrication des composants basés sur les réseaux de Bragg et présente quelques inconvénients. Ainsi, l'inscription d'un réseau de Bragg dans une fibre germanosilicate hydrogénée s'accompagne de la formation d'espèces chimiques, telles que des hydrures et des hydroxydes. Ces espèces présentent des bandes d'absorption dans une région spectrale allant de l'ultraviolet [12] à l'infrarouge [13, 14, 15] si bien que leur formation s'accompagne de pertes en excès dans ces différentes régions spectrales. En outre, la création des espèces hydroxydes conduit à une diminution de la durée de vie des ions de terres rares utilisés pour l'amplification laser [16, 17] donc à une diminution du gain des lasers,

tous les autres paramètres étant égaux par ailleurs. D'autre part, la stabilité des réseaux fabriqués dans des fibres hydrogénées s'avère plus faible que celles de réseaux inscrits dans des fibres non hydrogénées (toutes les autres conditions étant fixées) [18, 19, 20]. Une difficulté se présente également lorsque l'on cherche à inscrire des composants dans des guides planaires chargés en hydrogène. En effet, le guide est en général situé à une distance faible (quelques microns) d'une interface avec l'air. Les molécules d'hydrogène piégées dans le guide diffusent rapidement<sup>1</sup>. De ce fait la photosensibilité du verre diminue au cours de l'inscription. Ce paramètre variable conduit à un manque de reproductibilité des caractéristiques spectrales du composant. Un problème analogue se pose lorsque l'on cherche à inscrire des réseaux à longs pas (LPG : Long Period Grating). En effet, la longueur d'onde d'un LPG est proportionnelle à la différence des indices effectifs du mode guidé fondamental et du mode de gaine vers lequel se couple le mode  $LP_{01}$ . La diffusion de l'hydrogène pendant ou après l'inscription se traduit par une modification significative de la différence de ces indices si bien que la translation de la longueur d'onde de Bragg d'un LPG inscrit dans une fibre chargée en hydrogène ( $P = 140$  atm) peut atteindre 100 nm [21]. Cet effet rend donc difficile la fabrication de LPG selon des caractéristiques reproductibles.

Plus récemment, Äslund et al. [22] à la suite des expériences de Kohnke et al (1999) [23] ont décrit un autre procédé de sensibilisation permettant de s'affranchir en partie de ces inconvénients. Le procédé décrit par Äslund et al. [22] est désigné sous le vocable "hypersensibilisation UV". Son protocole de mise en oeuvre se décompose en trois étapes :

- 1/ chargement du verre en hydrogène à température ambiante et à haute pression ( $P = 140$  atm)
- 2/ insolation uniforme du verre chargée en  $H_2$  au moyen d'un laser UV
- 3/ déshydrogénation à température modérée ( $< 110$  °C) de l'excès d' $H_2$  non lié dans la structure

Après cette série d'opération, la photosensibilité est augmentée de façon permanente si bien qu'il est possible de créer des variations significatives d'indice de réfraction ( $\Delta n \approx 10^{-3}$ ) en procédant à des insulations UV plusieurs mois après l'hypersensibilisation UV.

Un autre procédé décrit par M. Fokine permet aussi d'augmenter la photosensibilité des fibres germanosilicates [24] de façon permanente. La méthode consiste à charger la fibre par de l'hydrogène moléculaire, puis à élever sa température à 1000°C pendant un court instant ( $\approx 1$  s) en utilisant soit un four soit un laser  $CO_2$ . La fibre est placée ensuite à température ambiante pendant 15 jours si bien que, après ce délai, la pression résiduelle d'hydrogène dans la fibre est voisine de zéro. J. Albert et al. ont montré que ce procédé permettait aussi d'augmenter la photosensibilité de fibres en silice pure [25]. L'insolation de la fibre en silice pure, ainsi traitée, par une radiation issue d'un laser de longueur d'onde 193 nm provoque une variation de l'indice de réfraction supérieure à  $5 \cdot 10^{-4}$  sans que la saturation de la photosensibilité ne soit atteinte. Cette nouvelle méthode de photosensibilisation ouvre donc la possibilité d'inscrire des composants à réseaux de Bragg dans les fibres fabriquées par assemblage de cylindres de silice pure (telles que les fibres à bande interdite par exemple) ou dans des guides planaires germanosilicates.

A mon arrivée au laboratoire, il m'a été proposé d'effectuer une comparaison entre les trois méthodes de sensibilisation des fibres optiques germanosilicates en terme d'efficacité, de stabilité des procédés et des variations d'indice. Il s'agissait de déterminer les conditions expérimentales qui conduisent à un gain maximum de photosensibilité. Les conditions de sensibilisation, la méthode utilisée pour faire diffuser l'hydrogène

<sup>1</sup>La durée caractéristique de diffusion de l'hydrogène en dehors d'une lame d'épaisseur  $5 \mu m$  est de l'ordre de 45 minutes. Cette durée est comparable à la durée typique d'inscription d'un composant.

en dehors de l'échantillon, la longueur d'onde du laser de pompe, ou la densité d'énergie par impulsion  $F_i$  utilisée pour inscrire les réseaux de Bragg constituent quelques paramètres de cette étude.

Ce programme pour être mené à bien nécessitait bien sûr de s'intéresser également aux mécanismes de la sensibilisation et à la mise en évidence des origines des changements d'indice. En effet, l'insolation UV ou visible d'un verre germanosilicate hydrogéné (ou non) se traduit par une modification des populations des défauts ponctuels et par des modifications du spectre d'absorption sur une large région spectrale ; en particulier par une augmentation de l'absorption UV au voisinage de la bande interdite caractéristique du verre. Cet excès de pertes significatif dans l'UV est appelé photochromisme UV. Il traduit le fait que la polarisabilité du milieu est modifiée par l'insolation. Cette modification du spectre d'absorption révèle une modification de la permittivité diélectrique complexe (le coefficient d'absorption est proportionnel à la partie imaginaire de cette permittivité). Les propriétés analytiques de la permittivité complexe permettent de montrer que la partie réelle et la partie imaginaire constituent des quantités conjuguées par la transformation de Kramers-Kronig. A partir de cette observation, de nombreux auteurs [26, 27, 28, 29] ont utilisé cette transformation afin de calculer les variations de la partie réelle de la permittivité (proportionnelle au carré de l'indice) à partir de celles du coefficient d'absorption [30]. De ce fait, l'enregistrement des spectres d'excès de pertes induits 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. La décomposition de ces spectres en composantes Gaussiennes correspondant à des centres de défauts identifiés permet alors de relier l'évolution des populations de défauts aux conditions d'insolation. Les modèles phénoménologiques basés sur l'évolution de populations de défauts peuvent ainsi être confortés ou invalidés à partir de la connaissance des spectres d'absorption enregistrés dans une large gamme spectrale. De façon complémentaire, la connaissance de la stabilité des changements d'indice photo induits permet aussi d'identifier les espèces ou les centres de défauts responsables du changement d'indice car elle permet d'établir des corrélations entre la stabilité thermique de ces espèces et celle des changements d'indice.

La fibre germanosilicate SMF 28 fabriquée par Corning constitue une référence mondiale dans le domaine des télécommunications. De ce fait, nous avons choisi de faire porter nos études sur cette fibre standard. Cette étude nécessitait idéalement de disposer de lames de préforme de cette fibre. Ces lames ne sont pas disponibles dans le commerce. De ce fait, pour que nous puissions mener à bien nos études, la société Alcatel nous a fourni des préformes de composition chimique voisine de celle de la fibre SMF 28. Par ailleurs, devant la multiplicité des paramètres de l'étude, nous avons limité les sources d'insolation aux lasers ArF ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) et KrF ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ). Les échantillons ont été chargés en hydrogène à une pression fixe égale à 140 atm.

Le mémoire est organisé de la façon suivante.

Le premier chapitre est consacré à la description des méthodes expérimentales et au traitement des données. Il est décomposé en quatre sections.

Une première section traite de la description des échantillons utilisés dans nos études ainsi que des protocoles utilisés pour les sensibiliser. L'estimation des variations d'indice de réfraction créées soit par insolation ou par élévation thermique des fibres optiques a été effectuée en enregistrant les évolutions des caractéristiques spectrales de réseaux de Bragg uniformes à pas court. Les montages expérimentaux utilisés pour photo inscrire et analyser les caractéristiques spectrales de ces réseaux sont décrits dans une deuxième section. Cette section comprend aussi une description du dispositif utilisé pour effectuer les expériences de vieillissement accéléré. La troisième section est tout d'abord consacrée à préciser la notion de photosensibi-

lité, puis présente les méthodes utilisées pour extraire les variations d'indice des caractéristiques spectrales des réseaux. Notre contribution à l'étude des mécanismes a consisté à examiner les corrélations entre les changements photo induits de transparence des verres et de l'indice de réfraction. A cet effet, nous avons utilisé principalement des techniques classiques de spectroscopie d'absorption. Les dispositifs expérimentaux employés à cet effet sont décrits dans la quatrième section du chapitre 1.

L'étude de la photosensibilisation réalisée au moyen d'un chargement des verres germanosilicates en hydrogène moléculaire est présentée dans le chapitre 2. Ce chapitre est décomposé en deux parties principales scindées en sections.

La première partie traite des variations d'indice photo induites dans une fibre SMF 28 hydrogénée. Une première section est consacrée à l'étude des cinétiques de photo inscription des réseaux de Bragg dans la fibre SMF 28 hydrogénée. La stabilité thermique des variations d'indice photo induites par une insolation ultraviolette est ensuite décrite dans une seconde section.

La deuxième partie est consacrée à l'étude du photochromisme induit dans des verres germanosilicates hydrogénés lors d'une insolation avec un laser à ArF ou à KrF. Cette partie se décompose en trois sections. Une première section décrit la formation des spectres d'excès de pertes, induits dans des fibres ou dans des lames de préforme germanosilicates hydrogénées. La gamme spectrale étudiée s'étend de l'ultraviolet  $\{160 \text{ nm} - 300 \text{ nm}\}$  à l'infrarouge  $\{2000 \text{ cm}^{-1} - 4000 \text{ cm}^{-1}\}$  pour les lames de préforme et dans la gamme  $\{1,2 \mu\text{m} - 1,6 \mu\text{m}\}$  pour les fibres. Une seconde section traite des modifications spectrales dues au dégazage de l'hydrogène non consommé lors des insolutions réalisées dans des lames de préforme hydrogénées. La troisième section est consacrée à l'étude de la stabilité thermique des modifications spectrales photo induites.

Une contribution à l'étude du phénomène d'augmentation de la photosensibilité de verres germanosilicates par hypersensibilisation UV est présentée dans le chapitre 3. Ce chapitre est scindé en deux parties, elles mêmes décomposées en sections.

La première partie traite des variations d'indice photo induites dans une fibre SMF 28 préalablement hypersensibilisée au moyen d'une insolation uniforme. Plus précisément la première section de cette partie est relative à la détermination des conditions expérimentales de pré-insolation qui conduisent à un gain maximum de photosensibilité. L'estimation de la stabilité du procédé d'hypersensibilisation UV fait l'objet de la seconde section. La troisième section traite de la stabilité thermique des variations d'indice photo induites lors de la post-insolation de fibres SMF 28 hypersensibilisées.

La deuxième partie est relative à l'étude du photochromisme induit dans des verres germanosilicates hypersensibilisés insolés au moyen d'un laser à ArF ou à KrF. Peu d'études traitent en effet du photochromisme induit lors de la post-insolation de verres germanosilicates hypersensibilisés. Cette partie est consacrée à la mesure des excès de pertes, induits par des post-insolutions de fibres ou de lames de préforme hypersensibilisées. La gamme spectrale étudiée correspond à la gamme  $\{1,2 \mu\text{m} - 1,6 \mu\text{m}\}$  pour les fibres SMF 28. Elle s'étend de l'ultraviolet  $\{160 \text{ nm} - 300 \text{ nm}\}$  à l'infrarouge  $\{2000 \text{ cm}^{-1} - 4000 \text{ cm}^{-1}\}$  pour les lames de préforme.

L'étude du phénomène d'augmentation de la photosensibilité de verres germanosilicates par chargement en espèces hydroxyles fait l'objet des deux parties du chapitre 4, elles mêmes décomposées en sections.

La première partie traite des variations d'indice photo induites dans une fibre SMF 28 sensibilisée par chargement hydroxyles. Les conditions expérimentales qui conduisent à un gain maximum de photosensibilité

dans les fibres SMF 28 hypersensibilisées sont déterminées dans la première section de cette partie. Afin d'examiner l'intérêt technologique de la méthode de sensibilisation par chargement en espèces hydroxyles, la persistance du procédé a été étudiée dans une seconde section. La démarche suivie est analogue à celle utilisée pour les fibres hypersensibilisées par UV. La troisième section traite de la stabilité thermique des variations d'indice induites par insolation de fibres SMF 28 sensibilisées par chargement en hydroxyles.

La deuxième partie est consacrée à l'étude du photochromisme induit dans des verres germanosilicates chargés en hydroxyles. Il s'agit d'une étude originale puisque, à notre connaissance, aucune étude ne traite du photochromisme induit lors de la post-insolation de verres sensibilisés par ce procédé. Une première section est consacrée aux modifications spectrales provoquées par élévation de la température des échantillons à une valeur supérieure à 700°C pendant un court instant. La gamme spectrale étudiée est analogue à celle retenue dans les études présentées dans le chapitre 3. La formation des excès de pertes, induits dans des fibres ou dans des lames de préforme germanosilicates préalablement sensibilisées par chargement en hydroxyles puis insolées soit à l'aide d'un laser à ArF soit d'un laser à KrF fait l'objet de la seconde section.

La synthèse ainsi que la discussion de nos résultats font l'objet du chapitre 5 que nous avons scindé en deux parties.

La première partie est consacrée à une comparaison des résultats obtenus dans les fibres SMF 28 par les trois méthodes de sensibilisation. Plus précisément, les comparaisons portent tout d'abord sur l'aspect des cinétiques de croissance des variations d'indice photo induites soit par un laser à ArF ( $\lambda_p = 193\text{ nm}$ ) soit par un laser à KrF ( $\lambda_p = 248\text{ nm}$ ) et sur les conditions expérimentales qui conduisent à un gain maximum de photosensibilité dans les fibres SMF 28. Une tentative de corrélation entre les pertes en excès photo induites vers  $1,4\ \mu\text{m}$  et la modulation d'indice de réfraction est ensuite présentée pour chacune des trois méthodes de sensibilisation étudiée. La permanence des procédés de sensibilisation est ensuite discutée. Enfin, la stabilité des réseaux (et plus précisément la stabilité de la réflectivité et de la longueur d'onde de Bragg) fait l'objet d'une étude comparative en fonction de la méthode de sensibilisation.

Dans la seconde partie, nous présentons une contribution à l'étude du phénomène d'augmentation de la photosensibilité des fibres SMF 28 sensibilisées dans le cadre du modèle à deux réactions successives [31]. Cette partie se décompose en six sections.

La première section est consacrée aux traitements des données relatives aux expériences de spectroscopie (décomposition, quantification) ainsi qu'à une comparaison des cinétiques de croissance des espèces hydroxyles photo induites dans les fibres ou dans les préformes. Les sections 2 et 3 traitent des cinétiques des espèces hydrogénées et des défauts après décomposition des spectres d'excès de pertes, induits dans des fibres ou dans des lames de préforme germanosilicates respectivement hydrogénées ou hypersensibilisées. Le procédé d'hypersensibilisation par UV fait l'objet de la quatrième section. L'objectif de cette section est de discuter quelle peut être la nature des espèces dont la formation a été postulée pour rendre compte du gain en photosensibilité apporté par la procédé d'hypersensibilisation. L'origine du gain en photosensibilité induit par la méthode de chargement en hydroxyles est étudiée dans la section 5. Enfin, dans la dernière section, nous rendons compte phénoménologiquement du fait que les réseaux inscrits dans des fibres hypersensibilisées (ou chargées en hydroxyles) sont plus stables que les réseaux inscrits dans des fibres hydrogénées ou non traitées.

La conclusion de nos travaux fait l'objet du dernier chapitre du mémoire.



# Chapitre 1

## Méthodes expérimentales et traitement des résultats

### 1.1 Présentation des échantillons et des protocoles expérimentaux liés aux procédés de sensibilisation

#### 1.1.1 Description des échantillons

**La fibre optique SMF 28** Pour comparer les procédés de sensibilisation, nous avons décidé d'inscrire des réseaux de Bragg dans des fibres optiques de préférence à des inscriptions dans des films planaires. En effet, les réseaux sont plus faciles à réaliser et à caractériser dans les fibres optiques que dans les guides planaires. La durée de désorption de l'hydrogène moléculaire est en général plus longue dans celles-ci que dans les films planaires. En raison de la valeur du rayon de la fibre (de l'ordre de  $62,5 \mu m$ ), le coeur de la fibre reste saturé en hydrogène durant environ 48 heures à  $20^\circ C$  après que la fibre ait été sortie de l'enceinte à haute pression, et ceci à la différence de la plupart des films planaires pour lesquels l'hydrogène a complètement diffusé en dehors du coeur du guide en quelques minutes. Nous avons choisi de réaliser l'étude avec une fibre de télécommunication classique de dénomination SMF 28. Cette fibre, conçue par la société Corning, est la fibre la plus répandue sur le marché des télécommunications. Ses caractéristiques opto-géométriques sont rassemblées dans le tableau 1.1.

Référence de la fibre	SMF 28
Fabricant	Corning
Diamètre du coeur	$8,3 \mu m$
Diamètre extérieur	$125 \mu m$
Différence d'indice coeur / gaine	$0,36 \cdot 10^{-2}$
Longueur d'onde de coupure du mode $LP_{11}$	$1,2 \mu m$

TAB. 1.1 – Caractéristiques opto-géométriques de la fibre SMF 28 (données constructeur).

La longueur d'onde de coupure du mode  $LP_{11}$  est égale à  $1,2 \mu m$ . La fibre n'est donc monomode que dans le domaine spectral correspondant à des longueurs d'onde supérieures à  $1,2 \mu m$ . Les concentrations des dopants dans la fibre SMF 28 ont été déterminées à l'aide de la technique META par C. Dalle [32]. Les données sont regroupées dans le tableau 1.2. En moyenne le coeur contient 4,9 % massique de germanium.

	Coeur % atomique	Coeur % massique	Gaine % atomique	Gaine % massique
O	66,6 ± 0,04	51,6 ± 0,06	66,6 ± 0,04	53,1 ± 0,06
Si	31,9 ± 0,10	43,3 ± 0,15	32,3 ± 0,72	46,6 ± 0,03
Ge	1,4 ± 0,03	4,9 ± 0,10	0,04 ± 0,01	0,15 ± 0,05
Fluor	< 0,02	< 0,05	< 0,03	< 0,03
Chlore	< 0,09	< 0,15	< 0,08	< 0,14

TAB. 1.2 – Concentrations moyennes des différentes espèces présentes dans le coeur et la gaine d'une fibre SMF 28. Les incertitudes correspondent à la dispersion des mesures [32].

**Les lames de préforme USTL** Les échantillons massifs sont formés de lames à faces parallèles découpées perpendiculairement à l'axe des préformes. Les lames sont composées d'un coeur, d'une gaine optique ainsi que d'une partie du tube. Le diamètre de lame est de l'ordre de 2 cm tandis que celui du coeur est de 4 mm. L'épaisseur des lames doit être choisie afin de réaliser les expériences de spectroscopie d'absorption dans les meilleures conditions possibles. Le choix de l'épaisseur des lames résulte d'une série de compromis. Ce problème est discuté dans la section suivante. Des lames ont été découpées et polies. L'épaisseur des échantillons utilisés est comprise entre 30  $\mu\text{m}$  et 200  $\mu\text{m}$ .

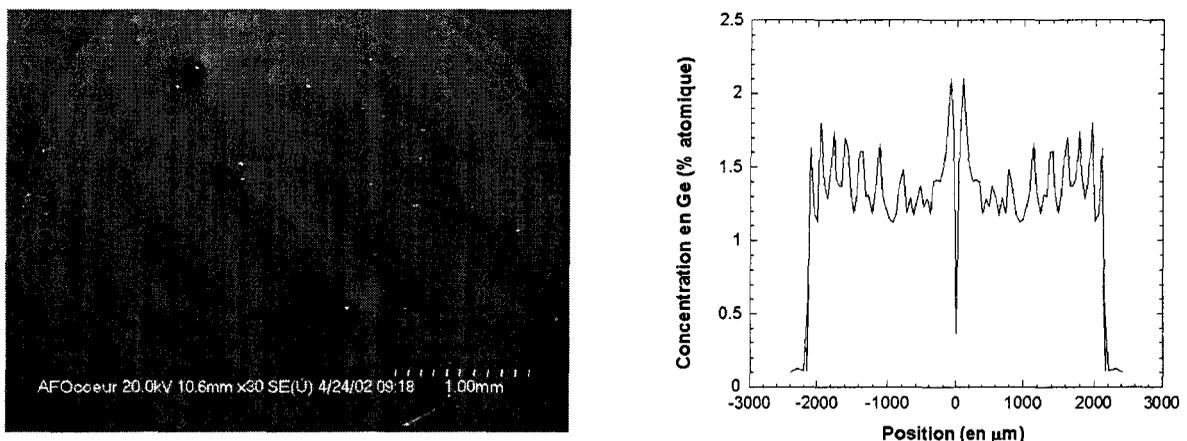


FIG. 1.1 – a) Cliché MEB du coeur d'une lame de préforme USTL. b) Évolution de la concentration en Ge le long du diamètre de la préforme USTL. Les mesures ont été effectuées par Ahmed Addad au laboratoire LSPES.

L'étude des variations radiales de la composition chimique a été réalisée au moyen d'analyses effectuées par MEB. Les analyses sont réalisées sur un échantillon épais (200  $\mu\text{m}$ ) en référence à la profondeur de pénétration des électrons. Ceux-ci sont arrêtés dans la matière par suite de collisions successives qui ont lieu dans un volume appelé "poire de diffusion" du fait de sa forme. Le volume de cette poire peut atteindre 1  $\mu\text{m}^3$  même si la taille de la sonde est petite. Les rayons X dont le spectre est utilisé pour l'analyse sont émis depuis tout ce volume.

Un profil radial a été enregistré en déplaçant la fenêtre d'analyse. La taille de la fenêtre d'analyse est de l'ordre du micron. La figure 1.1a représente un cliché MEB du coeur d'une lame de préforme. Sur cette figure, on repère le contraste de diffusion du coeur (probablement dû à la présence de germanium) ainsi que des anneaux concentriques dans le coeur. La présence des anneaux s'explique par la nature de la méthode de

déposition MCVD qui consiste à déposer à l'intérieur d'un tube des couches successives de verre dopé. Une cinquantaine de spectres ont été réalisés principalement dans le coeur. Les spectres représentent des pics caractéristiques des photons X émis par les atomes de silicium, d'oxygène, de germanium et de phosphore. Le temps d'acquisition a été fixé à 70 s. Le dépouillement des spectres enregistrés dans le coeur et la gaine est réalisé selon une méthode dont le principe est présenté dans le thèse de C. Dalle [32]. Les concentrations moyennes sont données dans le tableau 1.3 en pourcentage atomique et massique. L'incertitude est estimée à partir de la dispersion des mesures.

	Coeur % atomique	Coeur % massique	Gaine % atomique	Gaine % massique
O	65,5 ± 0,55	50,4 ± 0,42	65,2 ± 0,57	51,8 ± 0,45
Si	33,1 ± 0,75	44,7 ± 1,01	34,3 ± 0,72	47,8 ± 1,00
Ge	1,4 ± 0,26	4,9 ± 0,91	< 0,1	< 0,36

TAB. 1.3 – Concentrations moyennes des différentes espèces présentes dans la préforme USTL. Les incertitudes correspondent à la dispersion des mesures (mesures effectuées par Ahmed Addad au laboratoire LSPES).

La concentration en germanium exprimée en pourcentage atomique en chaque point du profil est représentée sur la figure 1.1b en fonction de la distance par rapport au centre de la lame de préforme. L'espèce majoritaire est l'oxygène dont la concentration est pratiquement uniforme (65,5 % atomique) dans le coeur et la gaine. Le germanium est présent uniquement dans le coeur de la lame de préforme avec une concentration moyenne de 1,4 % atomique. **Il faut noter que cette concentration est similaire à celle mesurée dans le coeur de la fibre SMF 28.** Cependant, des variations spatiales de la concentration en germanium de l'ordre de 30 % pic à pic sont détectées. De plus, on observe une concentration notablement plus faible ( $\approx 0,37\%$ ) au centre de la lame (lacune en dopant due à la méthode de déposition et au rétreint du tube). La concentration en silicium est plus faible dans le coeur que dans la gaine, certains sites étant occupés par les atomes de germanium.

## 1.1.2 Protocoles relatifs aux procédés de sensibilisation

### 1.1.2.1 Principe de la méthode de chargement en $H_2$ à haute pression et à température ambiante

Le procédé d'hydrogénation consiste en un chargement de la fibre par de l'hydrogène moléculaire sous une haute pression (typiquement 100 - 200 atm) et à température ambiante ou voisine de l'ambiante ( $\theta < 110^\circ C$ ). Lorsqu'il est réalisé à température ambiante, le chargement dure 1 mois de façon à saturer le coeur de la fibre en hydrogène moléculaire. Il s'agit d'une diffusion physique puisqu'il est admis qu'il n'y a pas de réaction entre le gaz qui diffuse et la matrice vitreuse de l'échantillon à température ambiante. Ce processus de diffusion peut donc être décrit par la loi de Fick. Les fibres optiques doivent être maintenue dans une enceinte sous une atmosphère gazeuse. La durée correspondant à une concentration en gaz dans le coeur de la fibre égale à 95 % de sa valeur à saturation peut être calculée à l'aide de la relation 1.1 [33, 34] :

$$t_{95} = \frac{0.6 b^2}{D} \quad (1.1)$$

Dans le cas de la diffusion de l'hydrogène,  $D$  représente le coefficient de diffusion de l'hydrogène dans la silice et  $b$  représente le rayon de la fibre optique ( $62,5 \mu\text{m}$  pour la fibre SMF 28). L'utilisation de cette relation suppose que la fibre peut être assimilée à un milieu parfaitement homogène (la silice). D'autre part, Lemaire et al. [8] indiquent la dépendance de ce coefficient de diffusion (en  $\text{cm}^2/\text{s}$ ) avec la température  $T$  de l'enceinte suit une relation du type :

$$D_{H_2} = D_0 \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad (1.2)$$

Dans cette expression,  $R$  représente la constante des gaz parfaits ( $8,314 \text{ J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$ ) et  $T$  la température (en Kelvin) à laquelle l'enceinte est thermalisée. La vitesse du processus augmente donc avec la température. La constante pré-exponentielle  $D_0$  peut être considérée comme indépendante des conditions ambiantes de température et de pression.  $E_a$  représente l'énergie d'activation pour le procédé de diffusion. Le stockage des fibres à une température plus faible ( $-20^\circ\text{C}$  par exemple) permet ainsi de garder le chargement en hydrogène de la fibre pendant quelques jours avant l'inscription.

### 1.1.2.2 Protocoles utilisés pour faire désorber l'hydrogène résiduel en dehors des échantillons

Deux protocoles ont été utilisés afin de permettre à l'hydrogène non consommé lors de l'insolation de diffuser en dehors des échantillons. Le premier consiste en une déshydrogénation à température ambiante. Après avoir été insolé, l'échantillon est rangé dans le laboratoire pendant environ 1 mois (la durée de dégazage dépend de l'épaisseur de l'échantillon) à température ambiante de façon à ce que l'hydrogène non consommé puisse diffuser en dehors de celui-ci. Dans les applications industrielles, la désorption de l'hydrogène est souvent accélérée par élévation de la température de la fibre au-dessus de l'ambiante. En effet comme il résulte des relations 1.1 et 1.2, le choix d'une température élevée permet de réduire le temps de préparation de la fibre avant et (ou) après la photo inscription de composants à réseaux de Bragg. La limite haute de température est fixée à  $250^\circ\text{C}$  afin d'éviter la création de pertes en excès vers  $1,5 \mu\text{m}$  qui résulteraient de la formation d'espèces chimiques (espèces OH, par exemple), accélérée par l'élévation thermique. Dans nos expériences, le protocole a consisté à accélérer le processus de diffusion en plaçant l'échantillon dans une enceinte chauffante durant quelques jours (3 jours dans le cas d'une fibre SMF 28) à  $110^\circ\text{C}$ . Les simulations numériques présentées sur la figure 1.2a montrent que ces conditions expérimentales conduisent à une diffusion complète de l'hydrogène (la pression résiduelle est inférieure à  $0,1 \text{ atm}$ ) en dehors de la fibre. L'évolution de la pression d'hydrogène au centre du cœur d'une fibre optique en silice sortie de l'enceinte est présentée sur la figure 1.2a en fonction du temps. Le paramètre de l'étude est la température  $\theta$  de l'enceinte. Les courbes sont tracées en supposant que la concentration initiale en hydrogène dissous est uniforme dans la section transverse de la fibre. La diamètre de la gaine optique de cette fibre est égal à  $125 \mu\text{m}$ .

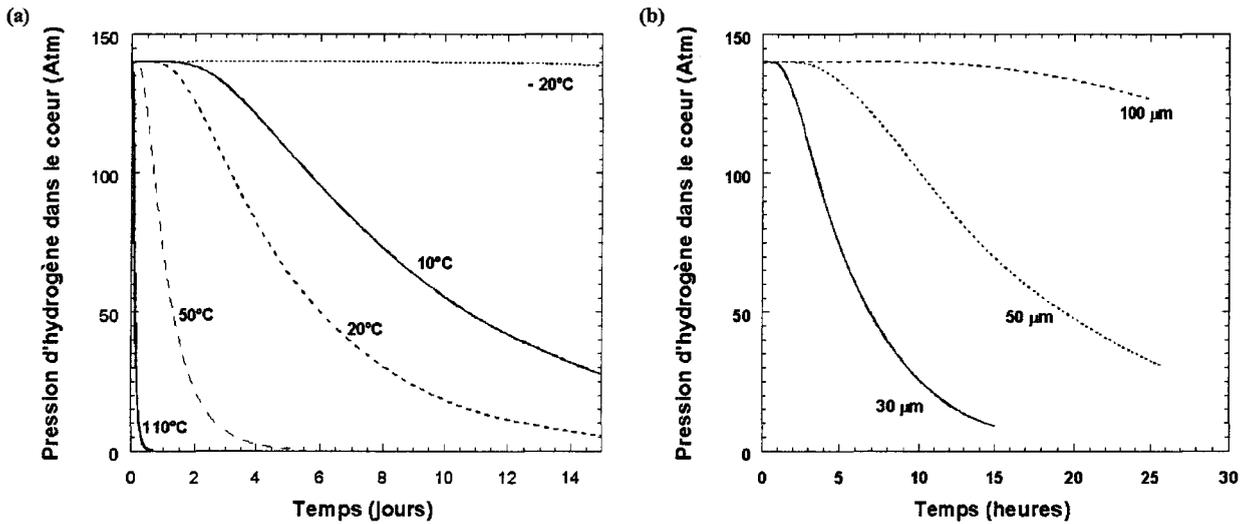


FIG. 1.2 – Évolution de la pression d'hydrogène dans le coeur d'une fibre optique chargée initialement à 140 atm placée à l'air libre, en fonction du temps. a) Le paramètre de l'étude est la température à laquelle la fibre est soumise. b) Le paramètre de l'étude est l'épaisseur de la lame de préforme.

### 1.1.2.3 Le procédé d'hypersensibilisation UV

Le procédé d'hypersensibilisation UV consiste tout d'abord à charger l'échantillon (fibre ou lame de préforme) par de l'hydrogène sous une haute pression ( $P = 140$  atm) à température ambiante. Ce chargement dure 1 mois en moyenne de façon à saturer le coeur de la fibre (ou de la préforme) en hydrogène moléculaire. Le coeur de l'échantillon (fibre ou lame de préforme) est ensuite insolé uniformément au moyen d'un spot en provenance du laser UV. La longueur de fibre insolée a été fixée à 2 cm. Ces insulations sont réalisées sur le banc d'inscription des réseaux de Bragg. Ainsi il est possible de se placer dans les mêmes conditions que celles qui sont utilisées lors de l'inscription des réseaux : tension exercée sur la fibre le long de l'axe égale à 20 g, densité d'énergie par impulsion, taille et position du spot fixes. L'hypersensibilisation des lames de préforme a été réalisée en insolant une face de la lame. L'insolation uniforme couvre soit tout le coeur (diamètre  $\approx 5$  mm) de l'échantillon soit une zone rectangulaire de dimensions 2 mm x 1 mm. Ces insulations uniformes sont réalisées au plus tard quelques heures après que les échantillons (fibres ou lames de préforme) aient été sortis de l'enceinte d'hydrogénation à haute pression. Dans la suite du manuscrit, le nombre de tirs reçus par l'échantillon lors de l'insolation uniforme est noté  $N_{pre}$ . La densité d'énergie par impulsion et la fluence cumulée reçue par l'échantillon sont notées respectivement  $F_{pre}$  et  $F_c^{pre}$ . Après l'insolation uniforme, l'échantillon est déshydrogéné selon l'une des deux méthodes précédemment décrites (soit 1 mois à température ambiante, soit quelques jours à 110°C).

### 1.1.2.4 Le procédé de sensibilisation par chargement en espèces hydroxyles

Le procédé de sensibilisation par chargement en espèces hydroxyles consiste tout d'abord en un chargement de l'échantillon (fibre ou préforme) par de l'hydrogène sous une haute pression ( $P = 140$  atm), à température ambiante. La température du coeur de l'échantillon est ensuite élevée durant un court instant ( $\approx 1$  s) en plaçant ce dernier dans un four tubulaire (décrit dans la section 1.2.2). La température  $\theta$  à laquelle le four est porté et la durée d'élévation thermique  $\Delta t_\theta$  sont les paramètres caractéristiques de cette étape.

La température des fours a été limitée à 1000°C. La longueur de fibre chauffée a été fixée à environ 5 cm. L'élévation thermique est réalisée au plus tard quelques heures après que les échantillons aient été sortis de l'enceinte d'hydrogénation à haute pression. Après l'étape de chauffage, l'échantillon est déshydrogéné selon l'une des deux méthodes précédemment décrites.

### 1.1.3 Choix des épaisseurs de lames ou de la longueur de fibre dans les expériences de spectroscopie d'absorption

Dans la pratique, il est nécessaire de prendre quelques précautions pour mesurer des valeurs du coefficient d'absorption (noté  $\alpha(\lambda, N_i)$ ) qui soient significatives. Supposons que la cause d'incertitude principale provient de la mesure des intensités du rayonnement sonde avant et après la traversée des échantillons et notons  $\Delta I$  l'incertitude affectée à ces mesures. De plus, supposons que  $\Delta I$  est indépendante de la longueur d'onde du rayonnement ainsi que du niveau du flux incident sur le détecteur. Pour que la mesure du coefficient d'absorption soit significative, il est nécessaire de vérifier :

1) que le signal délivré par le détecteur est supérieur à son bruit dans toute la gamme spectrale analysée. Le flux lumineux transmis ( $I_t$ ) par l'échantillon doit donc être suffisant pour que le rapport signal sur bruit des détecteurs soit largement supérieur à 1.

2)  $I_t \cdot \alpha(\lambda, N_i) \cdot L > \Delta I$  donc il faut rendre maximum  $I_t \cdot \alpha(\lambda, N_i) \cdot L = e^{-\alpha(\lambda, N_i) \cdot L} \alpha(\lambda, N_i) \cdot L$  d'où la condition  $L = \frac{1}{\alpha(\lambda, N_i)}$ . Cette valeur correspond à une épaisseur ou une longueur insolée conduisant à une mesure optimale du coefficient d'absorption [28]. La réalisation de la condition  $L = \frac{1}{\alpha(\lambda, N_i)}$  nécessite d'utiliser des échantillons d'épaisseurs adaptées à la zone spectrale étudiée. Ainsi, par exemple, le coefficient d'absorption du coeur d'une lame de préforme germanosilicate dopée par 3 % molaire de germanium est de l'ordre de 200  $cm^{-1}$  vers 244 nm. L'épaisseur optimale qu'il faut utiliser pour procéder à la mesure correcte de  $\alpha(\lambda, N_i)$  dans cette gamme spectrale est alors égale à 50  $\mu m$ .

Deux autres critères sont intervenus dans le choix des épaisseurs des échantillons. D'une part, des insulations UV sont réalisées dans des échantillons chargés en hydrogène et ce durant plusieurs heures. L'épaisseur des échantillons ne doit donc pas être trop petite afin de limiter les effets de la diffusion de l'hydrogène en dehors de l'échantillon. En effet, lorsque la durée de diffusion est comparable à la durée typique de l'expérience, la photosensibilité du verre diminue au cours de l'inscription ou de l'insolation uniforme. Ainsi par exemple, la durée caractéristique de diffusion de l'hydrogène en dehors d'une lame d'épaisseur égale à 10  $\mu m$  est égale à 1h30. La figure 1.2b représente donc l'évolution (à température ambiante) en fonction du temps de la pression d'hydrogène au centre du coeur d'une lame de préforme en silice placée à l'air libre. Le paramètre du réseau d'abaques est constitué par l'épaisseur des échantillons.

D'autre part, l'épaisseur de pénétration du faisceau pompe  $L_{ins}$  ne peut être confondue avec l'épaisseur  $L$  des lames de préforme. En effet, le coefficient d'absorption  $\alpha(\lambda_{sonde})$  est en général différent du coefficient d'absorption du matériau à la longueur d'onde du laser de pompe  $\alpha(\lambda_p)$ . De ce fait,  $L_{ins}$  est le plus souvent inférieure à  $L$ .  $L_{ins}$  doit donc être déterminée par une méthode annexe. Par exemple, la valeur du coefficient d'absorption des verres germanosilicates varie typiquement entre 100  $cm^{-1}$  et 200  $cm^{-1}$ . La profondeur de pénétration du faisceau UV en régime d'absorption linéaire (non saturée) est comprise entre 100  $\mu m$  et 50  $\mu m$ . Cette valeur numérique fixe ainsi l'ordre de grandeur de l'épaisseur maximale que nous devons choisir pour nos échantillons. En absence de données numériques sur  $L_{ins}$ , seules les densités optiques ou les variations de densité optique des échantillons (provoquées par les insulations ou les traitements thermiques) peuvent être déduites de l'enregistrement des spectres d'absorption.

Le choix de l'épaisseur des échantillons résulte donc d'une série de compromis. L'ensemble de ces conditions nous a conduit à choisir différents types d'échantillons :

- Des lames à face parallèle découpées dans des préformes de fibre pour les mesures des spectres d'atténuation dans la gamme spectrale {160 nm - 300 nm}. L'épaisseur des lames a été choisie, selon les paramètres de l'expérience (longueur d'onde du laser de pompe, intensité des excès de pertes formés à ces longueurs d'onde), entre 30  $\mu\text{m}$  et 50  $\mu\text{m}$ . En effet, pour éviter les problèmes liés à la désorption de l'hydrogène nous n'avons pas cherché à faire réaliser des lames d'épaisseurs inférieures à 30  $\mu\text{m}$ .
- Des lames à face parallèle découpées dans des préformes de fibre pour les mesures des spectres d'atténuation dans la gamme spectrale {2000  $\text{cm}^{-1}$  - 4000  $\text{cm}^{-1}$ }. L'épaisseur de ces lames a été choisie égale à 200  $\mu\text{m}$ .
- Des fibres optiques pour les mesures des excès de pertes photo induits dans la gamme spectrale {1,2  $\mu\text{m}$ -1,6  $\mu\text{m}$ }. La longueur des fibres est de l'ordre de 2 m afin qu'un videur de gaine puisse être utilisé lors des expériences de spectroscopie. La longueur  $L_{\text{ins}}$  de fibre irradiée transversalement ou traitée thermiquement est en général de quelques centimètres.

Les incertitudes sur les mesures de  $L$  ou de  $L_{\text{ins}}$  sont estimées à 2,5  $\mu\text{m}$  pour l'épaisseur des lames de préforme et à 100  $\mu\text{m}$  pour la longueur de fibre insolée.

## 1.2 Montages et dispositifs expérimentaux permettant de photo inscrire, de caractériser et de détruire thermiquement les réseaux de Bragg

### 1.2.1 La photo inscription des réseaux de Bragg

La méthode de photo inscription de réseaux de Bragg dans les fibres optiques consiste à insoler latéralement le coeur de la fibre, au travers des gaines mécanique et optique, par un système de franges d'interférences à deux ondes. La description des dispositifs d'obtention du champ de franges ainsi que celle du traitement des faisceaux lasers UV sont développées dans les mémoires de S. Legoubin (1994)[35], E. Fertein (1995)[28] et B. Leconte (1998)[36]. Dans le cadre du travail présenté dans ce mémoire, l'inscription de réseaux de Bragg a été réalisée à l'aide de masques de phase. Les principes des méthodes que nous avons utilisées pour inscrire et caractériser les réseaux ne sont que brièvement décrits ci-dessous. L'enregistrement du spectre de transmission de la fibre permet d'estimer la réflectivité et la longueur d'onde de résonance du réseau. Les enregistrements sont effectués de façon récurrente au cours de l'inscription des réseaux. Si l'on admet que le réseau est uniforme (notion de réseau de Bragg uniforme définie en Annexe A), ces données permettent de calculer les évolutions de l'amplitude de la modulation d'indice et de l'indice moyen en fonction du nombre d'impulsions lumineuses incidentes sur la fibre. Le principe de cette détermination est rappelé dans l'annexe C. Les quantités  $NICC_{\text{mod}}$ ,  $NI_{\text{mod}}$  et  $NBW$  utilisées pour présenter les résultats des expériences de vieillissement accéléré des réseaux de Bragg sont définies dans l'annexe D.

**Description du montage de photo inscription utilisant un masque de phase** Le schéma du montage est représenté sur la figure 1.3. Le faisceau issu du laser à ArF (ou à KrF) n'est pas polarisé. Une lentille cylindrique de génératrice horizontale focalise le faisceau sur la fibre selon un spot de dimensions 2 cm le long de l'axe de la fibre à une hauteur de l'ordre de 100  $\mu\text{m}$ . La lentille est disposée de façon à ce que le spot de focalisation se situe quelques dizaines de microns après le masque de phase. Le masque est éclairé sous incidence normale par le faisceau UV collimaté. Les dimensions latérales du faisceau incident

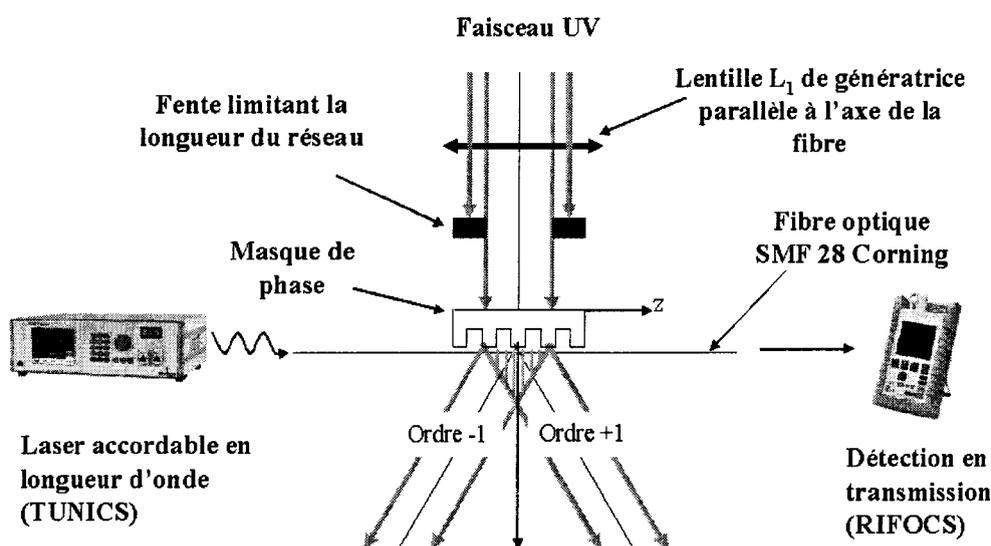


FIG. 1.3 – Schéma du montage expérimental fondé sur l'utilisation d'un masque de phase pour inscrire des réseaux de Bragg dans des fibres optiques. Vue de dessus.

sur le masque sont fixées à l'aide d'une fente verticale parallèle au plan du masque et disposée contre lui (approximation de l'optique géométrique).

Un récapitulatif des caractéristiques des masques de phase que nous avons utilisés est présenté dans le tableau 1.4. Ces masques ont été réalisés par la société IBSEN Micro Structures. Les masques de phase  $M\phi 1$  ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) et  $M\phi 2$  ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) ont une période d'environ  $1 \mu\text{m}$ . 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 efficacités portées dans le tableau sont celles mesurées au laboratoire).

Désignation	$M\phi 1$	$M\phi 2$
Longueur d'onde d'utilisation	248 nm	193 nm
Périodicité des gravures	1058,5 nm	1061 nm
Longueur d'onde de Bragg (calculée pour $n_{eff} = 1,447$ )	1531,6 nm	1535,3
Efficacité dans les ordres 0, +1, -1 (mesures effectués au laboratoire)	1.2 %, 32 %, 32 %	1 %, 34 %, 34 %
Seuil de fracture optique	$\approx 0,5 \text{ J/cm}^2$	$\approx 0,5 \text{ J/cm}^2$

TAB. 1.4 – Caractéristiques des masques de phase utilisés pour photo inscrire des réseaux de Bragg dans les fibres.

Le faisceau UV traverse le masque de phase et se trouve diffracté. L'interférence entre les ondes diffractées dans les ordres 1 et -1 conduit à la formation d'un système de franges d'interférences rectilignes dont les plans d'égales intensités sont perpendiculaires au plan du masque. Le principe de la formation des franges d'interférences par le masque de phase est rappelé en annexe B. La figure d'interférences correspond en fait à un système de franges de type Talbot en raison des interférences entre les ordres 0, 1, -1, 2, -2. Ce phénomène a été étudié par Dyer et al. [37] et B. Leconte [36] en fonction de différents paramètres (longueur d'onde, divergence du faisceau et distance entre le masque et le coeur de la fibre). Par exemple, on remarque

que la prise en compte du faisceau diffracté dans l'ordre zéro entraîne une sur-modulation périodique de l'intensité lumineuse dans une direction parallèle au plan du masque [36]. La période de la sur-modulation est égale à  $2\Lambda$  (de l'ordre de  $1 \mu m$ ).

La fibre est disposée dans un plan parallèle au masque orthogonalement aux franges. La distance entre la fibre et le masque doit ensuite être minimisée (de l'ordre de  $70 \mu m$ ) de façon à ce que le contraste des franges reste voisin de un. En effet, en raison de la divergence du faisceau, la visibilité de la figure d'interférence n'est assurée dans une direction perpendiculaire au masque qu'au voisinage de ce dernier. L'échantillon doit donc être placé au plus près de la paroi du masque et perpendiculairement aux sillons de celui-ci. Un système de visée dans deux plans perpendiculaires (utilisant deux microscopes optiques) permet de vérifier le parallélisme entre la fibre et le masque ainsi que la perpendicularité de la fibre aux traits de ce dernier.

**Les sources lasers** Pour insoler les fibres optiques, deux sources lasers de longueur d'onde différentes ont été utilisées. Les caractéristiques détaillées (données constructeur) de ces sources sont présentées dans le tableau 1.5. Ces sources correspondent à des lasers à excimère fonctionnant en régime d'impulsions. Ces lasers émettent un rayonnement de longueur d'onde 193 nm si le milieu amplificateur est constitué par un mélange de gaz Argon, Néon et HF (laser à ArF) (248 nm si il s'agit de KrF). Le faisceau émis est multimode spatial et la répartition transversale de l'énergie n'est pas homogène.

Type de laser	ArF	KrF
Fournisseur	Lambda Physik	Lambda Physik
Longueur d'onde (nm)	193	248
Énergie par impulsion	200 mJ	300 mJ
Divergence angulaire (v x h)	1 x 3 mrad	1 x 3 mrad
Dimensions du faisceau (v x h)	12 x 23 $mm^2$	12 x 23 $mm^2$
Polarisation	Non polarisé	Non polarisé
Largeur temporelle (ns)	17	23
Largeur de raie (GHz)	4027	4027
Longueur de cohérence (m)	$75.10^{-6}$	$75.10^{-6}$

TAB. 1.5 – Caractéristiques des différentes sources laser utilisées dans cette étude (données constructeur).

### 1.2.2 Vieillessement accéléré des réseaux de Bragg inscrits dans des fibres optiques et des spectres d'excès de pertes formés par insolation de fibres optiques ou de lames de préforme

Notre approche consiste à comparer les cinétiques de vieillissement accéléré de deux types de réseaux qui diffèrent par le paramètre de l'étude (par exemple la longueur d'onde du laser utilisé pour procéder à l'inscription). La méthode de vieillissement utilisée le plus souvent dans ce cas est la méthode de recuit isochrone par pas en raison de sa rapidité (si le même réseau est soumis à tous les paliers de température jusqu'à sa destruction) et du fait qu'une gamme étendue de température est explorée [38]. Cette approche ne conduit cependant qu'à une comparaison qualitative de la stabilité des deux types de réseaux faisant l'objet de la comparaison. Elle doit être utilisée avec précaution lorsque l'on s'intéresse à la stabilité de la variation photo induite d'indice moyen en raison du phénomène de relaxation des contraintes de tirage qui intervient pour des durées courtes d'élévation thermique dès  $600^\circ C$  (1 heure environ) [39].

### Montage expérimental permettant d'effectuer les élévations thermiques isochrones

**Réseaux de Bragg dans les fibres optiques** Le schéma du dispositif est représenté sur la figure 1.4. La température des réseaux est augmentée progressivement par paliers de durée fixée  $\Delta t$ . Après le palier à la température  $T$ , la température du réseau est abaissée à l'ambiante pour procéder à l'enregistrement du spectre, puis augmentée à la valeur  $T + \Delta T$  pour le nouveau palier. Pour élever la température du réseau, un four tubulaire de marque CARBOLYTE (modèle eurotherm 12/25/250 à température programmable) dont la température est fixée à une valeur  $T$  est directement translaté jusqu'au niveau du réseau dans la fibre. L'estimation de la température est effectuée au moyen d'un thermocouple fixé au centre du four. La fibre est légèrement tendue afin de la centrer transversalement dans le four. Les gradients de température longitudinaux (le long de l'axe de la fibre) ont été minimisés en fermant les extrémités du four long de 30 cm par des bouchons en alumine. Le placement du réseau au centre du four est supposé reproductible d'un palier au suivant puisque le réseau reste immobile tandis que le four fixé sur un chariot est déplacé le long d'un rail au moyen d'un vérin avec une précision de l'ordre du mm. La température du réseau placé au centre du four est donc estimée avec une précision de l'ordre de  $1^\circ\text{C}$ .

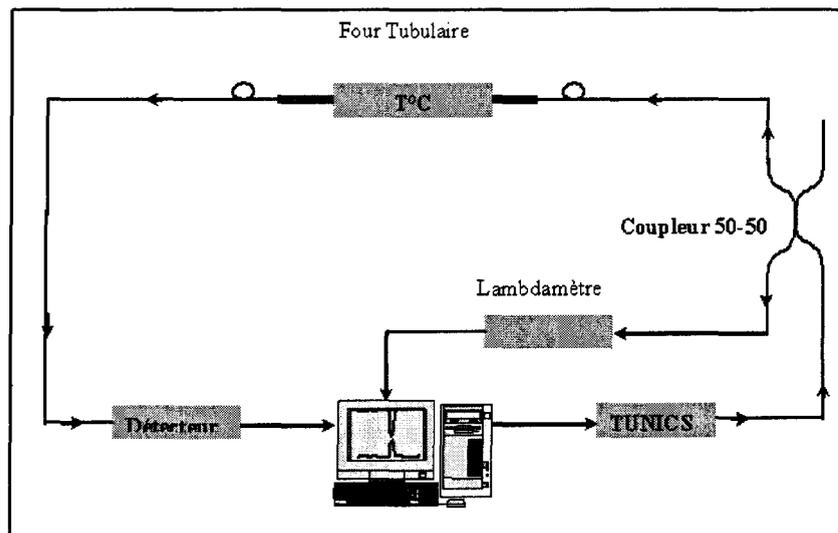


FIG. 1.4 – Dispositif expérimental mis en place pour l'étude de l'influence de la température sur la longueur d'onde de Bragg et la réflectivité des réseaux.

A chaque palier à la température  $T$ , le spectre de transmission du réseau est enregistré (fibre chaude). Après l'enregistrement du spectre du réseau à la température  $T$ , le four est déplacé de façon à ce que la température du réseau chute jusqu'à l'ambiante. Un nouveau spectre du réseau est alors enregistré. La température de la fibre est élevée, par paliers de  $50^\circ\text{C}$ , de la température ambiante jusqu'à  $1100^\circ\text{C}$ .

**Fibres ou lames de préforme après insolation** Nous nous sommes proposé de mesurer les variations de transmission d'une fibre optique ou d'une lame de préforme en fonction des cycles thermiques qu'elle a subi. A cet effet, nous avons soumis les échantillons insolés à des recuits isochrones de durée égale à 30 minutes ou 3 heures. Nous avons suivi le protocole suivant. Après les insulations UV, les échantillons sont stockés pendant 1 mois à  $20^\circ\text{C}$  ou durant 3 jours à  $110^\circ\text{C}$  (afin de permettre à la totalité de l'hydrogène

n'ayant pas réagi lors de l'insolation de diffuser hors de l'échantillon). La température des échantillons est ensuite élevée progressivement comme indiqué ci-dessous. Le dispositif permettant d'effectuer les recuits isochrones est similaire à celui décrit précédemment. Cependant, au lieu de déplacer le four pour amener son centre sur le réseau fixe, l'échantillon (fibre ou lame de préforme) est fixé sur un support mobile. C'est ce support qui est placé au centre du four. Après chaque cycle nous enregistrons le spectre de transmission de la fibre ou le spectre d'absorption (FTIR ou VUV) de la lame de préforme fixée sur son support. Par ailleurs, il est important de noter que **les expériences de recuits sont effectués dans l'air**. De ce fait, pour des températures de recuit supérieures à 700°C, l'oxygène ambiant est susceptible d'induire une réduction du verre.

### 1.2.3 Enregistrement du spectre des réseaux et caractérisation de l'uniformité de la modulation

**Dispositif expérimental utilisé pour la caractérisation spectrale des réseaux de Bragg photo inscrits dans des fibres optiques** Les caractéristiques spectrales des réseaux de Bragg sont enregistrées avec l'une ou l'autre parmi deux sources laser accordables : le TUNICS 1550 et le TUNICS BT développées par la société Photonetics. L'intensité émise par la source laser TUNICS est stable ( $< 0,01$  dB/heure), son spectre d'émission est monomode longitudinal et sa puissance optique peut atteindre 4 mW. La source est accordable sans saut de mode sur la gamme spectrale {1480 nm - 1580 nm}. L'unité de déplacement de la longueur d'onde d'émission est égale à 0,01 nm pour le TUNICS BT et 0,002 nm pour le TUNICS 1550. Lorsque une précision de l'ordre du pm est recherchée sur la mesure de la longueur d'onde de Bragg, il est nécessaire d'utiliser un interféromètre calibré. A cet effet, une partie du signal optique délivré par la source est transmis dans un "lambdamètre" (Hewlett Packard) à l'aide d'un coupleur 50/50. Les caractéristiques techniques de ces sources ainsi que celles du "lambdamètre" sont rappelées dans le tableau 1.6.

Désignation commerciale	TUNICS 1550	TUNICS BT	Lambdamètre
Domaine spectral d'utilisation (nm)	1480-1580	1500-1570	—
Précision absolue en longueur d'onde (nm)	$\pm 0,2$	$\pm 0,2$	$\pm 0,001$
Précision relative en longueur d'onde (nm)	$\pm 0,01$	$\pm 0,01$	$\pm 0,0001$
Unité de déplacement en longueur d'onde (nm)	0,002-20	0,01-20	—
Temps minimal par unité de déplacement (s)	0,1	0,1	0,33
Stabilité de l'émission (dB/heure)	0,01	0,01	—
Largeur de raie typique (kHz)	100	150	—
Puissance de sortie (mW)	$< 4$	$< 10$	—
Type de sortie (ou entrée)	Fibrée, ON = 0,1	Fibrée, ON = 0,1	Fibrée, ON = 0,1

TAB. 1.6 – Caractéristiques des sources accordables TUNICS 1550 et TUNICS BT ainsi que du lambdamètre.

Le flux lumineux issu du laser accordable est injecté dans le coeur de la fibre insolée par le champ de franges. Lorsque l'on cherche à garantir la stabilité de l'injection au cours des expériences, la sortie fibrée de la source est soudée à la fibre étudiée. Le signal optique en sortie de la fibre est collecté par un détecteur de type photodiode en InGaAs (RIFOCS 575L). Le signal électrique délivré par ce détecteur est alors 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. L'enregistrement

du spectre de transmission de la fibre permet d'estimer la réflectivité et la longueur d'onde de résonance du réseau.

### Dispositif expérimental utilisé pour vérifier l'uniformité de la modulation d'indice de réfraction

L'enregistrement du spectre de transmission de la fibre permet d'estimer la réflectivité et la longueur d'onde de résonance du réseau. Si l'on admet que le réseau est uniforme, ces données permettent de calculer les évolutions de l'amplitude de modulation et de l'indice moyen en fonction du nombre d'impulsions lumineuses incidentes sur la fibre (voir annexe C où cette détermination est présentée de façon détaillée). Par ailleurs, l'amplitude initiale du changement d'indice photo induit  $\Delta n(z, r, t = 0)$  constitue un paramètre susceptible de régir la stabilité de ce changement d'indice. En conséquence, l'inscription du réseau doit être réalisée de façon à ce que les amplitudes  $\Delta n_{mod}(z, r, t = 0)$  et  $\Delta n_{moy}(z, r, t = 0)$  soient uniformes le long de l'axe Oz et dans le coeur de la fibre. L'uniformité de la variation d'indice le long de l'axe Oz et dans le coeur de la fibre constitue un paramètre critique de nos études.

**Au début de chaque jeu d'expériences, l'uniformité longitudinale (le long de l'axe Oz de la fibre) de l'amplitude de modulation d'indice a donc été contrôlée par une méthode de diffraction latérale [40] (1995).** La méthode consiste à mesurer l'efficacité de diffraction transverse du réseau éclairé latéralement par un rayonnement sonde de longueur d'onde  $\lambda_s$ . Le faisceau sonde en provenance d'un laser He-Ne est focalisé à l'aide d'un objectif de microscope (x6) sur le coeur de la fibre dans lequel le réseau a été inscrit. L'intensité diffractée dans l'ordre -1 est enregistrée en fonction de la position du spot le long de l'axe de la fibre. La fibre optique 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. L'uniformité longitudinale de l'intensité diffractée permet de conclure à celle de  $\Delta n_{mod}$ . La résolution spatiale de ce dispositif mis en place au laboratoire par D. Ramecourt est égale à  $10 \mu m$ , l'incertitude relative sur la détermination de  $\Delta n_{mod}$  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 ainsi que le principe de la mesure sont décrits en détail dans le mémoire de thèse de D. Ramecourt [41].

Un réseau de Bragg de longueur égale à  $500 \mu m$  a été inscrit dans une fibre SMF 28 hypersensibilisée par 40 000 impulsions en provenance d'un laser à KrF. L'inscription a été réalisée à l'aide du laser à KrF et du montage à masque de phase. La figure 1.5 représente l'intensité diffractée dans l'ordre -1 en fonction de la position sur l'axe Oz du réseau. La répartition de l'intensité diffractée le long de l'axe du réseau est sensiblement uniforme.

## 1.3 Détermination de $\Delta n_{mod}$ et $\Delta n_{moy}$ à partir des caractéristiques spectrales des réseaux Bragg

Le principe de la méthode itérative utilisée pour déterminer  $\Delta n_{mod}(t)$  et  $\Delta n_{moy}(t)$  à partir des caractéristiques spectrales du réseau uniforme est rappelé dans l'annexe C.

### 1.3.1 Incertitudes sur la détermination de $\Delta n_{mod}$ et $\Delta n_{moy}$

Les différentes sources d'incertitudes qui affectent les mesures de R et de  $\lambda_B$  et de ce fait, les valeurs numériques de  $\Delta n_{mod}$  et  $\Delta n_{moy}$  sont présentées dans la référence [42]. La principale source d'incertitude intervenant dans la détermination de  $\Delta n_{mod}$  est celle relative à la mesure de la réflectivité  $R(\lambda_B)$  du réseau.

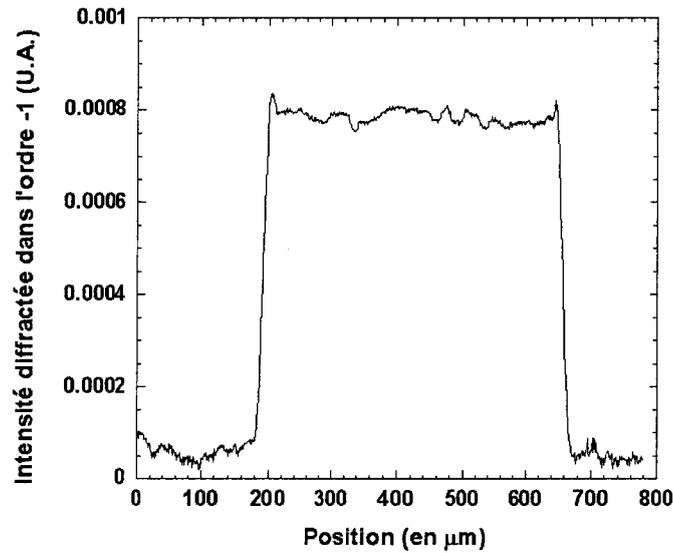


FIG. 1.5 – Mesure de l'intensité diffractée dans l'ordre -1 par un réseau de Bragg photo inscrit dans une fibre SMF 28 hypersensibilisée.

En supposant que l'incertitude  $\Delta R$  sur la mesure de  $R$  ne dépend pas de l'amplitude de  $R$ , B. Leconte (1998) [36] a montré que si l'on désire obtenir une incertitude relative sur la détermination de  $\Delta n_{mod}$  inférieure à 5 %, il faut choisir les conditions d'inscription du réseau de façon à ce que  $0,06 < R < 0,86$ . Le choix d'une longueur de réseau égale à  $500 \mu m$  permet de mesurer des amplitudes de modulation d'indice comprise entre  $2 \cdot 10^{-4}$  et  $2,5 \cdot 10^{-3}$ . Afin d'étudier la zone de croissance du réseau tel que  $\Delta n_{mod} < 2 \cdot 10^{-4}$ , des réseaux longs de 4 mm ont été inscrits. Les lois de croissance de  $\Delta n_{mod}$  déduites de l'analyse des spectres des réseaux sont donc significatives pour des valeurs de  $\Delta n_{mod}$  comprises dans l'intervalle  $[2,5 \cdot 10^{-5} - 2,5 \cdot 10^{-3}]$ .

L'incertitude sur la détermination de  $\Delta n_{moy}$  est principalement liée à celle sur la mesure de  $\lambda_B$  et sur la mesure de la variation  $\delta \lambda_B$  de cette longueur d'onde induite par le paramètre de l'étude. L'erreur relative sur la mesure de  $\lambda_B$  est estimée inférieure à 0,1%. L'incertitude sur la mesure de  $\delta \lambda_B$  est principalement liée au fait qu'il n'est possible de détecter le spectre du réseau qu'après une durée d'insolation telle que  $R(\lambda_B)$  est de l'ordre de 3% (i.e quelques dizaines ou centaines de tirs après le début de l'insolation). A l'instant  $t_1$  où le réseau est détecté, sa longueur d'onde de Bragg a déjà évolué. La détermination de  $\Delta n_{moy}(t)$  à un instant  $t > t_1$  est donc entachée d'une erreur systématique puisque l'origine de la longueur d'onde de Bragg est choisie à l'instant  $t_1$  où un spectre de réseau peut être détecté (et non à l'instant  $t = 0$  correspondant au début de l'inscription). Une façon de minimiser cette erreur consiste à calculer une origine fictive de la longueur d'onde de Bragg du réseau en supposant que  $\Delta n_{mod}(t_1) = \Delta n_{moy}(t_1)$ . **Cette correction a été effectuée systématiquement dans le traitement des résultats présentés dans la suite de ce mémoire.**

### 1.3.2 Estimation de la variation totale d'indice moyen : prise en compte de la marche d'indice créée par les méthodes de sensibilisation

Les procédés de sensibilisation (hypersensibilisation UV ou chargement en hydroxyles) des fibres sont à l'origine d'une variation de leur indice moyen et ceci avant toute inscription du réseau. Cette marche d'indice formée lors du procédé de sensibilisation sera notée  $\Delta n_{moy}^{sensibilisation}$  dans le mémoire.

Pour déterminer la variation d'indice moyen créée lors de l'inscription ou la destruction d'un réseau de Bragg, il faut tenir compte de cette marche d'indice qu'il est nécessaire de mesurer. A cet effet, nous mesurons la longueur d'onde de Bragg  $\lambda_{B\ init}^{sensibilise}$  au début de l'inscription d'un réseau dans la fibre sensibilisée et celle  $\lambda_{B\ init}^{Non-H_2}$  d'un réseau inscrit dans la fibre SMF 28 non hydrogénée dans des conditions similaires (même tension, même masque). La valeur de  $\Delta n_{moy}^{sensibilisation}$  peut se déduire de la différence ( $\Delta \lambda_B^{sensibilisation}$ ) entre la longueur d'onde de Bragg  $\lambda_{B\ init}^{sensibilise}$  et celle  $\lambda_{B\ init}^{Non-H_2}$  correspondant à un réseau inscrit dans une fibre non hydrogénée. On rappelle en effet qu'il n'existe plus d'hydrogène au sein du matériau sensibilisé au moment de l'inscription du réseau de Bragg.

$$\Delta \lambda_B^{sensibilisation} = \lambda_{B\ init}^{sensibilise} - \lambda_{B\ init}^{Non-H_2} \quad (1.3)$$

La variation totale d'indice moyen créée par le procédé de sensibilisation et l'inscription du réseau se déduit de la relation 1.4 :

$$\Delta n_{moy}(0, 296K) = \Delta n_{moy}^{inscription}(0, 296K) + \Delta n_{moy}^{sensibilisation}(0, 296K) \quad (1.4)$$

## 1.4 Enregistrement des spectres d'excès de pertes dans la fibre optique SMF 28 et dans les lames de préforme USTL

### 1.4.1 Position du problème : quelles sont les quantités mesurées ?

La détermination des excès de pertes créés par l'insolation lumineuse (ou blanchis par un recuit) repose sur une comparaison des spectres de transmission des échantillons avant et après l'insolation par le laser UV (ou après le recuit). Deux cas distincts peuvent se présenter. Tout d'abord, le coefficient d'absorption  $\alpha(\lambda_p, N_i)$  du verre germanosilicate à la longueur d'onde du laser de pompe peut être suffisamment important pour que l'on puisse pas considérer que tout élément de surface réparti dans la profondeur de l'échantillon a reçu la même fluence cumulée. Dans ce cas la variation du coefficient d'absorption  $\Delta \alpha$  (ainsi que la densité de puissance) est fonction de  $z$  (profondeur de l'échantillon) et de la durée  $t$  de l'insolation (ou du nombre  $N_i$  d'impulsions). Si par contre, l'épaisseur de l'échantillon est significativement inférieure à  $\frac{1}{\alpha(\lambda_p, N_i)}$ , on peut supposer que la variation du coefficient d'absorption induite par l'insolation est homogène sur l'épaisseur de l'échantillon.

En raison de la valeur typique de  $\alpha(\lambda_p = 193\text{ nm ou } 248\text{ nm})$  ( $\alpha(\lambda_p) \approx 200\text{ cm}^{-1}$ ,  $\frac{1}{\alpha(\lambda_p, N_i)} = 50\ \mu\text{m}$ ), il est raisonnable de supposer que l'insolation latérale du coeur d'une fibre de diamètre inférieur à  $10\ \mu\text{m}$  par ce type de laser conduit à une variation homogène de son coefficient d'absorption. Cette variation est mesurée en injectant un faisceau monochromatique de longueur d'onde accordable dans le coeur de la fibre supposée unimodale et en mesurant la variation de la puissance optique transmise qui résulte de l'insolation ou du recuit. Cette façon de procéder soulève une difficulté. Une partie non négligeable de la puissance optique véhiculée par le mode fondamental se propage dans la gaine optique selon une proportion qui dépend de

la longueur d'onde du laser de sonde. Comme il est difficile de quantifier les pertes créées dans la gaine optique en référence à celles formées dans le coeur, nous avons négligé cet effet et supposé que toute la puissance optique véhiculée par le mode subit des pertes homogènes longitudinalement et transversalement (ceci revient à supposer que  $\eta(V) = 1$ ). Cette hypothèse simplificatrice permet de conduire le calcul des pertes en excès créées par insolation de la fibre (ou blanchis par un recuit). La méthode de calcul des excès de pertes est présentée plus en détail dans l'annexe E.

Dans le cas de la spectroscopie d'absorption VUV (Vacuum Ultra Violet) ou FTIR (Fourier Transform InfraRed) conduite dans les lames de préforme USTL, ce dernier problème ne se pose pas car la zone insolée est plus importante que les dimensions du faisceau sonde. Cependant compte-tenu de l'épaisseur de la plupart des lames ( $30 \mu m < e < 200 \mu m$ ), l'hypothèse d'uniformité des pertes en excès créées dans la profondeur de l'échantillon par l'insolation UV n'est pas réaliste. Dans nos expériences, les excès de pertes créés aux longueurs d'onde de pompe et de sonde évoluent au cours de l'insolation sans qu'il soit à priori possible d'établir de corrélation entre les deux évolutions. Comme indiqué précédemment, la profondeur de pénétration du faisceau pompe n'est pas constante au cours de l'insolation. Pour s'affranchir de cette difficulté nous avons choisi d'utiliser la notion de densité optique de la lame et de déterminer la densité optique différentielle (c'est à dire la variation de densité optique) créée par une insolation ou un recuit. Cette dernière quantité ne permet pas de calculer les concentrations des espèces qui créent les pertes en excès, mais peut être utilisée pour établir des corrélations entre les évolutions des spectres dans différentes régions spectrales. La méthode de calcul de la densité optique différentielle est présentée dans l'annexe F avec quelques exemples qui illustrent sa mise en application. Des ordres de grandeur des pertes en excès créées dans les lames de préforme peuvent cependant si nécessaire être calculés au prix d'une approximation grossière. On peut en effet supposer que la profondeur de pénétration du faisceau pompe UV est égale à  $\frac{1}{\alpha(\lambda_p, N_i)}$ . Le coefficient d'absorption (en régime linéaire) du verre à la longueur d'onde du laser de pompe se mesure aisément par spectroscopie d'absorption. Cependant, la densité de puissance du faisceau pompe incident sur la lame est de l'ordre de  $10 MW/cm^2$  et l'on peut soupçonner que le régime d'absorption de la pompe soit non-linéaire. L'hypothèse formulée revient donc à confondre les coefficients d'absorption en régime linéaire et en régime non linéaire, et à supposer que ces coefficients restent inchangés au cours de l'insolation. Par ailleurs, il est possible de déterminer la valeur de la profondeur de pénétration  $L_{ins}(N_i)$  du faisceau UV en fonction du nombre d'impulsions reçues par l'échantillon par une méthode annexe.

## 1.4.2 Les expériences de spectroscopie d'absorption infrarouge

### 1.4.2.1 Généralités

Dans les expériences de spectroscopie d'absorption infrarouge (IR), l'interaction entre le faisceau sonde et l'échantillon est réalisée par couplage de l'onde électromagnétique avec le moment dipolaire des espèces chimiques qui absorbent. Le champ électromagnétique incident est absorbé pour les fréquences de résonance du matériau correspondant à des transitions autorisées par les règles de sélection. Les fréquences des radiations absorbées dans la gamme  $[600 cm^{-1} - 5000 cm^{-1}]$  correspondent par exemple aux différences d'énergie entre les niveaux de vibration (élongation symétrique ou non et flexion). Les expériences de spectroscopie d'absorption IR permettent de détecter la présence d'espèces chimiques hydrogénées (eau, groupement hydroxyles, hydrures). Différents spectromètres ont été utilisés selon que l'on enregistre les spectres d'absorption IR de fibres optiques ou de lames de préforme.

### 1.4.2.2 Mesure des excès de pertes dans les fibres SMF 28 dans le domaine spectral $\{1, 2\ \mu\text{m} - 1, 6\ \mu\text{m}\}$ où absorbent les espèces hydroxyles : méthodologie et montage expérimental

Les spectres d'excès de pertes induits ou blanchis dans les fibres optiques soit par insolation UV soit par élévation thermique sont enregistrés selon une méthode de spectroscopie d'absorption classique. La méthode consiste à mesurer la transmission spectrale de la fibre après des cycles d'insolations ou d'élévations thermiques. La gamme spectrale analysée se situe dans le domaine  $\{1, 2\ \mu\text{m} - 1, 6\ \mu\text{m}\}$ . Un schéma du dispositif utilisé est présenté sur la figure 1.6.

La longueur  $L$  des fibres optiques utilisées a été fixée à environ  $2\ \text{m}$ . Le flux lumineux issu d'une lampe blanche (lampe à filament de tungstène) constitue le rayonnement sonde. Le spectre continu issu de la source s'étend sur une large gamme spectrale allant de  $0,4\ \mu\text{m}$  à  $2\ \mu\text{m}$ . Le flux lumineux est injecté dans le coeur de la fibre à l'aide de l'objectif d'un microscope et d'un micro-bloc  $(x, y, z)$  (résolution du déplacement :  $1\ \mu\text{m}$ ). L'étendue optique du faisceau capté par l'objectif de microscope est supérieure à l'étendue optique de la fibre ce qui implique que des modes de gaine sont excités. Puisque le flux lumineux guidé par la gaine se propage jusqu'au détecteur, il s'avère indispensable de vider les modes qui se propagent dans la gaine. A cet effet, la fibre est dénudée sur quelques centimètres à l'aide d'un décapant puis nettoyée dans une cuve à ultrasons remplie d'éthanol. Cette partie dénudée est immergée dans un liquide d'indice de l'ordre de  $1,46$ . Ce liquide est déposé dans un récipient imposant un rayon de courbure de l'ordre de  $5\ \text{cm}$  à la fibre. Les modes de gaine de la fibre courbée sont des modes à fuite si bien qu'après propagation sur une dizaine de centimètres, la puissance optique guidée par la gaine devient négligeable devant la puissance optique qui se propage dans le coeur. Une autre partie de la fibre est ensuite dénudée sur  $5\ \text{cm}$  et posée sur un support à hauteur du faisceau laser ultraviolet au niveau du point de focalisation. Une tension de  $20\ \text{g}$  est appliquée à la fibre le long de son axe.

Le flux lumineux qui sort de la fibre est dirigé dans un analyseur de spectre optique de marque Advantest (modèle Q8384). La résolution spectrale de l'analyseur de spectre a été fixée à  $0,5\ \text{nm}$ . Dans un premier temps, la fibre étudiée et la fibre connectée à l'analyseur de spectre sont simplement aboutées. Cependant, la distance entre les deux interfaces induit la formation d'une cavité de type Fabry-Pérot entre les deux faces clivées. La ligne de base des spectres est alors modulée par un signal de type « spectre cannelé » dû aux réflexions multiples. Pour s'affranchir de cet inconvénient, une technique de connexion plus performante basée sur la soudure des fibres a été mise en oeuvre.

L'évolution de la transmission du coeur de la fibre est mesurée au cours de son insolation par un laser ultraviolet ou lors d'un chauffage à haute température. Les spectres sont enregistrés  $3\ \text{min}$  après la fin de la salve d'impulsions issues du laser (ou  $3\ \text{min}$  après le chauffage). Ce délai permet de séparer presque totalement le phénomène de photochromisme transitoire du photochromisme permanent que l'on cherche à mesurer. En effet suite à une insolation ultraviolette (ou à un chauffage à haute température), nous observons une chute partielle de la transmission de la fibre et ceci quelle que soit la longueur d'onde d'analyse. Après l'insolation, une remontée de la transmission est observée. Cette remontée est presque totale sur une échelle de temps de quelques minutes dans les régions spectrales où les défauts photo induits stables n'absorbent pas (c'est à dire vers  $1,2\ \mu\text{m}$  ou au-delà de  $1,5\ \mu\text{m}$ ).

Le faisceau laser utilisé pour réaliser les insolations uniformes est focalisé transversalement dans le coeur de la fibre (dénudée et nettoyée) à l'aide d'une lentille cylindrique convergente de génératrice parallèle à la fibre. Les dimensions du spot focalisé sont égales à  $2\ \text{cm}$  de long pour  $100\ \mu\text{m}$  de haut. Ces dimensions ont été mesurées à l'aide d'un papier photosensible et d'un microscope. La densité moyenne d'énergie par impulsion

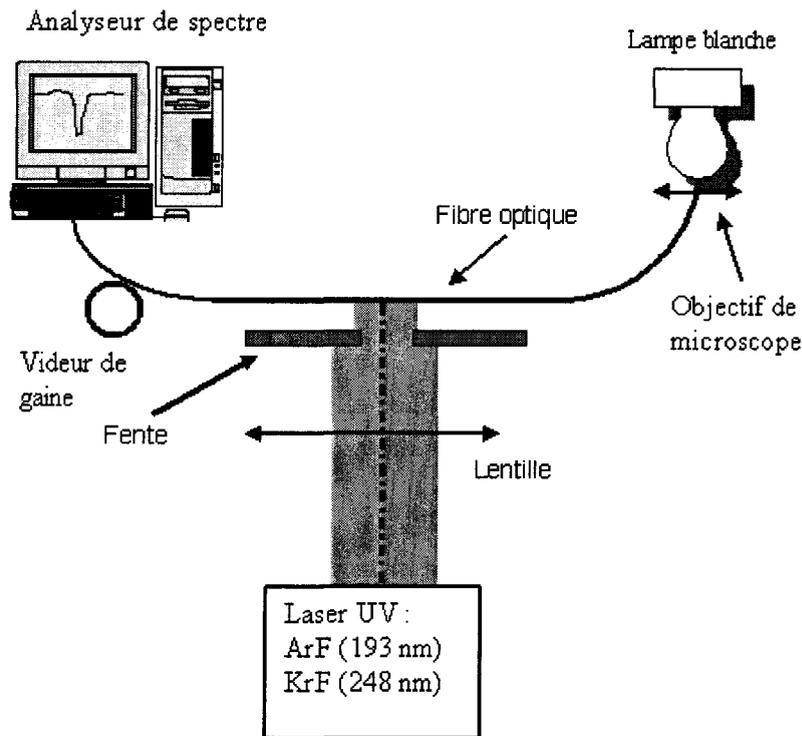


FIG. 1.6 – Dispositif expérimental utilisé pour enregistrer les variations de pertes dans les fibres optiques lors d'une insolation UV. Le domaine spectral étudié est  $\{1,2 \mu\text{m} - 1,6 \mu\text{m}\}$ .

incidente sur la fibre est déterminée à partir de la puissance incidente et de la surface du spot laser. Une table de translation automatisée permet de déplacer la fibre latéralement afin d'insoler si nécessaire une longueur de fibre supérieure à  $2 \text{ cm}$  (le déplacement maximal est de  $10 \text{ cm}$ ). La longueur insolée de fibre  $L_{ins}$  constitue en effet un paramètre important. En effet le coefficient d'absorption correspondant aux harmoniques des vibrations fondamentales des radicaux hydroxydes est relativement plus faible ( $1 \text{ ppm}$  d'ions OH conduit à une atténuation de  $38 \text{ dB/km}$  à  $1,39 \mu\text{m}$ ) que celui des modes fondamentaux. Il convient donc d'insoler une zone de plusieurs centimètres (typiquement  $2 \text{ cm}$ ). L'incertitude relative sur la mesure de la longueur insolée est égale à  $1 \%$ . L'incertitude relative sur la mesure de l'intensité du rayonnement détecté par l'analyseur de spectre dépend faiblement de l'intensité de ce rayonnement dans des conditions de détection linéaire. On peut alors assimiler l'incertitude sur la mesure de l'intensité du rayonnement détecté aux fluctuations du signal autour des valeurs mesurées. Lorsque la longueur insolée est de l'ordre de  $2 \text{ cm}$ , l'incertitude sur la mesure correspondante des excès de pertes est de l'ordre  $0,02 \text{ dB/cm}$ . Cette valeur correspond à une sensibilité de détection d'environ  $50 \text{ ppm}$  d'ions OH. L'insolation d'une longueur de fibre égale à  $1 \text{ m}$  conduirait à une sensibilité de l'ordre du ppm.

#### 1.4.2.3 Spectroscopie d'absorption infrarouge de lames de préforme étudiées par transformée de Fourier

Les spectres sont enregistrés à l'aide d'un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (Perkin Elmer 2000) dont le schéma est représenté sur la figure 1.7. Le domaine spectral d'analyse est fixé entre  $580 \text{ cm}^{-1}$  et

$5000\text{ cm}^{-1}$ . Le spectromètre est équipé d'une source blanche, d'un interféromètre de Michelson ainsi que d'un détecteur refroidi à l'azote liquide permettant de travailler dans la gamme  $\{580\text{ cm}^{-1}-15600\text{ cm}^{-1}\}$ . Cette configuration permet d'enregistrer la transmittance de l'échantillon simultanément pour toute la gamme spectrale analysée. La résolution spectrale est fixée égale à  $4\text{ cm}^{-1}$ . Cette valeur est inférieure à la largeur des bandes d'absorption que nous souhaitons mesurer [43] (plusieurs dizaines de  $\text{cm}^{-1}$ ). La résolution spatiale du spectromètre est fixée par le diamètre du diaphragme de champ. Le spectre d'absorption obtenu est donc une moyenne intégrant les différents défauts d'inhomogénéités sur une zone analysée dont le diamètre est de l'ordre de  $100\text{ }\mu\text{m}$ . Les spectres sont enregistrés dans une enceinte dont l'atmosphère est contrôlée. La vapeur d'eau et le dioxyde de carbone sont donc purgés puisqu'ils absorbent dans la gamme spectrale étudiée. Par ailleurs, chaque spectre est le résultat d'une moyenne d'au moins 50 spectres enregistrés consécutivement.

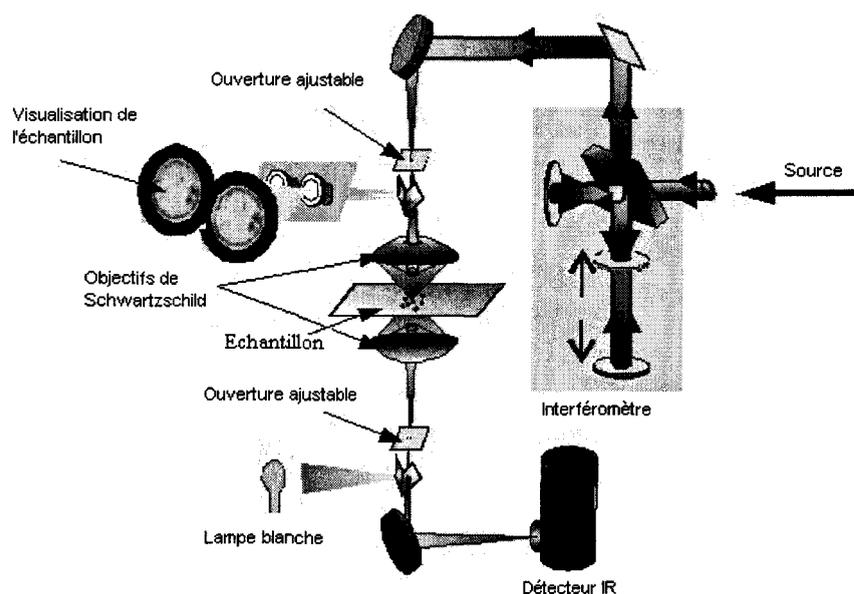


FIG. 1.7 – Dispositif d'acquisition des spectres infrarouges par transformée de Fourier

L'évolution des spectres d'absorption est enregistrée après chaque salve d'impulsions UV. Une fenêtre de quartz fixée sur une des parois de la chambre du spectromètre permet d'insoler in situ les échantillons sans les déplacer, ni affecter le niveau de la purge. Afin de procéder à ces insulations in situ, nous avons aligné un banc optique permettant de guider et de focaliser le faisceau laser sur l'échantillon. Un dispositif constitué de deux miroirs permet de diriger le faisceau laser vers l'échantillon. Une lentille en  $MgF_2$  est ensuite utilisée pour focaliser le faisceau UV sur l'échantillon à travers la fenêtre de quartz. L'angle d'incidence de faisceau UV est de l'ordre de 45 degrés. Les dimensions du spot UV à la surface de l'échantillon sont égales à  $500\text{ }\mu\text{m}$  x  $1\text{ mm}$ . La mesure de l'énergie du faisceau UV incident se fait entre la lentille de focalisation et la fenêtre de quartz. L'atténuation de la fenêtre de quartz est estimée à 15 %.

La durée des expériences est limitée à 3 heures, ce qui permet de considérer que la concentration de l'hydrogène contenue dans le coeur de la lame de préforme d'épaisseur  $200\text{ }\mu\text{m}$  reste constante. Cependant lors de certaines expériences (les recuits isochrones par exemple) il est nécessaire de sortir les échantillons hors de l'enceinte pour procéder à une élévation thermique. L'échantillon est ensuite replacé de façon à ce que le faisceau issu de la lampe blanche passe dans la même région du coeur de la lame de préforme que

celle traversée lors des enregistrements précédents. La précision requise pour remettre en place l'échantillon est de l'ordre de  $10\ \mu m$ . La mise en place des échantillons est alors effectué à l'aide d'un porte-échantillon, d'un microscope et d'une caméra reliée à un moniteur vidéo.

### 1.4.3 Expériences de spectroscopie d'absorption UV-VUV réalisées dans des lames de préforme

Le montage expérimental présenté sur la figure 1.8 est utilisé pour mesurer l'évolution des spectres d'absorption des verres germanosilicates lors d'insolations ou de recuits isochrones. Le domaine spectral analysé s'étend de  $160\ nm$  à  $300\ nm$ . Le flux d'une lampe à décharge (Hamamatsu modèle L7292) dans le deutérium fournissant un continuum de lumière dans le VUV (le spectre s'étend de  $140\ nm$  à  $300\ nm$ ) est utilisé comme rayonnement sonde. Ce flux lumineux est focalisé par un miroir concave sur la fente d'entrée (largeur =  $0,5\ mm$ ) du système dispersif. Ce système est constitué d'un spectromètre Jobin Yvon LHT 30 équipé d'un réseau mobile en rotation et de deux photo multiplicateurs. Après la dispersion par le réseau, le flux lumineux traverse une seconde fente de largeur  $0,25\ mm$  avant d'être séparé en deux composantes à l'aide d'une lame séparatrice en  $MgF_2$ . Une petite partie (5 %) du faisceau sonde est alors focalisée par un miroir concave sur le photo multiplicateur de référence (PM référence). Le faisceau ayant traversé la séparatrice est quant à lui focalisé sur le coeur de la lame de préforme. Après la traversée de l'échantillon, le faisceau signal est focalisé sur un photo multiplicateur (PM signal). Les différentes focalisations sont réalisées à l'aide de miroirs concaves recouverts d'un dépôt d'aluminium.

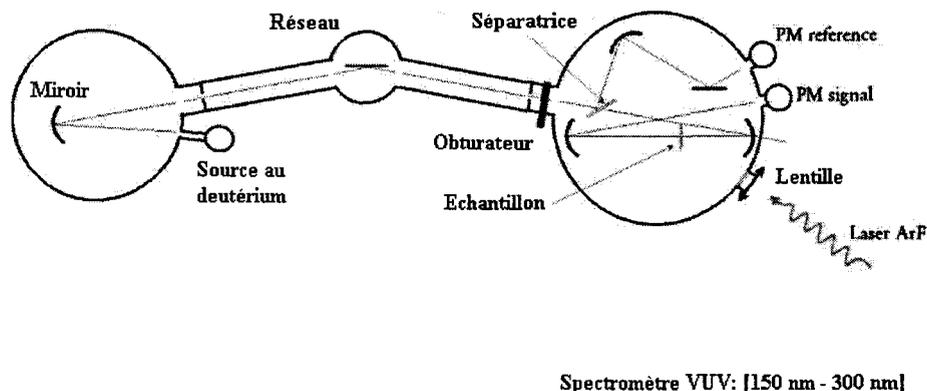


FIG. 1.8 – Description du dispositif expérimental utilisé pour enregistrer les spectres d'absorption UV-VUV dans les lames de préforme

Les spectres de lames de préforme ont été enregistrés dans la gamme allant de  $4\ eV$  à  $8\ eV$  avec une résolution de  $0,01\ eV$ . **Il faut noter que la configuration du spectromètre implique que l'on enregistre non seulement le faisceau monochromatique transmis par l'échantillon mais aussi la luminescence photo induite arrivant sur le détecteur au cours de l'enregistrement des spectres.** Afin de minimiser les effets d'une insolation par la source UV continue, un obturateur permet de masquer le faisceau sonde en-dehors du temps nécessaire à la prise des spectres. L'acquisition est contrôlée par un système informatisé. Pour les longueurs d'onde inférieures à  $195\ nm$  (ou les énergies supérieures à  $6,3\ eV$ ), le coefficient d'absorption de l'oxygène contenu dans l'air est non négligeable. Le dispositif et le banc optique sont donc placés dans une enceinte sous vide. Deux pompes turbomoléculaires permettent de faire un vide

avec une pression résiduelle de l'ordre de  $10^{-5}$  Torr dans l'enceinte.

Afin de procéder à ces insulations in situ, nous avons aligné un banc optique permettant de guider et de focaliser le faisceau laser sur l'échantillon. Un dispositif constitué de deux miroirs permet de diriger le faisceau laser vers l'échantillon. Une lentille en  $MgF_2$  est ensuite utilisée pour focaliser le faisceau UV sur l'échantillon à travers une fenêtre de  $MgF_2$ . L'angle d'incidence de faisceau UV est de l'ordre de 45 degrés. Les dimensions du spot UV à la surface de l'échantillon sont égales à  $1\text{ mm} \times 2\text{ mm}$ . La mesure de la densité d'énergie du faisceau UV incident se fait au niveau de l'échantillon.

## Chapitre 2

# Étude de la photosensibilité des verres germanosilicates hydrogénés



# Étude des variations d'indice photo induites dans les fibres SMF 28 hydrogénées

## 2.1 Présentation de quelques problèmes rencontrés lors de l'utilisation de la méthode d'hydrogénation à haute pression et à température ambiante

En 1993, Lemaire et al. [8] ont montré qu'un chargement de fibres germanosilicates en hydrogène ( $H_2$ ) à température ambiante et à haute pression (20-750 atm) pendant une durée supérieure à 12 jours conduit à une augmentation significative de la photosensibilité à  $240-260\text{nm}$  ( $\Delta n \simeq 10^{-2}$ ). Avec un laser de longueur d'onde  $248\text{nm}$ , l'hydrogénation d'un matériau de composition  $Ge : SiO_2$  fait gagner un facteur de 40 à 250 sur la valeur de la variation d'indice obtenue à saturation [12, 36]. Suite à ce travail de pionnier, de nombreuses études ont été consacrées à ce procédé de sensibilisation. Des synthèses des principaux résultats sont présentées dans [44] [45]. Nous avons choisi de ne présenter ici que quelques problèmes spécifiques ayant fait l'objet de nos propres études.

### 2.1.1 Problèmes soulevés par la forme des dynamiques d'inscription des réseaux de Bragg dans des fibres germanosilicates hydrogénées

Une partie des résultats présentés dans le mémoire de B. Leconte [36] concerne une étude comparative des dynamiques de photo inscription de réseaux de Bragg dans des fibres germanosilicates hydrogénées et plus particulièrement dans des fibres SMF 28 hydrogénées. Les insulations ont été réalisées à l'aide de lasers émettant des rayonnements de longueurs d'onde égales à  $193\text{nm}$  (régime impulsionnel) ou  $244\text{nm}$  (régime impulsionnel mais aussi continu). Dans ce travail B. Leconte montre que l'évolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction induite par insolation de fibres faiblement dopées ( $< 11\%$ ) est monotone en fonction de la durée de l'insolation.

Par ailleurs B. Leconte [36] représente la croissance de la modulation d'indice à l'aide de fonctions analytiques de type mono-exponentielles simples ou mono-exponentielles étirées. Dans son étude, B. Leconte a le plus souvent fixé la longueur des réseaux à  $500\mu\text{m}$  et ceci afin d'être en mesure d'observer les valeurs à saturation de la modulation d'indice de réfraction. Ce choix se traduit par une sensibilité de mesure de l'ordre de  $2 \cdot 10^{-4}$ , si bien que la croissance initiale du réseau ( $0 < \Delta n_{mod} < 2 \cdot 10^{-4}$ ) n'est pas analysée. De ce fait, les lois phénoménologiques adoptées par B. Leconte ne représentent correctement l'évolution de la modulation d'indice de réfraction en fonction du nombre d'impulsions (ou de la durée d'insolation) que dans un intervalle limité de cette variable et dans un intervalle limité de densité d'énergie par impulsion  $F_i$ . La représentation des courbes de croissance au voisinage de l'origine est donc réalisée grâce à une interpolation qui peut se révéler hasardeuse. Le cas des inscriptions effectuées dans la fibre SMF 28 hydrogénée et insolée au moyen d'un laser à  $244\text{nm}$  fonctionnant en régime continu constitue un exemple de cette affirmation. Ces conditions d'insolation ont été utilisées par D. Ramecourt [41] pour étudier l'influence de la pression d'hydrogène et de la densité de puissance sur les cinétiques de photo inscription de réseaux dans des fibres SMF 28 hydrogénées. Dans cette étude, des réseaux longs de plusieurs millimètres ont été photo inscrits dans la fibre afin d'observer la croissance initiale des réseaux (amplitude de modulation d'indice de réfraction inférieure à  $3 \cdot 10^{-4}$ ). L'étude a montré que la cinétique de croissance de la modulation d'indice est monotone mais présente un point d'inflexion. En effet, le signe de la concavité des cinétiques est tout d'abord positif puis devient négatif au cours de la photo inscription du réseau (i.e. la courbe de croissance présente la forme d'un S). Au-delà de ce point d'inflexion, les courbes de croissance peuvent se représenter par une loi de

croissance mono-exponentielle simple.

Ces résultats sont cohérents avec ceux publiés dans une étude de Strasser et al. [46] en 1994. Dans cette étude, ces auteurs procèdent à l'inscription de réseaux de Bragg dans des guides planaires deutérés ( $P = 421 \text{ atm}$ ), à l'aide d'un laser émettant un rayonnement pulsé de longueur d'onde égale à  $242 \text{ nm}$ . La densité d'énergie par impulsion est comprise entre  $100$  et  $400 \text{ mJ/cm}^2$ . Ils mettent en évidence que pour des valeurs de  $\Delta n_{mod}$  inférieures à  $5 \cdot 10^{-4}$ , les cinétiques de croissance ne peuvent être représentées par une loi de croissance mono-exponentielle simple mais présentent la forme d'une courbe en S.

Récemment, P.L. Swart et al. [47] ont publié des résultats relatifs à des cinétiques de croissance des variations d'indice photo induites dans des fibres de compositions chimiques variées à différentes pressions d'hydrogène. Un point important qui caractérise cette étude réside dans le fait que les variations d'indice sont créées au moyen d'insolations uniformes ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ;  $F_i = 350 \text{ mJ/cm}^2$ ). Comme dans les études menées par D. Ramecourt [41] ou Strasser et al. [46], ces auteurs mettent en évidence que quelle que soit la pression d'hydrogène utilisée pour charger la fibre SMF 28 (entre  $26$  et  $160 \text{ atm}$ ), la croissance de la modulation d'indice présente deux comportements distincts selon la fluence cumulée reçue par la fibre. Pour des fluences cumulées inférieures à  $20 \text{ J/cm}^2$ , les cinétiques de croissances (représentées en échelle log-log) sont indépendantes de  $P_{H_2}$ . Pour des fluences cumulées supérieures à  $800 \text{ J/cm}^2$ , la croissance de la modulation d'indice est par contre d'autant plus rapide que la pression d'hydrogène est forte. Ces observations indiquent que deux mécanismes différents sont à l'origine des variations d'indice photo induites dans les fibres germanosilicates hydrogénées.

Par ailleurs, en 1997, T.E. Tsai et al. [48] réalisent des inscriptions de réseaux de Bragg dans des fibres SMF 28 hydrogénées en les insolant au travers d'un masque de phase à l'aide d'un laser à KrF ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ;  $F_i = 30 \text{ mJ/cm}^2$ ). Ces auteurs représentent la croissance de la modulation d'indice en fonction de la fluence cumulée reçue par la fibre par une somme de deux lois de croissance mono-exponentielle simple. Une des lois représente une évolution rapide de  $\Delta n_{mod}$  qui se sature à une valeur faible après une fluence cumulée de l'ordre de  $1 \text{ J/cm}^2$ . L'autre loi décrit une évolution plus lente de  $\Delta n_{mod}$  et correspond aux courbes de B. Leconte pour des valeurs de  $\Delta n_{mod}$  supérieures à  $2 \cdot 10^{-4}$ . Cette représentation correspond à un signe négatif de la concavité de la courbe de croissance quelle que soit la durée d'insolation.

Plus récemment, Y. Liu et al. [49] ont procédé à des inscriptions de réseaux de Bragg dans des fibres standard hydrogénées à l'aide d'un laser continu de longueur d'onde  $244 \text{ nm}$ . La particularité de leur expérience réside dans le fait qu'ils ont prolongé l'insolation au-delà des conditions usuelles de saturation. Ils ont établi que dans ces conditions la croissance des réseaux n'est pas monotone puisque la réflectivité diminue après une durée prolongée d'insolation puis croît à nouveau.

**Conclusion de l'étude bibliographique** Il n'existe pas un accord satisfaisant dans la littérature sur la façon de représenter les cinétiques de croissance initiale de la modulation d'indice lors d'inscriptions de réseaux de Bragg dans des fibres SMF 28 hydrogénées et ceci aussi bien lorsque les insolations sont réalisées avec des lasers à ArF ou à KrF. Il n'existe que peu de données expérimentales sur la forme de la cinétique de l'indice moyen. De ce fait, nous avons cherché :

1) à examiner si "la forme en S" caractéristique du début des cinétiques d'inscriptions de réseaux de Bragg lorsqu'elles sont réalisées à l'aide d'un laser Cw à  $244 \text{ nm}$  dans la fibre SMF 28 hydrogénée peut aussi être observée dans le cas où l'inscription est effectuée à l'aide de lasers fonctionnant en régime impulsif ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$  ou  $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ). Plus précisément, nous nous intéressons au signe de la concavité des

cinétiques de croissance des réseaux.

2) à disposer des éléments nécessaires pour dans la suite établir une comparaison systématique des cinétiques de croissance des réseaux photo inscrits dans des fibres SMF 28 sensibilisées par l'une des trois méthodes étudiées.

### 2.1.2 Problèmes relatifs à la stabilité de réseaux de type I photo inscrits dans des fibres germanosilicates hydrogénées

La stabilité des variations d'indice de réfraction induites dans des fibres germanosilicates hydrogénées par insolation UV dépend à priori de nombreux paramètres tels que par exemple la nature du laser de pompe, la modulation initiale ou le contraste du réseau. Une synthèse des principaux résultats des expériences menées pour évaluer cette stabilité est présentée dans le mémoire de A. Hidayat [42].

Il existe un consensus général sur le fait que la stabilité de la modulation d'indice de réseaux écrits dans une fibre chargée en hydrogène est significativement plus faible que celle de réseaux de même réflectivité initiale écrits dans une fibre non hydrogénée (toutes les autres conditions étant fixées) [18, 19, 36, 50, 51]. Cette conclusion reste valable même lorsque l'amplitude de modulation initiale d'indice de réfraction du réseau écrit dans une fibre hydrogénée est le double du réseau écrit dans une fibre non traitée. Ces résultats ont été établis dans le cas d'inscriptions effectuées au moyen de lasers continu ou à impulsions de longueur d'onde  $244\text{nm}$ ,  $248\text{nm}$  et  $193\text{nm}$ . Cependant une publication fait exception à cette affirmation. R.J. Egan et al. [52] soumettent des réseaux écrits dans des fibres germanosilicates co-dopées par du bore et hydrogénées à des élévations thermiques isothermes. Ils montrent ainsi que le décroissance de  $NICC_{mod}(t, T)$  est similaire à celle de réseaux très réflecteurs inscrits dans la même fibre non hydrogénée.

L'influence de la longueur d'onde du laser d'inscription sur la stabilité de  $\Delta n_{mod}$  a été étudiée par B. Leconte [36] : B. Leconte inscrit des réseaux dans des fibres germanosilicates hydrogénées ( $\Delta n_{mod} \approx 2 \cdot 10^{-3}$ ) (ou non) à l'aide de lasers pulsés de longueur d'onde  $244\text{nm}$  ou  $193\text{nm}$ , puis les détruit par élévation thermique isochrone. Les courbes de décroissance des quantités  $NICC_{mod}(t, T)$  obtenues s'avèrent indépendantes de la longueur d'onde du laser de pompe pour tous les réseaux de l'étude à condition que leurs réflectivités initiales soient égales. Les références [10, 18] indiquent que la stabilité (recuits isochrones) de la réflectivité de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre germanosilicate par un laser de longueur d'onde  $244\text{nm}$  fonctionnant en régime impulsionnel est identique à celle de réseaux de même réflectivité inscrits par un laser continu de même longueur d'onde. Cependant, I. Riant et al. [53] signalent que la décroissance de l'amplitude de modulation ( $\Delta n_{mod} \approx 10^{-3}$ ) photo induite dans une fibre SMF 28 hydrogénée, au moyen d'un laser à ArF est légèrement plus stable au cours d'un recuit isotherme à  $300^\circ\text{C}$  que celle créée au moyen d'un laser à  $242\text{nm}$  fonctionnant en régime impulsionnel.

Par ailleurs, Salik et al. [54] étudient la stabilité de la réflectivité de réseaux inscrits dans une fibre germanosilicate hydrogénée au moyen d'un laser UV. ( $\Delta n_{mod} = 3 \cdot 10^{-5}$ ) en fonction du contraste de modulation. La méthode utilisée pour faire varier le contraste consiste à post-exposer uniformément les réseaux de Bragg. Ces auteurs montrent que la stabilité de  $\Delta n_{mod}$  augmente si le contraste diminue et observent une saturation de cet effet pour de faibles contrastes. L'hypothèse selon laquelle la stabilité du changement d'indice dépend de la fluence cumulée reçue par chaque élément de l'échantillon peut être mise en avant afin d'expliquer le phénomène puisque l'insolation uniforme réduit la proportion de pièges dont l'énergie d'activation est la plus faible. Cependant, du fait de la marche d'indice créée par la post-insolation, cette méthode conduit à une augmentation de la stabilité de la réflectivité aux dépens de la stabilité de la longueur

d'onde de Bragg [55].

**Conclusion de l'étude bibliographique** L'examen de la littérature scientifique montre que les études consacrées à la stabilité thermique des réseaux de Bragg sont presque exclusivement relatives à des mesures portant sur la réflectivité des réseaux. L'étude de l'évolution de la longueur d'onde de Bragg du réseau n'est que rarement abordée. Cette situation s'explique par les difficultés que soulèvent les mesures absolues de la longueur d'onde de Bragg.

Comme le montre l'étude bibliographique critique menée par A. Hidayat [42], de nombreuses divergences apparaissent entre les résultats des différentes équipes. Par exemple, il n'existe pas un accord satisfaisant dans la littérature sur la comparaison des stabilités thermiques des modulations d'indice de réfraction photo induites dans des fibres SMF 28 hydrogénées au moyen soit d'un laser à ArF soit d'un laser à KrF.

Nous formulons l'hypothèse que ces divergences s'expliquent en partie par un mauvais contrôle (ou une mauvaise description) des conditions expérimentales d'inscription du réseau et (ou) de sa déshydrogénation et (ou) des variations de la longueur d'onde de Bragg. Par exemple, la stabilité de la modulation d'indice de réfraction peut être différente de celle de l'indice moyen. Dans ce cas, l'estimation de la durée de vie des réseaux doit se faire avec précaution puisque les stabilités  $\Delta n_{moy}$  et  $\Delta n_{mod}$  sont différentes et donc le contraste ( $C = \frac{\Delta n_{mod}}{\Delta n_{moy}}$ ) évolue au cours des recuits. De ce fait, nous avons cherché :

1) à étudier la stabilité thermique de la variation d'indice moyen des réseaux photo inscrits dans des fibres SMF 28 hydrogénées.

2) à disposer des éléments nécessaires pour dans la suite établir une comparaison systématique de la stabilité thermique des réseaux photo inscrits dans des fibres SMF 28 sensibilisées par l'une des trois méthodes étudiées.

## 2.2 Étude des cinétiques de photo inscription de réseaux de Bragg dans des fibres SMF 28 chargées en hydrogène

### 2.2.1 Introduction

Nous nous intéressons à l'aspect des cinétiques de croissance des variations d'indice photo induites dans des fibres SMF 28 chargées par de l'hydrogène et insolées soit par un laser à ArF ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) soit par un laser à KrF ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ).

La photosensibilité des fibres germanosilicates a été évaluée grâce à l'inscription de réseaux de Bragg. Comme il est indiqué dans le chapitre 1, une longueur de réseau égale à  $500 \mu\text{m}$  ne permet de mesurer que des amplitudes de modulation d'indice comprises entre  $2 \cdot 10^{-4}$  et  $2,5 \cdot 10^{-3}$  si la précision recherchée est meilleure que 5 %. Des réseaux de plus grande longueur ( $4 \text{ mm}$ ) ont donc été inscrits afin d'étudier la zone de croissance des réseaux correspondant à des variations d'indice  $\Delta n_{mod} < 2 \cdot 10^{-4}$ . Ces conditions d'expérience permettent de mesurer des amplitudes de modulation situées dans l'intervalle  $[2,5 \cdot 10^{-5} - 2,5 \cdot 10^{-3}]$ . Les barres d'erreurs tracées sur les graphes correspondent à une incertitude relative fixée à 5 %.

Les inscriptions ont été réalisées avec un masque de phase selon le protocole expérimental décrit dans le chapitre 1. La longueur d'onde de résonance de Bragg est située aux environs de  $1535 \text{ nm}$ . Le paramètre que nous avons choisi de faire varier est soit la longueur d'onde du laser de pompe ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$  ou  $248 \text{ nm}$ ), soit la densité d'énergie par impulsion  $F_i$ . A l'exception de ces paramètres, les réseaux sont inscrits dans les mêmes conditions (tension appliquée à la fibre constante, pression d'hydrogène, dimensions et position du

spot éclairant le masque maintenues fixes). La fréquence de répétition des tirs a été fixée à 20 Hz. Les fibres ont été chargées à température ambiante avec une pression d'hydrogène fixée à 140 atm. L'insolation des fibres a été réalisée au plus tard quelques heures après leur sortie de l'enceinte contenant de l'hydrogène.

### 2.2.2 Dynamiques de photo inscription de réseaux de Bragg dans des fibres SMF 28 hydrogénées lors d'insolations réalisées à l'aide d'un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde 193 nm

Les inscriptions ont été réalisées en insolant la fibre avec une densité moyenne d'énergie par impulsion  $F_i$  fixée à  $40 \text{ mJ/cm}^2$  ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ). L'évolution des amplitudes de modulation d'indice de réfraction et d'indice moyen du coeur de la fibre sont représentées en fonction du nombre d'impulsions incidentes  $N_i$  sur la figure 2.1. Les conditions de l'insolation sont rappelées dans la légende de cette figure. Les variations photo induites d'indice moyen atteignent des valeurs de l'ordre de grandeur de la différence des indices de réfraction entre le coeur et la gaine de la fibre optique. De ce fait, les amplitudes de modulation d'indice de réfraction présentées à la figure 2.1 correspondent à des valeurs corrigées selon la méthode itérative décrite au chapitre 1.

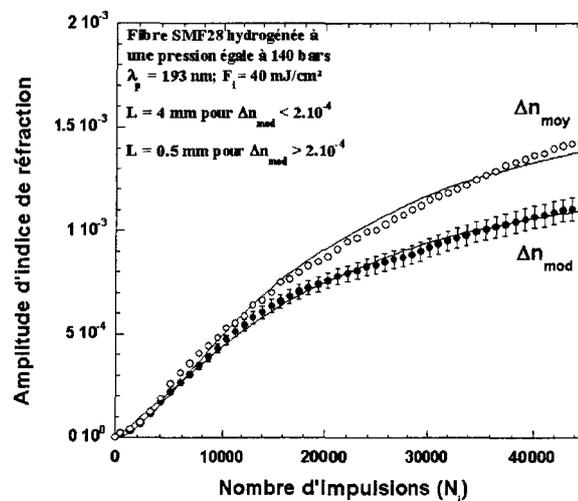


FIG. 2.1 – Évolution des amplitudes de modulation d'indice et d'indice moyen au cours de l'inscription ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) d'un réseau de Bragg dans la fibre SMF 28 hydrogénée.

Comme le montre cette figure, les courbes de croissance de la modulation d'indice de réfraction et de l'indice moyen sont monotones en fonction du nombre de tirs  $N_i$ . Les allures des cinétiques de croissance ( $\Delta n_{mod}$  ou  $\Delta n_{moy}$ ) sont similaires. Il faut en particulier noter que les courbes de croissance présentent un point d'inflexion vers  $N_i = 5000$  impulsions. En effet, pour cette valeur de  $F_i$ , la concavité des courbes représentant  $\Delta n_{mod}$  ou  $\Delta n_{moy}$  en fonction de  $N_i$  est positive pour  $N_i < 5000$  puis pour  $N_i > 5000$  la concavité des courbes devient négative. Au début des insolations, la cinétique de croissance des variations d'indice moyen reproduit parfaitement celle de  $\Delta n_{mod}$ . Pour des fluences cumulées plus importantes, la valeur de l'indice moyen augmente plus vite que celle de la modulation d'indice. De ce fait, le contraste ( $C = \frac{\Delta n_{mod}}{\Delta n_{moy}}$ ) du réseau diminue au cours de l'inscription pour atteindre une valeur de l'ordre de 0,8 lorsque  $N_i = 50000$  ( $F_c = 2 \text{ kJ/cm}^2$ ).

La figure 2.1 regroupe deux types d'informations : d'une part des symboles correspondant aux données expérimentales, d'autre part des lignes continues ou discontinues. Ces tracés correspondent à des représentations des données expérimentales par des fonctions analytiques à l'aide d'ajustements par une méthode de moindres carrés non linéaire. Les données ont été représentées en fonction du nombre d'impulsions  $N_i$  à l'aide d'une somme de deux mono-exponentielles (relation 2.1).

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_1 (1 - e^{-\frac{N_i}{\tau_1}}) + \Delta n_2 (1 - e^{-\frac{N_i}{\tau_2}}) \quad (2.1)$$

Les paramètres  $\frac{1}{\tau_1}$  et  $\frac{1}{\tau_2}$  ont été fixés à respectivement  $5,0 \cdot 10^{-4}$  et  $4,8 \cdot 10^{-5}$  aussi bien pour la cinétique de croissance de  $\Delta n_{mod}$  que pour celle de  $\Delta n_{moy}$ . Les paramètres  $\Delta n_1$  et  $\Delta n_2$  ont été déduits de l'ajustement de cette loi sur les données expérimentales. L'ensemble des paramètres et des conditions d'insolation sont rassemblés dans la table 2.1.

$\lambda_p = 193 \text{ nm}$	Densité d'énergie par impulsion Longueur des réseaux	$\Delta n_1$ et $\Delta n_2$	Coefficients $\frac{1}{\tau}$
$\Delta n_{mod}$	40 mJ/cm <sup>2</sup> L = 4 mm ou 500 $\mu\text{m}$	$\Delta n_1 = -5,7 \cdot 10^{-5} \pm 0,9 \cdot 10^{-5}$ $\Delta n_2 = 1,31 \cdot 10^{-3} \pm 0,02 \cdot 10^{-3}$	$\frac{1}{\tau_1} = 5,0 \cdot 10^{-4}$ $\frac{1}{\tau_2} = 4,8 \cdot 10^{-5}$
$\Delta n_{moy}$	40 mJ/cm <sup>2</sup> L = 4 mm ou 500 $\mu\text{m}$	$\Delta n_1 = -1,8 \cdot 10^{-4} \pm 0,2 \cdot 10^{-4}$ $\Delta n_2 = 1,77 \cdot 10^{-3} \pm 0,02 \cdot 10^{-3}$	$\frac{1}{\tau_1} = 5,0 \cdot 10^{-4}$ $\frac{1}{\tau_2} = 4,8 \cdot 10^{-5}$

TAB. 2.1 – Récapitulatif des fonctions analytiques utilisées pour représenter les cinétiques de croissance de  $\Delta n_{mod}$  et  $\Delta n_{moy}$  photo induites par un laser à ArF.

Tout d'abord, il est important de noter que pour les deux cinétiques, les ajustements conduisent à des signes différents pour les quantités  $\Delta n_1$  et  $\Delta n_2$  ( $\Delta n_1 < 0$  et  $\Delta n_2 > 0$ ). Une des lois représente une évolution rapide de  $\Delta n$  qui se sature à une valeur faible et négative (par exemple :  $\Delta n_1^{saturation} = -5,7 \cdot 10^{-5}$  pour  $\Delta n_{mod}$ ) après une fluence cumulée de l'ordre de 400 J/cm<sup>2</sup>. L'autre loi décrit une évolution plus lente de  $\Delta n$  qui se sature à une valeur positive. Cette représentation traduit le changement du signe de la concavité des courbes de croissance en fonction du nombre d'impulsions incidentes. Par ailleurs, les valeurs des paramètres  $\Delta n_1$  et  $\Delta n_2$  correspondants à l'évolution de  $\Delta n_{mod}$  sont en valeur absolue plus faibles que celles obtenues pour  $\Delta n_{moy}$ . Ce résultat peut s'interpréter en supposant que la visibilité des franges d'interférences créées par le masque de phase est inférieure à 1. L'amplitude de l'indice moyen est donc supérieure à celle de la modulation d'indice.

### 2.2.3 Dynamiques de photo inscription de réseaux de Bragg dans des fibres SMF 28 hydrogénées lors d'insolations réalisées à l'aide d'un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde 248 nm

Des réseaux de Bragg de longueur 500  $\mu\text{m}$  ou 4 mm ont été photo inscrits dans des fibres SMF 28 hydrogénées avec une densité d'énergie par impulsion  $F_i$  fixée à 160 mJ/cm<sup>2</sup> ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ). L'évolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction du coeur de la fibre est représentée sur la figure 2.2 en fonction du nombre d'impulsions incidentes  $N_i$ . Les conditions de l'insolation sont rappelées dans la légende de cette figure. Les variations photo induites de l'indice moyen atteignent des valeurs de l'ordre de grandeur de la différence des indices de réfraction du coeur et de la gaine de la fibre optique. De ce fait, les amplitudes de modulation d'indice de réfraction présentées sur la figure 2.2 correspondent à des valeurs corrigées selon

la méthode décrite dans la chapitre 1.

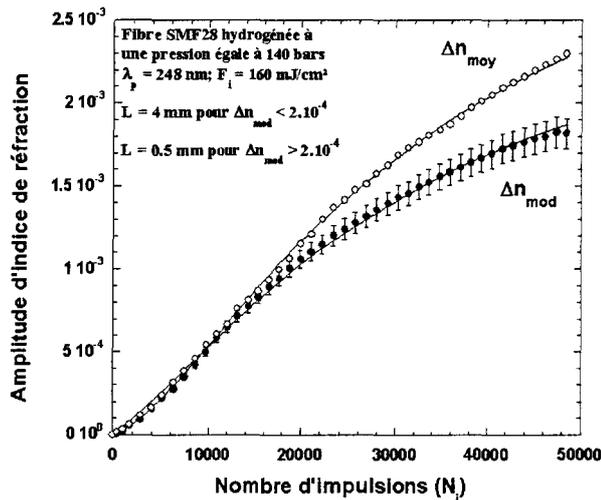


FIG. 2.2 – Évolution des amplitudes de modulation d'indice et d'indice moyen au cours de l'inscription ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) d'un réseau de Bragg dans la fibre SMF 28 hydrogénée.

Les évolutions de la modulation d'indice de réfraction et de l'indice moyen croissantes en fonction du nombre de tirs  $N_i$ . Les allures des cinétiques de croissance de  $\Delta n_{mod}$  et  $\Delta n_{moy}$  sont similaires. Comme dans le cas précédent, les courbes de croissance présentent un point d'inflexion ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ , inflexion vers  $N_i = 8000$  impulsions). En effet, la concavité des courbes représentant  $\Delta n_{mod}$  ou  $\Delta n_{moy}$  en fonction de  $N_i$  est positive  $N_i < 8000$  puis pour  $N_i > 8000$  la concavité des courbes devient négative. Au début des insulations, la cinétique de croissance des variations d'indice moyen reproduit celle de  $\Delta n_{mod}$ . Pour des fluences cumulées plus importantes, la valeur de l'indice moyen augmente plus vite que celle de la modulation d'indice.

Les données de la figure 2.2 ont été représentées en fonction du nombre d'impulsions  $N_i$  à l'aide d'une somme de deux mono-exponentielles (relation 2.1). Les paramètres  $\frac{1}{\tau_1}$  et  $\frac{1}{\tau_2}$  ont été fixés à respectivement  $2,0 \cdot 10^{-4}$  et  $3,0 \cdot 10^{-5}$ . Les paramètres  $\Delta n_1$  et  $\Delta n_2$  sont déduits de l'ajustement de cette loi sur les données expérimentales par une méthode de moindres carrés non linéaire. L'ensemble des paramètres et des conditions d'insolation sont rassemblés dans la table 2.2.

$\lambda_p = 248 \text{ nm}$	Densité d'énergie par impulsion Longueur des réseaux	$\Delta n_1$ et $\Delta n_2$	Coefficients $\frac{1}{\tau}$
$\Delta n_{mod}$	160 mJ/cm <sup>2</sup> L = 4 mm ou 500 $\mu\text{m}$	$\Delta n_1 = -1,86 \cdot 10^{-4} \pm 0,15 \cdot 10^{-4}$ $\Delta n_2 = 2,68 \cdot 10^{-3} \pm 0,03 \cdot 10^{-3}$	$\frac{1}{\tau_1} = 2,0 \cdot 10^{-4}$ $\frac{1}{\tau_2} = 3,0 \cdot 10^{-5}$
$\Delta n_{moy}$	160 mJ/cm <sup>2</sup> L = 4 mm ou 500 $\mu\text{m}$	$\Delta n_1 = -4,33 \cdot 10^{-4} \pm 0,10 \cdot 10^{-4}$ $\Delta n_2 = 3,53 \cdot 10^{-3} \pm 0,02 \cdot 10^{-3}$	$\frac{1}{\tau_1} = 2,0 \cdot 10^{-4}$ $\frac{1}{\tau_2} = 3,0 \cdot 10^{-5}$

TAB. 2.2 – Récapitulatif des fonctions analytiques utilisées pour représenter les cinétiques de croissance de  $\Delta n_{mod}$  et  $\Delta n_{moy}$  photo induites par un laser à KrF.

Comme dans le cas des insulations réalisées avec le laser à ArF, les ajustements conduisent à des signes différents pour les valeurs de  $\Delta n_1$  et  $\Delta n_2$  ( $\Delta n_1 < 0$  et  $\Delta n_2 > 0$ ). Une des lois représente une évolution

rapide de  $\Delta n$  qui se sature à une valeur faible et négative (par exemple :  $\Delta n_1^{saturation} = -1,86 \cdot 10^{-4}$  pour  $\Delta n_{mod}$ ) après une fluence cumulée de l'ordre de  $3,2 \text{ kJ/cm}^2$ . L'autre loi décrit une évolution plus lente de  $\Delta n$  qui se sature à une valeur positive. La valeur de la modulation d'indice à saturation (lorsque  $N_i \rightarrow \infty$ )  $\Delta n = \Delta n_1 + \Delta n_2$ , égale à  $2,5 \cdot 10^{-3}$ , est environ 100 fois plus grande que dans le cas des fibres non hydrogénées.

Par ailleurs, comme c'est le cas lors de l'utilisation du laser à ArF, les valeurs des paramètres  $\Delta n_1$  et  $\Delta n_2$  correspondants à l'évolution de  $\Delta n_{mod}$  sont différentes de celles obtenues pour  $\Delta n_{moy}$ . Plus précisément, les valeurs absolues qui correspondent à l'évolution de l'indice moyen sont supérieures à celles de la modulation d'indice de réfraction.

## 2.2.4 Conclusion

En conclusion, il apparaît que l'utilisation du laser à ArF ou à KrF pour photo inscrire des réseaux de Bragg dans la fibre SMF 28 hydrogénée conduit à des cinétiques d'inscription de la modulation d'indice présentant "une forme en S" comme il avait déjà été établi dans le cas des inscriptions réalisées à l'aide d'un laser Cw 244 nm [41]. Cette conclusion est donc qualitativement en accord avec les études menées par D. Ramecourt [41], Strasser et al. [46] ou Swart et al. [47]. Cette conclusion s'adresse aussi à l'indice moyen. En effet, l'allure des cinétiques de  $\Delta n_{moy}$  en fonction de  $N_i$  est similaire à celle de  $\Delta n_{mod}$  et ceci aussi bien lorsque les insulations sont réalisées avec des lasers à ArF ou à KrF. Un modèle simplifié permettant de rendre compte de ces observations est présenté en annexe G.

Il est possible de décrire les cinétiques de  $\Delta n_{mod}$  et  $\Delta n_{moy}$  en fonction du nombre d'impulsions  $N_i$  à l'aide de la somme de deux lois mono-exponentielles simples. Cette représentation permet de rendre compte du changement du signe de la concavité des courbes de croissance en fonction du nombre d'impulsions incidentes. Au-delà du point d'inflexion, les courbes de croissance peuvent se représenter par une loi de croissance mono-exponentielle simple. **Ces résultats sont cependant en désaccord avec une étude publiée par Tsai et al. [48]** dans laquelle le signe de la concavité de la courbe de croissance reste négatif quelle que soit la durée d'insolation. L'origine de ce désaccord n'est pas comprise.

## 2.3 Étude de la stabilité thermique de réseaux de Bragg photo inscrits dans des fibres SMF 28 chargées en hydrogène

### 2.3.1 Introduction

Cette étude est consacrée à une comparaison de la permanence des variations d'indice de réfraction photo induites dans des fibres SMF 28 hydrogénées par une insolation réalisée soit avec un laser à ArF soit avec un laser à KrF. L'étude porte sur des réseaux photo inscrits dans des fibres SMF 28 ayant été préalablement hydrogénées ( $P = 140 \text{ atm}$ ) ainsi que dans des fibres n'ayant subi aucun traitement. La méthode de vieillissement accéléré par élévation thermique isochrone a été mise en oeuvre dans les conditions décrites dans la section 1.2.2 du chapitre 1. La durée de ces recuits isochrones a été fixée à 30 minutes. Dans la suite, nous nous intéressons non seulement à l'évolution de l'amplitude de modulation d'indice normalisée  $NI_{mod}(t, T)$  avec  $T$  et  $t$  mais aussi à celles de  $\Delta\lambda_B(t, T)$  et  $NBW(t, T)$ .

La présentation de nos résultats est organisée autour de quatre paragraphes.

Le premier paragraphe est consacré à la description des échantillons. Le second concerne la stabilité thermique des modulations d'indice de réfraction photo induites dans des fibres insolées à l'aide soit d'un

laser à ArF soit à KrF (toutes les autres conditions étant fixées : pression d'hydrogène, densité d'énergie, niveau initial de la modulation d'indice). Le troisième paragraphe est relatif à la présentation de l'évolution irréversible de la longueur d'onde de résonance de Bragg au cours des recuits isochrones. Une comparaison entre la stabilité thermique de la modulation d'indice de réfraction et celle de l'indice moyen est présentée dans le quatrième paragraphe.

### 2.3.2 Les échantillons

Trois réseaux de Bragg de longueur 1 mm ont été photo inscrits à l'aide des lasers à ArF ou à KrF dans des fibres SMF 28 hydrogénées ou non. Le chargement en hydrogène a été effectué en maintenant les fibres durant 1 mois (à température ambiante) dans une enceinte à hydrogène sous une pression égale à 140 atm. Les réseaux  $R_1$  et  $R_2$  ont été inscrits dans des fibres préalablement hydrogénées, le réseau  $R_3$  dans une fibre non chargée. La densité d'énergie par impulsion  $F_i$  a été fixée à  $160 \text{ mJ/cm}^2$  quelle que soit la longueur d'onde du laser utilisé. Après l'inscription de ces réseaux, les fibres ont été stockées à température ambiante pendant 1 mois afin d'assurer la désorption de l'hydrogène non consommé. Le tableau 2.3 regroupe les caractéristiques initiales de ces réseaux. Les valeurs des variations d'indice (ainsi que les longueurs d'onde de Bragg) portées dans ce tableau correspondent à des mesures effectuées à température ambiante après le dégazage de l'hydrogène. Le nombre d'impulsions lumineuses incidentes sur chaque fibre a été choisi pour que les amplitudes initiales de modulation d'indice de réfraction et les contrastes des deux réseaux ( $R_1 : \Delta n_{mod} \approx 1,1 \cdot 10^{-3}$  et  $R_2 : \Delta n_{mod} \approx 1,0 \cdot 10^{-3}$ ) soient similaires. Dans ces conditions expérimentales ( $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ;  $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ), la valeur de la modulation d'indice  $\Delta n_{mod}(0, 296K)$  du réseau  $R_3$  est de l'ordre de  $3,4 \cdot 10^{-4}$ .

Réseau	$\lambda_p$	Nombre de tirs ( $N_i$ )	Fluence par tir ( $F_i$ )	$\Delta n_{mod \text{ initial}}$	$\Delta n_{moy \text{ initial}}$	Contraste (C)
$R_1$	193 nm	1300	$160 \text{ mJ/cm}^2$	$1,07 \cdot 10^{-3}$	$1,57 \cdot 10^{-3}$	0,68
$R_2$	248 nm	19000	$160 \text{ mJ/cm}^2$	$1,01 \cdot 10^{-3}$	$1,36 \cdot 10^{-3}$	0,74
$R_3$	193 nm	40000	$160 \text{ mJ/cm}^2$	$3,44 \cdot 10^{-4}$	$5,32 \cdot 10^{-4}$	0,65

TAB. 2.3 – Caractéristiques initiales des réseaux destinés à être soumis à une destruction thermique isochrone

### 2.3.3 Étude de la destruction thermique isochrone de la modulation d'indice de réfraction de réseaux de Bragg inscrits dans la fibre SMF 28 hydrogénée

La figure 2.3 regroupe les évolutions de la variable  $NI_{mod}(30min, T)$  en fonction de la température T des recuits isochrones pour les trois réseaux. L'évolution de la modulation d'indice normalisée des trois réseaux est monotone décroissante en fonction de la température.

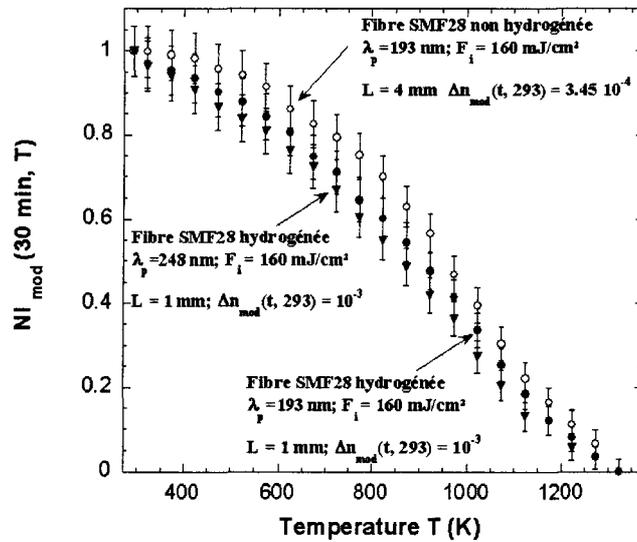


FIG. 2.3 – Comparaison de la stabilité thermique de réseaux de Bragg ( $NI_{mod}(30min, T)$ ) inscrits dans une fibre SMF 28 hydrogénée par des radiations de longueur d'onde  $193nm$  ou  $248nm$ . Ces valeurs correspondent à des valeurs de la modulation d'indice de réfraction corrigées en tenant compte de l'évolution de  $\eta(V)$ .

Comme il apparaît sur la figure 2.3, la modulation normalisée de l'indice de réfraction de la fibre non hydrogénée (réseau  $R_3$ ) reste supérieure après le recuit à celle des deux autres fibres (fibres hydrogénées) quelle que soit la température à laquelle les réseaux ont été soumis. D'autre part, les évolutions de  $NI_{mod}(30min, T)$  des deux réseaux  $R_1$  et  $R_2$  sont similaires. Pour des températures supérieures à 423 K, la modulation normalisée d'indice de réfraction du réseau  $R_1$  (réseau inscrit avec le laser à ArF) conserve cependant une valeur légèrement supérieure à celle du réseau  $R_2$ . Compte tenu du faible écart entre ces courbes et des approximations effectuées pour les obtenir, cette différence ne peut pas être considérée comme étant significative.

### 2.3.4 Étude de la translation irréversible de la longueur d'onde de résonance et de l'indice moyen de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre SMF 28 hydrogénée au cours de recuits isochrones

La figure 2.4 regroupe les évolutions de la translation irréversible  $\Delta\lambda_B(30min, T)$  de la longueur d'onde de Bragg des trois réseaux en fonction de la température  $T$  des recuits isochrones. Quel que soit le réseau, l'évolution de la longueur d'onde de résonance de Bragg est monotone décroissante en fonction de la température. Il apparaît à l'examen des courbes de la figure 2.4a que la translation irréversible de la longueur d'onde de Bragg du réseau  $R_1$  inscrit dans la fibre SMF 28 hydrogénée ( $\Delta\lambda_B = 1,1 nm$  après 1223 K par exemple) est plus importante que pour le réseau  $R_3$  inscrit dans une fibre non traitée ( $\Delta\lambda_B = 0,3 nm$  après 1223 K). D'autre part, l'évolution de la translation de la longueur d'onde de Bragg du réseau  $R_1$  est similaire à celle obtenue pour le réseau  $R_2$  quelle que soit la température à laquelle la fibre est portée.

La figure 2.4b regroupe l'évolution de la variable  $NBW(30min, T)$  en fonction de la température  $T$  des recuits isochrones. Les barres d'erreurs tracées sur le graphe ont été représentées uniquement pour le réseau  $R_1$  afin de ne pas surcharger la figure. Quel que soit le réseau étudié, l'évolution de l'indice moyen normalisé ( $NBW(30min, T)$ ) est monotone décroissante en fonction de la température. La stabilité de l'indice moyen

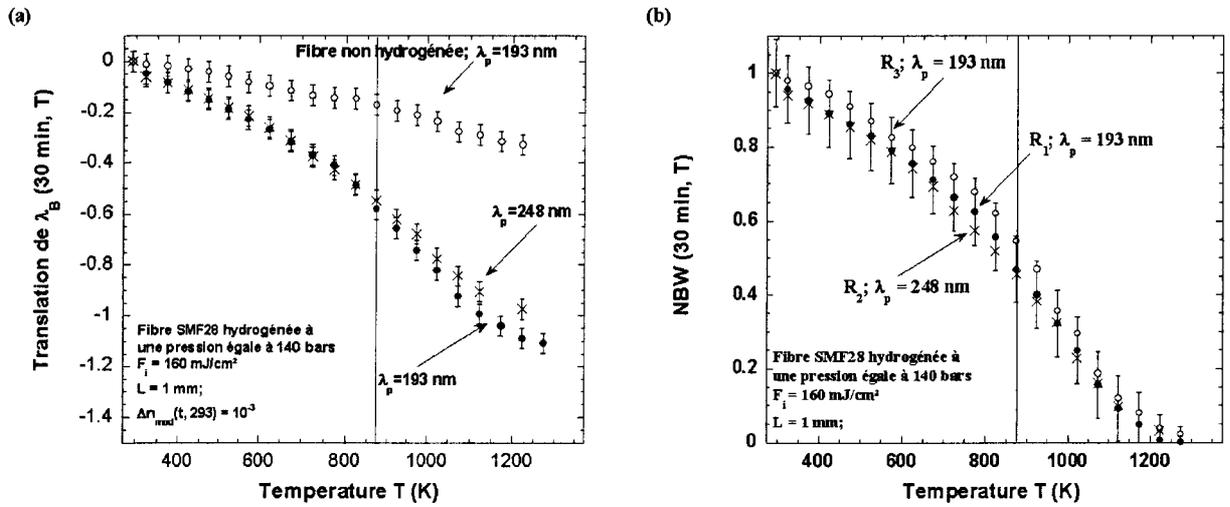


FIG. 2.4 – Comparaison de la stabilité thermique de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre SMF 28 (hydrogénée ou non) par des radiations de longueur d'onde 193 nm ou 248 nm : a)  $\Delta\lambda_B(30\text{min}, T)$  et b)  $NBW(30\text{min}, T)$ .

du réseau  $R_1$  est similaire à celle du réseau  $R_2$  si l'on prend en compte l'incertitude des mesures.

Par ailleurs, il ressort de la figure 2.4b que, quelle que soit la température à laquelle les réseaux sont soumis, l'indice moyen normalisé correspondant au réseau inscrit dans la fibre non hydrogénée (réseau  $R_3$ ) reste supérieur à celui correspondant aux réseaux inscrits dans les deux autres fibres (fibres hydrogénées).

### 2.3.5 Comparaison entre $NI_{mod}(30\text{min}, T)$ et $NBW(30\text{min}, T)$

La figure 2.5 regroupe les évolutions des variables  $NI_{mod}(30\text{min}, T)$  et  $NBW(30\text{min}, T)$  correspondant au réseau  $R_1$  en fonction de la température  $T$  des recuits isochrones. La cinétique de décroissance de  $NBW(30\text{min}, T)$  en fonction de  $T$  est un peu plus rapide que celle de  $NI_{mod}(30\text{min}, T)$  et ceci principalement lorsque  $T > 800$  K. Cette différence est aussi constatée lorsque l'on procède à la comparaison de  $NI_{mod}(30\text{min}, T)$  et  $NBW(30\text{min}, T)$  dans le cas des réseaux  $R_2$  et  $R_3$ . Cependant le faible écart entre ces courbes n'est qu'à peine significatif et ceci surtout pour des températures supérieures à 900 K.

### 2.3.6 Conclusion

Tout d'abord, quelle que soit la température, la stabilité des réseaux ( $\Delta n_{mod}$  ou  $\Delta n_{moy}$ ) inscrits dans une fibre SMF 28 hydrogénée ( $\lambda_p = 193$  nm) est plus faible que celle d'un réseau écrit avec un contraste similaire dans une fibre non traitée. Cette conclusion a été établie alors que l'amplitude de modulation initiale du réseau inscrit dans une fibre hydrogénée est le triple de celle du réseau inscrit dans une fibre non hydrogénée. Ces résultats confirment donc que l'introduction d'hydrogène dans une fibre germanosilicate (afin d'augmenter la photosensibilité du verre) conduit à la formation de réseaux moins stables à température voisine de l'ambiante que ceux inscrits dans une fibre non hydrogénée [18, 20]. Cet effet a été interprété comme le résultat de la destruction d'espèces hydrogénées peu stables formées lors de l'insolation du verre chargé en hydrogène [45, 56].

Notre étude permet de conclure que dans nos conditions d'expérience ( $\Delta n_{mod} = 10^{-3}$ ), les stabilités des variations d'indice ( $NI_{mod}$  et  $NBW$ ) de réfraction normalisées (de réseaux de type I) photo induites dans

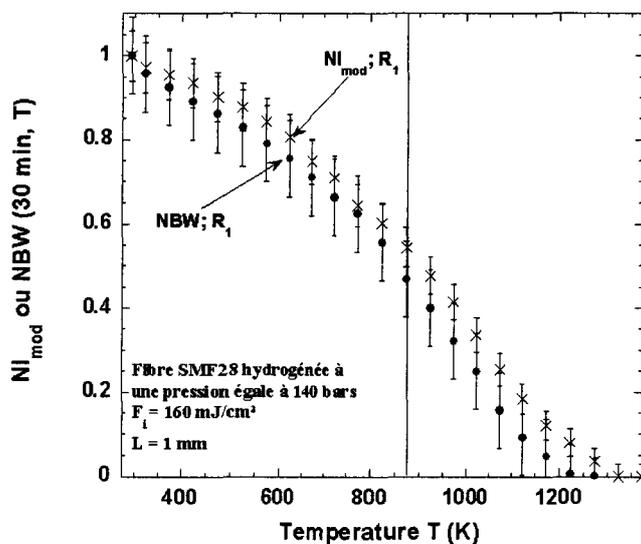


FIG. 2.5 – Comparaison des stabilités thermique de  $NI_{mod}(30min, T)$  et  $NBW(30min, T)$  de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre SMF 28 hydrogénée par une radiation de longueur d'onde 193 nm. Ces valeurs correspondent à des valeurs d'indice de réfraction corrigées en tenant compte de l'évolution de  $\eta(V)$ .

des fibres SMF 28 hydrogénées par les deux sources lasers (193 nm impulsionnel et 248 nm impulsionnel) sont similaires. Cependant, le réseau  $R_1$  paraît légèrement plus stable que le réseau  $R_2$ . Ce résultat a été établi pour des réseaux de même réflectivité initiale, de contraste initial similaire, inscrits avec des fluences cumulées différentes ( $R_1 : F_c = 0,32 \text{ kJ/cm}^2$  ;  $R_2 : F_c = 3,2 \text{ kJ/cm}^2$ ). Il faut noter que le réseau  $R_2$  de stabilité légèrement inférieure à celle du réseau  $R_1$  a été inscrit avec une fluence cumulée dix fois plus grande.

Par ailleurs, quelle que soit la température, la stabilité de la modulation d'indice normalisée ( $NI_{mod}$ ) des réseaux inscrits dans la fibre (hydrogénée ou non) est légèrement supérieure à celle de l'indice moyen normalisé (NBW) et ceci aussi bien lorsque les insulations sont réalisées avec des lasers à ArF ou à KrF.



Excès de pertes (ou variations de densités optiques) photo induits dans des fibres SMF 28 (ou dans des lames de préforme USTL) hydrogénées par insolation uniforme avec des lasers à ArF ou à KrF

## 2.4 Préambule

La première étape des mécanismes de la photosensibilité est constituée par l'absorption de la lumière par le verre selon des transitions à un ou deux photons. L'absorption à un photon ( $\lambda_p = 248\text{ nm}$  ou  $193\text{ nm}$ ) [57, 58] provoque le blanchiment total ou partiel d'une bande d'absorption du matériau centrée vers 5 eV. Cette bande est attribuée à des défauts du germanium en coordinence deux (GODC : Germanium Oxygen Deficient Center) c'est à dire à des défauts de réduction du verre [59, 60]. Plus précisément, l'absorption dans cette région spectrale a été décomposée en deux bandes attribuées aux défauts NOMV (Neutral Oxygen Mono Vacancy) et GLPC (Germanium Lone Pair Center) centrées respectivement vers 5,06 et 5,12 eV. Sous l'effet de l'absorption de ce photon, les défauts sont excités et transformés en d'autres défauts [26, 61, 62] qui présentent des bandes d'absorption dans un domaine spectral qui s'étend de l'UV du Vide à l'infrarouge (par exemple des bandes centrées vers 4,6 eV, 5,8 eV, et des défauts GeE' qui absorbent vers 6,3 eV [63]). Il existe également d'autres chemins de réaction qui peuvent être activés par l'absorption de lumière selon des transitions à deux photons [64]. En présence d'hydrogène les chemins de réaction sont plus complexes que ceux qui conduisent simplement à la formation de centres colorés ou à de la densification du verre. Atkins et al. [12] signalent en effet que le chargement en  $H_2$  n'introduit pas de modifications initiales du spectre d'absorption ultraviolette du verre. De cette observation, on peut conclure que l'augmentation de la photosensibilité en présence de  $H_2$  ne provient pas d'une augmentation de l'absorption initiale du verre à la longueur d'onde de pompe. Selon une observation publiée par J. Albert [65], la présence de défauts GODC ne constitue d'ailleurs pas une condition nécessaire pour qu'un verre germanosilicate chargé en hydrogène soit photosensible ( $\lambda_p = 193\text{ nm}$ ). L'insolation des verres hydrogénés provoque par contre l'augmentation des niveaux de pertes en excès dans l'UV par un ordre de grandeur en référence aux verres non traités [36].

Par ailleurs, Lemaire et al. [8] mesurent la concentration d'espèces hydroxyles formées lors de l'insolation de fibres optiques germanosilicates hydrogénées. Ils montrent que la concentration finale de ces espèces peut atteindre celle de la concentration en oxyde de germanium. Ils en déduisent qu'un chemin de réaction photochimique efficace en présence d'hydrogène implique la rupture de toutes les liaisons régulières de type Ge-O-T (T = Si ou Ge) et non plus seulement la transformation des défauts GODC. Le rôle éventuel d'une activation thermique résultant de l'absorption du rayonnement n'est cependant pas élucidé. L'insolation UV du verre hydrogéné conduit donc à la formation de centres colorés mais aussi à de nombreuses espèces hydrogénées qui absorbent dans l'IR, l'UV et l'UV du vide. Suite à ces travaux, plusieurs études ont été réalisées afin de clarifier les mécanismes par lesquels l'hydrogène augmente la photosensibilité des fibres optiques germanosilicates. Des synthèses des principaux résultats sont présentés dans les références [44, 45, 66]. Nous avons choisi ici de ne présenter que quelques problèmes spécifiques ayant fait l'objet de nos propres études.

### 2.4.1 Spectroscopie UV de lames de préforme germanosilicates hydrogénées insolées par des lasers pulsés

Il existe des observations contradictoires (ou peu d'observations si la longueur d'onde du laser de pompe est égale à 193 nm) relatives à l'action d'une insolation UV sur le comportement des bandes de défaut qui absorbent vers 5 eV. Awazu et al. [67] insolent des verres germanosilicates en présence ou en absence d'hydrogène au moyen d'une lampe à mercure. Bien que les insolutions conduisent toujours à la formation de centres GeE', il apparaît des différences entre le comportement des bandes GODC des deux types

d'échantillon. Seule la bande de défaut centré à 5,06 eV (NOMV) est blanchie par l'insolation d'un verre non hydrogéné alors que les deux bandes centrées respectivement à 5,06 eV et 5,12 eV (GLPC) sont blanchies lors de l'insolation du verre hydrogéné. Afin de rendre compte de leurs observations, les auteurs proposent alors une réaction (2.2) dans laquelle les centres GLPC réagissent avec l'hydrogène pour former des espèces  $GeH_2$  :



Un blanchiment total des bandes d'absorption GODC a également été observé par Atkins [12] lors de l'insolation d'une lame de verre germanosilicate hydrogénée au moyen d'un laser pulsé de longueur d'onde 248 nm. Cette observation n'a cependant pas été corroborée dans l'étude de B. Leconte [36]. Ce dernier établit que l'insolation d'une lame hydrogénée de préforme de fibre optique germanosilicate ne conduit qu'à un blanchiment partiel des bandes GODC. B. Leconte fait les mêmes observations lorsque les insolutions sont réalisées avec un laser continu de longueur d'onde 244 nm ou avec un laser à ArF. Cependant les échantillons utilisés dans ces expériences étaient particulier : les lames de préforme étaient co-dopées par du bore et du phosphore. A notre connaissance le travail de B. Leconte constitue le seul rapport sur le photochromisme induit dans l'UV (région spectrale étudiée limitée à {210 nm - 320 nm}) par insolation d'un verre germanosilicate hydrogéné au moyen d'un laser à ArF. En conséquence, nous nous sommes proposé d'étendre les études de B. Leconte à une région spectrale plus vaste, en utilisant un échantillon conventionnel (verre germanosilicate sans co-dopage).

#### 2.4.2 Spectroscopie IR ou Raman : identification des espèces hydrogénées formées lors de l'insolation UV ou lors de l'élévation thermique d'une lame de préforme germanosilicate hydrogénée

L'identification des espèces hydrogénées formées lors d'insolutions UV (limitées à  $\lambda_p \geq 244$  nm) ou lors de l'élévation thermique d'un verre germanosilicate hydrogéné a été clarifiée par différentes études menées par spectroscopie IR ou Raman. Greene et al. [68] insolent des échantillons de fibres germanosilicates (10 % mol en Ge) hydrogénées au moyen d'une lampe à mercure ( $\lambda_p = 254$  nm ;  $F_c = 0,6$  J/cm<sup>2</sup>) ou soumettent ces mêmes échantillons à une élévation thermique de 1000°C pendant quelques secondes. Les espèces formées dans les deux cas identifiées par spectroscopie Raman s'avèrent différentes. L'insolation UV à basse densité de puissance conduit à la production d'espèces  $GeH_2$  (bande vers 2140 cm<sup>-1</sup>) sans que la formation d'espèces hydroxyles ait été mise en évidence. L'élévation thermique produit des espèces GeH (bande vers 2185 cm<sup>-1</sup>) et SiOH (3675 cm<sup>-1</sup>). Les réactions 2.2 et 2.3 sont alors proposées afin de rendre compte des réactions respectivement photo et thermo induites avec l'hydrogène.



Awazu et al. [69] procèdent à l'insolation d'un verre germanosilicate (1 % mol en  $GeO_2$ ) hydrogéné au moyen d'une lampe UV à mercure ( $F_c = 50$  J/cm<sup>2</sup>) et étudient les modifications du spectre d'absorption infrarouge qui résultent de cette insolation. L'insolation provoque la formation de deux bandes pointant vers 3550 cm<sup>-1</sup> et 2140 cm<sup>-1</sup>, attribuées respectivement à la formation d'espèces GeOH et  $GeH_2$ .

Les bandes d'absorption IR induites par l'insolation d'un verre germanosilicate hydrogéné au moyen d'un laser à KrF ou par élévation thermique à 600°C ont été identifiées sans ambiguïté par Q. Zeng et al.

[70] grâce à une étude combinée de spectroscopie FTIR et RMN. Les fréquences du mode fondamental des différentes bandes IR identifiées sont rassemblées dans le tableau 2.4 avec leur attribution.

	Nombre d'ondes ( $cm^{-1}$ )	Longueur d'onde ( $\mu m$ )	Références
SiH	2250	4,41	[71, 70, 14]
GeH	2140	4,67	[68, 69, 70]
$GeH_2$	2180	4,58	[68, 69, 70]
SiOH	3670-3600	2,75	[71, 72, 70, 43]
GeOH	3600-3520	2,80	[69, 70, 43]
$H_2O$	3450, 3615	3,10	[73, 74, 71]

TAB. 2.4 – Nombres d'ondes et longueurs d'onde des modes de vibrations fondamentaux des espèces hydrogénées dans les verres germanosilicates.

Enfin, au laboratoire, C. Dalle [56] a procédé à des insolutions de longue durée de lames de préformes germanosilicates hydrogénées à l'aide d'un laser à KrF et a étudié la nature des espèces formées par spectroscopie FTIR. C. Dalle a montré que l'insolation entraîne la formation d'espèces hydroxyles, d'eau et d'espèces GeH. Elle a par ailleurs tenté de déterminer les concentrations de chacune des espèces formées en fonction de la fluence reçue par les échantillons. Bien que ce travail puisse être partiellement critiqué en raison de l'épaisseur ( $e \approx 100 - 200 \mu m$ ) des lames utilisées dans cette étude, il établit cependant avec certitude que la cinétique de formation des espèces hydrures (GeH) est significativement plus rapide que celle des hydroxyles. Il n'existe par contre à notre connaissance pas de données sur des études analogues mises en oeuvre lors d'insolation de verres hydrogénés avec un laser à ArF. En conséquence, nous nous sommes proposé d'étendre les études de C. Dalle à des insolutions effectuées avec un laser à ArF.

### 2.4.3 Objectifs des études de spectroscopie visant à enregistrer les modifications de transmission d'échantillons de lames de préforme germanosilicates au cours de leur insolation

Au début de mon travail de thèse, nous disposions donc d'un schéma général sur les mécanismes de l'augmentation de la photosensibilité des verres germanosilicates hydrogénés ( $\lambda_p = 248 nm$ ), mais les études par spectroscopie restaient incomplètes. Par conséquent, nous avons cherché :

1) à étudier les modifications spectrales, dans les gammes IR et UV-VUV, photo induites lors d'insolutions réalisées à l'aide d'un laser ArF ( $\lambda_p = 193 nm$ ) dans des verres germanosilicates hydrogénés. Ces données doivent servir de base pour examiner si il existe des corrélations entre les bandes d'absorption IR et des bandes UV et ceci afin de tenter d'attribuer ces dernières aux espèces connues.

2) à disposer des éléments nécessaires pour établir dans la suite une comparaison entre les cinétiques de formation (ou de destruction) des spectres d'excès de pertes créés dans des verres germanosilicates hydrogénés au moyen soit d'un laser à ArF, soit d'un laser à KrF.

3) à enregistrer les cinétiques de formation (ou destruction) des spectres d'excès de pertes pour différentes densités d'énergie par impulsion  $F_i$ .

4) à disposer des éléments nécessaires pour établir des corrélations entre les changements d'indice de réfraction photo induits et les pertes en excès créées lors des insolutions UV.

5) à disposer des éléments nécessaires pour établir une comparaison des cinétiques de formation (ou de destruction) des spectres d'excès de pertes photo induits dans des verres germanosilicates sensibilisés par

l'une des trois méthodes étudiées.

## 2.5 Modifications spectrales provoquées par l'insolation uniforme d'une lame de préforme ou d'une fibre germanosilicate hydrogénée

### 2.5.1 Les excès de pertes dans le domaine spectral $\{1,2 \mu m - 1,6 \mu m\}$

#### 2.5.1.1 Introduction

Les excès de pertes photo induits dans la fibre SMF 28 ont été évalués en mesurant l'évolution de la transmission de la fibre sous l'effet d'une insolation ultraviolette (voir le chapitre 1 où le schéma du montage optique est représenté sur la figure 1.6). La fibre SMF 28 hydrogénée a été uniformément insolée par des radiations issues soit du laser à ArF ( $\lambda_p = 193 nm$ ) soit à KrF ( $\lambda_p = 248 nm$ ). Les spectres ont été enregistrés 3 minutes après chaque salve d'impulsions.

#### 2.5.1.2 Insolations réalisées avec la source de longueur d'onde $\lambda_p = 193 nm$ fonctionnant en régime impulsif

Des spectres d'excès de pertes ont tout d'abord été enregistrés dans la fibre SMF 28 non hydrogénée. La fluence cumulée totale reçue par la fibre a été limitée à  $3,2 kJ/cm^2$ . La modulation d'indice de réfraction induite dans ce type de fibre lors de l'inscription de réseaux de Bragg dans des conditions similaires d'insolation (densité d'énergie par impulsion  $F_i$  et fluence cumulée  $F_c$ ) est de l'ordre de  $2 \cdot 10^{-4}$ . Aucune structure spectrale n'apparaît sur cet enregistrement. Le niveau d'excès de pertes reste inférieur à  $0,04 dB/cm$  dans toute la gamme spectrale analysée (la précision des mesures d'atténuation est de l'ordre de  $0,02 dB/cm$ ).

La fibre SMF 28 a été chargée par de l'hydrogène ( $P = 140 atm$ ) pendant un mois à température ambiante. Une portion de fibre hydrogénée longue de  $2 cm$  a ensuite été insolée au moyen d'un laser à ArF émettant un rayonnement de longueur d'onde égale à  $193 nm$ . La densité d'énergie par impulsion  $F_i$  était égale à  $160 mJ/cm^2$ . Les spectres ont été enregistrés 3 minutes après chaque salve d'impulsions et ceci jusque  $30\,000$  tirs. La fluence cumulée totale incidente sur la fibre a été limitée à  $4,8 kJ/cm^2$ . La modulation d'indice de réfraction induite lors de l'inscription d'un réseau de Bragg dans ces conditions d'insolation est de l'ordre de  $2,5 \cdot 10^{-3}$ .

Des exemples de spectres d'excès de pertes mesurés après l'insolation sont présentés sur la figure 2.6a. Les spectres n'ont pas été décalés. La ligne de base de ces spectres est donc modifiée au cours de ces insolations. Comme le montre cette figure, l'insolation se traduit par la formation de pertes en excès qui présentent une bande dont le pic d'atténuation principal se situe vers  $1,39 \mu m$ . Aucune structure spectrale n'apparaît pour les longueurs d'onde supérieures à  $1,45 \mu m$ . L'intensité des pertes en excès vers  $1,39 \mu m$  croît de façon monotone avec le nombre d'impulsions  $N_i$  incidentes sur le coeur de la fibre. Le maximum de cette bande se déplace vers les basses longueurs d'onde à mesure que l'insolation se prolonge. Par ailleurs, la largeur du spectre mesurée à mi-hauteur n'évolue pas de manière significative avec  $N_i$ . L'excès de pertes mesuré au pic à  $1,39 \mu m$  est de l'ordre de  $0,8 dB/cm$  sur le spectre qui correspond à une fluence cumulée de  $0,16 kJ/cm^2$ . Il atteint  $4,2 dB/cm$  (rapport signal/bruit vers  $1,39 \mu m \approx 10$ ) pour une fluence cumulée égale à  $4,8 kJ/cm^2$ . Après la dernière mesure, un second spectre (non représenté sur la figure) est enregistré environ 12 heures

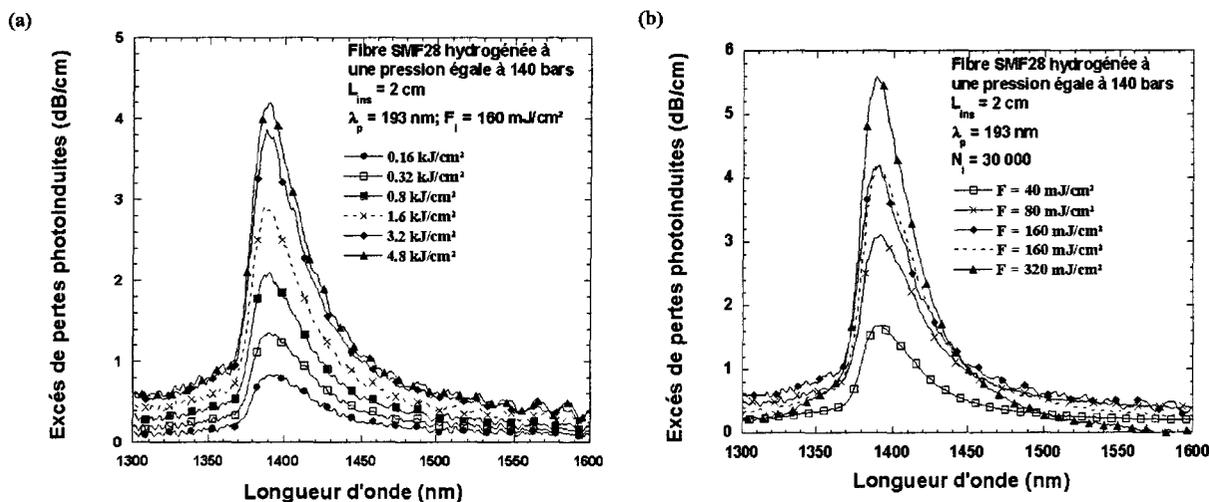


FIG. 2.6 – Évolution des excès de pertes induites dans une fibre SMF 28 hydrogénée au cours d’une insolation ultraviolette ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) : a) influence de  $F_c$ , b) influence de  $F_i$ .

plus tard. La comparaison de ces deux spectres indique que pendant l’intervalle de temps séparant les deux mesures ( $\approx 12 \text{ h}$ ), la transmission de cette fibre n’a pas évolué de manière sensible.

**Influence de la densité d’énergie par impulsion  $F_i$**  Les densités d’énergie  $F_i$  choisies pour réaliser les insolutions uniformes étaient égales à 40, 80, 160 et 320  $\text{mJ}/\text{cm}^2$ . Les fibres préalablement hydrogénées comme indiquées précédemment ont été uniformément insolées par un nombre d’impulsions  $N_i$  fixé à 30000. Les excès de pertes correspondant sont représentés sur la figure 2.6b. Nous avons aussi vérifié la reproductibilité de nos mesures en effectuant deux fois chaque insolation. Les deux spectres correspondant aux insolutions réalisées avec  $F_i = 160 \text{ mJ}/\text{cm}^2$  sont représentés sur la figure 2.6b à titre d’illustration. L’allure des spectres d’excès de pertes enregistrés dans la gamme spectrale étudiée ne dépend pas de la densité d’énergie par impulsion utilisée pour procéder aux insolutions. L’intensité maximale des excès pertes vers  $1,39 \mu\text{m}$  augmente de façon monotone ( $N_i$  fixé égal à 30000) avec la densité d’énergie par impulsion  $F_i$  incidente sur le coeur des fibres. Pour des valeurs de  $F_i$  comprises entre 40 et 320  $\text{mJ}/\text{cm}^2$ , l’intensité maximale des excès de pertes vers  $1,39 \mu\text{m}$  croît sub-linéairement avec la densité d’énergie par impulsion du rayonnement incident. Le rapport signal sur bruit vers  $1,39 \mu\text{m}$  est de l’ordre de 8 après l’insolation par  $N_i = 30000$  impulsions avec une densité d’énergie par impulsion égale à 320  $\text{mJ}/\text{cm}^2$ . Cette croissance sub-linéaire ne résulte donc pas d’un artefact qui résulterait d’un manque de sensibilité.

### 2.5.1.3 Insolutions réalisées avec la source de longueur d’onde $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ fonctionnant en régime impulsif

Des spectres d’excès de pertes ont tout d’abord été enregistrés dans la fibre SMF 28 non hydrogénée. La fluence cumulée totale reçue par la fibre a été limitée à 4,8  $\text{kJ}/\text{cm}^2$ . La modulation d’indice de réfraction induite dans ce type de fibre lors de l’inscription de réseaux de Bragg dans des conditions similaires d’insolation (fluence par tir et fluence cumulée) est de l’ordre de  $2,5 \cdot 10^{-5}$ . Comme dans le cas des insolutions avec le laser à ArF, aucune structure spectrale n’apparaît sur ce spectre. Le niveau d’excès de pertes reste

inférieur à 0,04 dB/cm dans toute la gamme spectrale analysée (la précision des mesures  $\approx 0,02$  dB/cm).

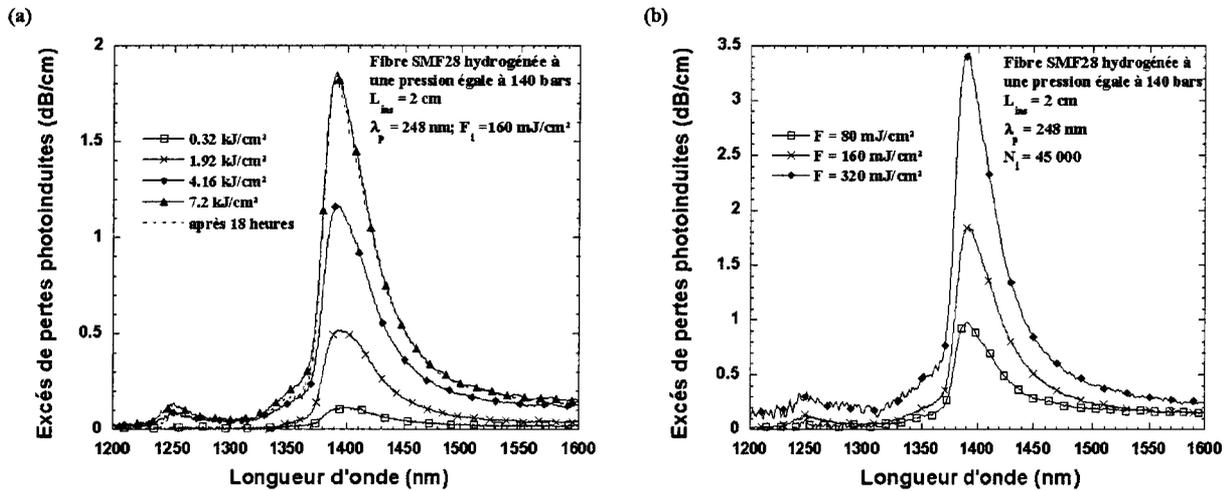


FIG. 2.7 – Évolution des excès de pertes induits dans une fibre SMF 28 hydrogénée au cours d’une insolation ultraviolette ( $\lambda_p = 248$  nm) : a) influence de  $F_c$ , b) influence de  $F_i$ .

Une fibre de type SMF 28 a été chargée en hydrogène selon des conditions similaires à celles des expériences précédentes. Cette fibre hydrogénée a ensuite été insolée au moyen d’un laser à KrF avec une densité d’énergie par impulsion  $F_i$  égale à  $160$  mJ/cm<sup>2</sup>. La fluence cumulée totale incidente sur la fibre a été limitée à  $7,2$  kJ/cm<sup>2</sup>. La modulation d’indice de réfraction induite lors de l’inscription d’un réseau de Bragg dans ces conditions d’insolation est de l’ordre de  $1,8 \cdot 10^{-3}$ .

Des exemples de spectres d’excès de pertes mesurés après l’insolation sont présentés sur la figure 2.7a. Comme le montre cette figure, l’insolation se traduit par la formation de pertes en excès qui présentent une bande vers  $1,39 \mu\text{m}$ . Aucune structure spectrale n’apparaît pour les longueurs d’onde supérieures à  $1,45 \mu\text{m}$ . Seule une remontée du fond d’atténuation peut être observée du côté des hautes longueurs d’onde. L’intensité des excès pertes vers  $1,39 \mu\text{m}$  croît de façon monotone avec le nombre  $N_i$  d’impulsions incidentes sur le coeur de la fibre. Le maximum de cette bande se déplace vers les basses longueurs d’onde à mesure que l’insolation se prolonge. Par ailleurs, la largeur du spectre mesurée à mi-hauteur n’évolue pas de manière significative avec le nombre  $N_i$  d’impulsions incidentes. L’excès de pertes mesuré au pic à  $1,39 \mu\text{m}$  est de l’ordre de  $0,1$  dB/cm sur le spectre qui correspond à une fluence cumulée de  $0,32$  kJ/cm<sup>2</sup>. Il atteint  $1,85$  dB/cm avec une fluence cumulée égale à  $7,2$  kJ/cm<sup>2</sup>. Après la dernière mesure, un second spectre est enregistré environ 18 heures plus tard. La comparaison de ces deux spectres indique que pendant l’intervalle de temps séparant les deux mesures ( $\approx 18$  h), la transmission de cette fibre n’a pas évolué de manière sensible.

Notons que sur de nombreux spectres, on observe une structure spectrale résiduelle vers  $1,24 \mu\text{m}$  qui n’apparaît que pour des fluences cumulées supérieures à  $2$  kJ/cm<sup>2</sup>. La présence d’une bande d’absorption vers  $1,24 \mu\text{m}$  a été attribuée à l’hydrogène moléculaire présent dans la fibre [75]. La consommation d’hydrogène doit donc se traduire par des pertes en excès négatives. D’autres auteurs attribuent la bande à  $1,24 \mu\text{m}$  à une bande harmonique de la liaison OH [76]. Si ces attributions sont correctes, l’intensité de la bande résulte d’une compétition entre la consommation d’hydrogène et la formation d’espèces hydroxyles. Le fait que l’évolution de l’intensité de cette bande ne suit pas rigoureusement celle de la bande à  $1,39 \mu\text{m}$  constitue un argument en faveur de cette interprétation.

**Influence de la densité d'énergie par impulsion  $F_i$**  Les densités d'énergie choisies pour réaliser les insulations uniformes étaient égales à 80, 160 et 320 mJ/cm<sup>2</sup>. Les fibres préalablement hydrogénées ont été uniformément insolées par un nombre d'impulsions égal à 45000. Les spectres d'excès de pertes correspondant à ces insulations sont présentés sur la figure 2.7b. Comme pour les insulations réalisées avec le laser à ArF, l'allure des spectres d'excès de pertes enregistrés dans la gamme spectrale étudiée ne dépend pas de la densité d'énergie par impulsion utilisée pour procéder aux insulations. L'intensité des excès de pertes vers 1,39  $\mu\text{m}$  croît de façon monotone ( $N_i$  fixé égale à 45000) avec la densité d'énergie par impulsion incidente sur le coeur des fibres. Plus précisément, l'intensité maximale des excès de pertes vers 1,39  $\mu\text{m}$  augmente linéairement avec la densité d'énergie par impulsion du rayonnement incident (valeurs de  $F_i$  comprises entre 80 et 320 mJ/cm<sup>2</sup>).

#### 2.5.1.4 Étude de l'influence de la longueur d'onde du laser de pompe utilisé pour réaliser des insulations dans des fibres SMF 28 hydrogénées

La figure 2.8 montre des spectres d'excès de pertes enregistrés après des insulations réalisées avec des lasers différents dans les mêmes conditions de fluence cumulée. Le paramètre est donc la longueur d'onde du rayonnement incident sur l'échantillon lors de ces insulations ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$  ou 193 nm). La densité d'énergie par impulsion ainsi que le nombre d'impulsions ont été fixés respectivement à  $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$  et  $N_i = 30000$ . Les spectres représentés sur la figure n'ont pas été décalés et sont extraits des figures 2.6a et 2.7a.

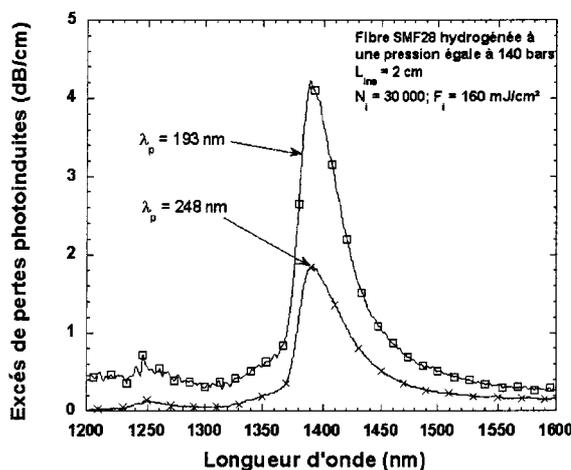


FIG. 2.8 – Comparaison des excès de pertes induits dans une fibre SMF 28 hydrogénée au cours d'une insolation ultraviolette, en fonction de la longueur d'onde du laser de pompe  $\lambda_p$  ( $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ;  $N_i = 30000$ ).

L'allure des spectres d'excès de pertes enregistrés dans la gamme spectrale étudiée ne dépend pas du choix du laser utilisé pour procéder aux insulations. Le tableau 2.5 rassemble quelques résultats caractéristiques obtenus dans différentes conditions d'insolation. Pour une fluence cumulée équivalente incidente sur la fibre, les excès de pertes varient selon la longueur d'onde du laser de pompe. Ainsi par exemple, le niveau des pertes en excès créées vers 1,39  $\mu\text{m}$  par l'insolation effectuée au moyen du laser à ArF est environ 3 fois

plus important (4,2 dB/cm) que celui relevé lorsque l'insolation est réalisée avec le laser à KrF (1,4 dB/cm) lorsque la fluence cumulée incidente sur la fibre est égale à 4,8 kJ/cm<sup>2</sup>. Pour cette même fluence cumulée

Conditions d'insolation	Fluence cumulée	$\Delta n_{mod}$	Excès de pertes vers 1,39 $\mu m$
$\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ; F = 160 mJ/cm <sup>2</sup>	<b>4,8 kJ/cm<sup>2</sup></b>	$2,50 \cdot 10^{-3} \pm 0,12 \cdot 10^{-3}$	$4,2 \pm 0,02 \text{ dB/cm}$
$\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ; F = 160 mJ/cm <sup>2</sup>	<b>4,8 kJ/cm<sup>2</sup></b>	$1,40 \cdot 10^{-3} \pm 0,07 \cdot 10^{-3}$	$1,4 \pm 0,02 \text{ dB/cm}$
$\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ; F = 160 mJ/cm <sup>2</sup>	0,67 kJ/cm <sup>2</sup>	<b><math>1,80 \cdot 10^{-3} \pm 0,09 \cdot 10^{-3}</math></b>	$1,9 \pm 0,02 \text{ dB/cm}$
$\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ; F = 160 mJ/cm <sup>2</sup>	7,2 kJ/cm <sup>2</sup>	<b><math>1,80 \cdot 10^{-3} \pm 0,09 \cdot 10^{-3}</math></b>	$1,85 \pm 0,02 \text{ dB/cm}$

TAB. 2.5 – Récapitulatif des excès de pertes photo induits par l'insolation ultraviolette d'une fibre SMF 28 hydrogénée au moyen d'un laser à ArF ou à KrF.

( $F_c = 4,8 \text{ kJ/cm}^2$ ), les changements d'indice de réfraction induits sont respectivement égaux à  $2,5 \cdot 10^{-3}$  ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) et  $1,4 \cdot 10^{-3}$  ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ). Lorsque la modulation d'indice de réfraction induit par chaque laser est de l'ordre de  $\Delta n_{mod} \approx 2 \cdot 10^{-3}$ , les niveaux d'excès de pertes photo induits à 1,39  $\mu m$  sont similaires. Le fond d'atténuation observé vers les basses longueurs d'onde ( $\lambda < 1,3 \mu m$ ) lorsque la longueur d'onde de pompe est égale à 248 nm est toutefois plus faible que celui mesuré avec  $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ . Ces résultats montrent qu'il n'existe pas de relation de proportionnalité entre le niveau des pertes vers 1,39  $\mu m$  et l'amplitude de la modulation d'indice de réfraction.

## 2.5.2 Les excès de pertes dans le domaine spectral {2000 $cm^{-1}$ - 4000 $cm^{-1}$ }

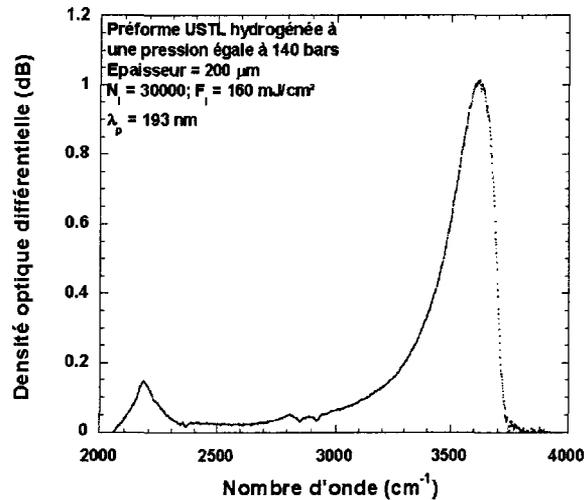
### 2.5.2.1 Introduction

Dans cette section, les spectres d'excès de pertes enregistrés dans des lames de préforme au cours des insolutions sont présentés sous forme de densités optiques différentielles exprimées en dB. Les spectres de densités optiques différentielles de lames de préforme USTL ont été évalués en mesurant l'évolution de la transmission de l'échantillon en fonction du nombre de tirs  $N_i$  (voir paragraphe 1.4.2.3 du chapitre 1). Les caractéristiques (longueur d'onde  $\lambda_p$  du laser, fluence par tir  $F_i$ , nombre d'impulsions  $N_i$ , épaisseur des échantillons) des insolutions réalisées dans des lames de préforme sont rassemblées dans la table 2.6. Dans ce tableau figurent aussi les amplitudes de modulation d'indice mesurées dans une fibre SMF 28 dans les mêmes conditions d'irradiance. Chaque enregistrement de la transmission des lames de préforme est effectué quelques secondes après occultation du laser UV. L'épaisseur des échantillons est égale à 200  $\mu m$ . L'insolation de la lame a donc été achevée dans les trois heures qui ont suivi sa sortie de l'enceinte contenant l'hydrogène. Pendant ce court délai, la pression d'hydrogène au milieu du coeur de la lame de préforme n'évolue pas significativement (figure 1.2b du chapitre 1). L'éclairement du spot incident sur la lame de préforme est sensiblement uniforme. Quelles que soient les conditions expérimentales utilisées dans la suite, le rapport signal sur bruit du spectre de transmission reste supérieur à 20 sur toute la gamme spectrale étudiée.

A titre d'illustration, la figure 2.9 présente un spectre de densité optique différentielle induit par l'insolation du coeur d'une lame de préforme USTL préalablement hydrogénée ( $P = 140 \text{ atm}$ ). L'insolation a été réalisée par 30000 impulsions issues du laser à ArF. La densité d'énergie par impulsion était égale à 160 mJ/cm<sup>2</sup>. Le spectre est marqué par la présence de plusieurs bandes. La bande la plus intense présente un maximum qui se situe vers 3600  $cm^{-1}$ . Elle révèle la formation de liaisons hydroxyyles [43, 75].

$\lambda_p$	Fluence par tir	$N_i$	Epaisseur	$\Delta n_{mod}$ (Fibre SMF 28)
193 nm	160 mJ/cm <sup>2</sup>	30 000	200 $\mu m$	$2,50 \cdot 10^{-3} \pm 0,12 \cdot 10^{-3}$
193 nm	60 mJ/cm <sup>2</sup>	30 000	200 $\mu m$	$1,20 \cdot 10^{-3} \pm 0,06 \cdot 10^{-3}$
248 nm	160 mJ/cm <sup>2</sup>	40 000	200 $\mu m$	$1,70 \cdot 10^{-3} \pm 0,09 \cdot 10^{-3}$
248 nm	60 mJ/cm <sup>2</sup>	30 000	200 $\mu m$	$8,00 \cdot 10^{-4} \pm 0,40 \cdot 10^{-4}$

TAB. 2.6 – Caractéristiques des insolutions réalisées dans le coeur des lames de préforme hydrogénées

FIG. 2.9 – Densité optique différentielle photo induite dans le coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée au cours d'une insolation ultraviolette ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ;  $F = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ;  $N_i = 30\,000$ ).

Sans décomposition des spectres, il n'est pas possible de distinguer plus précisément les contributions des différentes espèces (SiOH ou GeOH). Ces dernières sont donc provisoirement notées T-OH et nommées hydroxyles (voir chapitre 5, où les décompositions sont présentées). L'asymétrie sur le flan gauche de la bande d'absorption vers  $3300 \text{ cm}^{-1}$  est liée à la présence d'eau moléculaire [72]. Une forme de bande centrée vers  $2180 \text{ cm}^{-1}$  apparaît également sur le spectre de la figure 2.9. Cette bande est liée à la présence d'espèces hydrures [68, 69, 70, 71]. Notons que sur de nombreux spectres, on observe une structure résiduelle vers  $2350 \text{ cm}^{-1}$  due à la présence de bandes attribuées au dioxyde de carbone résiduel présent dans l'enceinte ainsi que vers  $2900 \text{ cm}^{-1}$  (double pic) du fait de la présence d'un film polymère dans le spectroscopie.

### 2.5.2.2 Insolation du coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée réalisée au moyen de la source de longueur d'onde $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ fonctionnant en régime impulsionnel

La figure 2.10a présente des exemples de spectres de densité optique différentielle enregistrés entre  $2000 \text{ cm}^{-1}$  et  $4000 \text{ cm}^{-1}$  lors de l'insolation du coeur d'une lame de préforme USTL au moyen d'un laser à ArF. La densité d'énergie par impulsion  $F_i$  était égale à  $160 \text{ mJ/cm}^2$ . La fluence cumulée  $F_c$  reçue par la lame de préforme constitue le paramètre de l'étude; elle a été limitée à  $4,8 \text{ kJ/cm}^2$ .

La ligne de base de ces spectres n'est pas modifiée au cours de ces insolutions. L'évolution de la densité optique différentielle est monotone croissante sur toute la gamme spectrale étudiée et ne présente pas de

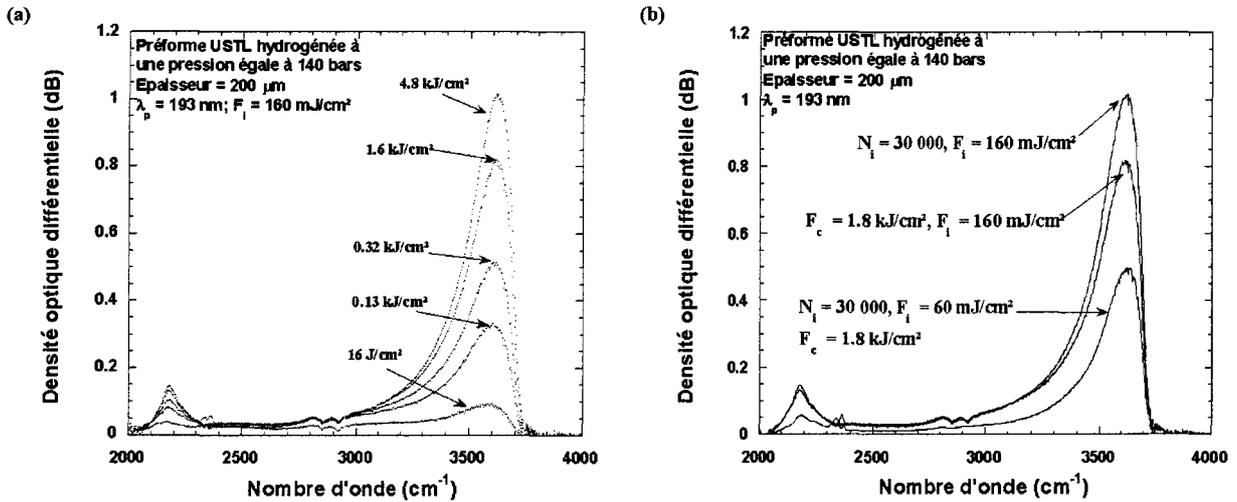


FIG. 2.10 – Évolution de la densité optique différentielle photo induite dans le cœur d'une lame de préforme USTL hydrogénée au cours d'une insolation ultraviolette ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) : a) influence de  $F_c$ , b) influence de  $F_i$ .

tendance à la saturation pour des insolutions prolongées jusque 30000 tirs ( $F_c = 4,8 \text{ kJ/cm}^2$ ). La densité optique différentielle mesurée à  $3600 \text{ cm}^{-1}$  est de l'ordre de 0,08 dB sur le spectre qui correspond à une fluence cumulée de  $16 \text{ J/cm}^2$ . Elle atteint 1,02 dB lorsque la fluence cumulée est égale à  $4,8 \text{ kJ/cm}^2$ . L'atténuation différentielle mesurée à  $2180 \text{ cm}^{-1}$  est de l'ordre de 0,14 dB pour une fluence cumulée de  $4,8 \text{ kJ/cm}^2$ . Au cours des insolutions, la position du maximum de la bande d'absorption située vers  $3600 \text{ cm}^{-1}$  évolue. Le maximum de cette bande pointe vers  $3580 \text{ cm}^{-1}$  au début de l'insolation et se déplace vers  $3625 \text{ cm}^{-1}$  à mesure que l'insolation se prolonge. La même remarque s'adresse à la bande attribuée aux hydrures, le maximum d'intensité se déplace de  $2170 \text{ cm}^{-1}$  à  $2180 \text{ cm}^{-1}$  au cours de l'insolation. L'asymétrie vers  $3300 \text{ cm}^{-1}$  semble être d'autant plus importante que la fluence cumulée est élevée. Par ailleurs, les largeurs à mi-hauteur des bandes observées n'évoluent pas de manière significative avec le nombre  $N_i$  d'impulsions incidentes.

**Influence de la densité d'énergie par impulsion  $F_i$**  La figure 2.10b montre des spectres de densité optique différentielle enregistrés dans des conditions d'irradiance ( $F_i = 60$  ou  $160 \text{ mJ/cm}^2$ ). Le paramètre fixé est soit le nombre d'impulsions ( $N_i = 30000$ ) soit la fluence cumulée ( $F_c = 1,8 \text{ kJ/cm}^2$ ). L'allure des spectres enregistrés dans la gamme spectrale étudiée ne dépend pas de la densité d'énergie par impulsion utilisée pour procéder aux insolutions. Pour une fluence cumulée équivalente ( $F_c = 1,8 \text{ kJ/cm}^2$ ) ou pour un nombre fixé d'impulsions incidentes ( $N_i = 30000$ ) sur les échantillons, les densités optiques situées vers  $3600 \text{ cm}^{-1}$  et  $2180 \text{ cm}^{-1}$  augmentent avec la densité d'énergie par impulsion  $F_i$  incidente sur le cœur des lames de préforme.

Pour  $N_i$  fixé à 30000, l'intensité maximale de la bande attribuée aux espèces T-OH est de l'ordre de 1,02 dB lorsque la densité d'énergie par impulsion est égale à  $160 \text{ mJ/cm}^2$  alors qu'elle est égale à 0,50 dB lorsque  $F_i = 60 \text{ mJ/cm}^2$ . La densité optique différentielle mesurée à  $2180 \text{ cm}^{-1}$  est de l'ordre de 0,05 dB pour  $F_i = 60 \text{ mJ/cm}^2$  et 0,14 dB lorsque la densité d'énergie est égale à  $160 \text{ mJ/cm}^2$ . Pour conclure, dans cette région spectrale, les intensités maximales (en dB) des deux bandes principales ( $3600 \text{ cm}^{-1}$  et  $2180 \text{ cm}^{-1}$ ) sont sensiblement proportionnelles à la densité d'énergie par impulsion du rayonnement incident ( $F_i$

= 60 et 160 mJ/cm<sup>2</sup>).

### 2.5.2.3 Insolation du coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée réalisée au moyen de la source de longueur d'onde $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ fonctionnant en régime impulsif

La figure 2.11a présente des exemples de spectres de densité optique différentielle enregistrés entre 2000  $\text{cm}^{-1}$  et 4000  $\text{cm}^{-1}$  lors de l'insolation du coeur d'une lame de préforme USTL réalisée au moyen d'un laser à KrF ( $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ). La fluence cumulée totale reçue par la lame de préforme constitue le paramètre de l'étude; elle a été limitée à 6,4 kJ/cm<sup>2</sup>. L'amplitude de la modulation d'indice de réfraction induite dans une fibre SMF 28 lors de l'inscription de réseaux de Bragg dans des conditions similaires d'insolation ( $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ,  $F_c = 6,4 \text{ kJ/cm}^2$ ) est de l'ordre de  $1,710^{-3}$ . La ligne de base de ces spectres ne subit pas de modification au cours de ces insolutions. L'apparition de plusieurs bandes résolues est observée comme dans le cas d'une insolation réalisée à l'aide d'un laser à ArF.

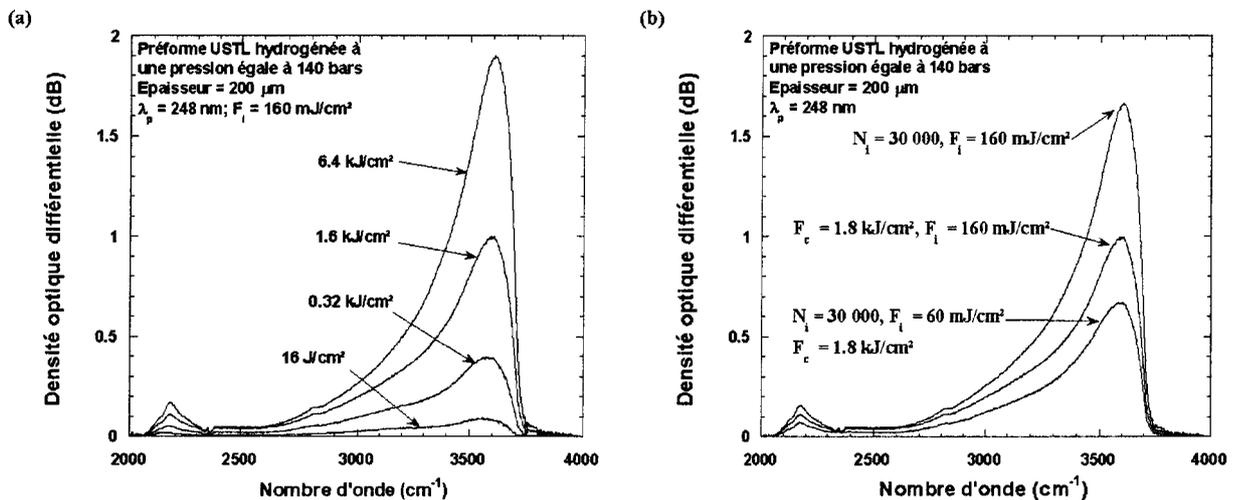


FIG. 2.11 – Évolution de la densité optique différentielle photo induite dans le coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée au cours d'une insolation ultraviolette ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) : a) influence de  $F_c$ , b) influence de  $F_i$ .

L'évolution de la densité optique différentielle est monotone croissante sur toute la gamme spectrale étudiée. Elle ne présente pas de tendance à la saturation pour des insolutions prolongées jusque 40000 tirs ( $F_c = 6,4 \text{ kJ/cm}^2$ ). La densité optique différentielle mesurée à 3600  $\text{cm}^{-1}$  est de l'ordre de 0,08 dB sur le spectre enregistré après l'insolation par une fluence cumulée égale à 16 J/cm<sup>2</sup>. Elle atteint 1,90 dB lorsque la fluence cumulée est égale à 6,4 kJ/cm<sup>2</sup>. La densité optique différentielle mesurée à 2180  $\text{cm}^{-1}$  est de l'ordre de 0,18 dB lorsque  $F_c = 6,4 \text{ kJ/cm}^2$ . Au cours des insolutions, la position du maximum de la bande d'absorption située vers 3600  $\text{cm}^{-1}$  évolue. Le maximum de cette bande pointe vers 3560  $\text{cm}^{-1}$  au début de l'insolation et se déplace vers 3610  $\text{cm}^{-1}$  à mesure que l'insolation se prolonge. La même remarque s'adresse à la bande attribuée aux hydrures, le maximum se déplace de 2165  $\text{cm}^{-1}$  à 2180  $\text{cm}^{-1}$ .

**Influence de la densité d'énergie par impulsion  $F_i$**  La figure 2.11b montre des spectres de densité optique différentielle enregistrés dans deux conditions d'irradiance ( $F_i = 60 \text{ mJ/cm}^2$  ou  $160 \text{ mJ/cm}^2$ ). Le paramètre fixé est soit le nombre d'impulsions ( $N_i = 30000$ ) soit la fluence cumulée ( $F_c = 1,8 \text{ kJ/cm}^2$ ). Tout

d'abord, il apparaît que l'allure des spectres enregistrés dans la gamme spectrale étudiée ne dépend pas de la densité d'énergie par impulsion utilisée pour procéder aux insulations. Pour une fluence cumulée équivalente ( $F_c = 1,8 \text{ kJ/cm}^2$ ) ou pour un nombre fixé d'impulsions incidentes ( $N_i = 30000$ ) sur les échantillons, les densités optiques différentielles mesurées lors de l'insolation avec la fluence de  $160 \text{ mJ/cm}^2$  sont supérieures à celles relevées pour une insolation à  $60 \text{ mJ/cm}^2$ .

Dans le cas où  $N_i$  est fixé à 30000, le maximum de la bande attribuée aux espèces T-OH ( $3600 \text{ cm}^{-1}$ ) est de l'ordre de 1,68 dB lorsque la densité d'énergie par impulsion est égale à  $160 \text{ mJ/cm}^2$  alors qu'il est égal à 0,68 dB lorsque  $F_i = 60 \text{ mJ/cm}^2$ . La densité optique différentielle mesurée à  $2180 \text{ cm}^{-1}$  est de l'ordre de 0,07 dB pour  $F_i = 60 \text{ mJ/cm}^2$  et 0,16 dB lorsque la densité d'énergie est égale à  $160 \text{ mJ/cm}^2$ . Pour conclure, les intensités maximales des bandes (en dB) situées vers  $3600 \text{ cm}^{-1}$  ou  $2180 \text{ cm}^{-1}$  sont sensiblement proportionnelles à la densité d'énergie par impulsion du rayonnement incident. ( $F_i = 60$  et  $160 \text{ mJ/cm}^2$ ).

#### 2.5.2.4 Étude de l'influence de la longueur d'onde du laser de pompe utilisée pour réaliser des insulations dans des lames de préforme USTL hydrogénées

La figure 2.12 montre les spectres de densité optique différentielle enregistrés en utilisant les lasers à KrF ou à ArF dans les mêmes conditions d'irradiance. Le paramètre de l'étude est donc la longueur d'onde  $\lambda_p$  du rayonnement incident sur les échantillons lors des insulations ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$  ou  $193 \text{ nm}$ ). La densité d'énergie par impulsion et le nombre d'impulsions ont été fixés respectivement à  $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$  et  $N_i = 30000$ .

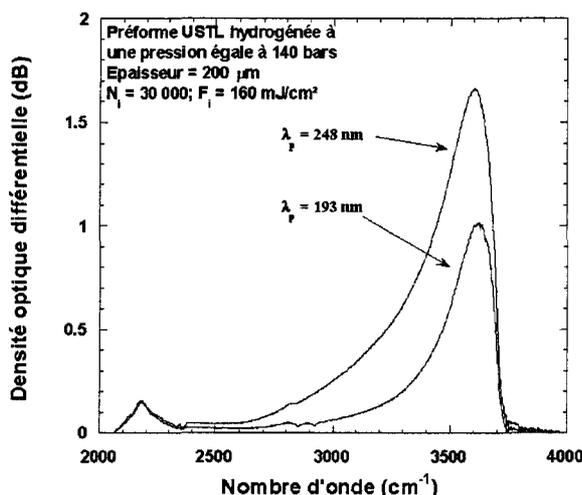


FIG. 2.12 – Comparaison des densités optiques différentielles photo induites dans le coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée au cours d'une insolation ultraviolette, en fonction de la longueur d'onde du laser de pompe  $\lambda_p$  ( $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ;  $N_i = 30\ 000$ ).

Comme le montre la figure, l'allure des spectres enregistrés dans la gamme spectrale  $\{2000 \text{ cm}^{-1} - 4000 \text{ cm}^{-1}\}$  ne dépend pas du choix du laser utilisé pour procéder aux insulations. Pour une fluence cumulée équivalente incidente sur la lame de préforme, les densités optiques différentielles varient selon la longueur d'onde du rayonnement utilisé. En effet, la densité optique créée vers  $3600 \text{ cm}^{-1}$  par l'insolation effectuée au moyen du laser à KrF est presque 2 fois plus importante que celle relevée lorsque l'insolation est réalisée

avec le laser à ArF. Ainsi par exemple, lorsque la fluence cumulée reçue par le coeur de la lame de préforme est égale à  $4,8 \text{ kJ/cm}^2$ , le maximum de la bande attribuée aux espèces T-OH est de l'ordre de 1,68 dB si la longueur d'onde du rayonnement est égale à 248 nm alors qu'il est égal à 1,02 dB si  $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ . Par contre, les densités optiques différentielles mesurées à  $2180 \text{ cm}^{-1}$  après insolation soit par le laser à KrF soit par le laser à ArF sont similaires dans les deux cas : le maximum de cette bande atteint 0,15 dB ( $F_c = 4,8 \text{ kJ/cm}^2$ ).

Conditions d'insolation	Fluence cumulée $F_c$	$\Delta n_{mod}$	Densité optique différentielle vers $3600 \text{ cm}^{-1}$	Densité optique différentielle vers $2180 \text{ cm}^{-1}$
$\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ; $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$	<b>4,8 kJ/cm<sup>2</sup></b>	$2,5 \cdot 10^{-3} \pm 1,25 \cdot 10^{-4}$	1,04 dB	0,16 dB
$\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ; $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$	<b>4,8 kJ/cm<sup>2</sup></b>	$1,4 \cdot 10^{-3} \pm 0,7 \cdot 10^{-4}$	1,71 dB	0,16 dB
$\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ; $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$	0,52 kJ/cm <sup>2</sup>	$1,7 \cdot 10^{-3} \pm 0,9 \cdot 10^{-4}$	0,61 dB	0,12 dB
$\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ; $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$	6,4 kJ/cm <sup>2</sup>	$1,7 \cdot 10^{-3} \pm 0,9 \cdot 10^{-4}$	1,95 dB	0,17 dB

TAB. 2.7 – Récapitulatif des niveaux de densités optiques différentielles photo induits par des insulations ultraviolettes d'une lame de préforme USTL hydrogénée

A titre comparatif, nous avons rassemblé dans la table 2.7, les caractéristiques (longueur d'onde  $\lambda_p$  du laser, fluence par tir  $F_i$  et fluence cumulée  $F_c$ ) des insulations réalisées dans les lames de préforme ainsi que les densités optiques différentielles photo induites dans ces conditions. Dans ce tableau figurent aussi les amplitudes de modulation d'indice mesurées dans une fibre SMF 28 dans les mêmes conditions d'irradiance. Les résultats rassemblés dans ce tableau montrent qu'il n'existe pas de corrélation directe entre les densités optiques différentielles attribuées aux espèces hydrogénées (hydroxyles et hydrures) et l'amplitude de la modulation d'indice de réfraction. Pour un changement d'indice de réfraction de l'ordre de  $\Delta n_{mod} \approx 1,7 \cdot 10^{-3}$ , les niveaux de densités optiques différentielles sont plus élevés lorsque la longueur d'onde du laser de pompe est égale à 248 nm que pour le laser à ArF ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ). Cette dernière observation est en désaccord avec les résultats des expériences menées dans les fibres SMF 28 hydrogénées sur les excès de pertes induits par la formation d'espèces hydroxyles. En effet, les évolutions avec  $\lambda_p$  des densités optiques différentielles présentées dans le tableau 2.7 sont différentes des évolutions des niveaux d'excès de pertes rassemblées dans le tableau 2.5. L'origine de cette différence est discutée dans la seconde partie du chapitre 5.

### 2.5.3 Les excès de pertes dans l'UV et l'UV du vide

#### 2.5.3.1 Introduction

Pour estimer l'évolution, sous l'effet d'une insolation UV, de la densité optique des verres germanosilicates hydrogénés dans le domaine d'énergie allant de 4 eV à 7,2 eV ( $\{170 \text{ nm} - 300 \text{ nm}\}$ ), nous avons choisi d'utiliser des lames de préforme dont l'épaisseur est égale à  $50 \mu\text{m}$ . Le schéma du montage expérimental utilisé pour mesurer l'évolution des spectres sous l'effet d'une insolation ultraviolette est décrit sur la figure 1.8 du chapitre 1. Chaque enregistrement de la transmission des lames de préforme est effectué 3 minutes après occultation du faisceau laser UV. Les résultats des mesures sont présentés sous la forme de densités optiques exprimées en dB représentant les spectres d'atténuation. Les caractéristiques (longueur d'onde du laser  $\lambda_p$ , densité d'énergie par impulsion  $F_i$ , nombre d'impulsions  $N_i$ , épaisseur des échantillons) des

insulations réalisées dans des lames de préforme sont rassemblées dans la table 2.8. Dans ce tableau figurent aussi les amplitudes de modulation d'indice mesurées dans une fibre SMF 28 dans les conditions énoncées d'irradiance.

$\lambda_p$	Densité d'énergie par impulsion	$N_i$	épaisseur	$\Delta n_{mod}$
193 nm	160 mJ/cm <sup>2</sup>	30 000	50 $\mu m$	$2,50 \cdot 10^{-3} \pm 0,13 \cdot 10^{-3}$
193 nm	80 mJ/cm <sup>2</sup>	30 000	50 $\mu m$	$1,20 \cdot 10^{-3} \pm 0,06 \cdot 10^{-3}$
248 nm	160 mJ/cm <sup>2</sup>	10 000	50 $\mu m$	$5,50 \cdot 10^{-4} \pm 0,28 \cdot 10^{-4}$
248 nm	60 mJ/cm <sup>2</sup>	30 000	50 $\mu m$	$8,0 \cdot 10^{-4} \pm 0,4 \cdot 10^{-4}$
248 nm	40 mJ/cm <sup>2</sup>	40 000	50 $\mu m$	$8,0 \cdot 10^{-4} \pm 0,4 \cdot 10^{-4}$

TAB. 2.8 – Caractéristiques des insulations réalisées dans le coeur des lames de préformes USTL hydrogénées au moyen d'un laser à ArF ou à KrF

La figure 2.13 présente un spectre d'atténuation typique (en dB) du coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée ( $P = 140$  atm) non insulée. L'épaisseur de l'échantillon est égale à 30  $\mu m$ . Le spectre non déconvolué est marqué par la présence d'une bande située vers 5,1 eV ainsi que l'aile d'une bande dont le pic se situe au-delà de 7,2 eV. Sans décomposition des spectres en composantes Gaussiennes, il n'est provisoirement pas possible de distinguer plus précisément les défauts (NOMV ou GLPC), ils sont donc provisoirement notés GODC (voir la seconde partie du chapitre 5, où les décompositions sont présentées). Des flèches indiquent la position des longueurs d'onde des lasers de pompe sur le spectre de la lame.

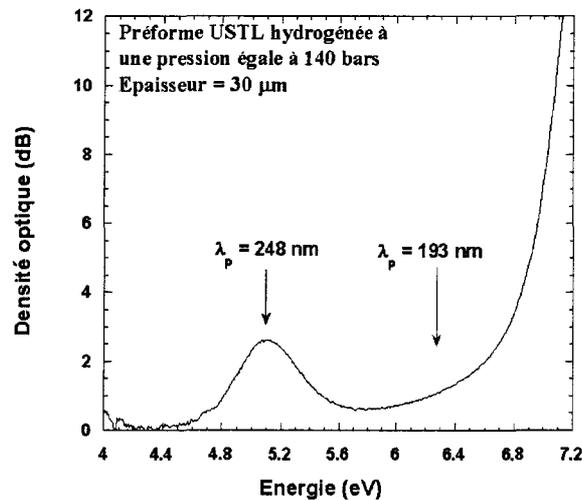


FIG. 2.13 – Spectre d'atténuation du coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée. La lame n'a pas été insulée avant l'enregistrement du spectre.

### 2.5.3.2 Insolation du coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée par la source de longueur d'onde $\lambda_p = 193$ nm fonctionnant en régime impulsif

Les spectres d'atténuation présentés sur la figure 2.14a ont été enregistrés lors de l'insolation uniforme d'une portion du coeur d'une lame de préforme USTL préalablement hydrogénée ( $P = 140$  atm) à l'aide

d'un laser à ArF (193 nm). L'insolation de la lame a été achevée dans les deux heures qui ont suivi la sortie de la lame de l'enceinte contenant l'hydrogène. La densité d'énergie par impulsion  $F_i$  incidente sur le coeur a été fixée à  $160 \text{ mJ/cm}^2$ . La fluence cumulée reçue par l'échantillon insolé constitue le paramètre de l'étude. La fluence cumulée totale reçue par la lame de préforme a été limitée à  $4,8 \text{ kJ/cm}^2$ . La variation d'indice de réfraction induite dans une fibre SMF 28 lors de l'inscription de réseaux de Bragg dans des conditions similaires d'insolation (fluence par tir et fluence cumulée) est de l'ordre de  $2,5 \cdot 10^{-3}$ .

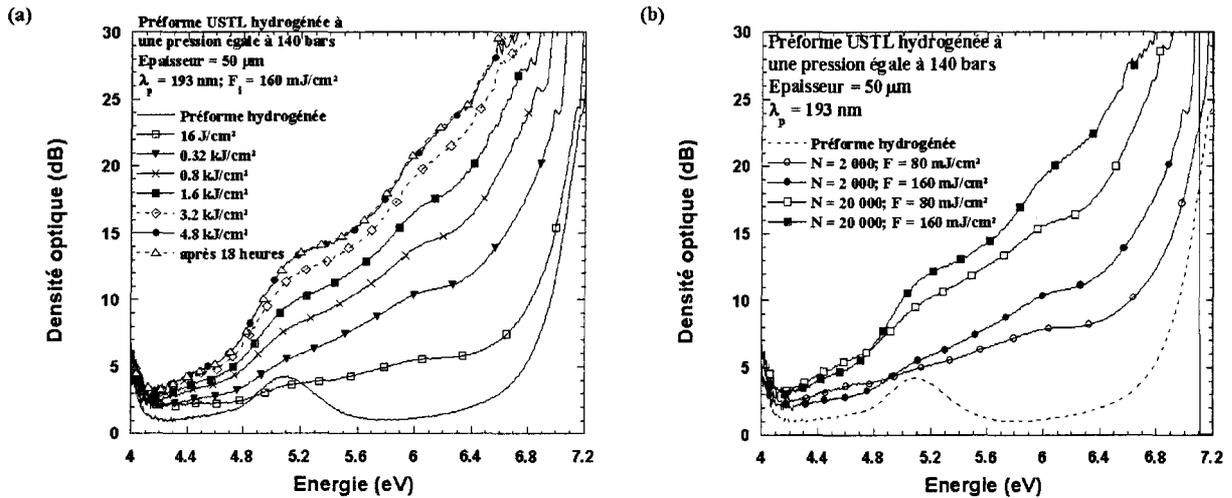


FIG. 2.14 – Évolution de la densité optique du coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée ( $e = 50 \mu\text{m}$ ) au cours d'une insolation ultraviolette ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ;  $F_i = 80 \text{ ou } 160 \text{ mJ/cm}^2$ ) : a) influence de  $F_c$ , b) influence de  $F_i$ .

L'insolation de la lame de préforme hydrogénée provoque une augmentation de la densité optique dans toute la gamme spectrale étudiée. Les spectres laissent apparaître des bandes spectrales caractérisées par des maxima situés aux environs de 5,1 eV et 6,2 eV. Les spectres sont marqués par la présence de l'aile d'une bande dont le pic se situe au-delà de 7 eV. Dans la plus grande partie de la zone spectrale étudiée, la densité optique augmente de façon monotone avec la fluence cumulée  $F_c$  reçue par la lame. La croissance de la densité optique, rapide au début de l'insolation, ralentit très nettement lorsque la fluence cumulée atteint  $3,2 \text{ kJ/cm}^2$ . Cependant, l'évolution des pertes spectrales situées vers 5,1 eV fait exception à ces observations. En effet, la densité optique mesurée dans cette région spectrale commence par diminuer lorsque la fluence cumulée croît de 0 à  $16 \text{ J/cm}^2$ , puis augmente à mesure que l'insolation se prolonge. La tendance à la saturation de l'évolution de la densité optique observée dans toute la gamme spectrale étudiée peut avoir des origines diverses. Par exemple, lorsque la densité optique atteint 30 dB, l'évolution du niveau de densité optique n'est plus significative compte tenu du rapport signal sur bruit des spectres de transmission. Le manque de sensibilité ne permet alors plus de suivre l'évolution des spectres. Cependant, dans la plus grande partie de la gamme spectrale étudiée, la tendance à la saturation est effective (le rapport signal sur bruit reste supérieur à 10). L'origine de cette saturation est discutée dans la seconde partie du chapitre 5.

Après la dernière mesure, un second spectre est enregistré environ 18 heures plus tard. La comparaison de ces deux spectres indique que pendant l'intervalle de temps séparant les deux mesures ( $\approx 18 \text{ h}$ ), la densité optique de la lame de préforme insolée n'a pas évolué de manière sensible dans la gamme spectrale étudiée.

**Influence de la densité d'énergie par impulsion  $F_i$**  La figure 2.14b montre des spectres d'atténuation enregistrés après des insulations effectuées dans différentes conditions d'irradiance. Le paramètre de l'étude est la densité d'énergie par impulsion utilisée lors des insulations ( $F_i = 80$  ou  $160$  mJ/cm<sup>2</sup>). Le nombre d'impulsions est fixé à  $N_i = 20000$ . L'allure des spectres d'atténuation enregistrés dans la gamme spectrale étudiée ne dépend pas de la densité d'énergie par impulsion utilisée pour procéder aux insulations. Pour un nombre  $N_i$  fixé d'impulsions incidentes sur le coeur des échantillons, les niveaux d'atténuation augmentent avec la densité d'énergie par impulsion  $F_i$ . Par exemple, l'atténuation vers 6,2 eV est de l'ordre de 8 dB lorsque la densité d'énergie par impulsion est égale à 80 mJ/cm<sup>2</sup> alors qu'elle est égale à 11 dB lorsque  $F_i = 160$  mJ/cm<sup>2</sup>. Pour conclure, la densité optique dépend peu de la densité d'énergie par impulsion du rayonnement incident pour les valeurs de  $F_i$  égales à 80 et 160 mJ/cm<sup>2</sup>.

### 2.5.3.3 Insolation du coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée par la source de longueur d'onde $\lambda_p = 248$ nm fonctionnant en régime impulsif

Les spectres d'atténuation présentés sur la figure 2.15a ont été enregistrés lors de l'insolation uniforme du coeur d'une lame de préforme USTL préalablement hydrogénée ( $P = 140$  atm) à l'aide d'un laser à KrF (248 nm). L'insolation de la lame a été achevée dans les deux heures qui ont suivi sa sortie de la lame de l'enceinte contenant l'hydrogène. La densité moyenne d'énergie par impulsion incidente sur le coeur de l'échantillon a été fixée à 40 mJ/cm<sup>2</sup>. La fluence cumulée reçue par l'échantillon insolé constitue le paramètre de l'étude. La fluence cumulée totale reçue par la lame de préforme a été limitée à 1,6 kJ/cm<sup>2</sup>. La modulation d'indice de réfraction induite dans une fibre SMF 28 lors de l'inscription de réseaux de Bragg dans des conditions similaires d'insolation (fluence par tir et fluence cumulée) est de l'ordre de  $8 \cdot 10^{-4}$ .

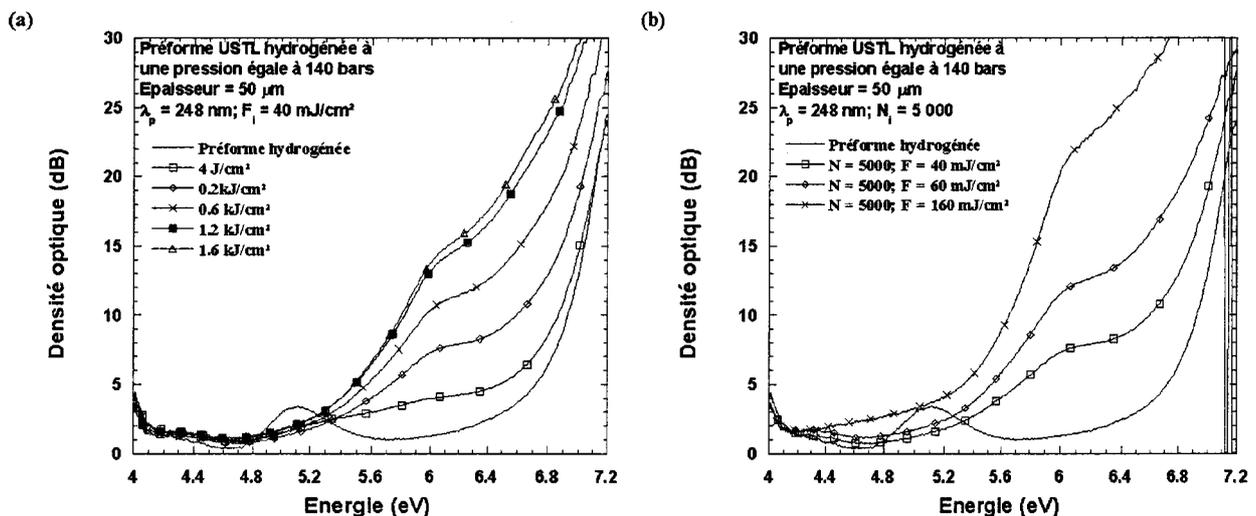


FIG. 2.15 – Évolution de la densité optique du coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée au cours d'une insolation ultraviolette ( $\lambda_p = 248$  nm) : a) influence de  $F_c$ , b) influence de  $F_i$ .

Comme dans le cas d'une insolation réalisée à l'aide d'un laser à ArF, l'atténuation de la lame augmente de façon monotone avec la fluence cumulée dans la plus grande partie de la zone spectrale étudiée. Les spectres sont marqués par la présence de l'aile d'une bande dont le pic se situe au-delà de 7 eV. La croissance de la densité optique, rapide au début de l'insolation, ralentit lorsque la fluence cumulée atteint 1,2 kJ/cm<sup>2</sup>. L'évolution de l'atténuation mesurée dans la région spectrale située vers 5,1 eV fait cependant là encore

exception à ces observations. En effet, le niveau d'atténuation de la lame commence par diminuer de 3,4 dB à 1,5 dB lorsque la fluence cumulée croît de 0 à 20 J/cm<sup>2</sup>, puis augmente sensiblement à mesure que l'insolation se prolonge (2,1 dB pour  $F_c = 1,2$  kJ/cm<sup>2</sup>). Il est important de noter que dans la gamme {4 eV - 5,2 eV}, lorsque l'insolation est prolongée au-delà de 100 tirs, la densité optique n'évolue pratiquement pas. Par exemple, le niveau d'atténuation de la lame vers 4,6 eV augmente de 1 dB à 1,2 dB (incertitude de la mesure  $\Delta D = \pm 0,05$  dB) lorsque la fluence cumulée croît de 0,004 à 1,6 kJ/cm<sup>2</sup>. Dans la plus grande partie de la gamme spectrale étudiée, la tendance à la saturation de l'évolution de la densité optique est effective. En effet, lorsque la densité optique atteint 20 dB, le rapport signal sur bruit est de l'ordre de 10. La saturation observée pour les niveaux de densités optiques inférieurs à 20 dB ne résulte donc pas d'un artefact provoqué par un manque de sensibilité.

**Influence de la densité d'énergie par impulsion  $F_i$**  La figure 2.15b montre des spectres d'atténuation enregistrés dans différentes conditions d'irradiance. Le paramètre de l'étude est la densité d'énergie par impulsion utilisée lors des insolutions ( $F_i = 40, 60$  ou 160 mJ/cm<sup>2</sup>). Le nombre d'impulsions a été fixé à  $N_i = 5000$ . L'allure des spectres d'atténuation enregistrés dans la gamme spectrale étudiée ne dépend pas de la densité d'énergie par impulsion utilisée pour procéder aux insolutions. Pour un nombre fixé d'impulsions incidentes sur les échantillons ( $N_i = 5000$ ), les niveaux d'atténuation (en dB) varient selon la densité d'énergie. Le niveau d'atténuation au-delà de 4,2 eV croît de façon monotone avec la densité d'énergie par impulsion incidente sur le coeur des lames de préforme. L'atténuation vers 6,2 eV est de l'ordre de 7,8 dB lorsque la densité d'énergie par impulsion est égale à 40 mJ/cm<sup>2</sup>, 12,7 dB pour  $F_i = 60$  mJ/cm<sup>2</sup> alors qu'elle est égale à 23 dB lorsque  $F_i = 160$  mJ/cm<sup>2</sup>.

#### 2.5.3.4 Étude de l'influence de la longueur d'onde du laser de pompe sur l'atténuation induite lors d'insolutions réalisées dans des lames de préforme USTL hydrogénées

Dans ce paragraphe, nous nous proposons d'effectuer une comparaison des spectres d'atténuation induits dans des lames de préforme germanosilicate par des insolutions uniformes de leur coeur au moyen de deux sources lasers. Le paramètre de l'étude est donc la longueur d'onde du rayonnement incident sur l'échantillon lors de ces insolutions ( $\lambda_p = 248$  nm ou 193 nm). La figure 2.16 montre des exemples de spectres d'atténuation enregistrés dans les mêmes conditions d'irradiance mais lors d'insolutions réalisées avec des lasers différents. La densité d'énergie par impulsion ainsi que le nombre d'impulsions ont été fixés respectivement à  $F_i = 160$  mJ/cm<sup>2</sup> et  $N_i = 2000$ . L'épaisseur des échantillons était dans les deux cas égale à 50  $\mu$ m.

L'allure des spectres induits lors de l'utilisation du laser à ArF ( $\lambda_p = 193$  nm) s'avère différente de celle qui résulte des insolutions effectuées avec le laser de longueur d'onde 248 nm. Les deux lasers agissent différemment en particulier sur les défauts absorbants autour de 5 eV et 6,3 eV. En effet, l'insolation au moyen d'un laser à KrF d'un verre germanosilicate hydrogéné conduit à un blanchiment total de la bande située vers 5 eV, alors que l'insolation réalisée avec une radiation de longueur d'onde 193 nm n'induit qu'un blanchiment partiel de cette bande.

L'atténuation de la lame vers 6,3 eV est presque deux fois plus importante dans le cas des insolutions effectuées avec le laser à KrF (10 dB pour  $\lambda_p = 193$  nm et 16 dB pour  $\lambda_p = 248$  nm). A fluence cumulée égale reçue par l'échantillon (0,32 kJ/cm<sup>2</sup>), la densité optique intégrée sur la zone spectrale analysée {4 eV - 7,2 eV} est légèrement plus importante lorsque l'insolation a été réalisée avec le laser à KrF (aire intégrée normalisée = 1, le facteur de normalisation est l'aire intégrée à 248 nm) que lorsque le laser à ArF a été

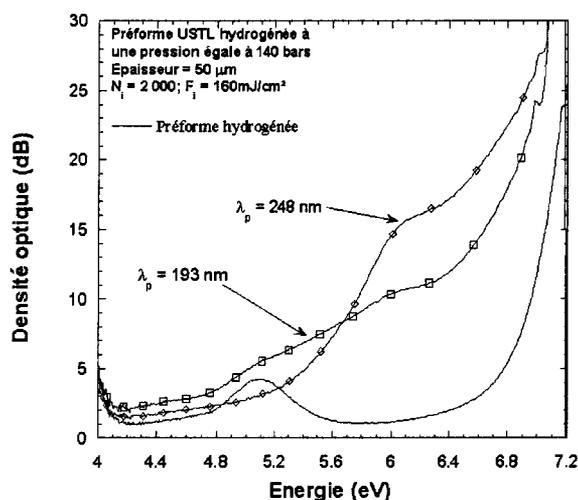


FIG. 2.16 – Comparaison de la densité optique du coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée au cours d'une insolation ultraviolette, en fonction de la longueur d'onde du laser de pompe  $\lambda_p$  ( $F_i = 160\text{ mJ/cm}^2$ ;  $N_i = 2\,000$ ).

utilisé (aire intégrée normalisée = 0,95). Dans des conditions d'irradiance similaires à celles utilisées pour obtenir les spectres représentés sur la figure 2.16, les amplitudes de la modulation d'indice de réfraction photo induites dans une fibre SMF 28 sont respectivement égales à  $10^{-3}$  ( $\lambda_p = 193\text{ nm}$ ) et  $10^{-4}$  ( $\lambda_p = 248\text{ nm}$ ). Ces résultats montrent qu'il n'existe pas de corrélation directe entre la densité optique vers 6,3 eV (ou la densité optique intégrée) et la modulation d'indice de réfraction. Cette observation est discutée plus en détail dans la seconde partie du chapitre 5.

## 2.6 Le dégazage

### 2.6.1 Introduction

Dans les applications industrielles de production de réseaux de Bragg, la désorption de l'hydrogène utilisé pour sensibiliser la fibre est souvent accélérée par élévation de la température de la fibre au-dessus de l'ambiante. La limite haute de température est fixée à 250°C afin de minimiser la création de pertes en excès vers 1,5  $\mu\text{m}$  qui résulteraient de la formation d'espèces chimiques (espèces OH, par exemple), accélérée par l'élévation thermique [13]. Plus précisément, la méthode d'accélération du processus de diffusion consiste le plus souvent à placer la fibre (ou la lame de préforme) dans une enceinte chauffante durant 3 jours à 110°C.

De ce fait, dans la suite, nous étudions l'effet d'un dégazage de l'hydrogène effectué dans ces conditions ou à température ambiante sur les spectres d'atténuation de lames de préforme hydrogénées ayant subi une insolation uniforme au moyen d'un laser à ArF. Les caractéristiques initiales des lames de préforme (conditions d'insolation et épaisseurs) soumises à différentes conditions de dégazage sont rassemblées dans la table 2.9.

$\lambda_p$	Fluence par tir	$N_i$	épaisseur	Conditions de dégazage	Spectroscopie
$\lambda_p = 193 \text{ nm}$	160 mJ/cm <sup>2</sup>	2000	200 $\mu\text{m}$	3 jours à 110°C	FTIR
$\lambda_p = 193 \text{ nm}$	30 mJ/cm <sup>2</sup>	2000	30 $\mu\text{m}$	3 jours à 110°C, $P_1$	VUV
$\lambda_p = 193 \text{ nm}$	30 mJ/cm <sup>2</sup>	10000	30 $\mu\text{m}$	2 jours à 20°C, $P_2$	VUV
$\lambda_p = 193 \text{ nm}$	30 mJ/cm <sup>2</sup>	10000	30 $\mu\text{m}$	2 jours à 20°C puis 3 jours à 110°C, $P_2$	VUV

TAB. 2.9 – Caractéristiques initiales des lames de préformes hydrogénées puis insolées avant le dégazage de l'hydrogène résiduel

### 2.6.2 Effet de la désorption de l'hydrogène résiduel présent dans une lame de préforme USTL hydrogénée puis insolée au moyen d'un laser à ArF sur le spectre d'atténuation différentielle enregistré dans la gamme spectrale $\{2000 \text{ cm}^{-1} - 4000 \text{ cm}^{-1}\}$

Le coeur d'une lame de préforme USTL (épaisseur = 200  $\mu\text{m}$ ) préalablement hydrogénée ( $P = 140 \text{ atm}$ ) a été insolé avec un laser émettant une radiation de longueur d'onde égale à 193 nm. Le nombre d'impulsions et la densité d'énergie par impulsion ont été fixés respectivement à 2000 tirs et 160 mJ/cm<sup>2</sup>. A la fin de l'insolation, le spectre de densité optique différentielle a été enregistré. La température de l'échantillon a été ensuite élevée à 110°C pendant 3 jours puis ramenée à l'ambiante pour enregistrer un second spectre d'atténuation.

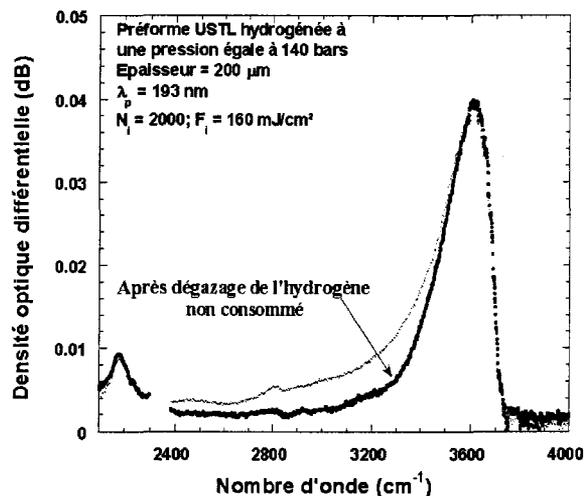


FIG. 2.17 – Densité optique différentielle induite dans le coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée et insolée ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ;  $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ;  $N_i = 2000$ ) avant et après le dégazage de l'hydrogène résiduel (3 jours à 110°C).

Les deux spectres correspondants de densité optique différentielle enregistrés entre 2000  $\text{cm}^{-1}$  et 4000  $\text{cm}^{-1}$  sont représentés à la figure 2.17. La courbe en traits fins correspond au spectre d'atténuation différentielle enregistré à la fin de l'insolation UV. La courbe en traits épais correspond au spectre pris dans ce même échantillon après le dégazage accéléré de l'hydrogène résiduel. Aucune modification significative du

maximum des pertes situées vers  $3600\text{ cm}^{-1}$  et  $2180\text{ cm}^{-1}$  n'est décelée suite au chauffage durant 3 jours à  $110^\circ\text{C}$  de la lame. Cependant, le dégazage à  $110^\circ\text{C}$  s'est traduit par une diminution de la largeur de la bande centrée vers  $3600\text{ cm}^{-1}$ . Ces observations peuvent s'interpréter en supposant que l'eau moléculaire responsable de l'atténuation vers  $3300\text{ cm}^{-1}$  s'est transformée en une autre espèce (qui n'absorbe pas significativement dans cette région spectrale) ou a diffusé en dehors de la lame au cours du processus mis en oeuvre pour le dégazage accéléré de l'hydrogène.

### 2.6.3 Effet de la désorption de l'hydrogène résiduel présent dans une lame de préforme USTL hydrogénée puis insolée au moyen d'un laser à ArF sur le spectre d'atténuation enregistré dans la gamme spectrale $\{4\text{ eV} - 7,2\text{ eV}\}$

Deux lames ( $P_1$  et  $P_2$ ), d'épaisseur  $30\text{ }\mu\text{m}$ , issues d'une même préforme ont été préalablement hydrogénées, puis insolées avec un laser émettant une radiation de longueur d'onde égale à  $193\text{ nm}$ . Le nombre d'impulsions  $N_i$  incidentes sur les lames a été fixé à 2000 tirs pour la lame  $P_1$  et 10000 pour la lame  $P_2$ . La densité d'énergie par impulsion  $F_i$  a été fixée à  $30\text{ mJ/cm}^2$ . Après ces insulations, les lames de préforme ont été soumises à deux histoires thermiques différentes. La température de la première lame ( $P_1$ ) a été élevée durant 3 jours à environ  $110^\circ\text{C}$  dans une enceinte chauffante afin d'accélérer l'exo-diffusion de l'hydrogène. La seconde lame ( $P_2$ ) a été laissée à température ambiante durant 2 jours, puis soumise à une élévation de température à  $110^\circ\text{C}$  pendant 3 jours. Des spectres d'atténuation ont été enregistrés à chacune de ces étapes. Il est important de noter que ces conditions de dégazage conduisent à un dégazage presque complet de l'hydrogène résiduel. En effet, à l'aide d'une simulation numérique basée sur la loi de Fick dans laquelle le coefficient de diffusion de l'hydrogène dans la silice est introduit, nous calculons par exemple que la pression résiduelle de  $H_2$  est inférieure à  $0,1\text{ atm}$  après le dégazage d'une lame d'épaisseur  $30\text{ }\mu\text{m}$  à température ambiante pendant 2 jours.

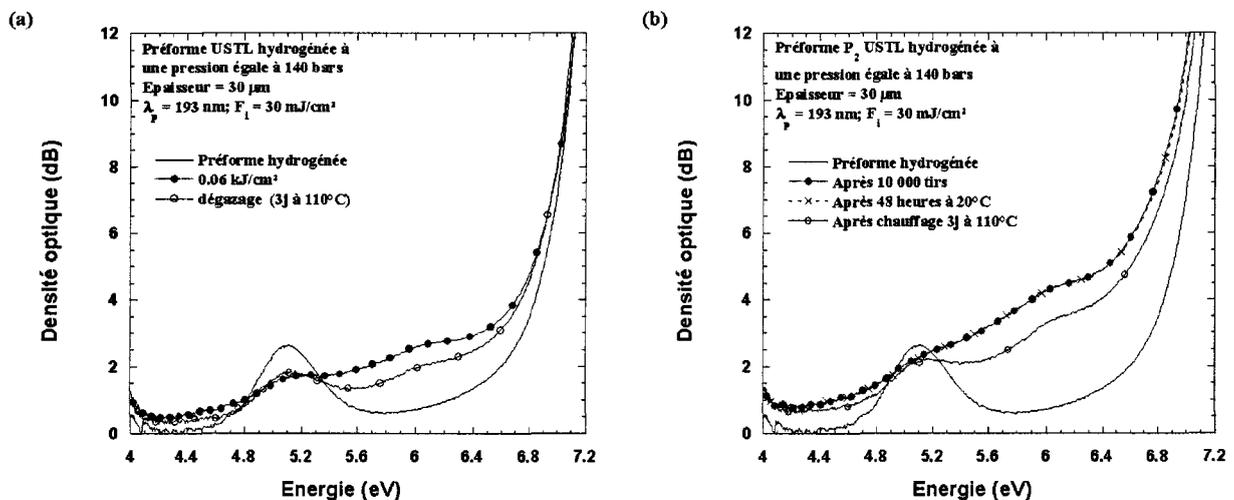


FIG. 2.18 – Évolution de la densité optique des lames  $P_1$  (figure a) et  $P_2$  (figure b) hydrogénées et insolées ( $\lambda_p = 193\text{ nm}$ ;  $F = 30\text{ mJ/cm}^2$ ) au cours du dégazage de l'hydrogène résiduel

La figure 2.18a montre des spectres d'atténuation de la lame de préforme  $P_1$ . Trois spectres d'atténuation enregistrés dans la gamme spectrale  $\{4\text{ eV} - 7,2\text{ eV}\}$  sont représentés sur cette figure. Le premier correspond au spectre d'atténuation du coeur de lame de préforme hydrogénée et non insolée. Le second spectre (cercles

pleins) correspond au spectre pris dans ce même échantillon à la fin de l'insolation UV. Le troisième (cercles vides) correspond au spectre enregistré après le dégazage de l'hydrogène résiduel à 110°C pendant 3 jours. L'allure générale du spectre enregistré après l'insolation s'avère similaire à celle du spectre obtenu après le dégazage à 110°C de l'échantillon. Cependant, le dégazage à 110°C s'est traduit par une diminution du niveau d'atténuation dans la plus grande partie de la zone spectrale étudiée. L'évolution du spectre dans la région spectrale située vers 5,1 eV fait cependant exception à cette observation. En effet, l'atténuation créée dans cette région spectrale {4,9 eV - 5,3 eV} n'évolue pas de façon significative devant l'incertitude de la mesure  $\Delta D = \pm 0,05 \text{ dB}$ . L'atténuation enregistrée dans la gamme {4,2 eV - 4,8 eV} diminue de 0,25 dB au cours du chauffage à 110°C. Pour les énergies comprises entre 5,3 eV et 6,6 eV, le niveau d'atténuation de la lame diminue plus fortement lors du dégazage accéléré. En effet, l'atténuation de la lame vers 5,8 eV est passée de 2,2 dB (échantillon hydrogéné puis insolé) à 1,6 dB après l'élévation thermique ( $\theta \approx 110^\circ\text{C}$ ). Ces résultats indiquent que soit l'hydrogène a réagi à la température du dégazage ( $\theta \approx 110^\circ\text{C}$ ) avec des centres de défauts, soit des défauts peu stables thermiquement (et absorbant dans ces régions spectrales) ont été blanchis lors de l'élévation thermique. Ces deux hypothèses ne sont pas exclusives.

De ce fait, nous avons observé la stabilité des spectres pendant les jours qui ont suivis la fin de l'insolation de la lame  $P_2$ . La figure 2.18b montre un spectre d'atténuation enregistré dans cette lame après une insolation par 10000 impulsions (cercles pleins) et un spectre obtenu après un délai de 48 heures à température ambiante (spectre en pointillés avec les croix). La température de la lame a ensuite été élevée à 110°C pendant 3 jours puis ramenée à température ambiante afin d'enregistrer le spectre d'atténuation (spectre avec les cercles vides). L'examen de cette figure montre tout d'abord que la transmission de la partie insolée de la lame  $P_2$  n'évolue pas de façon sensible dans les jours qui ont suivi l'insolation par le laser à ArF (variations de la densité optique de l'ordre de l'incertitude de la mesure  $\Delta D = \pm 0,05 \text{ dB}$ ). Cette observation est en bon accord avec les observations de Bruno Leconte [36]. Cependant, elle n'est pas en accord avec les observations de H. Itoh et al. [77]. Ces auteurs signalent que certains défauts paramagnétiques (nommés Ge(1) et Ge(2)) auxquels ils attribuent une absorption vers 4,6 eV et 5,8 eV sont instables en présence d'hydrogène à température ambiante. Par ailleurs, l'élévation de température (3 jours à 110°C) de la lame  $P_2$  après dégazage de l'hydrogène à température ambiante provoque des modifications spectrales. Le niveau d'atténuation de la lame a diminué dans la plus grande partie de la zone spectrale étudiée. Ces modifications spectrales sont similaires à celles observées dans la lame  $P_1$ . Si l'on admet que la pression partielle d'hydrogène est négligeable dans la lame  $P_2$  avant l'élévation de température à 110°C, nos observations montrent que c'est l'élévation de température qui a provoqué les modifications des spectres d'atténuation des deux lames et non pas une réaction de l'hydrogène à  $\theta \approx 110^\circ\text{C}$ .

## 2.7 Stabilité thermique des modifications spectrales photo induites dans un verre germanosilicate hydrogéné par insolation au moyen d'un laser à ArF ou à KrF

### 2.7.1 Préambule

En 1986, E.J. Friebele et D. Griscom [78] ont procédé à des expériences de destruction thermique isochrone (10 min) des centres para-magnétiques Ge(1), Ge(2) et GeE' créés par irradiation aux rayons X de verres germanosilicates. Ils ont utilisé la spectroscopie RPE pour suivre l'évolution de la concentration

de ces centres en fonction de la température des recuits. Ils ont corrélé les résultats de ces mesures à ceux de mesures de spectroscopie d'absorption dans le domaine UV et ceci afin d'attribuer les bandes d'absorption à ces défauts. Le principal résultat de cette étude est relatif à la stabilité des défauts ponctuels Ge(1), Ge(2) et GeE' et des bandes d'absorption induite corrélées (respectivement des bandes à 4,5 eV, 5,8 eV et 6,3 eV). Cependant, B. Poumellec et al. [79] ont noté qu'il existe en fait une anti-corrélation entre la croissance des bandes centrées vers 4,5 eV et 5,8 eV et la formation des défauts paramagnétiques Ge(1) lorsque des échantillons de verres germanosilicates sont insolés au moyen d'une lampe émettant dans l'UV [80]. De ce fait, ces auteurs ont attribué ces bandes d'absorption à la formation d'un défaut noté ODC(III, A). Nous reprenons cette notation dans la suite du manuscrit. Plus précisément, **les bandes centrées vers 4,5 eV et 5,8 eV seront notées respectivement ODC(III, A<sub>1</sub>) et ODC(III, A<sub>2</sub>)**. La stabilité thermique des centres Ge(1), Ge(2) et des défauts ODC(III, A) s'avère significativement plus faible que celle des centres GeE' [81]. En effet, les populations des centres Ge(1), Ge(2) et GeE' sont blanchies par élévation de la température des verres germanosilicates à respectivement 200°C, 350°C et 600°C [78].

C. Dalle et al. [56] ont utilisé la spectroscopie infrarouge dans la zone spectrale  $\{2000\text{ cm}^{-1} - 4000\text{ cm}^{-1}\}$  pour étudier la stabilité des espèces T-OH (T = Si ou Ge), GeH et  $H_2O$  au moyen de recuits isochrones (30 min) par pas. Ils ont à cet effet utilisé des lames de préforme germanosilicate préalablement insolées ( $\lambda_p = 248\text{ nm}$ ) en présence d'hydrogène. Il apparaît que les espèces  $H_2O$  et GeH sont moins stables que les espèces T-OH. En effet, la concentration de l'espèce  $H_2O$  commence à chuter dès le palier d'élévation de température à 100°C, l'espèce n'est plus décelée après 300°C [56]. La concentration des espèces GeH commence à chuter vers 400°C, l'espèce n'est plus détectée à 650°C. La concentration des espèces T-OH chute lentement à partir de 450°C, les espèces sont détectées jusqu'au palier de température à 1200°C. Les expériences de recuits isochrones ont par ailleurs montré que la corrélation observée à l'écriture entre la modulation d'indice et la concentration des espèces hydroxyles n'existe plus lors de la destruction du réseau [56]. C. Dalle et al. ont donc suggéré que les espèces T-OH constituent une espèce secondaire dont la contribution à la modulation d'indice reste minime.

Une étude analogue à celle effectuée par C. Dalle a été réalisée par V. Grubsky (1999) [45] par spectroscopie infrarouge d'absorption de fibres insolées ( $\lambda_p = 248\text{ nm}$ ) en présence d'hydrogène puis chauffées (après diffusion de l'hydrogène) par palier de durée 10 min à des températures de plus en plus élevées (destruction isochrone). Le domaine spectral  $\{1,3\text{ }\mu\text{m} - 1,5\text{ }\mu\text{m}\}$  analysé permet d'estimer l'absorption provoquée par des bandes harmoniques de l'eau et des espèces T-OH. Les mesures de V. Grubsky [45] confirment les conclusions de C. Dalle.

**Conclusion** Nous nous sommes proposé de compléter les connaissances sur la stabilité thermique des spectres d'excès de pertes photo induits par insolation de verres germanosilicates hydrogénés au moyen de lasers à ArF ou à KrF. Plus précisément, nous avons cherché à étudier la stabilité thermique des bandes photo induites dans l'IR, l'UV et l'UV du vide lors d'insolations réalisées dans des lames de préforme USTL hydrogénées avec un laser à excimère ( $\lambda_p = 193\text{ nm}$  ou  $248\text{ nm}$ ). L'objectif de notre étude consistait à disposer des éléments nécessaires pour être en mesure d'établir des corrélations entre la stabilité thermique des changements d'indice de réfraction photo induits dans une fibre SMF 28 et celle des défauts créés lors des insolations UV réalisées dans des lames USTL hydrogénés.

### 2.7.2 Stabilité thermique des excès de pertes créés dans l'infrarouge $\{1,3 \mu m - 1,6 \mu m\}$ par insolation de fibres SMF 28 hydrogénées au moyen d'un laser à ArF ou à KrF

Cette étude est motivée par deux objectifs. D'une part, nous avons cherché à vérifier si la stabilité thermique des excès de pertes formés par insolation des fibres et attribués aux espèces hydroxyles est identique à celle des spectres d'atténuation correspondants formés par insolation des lames de préforme. Le problème consiste à examiner dans quelle mesure la disparition des signatures des radicaux OH constatée lors des élévations thermiques met en jeu un phénomène de transport vers l'extérieur de l'échantillon. Si c'est le cas, l'allure de la cinétique de destruction des spectres attribués aux espèces OH doit être différente dans les préformes et dans la fibre en raison de la différence entre les conditions aux limites. D'autre part, nous nous proposons d'effectuer une comparaison de la stabilité thermique des spectres d'excès de pertes induits dans des fibres germanosilicates hydrogénées par des insolutions uniformes de leur coeur effectuées au moyen de l'une des deux sources lasers.

Des fibres SMF 28 préalablement hydrogénées ( $P = 140 \text{ atm}$ ) ont été uniformément insolées avec un laser émettant une radiation de longueur d'onde égale soit à  $193 \text{ nm}$  soit à  $248 \text{ nm}$ . Les conditions d'insolation sont rappelées dans la légende des figures. Après les insolutions, la température des fibres a été élevée à  $110^\circ\text{C}$  pendant 3 jours. Les échantillons ont alors subi un vieillissement accéléré, constitué de recuits isochrones de durée égale à 3 heures. Les caractéristiques initiales des fibres (conditions d'insolation et de dégazage) soumises aux recuits isochrones sont rassemblées dans la table 2.10. Dans ce tableau figurent aussi les amplitudes de modulation d'indice mesurées dans une fibre SMF 28 dans les mêmes conditions d'irradiance.

$\lambda_p$	Densité d'énergie par impulsion $F_i$	$N_i$	Conditions de dégazage	$\Delta n_{mod}$
$\lambda_p = 193 \text{ nm}$	$160 \text{ mJ/cm}^2$	2000	3 jours à $110^\circ\text{C}$	$1,30 \cdot 10^{-3} \pm 0,07 \cdot 10^{-3}$
$\lambda_p = 248 \text{ nm}$	$160 \text{ mJ/cm}^2$	20000	3 jours à $110^\circ\text{C}$	$1,00 \cdot 10^{-3} \pm 0,05 \cdot 10^{-3}$

TAB. 2.10 – Caractéristiques initiales des fibres hydrogénées soumises à une destruction thermique isochrone.

Le protocole et le montage utilisés pour effectuer les recuits isochrones sont décrits dans la section 1.2.2 du chapitre 1. Les spectres de transmission de la fibre ont été enregistrés à température ambiante après les différents paliers de recuits isochrones. La température des paliers a varié de  $100^\circ\text{C}$  à  $800^\circ\text{C}$  par pas de  $100^\circ\text{C}$ . Les spectres d'excès de pertes présentés sur la figure 2.19 ont été enregistrés 10 min après la sortie de la fibre de l'enceinte chauffante. La gamme spectrale étudiée s'étend de  $1,3 \mu m$  à  $1,6 \mu m$ . Des spectres d'excès de pertes rémanents enregistrés à température ambiante après les paliers à  $300^\circ\text{C}$ ,  $500^\circ\text{C}$ ,  $600^\circ\text{C}$  et  $800^\circ\text{C}$  sont présentés à titre d'exemple sur la figure 2.19a. Les excès de pertes ont été formés initialement par insolation de la fibre hydrogénée

Aucune modification significative du spectre d'excès de pertes n'est décelée après les élévations de température inférieures à  $200^\circ\text{C}$ . Lorsque la température de cette fibre est élevée au-delà de cette valeur, la bande centrée vers  $1,39 \mu m$  devient dans un premier temps plus étroite. L'absorption maximale vers  $1,39 \mu m$  augmente sensiblement. La décroissance du pic de cette bande n'est significative qu'après le palier d'élévation thermique à  $400^\circ\text{C}$ . L'amplitude du pic (exprimée en  $\text{dB/cm}$ ) a seulement diminué de moitié après le recuit à  $700^\circ\text{C}$  durant 3 heures. Il convient aussi de noter que la position du maximum de la bande se translate vers les basses longueurs d'onde à mesure que la température des paliers croît. La valeur de la

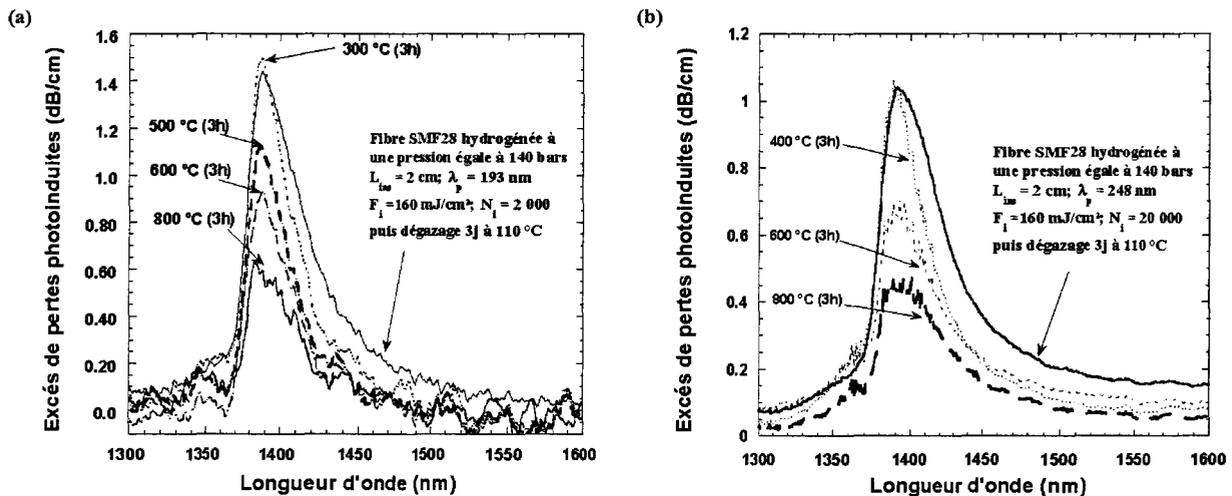


FIG. 2.19 – Évolution des excès de pertes induits dans une fibre SMF 28 hydrogénée et insolée ( a) :  $\lambda_p = 193$  nm ; b) :  $\lambda_p = 248$  nm), au cours des recuits isochrones (durée = 3 heures).

translation atteint 5 nm après le recuit isochrone à 800°C.

Des exemples de spectres d'excès de pertes rémanents (formés initialement par insolation avec le laser à KrF) enregistrés à température ambiante après les paliers à 400°C, 600°C et 800°C sont présentés sur la figure 2.19b. L'évolution thermique des spectres d'excès de pertes photo induits par insolation au moyen d'un laser à KrF est similaire à celle décrite pour les lames insolées avec le laser à ArF.

### 2.7.3 Stabilité thermique de l'atténuation spectrale différentielle créée dans la région $\{2000\text{ cm}^{-1} - 4000\text{ cm}^{-1}\}$ par insolation de lames de préforme USTL hydrogénées au moyen d'un laser à ArF

Le coeur d'une lame de préforme USTL (épaisseur = 200  $\mu\text{m}$ ) préalablement hydrogénée ( $P = 140$  atm) a été insolé avec un laser émettant une radiation de longueur d'onde égale à 193 nm. La densité d'énergie par impulsion était fixée à 160  $\text{mJ}/\text{cm}^2$ . Après l'insolation par  $N_i = 2000$  tirs, la température de la lame de préforme a été maintenue à 110°C pendant 3 jours. L'amplitude de la modulation d'indice de réfraction induite dans une fibre SMF 28 lors de l'inscription de réseaux de Bragg dans des conditions similaires d'insolation ( $\lambda_p = 193$  nm,  $F_c = 0,32$   $\text{kJ}/\text{cm}^2$ ) est de l'ordre de  $1,3 \cdot 10^{-3}$ . Les échantillons ont alors subi un vieillissement accéléré, constitué de recuits isochrones de pas 100°C de durée égale à 3 heures. Chaque enregistrement de la transmission des lames de préforme est effectué à température ambiante. Les résultats sont présentés sous la forme de spectres de densité optique différentielle exprimée en dB. La gamme de température étudiée se situe entre 100°C et 800°C. Il faut noter que contrairement au protocole suivi lors de la prise de spectres au cours des insolutions, les enregistrements des spectres n'ont pas été réalisés in situ (c'est à dire dans le four). L'échantillon est mis en place devant le faisceau de lumière blanche constituant la sonde du spectromètre avec la plus grande précision possible (repérage visuel, recherche du maximum d'absorption). Malgré cette précaution, la zone analysée peut être légèrement différente entre chaque mesure (incertitude de quelques dizaines de microns).

L'évolution des spectres normalisés d'excès de pertes situés vers  $2180\text{ cm}^{-1}$  au cours des recuits isochrones est représentée sur la figure 2.20. Le facteur de normalisation correspond au maximum de l'intensité de la

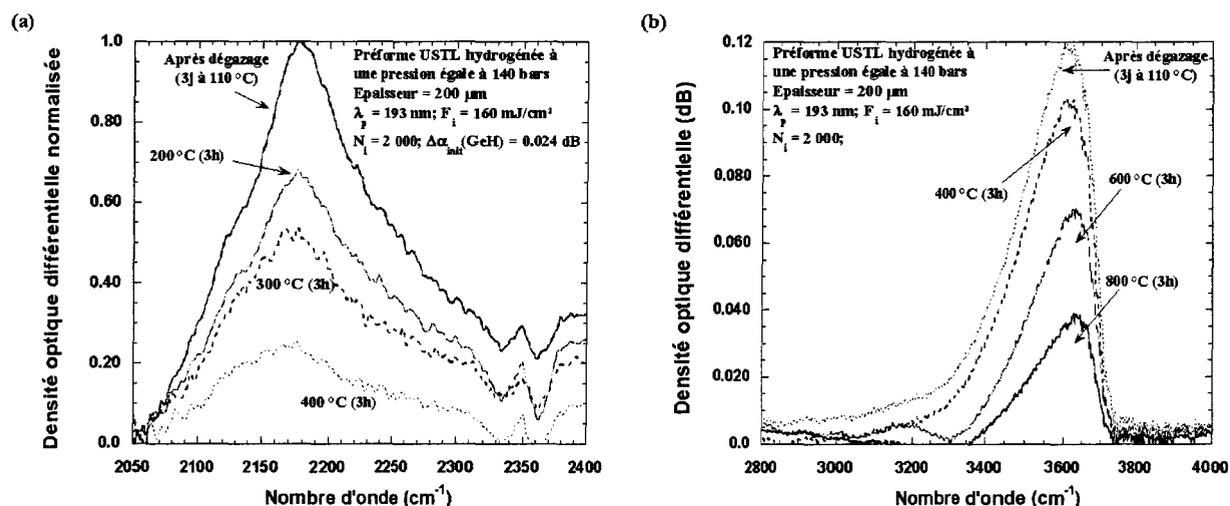


FIG. 2.20 – Évolution des densités optiques induites dans le coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée et insolée ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ;  $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ;  $N_i = 2000$ ), au cours des recuits isochrones (durée = 3 heures).

bande centrée vers  $2180 \text{ cm}^{-1}$ , mesuré après le dégazage accéléré de l'hydrogène résiduel ( $\Delta D(2180 \text{ cm}^{-1}) = 0,024 \text{ dB}$ ). Après élévation de la température durant 3 heures à  $200^\circ\text{C}$ , l'intensité de cette bande décroît de 30 %. La densité optique différentielle normalisée a diminué de moitié après le recuit à  $300^\circ\text{C}$ . Après un recuit de durée 3 heures à  $500^\circ\text{C}$ , l'intensité de cette bande n'est plus détectable. L'évolution de la densité optique différentielle vers  $3600 \text{ cm}^{-1}$  au cours des recuits isochrones est représentée sur la figure 2.20. Aucune modification significative des pertes n'est décelée après élévation de la température de la lame à des températures inférieures à  $200^\circ\text{C}$ . Lorsque la température est élevée au-delà de cette valeur, la bande centrée vers  $3600 \text{ cm}^{-1}$  devient dans un premier temps plus étroite. L'absorption maximale n'est pas modifiée. La décroissance de l'intensité de cette bande commence à partir du palier de température à  $300^\circ\text{C}$ . Les espèces hydroxyles sont donc plus stables que les hydrures, l'intensité de la bande située vers  $3600 \text{ cm}^{-1}$  a seulement diminué d'un facteur 2 après le recuit à  $600^\circ\text{C}$ . L'intensité de cette bande est non nulle après le recuit à  $800^\circ\text{C}$ . Il convient aussi de noter que la position du maximum de la bande attribuée aux TOH se décale vers les nombres d'ondes les plus grands au cours des recuits isochrones. Le décalage atteint  $30 \text{ cm}^{-1}$  après le recuit isochrone à  $800^\circ\text{C}$ .

#### 2.7.4 Stabilité thermique de l'atténuation spectrale créée dans la région {4 eV - 7,2 eV} par insolation de lames de préforme USTL hydrogénées au moyen d'un laser à ArF ou à KrF

Les coeurs de deux lames de préforme USTL préalablement hydrogénées ( $P = 140 \text{ atm}$ ) ont été respectivement insolés avec un laser émettant une radiation de longueur d'onde égale soit à  $193 \text{ nm}$  soit à  $248 \text{ nm}$ . Après les insolutions, les lames de préforme ont été dégazées à température ambiante durant quelques jours. Les échantillons ont alors subi un vieillissement accéléré, constitué de recuits isochrones par pas de  $100^\circ\text{C}$ . Les caractéristiques initiales des lames de préforme (conditions d'insolation et de dégazage) soumises aux destructions thermiques isochrones et les conditions de recuit sont rassemblées dans la table 2.11.

Chaque enregistrement de la transmission des lames de préforme est effectué à température ambiante. La gamme de température étudiée s'étend de  $100^\circ\text{C}$  à  $900^\circ\text{C}$ . Notons que contrairement au protocole suivi lors

$\lambda_p$	Densité d'énergie par impulsion $F_i$	$N_i$	épaisseur	Conditions de dégazage	Durée des recuits isochrones
$\lambda_p = 193 \text{ nm}$	$160 \text{ mJ/cm}^2$	2000	$30 \mu\text{m}$	3 jours à $20^\circ\text{C}$	3 heures
$\lambda_p = 248 \text{ nm}$	$40 \text{ mJ/cm}^2$	20000	$50 \mu\text{m}$	5 jours à $20^\circ\text{C}$	30 minutes

TAB. 2.11 – Caractéristiques initiales des lames de préformes hydrogénées soumises à une destruction thermique isochrone

de la prise des spectres au cours des insulations, les enregistrements des spectres n'ont pas été réalisés in situ. L'échantillon est mis en place devant le faisceau de lumière blanche constituant la sonde du spectromètre avec la plus grande précision possible.

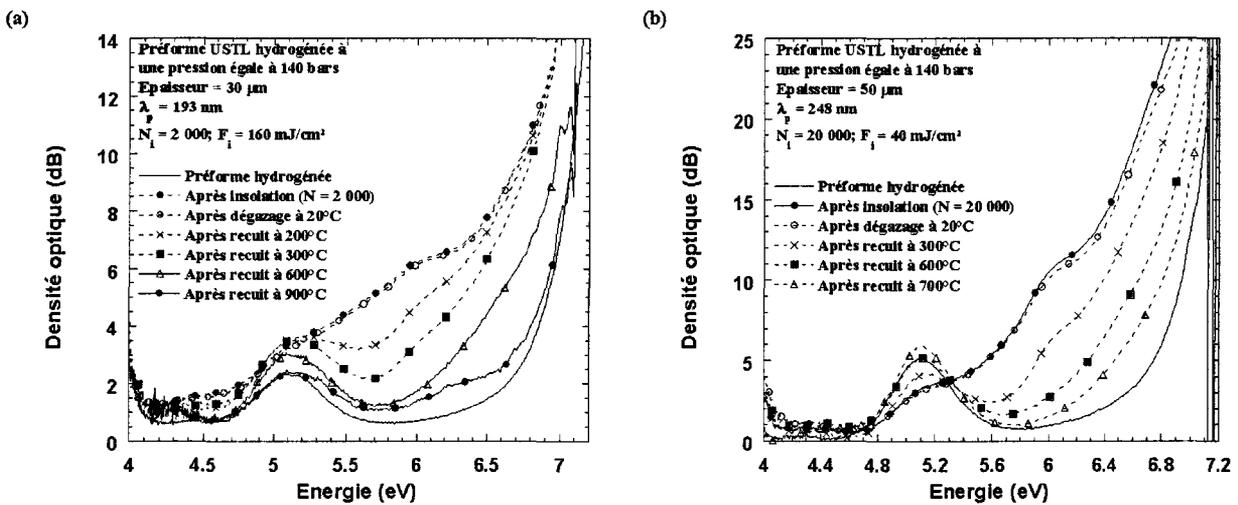


FIG. 2.21 – a) Évolution de la densité optique du cœur d'une lame de préforme USTL hydrogénée et insolée ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ;  $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ;  $N_i = 2000$ ), au cours des recuits isochrones (durée = 3 heures). b) Évolution de la densité optique du cœur d'une lame de préforme USTL hydrogénée et insolée ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ;  $F_i = 40 \text{ mJ/cm}^2$ ;  $N_i = 20000$ ), au cours des recuits isochrones (durée = 30 minutes).

Des spectres d'atténuation rémanents enregistrés à température ambiante après les paliers à  $200^\circ\text{C}$ ,  $300^\circ\text{C}$ ,  $600^\circ\text{C}$  et  $900^\circ\text{C}$  sont présentés à titre d'exemple sur la figure 2.21a. Ces spectres ont été enregistrés dans la lame insolée avec le laser à ArF. Les conditions expérimentales sont rappelées dans la légende de la figure. Au cours des recuits isochrones, le niveau d'atténuation diminue de façon monotone dans la plus grande partie de la zone spectrale étudiée. La région spectrale située vers  $5,1 \text{ eV}$  fait cependant exception à ces observations. En effet, aucune modification significative de la densité optique vers  $5,1 \text{ eV}$  n'est décelée après des températures de recuit inférieures à  $300^\circ\text{C}$ . Lorsque la température de la lame est élevée au-delà de cette valeur, le niveau d'atténuation vers  $5,1 \text{ eV}$  diminue pour retrouver sa valeur initiale (échantillon non insolé) après un recuit à  $900^\circ\text{C}$ . D'autre part, pour les énergies comprises entre  $5,3 \text{ eV}$  et  $6,5 \text{ eV}$ , le niveau d'atténuation de la lame a diminué fortement (de l'ordre de 30 %) lors du recuit à  $200^\circ\text{C}$ . Cependant le niveau d'atténuation reste supérieur à celui de la préforme non insolée et ceci même après le palier à  $900^\circ\text{C}$ .

La figure 2.21b montre des spectres d'atténuation enregistrés à température ambiante après les recuits isochrones à  $200^\circ\text{C}$ ,  $300^\circ\text{C}$ ,  $600^\circ\text{C}$  et  $700^\circ\text{C}$ . Ces spectres ont été enregistrés dans la lame insolée avec le laser

à KrF. Comme dans le cas des spectres induits par insolation avec un laser à ArF, le niveau d'atténuation diminue de façon monotone dans la plus grande partie de la zone spectrale étudiée au cours des recuits. La région spectrale située vers 5,1 eV fait cependant exception à ces observations. En effet, aucune modification significative des pertes n'est décelée vers 5,1 eV pour des températures inférieures à 200°C. Lorsque la température de cette lame est élevée au-delà de cette valeur, le niveau d'atténuation vers 5,1 eV augmente pour retrouver sa valeur initiale (échantillon non insolé) après un recuit à 600°C. Au-delà de cette valeur, le niveau d'atténuation vers 5,1 eV augmente à nouveau pour atteindre une valeur supérieure à celle de l'échantillon vierge. Pour les énergies supérieures à 5,6 eV, le niveau d'atténuation reste supérieur à celui de la préforme non insolée et ceci même après le palier à 700°C.

En conclusion, l'élévation de température isochrone se traduit pour les deux lames étudiées par une structuration progressive du spectre d'atténuation vers 5,1 eV qui retrouve son aspect initial et par un blanchiment incomplet ( $\theta \leq 900^\circ\text{C}$ ) de l'atténuation en excès induite par l'insolation dans le reste du spectre analysé.

## Chapitre 3

# Étude de la photosensibilité des verres germanosilicates hypersensibilisés au moyen d'une insolation uniforme



# Étude des variations d'indice photo induites dans une fibre SMF 28 hypersensibilisée

### 3.1 Préambule

En 1999, Kohnke et al. [23] ont montré qu'il est possible de sensibiliser de façon permanente une fibre germanosilicate de façon à être en mesure d'y photo inscrire efficacement des réseaux plusieurs mois après la sensibilisation. Le procédé décrit dans [23] consiste à charger la fibre en hydrogène, puis à l'insoler de façon uniforme (sans frange) au moyen d'un laser à KrF. Le point original de la méthode porte sur le fait que la fibre reste photosensible ( $\Delta n_{mod} \approx 10^{-3}$ ) après sa déshydrogénation complète.

Åslund et al. [22, 31] ont montré ensuite que le verrouillage de la photosensibilité peut également être obtenu en utilisant des insolutions réalisées au moyen soit d'un laser à ArF soit d'un laser UV continu (Cw 244 nm). Les différentes études montrent que le gain en photosensibilité présente un maximum en fonction de la fluence cumulée  $F_c^{pre}$  utilisée lors de l'insolation uniforme (l'utilisation du laser à ArF ou Cw 244nm conduit à un optimum de photosensibilité pour des fluences cumulées respectivement égales à 120 et 60 J/cm<sup>2</sup>). En raison de la dépendance du gain en photosensibilité avec la fluence cumulée utilisée lors de l'insolation uniforme, cette méthode appelée hypersensibilisation UV constitue un puissant outil qui permet d'ajuster le profil de photosensibilité le long de l'axe de la fibre.

D'un point de vue pratique, la technique d'hypersensibilisation UV permet de s'affranchir des effets de diffusion ou de consommation de l'hydrogène au cours de l'inscription des réseaux. Ainsi, les problèmes liés à des variations de l'indice de réfraction du fait de l'évolution de la concentration en hydrogène sont minimisés si bien que l'on peut inscrire de façon reproductible des réseaux de Bragg dans des films planaires germanosilicates ou des réseaux à longue période dans des fibres optiques [22, 31].

Un schéma réactionnel à deux réactions successives du premier ordre ( $A \xrightarrow{h\nu} B \xrightarrow{h\nu} C$ ) a été proposé pour expliquer le mécanisme de l'hypersensibilisation UV. Dans ce schéma, l'insolation uniforme en présence d' $H_2$  active la formation d'une espèce B à partir d'une espèce A. La concentration de B passe par un maximum puis décroît en fonction de la durée d'insolation en raison de la transformation d'espèces B en C. On suppose que la réaction est inopérante au cours de l'écriture du réseau (en absence d'hydrogène) et que B est transformée en une espèce C par une réaction du premier ordre. La modulation d'indice de réfraction est supposée proportionnelle à la concentration des espèces C [31]. Selon ce schéma réactionnel, la concentration en espèces C (donc de  $\Delta n_{mod}$ ) augmente avec la durée t d'inscription selon une loi de croissance mono-exponentielle simple (relation 3.1) :

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0. \left\{ 1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \right\} \quad (3.1)$$

**Il a été suggéré que GeH et GeE' constituent respectivement les centres B et C mais, en fait, la nature des espèces A, B et C reste incertaine [31].**

La deuxième étape du modèle a été récemment précisée afin d'expliquer pourquoi, dans les expériences présentées dans [82] (insolation uniforme et inscription réalisées avec un laser UV continu), la modulation d'indice augmente avec la durée t d'inscription selon une loi du type 3.2 [82] :

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_1.t + \Delta n_2. \left\{ 1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \right\} \quad (3.2)$$

Dans ce nouveau schéma, la transformation d'une espèce B en une espèce C libère de l'hydrogène qui devient disponible pour catalyser la réaction de  $A \rightarrow B$  [82]. Le fait que les paramètres  $\Delta n_1$  et  $\Delta n_2$  soient proportionnels à la concentration initiale  $[B]_{t=0}$  en espèces B constitue une conclusion importante

de ce nouveau modèle [82]. En effet, puisque le schéma  $A \rightarrow B \rightarrow C$  implique que  $[B]_{t=0}$  passe par un maximum lorsque la durée de l'insolation uniforme évolue, **l'existence d'une durée d'insolation uniforme conduisant à un optimum de photosensibilité constitue un test de ces modèles mais ne permet pas de les distinguer.**

Cependant, dans ces schémas, **aucune hypothèse n'a été formulée sur le nombre de photons mis en jeu lors du processus initial d'absorption.** Ce nombre de photons conditionne l'évolution de la photosensibilité initiale ( $(\frac{d\Delta n}{dt})_{t \rightarrow 0}$ ) avec la densité d'énergie par impulsion. Un de nos objectifs consiste donc à déterminer le nombre de photons mis en jeu dans le processus d'absorption en enregistrant les cinétiques de croissance des variations d'indice de réfraction en fonction de la densité d'énergie par impulsion  $F_i$  utilisée pour inscrire les réseaux.

Par ailleurs, Aslund et Canning (2000) [83] ont étudié la stabilité thermique de réseaux écrits dans une fibre germanosilicate dont l'augmentation de photosensibilité a été verrouillée par la méthode d'hypersensibilisation UV. A cet effet, ils ont utilisé une méthode de vieillissement accéléré isotherme [84]. Ils ont ainsi montré que la réflectivité des réseaux fabriqués dans des fibres hypersensibilisées est plus stable que celle des réseaux écrits dans des fibres hydrogénées. Ils remarquent aussi que la réflectivité des réseaux augmente légèrement au début du cycle de vieillissement. Ils interprètent ces observations en supposant que l'espèce B est significativement moins stable thermiquement que l'espèce C. Selon le modèle à deux réactions successives, les concentrations des espèces B et C sont distribuées le long des réseaux de façon différente selon que ces derniers ont été inscrits dans des fibres hydrogénées ou hypersensibilisées. L'hypothèse qui stipule que les stabilités des espèces A, B et C sont différentes, implique également une différence de stabilité entre les changements d'indices créés dans ces deux types de fibre. Cette conclusion est conforme aux observations sur la stabilité de la modulation d'indice ( $\lambda_p = 244 \text{ nm}$ ) mais, à notre connaissance n'avait fait avant mon étude d'aucune vérification consacrée à la stabilité de l'indice moyen.

**Conclusion** Dans la suite, nous présentons une contribution à l'étude du phénomène d'augmentation de la photosensibilité de fibres SMF 28 par hypersensibilisation UV. Afin de comparer les efficacités des sources disponibles au laboratoire, la photosensibilité des fibres SMF 28 hypersensibilisées a été évaluée en relevant l'évolution de la réflectivité et de la longueur d'onde de Bragg de réseaux au cours d'insolations réalisées à l'aide de deux sources lasers ultraviolettes.

Tout d'abord nous nous sommes proposé 1) de déterminer les conditions expérimentales ( $\lambda_p$ ,  $N_{pre}$ ,  $F_{pre}$ ,  $F_i$ , température du dégazage de  $H_2$ ) qui conduisent à un gain maximum de photosensibilité et 2) d'estimer "la permanence" du procédé d'hypersensibilisation UV.

Nous avons cherché ensuite à définir plus précisément la stabilité des réseaux écrits dans des fibres hypersensibilisées en tenant compte du fait que les études précédentes sont presque exclusivement relatives à des mesures portant sur la réflectivité des réseaux. L'étude de l'évolution de la longueur d'onde de Bragg du réseau est donc ici systématiquement abordée.

Hypersensibilisation UV	Paramètres des études	Conclusion des études	Références	Notre étude
Cinétiques de croissance des variations d'indice	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <math>\lambda_p</math></li> <li>• <math>N_{pre}</math></li> <li>• <math>F_{pre}</math></li> <li>• <math>F_i</math></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <math>\lambda_p = 244 \text{ nm}</math>, <math>248 \text{ nm}</math> et <math>193 \text{ nm}</math>; <math>\Delta n_{mod} = 10^{-3}</math>;</li> <li>• Existence d'un optimum de fluence cumulée (<math>F_c^{pre} \approx 120 \text{ J/cm}^2</math>; <math>193 \text{ nm}</math>) conduisant à un gain maximal de photosensibilité.</li> <li>•</li> <li>•</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• [22, 23, 31]</li> <li>• [22, 31]</li> <li>•</li> <li>•</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <math>\lambda_p = 193 \text{ nm}</math> ou <math>248 \text{ nm}</math></li> <li>• <math>N_{pre} \in [125 - 100000]</math></li> <li>• <math>F_{pre} = 160 \text{ mJ/cm}^2</math> ou <math>220 \text{ mJ/cm}^2</math></li> <li>• <math>F_i \in [30 \text{ mJ/cm}^2 - 280 \text{ mJ/cm}^2]</math></li> </ul>
Stabilité thermique du procédé (Recuits avant l'inscription de réseaux)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <math>\lambda_p</math></li> <li>• <math>\theta</math></li> <li>• <math>N_{pre}</math></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•</li> <li>•</li> <li>•</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•</li> <li>•</li> <li>•</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <math>\lambda_p = 248 \text{ nm}</math></li> <li>• <math>\theta \in [100^\circ\text{C} - 800^\circ\text{C}]</math></li> <li>• <math>N_{pre} = 20000</math> ou <math>2000</math></li> </ul>
Stabilité thermique des variations d'indice	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <math>\lambda_p</math></li> <li>• <math>N_{pre}</math></li> <li>• <math>\Delta n_{mod}(0, 296\text{K})</math></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <math>\lambda_p = 244 \text{ nm}</math>, <math>193 \text{ nm}</math>;</li> <li>• Stabilité thermique de R plus élevée que dans le cas des réseaux inscrits dans des fibres hydrogénées.</li> <li>•</li> <li>•</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• [83, 85]</li> <li>•</li> <li>•</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <math>\lambda_p = 193 \text{ nm}</math> ou <math>248 \text{ nm}</math></li> <li>• <math>N_{pre} = 20000</math> ou <math>2000</math>;</li> <li>• <math>\lambda_p = 248 \text{ nm}</math></li> <li>• <math>\Delta n_{mod}(0, 296\text{K}) = 10^{-3}</math> ou <math>10^{-4}</math>; <math>\lambda_p = 248 \text{ nm}</math></li> </ul>

TAB. 3.1 – Principaux résultats expérimentaux déduits de l'examen qualitatif des cinétiques de photo inscription et des courbes de destruction thermique des réseaux inscrits dans des fibres germanosilicates hypersensibilisées UV.

Le tableau 3.1 rassemble les principaux résultats tirés de la littérature scientifique relatifs à la photo inscription et à la stabilité thermique des variations d'indice de réfraction photo induites dans des fibres germanosilicates hypersensibilisées à l'aide de lasers UV. Les paramètres et conditions expérimentales des études menées dans le cadre de ce mémoire figurent également dans ce tableau.

## 3.2 Étude des cinétiques de photo inscription de réseaux de Bragg dans des fibres SMF 28 hypersensibilisées

### 3.2.1 Introduction

La photosensibilité des fibres SMF 28 hypersensibilisées par insolation UV uniforme a été évaluée grâce à l'inscription de réseaux de Bragg de longueur 1 mm ou 4 mm. Nous nous sommes intéressés à l'aspect des cinétiques de croissance des variations d'indice photo induites ( $\Delta n_{mod}$ ,  $\Delta n_{moy}$ ) soit par un laser à ArF ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) soit par un laser à KrF ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ).

Les réseaux ont été inscrits avec un masque de phase selon le protocole expérimental décrit dans le chapitre 1. La longueur d'onde de résonance de Bragg est située aux environs de  $1535 \text{ nm}$ . La croissance des réseaux de longueur égale à 1 mm a été utilisée afin de mesurer des amplitudes de modulation d'indice comprise entre  $110^{-4}$  et  $1,210^{-3}$ . Les réseaux de plus grande longueur (4 mm) ont été inscrits afin d'étudier la zone de croissance des réseaux correspondant à des variations d'indice dans l'intervalle  $[2,510^{-5} - 310^{-4}]$ .

Le tableau 3.2 rassemble les conditions expérimentales des différentes études. Le paramètre de l'étude est écrit en caractères gras. A l'exception de ces paramètres, les réseaux sont inscrits dans les mêmes conditions (tension appliquée à la fibre constante, pression d'hydrogène, dimensions et position du spot éclairant le masque maintenues fixes). Les fibres ont été chargées en hydrogène à température ambiante avec une pression d'hydrogène fixée à 140 atm. L'insolation des fibres a été réalisée au plus tard quelques heures après leur sortie de l'enceinte contenant de l'hydrogène.

Série	$\lambda_p$	$N_{pre}$	$F_{pre}$	Conditions de dégazage	$F_i$
A	193 nm	<b>[125-30000]</b>	160 mJ/cm <sup>2</sup>	3 jours à 110°C	160 mJ/cm <sup>2</sup>
B	193 nm	2000	160 mJ/cm <sup>2</sup>	3 jours à 110°C	<b>[40-230 mJ/cm<sup>2</sup>]</b>
$C_1$	248 nm	<b>[500-100000]</b>	160 mJ/cm <sup>2</sup>	3 jours à 110°C	160 mJ/cm <sup>2</sup>
$C_2$	248 nm	<b>[500-100000]</b>	220 mJ/cm <sup>2</sup>	3 jours à 110°C	220 mJ/cm <sup>2</sup>
$C_3$	248 nm	<b>[5000-100000]</b>	160 mJ/cm <sup>2</sup>	3 jours à 110°C + Recuit 5h à 500°C	160 mJ/cm <sup>2</sup>
D	248 nm	20000	220 mJ/cm <sup>2</sup>	3 jours à 110°C	<b>[30-280 mJ/cm<sup>2</sup>]</b>
$E_1$	248 nm	40000	160 mJ/cm <sup>2</sup>	<b>3 jours à 110°C ou 1 mois à 20°C</b>	160 mJ/cm <sup>2</sup>
$E_2$	193 nm	2000	160 mJ/cm <sup>2</sup>	<b>3 jours à 110°C ou 1 mois à 20°C</b>	160 mJ/cm <sup>2</sup>

TAB. 3.2 – Conditions d'insolation des fibres SMF 28 hypersensibilisées destinées à l'inscription de réseaux de Bragg.

Pour montrer l'intérêt mais aussi les limites du processus d'hypersensibilisation UV, des réseaux dits de « référence » ont été inscrits dans les mêmes conditions d'irradiance dans des fibres non sensibilisées. Ainsi la dynamique d'inscription d'un réseau de Bragg ( $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ) dans une fibre SMF 28 non hydrogénée est systématiquement présentée sur les figures relatives aux inscriptions de réseaux de Bragg dans des fibres hypersensibilisées UV.

### 3.2.2 Influence du nombre d'impulsions $N_{pre}$ reçues par la fibre SMF 28 hydrogénée lors de l'insolation uniforme

#### 3.2.2.1 Dynamiques de photo inscription de réseaux de Bragg dans des fibres SMF 28 hypersensibilisées lors d'insolations réalisées à l'aide d'un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde 193 nm

Les insolations ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) ont été réalisées avec une densité d'énergie par impulsion  $F_i$  ( ou  $F_{pre}$ ) égale à 160 mJ/cm<sup>2</sup>. Les nombres d'impulsions choisis pour réaliser l'hypersensibilisation UV ont été fixés à 125, 500, 2000, 5000, 10000 et 30000. L'exo-diffusion de l'hydrogène a été accélérée en plaçant la fibre dans un four à 110°C durant trois jours. **Nous avons aussi vérifié la reproductibilité de nos mesures en effectuant deux fois chaque inscription.**

**Cinétiques de croissance de la modulation d'indice de réfraction** L'évolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction du coeur de la fibre est représentée sur la figure 3.1a en fonction du nombre d'impulsions incidentes  $N_i$ . Les conditions de l'insolation sont rappelées dans la légende de cette figure.

Quelle que soit la valeur de  $N_{pre}$  ( $125 \leq N_{pre} \leq 30000$ ), l'évolution de la modulation d'indice de réfraction est monotone croissante en fonction de  $N_i$ . Pour un nombre d'impulsions  $N_{pre} = 2000$ , la modulation d'indice obtenue après insolation par  $N_i = 40000$  impulsions est égale à  $10^{-3}$ . Dans les mêmes conditions d'irradiance,

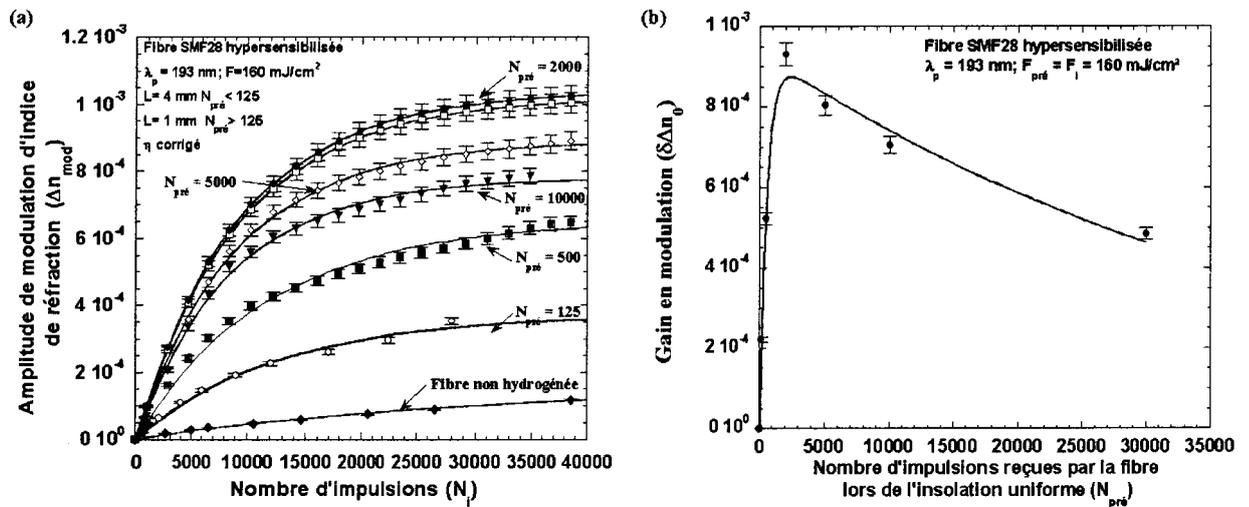


FIG. 3.1 – a) Évolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ;  $F_{pre} = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ) de réseaux de Bragg dans la fibre SMF 28 hypersensibilisée UV. Le paramètre de l'étude est le nombre d'impulsions  $N_{pre}$  reçues par la fibre lors de l'insolation uniforme. b) Évolution du gain en modulation d'indice de réfraction en fonction de  $N_{pre}$ .

la modulation d'indice obtenue dans une fibre SMF 28 non traitée est de l'ordre de  $1,2 \cdot 10^{-4}$  alors qu'elle atteint environ  $2,5 \cdot 10^{-3}$  dans une fibre hydrogénée.

Afin de fixer un ordre de grandeur de la reproductibilité de nos enregistrements, nous avons, sur la figure 3.1a, représenté deux courbes de croissance enregistrées chacune dans des conditions expérimentales supposées identiques ( $N_{pre} = 2000$ ;  $F_i = F_{pre} = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ). Ces enregistrements permettent de fixer un ordre de grandeur à l'incertitude que l'on peut affecter à nos mesures. La différence entre les deux cinétiques de croissance de la modulation de l'indice de réfraction du coeur de la fibre, apparente sur la figure 3.1a, peut s'expliquer par une différence non contrôlée entre les conditions d'inscription : par exemple un léger écart (quelques  $\mu\text{m}$ ) entre les positions des fibres par rapport au masque de phase lors des deux inscriptions [36].

### Choix des fonctions représentant nos données expérimentales

Les figures présentées dans la section 3.2 regroupent deux types d'informations : d'une part des symboles qui correspondent aux données mesurées expérimentalement, d'autre part des lignes continues ou discontinues. Ces tracés correspondent à des ajustements de lois analytiques sur nos données expérimentales. Nous avons en effet essayé de représenter nos données par des lois analytiques empiriques ou semi-empiriques habituellement employées pour décrire les cinétiques de croissance des réseaux de Bragg dans différentes fibres et dans diverses conditions de sensibilisation et d'insolation : loi de croissance mono-exponentielle simple, en puissance  $\alpha$ , loi de croissance mono-exponentielle étirée ou loi de type 3.2 (modèle autocatalytique). L'objectif de ces tracés est de faciliter la lecture des données ainsi que l'utilisation de ces dernières par les ingénieurs. Par ailleurs, dans le cadre de cette étude, nous ne chercherons pas à interpréter les origines physico-chimiques des différentes lois utilisées pour représenter nos données expérimentales.

Cependant comme il apparaît sur la figure 3.2, l'ajustement de la plupart de ces lois sur nos données expérimentales a conduit à des résultats peu satisfaisants en particulier pour les insolutions prolongées au-delà de 50000 impulsions. En fait, la meilleure représentation des cinétiques de croissance de  $\Delta n_{mod}$  en fonction

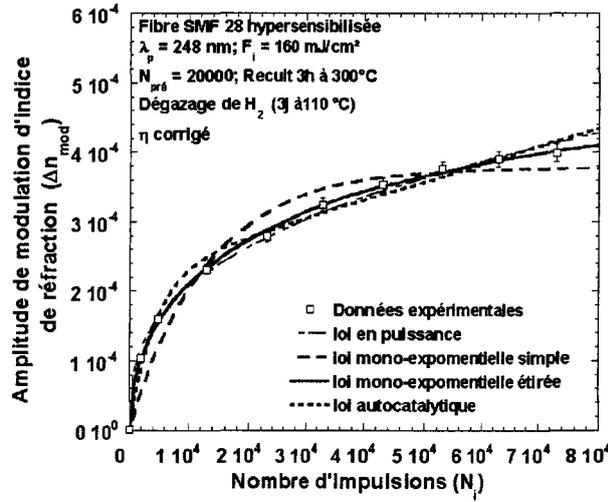


FIG. 3.2 – Exemples des différentes lois analytiques utilisées pour représenter les données expérimentales relatives aux dynamiques de croissance des variations d'indice de réfraction photo induites dans des fibres hypersensibilisées.

de  $N_i$  a été obtenu à l'aide d'une loi de croissance de type mono-exponentielle étirée. Cependant, il faut noter que dans certain cas la fonction mono-exponentielle étirée tend vers une fonction mono-exponentielle simple (le paramètre  $\beta$  est proche de 1). De ce fait, la pente à l'origine de ces fonctions analytiques ne tend pas vers l'infini. Les paramètres de ces lois ont été estimés à partir de l'ajustement de cette loi sur les données expérimentales selon une méthode de moindres carrés non linéaire.

**Analyse des résultats** Les données ont donc été représentées en fonction du nombre d'impulsions  $N_i$  à l'aide d'une loi de croissance de type mono-exponentielle étirée (relation 3.3).

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \left( 1 - \exp - \left( \frac{N_i}{\tau} \right)^\beta \right), \quad \{125 \leq N_{pre} \leq 30000; \quad 100 < N_i < 40000\} \quad (3.3)$$

Les paramètres  $\Delta n_0$ ,  $\frac{1}{\tau}$  et  $\beta$  ont été estimés à partir de l'ajustement de cette loi sur les données expérimentales selon une méthode de moindres carrés non linéaire. Les différents ajustements montrent que l'estimation de  $\frac{1}{\tau}$  dépend peu de la valeur de  $N_{pre}$  dans la gamme étudiée ( $N_{pre} \in \{125 - 30000\}$ ). La valeur de  $\frac{1}{\tau}$  a donc ensuite été fixée à  $1,1 \cdot 10^{-4}$  pour procéder à l'estimation de  $\Delta n_0$  et de  $\beta$  pour les différentes valeurs de  $N_{pre}$ .

Le paramètre  $\beta$  qui optimise les ajustements augmente progressivement de  $0,72 \pm 0,08$  pour  $N_{pre} = 125$  à  $1,05 \pm 0,03$  pour  $N_{pre} = 5000$  ou  $10000$ . Pour les valeurs de  $N_{pre}$  supérieures à  $10000$ , le paramètre  $\beta$  diminue, il vaut  $0,73 \pm 0,03$  lorsque  $N_{pre} = 30000$ .

Il est possible de calculer le gain ( $\delta \Delta n_0$ ) en modulation d'indice induit par le procédé d'hypersensibilisation. A cet effet, nous avons soustrait la valeur du paramètre  $\Delta n_0$  (l'amplitude de modulation lorsque  $N_i \rightarrow \infty$ ) correspondant à un réseau photo inscrit dans une fibre non hydrogénée ( $\Delta n_0^{Non H_2}$ ) de celle correspondant à une fibre hypersensibilisée ( $\Delta n_0^{Hyper UV}$ ). La figure 3.1b montre l'évolution du gain en modulation d'indice ( $\delta \Delta n_0 = \Delta n_0^{Hyper UV} - \Delta n_0^{Non H_2}$ ) en fonction du nombre d'impulsions  $N_{pre}$  utilisées pour réaliser l'hypersensibilisation UV. L'examen de cette figure montre que  $\delta \Delta n_0$  évolue de façon non monotone en fonction de  $N_{pre}$ . Pour des valeurs de  $N_{pre}$  inférieures à  $2000$ , le gain

en photosensibilité augmente avec  $N_{pre}$ . Puis, lorsque la valeur de  $N_{pre}$  est supérieure à 2000 le gain en photosensibilité diminue lentement. L'évolution du gain en modulation a été représentée en fonction du nombre d'impulsions  $N_{pre}$  à l'aide d'une différence entre deux exponentielles (relation 3.4). L'ajustement de cette loi sur les données expérimentales conduit à  $\Delta n_1 = 9,37 \cdot 10^{-4} \pm 0,44 \cdot 10^{-4}$ ,  $\frac{1}{\tau_1} = 2,35 \cdot 10^{-5} \pm 0,40 \cdot 10^{-5} N_{pre}^{-1}$  et  $\frac{1}{\tau_2} = 1,84 \cdot 10^{-3} \pm 0,26 \cdot 10^{-3} N_{pre}^{-1}$ .

$$\delta \Delta n_0 = \Delta n_1 \left( \exp\left(-\frac{N_{pre}}{\tau_1}\right) - \exp\left(-\frac{N_{pre}}{\tau_2}\right) \right) \quad (3.4)$$

**Cinétique de croissance de l'indice moyen** La figure 3.3a représente les variations de l'indice moyen  $\Delta n_{moy}$  des réseaux en fonction du nombre  $N_i$  d'impulsions utilisées lors de l'inscription. L'évolution de  $\Delta n_{moy}$  suit une loi de croissance monotone avec  $N_i$ . Le gain en photosensibilité apporté par la méthode d'hypersensibilisation UV en référence au cas d'une fibre non traitée apparaît sur la figure 3.3a :  $\Delta n_{moy}$  est de l'ordre de  $7 \cdot 10^{-5}$  après insolation de la fibre non traitée par  $N_i = 40000$  impulsions alors qu'elle est de l'ordre de  $1,35 \cdot 10^{-3}$  pour une fibre hypersensibilisée ( $N_{pre} = 2000$ ,  $N_i = 40000$ ).

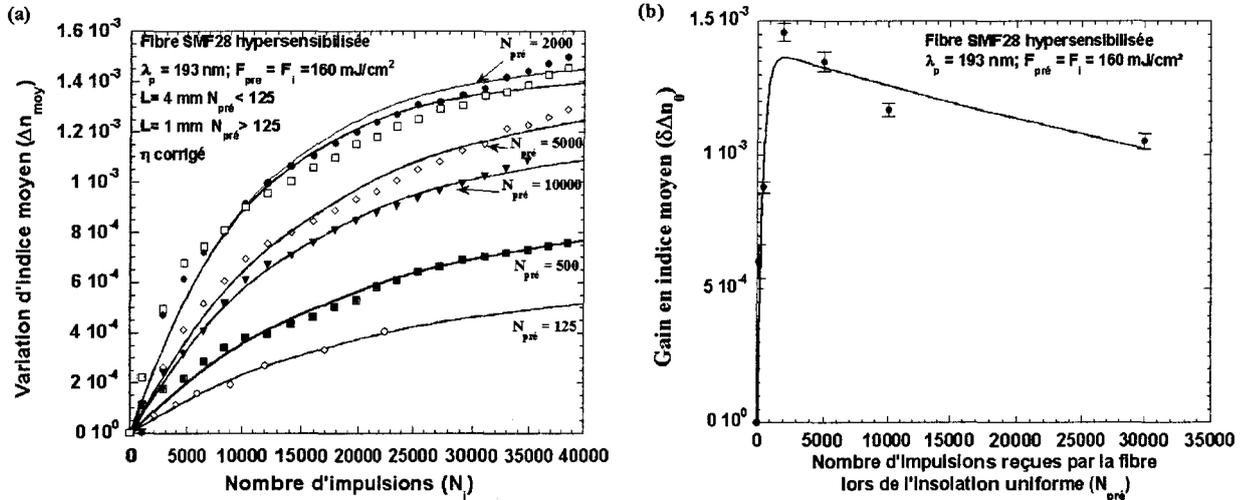


FIG. 3.3 – a) Évolution de l'indice moyen au cours de l'inscription ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ;  $F_{pre} = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ) de réseaux de Bragg dans la fibre SMF 28 hypersensibilisée par UV. Le paramètre de l'étude est le nombre d'impulsions  $N_{pre}$  reçues par la fibre lors de l'insolation uniforme. b) Évolution du gain en indice moyen en fonction de  $N_{pre}$ .

Par ailleurs, l'incertitude de mesure a été estimée en inscrivant des réseaux dans des conditions identiques ( $N_{pre} = 2000$ ,  $N_i = 40000$ ). L'écart le plus grand relevé entre deux valeurs de  $\Delta n_{moy}$  mesurées dans des conditions similaires est de l'ordre de  $7 \cdot 10^{-5}$ .

Des essais d'ajustement des données de la figure 3.3a sur une loi mono-exponentielle simple ont été effectués. Comme pour les croissances de  $\Delta n_{mod}$ , la valeur de  $\frac{1}{\tau}$  a été fixée à  $1,110 \cdot 10^{-4}$ . Cependant, l'ajustement d'une loi de type mono-exponentielle simple sur les données expérimentales conduit là encore à de larges incertitudes sur l'estimation de  $\Delta n'_0$ . De ce fait, les données ont été représentées en fonction du nombre d'impulsions  $N_i$  à l'aide d'une loi de croissance de type mono-exponentielle étirée (relation 3.5).

$$\Delta n_{moy} = \Delta n'_0 (1 - \exp(-(1,110 \cdot 10^{-4} N_i)^\beta)), \quad \{125 \leq N_{pre} \leq 30000; \quad 100 < N_i < 40000\} \quad (3.5)$$

Le paramètre  $\beta$  qui optimise les ajustements augmente progressivement de  $0,45 \pm 0,05$  pour  $N_{pre} = 125$  ou  $500$  à  $0,88 \pm 0,07$  pour  $N_{pre} = 2000$ . Pour les valeurs de  $N_{pre}$  supérieures à  $2000$ , le paramètre  $\beta$  diminue, il vaut  $0,61 \pm 0,04$  lorsque  $N_{pre} = 10000$  ou  $30000$ . Par ailleurs, la valeur du terme  $\Delta n'_0$  dépend de la valeur de  $N_{pre}$  dans la gamme étudiée ( $\{125 - 30000\}$ ). La figure 3.3b représente l'évolution du gain en indice moyen  $\delta\Delta n'_0$  ( $\delta\Delta n'_0 = \Delta n'_0 - \Delta n_0^{Non H_2}$ ) en fonction de  $N_{pre}$ .

$$\delta\Delta n'_0 = \Delta n'_1 \left( \exp\left(-\frac{N_{pre}}{\tau_1}\right) - \exp\left(-\frac{N_{pre}}{\tau_2}\right) \right) \quad (3.6)$$

Cette évolution est similaire à celle reportée pour le gain en modulation d'indice  $\delta\Delta n_0$  (figure 3.1b). L'évolution de  $\delta\Delta n'_0$  a été représentée en fonction du nombre d'impulsions  $N_{pre}$  à l'aide d'une différence de deux exponentielles (relation 3.6). L'ajustement de cette loi sur les données expérimentales conduit à  $\Delta n'_1 = 1,40 \cdot 10^{-3} \pm 0,12 \cdot 10^{-3}$ ,  $\frac{1}{\tau_1} = 1,04 \cdot 10^{-5} \pm 0,60 \cdot 10^{-5}$  et  $\frac{1}{\tau_2} = 2,69 \cdot 10^{-3} \pm 0,77 \cdot 10^{-3}$ . Les valeurs des constantes de vitesse  $\frac{1}{\tau_1}$  et  $\frac{1}{\tau_2}$  sont du même ordre de grandeur que celles obtenues pour  $\delta\Delta n_0$  (gain en modulation d'indice) si l'on tient compte des incertitudes sur l'estimation de ces coefficients.

**Conclusion** La technique d'hypersensibilisation UV apporte un gain de photosensibilité ( $\Delta n_{mod}$  ou  $\Delta n_{moy}$ ), en référence à une fibre non photo-sensibilisée, mais ce gain reste inférieur à celui obtenu en inscrivant les réseaux dans des fibres chargées en hydrogène. Dans la gamme étudiée de nombre d'impulsions utilisées pour réaliser l'hypersensibilisation ( $N_{pre} \in [125 - 30000]$ ), le gain en photosensibilité dépend de la fluence cumulée reçue par le coeur de la fibre SMF 28 hydrogénée lors de l'insolation uniforme. L'utilisation du laser à ArF conduit à un optimum de photosensibilité pour une fluence cumulée égale à  $320 \text{ J/cm}^2$  ( $N_{pre} = 2000$ ,  $F_{pre} = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ). Cette valeur est supérieure à celle ( $120 \text{ J/cm}^2$ ) obtenue par Canning et al. [31] dans des fibres germanosilicates hypersensibilisés ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ). Dans l'étude de Canning les caractéristiques opto-géométriques des fibres ne sont pas précisées si bien qu'aucune conclusion sur l'origine de cette différence ne peut être tirée.

### 3.2.2.2 Dynamiques de photo inscription de réseaux de Bragg dans des fibres germanosilicates hypersensibilisés lors d'insolations réalisées à l'aide d'un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde 248 nm

Dans ce paragraphe, nous présentons les résultats concernant les insolations réalisées avec le laser à KrF ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) fonctionnant en régime impulsionnel. La méthodologie suivie est similaire à celle présentée dans le paragraphe 1.2.2.1.

Les nombres d'impulsions choisis pour réaliser l'hypersensibilisation UV sont égaux à  $500$ ,  $2000$ ,  $5000$ ,  $10000$ ,  $20000$ ,  $40000$  et  $100000$  impulsions. La densité d'énergie par impulsion  $F_{pre}$  lors de l'insolation uniforme a été fixée à  $160 \text{ mJ/cm}^2$ . Le dégazage a été accéléré en plaçant les fibres à  $110^\circ\text{C}$  durant trois jours. A l'exception du paramètre  $N_{pre}$ , les réseaux sont tous inscrits dans les mêmes conditions. La longueur des réseaux de Bragg a été choisie égale à  $1 \text{ mm}$  lorsque  $N_{pre} > 5000$  et à  $4 \text{ mm}$  lorsque  $N_{pre} \leq 5000$ . Comme dans le cas des insolations avec le laser à ArF, nous avons inscrit des réseaux de « référence » dans une fibre SMF 28 non sensibilisée.

**Cinétiques de croissance de la modulation d'indice de réfraction** La figure 3.4a présente les évolutions des amplitudes de modulation  $\Delta n_{mod}$  en fonction du nombre  $N_i$  d'impulsions reçues par la fibre

lors de l'inscription du réseau de Bragg. Chaque dynamique de croissance a été enregistrée au moins deux fois afin de vérifier la reproductibilité de nos résultats et afin de fixer l'ordre de grandeur de l'incertitude de mesure. Ceci est illustré sur la figure 3.4a dans laquelle deux courbes de croissance sont présentées pour  $N_{pre} = 40000$  et  $100000$  impulsions.

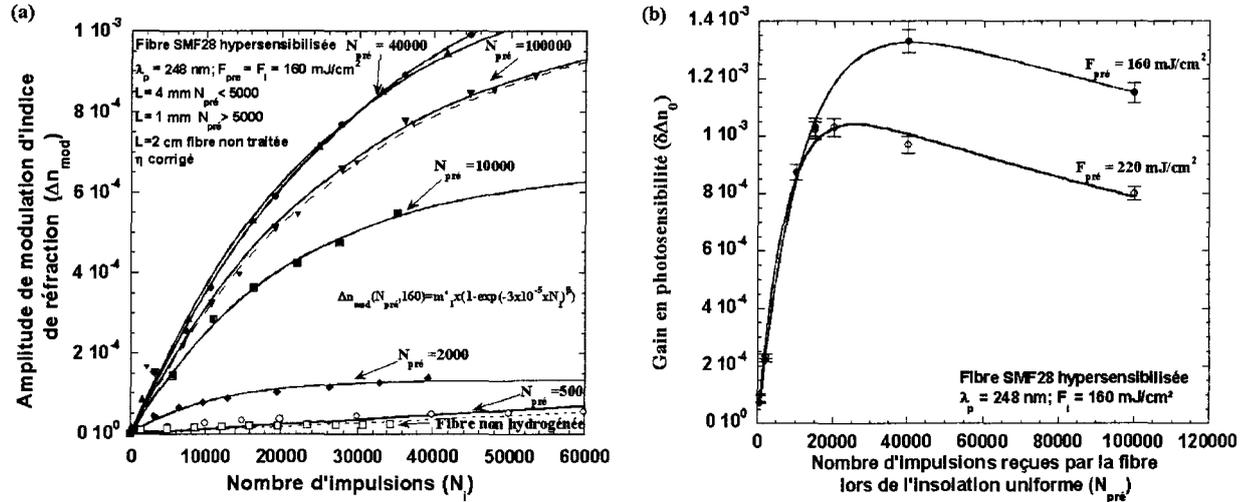


FIG. 3.4 – a) Évolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) de réseaux de Bragg dans la fibre SMF 28 hypersensibilisée UV. Le paramètre de l'étude est le nombre d'impulsions  $N_{pre}$  reçues par la fibre lors de l'insolation uniforme. b) Évolution du gain en modulation d'indice en fonction de  $N_{pre}$ .

Quelle que soit la valeur de  $N_{pre}$  ( $500 \leq N_{pre} \leq 100000$ ), l'évolution de  $\Delta n_{mod}$  est monotone croissante en fonction de  $N_i$ . Pour un nombre d'impulsions  $N_{pre} = 40000$  ( $F_{pre} = F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ), l'ordre de grandeur de la modulation d'indice obtenue après insolation par  $N_i = 40000$  impulsions est égal à  $10^{-3}$ . Dans les mêmes conditions d'insolation, la modulation d'indice obtenue dans une fibre non hydrogénée est de l'ordre de  $2 \cdot 10^{-5}$ , elle atteint  $2,5 \cdot 10^{-3}$  dans la fibre hydrogénée. Comme lors des insolutions réalisées avec le laser à ArF, les données ont été représentées en fonction du nombre d'impulsions  $N_i$  à l'aide d'une loi de croissance de type mono-exponentielle étirée (3.3). Le paramètre  $\frac{1}{\beta}$  dépend peu de la valeur de  $N_{pre}$ , il a donc été fixé à  $3 \cdot 10^{-5}$  lorsque  $F_{pre} = 160 \text{ mJ/cm}^2$  et  $4 \cdot 10^{-5}$  lorsque  $F_{pre} = 220 \text{ mJ/cm}^2$ . Les termes  $\beta$  et  $\Delta n_0$  dépendent de la valeur de  $N_{pre}$ .

Le paramètre  $\beta$  qui optimise les fits augmente progressivement de  $0,6 \pm 0,03$  pour  $N_{pre} = 500$  à  $1 \pm 0,04$  pour  $N_{pre} = 15000$  ou  $40000$ . Pour les valeurs de  $N_{pre}$  supérieures à  $40000$ , le paramètre  $\beta$  diminue, il vaut  $0,92 \pm 0,03$  lorsque  $N_{pre} = 100000$ . La figure 3.4b montre l'évolution du gain en photosensibilité  $\delta \Delta n_0$  en fonction de  $N_{pre}$  et ceci pour les deux valeurs de  $F_{pre}$ . Le gain en photosensibilité en fonction de  $N_{pre}$  n'est effectif qu'au dessus d'un seuil d'au moins 500 impulsions. Le gain en photosensibilité  $\delta \Delta n_0$  montre une tendance à la saturation dès que  $N_{pre}$  est supérieur à  $40000$  ( $F_{pre} = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ), ce qui correspond à une fluence cumulée  $F_{pre}$  égale à  $6,4 \text{ kJ/cm}^2$ . Cette valeur est supérieure d'un facteur 20 à la valeur obtenue dans le cas de l'utilisation d'un laser à ArF ( $F_c^{pre} = 320 \text{ J/cm}^2$ ). Au-delà de cette valeur, le gain en photosensibilité diminue. Cependant, lorsque  $F_{pre} = 220 \text{ mJ/cm}^2$ , le gain optimal correspond à une fluence cumulée  $F_c^{pre}$  égale à  $4,4 \text{ kJ/cm}^2$ . Cette valeur est significativement plus faible que celle correspondant au cas où  $F_{pre} = 160 \text{ mJ/cm}^2$  ( $F_c^{pre} = 6,8 \text{ kJ/cm}^2$ ). De plus, l'augmentation de  $F_{pre}$  se traduit par une

augmentation des cinétiques de croissance de  $\Delta n_{mod}$  mais aussi par une légère diminution des valeurs à saturation.

L'évolution du gain en photosensibilité  $\delta\Delta n_0$  a été représentée en fonction du nombre d'impulsions  $N_{pre}$  à l'aide d'une différence de deux exponentielles (relation 3.4). Les paramètres  $\Delta n_1$ ,  $\frac{1}{\tau_1}$  et  $\frac{1}{\tau_2}$  déduits de l'ajustement de cette loi sur les données expérimentales sont rassemblés dans la table 3.3.

	$F_{pre}$	$\Delta n_1$ ou $\Delta n'_1$	$\frac{1}{\tau_1} (N_{pre}^{-1})$	$\frac{1}{\tau_2} (N_{pre}^{-1})$
$\delta\Delta n_{mod}$	160 mJ/cm <sup>2</sup>	$1,55 \cdot 10^{-3} \pm 0,07 \cdot 10^{-3}$	$2,96 \cdot 10^{-6} \pm 0,57 \cdot 10^{-6}$	$8,60 \cdot 10^{-5} \pm 0,60 \cdot 10^{-5}$
$\delta\Delta n_{mod}$	220 mJ/cm <sup>2</sup>	$1,19 \cdot 10^{-3} \pm 0,08 \cdot 10^{-3}$	$4,13 \cdot 10^{-6} \pm 1,06 \cdot 10^{-6}$	$1,42 \cdot 10^{-4} \pm 0,26 \cdot 10^{-4}$
$\delta\Delta n_{moy}$	220 mJ/cm <sup>2</sup>	$7,48 \cdot 10^{-4} \pm 0,32 \cdot 10^{-4}$	mal déterminé	$2,3 \cdot 10^{-4} \pm 0,35 \cdot 10^{-4}$

TAB. 3.3 – Récapitulatif des fonctions analytiques utilisées pour représenter les cinétiques de croissance de  $\Delta n_{mod}$  et  $\Delta n_{moy}$  photo induites par un laser à KrF.

**Cinétique de croissance de l'indice moyen** La figure 3.5a représente les variations de l'indice moyen en fonction du nombre  $N_i$  d'impulsions utilisées lors de l'inscription. Le gain de photosensibilité apporté par la technique d'hypersensibilisation UV se trouve confirmé par l'examen de cette figure. Quelle soit la valeur de  $N_{pre}$  ( $500 \leq N_{pre} \leq 100000$ ), la variation d'indice moyen  $\Delta n_{moy}$  suit une loi de croissance monotone avec  $N_i$ .

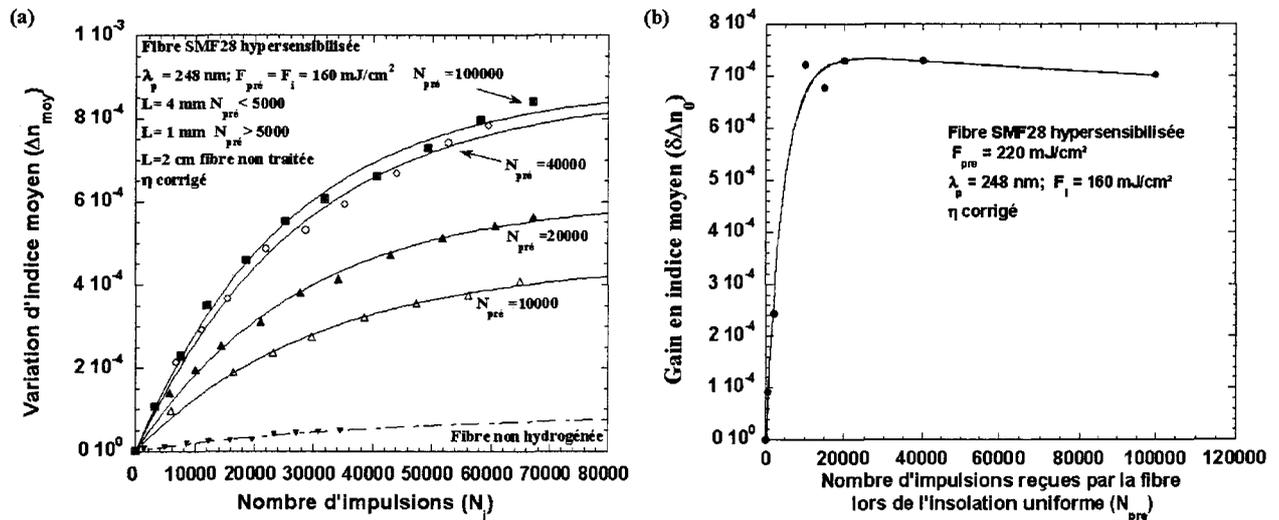


FIG. 3.5 – a) Évolution de l'indice moyen  $\Delta n_{moy}$  au cours de l'inscription ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ;  $F_{pre} = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ) de réseaux de Bragg dans la fibre SMF 28 hypersensibilisée UV. Le paramètre de l'étude est le nombre d'impulsions  $N_{pre}$  reçues par la fibre lors de l'insolation uniforme. b) Évolution du gain en indice moyen en fonction de  $N_{pre}$ .

Les données ont été représentées en fonction du nombre d'impulsions  $N_i$  à l'aide d'une loi de croissance de type mono-exponentielle étirée (relation 3.7). Comme pour les croissances de  $\Delta n_{mod}$ , la valeur de  $\frac{1}{\tau}$  a été fixée à  $3 \cdot 10^{-5}$ . La valeur du paramètre  $\beta$  qui optimise les représentations reste sensiblement égale à  $1,2 \pm 0,1$ .

$$\Delta n_{moy} = \Delta n'_0 (1 - \exp - (3 \cdot 10^{-5} N_i)^\beta), \quad \{500 \leq N_{pre} \leq 100000; \quad 100 < N_i < 60000\} \quad (3.7)$$

La valeur du terme  $\Delta n'_0$  dépend de la valeur de  $N_{pre}$  dans la gamme étudiée ( $\{500 - 100000\}$ ). Cette dépendance est décrite par la figure 3.5b. L'évolution du gain  $\delta\Delta n'_0$  en fonction de  $N_{pre}$  est similaire à celle reportée pour le gain  $\delta\Delta n_0$  en modulation d'indice (figure 3.4b). Les données ont été représentées en fonction du nombre d'impulsions  $N_{pre}$  à l'aide d'une différence entre deux exponentielles (relation 3.6). Les paramètres  $\Delta n'_1$ ,  $\frac{1}{\tau_1}$  et  $\frac{1}{\tau_2}$  déduits de l'ajustement de cette loi sur les données expérimentales sont rassemblés dans la table 3.3.

**Conclusion** L'utilisation du laser à KrF permet d'effectuer des inscriptions efficaces de réseaux de Bragg dans des fibres hypersensibilisées. Les dynamiques de croissance de la modulation d'indice ou de l'indice moyen peuvent être représentées à l'aide de lois mono-exponentielles étirées. Par ailleurs, la technique d'hypersensibilisation UV apporte un gain de photosensibilité ( $\Delta n_{mod}$  et  $\Delta n_{moy}$ ), en référence à une fibre non photosensibilisée. Ce gain reste inférieur à celui obtenu en inscrivant les réseaux dans des fibres chargées en hydrogène. Dans la gamme étudiée ( $N_{pre} \in [500 - 100000]$ ), le gain en photosensibilité passe par un maximum en fonction de la fluence cumulée reçue par le coeur de la fibre SMF 28 hydrogénée lors de l'insolation uniforme. La valeur de la fluence cumulée  $F_c^{pre}$  conduisant à un gain maximal en photosensibilité dépend de la densité d'énergie par impulsion  $F_{pre}$ . Par exemple, l'optimum de photosensibilité est obtenu pour une fluence cumulée égale à 6,4 kJ/cm<sup>2</sup> lorsque  $F_{pre} = 160 \text{ mJ/cm}^2$ .

### 3.2.3 Influence d'un recuit à 500°C de fibres SMF 28 hypersensibilisées sur l'existence d'un optimum de photosensibilité en fonction de $N_{pre}$ . Le recuit est réalisé avant l'inscription des réseaux.

Il s'agit ici de déterminer si il existe toujours un optimum de photosensibilité en fonction de  $N_{pre}$  après que les fibres hypersensibilisées aient été recuites à 500°C (série  $C_3$ ). La densité d'énergie par impulsion  $F_{pre}$  (ou  $F_i$ ) lors des insolutions a été fixée à 160 mJ/cm<sup>2</sup>. Après le procédé d'hypersensibilisation, la température des fibres a été élevée pendant 5 heures à 500°C. Des réseaux de Bragg longs de 4 mm ont ensuite été photo inscrits ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ).

Les cinétiques de croissance correspondantes sont représentées sur les figures 3.6a et 3.6b. Les évolutions de la modulation peuvent se représenter en fonction de  $N_i$  à l'aide d'une loi de croissance soit de type puissance  $\alpha$  ( $\Delta n_{mod} = aN_i^\alpha$ ). Les paramètres  $a$  et  $\Delta n_0$  sont déduits de l'ajustement de cette loi sur les données expérimentales selon une méthode de moindres carrés non linéaire. Le terme  $a$  augmente de façon monotone avec la valeur de  $N_{pre}$ .

Le gain correspondant en photosensibilité est défini comme la différence entre la valeur de  $\Delta n_{mod}$  mesurée (pour  $N_i = 30000$ ) dans une fibre hypersensibilisée et celle mesurée dans une fibre non hydrogénée. Cette évolution est représentée sur la figure 3.7. A l'examen de cette figure, il apparaît que l'évolution du gain en photosensibilité est monotone croissante en fonction de  $N_{pre}$ . **Dans des fibres hypersensibilisées puis recuites à 500°C (durant 5h), il n'existe donc plus d'optimum de photosensibilité en fonction de la fluence cumulée reçue par la fibre lors de l'insolation uniforme.**

**Conclusion** La dynamique d'évolution de la modulation d'indice créée par insolation de fibres hypersensibilisées recuites à 500°C ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) a été décrite en fonction de  $N_i$  à l'aide d'une loi en puissance  $\alpha$ . Malgré le recuit de durée 5h, il subsiste un gain ( $\approx 10^{-4}$ ) de photosensibilité ( $\Delta n_{mod}$  ou  $\Delta n_{moy}$ ) apporté par l'hypersensibilisation, en référence à une fibre non photo-sensibilisée. **Ce gain résiduel n'est**

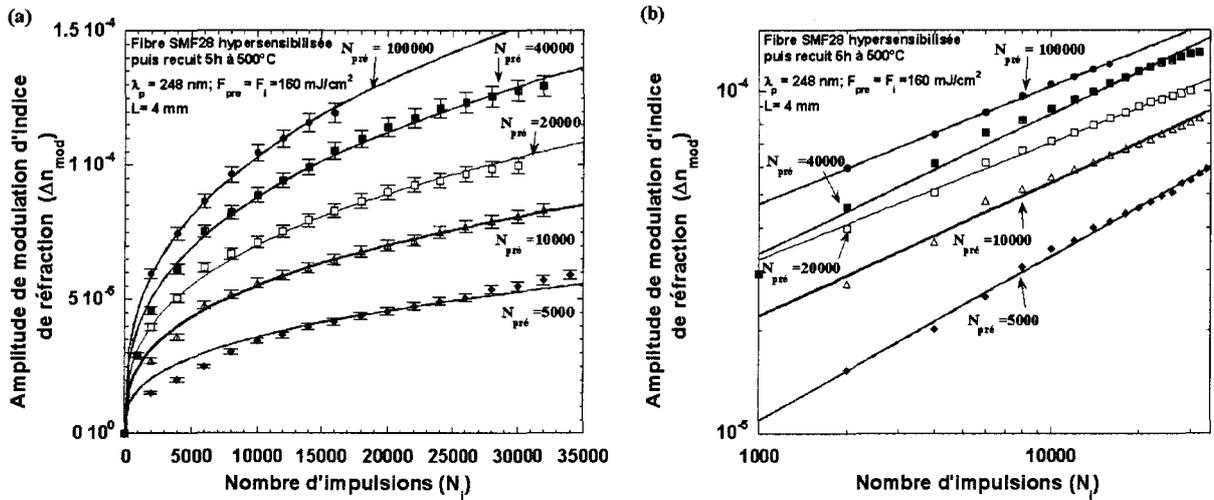


FIG. 3.6 – a) Évolution de l’amplitude de modulation d’indice de réfraction au cours de l’inscription ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) de réseaux de Bragg dans la fibre SMF 28 hypersensibilisée UV puis recuit à  $500^\circ\text{C}$  durant 5h (série  $C_3$ ). Le paramètre de l’étude est le nombre d’impulsions  $N_{pre}$  reçues par la fibre lors de l’hypersensibilisation. b) Représentation des cinétiques de croissance de  $\Delta n_{mod}(N_i)$  en échelle log-log.

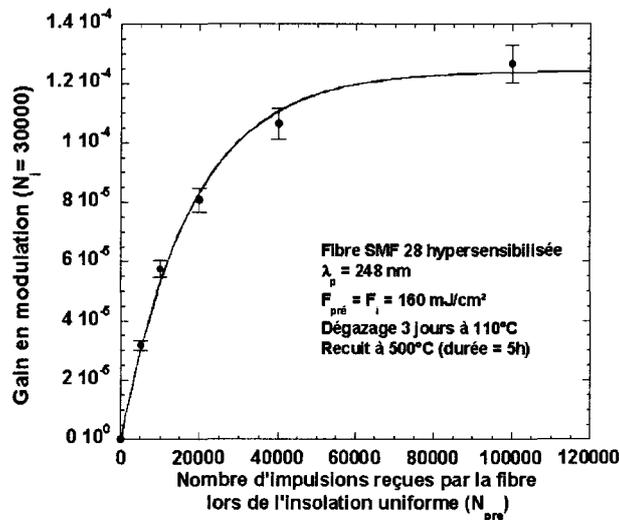


FIG. 3.7 – Évolution du gain en modulation d’indice en fonction de  $N_{pre}$ .

pas du à une modification de la photosensibilité provoquée par le recuit. Dans la gamme étudiée ( $N_{pre} \in [5000 - 100000]$ ), le gain en photosensibilité augmente de façon monotone avec la fluence cumulée  $F_c^{pre}$  reçue par le coeur de la fibre lors de l’insolation uniforme. Ces résultats indiquent que le mécanisme à l’origine de l’existence d’un optimum de gain en photosensibilité en fonction de  $F_c^{pre}$  n’est plus actif après une élévation de température de la fibre à  $500^\circ\text{C}$  pendant 5 heures.

### 3.2.4 Influence de la densité d'énergie par impulsion $F_i$ utilisée lors de l'inscription des réseaux de Bragg dans des fibres SMF 28 hypersensibilisées

#### 3.2.4.1 Dynamiques de photo inscription de réseaux de Bragg dans des fibres germanosilicates hypersensibilisées lors d'insolations réalisées à l'aide d'un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde 193 nm

Des réseaux de Bragg de longueur 1 mm ont été photo inscrits dans des fibres SMF 28 hypersensibilisées. Les insolations (sensibilisation et inscription) ont été réalisées à l'aide du laser à ArF ( $\lambda_p = 193nm$ ). Le paramètre que nous avons choisi de faire varier est la densité d'énergie par impulsion  $F_i$  utilisée pour insoler le coeur de la fibre lors de l'inscription des réseaux. A l'exception de ce paramètre, les réseaux ont été inscrits dans les mêmes conditions. Le nombre d'impulsions choisies pour réaliser l'hypersensibilisation UV a été fixé à  $N_{pre} = 2000$ . La densité d'énergie par impulsion  $F_{pre}$  utilisée lors de l'insolation uniforme a été fixée à  $160 mJ/cm^2$ . Le dégazage de l'hydrogène a été accéléré en plaçant la fibre dans un four à  $110^\circ C$  durant trois jours. Les valeurs de  $F_i$  choisies pour inscrire les réseaux étaient égales à 40, 80, 120, 160 et 230  $mJ/cm^2$ . Nous avons aussi vérifié la reproductibilité de nos mesures en effectuant deux fois chaque inscription.

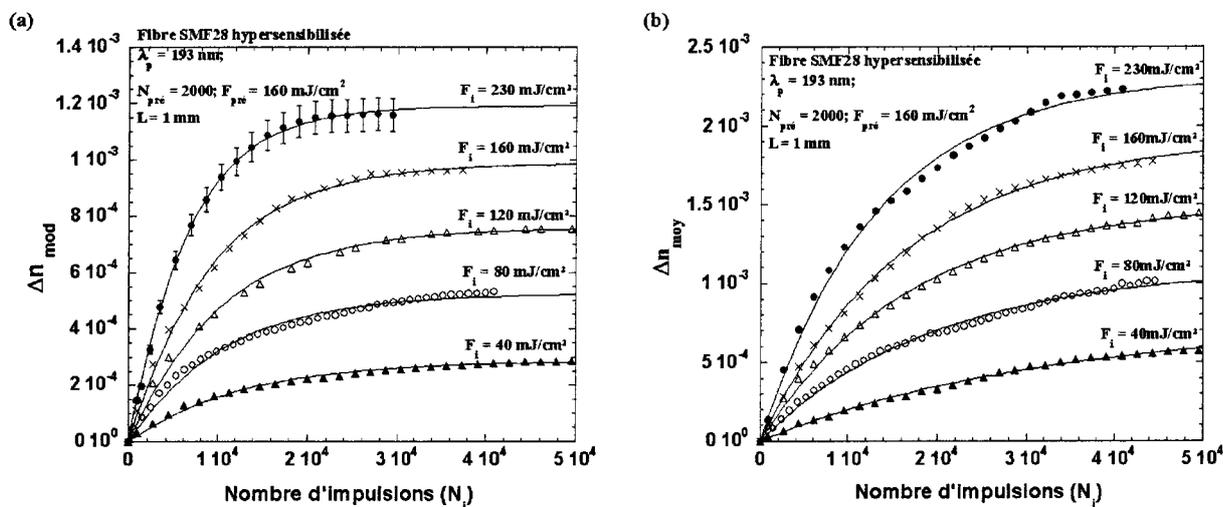


FIG. 3.8 – Évolution de la photosensibilité ( a ) :  $\Delta n_{mod}$  et b ) :  $\Delta n_{moy}$  au cours de l'inscription ( $\lambda_p = 193nm$ ) de réseaux de Bragg dans la fibre SMF 28 hypersensibilisée UV ( $N_{pre} = 2000$ ). Le paramètre de l'étude est la densité d'énergie par impulsion  $F_i$  utilisée lors de l'inscription des réseaux.

Les évolutions de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction du coeur de la fibre sont représentées sur la figure 3.8a en fonction du nombre d'impulsions incidentes  $N_i$ ,  $F_i$  étant le paramètre du réseau d'abaques. Les conditions de l'insolation sont rappelées dans la légende de cette figure. Les évolutions de  $\Delta n_{mod}$  sont monotones croissantes en fonction de  $N_i$ . Une tendance à la saturation apparaît pour un nombre d'impulsions  $N_i$  inférieur à 50 000. Par ailleurs, les cinétiques sont d'autant plus rapides en fonction de la fluence cumulée  $F_c$  que la valeur de  $F_i$  est élevée. Les cinétiques de croissance de l'indice moyen représentées sur la figure 3.8b sont similaires à celles de  $\Delta n_{mod}$ . Cependant, quelle que soit la valeur de  $F_i$  ( $40 mJ/cm^2 \leq F_i \leq 230 mJ/cm^2$ ), la valeur de l'indice moyen est supérieure à celle de la modulation d'indice de réfraction.

Afin de préciser le comportement des cinétiques de croissance des réseaux pour des insolations de durée

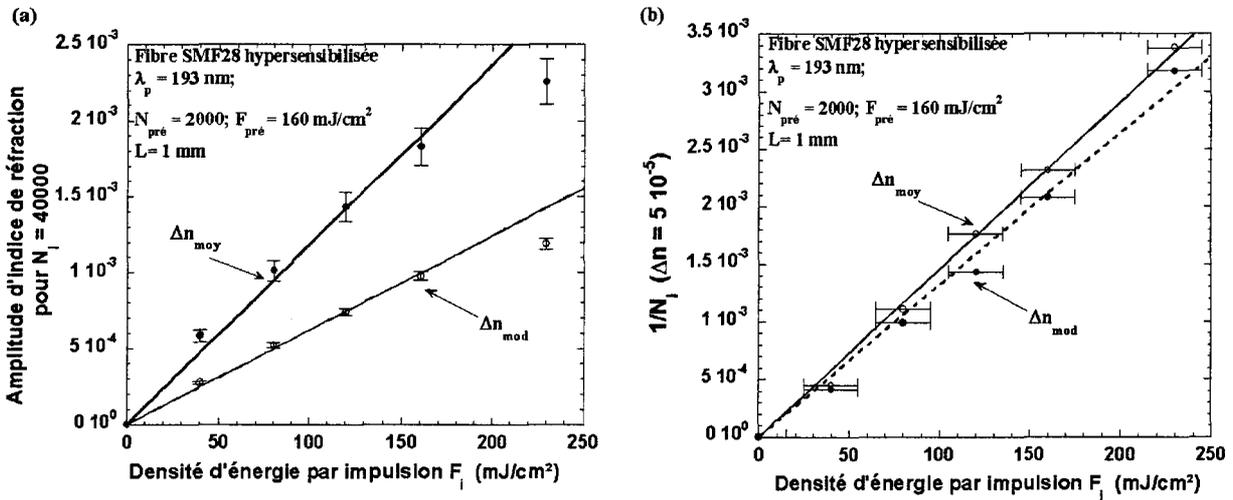


FIG. 3.9 – a) Évolution du paramètre  $\Delta n$  ( $N_i = 40000$ ) caractérisant le comportement des variations d'indice ( $\Delta n_{mod}$  et  $\Delta n_{moy}$ ) en fonction de la densité d'énergie par impulsion  $F_i$  ( $\lambda_p = 193$  nm). b) Évolution de la valeur de  $\frac{1}{N_i}$  ( $\Delta n = 5 \times 10^{-5}$ ) des cinétiques de croissance de  $\Delta n_{mod}$  ou  $\Delta n_{moy}$  en fonction de  $F_i$ .

longue, nous avons déterminé les valeurs de  $\Delta n$  ( $\Delta n_{mod}$  ou  $\Delta n_{moy}$ ) correspondant à un nombre d'impulsions élevé ( $N_i = 40000$ ) et nous les avons représenté en fonction de  $F_i$  (figure 3.9a). Il apparaît ainsi que la valeur de  $\Delta n$  ( $N_i = 40000$ ) croît linéairement en fonction de la densité d'énergie par impulsion  $F_i$  (dans la gamme de densité d'énergie étudiée). Il est important de noter que la pente de la courbe  $\Delta n$  ( $N_i = 40000$ ) =  $f(F_i)$  correspondant à l'indice moyen est supérieure à celle de  $\Delta n_{mod}$ . Ce résultat peut s'interpréter en remarquant que la visibilité des franges d'interférences créées par le masque de phase est nécessairement inférieure à 1. L'amplitude de l'indice moyen à saturation est donc supérieure à celle de la modulation d'indice de réfraction.

Par ailleurs, pour caractériser le comportement initial des courbes de croissance, la pente moyenne à l'origine des cinétiques de croissance est représentée en fonction de  $F_i$  sur la figure 3.9b. La pente moyenne à l'origine a été définie comme la quantité  $\frac{1}{N_i}$  nécessaire pour créer une variation d'indice de réfraction ( $\Delta n_{mod}$  ou  $\Delta n_{moy}$ ) égale à  $5 \times 10^{-5}$ . Ce paramètre croît linéairement en fonction de la densité d'énergie par impulsion  $F_i$  du rayonnement ultraviolet.

**Conclusion** En conclusion, il apparaît que quelle que soit la densité d'énergie  $F_i$  ( $40$  mJ/cm<sup>2</sup>  $\leq F_i \leq 230$  mJ/cm<sup>2</sup>), l'utilisation du laser à ArF pour photo inscrire des réseaux de Bragg dans des fibres hypersensibilisées ( $N_{pre} = 2000$ ,  $F_{pre} = 160$  mJ/cm<sup>2</sup>) conduit à des cinétiques de croissance des variations d'indice que nous avons représentées à l'aide d'une loi mono-exponentielle étirée. Dans le domaine de densités d'énergie par impulsion retenues pour l'étude  $\{40$  mJ/cm<sup>2</sup> -  $230$  mJ/cm<sup>2</sup> $\}$ , la tendance à la saturation apparaît pour un nombre d'impulsions assez faible ( $\approx 40$  000). L'amplitude de l'indice de réfraction "à saturation" ( $\Delta n$  ( $N_i = 40000$ )) dépend linéairement de la densité d'énergie par impulsion. La pente moyenne à l'origine des courbes de croissance est une fonction linéaire de la densité d'énergie par impulsion du rayonnement ultraviolet. Nous formulons donc l'hypothèse que dans nos expériences, le mécanisme d'absorption pour de faibles fluences cumulées ( $F_c < 200$  J/cm<sup>2</sup>) conduisant à la formation des variations d'indice ( $B \rightarrow C$ ) dans une fibre SMF 28 hypersensibilisée est une absorption à un photon.

### 3.2.4.2 Dynamiques de photo inscription de réseaux de Bragg dans des fibres germanosilicates hypersensibilisées lors d'insolations réalisées à l'aide d'un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde 248 nm

Des réseaux de Bragg de longueur 1 mm ou 4 mm ont été photo inscrits dans des fibres SMF 28 hypersensibilisées. Le paramètre de l'étude est la densité d'énergie par impulsion  $F_i$  ayant insolé le coeur de la fibre lors de l'inscription des réseaux. A l'exception de ce paramètre, les réseaux ont été inscrits dans les mêmes conditions. Le nombre d'impulsions choisi pour réaliser l'hypersensibilisation UV a été fixé à  $N_{pre} = 20000$ . La densité d'énergie par impulsion  $F_{pre}$  utilisée lors de l'insolation uniforme a été fixée à  $220 \text{ mJ/cm}^2$ . Le dégazage de l'hydrogène a été accéléré en plaçant la fibre dans un four à  $110^\circ\text{C}$  durant trois jours. Les valeurs de  $F_i$  choisies pour inscrire les réseaux étaient égales à 30, 90, 130, 170, 230 et 280  $\text{mJ/cm}^2$ . Nous avons aussi vérifié la reproductibilité de nos mesures en effectuant deux fois chaque inscription.

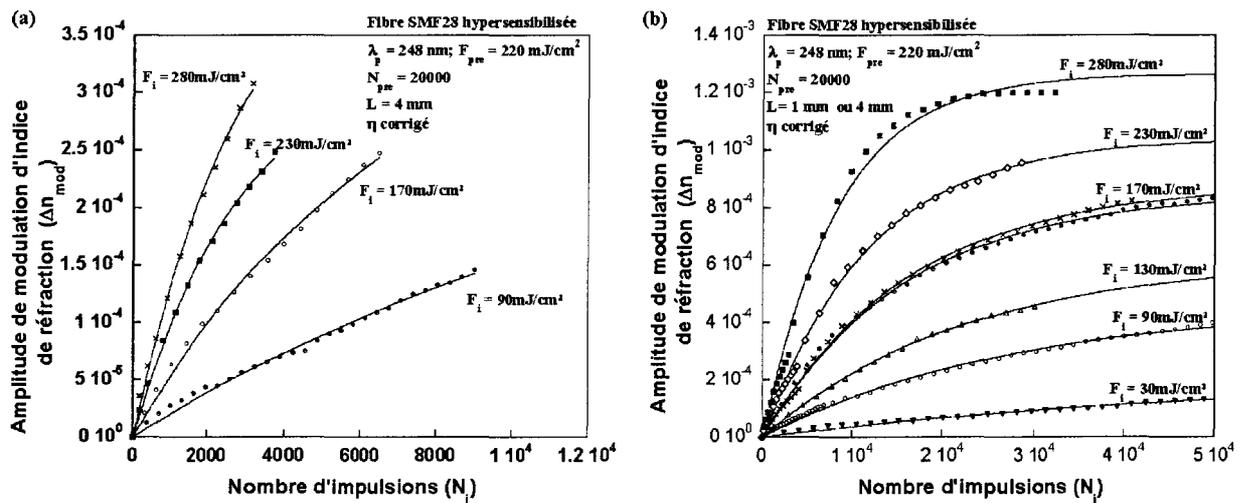


FIG. 3.10 – Évolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction de réseaux de Bragg (a) :  $L = 4 \text{ mm}$ ; b) :  $L = 1 \text{ mm}$ ) photo inscrits ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) dans la fibre SMF 28 hypersensibilisée ( $N_{pre} = 20000$ ;  $F_{pre} = 220 \text{ mJ/cm}^2$ ). Le paramètre de l'étude est la densité d'énergie par impulsion  $F_i$  utilisée lors de l'inscription des réseaux.

L'évolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction du coeur de la fibre est représentée sur les figure 3.10a et 3.10b en fonction du nombre d'impulsions incidentes  $N_i$ . Les conditions de l'insolation sont rappelées dans la légende des figures. Les évolutions de  $\Delta n_{mod}$  sont monotones croissantes en fonction de  $N_i$ . Une tendance à la saturation apparaît (sur la figure 3.10b) pour un nombre d'impulsions assez faible ( $N_i$  inférieur à 50 000). Par ailleurs, les cinétiques de croissance de l'indice moyen en fonction du nombre d'impulsions  $N_i$  (non représentées) sont similaires à celles reportées pour la modulation. Cependant, quelle que soit la valeur de  $F_i$  ( $30 \text{ mJ/cm}^2 \leq F_i \leq 280 \text{ mJ/cm}^2$ ), la valeur de l'indice moyen est supérieure à celle de la modulation d'indice de réfraction.

Les variations de  $\Delta n_{mod}$  ou de  $\Delta n_{moy}$  en fonction de  $N_i$  peuvent se représenter à l'aide d'une loi de croissance de type mono-exponentielle étirée. En procédant comme dans le paragraphe précédent, nous avons déterminé les valeurs de  $\Delta n$  ( $\Delta n_{mod}$  ou  $\Delta n_{moy}$ ) pour une valeur de  $N_i$  fixée à 50000 et représenté l'évolution de  $\Delta n$  en fonction de  $F_i$  (figure 3.11a). L'examen de cette figure montre que  $\Delta n_{mod}$  (ou  $\Delta n_{moy}$ ) correspondant à  $N_i = 50000$  augmentent linéairement avec  $F_i$ .

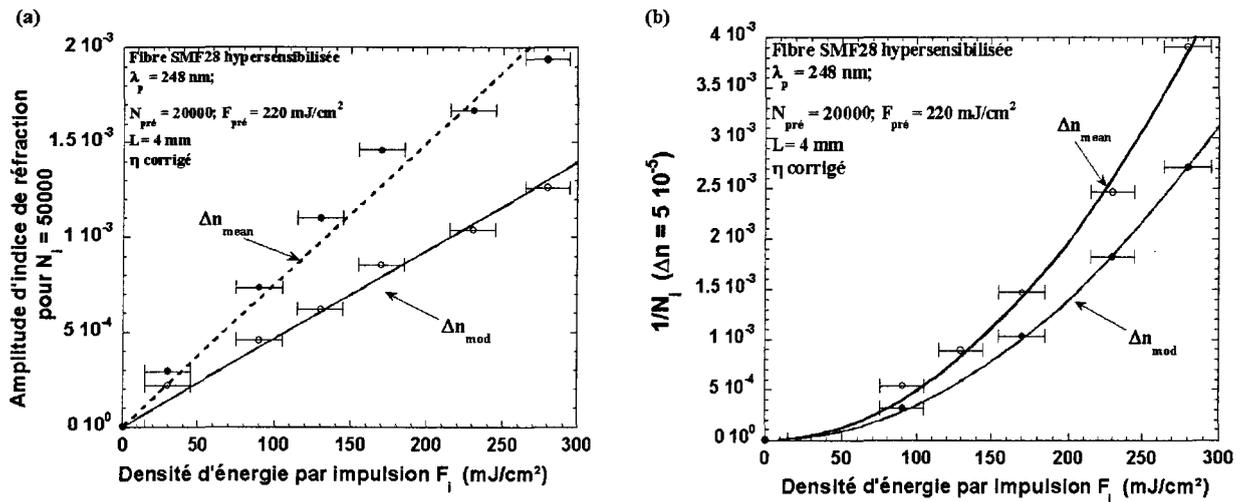


FIG. 3.11 – a) Évolution de la variation d'indice correspondant à une insolation de longue durée ( $\Delta n$  ( $N_i = 50000$ )) photo induite dans une fibre SMF 28 hypersensibilisée ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) en fonction de la densité d'énergie par impulsion  $F_i$ . b) Évolution de la valeur de  $\frac{1}{N_i}$  ( $\Delta n_{mod} = 5 \cdot 10^{-5}$ ) des cinétiques de croissance en fonction de  $F_i$ .

L'évolution de la quantité  $\frac{1}{N_i}$  nécessaire pour obtenir une amplitude de modulation d'indice fixée à  $\Delta n_{mod} = 5 \cdot 10^{-5}$  en fonction de  $F_i$  est représentée sur la figure 3.11b. Cette quantité (pouvant être assimilée à la pente moyenne à l'origine des courbes de croissance) croît quadratiquement en fonction de la densité d'énergie par impulsion  $F_i$  du rayonnement ultraviolet.

**Conclusion** En conclusion, il apparaît que quelle que soit la densité d'énergie par impulsion  $F_i$ , l'utilisation du laser à KrF pour photo inscrire des réseaux de Bragg dans des fibres SMF 28 hypersensibilisées ( $N_{pre} = 20000$ ,  $F_{pre} = 220 \text{ mJ/cm}^2$ ) conduit à des cinétiques de croissance ( $\Delta n_{mod}$  ou  $\Delta n_{moy}$ ) que nous avons représentées à l'aide d'une loi mono-exponentielle étirée. Dans le domaine de densités d'énergie par impulsion retenues pour l'étude  $\{30 \text{ mJ/cm}^2 - 280 \text{ mJ/cm}^2\}$ , la tendance à la saturation apparaît pour un nombre d'impulsions assez faible ( $\approx 50 \text{ 000}$ ). L'ordre de grandeur de l'amplitude d'indice de réfraction ( $\Delta n$ ) lorsque  $N_i = 50000$  dépend linéairement de la densité d'énergie par impulsion. Par ailleurs, la pente moyenne à l'origine définie comme la valeur de  $\frac{1}{N_i}$  correspondant à  $\Delta n = 5 \cdot 10^{-5}$  des cinétiques peut être représentée par une fonction quadratique de  $F_i$ . Nous formulons donc l'hypothèse que dans nos expériences, le mécanisme d'absorption pour de faibles fluences cumulées ( $F_c < 200 \text{ J/cm}^2$ ) conduisant à la formation des variations d'indice ( $B \rightarrow C$ ) dans une fibre SMF 28 hypersensibilisée ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) correspond à une absorption à deux photons. Un modèle phénoménologique permettant de rendre compte de ces observations est présenté en annexe H.

### 3.2.5 Influence de la méthode utilisée pour faire diffuser l'hydrogène résiduel hors de la fibre SMF 28 hypersensibilisée ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ )

Afin d'évaluer l'impact (sur la croissance des réseaux) des méthodes de dégazage de l'hydrogène non consommé lors de l'insolation uniforme, nous avons inscrit des réseaux dans des fibres hypersensibilisées, puis dégazées selon deux protocoles différents.

Dans les deux cas, les fibres SMF 28 chargées en hydrogène à 140 atm ont été insolées uniformément par des impulsions issues d'un laser à KrF ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ,  $N_{pre} = 40000$ ,  $F_{pre} = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ). La première méthode de dégazage a consisté à placer la fibre dans un four à  $110^\circ\text{C}$  durant trois jours. Dans la seconde méthode, la fibre a été laissée dans le laboratoire pendant plus d'un mois à température ambiante. La pression résiduelle d'hydrogène est inférieure à 0,1 atm si l'on suppose qu'il n'y a pas de réaction entre le verre et l'hydrogène. Nous avons vérifié la reproductibilité de nos résultats en effectuant deux fois chaque inscription.

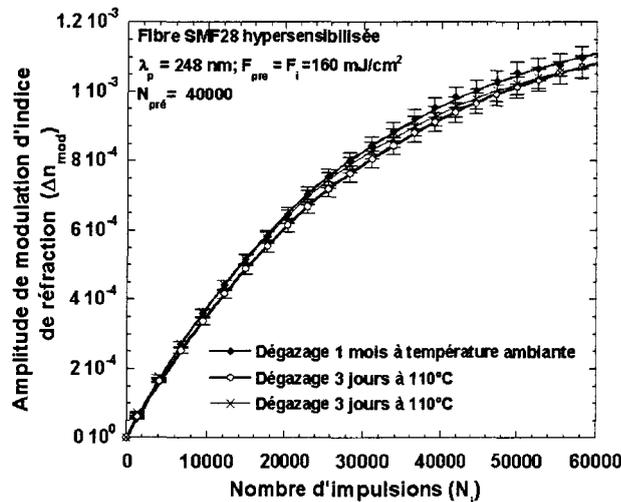


FIG. 3.12 – Évolution des amplitudes de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) de réseaux de Bragg dans la fibre SMF 28 hypersensibilisée. Les conditions de dégazage de l'hydrogène constituent le paramètre de l'étude.

L'évolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction du coeur de la fibre SMF 28 est représentée sur la figure 3.12 en fonction du nombre d'impulsions incidentes  $N_i$ . Les conditions d'insolation et de dégazage sont rappelées dans la légende de cette figure. A l'examen de la figure 3.12, il apparaît que le protocole expérimental utilisé pour procéder au dégazage de la fibre ne conduit pas à des différences significatives entre les cinétiques de croissance de  $\Delta n_{mod}$ .

Par ailleurs, les cinétiques de translation de la longueur d'onde de Bragg sont dans les deux cas similaires. Cependant, les longueurs d'onde initiales des deux types de réseaux photo inscrits sont différentes. En effet, lorsque l'inscription est réalisée dans une fibre hypersensibilisée ayant été dégazée à température élevée ( $110^\circ\text{C}$ ), la longueur d'onde initiale ( $\lambda_B^{init} = 1534,53$ ) est sensiblement inférieure à celle ( $\lambda_B^{init} = 1534,61$ ) correspondant au dégazage à température ambiante. Ce résultat indique que le chauffage durant trois jours à  $110^\circ\text{C}$  a détruit une partie de la marche d'indice moyen créée lors de l'insolation uniforme.

**Conclusion** La température du dégazage de l'hydrogène résiduel n'a d'influence significative ni sur la cinétiques de croissance de la modulation d'indice de réfraction ni sur celle de la translation de la longueur d'onde de Bragg. Cependant, les longueurs d'onde initiales des réseaux sont différentes. Le dégazage accéléré à  $110^\circ\text{C}$  conduit donc à une destruction partielle de la marche d'indice moyen créée lors du procédé de sensibilisation.

### 3.2.6 Étude de l'influence de la longueur d'onde $\lambda_p$ du rayonnement incident sur la fibre ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ou $193 \text{ nm}$ )

Dans ce paragraphe nous effectuons une comparaison des résultats présentés dans les paragraphes précédents.

**Évolution du gain en photosensibilité** Le gain en photosensibilité qui résulte de l'hypersensibilisation des fibres dépend de la fluence cumulée  $F_c^{pre}$  reçue par le coeur de la fibre SMF 28 lors de l'insolation uniforme. Cette affirmation est illustrée sur la figure 3.13a. Cette figure représente l'évolution du gain en photosensibilité ( $\delta\Delta n_0 = \Delta n_0^{Hyper UV} - \Delta n_0^{Non H_2}$ ) en fonction du nombre d'impulsions  $N_{pre}$  utilisées pour pré-insoler uniformément la fibre et ceci pour les insolutions réalisées au moyen d'un laser à ArF ou du laser à KrF ( $F_{pre} = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ). La densité d'énergie par impulsion  $F_i$  utilisée pour inscrire les réseaux était égale à  $160 \text{ mJ/cm}^2$ . Bien que, dans les deux cas, la modulation d'indice de réfraction peut atteindre  $\approx 10^{-3}$ , il apparaît clairement que l'usage du laser à ArF semble plus intéressant en terme de durée d'expérience.

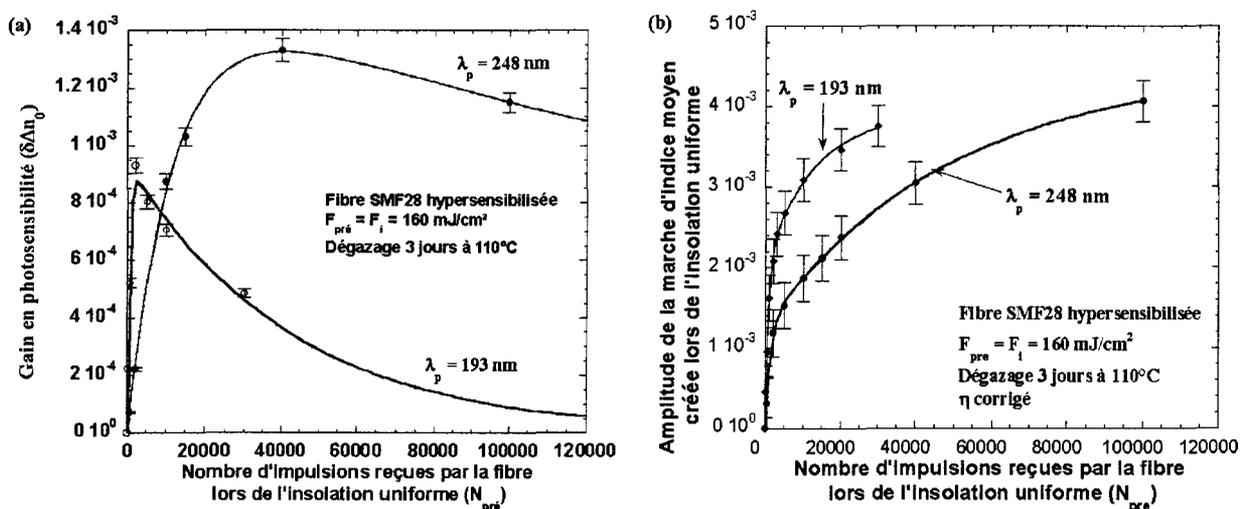


FIG. 3.13 – a) Évolution du gain en photosensibilité ( $\Delta n_{mod}$ ) en fonction du nombre d'impulsions  $N_{pre}$  reçues par la fibre lors de l'insolation uniforme. Le paramètre de l'étude est la longueur d'onde du laser de pompe. b) Évolution de l'amplitude de la marche d'indice moyen créée par l'insolation uniforme en fonction de  $N_{pre}$ .

En effet, l'utilisation du laser à ArF conduit à un optimum de photosensibilité pour une fluence cumulée  $F_c^{pre}$  égale à  $0,32 \text{ kJ/cm}^2$  ( $N_i = 2000$ ,  $F_{pre} = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ) alors qu'il n'est atteint que pour une fluence cumulée égale à  $6.4 \text{ kJ/cm}^2$  avec le laser à KrF. Dans le cas des fibres insolées avec le laser à KrF ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ), il faut remarquer que la valeur de  $F_c^{pre}$  est largement supérieure à celle ( $0,06 \text{ kJ/cm}^2$ ) mesurée par Canning et al. [31] dans des fibres germanosilicates hypersensibilisées au moyen d'un laser Cw 244 nm. En absence de données précises sur la composition chimique de la fibre utilisée par Canning, il est difficile de se prononcer sur l'origine de cette différence.

**Évolution de la marche d'indice moyen créée lors de l'insolation uniforme en fonction de  $N_{pre}$**  Le procédé d'hypersensibilisation UV conduit à la formation d'une marche d'indice moyen lors de l'insolation uniforme de la fibre SMF 28 hydrogénée. L'amplitude de la marche d'indice moyen créée dans le

coeur de la fibre est notée  $\Delta n_{moy}^{sensibilisation}$ . La méthode de détermination de cette quantité (mesurée après le dégazage de l'hydrogène non consommé) est décrite dans le chapitre 1. L'évolution de l'amplitude de la marche d'indice moyen créée dans le coeur de la fibre est représentée sur la figure 3.13b en fonction du nombre  $N_{pre}$  d'impulsions reçues par la fibre lors de l'insolation uniforme. Les conditions d'insolation et de dégazage sont rappelées dans la légende de cette figure. L'examen de la figure 3.13b montre que l'évolution de  $\Delta n_{moy}^{sensibilisation}$  est monotone croissante en fonction de  $N_{pre}$ . Les variations de  $\Delta n_{moy}^{sensibilisation}$  peuvent se représenter en fonction de  $N_{pre}$  à l'aide d'une somme de deux mono-exponentielles (relation 3.8).

$$\Delta n_{moy}^{sensibilisation} = \Delta n_1(1 - \exp(-\frac{N_{pre}}{\tau_1})) + \Delta n_2(1 - \exp(-\frac{N_{pre}}{\tau_2})) \quad (3.8)$$

Les paramètres  $\Delta n_1$ ,  $\Delta n_2$ ,  $\frac{1}{\tau_1}$  et  $\frac{1}{\tau_2}$  sont déduits de l'ajustement de cette loi sur les données expérimentales selon une méthode de moindres carrés non linéaire. Les paramètres ainsi obtenus sont rassemblés dans la table 3.4.

$\lambda_p$	$\Delta n_1$ et $\Delta n_2$	Coefficients $\frac{1}{\tau}$	Intervalle de validité
193 nm	$\Delta n_1 = 2,05 \cdot 10^{-3} \pm 0,18 \cdot 10^{-3}$ $\Delta n_2 = 1,84 \cdot 10^{-3} \pm 0,15 \cdot 10^{-3}$	$\frac{1}{\tau_1} =$ $1,22 \cdot 10^{-3} \pm 0,17 \cdot 10^{-3};$ $\frac{1}{\tau_2} = 8 \cdot 10^{-5} \pm 2,7 \cdot 10^{-5}$	$\{125 \leq N_{pre} \leq 30000\}$
248 nm	$\Delta n_1 = 1,3 \cdot 10^{-3} \pm 0,1 \cdot 10^{-3}$ $\Delta n_2 = 3,21 \cdot 10^{-3} \pm 0,15 \cdot 10^{-3}$	$\frac{1}{\tau_1} =$ $6,87 \cdot 10^{-4} \pm 1,14 \cdot 10^{-4};$ $\frac{1}{\tau_2} = 2 \cdot 10^{-5} \pm 0,3 \cdot 10^{-5}$	$\{500 \leq N_{pre} \leq 100000\}$

TAB. 3.4 – Récapitulatif des fonctions analytiques utilisées pour représenter les cinétiques de croissance de  $\Delta n_{moy}^{sensibilisation}$ .

Bien qu'il soit possible de représenter correctement l'évolution de la marche d'indice moyen créée par l'hypersensibilisation au moyen du même type de fonction analytique (somme de deux mono-exponentielles simples) que celle utilisée pour représenter l'évolution de  $\Delta n_{moy}$  photo induit par l'inscription d'un réseau de Bragg dans une fibre hydrogénée, il existe des différences importantes entre ces deux évolutions. D'une part, l'allure des courbes de la figure 3.11 ne présente pas la forme en S mise en évidence sur les figures 2.1 et 2.2 (chapitre 2). Le fait que les valeurs de  $\Delta n_1$  figurant dans le tableau 3.4 sont positives traduit cette différence d'aspect. D'autre part les valeurs de l'indice moyen mesurées pour un nombre fixé d'impulsions ( $N_i$  ou  $N_{pre}$ ) sont plus faibles sur les figures 2.2 (inscription d'un réseau) que les valeurs correspondantes mesurées sur la figure 3.13b (insolation uniforme). En effet, la valeur de l'indice moyen mesurée pour une valeur de  $N_i$  (ou  $N_{pre}$ ) fixée à 50000 est de l'ordre de  $2,4 \cdot 10^{-3}$  dans la fibre hydrogénée (figure 2.2) alors que la marche d'indice moyen vaut  $\approx 3 \cdot 10^{-3}$  dans la fibre hypersensibilisée.

**Influence de la densité d'énergie par impulsion  $F_i$  utilisée lors de l'inscription des réseaux de Bragg** La figure 3.14 montre l'évolution de la quantité  $\frac{1}{N_i}$  ( $N_i$  est le nombre d'impulsions correspondant à  $\Delta n_{mod} = 5 \cdot 10^{-5}$ ) en fonction de la densité d'énergie par impulsion  $F_i$  utilisée pour insoler les fibres hypersensibilisées. Les insolutions ont été réalisées soit avec le laser à ArF soit avec le laser à KrF. Ces données sont extraites des figures 3.8b et 3.11b.

L'évolution de  $\frac{1}{N_i}$  est une fonction linéaire de  $F_i$  lorsque  $\lambda_p = 193 \text{ nm}$  tandis qu'elle est quadratique pour le laser à KrF. Par ailleurs, dans le domaine de densités d'énergie par impulsion retenues pour l'étude,

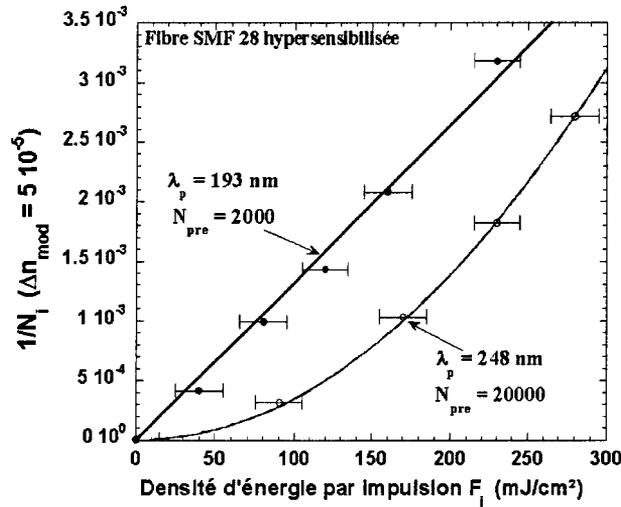


FIG. 3.14 – Évolution de la valeur de  $\frac{1}{N_i}$  ( $\Delta n_{mod} = 5 \cdot 10^{-5}$ ) des cinétiques de croissance des variations d'indice photo induites par insolation ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$  ou  $193 \text{ nm}$ ) de la fibre SMF 28 hypersensibilisée en fonction de  $F_i$ .

l'amplitude d'indice de réfraction obtenue pour des insulations de longue durée dépend linéairement de la densité d'énergie par impulsion.

### 3.3 Stabilité thermique du procédé d'hypersensibilisation par UV ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ )

#### 3.3.1 Introduction

L'estimation de la stabilité du procédé d'hypersensibilisation UV fait l'objet de cette section. Le principe de cette estimation consiste tout d'abord à faire subir des recuits isochrones à des fibres SMF 28 hypersensibilisées. La température du recuit isochrone constitue la variable de l'étude. L'estimation de la photosensibilité résiduelle est ensuite effectuée en inscrivant un réseau de Bragg dans chacune des fibres ainsi traitées. Un laser à KrF ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) a été utilisé dans les étapes de photosensibilisation et d'inscription des réseaux de Bragg. Cette étude comporte trois objectifs. Un premier objectif est l'étude en fonction de la température des recuits de la stabilité du gain en photosensibilité ( $\Delta n_{mod}$  ou  $\Delta n_{moy}$ ) (gain apporté par la méthode d'hypersensibilisation). L'influence du nombre  $N_{pre}$  d'impulsions utilisées lors du procédé d'hypersensibilisation UV sur la stabilité du procédé est aussi étudiée. L'étude de la stabilité de la marche d'indice moyen créée lors de l'insolation uniforme constitue notre troisième objectif.

#### 3.3.2 Les échantillons

Deux séries (A et B) de fibres SMF 28 ont été hypersensibilisées par un nombre  $N_{pre}$  d'impulsions issues d'un laser à KrF. La densité d'énergie par impulsion  $F_{pre}$  a été fixée à  $160 \text{ mJ}/\text{cm}^2$ . La désorption de l'hydrogène en dehors de la fibre a été accélérée en plaçant la fibre durant 3 jours dans une enceinte chauffante à  $110^\circ\text{C}$ . Après l'hypersensibilisation des fibres, la température de ces dernières a été progressivement élevée

à une température  $\theta$  durant 3 heures. Les valeurs de  $\theta$  choisies étaient égales à 100°C, 200°C, 300°C, 400°C, 500°C, 600°C, 700°C et 800°C. Le montage utilisé à cet effet est décrit dans la section 1.2.2 du chapitre 1. Les conditions d'hypersensibilisation des fibres et de recuit des fibres sont rassemblées dans la table 3.5. Après le recuit, un réseau de Bragg a été photo inscrit à température ambiante dans chacune des fibres. La longueur des réseaux a été fixée à 1 mm lorsque  $\theta < 500^\circ\text{C}$  et 4 mm lorsque  $\theta \geq 500^\circ\text{C}$ . La densité d'énergie moyenne par impulsion utilisée lors de ces inscriptions était égale à  $F_i = 160\text{mJ}/\text{cm}^2$ .

Par ailleurs, il est nécessaire de distinguer d'éventuelles modifications de la photosensibilité des fibres qui pourraient résulter des différentes élévations de température, des modifications sous l'effet de l'élévation de température du gain en photosensibilité créé par le procédé d'hypersensibilisation lui-même. A cet effet, des fibres hydrogénées ou non (non insolées) ont été soumises à la même histoire thermique que celle des fibres hypersensibilisées. Des réseaux de Bragg ont ensuite été écrits dans ces fibres dans les mêmes conditions d'irradiance que celles utilisées avec les fibres hypersensibilisées (série C : fibre hydrogénée, série D : fibre non hydrogénée).

Série	Chargement en $H_2$ (P = 140 atm)	Insolation uniforme ( $N_{pre}$ , $F_{pre} = 160\text{ mJ}/\text{cm}^2$ )	Dégazage accéléré durant 3j à 110°C	Recuit isochrone (3h, pas = 100°C) avant l'inscription des réseaux
A	oui	oui : $N_{pre} = 2000$	oui	oui : [100°C-800°C]
B	oui	oui : $N_{pre} = 20000$	oui	oui : [100°C-800°C] ;
C	oui	non	oui	non ou oui, $\theta = 700^\circ\text{C}$
D	non	non	oui	non ou oui, $\theta = 700^\circ\text{C}$

TAB. 3.5 – Caractéristiques des traitements appliqués aux fibres (hypersensibilisation ( $\lambda_p = 248\text{ nm}$ ) puis recuits isochrones) avant l'inscription des réseaux de Bragg.

### 3.3.3 Les dynamiques de croissance des variations d'indice photo induites

La figure 3.15a présente les dynamiques d'inscription de réseaux dans les fibres de la série B. Quelle que soit la valeur de  $\theta$  ( $100^\circ\text{C} < \theta < 800^\circ\text{C}$ ), les évolutions de  $\Delta n_{mod}$  en fonction de  $N_i$  sont monotones croissantes. Il apparaît que l'amplitude de modulation d'indice obtenue après  $N_i = 70000$  dans les fibres ayant subi un recuit à 110°C est de l'ordre de  $9 \cdot 10^{-4}$ . Le recuit à la température de 200°C puis de 300°C se traduit par une baisse significative de la photosensibilité résiduelle ( $\Delta n_{mod} = 6, 12 \cdot 10^{-4}$  à 200°C). Enfin il est important de noter que la photosensibilité des fibres (séries A et B) ayant subi un recuit à 800°C reste supérieure à celle des fibres non chargées en hydrogène.

Les variations de  $\Delta n_{mod}$  (ou de  $\Delta n_{moy}$ ) en fonction de  $N_i$  peuvent se représenter à l'aide d'une loi de croissance de type mono-exponentielle étirée (relation 3.9). Comme dans le cas de la représentation des dynamiques de croissance pour différentes valeurs du paramètre  $N_{pre}$  (figure 3.10b), nous avons fixé la valeur de  $\frac{1}{\tau}$  à  $3 \cdot 10^{-5}$ . Les paramètres  $\Delta n_0$  et  $\beta$  sont déduits de l'ajustement de cette loi sur les données expérimentales selon une méthode de moindres carrés non linéaire. Le terme  $\Delta n_0$  dépend de la valeur de la température  $\theta$  du recuit dans la gamme étudiée ( $\{100^\circ\text{C} - 800^\circ\text{C}\}$ ). Cette dépendance (normalisée) est décrite par la figure 3.17a. Les ajustements montrent que, par ailleurs, le paramètre  $\beta$  diminue de  $0,99 \pm 0,03$

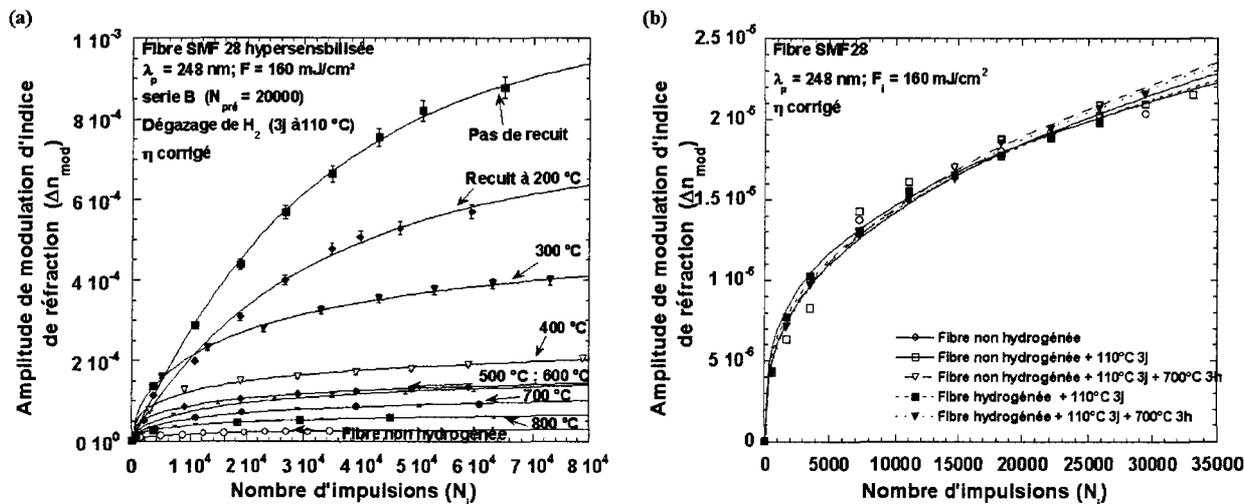


FIG. 3.15 – Évolution de l’amplitude de modulation d’indice de réfraction au cours de l’inscription ( $\lambda_p = 248\text{ nm}$ ) de réseaux de Bragg dans les fibres des séries B, C et D. La température  $\theta$  des recuits isochrones (durée = 3h) est le paramètre de l’étude.

à  $0,4 \pm 0,01$  lorsque  $\theta$  varie de  $100^\circ\text{C}$  à  $500^\circ\text{C}$ . Pour les températures supérieures à  $500^\circ\text{C}$  la paramètre  $\beta$  est de l’ordre de  $0,5 \pm 0,03$ .

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0(1 - \exp - (3 \cdot 10^{-5} N_i)^\beta), \quad \{100 < N_i < 70000; \quad 100^\circ\text{C} < \theta < 800^\circ\text{C}\} \quad (3.9)$$

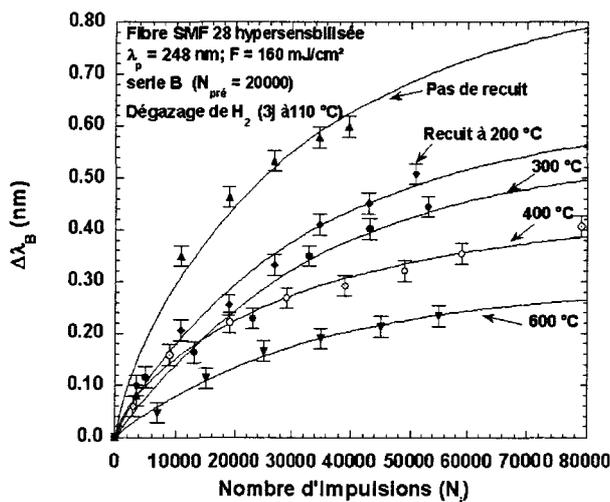


FIG. 3.16 – Évolution de la translation de la longueur d’onde de Bragg  $\Delta\lambda_B$  au cours de l’inscription ( $\lambda_p = 248\text{ nm}$ ) de réseaux de Bragg dans les fibres hypersensibilisées puis recuites (série B). La température  $\theta$  des recuits isochrones (durée = 3h) est le paramètre de l’étude.

Par ailleurs, les cinétiques de croissance de la modulation d’indice des réseaux photo inscrits dans les fibres des séries C et D (représentées sur la figure 3.15b) sont similaires à celle d’un réseau inscrit dans une fibre non hydrogénée. De façon analogue, la translation de  $\lambda_B$  induite par l’insolation reste inférieure

à 0,2 nm quel que soit le type de fibre (séries C et D ou fibre non hydrogénée). De ce fait, il apparaît que les traitements thermiques ne modifient pas, de façon sensible, la photosensibilité de la fibre SMF 28. Par conséquent, les évolutions des cinétiques de croissance en fonction de  $\theta$  (séries A et B) sont bien représentatives de celles du gain en photosensibilité qui résulte de l'hypersensibilisation.

### 3.3.4 Analyse des résultats

Il est possible de calculer le gain en photosensibilité induit par le procédé d'hypersensibilisation UV à partir des données représentées sur les figures 3.15a et 3.15b. Il suffit en effet de soustraire l'amplitude de modulation correspondant à un réseau photo inscrit dans une fibre non hydrogénée de celle correspondant à une fibre hypersensibilisée. Le nombre d'impulsions pour lequel le calcul a été effectué a été fixé à  $N_i = 30000$ .

Le calcul du gain en photosensibilité défini à partir de la variation d'indice moyen a été mené de la façon suivante. Nous avons tout d'abord calculé la valeur de  $\Delta n_{moy}$  à partir des évolutions de la translation de  $\lambda_B$  (voir annexe C). Nous avons ensuite procédé de façon analogue à la démarche suivie pour le gain en modulation c'est à dire que nous avons soustrait la variation d'indice moyen créée dans une fibre non hydrogénée de celle mesurée dans une fibre hypersensibilisée après les différents recuits.

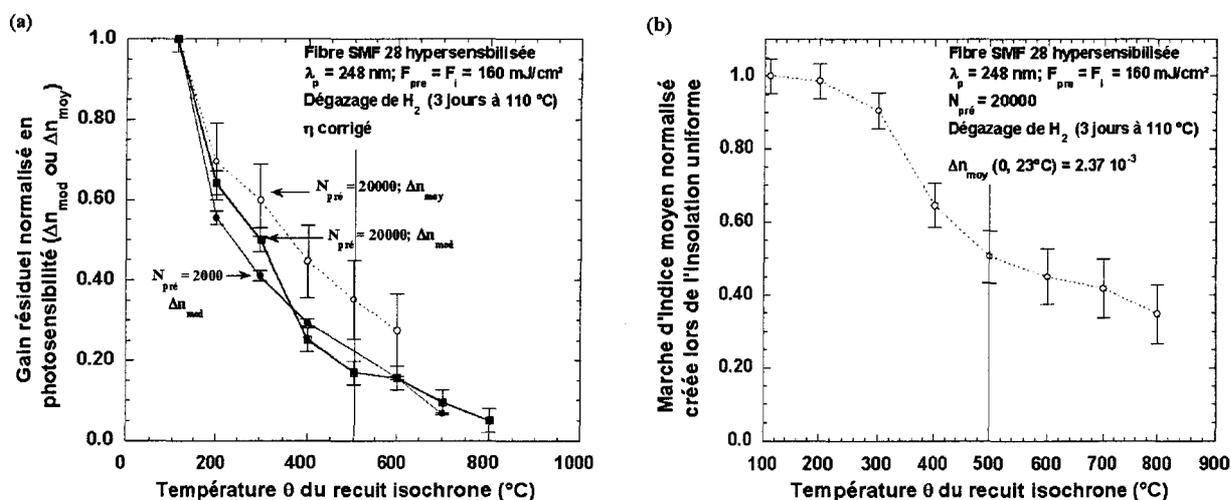


FIG. 3.17 – a) Évolution du gain normalisé en photosensibilité ( $\Delta n_{mod}$  ou  $\Delta n_{moy}$ ) photo induit dans une fibre SMF 28 hypersensibilisée en fonction de la température  $\theta$  du recuit. Deux conditions d'insolation (série A :  $N_{pre} = 2000$  et série B :  $N_{pre} = 20000$ ) ont été étudiées. b) Évolution de la marche d'indice moyen normalisée en fonction de  $\theta$ .

La figure 3.17a représente les évolutions des gains normalisés en fonction de la température  $\theta$  du recuit auquel la fibre est soumise. Les facteurs de normalisation correspondent au gain en photosensibilité ( $\Delta n_{mod}$  ou  $\Delta n_{moy}$ ) d'une fibre hypersensibilisée et dégazée à température élevée (3 jours à 110 °C). Plus précisément, les symboles pleins correspondent au gain en modulation d'indice de réfraction pour  $N_{pre} = 2000$  (cercles) et  $N_{pre} = 20000$  (carrés), tandis que les carrés vides correspondent au gain en indice moyen ( $N_{pre} = 2000$ ). L'évolution du gain en modulation d'indice de réfraction normalisé photo induit par une insolation uniforme telle que  $N_{pre} = 2000$  est similaire à celle du gain photo induit par  $N_{pre} = 20000$ . Ce résultat indique que la stabilité thermique du procédé d'hypersensibilisation UV au moyen d'un laser à KrF est indépendante de la fluence cumulée reçue par la fibre lors de l'insolation uniforme (gamme analysée :  $320 \text{ J/cm}^2 < F_c^{pre} <$

$3,2 \text{ kJ/cm}^2$ ). D'autre part, l'examen de cette figure indique que l'évolution avec la température du gain en indice moyen est similaire à celle du gain en  $\Delta n_{mod}$ . Pour des températures supérieures à  $200^\circ\text{C}$ , le gain en indice moyen normalisé conserve une valeur supérieure à celle du gain en  $\Delta n_{mod}$ . Cet écart est observé pour chaque point de mesure et la différence devient significative devant l'incertitude de la mesure au-delà de  $400^\circ\text{C}$ .

**Stabilité thermique de la marche d'indice moyen créée lors de l'insolation uniforme** Le procédé d'hypersensibilisation UV conduit à la formation d'une marche d'indice moyen notée  $\Delta n_{moy}^{sensibilisation}$  lors de l'insolation uniforme de la fibre SMF 28 hydrogénée. La méthode de détermination de cette quantité est décrite dans le chapitre 1. A partir de l'étude menée précédemment sur la stabilité du procédé d'hypersensibilisation, il est possible d'extraire des données permettant de déterminer la valeur de  $\Delta n_{moy}^{sensibilisation}$  en fonction de la température du recuit isochrone (durée = 3 heures). L'évolution de l'amplitude de la marche d'indice moyen normalisée est donc représentée sur la figure 3.17b en fonction de la température  $\theta$  du recuit auquel la fibre est soumise. Le facteur de normalisation correspond à la marche d'indice moyen créée dans le coeur d'une fibre hypersensibilisée ( $N_{pre} = 2000$ ,  $F_{pre} = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ) puis dégazée à  $110^\circ\text{C}$  pendant 3 jours. Le facteur de normalisation vaut donc  $2,37 \cdot 10^{-3}$ . Les conditions d'insolation sont rappelées dans la légende de cette figure. L'examen de la figure 3.17b montre que l'évolution de  $\Delta n_{moy}^{sensibilisation}$  est monotone décroissante en fonction de  $\theta$ .

Quelle que soit la température  $\theta$  du recuit isochrone ( $\theta \leq 800^\circ\text{C}$ ), la marche d'indice moyen normalisée conserve une valeur supérieure à celle du gain en photosensibilité ( $\Delta n_{mod}$  ou  $\Delta n_{moy}$ ). Il est important de noter que même après le recuit à  $800^\circ\text{C}$ , la quantité  $\Delta n_{moy}^{sensibilisation}$  normalisée est de l'ordre de 0,35 alors que le gain en photosensibilité est de l'ordre de 0,05. Si l'on admet que l'évolution avec  $\theta$  de  $\Delta n_{moy}^{sensibilisation}$  reflète celle du  $\Delta n_{moy}$  créé par l'insolation (absence de relaxation de contrainte sous l'effet du recuit), cette observation indique que l'origine du gain en photosensibilité est différente de celle de la marche d'indice. Une façon d'évaluer la validité de cette hypothèse consisterait à comparer les longueurs d'onde de Bragg au début de l'inscription ( $\lambda_B^{init}$ ) des réseaux écrits dans une fibre non hydrogénée et dans les fibres non hydrogénées ayant subi un recuit à  $700^\circ\text{C}$  (séries C et D).

## 3.4 Stabilité thermique des variations d'indice de réfraction créées dans des fibres SMF 28 hypersensibilisées

### 3.4.1 Introduction

Cette section est consacrée à une étude de la permanence des variations d'indice de réfraction photo induites dans des fibres SMF 28 hypersensibilisées par une insolation réalisée au moyen d'un laser soit à ArF soit à KrF. Les vieillissements accélérés des réseaux ont été réalisés par destruction thermique isochrone dans les conditions décrites dans la section 1.2.2 du chapitre 1. La durée des recuits isochrones a été fixée à 30 minutes et le pas à 50 K. Dans la suite, nous nous intéressons non seulement à l'évolution de l'amplitude de modulation d'indice normalisée  $NI_{mod}(t, T)$  avec T et t mais aussi à celles de  $\Delta \lambda_B(t, T)$  et (ou) de  $NBW(t, T)$ . Les amplitudes des variations d'indice ont été systématiquement corrigées selon la méthode décrite dans l'annexe C pour tenir compte des variations de l'intégrale de recouvrement  $\eta(V)$ . L'exposé de nos résultats comporte quatre parties. La description des échantillons et de leur préparation fait l'objet de la première partie. La seconde partie concerne la stabilité thermique des modulations d'indice de réfraction

photo induites dans des fibres insolées à l'aide soit d'un laser à ArF soit à KrF (les autres conditions étant fixées : pression d'hydrogène, densité d'énergie par impulsion, niveau initial de la modulation d'indice). La troisième partie est relative à l'influence sur la stabilité du nombre d'impulsions reçues par la fibre lors de l'insolation uniforme. La dernière partie est consacrée à l'influence du niveau initial de la modulation d'indice sur la stabilité thermique des variations d'indice de réfraction.

### 3.4.2 Les échantillons

Pour procéder à cette étude, des réseaux de Bragg ont été photo inscrits à l'aide du laser à ArF ou à KrF dans des fibres SMF 28 hypersensibilisées. Les fibres SMF 28 préalablement hydrogénées ont été insolées uniformément par  $N_{pre}$  impulsions ( $N_{pre} = 2000$  ou  $20000$ ). Les conditions de ces insolutions sont précisées dans le tableau 3.6. Après l'insolation uniforme, la température des fibres a été élevée pendant 3 jours à  $110^\circ\text{C}$  afin d'assurer la désorption de l'hydrogène non consommé. Des réseaux longs de 1 mm ont ensuite été photo inscrits dans les fibres hypersensibilisées. Le tableau 3.6 regroupe les caractéristiques initiales ainsi que les conditions d'insolation des réseaux. Les valeurs des variations d'indice (ainsi que les longueurs d'onde de Bragg) portées dans ce tableau correspondent à des mesures effectuées à température ambiante avant le début des recuits isochrones.

Réseau	$\lambda_p$	$N_{pre}$	$N_i$	$F_{pre} = F_i$	$\Delta n_{mod\ initial}$	$\Delta n_{moy\ initial}^{inscription}$	$\lambda_B(0, 296K)$	$\Delta n_{moy}^{sensibilisation}$	Contraste C
$R_1$	193 nm	2000	40000	160 mJ/cm <sup>2</sup>	$1,00 \cdot 10^{-3}$	$1,17 \cdot 10^{-3}$	1538,60 nm	$2,07 \cdot 10^{-3}$	0,31
$R_2$	248 nm	20000	60000	160 mJ/cm <sup>2</sup>	$1,04 \cdot 10^{-3}$	$1,26 \cdot 10^{-3}$	1534,89 nm	$2,37 \cdot 10^{-3}$	0,28
$R_3$	248 nm	20000	3000	160 mJ/cm <sup>2</sup>	$1,05 \cdot 10^{-4}$	$1,22 \cdot 10^{-4}$	1534,05 nm	$2,37 \cdot 10^{-3}$	0,04
$R_4$	248 nm	2000	30000	160 mJ/cm <sup>2</sup>	$1,06 \cdot 10^{-4}$	$1,35 \cdot 10^{-4}$	1533,12 nm	$1,18 \cdot 10^{-3}$	0,08

TAB. 3.6 – Caractéristiques initiales des réseaux avant destruction thermique isochrone (fibres SMF 28 hypersensibilisées).

### 3.4.3 Reproductibilité des résultats

Afin de fixer un ordre de grandeur de la reproductibilité de nos enregistrements, nous avons, sur les figures 3.18a et 3.18b, représenté deux courbes de vieillissement enregistrées chacune dans des conditions expérimentales supposées identiques ( $N_{pre} = 20000$ ;  $F_i = F_{pre} = 160$  mJ/cm<sup>2</sup>). Ces enregistrements permettent de fixer un ordre de grandeur à l'incertitude que l'on peut affecter à nos mesures. La différence entre les deux courbes de  $NI_{mod}(30min, T)$  ou de  $NBW(30min, T)$ , apparente sur les figure 3.18, peut s'expliquer par une différence non contrôlée entre les conditions d'inscription ou (et) de recuits. L'écart entre les courbes reste toutefois inférieur à l'ordre de grandeur de l'incertitude de mesure.

### 3.4.4 Étude de la destruction thermique isochrone de réseaux de Bragg inscrits dans des fibres SMF 28 hypersensibilisées : Influence de la longueur d'onde du laser utilisé pour sensibiliser la fibre et pour inscrire les réseaux

Les réseaux  $R_1$  ( $\lambda_p = 193$  nm) et  $R_2$  ( $\lambda_p = 248$  nm) ont été photo inscrits dans des fibres hypersensibilisées par respectivement  $N_{pre} = 2000$  et  $N_{pre} = 20000$  impulsions. Le nombre  $N_i$  d'impulsions lumineuses incidentes sur chaque fibre a été choisi pour que les amplitudes initiales de modulation d'indice de réfraction

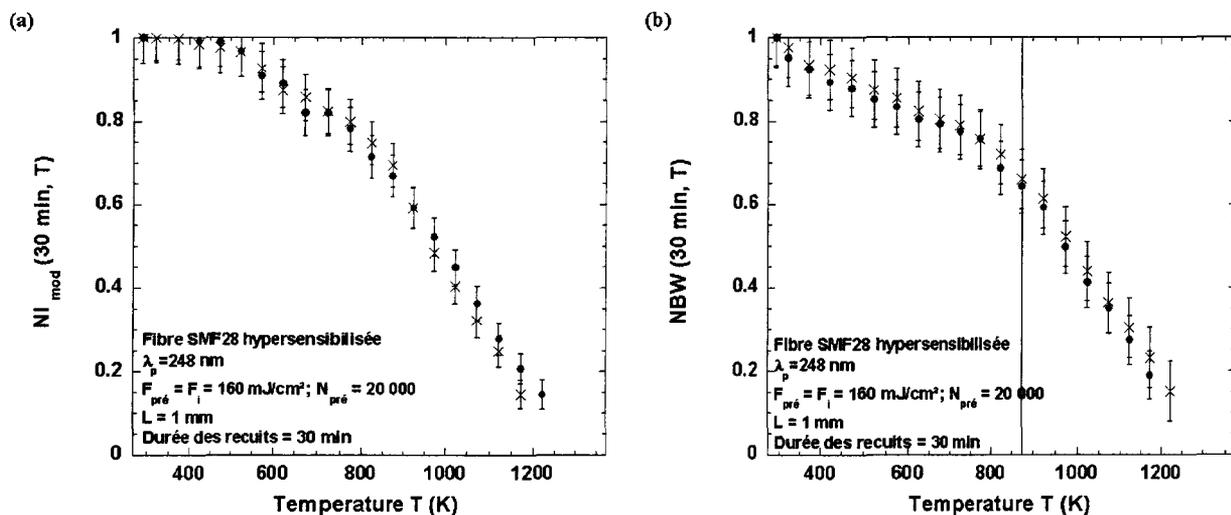


FIG. 3.18 – Reproductibilité des expériences de vieillissement accéléré de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre SMF 28 hypersensibilisée par une radiation de longueur d’onde  $248 \text{ nm}$  : a)  $NI_{\text{mod}}(30 \text{ min}, T)$  ; b)  $NBW(30 \text{ min}, T)$

ainsi que les contrastes des deux réseaux ( $R_1 : \Delta n_{\text{mod}} = 1,00 \cdot 10^{-3}$ ,  $C = 0,31$  et  $R_2 : \Delta n_{\text{mod}} = 1,04 \cdot 10^{-3}$ ,  $C = 0,28$ ) soient similaires. Les inscriptions ont été réalisées selon des fluences cumulées différentes mais voisines ( $R_1 : 6,4 \text{ kJ/cm}^2$ ,  $R_2 : 9,6 \text{ kJ/cm}^2$ ).

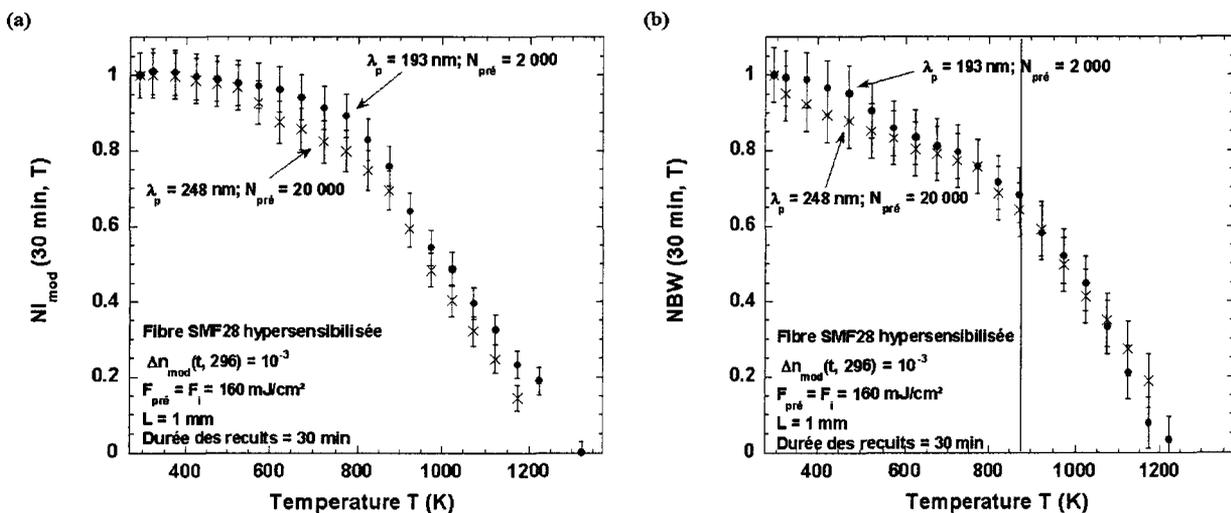


FIG. 3.19 – Comparaison de la stabilité thermique de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre SMF 28 hypersensibilisée par des radiations de longueur d’onde  $193 \text{ nm}$  ou  $248 \text{ nm}$  : a)  $NI_{\text{mod}}(30 \text{ min}, T)$  ; b)  $NBW(30 \text{ min}, T)$

La figure 3.19a regroupe les évolutions de la modulation d’indice normalisée  $NI_{\text{mod}}(30 \text{ min}, T)$  en fonction de la température  $T$  des recuits isochrones pour les deux réseaux. Les évolutions de  $NI_{\text{mod}}(30 \text{ min}, T)$  des deux réseaux  $R_1$  et  $R_2$  sont monotones décroissantes en fonction de la température et présentent un aspect similaire. Pour des températures supérieures à  $573 \text{ K}$ , la modulation normalisée d’indice de réfraction du réseau  $R_1$  (réseau inscrit avec le laser à ArF) conserve toutefois une valeur légèrement supérieure à celle du

réseau  $R_2$ . L'écart entre les deux courbes, observé pour chaque point de mesure, est de l'ordre de l'incertitude de mesure jusqu'à 1023 K, la différence ne devenant significative devant l'incertitude de la mesure qu'au-delà de 1023 K. Cet écart peut résulter de la différence entre les conditions d'hypersensibilisation (voir section suivante). Cependant dans le cas présent, le réseau  $R_2$  ayant été hypersensibilisé avec une fluence cumulée dix fois plus grande possède une stabilité similaire voire légèrement inférieure à celle du réseau  $R_1$ .

L'évolution de la variable  $NBW(30min, T)$  en fonction de la température  $T$  des recuits isochrones est représentée sur la figure 3.19b. Quel que soit le réseau étudié, l'évolution de l'indice moyen normalisé est monotone décroissante en fonction de la température. Il apparaît à l'examen des courbes de cette figure que la stabilité de l'indice moyen du réseau  $R_1$  inscrit dans la fibre SMF 28 au moyen d'un laser à ArF est légèrement supérieure à celle de l'indice moyen du réseau  $R_2$  inscrit avec le laser à KrF ( $T < 1100$  K). Au-delà de 1100 K, la situation inverse est observée. L'écart entre les courbes reste toutefois de l'ordre de grandeur de l'incertitude de mesure.

**Comparaison des quantités  $NI_{mod}(30min, T)$  et  $NBW(30min, T)$**  Les évolutions des quantités  $NI_{mod}(30min, T)$  et  $NBW(30min, T)$  sont représentées en fonction de  $T$  sur la figure 3.20a. Les cinétiques de décroissance de  $NBW(30min, T)$  en fonction de  $T$  semblent plus rapides que celles de  $NI_{mod}(30min, T)$  au début de la destruction isochrone ( $T \leq 873K$ ).

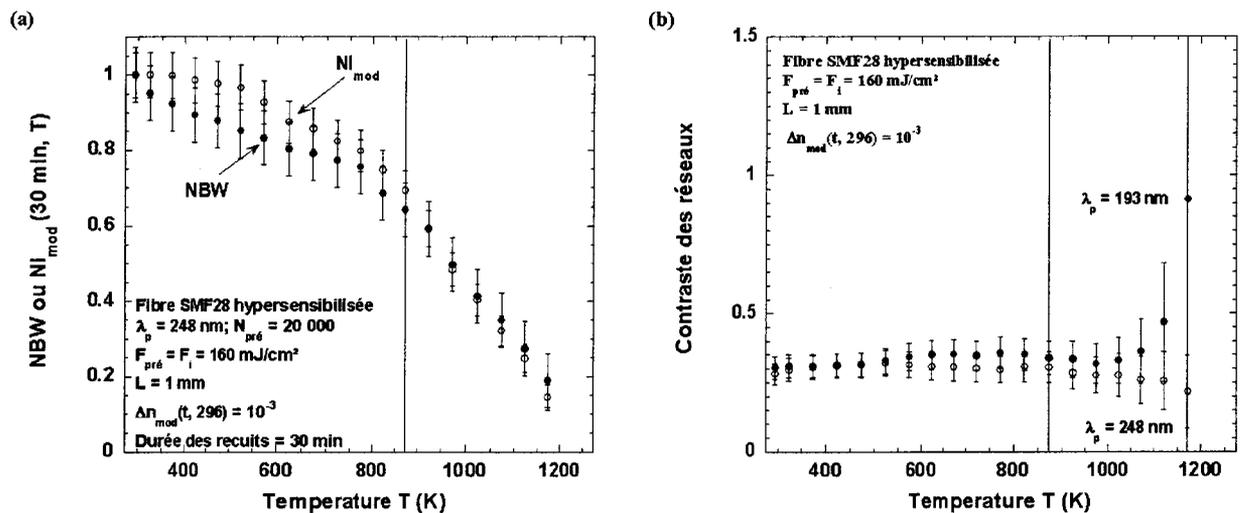


FIG. 3.20 - a) Comparaison de la stabilité thermique de réseaux de Bragg ( $NI_{mod}(30min, T)$  ou  $NBW(30min, T)$ ) inscrits ( $\lambda_p = 248$  nm) dans une fibre SMF 28 hypersensibilisée. b) Évolution du contraste des réseaux inscrits ( $\lambda_p = 193$  nm ou  $\lambda_p = 248$  nm) dans une fibre SMF 28 hypersensibilisée.

Cette observation indique que le contraste des réseaux évolue au cours des recuits isochrones. L'évolution du contraste est représentée sur la figure 3.20b. Les contrastes ( $C = \frac{\Delta n_{mod}(30min, T)}{\Delta n_{moy}(30min, T)}$ ) des réseaux  $R_1$  et  $R_2$  évoluent de manière non monotone en fonction de  $T$ . Cependant l'évolution du contraste des réseaux pour des températures supérieures à 873 K n'est pas nécessairement significative. En effet, lorsque la température de la fibre est élevée au-delà de cette valeur, l'effet d'éventuelles relaxations de contrainte risque de "brouiller" la variation sous l'effet de l'élévation de température du changement photo induit d'indice moyen.

**Conclusion** Notre étude permet de conclure que dans nos conditions d'expérience ( $\Delta n_{mod} = 10^{-3}$ ,  $C \approx 0,4$ ), les stabilités des variations d'indice ( $NI_{mod}(30min, T)$  et  $NBW(30min, T)$ ) de réfraction normalisées (de réseaux de type I) photo induites dans des fibres SMF 28 hypersensibilisées par les deux sources lasers (193 nm impulsionnel et 248 nm impulsionnel) sont similaires. Cependant, le réseau  $R_1$  inscrit avec le laser à ArF paraît légèrement plus résistant à l'élévation de température que le réseau  $R_2$ . Ce résultat a été établi pour des réseaux de même réflectivité initiale, hypersensibilisés avec des fluences cumulées différentes ( $R_1 : F_c^{pre} = 0,32 \text{ kJ/cm}^2$ ;  $R_2 : F_c^{pre} = 3,2 \text{ kJ/cm}^2$ ). Par ailleurs, pour les températures inférieures à 873 K, la stabilité de  $NBW(30min, T)$  des réseaux  $R_1$  et  $R_2$  est plus faible que celle de  $NI_{mod}(30min, T)$ . Le contraste des réseaux évolue donc au cours des recuits isochrones. Ces résultats sont discutés plus en détail dans la seconde partie du chapitre 5.

### 3.4.5 Étude de la destruction thermique isochrone de réseaux de Bragg inscrits dans des fibres SMF 28 hypersensibilisées : Influence du nombre d'impulsions $N_{pre}$ reçues par la fibre lors de l'insolation uniforme réalisée avec un laser à KrF

Les réseaux  $R_3$  et  $R_4$  ont été photo inscrits dans des fibres SMF 28 hypersensibilisées par respectivement  $N_{pre} = 20000$  et  $N_{pre} = 2000$  impulsions issues d'un laser à KrF. Le nombre  $N_i$  d'impulsions lumineuses incidentes sur chaque fibre a été choisi pour que les amplitudes initiales de modulation d'indice de réfraction des deux réseaux ( $R_3 : \Delta n_{mod} = 1,05 \cdot 10^{-4}$ ,  $N_i = 3000$  et  $R_4 : \Delta n_{mod} = 1,06 \cdot 10^{-4}$ ,  $N_i = 30000$ ) soient similaires. La fluence cumulée totale reçue par la fibre ( $F_c^{total} = 5,12 \text{ kJ/cm}^2$ ) au niveau de  $R_4$  est donc supérieure à celle reçue par la fibre ( $F_c^{total} = 3,68 \text{ kJ/cm}^2$ ) au niveau de  $R_3$ .

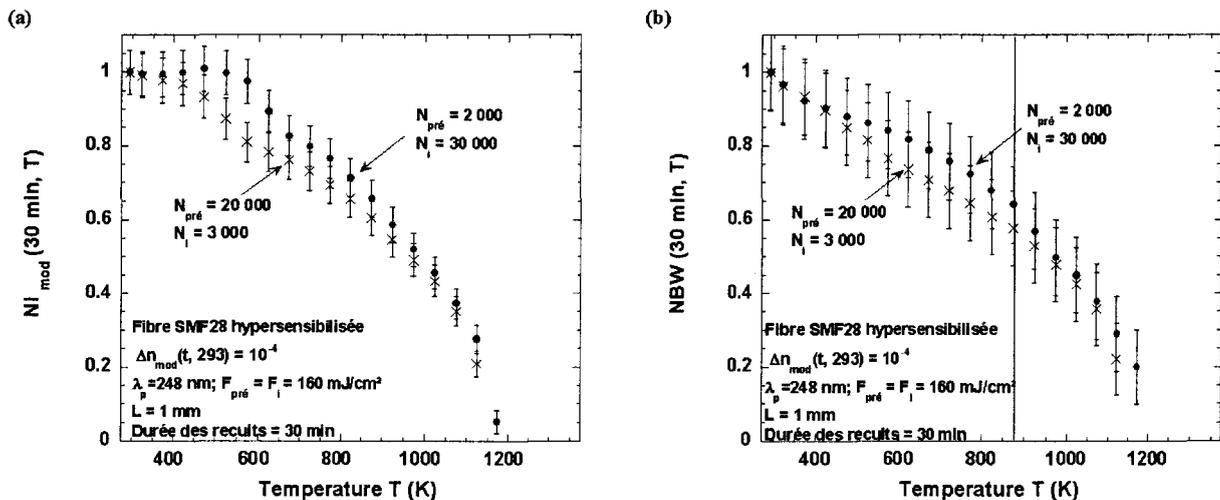


FIG. 3.21 – Comparaison de la stabilité thermique de la modulation normalisée d'indice de réfraction ( a ) :  $NI_{mod}(30min, T)$  ; b ) :  $NBW(30min, T)$  de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre SMF 28 hypersensibilisée. Le paramètre de l'étude est le nombre  $N_{pre}$  d'impulsions utilisées pour photo sensibiliser la fibre.

La figure 3.21a regroupe les évolutions de la variable  $NI_{mod}(30min, T)$  en fonction de la température  $T$  des recuits isochrones pour les deux réseaux. L'évolution de la modulation d'indice normalisée du réseau  $R_3$  est monotone décroissante en fonction de la température. La modulation d'indice normalisée du réseau  $R_4$  reste sensiblement constante jusqu'au palier de température 575 K, puis décroît de façon monotone avec la

température. Pour des températures supérieures à 923 K, la modulation normalisée d'indice de réfraction du réseau  $R_4$  ( $N_{pre} = 2000$ ) conserve une valeur légèrement supérieure à celle du réseau  $R_3$  ( $N_{pre} = 20000$ ), l'écart entre les deux mesures après un palier restant comparable à l'incertitude de mesure.

La figure 3.21b regroupe l'évolution de la variable  $NBW(30min, T)$  en fonction de la température  $T$  des recuits isochrones. L'évolution de l'indice moyen normalisé est monotone décroissante en fonction de la température. Pour des températures de palier comprises entre 473 K et 923 K, l'indice moyen normalisé du réseau  $R_4$  ( $N_{pre} = 2000$ ) conserve une valeur légèrement supérieure à celle du réseau  $R_3$ , l'écart entre points de mesure des deux courbes étant du même ordre de grandeur que l'incertitude.

**Conclusion** Les évolutions de  $NI_{mod}(30min, T)$  ou de  $NBW(30min, T)$  photo induits dans des fibres SMF 28 hypersensibilisées par des nombres  $N_{pre}$  d'impulsions différents présentent des caractéristiques similaires. Cependant, le réseau  $R_4$  ( $N_{pre} = 2000$ ,  $N_i = 30000$ ) paraît plus stable que le réseau  $R_3$  ( $N_{pre} = 20000$ ,  $N_i = 3000$ ), l'écart observé entre les valeurs de  $NI_{mod}(30min, T)$  des deux réseaux est significatif entre 423 K et 523 K. Ce résultat a été établi pour des réseaux de même réflectivité initiale, inscrits avec des fluences cumulées différentes ( $R_3 : F_c = 0,48 \text{ kJ/cm}^2$ ;  $R_4 : F_c = 4,8 \text{ kJ/cm}^2$ ). L'écart qui apparaît entre les stabilités de  $NI_{mod}(30min, T)$  (ou de  $NBW(30min, T)$ ) de ces réseaux peut donc résulter de la différence entre les fluences cumulées reçues par la fibre avant et pendant l'inscription des réseaux. En effet, dans le cas présent, le réseau  $R_4$  a été inscrit avec une fluence cumulée 20 fois plus grande que le réseau  $R_3$  et présente une stabilité légèrement supérieure à celle du réseau  $R_3$ .

### 3.4.6 Étude de la destruction thermique isochrone de réseaux de Bragg inscrits dans des fibres SMF 28 hypersensibilisées : Influence du niveau initial de la modulation d'indice

Les réseaux  $R_2$  et  $R_3$  ont été photo inscrits dans des fibres hypersensibilisées par  $N_{pre} = 20000$  impulsions issues d'un laser à KrF. Les nombres  $N_i$  d'impulsions lumineuses appliquées à chaque fibre hypersensibilisée pour inscrire les réseaux ont été choisis pour que les amplitudes initiales de modulation d'indice de réfraction des deux réseaux ( $R_2 : \Delta n_{mod} = 1,04 \cdot 10^{-3}$ ,  $N_i = 60000$  et  $R_3 : \Delta n_{mod} = 1,05 \cdot 10^{-4}$ ,  $N_i = 3000$ ) diffèrent par un ordre de grandeur.

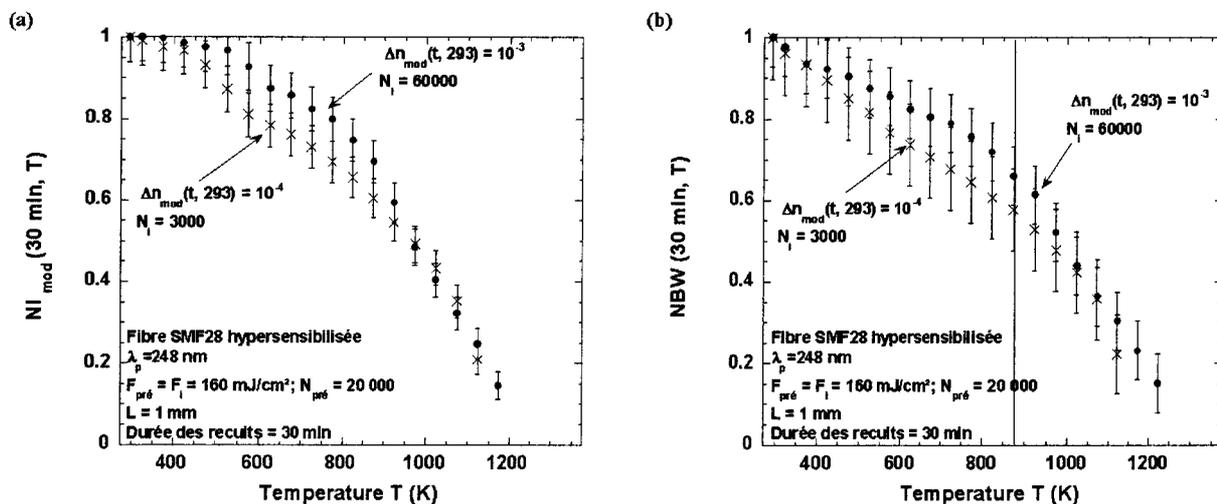


FIG. 3.22 – Comparaison de la stabilité thermique de la modulation normalisée d'indice de réfraction ( a ) :  $NI_{mod}(30min, T)$  ; b ) :  $NBW(30min, T)$  de réseaux de Bragg inscrits dans une fibre SMF 28 hypersensibilisée. Le paramètre de l'étude est l'amplitude initiale de la modulation d'indice de réfraction.

A des fins de comparaison, la figure 3.22a regroupe les évolutions de la variable  $NI_{mod}(30min, T)$  en fonction de la température  $T$  des recuits isochrones des deux réseaux. L'examen de cette figure indique que les évolutions de  $NI_{mod}(30min, T)$  des deux réseaux  $R_2$  et  $R_3$  présentent des caractéristiques similaires. Cependant, pour des températures inférieures à 923 K, la modulation normalisée d'indice de réfraction du réseau  $R_2$  ( $\Delta n_{mod} = 1,04 \cdot 10^{-3}$ ) conserve une valeur légèrement supérieure à celle du réseau  $R_3$  ( $\Delta n_{mod} = 1,05 \cdot 10^{-4}$ ), l'écart entre les deux courbes de décroissance restant de l'ordre des incertitudes de mesure.

La figure 3.22b regroupe les évolutions de la variable  $NBW(30min, T)$  en fonction de la température  $T$  des recuits isochrones des deux réseaux. L'évolution de l'indice moyen normalisé est monotone décroissante en fonction de la température du recuit. Pour des températures comprises entre 473 K et 923 K, l'indice moyen normalisé du réseau  $R_2$  ( $\Delta n_{mod} = 1,04 \cdot 10^{-3}$ ) conserve une valeur légèrement supérieure à celle du réseau  $R_3$ .

**Conclusion** Les évolutions de  $NI_{mod}(30min, T)$  (ou de  $NBW(30min, T)$ ) des réseaux  $R_2$  et  $R_3$  photo inscrits dans des fibres SMF 28 hypersensibilisées présentent des caractéristiques similaires. Cependant, le réseau  $R_2$  ( $\Delta n_{mod} = 1,04 \cdot 10^{-3}$ ) paraît plus stable que le réseau  $R_3$  ( $\Delta n_{mod} = 1,05 \cdot 10^{-4}$ ). Par exemple, l'écart observé entre les  $NI_{mod}(30min, T)$  des deux réseaux commence à être significatif pour des températures de palier comprises entre 423 K et 523 K. L'écart qui apparaît entre les stabilités de  $NI_{mod}(30min, T)$  (ou de  $NBW(30min, T)$ ) de ces réseaux peut résulter de la différence entre les conditions d'inscription (fluence cumulée et (ou) contraste). En effet, dans le cas présent, le réseau  $R_2$  inscrit avec une fluence cumulée 20 fois plus importante (ou un contraste environ 10 fois plus élevé) possède une stabilité légèrement supérieure à celle du réseau  $R_3$ .



Excès de pertes (ou variations de densités optiques) photo induits dans des fibres SMF 28 (ou dans des lames de préforme USTL) hypersensibilisées par insolation uniforme avec des lasers à ArF ou à KrF

### 3.5 Préambule

Plusieurs hypothèses peuvent être formulées pour rendre compte des mécanismes mis en jeu par le procédé d'hypersensibilisation par UV. Une première hypothèse consiste à supposer que la pré-insolation uniforme du matériau hydrogéné favorise une densification du matériau sous l'effet d'une post-insolation réalisée en absence d'hydrogène gazeux. A notre connaissance la mise à l'épreuve expérimentale de cette hypothèse n'avait fait l'objet avant nos travaux d'aucun rapport dans la littérature scientifique.

Comme expliqué en 3.1, une autre hypothèse repose sur la création, par l'insolation uniforme, d'un réservoir d'espèces chimiques qui restent stables au cours de la diffusion de l'hydrogène en dehors de la fibre. Sous l'effet de l'insolation réalisée avec le champ de franges (après diffusion de l'hydrogène gazeux), ces espèces se transforment en des espèces plus polarisables, ce qui conduit à un gain de photosensibilité. Des études antérieures ont montré que les espèces hydroxyles et hydrures constituent de bons candidats à un mécanisme de ce type [12, 15, 70].

Ainsi, Canning et al. [86] ont utilisé la spectroscopie d'absorption IR pour quantifier l'abondance des espèces hydroxyles formées lors de l'insolation d'une fibre germanosilicate hypersensibilisée. La fibre codopée par du bore était insolée au moyen d'un laser continu à 244 nm. Le spectre de transmission de la fibre hypersensibilisée (hypersensibilisation, dégazage et insolation uniforme) était enregistré périodiquement dans la gamme  $\{1,2 \mu m - 1,6 \mu m\}$  au cours de l'insolation de façon à suivre la croissance du pic d'atténuation vers  $1,39 \mu m$  caractéristique des espèces hydroxyles. Ils comparent la concentration des espèces OH formées dans la fibre chargée en hydrogène à celle des espèces OH formées dans la fibre hypersensibilisée. La comparaison est effectuée lorsque les deux fibres ont reçu la même fluence cumulée. Ils montrent ainsi que la quantité d'hydroxyles formées dans la fibre hypersensibilisée est plus faible que celle formée dans la fibre hydrogénée. Ils observent par ailleurs une translation du pic OH vers les basses longueurs d'onde lors de l'insolation de la fibre hypersensibilisée alors que la position de la bande n'évolue pas dans la fibre hydrogénée. Les résultats présentés dans ce papier ne sont pas directement exploitables par les ingénieurs. En effet, pour présenter un intérêt pratique, la comparaison doit se faire à amplitude de modulation fixée (et non pas à fluence cumulée fixée) et être réalisée dans une fibre standard. **Par ailleurs, à notre connaissance, il n'existe aucune autre étude relative à l'action 1) d'une insolation UV (continue ou en régime impulsionnel) réalisée dans des verres germanosilicates hypersensibilisés sur le comportement des bandes de défauts qui absorbent dans l'UV ou le VUV ; 2) d'une insolation réalisée avec des lasers UV à impulsions sur le comportement des bandes IR.**

En conséquence, nous nous sommes proposé d'étendre l'étude de Canning et al. à une région spectrale plus vaste. A cet effet, nous avons choisi d'utiliser la spectroscopie d'absorption infrarouge et ultraviolette afin d'identifier les espèces formées ou détruites au cours des insolutions de fibres et de lames de préforme hypersensibilisées. Les paramètres de cette étude sont constitués par la longueur d'onde  $\lambda_p$  du laser de pompe ( $193 nm$  ou  $248 nm$ ), la densité d'énergie par impulsion lors des insolutions ( $F_i$  ou  $F_{pre}$ ) ou la fluence cumulée  $F_c^{pre}$  reçue par la fibre lors de l'insolation uniforme.

Nous avons également cherché à clarifier l'influence des paramètres qui régissent les cinétiques de formation des spectres lors de l'insolation d'un échantillon hypersensibilisé et ceci avec les lasers à ArF ou à KrF : le nombre d'impulsions  $N_{pre}$  reçues par l'échantillon lors de l'hypersensibilisation, ou la densité d'énergie par impulsion  $F_i$  ( $\lambda_p = 193 nm$ ).

Le tableau 3.7 fournit un état bibliographique des études consacrées aux modifications spectrales photo induites par l'insolation de verres germanosilicates hypersensibilisés. Les paramètres et conditions expéri-

mentales de nos propres études figurent dans ce tableau.

Modifications spectrales sous l'effet d'une post-insolation UV après hypersensibilisation UV	Résultats	Références	Notre étude
• IR : vers $1,5 \mu m$	• Cw 244 nm ; Fibre hydrogénée : $12 \text{ kJ/cm}^2$ ; [OH] = 4000 ppm Fibre hypersensibilisée UV ( $F_c^{pre} \approx 100 \text{ J/cm}^2$ ) : $12 \text{ kJ/cm}^2$ ; [OH] = 600 ppm	• [86]	• $\lambda_p = 193 \text{ nm ou } 248 \text{ nm}$ $N_{pre} \in [500 - 30000]$ $F_i \in [60 - 220 \text{ mJ/cm}^2]$
FTIR : [ $2000 \text{ cm}^{-1}$ - $5000 \text{ cm}^{-1}$ ]	•	•	• $\lambda_p = 193 \text{ nm ou } 248 \text{ nm}$ $N_{pre} \in [500 - 12000]$ $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$
• VUV-UV : [140 nm - 300 nm]	•	•	• $\lambda_p = 193 \text{ nm ou } 248 \text{ nm}$ $F_{pre} = 160 \text{ mJ/cm}^2$ $F_i \in [60 - 220 \text{ mJ/cm}^2]$

TAB. 3.7 – État bibliographique des principaux résultats expérimentaux relatifs aux modifications spectrales photo induites lors d'une post-insolation d'un verre germanosilicate hypersensibilisé.

### 3.6 Recherche de la densification provoquée par l'insolation d'une lame de préforme hypersensibilisée au moyen d'un système de franges ultraviolettes

Afin d'examiner dans quelle mesure l'inscription d'un réseau dans une lame de préforme hypersensibilisée se traduit par une densification du matériau, nous avons procédé aux expériences préliminaires suivantes.

Deux lames de préforme USTL d'épaisseurs  $200 \mu m$  ont été hypersensibilisées au moyen d'une insolation uniforme réalisée soit avec le laser à ArF ou soit avec le laser à KrF. Après le dégazage de l'hydrogène résiduel (5 jours à  $110^\circ\text{C}$ ), des réseaux de Bragg ont été photo inscrits avec différents nombres d'impulsions  $N_i$  dans chacune des deux lames. Les réseaux ont été photo inscrits au moyen d'un masque de phase adapté de manière à ce que le pas des franges UV soit de l'ordre de  $10 \mu m$ . Les nombres d'impulsions choisis étaient égaux à 2000, 10000 et 40000 tirs. Les conditions d'hypersensibilisation et d'inscription des réseaux dans les lames de préforme hypersensibilisées sont rassemblées dans la table 3.8.

L'examen des matériaux ainsi insolés au moyen du microscope interférométrique à balayage de phase du laboratoire LPCES d'Orsay n'a pas permis de mettre en évidence de densification photo induite lors de l'inscription d'un réseau dans une lame de préforme USTL hypersensibilisée et ceci quel que soit le laser utilisé ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$  ou  $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ). Ce résultat préliminaire négatif devra être complété dans l'avenir par des mesures sur des lames de préforme plus largement dopées.

Lame USTL	Conditions de sensibilisation ( $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ )	Dégazage de $H_2$	Pas des franges	Conditions d'inscription ( $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ )
$P_1$ ; 200 $\mu\text{m}$	$\lambda_p = 193 \text{ nm}$ , $N_{pre} = 2000$	5 jours à 110°C	10 $\mu\text{m}$	$N_i = 2000, 10000,$ 40000
$P_2$ ; 200 $\mu\text{m}$	$\lambda_p = 248 \text{ nm}$ , $N_{pre} = 40000$	5 jours à 110°C	10 $\mu\text{m}$	$N_i = 2000, 10000,$ 40000

TAB. 3.8 – Conditions d'hypersensibilisation des lames de préforme et d'inscription des réseaux de Bragg destinés aux expériences de profilométrie.

### 3.7 Modifications spectrales provoquées par insolation uniforme d'une lame de préforme ou d'une fibre SMF 28 hypersensibilisée. Les lasers utilisés pour les insolutions sont des lasers à KrF ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) ou à ArF ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ )

#### 3.7.1 Les excès de pertes dans le domaine spectral $\{1,3 \mu\text{m} - 1,6 \mu\text{m}\}$ (fibres SMF 28)

##### 3.7.1.1 Introduction

Les excès de pertes photo induits dans la fibre SMF 28 hypersensibilisée ont été évalués en mesurant l'évolution de la transmission de la fibre sous l'effet d'une insolation ultraviolette (voir section 1.4.2.2 du chapitre 1). La fibre SMF 28 hypersensibilisée a été uniformément insolée par des radiations issues soit du laser à ArF ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) soit à KrF ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ). Dans la gamme spectrale analysée, les excès de pertes sont de l'ordre de quelques dB/cm. Les longueur de fibres insolées ont donc été choisies de l'ordre de quelques centimètres. Les spectres d'excès de pertes ont été enregistrés 3 minutes après la fin de l'insolation.

Série	$\lambda_p$	$N_{pre}$	$F_{pre}$	$F_i$	$N_{i \text{ max}}$
$A_1$	193 nm	500; 2000; 5000; 10000; 30000	160 mJ/cm <sup>2</sup>	80 mJ/cm <sup>2</sup>	40000
$A_2$	193 nm	500; 2000; 5000; 10000; 30000	160 mJ/cm <sup>2</sup>	160 mJ/cm <sup>2</sup>	40000
$A_3$	193 nm	500; 2000; 5000; 10000; 30000	160 mJ/cm <sup>2</sup>	320 mJ/cm <sup>2</sup>	40000
B	248 nm	500; 2000; 20000	160 mJ/cm <sup>2</sup>	160 mJ/cm <sup>2</sup>	50000

TAB. 3.9 – Conditions d'hypersensibilisation et d'insolation des fibres hypersensibilisées.

Les conditions d'hypersensibilisation et d'insolation des fibres SMF 28 hypersensibilisées sont rassemblées dans la table 3.9.

##### 3.7.1.2 Utilisation de la source de longueur d'onde $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ fonctionnant en régime impulsif

**Dynamique de croissance des excès de pertes lors de la post-insolation d'une fibre hypersensibilisée** Dans un premier temps nous avons retenu des fibres de la série  $A_2$  hypersensibilisées avec 2000 impulsions. Une fibre de type SMF 28 préalablement hydrogénée a donc tout d'abord été insolée par  $N_{pre} = 2000$  impulsions issues d'un laser à ArF ( $F_c^{pre} = 0,32 \text{ kJ/cm}^2$ ). Le dégazage a été accéléré en plaçant la fibre dans un four à 110°C durant 3 jours. Le spectre d'excès de pertes mesuré après l'hypersensibilisation

est présenté sur la figure 3.23a. Il est identique à celui présenté sur la figure 2.3a du chapitre 2. L'excès de pertes mesuré à  $1,39 \mu m$  est de l'ordre de  $1,2 \text{ dB/cm}$  sur le spectre qui correspond à une fluence cumulée de  $0,32 \text{ kJ/cm}^2$ .

Deux types de post-insolations ont alors été effectuées afin d'enregistrer le spectre d'excès de perte créé par une insolation uniforme réalisée au même lieu que l'hypersensibilisation d'une part et le spectre qui résulte d'une insolation uniforme effectuée en un lieu non pré-insolé d'autre part.

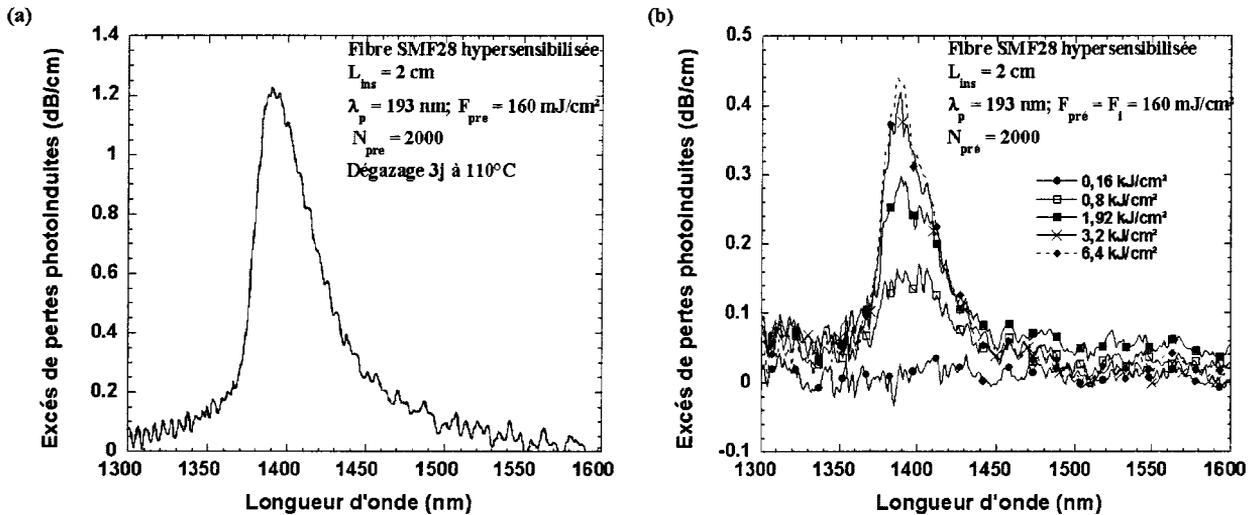


FIG. 3.23 – a) Spectres d'excès de pertes d'une fibre SMF 28 après hypersensibilisation ( $N_{pre} = 2000$ ;  $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ). b) Excès de pertes photo induits dans une fibre SMF 28 hypersensibilisée ( $N_{pre} = 2000$ ) au cours d'une post-insolation ultraviolette ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ).

Ainsi, le spectre d'excès de pertes induit par insolation ( $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ) d'une portion de fibre non hypersensibilisée a tout d'abord été enregistré. La fluence cumulée totale reçue par la fibre a été limitée à  $3,2 \text{ kJ/cm}^2$ . Aucune structure spectrale n'est apparue sur cet enregistrement. Le niveau d'excès de pertes reste inférieur à  $0,07 \text{ dB/cm}$  dans toute la gamme spectrale analysée (la précision des mesures d'atténuation est de l'ordre de  $0,02 \text{ dB/cm}$ ). Les origines possibles de ces pertes non structurées ont été discutées dans la thèse de Bruno Leconte [36].

La portion de fibre hypersensibilisée ( $L_{ins} = 2 \text{ cm}$ ) a ensuite été uniformément insolée avec une densité d'énergie par impulsion égale à  $160 \text{ mJ/cm}^2$ . La fluence cumulée totale a été limitée à  $6,4 \text{ kJ/cm}^2$ . La modulation d'indice de réfraction induite lors de l'inscription d'un réseau de Bragg dans une fibre SMF 28 hypersensibilisée dans ces conditions d'insolation ( $N_{pre}$ , densité d'énergie par impulsion  $F_i$  et fluence cumulée  $F_c$ ) est de l'ordre de  $10^{-3}$ . Des exemples de spectres d'excès de pertes sont présentés sur la figure 3.23b (ces pertes s'ajoutent à celles présentées sur la figure 3.23a). Comme dans le cas de la pré-insolation, la post-insolation se traduit par la formation de pertes en excès qui présentent une bande dont le pic d'atténuation principal se situe vers  $1,39 \mu m$ . Aucune structure spectrale n'apparaît pour les longueurs d'onde supérieures à  $1,45 \mu m$ . L'intensité des pertes en excès mesurées vers  $1,39 \mu m$  croît de façon monotone avec le nombre d'impulsions  $N_i$  incidentes sur le coeur de la fibre. Le maximum de cette bande se déplace vers les basses longueurs d'onde à mesure que l'insolation se prolonge<sup>1</sup>. Par ailleurs, la largeur du spectre mesurée à

<sup>1</sup>Cette observation est similaire à celle reportée par Canning [86] lors d'insolations effectuées avec un laser continu ( $\lambda_p = 244 \text{ nm}$ ).

mi-hauteur n'évolue pas de manière significative avec  $N_i$ . L'excès de pertes mesuré au pic à  $1,39 \mu\text{m}$  est de l'ordre de  $0,48 \text{ dB/cm}$  sur le spectre (non représenté sur la figure 3.23b) qui correspond à une fluence cumulée de  $6,4 \text{ kJ/cm}^2$ . L'atténuation finale atteint  $1,68 \text{ dB/cm}$  pour une fluence cumulée totale de  $6,72 \text{ kJ/cm}^2$  ( $0,32 \text{ kJ/cm}^2$  au cours de l'hypersensibilisation +  $6,4 \text{ kJ/cm}^2$  lors de la post-insolation). Après la dernière mesure, un second spectre (non représenté sur la figure) est enregistré environ 12 heures plus tard. La comparaison de ces deux spectres indique que pendant l'intervalle de temps séparant les deux mesures ( $\approx 12 \text{ h}$ ), la transmission de cette fibre n'a pas évolué de manière sensible.

**Influence des paramètres  $N_{pre}$  et  $F_i$  sur les excès de pertes formées dans la fibre SMF 28 hypersensibilisée ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ )** L'étude porte sur les fibres des séries  $A_1$ ,  $A_2$  et  $A_3$  (3.9). Les densités d'énergie choisies pour réaliser les post-insolations ont été fixées à  $80 \text{ mJ/cm}^2$  (série  $A_1$ ),  $160 \text{ mJ/cm}^2$  (série  $A_2$ ) et  $320 \text{ mJ/cm}^2$  (série  $A_3$ ).

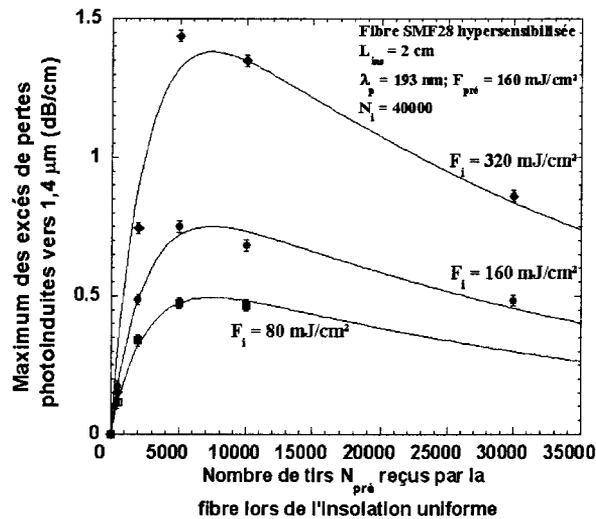


FIG. 3.24 – Évolution du maximum des excès de pertes (mesurées vers  $1,39 \mu\text{m}$ ) photo induites dans une fibre SMF 28 hypersensibilisée par une post-insolation ultraviolette ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) en fonction de  $N_{pre}$ .

L'allure des spectres d'excès de pertes enregistrés dans la gamme spectrale étudiée ne dépend ni de la valeur du nombre  $N_{pre}$  d'impulsions utilisées pour procéder aux insolations ni de la densité d'énergie par impulsion  $F_i$ . Pour un nombre  $N_i$  fixé ( $N_i = 40000$ ) d'impulsions incidentes sur la fibre, les excès de pertes varient selon les valeurs de  $N_{pre}$  et  $F_i$ . La figure 3.24 représente l'évolution de l'intensité des excès de pertes vers  $1,39 \mu\text{m}$  ( $N_i$  fixé égal à  $40000$ ) en fonction de  $N_{pre}$  et ceci pour les trois séries de fibres ( $A_1$ ,  $A_2$  et  $A_3$ ). Quelle que soit la densité d'énergie  $F_i$  ( $80 \text{ mJ/cm}^2 \leq F_i \leq 320 \text{ mJ/cm}^2$ ) utilisée pour insoler une fibre SMF 28 hypersensibilisée, l'intensité des excès de pertes évolue de façon non monotone en fonction de  $N_{pre}$ . L'allure de ces courbes est similaire à celles obtenues pour le gain en photosensibilité. Pour des valeurs de  $N_{pre}$  inférieures à  $5000$ , l'intensité des excès de pertes augmente avec  $N_{pre}$  et passe par un maximum. Puis, lorsque la valeur de  $N_{pre}$  est supérieure à  $5000$  l'intensité des excès de pertes diminue lentement.

### 3.7.1.3 Utilisation de la source de longueur d'onde $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ fonctionnant en régime impulsif ( $F_{pre} = F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ )

Les fibres retenues pour cette étude sont les fibres de la série B (tableau 3.9). Le spectre d'excès de pertes mesuré après l'hypersensibilisation par 20000 impulsions est présenté sur la figure 3.25a. En accord avec les observations présentées dans la section 2.5.1.3 du chapitre 2, l'insolation se traduit par des pertes en excès qui présentent une bande dont le pic d'atténuation se situe vers  $1,39 \mu\text{m}$ . L'excès de pertes mesuré à  $1,39 \mu\text{m}$  est de l'ordre de  $0,9 \text{ dB/cm}$ . Comme pour les insolutions réalisées avec le laser à ArF, aucune structure spectrale n'apparaît sur le spectre d'excès de pertes induit par insolation d'une portion de fibre non hypersensibilisée.

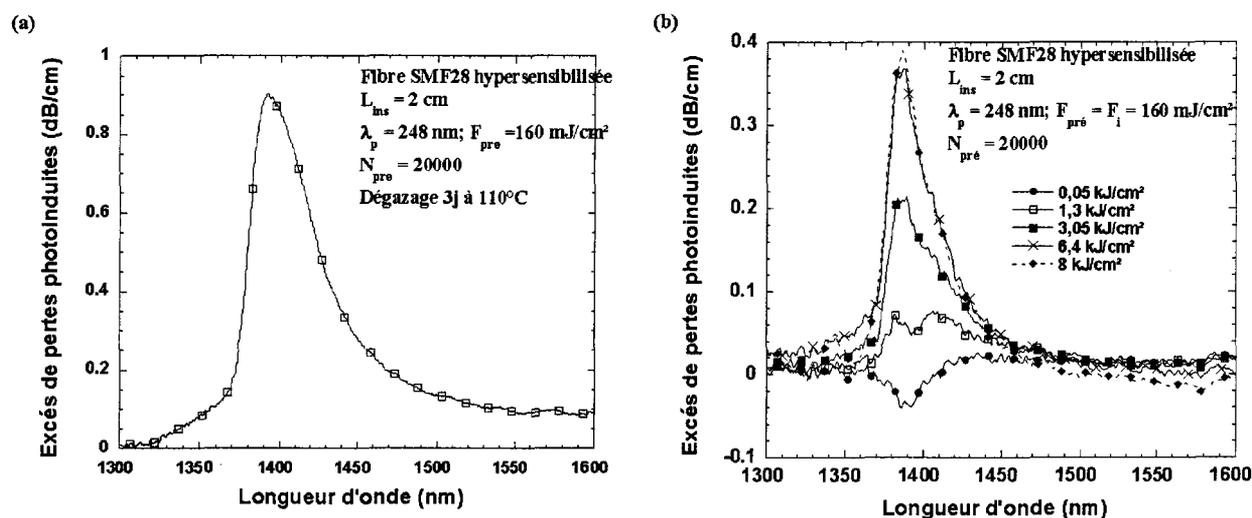


FIG. 3.25 – a) Spectre d'excès de pertes d'une fibre SMF 28 hypersensibilisée ( $N_{pre} = 20000$ ;  $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ). b) Évolution des excès de pertes photo induites dans une fibre SMF 28 hypersensibilisée ( $N_{pre} = 20000$ ) au cours d'une post-insolation ultraviolette ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ).

La portion de fibre hypersensibilisée ( $L_{ins} = 2 \text{ cm}$ ) a ensuite été uniformément post-insolée ( $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ). La fluence cumulée  $F_c$  a été limitée à  $8 \text{ kJ/cm}^2$ . La modulation d'indice de réfraction induite lors de l'inscription d'un réseau de Bragg dans une fibre SMF 28 hypersensibilisée dans ces conditions d'insolation est de l'ordre de  $10^{-3}$ . Des exemples de spectres d'excès de pertes sont présentés sur la figure 3.25b. Comme lors de l'utilisation du laser à ArF, l'insolation se traduit par une évolution des pertes en excès qui présentent une bande dont le pic d'atténuation principal se situe vers  $1,39 \mu\text{m}$  (pertes additives avec celles présentées sur la figure 3.25a). **Cependant, il faut souligner qu'il existe une différence dans ces évolutions en fonction du type de laser utilisé.** En effet, à la différence de nos observations effectuées lors des post-insolutions avec le laser à ArF, dans le cas du laser à KrF, l'intensité des pertes en excès vers  $1,39 \mu\text{m}$  évolue de façon non monotone avec le nombre d'impulsions  $N_i$  incidentes sur le coeur de la fibre hypersensibilisée. Pour une valeur de  $N_i < 2400$ , l'intensité des pertes en excès vers  $1,39 \mu\text{m}$  diminue puis pour  $N_i > 2400$  l'intensité croît de façon monotone. Cette croissance présente une nette tendance à la saturation lorsque l'insolation est prolongée au-delà de  $6,4 \text{ kJ/cm}^2$ .

L'excès de pertes mesuré au pic à  $1,39 \mu\text{m}$  est de l'ordre de  $0,38 \text{ dB/cm}$  sur le spectre qui correspond à une fluence cumulée de  $8 \text{ kJ/cm}^2$  (pertes additives avec celles portées sur la figure 3.25a). L'intensité finale des excès de pertes atteint  $1,28 \text{ dB/cm}$  pour une fluence cumulée totale de l'ordre de  $11,2 \text{ kJ/cm}^2$  ( $3,2$  au

cours de l'hypersensibilisation + 8 lors de la post-insolation). Par ailleurs, la position et la largeur du spectre mesurée à mi-hauteur n'évoluent pas de manière significative à mesure que l'insolation se prolonge.

Après la dernière mesure, un second spectre (non représenté sur la figure) est enregistré environ 12 heures plus tard. La comparaison de ces deux spectres indique que pendant l'intervalle de temps séparant les deux mesures ( $\approx 12$  h), la transmission de cette fibre n'a pas évolué de manière sensible.

**Influence du nombre  $N_{pre}$  d'impulsions reçues par la fibre SMF 28 lors du procédé d'hypersensibilisation UV (fibres de la série B)** Comme pour les insolutions avec le laser à ArF, l'allure des spectres d'excès de pertes enregistrés dans la gamme spectrale étudiée ne dépend pas de la valeur du nombre  $N_{pre}$  d'impulsions utilisées pour procéder aux insolutions. Pour un nombre  $N_i$  fixé ( $N_i = 50000$ ) d'impulsions incidentes sur la fibre, l'intensité du pic des excès de pertes vers  $1,39 \mu m$  croît de façon monotone en fonction de  $N_{pre}$  dans la gamme étudiée ( $N_{pre} \in [500 - 20000]$ ). Aucun optimum n'a donc été observé dans le cas de l'utilisation du laser à ArF. Cependant, il faut remarquer que la gamme d'impulsions  $N_{pre}$  retenue dans cette étude ne contient pas la valeur  $N_{pre} = 40000$  pour laquelle un optimum de photosensibilité a été mis en évidence ( $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ).

### 3.7.1.4 Étude de l'influence de la longueur d'onde du laser de pompe ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ , $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ )

Les figures 3.23b et 3.25b montrent des spectres d'excès de pertes enregistrés après des post-insolutions réalisées avec des lasers différents dans les mêmes conditions de fluence cumulée. L'allure des spectres d'excès de pertes enregistrés dans la gamme spectrale étudiée ne dépend pas du choix du laser utilisé pour procéder aux insolutions. Le tableau 3.10 rassemble quelques résultats caractéristiques obtenus dans différentes conditions d'insolation.

Conditions d'insolation	$F_c^{pre}$	$F_c^{inscription}$	Fluence cumulée totale $F_c$	$\Delta n_{mod}$	Excès de pertes vers $1,39 \mu m$
$\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ; $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$	0,32 kJ/cm <sup>2</sup>	6,4 kJ/cm <sup>2</sup>	<b>6,72 kJ/cm<sup>2</sup></b>	<b>1,0 10<sup>-3</sup></b>	1,20 + 0,48 = 1,68 dB/cm
$\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ; $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$	0,32 kJ/cm <sup>2</sup>	6,4 kJ/cm <sup>2</sup>	<b>6,72 kJ/cm<sup>2</sup></b>	1,1 10 <sup>-4</sup>	0,12 + 0,15 = 0,27 dB/cm
$\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ; $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$	6,4 kJ/cm <sup>2</sup>	9,6 kJ/cm <sup>2</sup>	16 kJ/cm <sup>2</sup>	<b>1,0 10<sup>-3</sup></b>	1,65 + 0,40 = 2,05 dB/cm

TAB. 3.10 – Récapitulatif des excès de pertes photo induits par l'insolation ultraviolette d'une fibre SMF 28 hypersensibilisée.

Pour une fluence cumulée totale égale à  $6,72 \text{ kJ/cm}^2$  ( $0,32 \text{ kJ/cm}^2$  lors de l'hypersensibilisation puis  $6,4 \text{ kJ/cm}^2$  lors de l'insolation) incidente sur la fibre, les excès de pertes varient selon la longueur d'onde du rayonnement utilisé. Ainsi par exemple, le niveau total des pertes en excès créées vers  $1,39 \mu m$  après la post-insolation effectuée au moyen du laser à ArF est environ 6 fois plus important (1,68 dB/cm) que celui relevé lorsque l'insolation est réalisée avec le laser à KrF (0,27 dB/cm). Les changements d'indice de réfraction induits dans ces conditions d'irradiance sont respectivement égaux à  $10^{-3}$  ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) et  $1,1 10^{-4}$  ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ).

Lorsque la modulation d'indice de réfraction induite par chaque laser est de l'ordre de  $\Delta n_{mod} \approx 10^{-3}$  (ou  $10^{-4}$ ), les niveaux d'excès de pertes photo induits lors de la post-insolation sont similaires. Par ailleurs,

le tableau montre qu'il n'existe pas de relation de proportionnalité entre le niveau des pertes vers  $1,39 \mu\text{m}$  photo induites lors de la post-insolation et l'amplitude de la modulation d'indice de réfraction.

La comparaison des niveaux de pertes en excès photo induites dans les fibres hypersensibilisées ou hydrogénées est présentée dans la première partie du chapitre 5.

### 3.7.2 Les excès de pertes dans le domaine $\{2000 \text{ cm}^{-1} - 4000 \text{ cm}^{-1}\}$

#### 3.7.2.1 Introduction

Dans cette section, les spectres d'excès de pertes enregistrés dans la gamme spectrale  $\{2000 \text{ cm}^{-1} - 4000 \text{ cm}^{-1}\}$  au cours des insulations des lames de préforme hypersensibilisées sont présentés sous forme de densité optique différentielle exprimée en dB. Les paramètres caractéristiques (longueur d'onde  $\lambda_p$  du laser, densité d'énergie par impulsion  $F_{pre}$  ou  $F_i$ , nombres d'impulsions  $N_{pre}$  ou  $N_i$ ) des insulations réalisées dans des lames de préforme sont rassemblées dans la table 3.11. Dans ce tableau figurent aussi les amplitudes de modulation d'indice mesurées dans une fibre SMF 28 dans les conditions correspondantes d'irradiance. Chaque enregistrement de la transmission des lames de préforme est effectué quelques secondes après occultation du laser UV. L'épaisseur des échantillons est égale à  $200 \mu\text{m}$ . L'éclairement du spot incident sur la lame de préforme est sensiblement uniforme. Quelles que soient les conditions expérimentales utilisées dans la suite, le rapport signal sur bruit du spectre de transmission reste supérieur à 20 sur toute la gamme spectrale étudiée.

$\lambda_p$	Densité d'énergie par impulsion ( $F_{pre} = F_i$ )	$N_{pre}$	Conditions de dégazage	$N_i$	Épaisseur	$\Delta n_{mod}$ Fibre SMF 28
193 nm	160 mJ/cm <sup>2</sup>	500, 2000, 5000	5 jours à 110°C	50 000	200 $\mu\text{m}$	$\approx 10^{-3}$
248 nm	160 mJ/cm <sup>2</sup>	500, 2000	5 jours à 110°C	60 000	200 $\mu\text{m}$	$< 10^{-3}$

TAB. 3.11 – Caractéristiques des insulations réalisées dans le coeur des lames de préforme hypersensibilisées.

#### 3.7.2.2 Insolation du coeur d'une lame de préforme USTL hypersensibilisée réalisée au moyen de la source de longueur d'onde $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ fonctionnant en régime impulsif

Une lame de préforme USTL préalablement hydrogénée a été insolée par  $N_{pre} = 2000$  impulsions issues d'un laser à ArF. Le dégazage a ensuite été accéléré en plaçant la lame dans un four à 110°C durant 5 jours. Le spectre de densité optique différentielle mesuré après l'hypersensibilisation est représenté sur la figure 3.26a. Ce spectre présente un aspect similaire aux spectres de la figure 2.10a du chapitre 2. Comme le montre cette figure, l'insolation se traduit par des pertes en excès qui présentent deux bandes centrées vers  $2180 \text{ cm}^{-1}$  et  $3600 \text{ cm}^{-1}$ . Les densités optiques différentielles mesurées à  $2180 \text{ cm}^{-1}$  et  $3600 \text{ cm}^{-1}$  sont respectivement de l'ordre de 0,05 dB et 0,39 dB. Le spectre de densité optique différentielle induit par insolation ( $F_c = 3,2 \text{ kJ/cm}^2$ ) d'une zone de la lame non hypersensibilisée a tout d'abord été enregistré. Ce spectre ne présente aucune structure spectrale.

La zone hypersensibilisée a ensuite été uniformément insolée ( $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ). La fluence cumulée  $F_c$  reçue au cours de l'insolation par la lame de préforme hypersensibilisée constitue le paramètre de l'étude (référence : le spectre de la figure 3.26a) ; elle a été limitée à  $6,8 \text{ kJ/cm}^2$ . Les spectres de densité optique

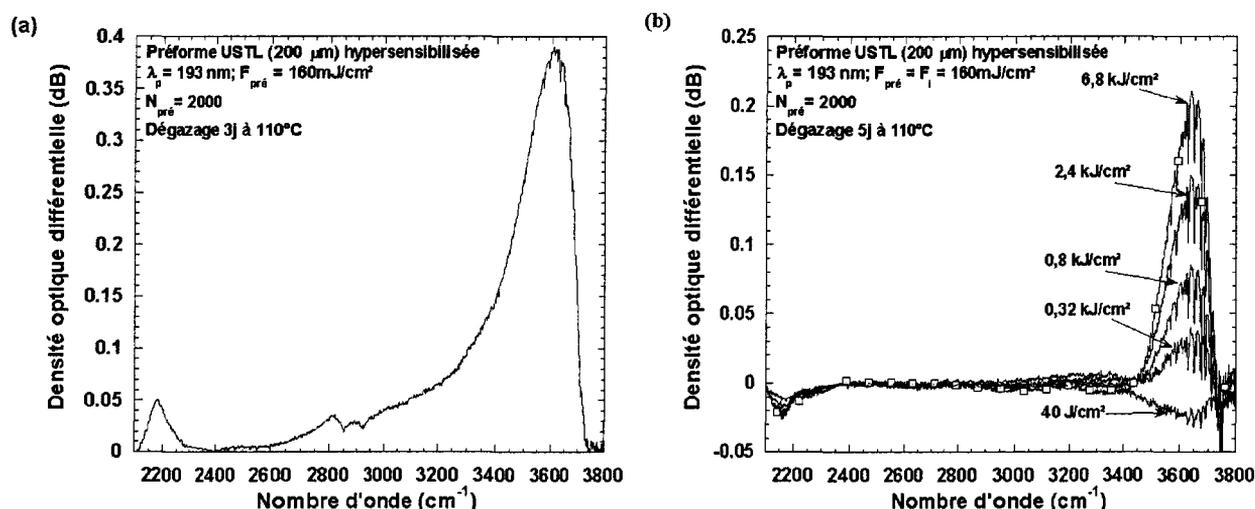


FIG. 3.26 – a) Spectre de densité optique différentielle d'une lame de préforme USTL après hypersensibilisation ( $N_{\text{pré}} = 2000$ ;  $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ). b) Évolution de la densité optique différentielle photo induite dans le cœur d'une lame de préforme USTL hypersensibilisée au cours d'une post-insolation ultraviolette ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ).

différentielle résultant de l'insolation sont tracés sur la figure 3.26b. L'insolation se traduit par des modifications spectrales structurées en bandes vers  $2180 \text{ cm}^{-1}$  et  $3640 \text{ cm}^{-1}$ . Aucune modification significative du spectre n'est observée vers  $3300 \text{ cm}^{-1}$ .

L'évolution de la densité optique différentielle mesurée à  $3640 \text{ cm}^{-1}$  est non monotone en fonction de  $N_i$ . En effet, pour une valeur de  $F_c$  inférieure à  $40 \text{ J/cm}^2$ , la densité optique différentielle diminue sensiblement puis pour  $F_c > 40 \text{ J/cm}^2$ , elle augmente de façon monotone sans tendance à la saturation pour des insolutions prolongées jusque 42500 tirs ( $F_c = 6,8 \text{ kJ/cm}^2$ ). La densité optique différentielle mesurée à  $3640 \text{ cm}^{-1}$  est de l'ordre de  $-0,025 \text{ dB}$  sur le spectre qui correspond à une fluence cumulée de  $40 \text{ J/cm}^2$ . Elle atteint  $0,20 \text{ dB}$  lorsque la fluence cumulée est égale à  $6,8 \text{ kJ/cm}^2$ . L'atténuation différentielle mesurée à  $2180 \text{ cm}^{-1}$  est monotone décroissante en fonction de  $N_i$ . Elle atteint une valeur de l'ordre de  $-0,026 \text{ dB}$  pour une fluence cumulée de  $6,8 \text{ kJ/cm}^2$  (valeur qui peut être comparée à la densité différentielle de  $0,05 \text{ dB}$  créée par l'hypersensibilisation). Le blanchiment de l'atténuation provoquée par cette bande n'est donc que partiel. Au cours des insolutions, la position du maximum de la bande d'absorption située vers  $2180 \text{ cm}^{-1}$  évolue. Le maximum de cette bande pointe vers  $2174 \text{ cm}^{-1}$  au début de l'insolation et se déplace vers  $2160 \text{ cm}^{-1}$  à mesure que l'insolation se prolonge. La position de la bande située vers  $3640 \text{ cm}^{-1}$  n'évolue pas de manière significative au cours de l'insolation. Par ailleurs, les largeurs des bandes observées n'évoluent pas de manière significative avec le nombre  $N_i$  d'impulsions incidentes.

**Influence du nombre d'impulsions  $N_{\text{pré}}$  utilisées pour réaliser l'hypersensibilisation** La pré-insolation a été réalisée dans trois conditions différentes :  $N_{\text{pré}} = 500$ ,  $2000$  et  $5000$ . L'allure des spectres enregistrés dans la gamme spectrale étudiée ne dépend pas de  $N_{\text{pré}}$ . Pour un nombre fixé d'impulsions incidentes ( $N_i = 40000$ ) sur les échantillons, la densité optique différentielle mesurée vers  $3640 \text{ cm}^{-1}$  augmente de façon non monotone avec la valeur de  $N_{\text{pré}}$ . En effet, l'intensité maximale de la bande attribuée aux espèces T-OH est de l'ordre de  $0,20 \text{ dB}$  lorsque  $N_{\text{pré}} = 2000$  alors qu'elle est égale à  $0,14 \text{ dB}$  lorsque  $N_{\text{pré}} =$

5000 ou 500. Par ailleurs, l'évolution de la densité optique différentielle mesurée à  $2180\text{ cm}^{-1}$  est monotone décroissante en fonction de la valeur de  $N_{pre}$ . Elle atteint  $-0,028\text{ dB}$  lorsque  $N_{pre} = 5000$ .

### 3.7.2.3 Insolation du coeur d'une lame de préforme USTL hypersensibilisée réalisée au moyen de la source de longueur d'onde $\lambda_p = 248\text{ nm}$ fonctionnant en régime impulsif

Une lame de préforme USTL préalablement hydrogénée a été insolée par un nombre  $N_{pre}$  d'impulsions issues d'un laser à KrF. Les nombres d'impulsions choisies étaient égaux à 500 et 2000. Il est important de noter que ces valeurs sont inférieures à la valeur de  $N_{pre}$  permettant de mettre en évidence un optimum de photosensibilité dans les fibres SMF 28 hypersensibilisées avec le laser à KrF ( $N_{pre} = 40000$ ,  $F_i = 160\text{ mJ/cm}^2$ ). Le dégazage a été accéléré en plaçant la lame dans un four à  $110^\circ\text{C}$  durant 5 jours. Les spectres de densité optique différentielle mesurés après l'hypersensibilisation par 2000 impulsions est présenté sur la figure 3.27a. L'allure des spectres est similaire à celle des spectres présentés dans le paragraphe précédent.

Le spectre de densité optique différentielle induit par insolation d'une zone de la lame non hypersensibilisée a ainsi été enregistré. La fluence cumulée totale reçue par la lame a été limitée à  $3,2\text{ kJ/cm}^2$ . Aucune structure spectrale n'apparaît sur cet enregistrement.

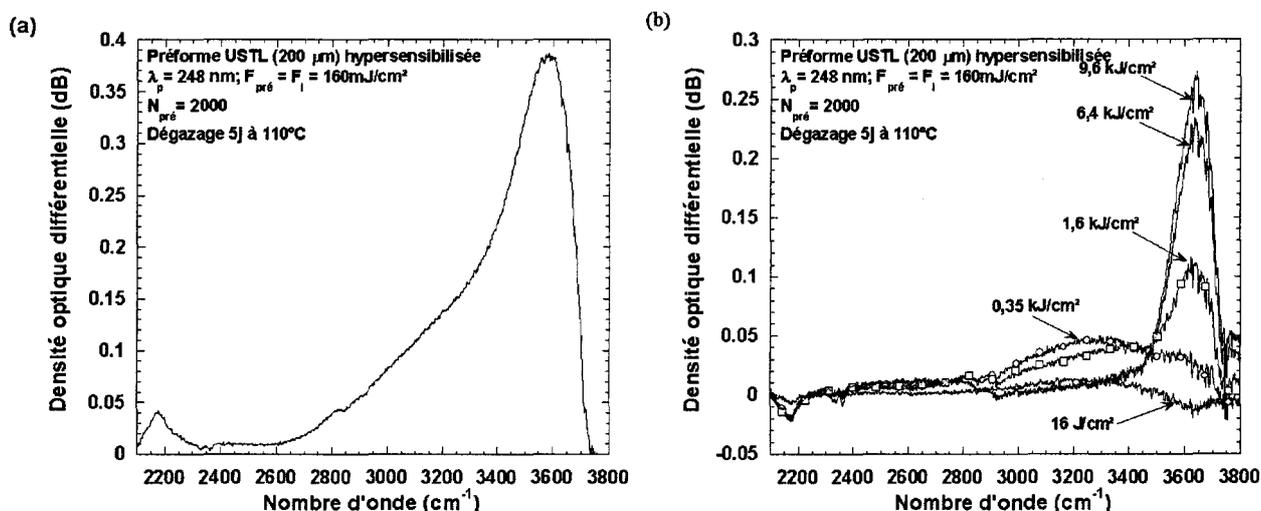


FIG. 3.27 – a) Spectre de densité optique différentielle d'une lame de préforme USTL hypersensibilisée ( $N_{pre} = 2000$ ;  $\lambda_p = 248\text{ nm}$ ). b) Évolution de la densité optique différentielle photo induite dans le coeur d'une lame de préforme USTL hypersensibilisée au cours d'une insolation ultraviolette ( $N_{pre} = 2000$ ;  $\lambda_p = 248\text{ nm}$ ).

La zone hypersensibilisée a ensuite été uniformément post-insolée avec une densité d'énergie par impulsion égale à  $160\text{ mJ/cm}^2$ . La fluence cumulée  $F_c$  reçue au cours de la post-insolation par la lame de préforme hypersensibilisée constitue le paramètre de l'étude; elle a été limitée à  $9,6\text{ kJ/cm}^2$ . La figure 3.27b montre des exemples de spectres de densité optique différentielle (en référence au spectre correspondant de la figure 3.27a) enregistrés au cours de l'insolation. L'insolation se traduit par des modifications spectrales qui présentent deux bandes vers  $2180\text{ cm}^{-1}$  et  $3640\text{ cm}^{-1}$  mais aussi vers  $3300\text{ cm}^{-1}$ .

Comme dans le cas du laser à ArF, l'évolution de la densité optique différentielle mesurée vers  $3640\text{ cm}^{-1}$  est non monotone en fonction de  $N_i$ . En effet, pour une valeur de  $F_c$  inférieure à  $0,16\text{ kJ/cm}^2$ , la densité

optique différentielle diminue sensiblement puis, pour  $F_c > 0,16 \text{ kJ/cm}^2$ , augmente de façon monotone pour des insulations prolongées jusque  $F_c = 9,6 \text{ kJ/cm}^2$ . Par ailleurs, la densité optique différentielle mesurée vers  $3300 \text{ cm}^{-1}$  présente un maximum pour une fluence cumulée de  $0,35 \text{ kJ/cm}^2$  puis décroît avec  $N_i$ . L'atténuation différentielle mesurée à  $2180 \text{ cm}^{-1}$  est monotone décroissante en fonction de  $N_i$  et montre une nette tendance à la saturation pour  $F_c > 0,8 \text{ kJ/cm}^2$ . Elle atteint une valeur de l'ordre de  $-0,021 \text{ dB}$  pour une fluence cumulée égale à  $9,6 \text{ kJ/cm}^2$ . Le blanchiment de l'atténuation provoquée par cette bande n'est donc que partiel ( $\Delta D_{init}(2180 \text{ cm}^{-1}) = 0,04 \text{ dB}$ ).

Au cours des insulations, la position du maximum des bandes d'absorption situées vers  $2180 \text{ cm}^{-1}$  et  $3640 \text{ cm}^{-1}$  n'évolue pas. Par ailleurs, les largeurs (mesurées à mi-hauteur) des bandes observées n'évoluent pas de manière significative avec le nombre  $N_i$  d'impulsions incidentes.

### 3.7.2.4 Étude de l'influence de la longueur d'onde du laser de pompe utilisée pour réaliser des insulations dans des lames de préforme USTL hydrogénées

Les figures 3.26b et 3.27b montre les spectres de densité optique différentielle enregistrés en utilisant les lasers à KrF ou à ArF dans les mêmes conditions d'irradiance. Le paramètre de l'étude est donc la longueur d'onde  $\lambda_p$  du rayonnement incident sur les échantillons lors des insulations ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$  ou  $193 \text{ nm}$ ). A titre comparatif, nous avons rassemblé dans la table 3.12, les caractéristiques (longueur d'onde  $\lambda_p$  du laser, densité d'énergie par impulsion  $F_i$  et fluence cumulée  $F_c$ ) des insulations réalisées dans les lames de préforme ainsi que les densités optiques différentielles photo induites dans ces conditions. Dans ce tableau figurent aussi les amplitudes de modulation d'indice mesurées dans une fibre SMF 28 dans les mêmes conditions d'irradiance. Les résultats rassemblés dans ce tableau montrent qu'il n'existe pas de corrélation directe entre les densités optiques différentielles attribuées aux espèces hydrogénées (hydroxyles et hydrures) et l'amplitude de la modulation d'indice de réfraction.

Conditions d'insolation ( $\lambda_p$ et $F_{pre} = F_i$ )	Fluence cumulée reçue lors de l'hypersensibilisation $F_c^{pre}$	Fluence cumulée reçue lors de la post-insolation $F_c$	Densité optique différentielle finale vers $3640 \text{ cm}^{-1}$ (hypersensibilisation + post-insolation)	Densité optique différentielle finale vers $2180 \text{ cm}^{-1}$ (hypersensibilisation + post-insolation)	$\Delta n_{mod}$
193 nm ; 160 mJ/cm <sup>2</sup>	0,32 kJ/cm <sup>2</sup>	6,4 kJ/cm <sup>2</sup>	0,39 + 0,2 = 0,59 dB	0,05 - 0,026 = 0,024 dB	$\approx 10^{-3}$
248 nm ; 160 mJ/cm <sup>2</sup>	0,32 kJ/cm <sup>2</sup>	6,4 kJ/cm <sup>2</sup>	0,39 + 0,22 = 0,61 dB	0,04 - 0,021 = 0,019 dB	$\approx 1,3 \cdot 10^{-4}$

TAB. 3.12 – Récapitulatif des niveaux de densités optiques différentielles photo induits par des insulations ultraviolettes d'une lame de préforme USTL hypersensibilisée.

Comme le montre les figures précédentes, l'allure des spectres enregistrés dans la gamme spectrale  $\{2000 \text{ cm}^{-1} - 4000 \text{ cm}^{-1}\}$  dépend du choix du laser utilisé pour procéder aux insulations. Pour des fluences cumulées équivalentes incidentes ( $F_c^{pre} = 0,32 \text{ kJ/cm}^2$  et  $F_c = 6,4 \text{ kJ/cm}^2$ ) sur la lame de préforme, les densités optiques différentielles sont similaires quelle que soit la longueur d'onde du rayonnement utilisé. Cependant, les coefficients d'absorption des lames de préforme hypersensibilisées pour les radiations des deux lasers de pompe ne sont pas connus précisément et sont probablement différents. De ce fait, il n'est pas possible de comparer directement les atténuations induites par les deux lasers utilisés.

### 3.7.3 Les excès de pertes dans l'UV et l'UV du vide

#### 3.7.3.1 Introduction

Le schéma du montage expérimental utilisé pour mesurer l'évolution des spectres sous l'effet d'une insolation ultraviolette est décrit dans le chapitre 1. Chaque enregistrement de la transmission des lames de préforme est effectué 3 minutes après occultation du faisceau laser UV. Les résultats des mesures sont présentés sous la forme de densité optique ou de sa différentielle exprimée en dB. Les caractéristiques (longueur d'onde du laser  $\lambda_p$ , densité d'énergie par impulsion  $F_i$ , nombre d'impulsions  $N_i$ , épaisseur des échantillons) des insolutions réalisées dans des lames de préforme sont rassemblées dans la table 3.13. Dans ce tableau figurent aussi les amplitudes de modulation d'indice mesurées dans une fibre SMF 28 dans les conditions énoncées d'irradiance.

$\lambda_p$	$N_{pre}$	$F_{pre}$	Conditions de dégazage	$F_i$	$N_i$	épaisseur	$\Delta n_{mod}$
193 nm	2000	160 mJ/cm <sup>2</sup>	3 jours à 20°C	160 mJ/cm <sup>2</sup>	50 000	30 $\mu m$	1 10 <sup>-3</sup>
193 nm	2000	60 mJ/cm <sup>2</sup>	3 jours à 20°C	60, 120, 160, 220 mJ/cm <sup>2</sup>	30 000	30 $\mu m$	–
248 nm	40000	40 mJ/cm <sup>2</sup>	1 mois à 20°C	160 mJ/cm <sup>2</sup>	40 000	50 $\mu m$	6 10 <sup>-4</sup>

TAB. 3.13 – Caractéristiques des insolutions réalisées dans le coeur des lames de préformes USTL hydrogénées au moyen d'un laser à ArF ou à KrF.

#### 3.7.3.2 Insolation par la source ArF du coeur d'une lame de préforme USTL hypersensibilisée

Une partie du coeur d'une lame de préforme USTL, d'épaisseur égale à 30  $\mu m$ , préalablement hydrogénée a été insolée par  $N_{pre} = 2000$  impulsions issues d'un laser à ArF. L'insolation de la lame a été achevée dans la demi-heure qui a suivi sa sortie de l'enceinte contenant l'hydrogène. Le dégazage a été effectué en plaçant la lame à température et atmosphère ambiantes durant 3 jours.

Nous avons réalisé deux types d'insolation et enregistré les spectres correspondants : le spectre de densité optique différentielle créé par une insolation uniforme réalisée sur la partie du coeur hypersensibilisée, ou le spectre formé par une insolation effectuée sur une partie du coeur non hypersensibilisée. La densité d'énergie par impulsion utilisée pour effectuer l'hypersensibilisation et l'insolation a été fixée à 160 mJ/cm<sup>2</sup>. La fluence cumulée  $F_c$  reçue au cours de la post-insolation par la lame de préforme hypersensibilisée constitue le paramètre de l'étude ; elle a été limitée à 8 kJ/cm<sup>2</sup>. La modulation d'indice de réfraction induite dans une fibre SMF 28 lors de l'inscription de réseaux de Bragg dans des conditions similaires d'insolation ( $N_{pre}$ ,  $F_i$ ,  $F_c$ ) est de l'ordre de 10<sup>-3</sup>.

Le spectre d'atténuation typique du coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée ( $P = 140$  atm) non insolée est présenté en trait plein sur la figure 3.28a. Le spectre mesuré après l'hypersensibilisation est aussi présenté sur cette figure (spectre en trait plein avec les cercles vides). Ce spectre est similaire aux spectres correspondants présentés sur la figure 2.14a du chapitre 2. Les autres symboles correspondent à des exemples de spectres d'atténuation enregistrés au cours de l'insolation de la préforme hypersensibilisée.

L'insolation de la lame de préforme hypersensibilisée provoque une augmentation de la densité optique dans une grande partie de la gamme spectrale étudiée. Les spectres laissent apparaître une bande dont le pic se situe vers 6,2 eV. Les spectres sont marqués par la présence de l'aile d'une bande dont le pic se situe au-delà de 7 eV. Dans la plus grande partie de la zone spectrale étudiée ( $E > 4,8$  eV), la densité

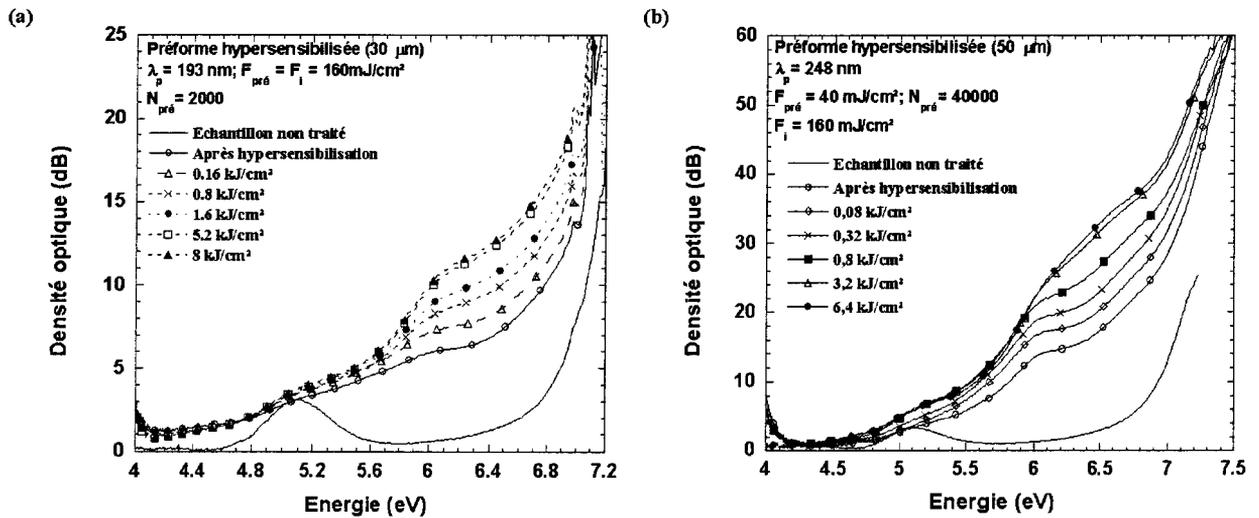


FIG. 3.28 – a) Évolution de la densité optique du coeur d'une lame de préforme USTL ( $e = 30 \mu\text{m}$ ) hypersensibilisée au cours d'une insolation ultraviolette ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ;  $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ). b) Évolution de la densité optique du coeur d'une lame de préforme USTL ( $e = 50 \mu\text{m}$ ) hypersensibilisée au cours d'une insolation ultraviolette ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ;  $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ).

optique augmente de façon monotone avec la fluence cumulée  $F_c$  reçue par la lame. La croissance de la densité optique, rapide au début de l'insolation, montre une nette tendance à la saturation lorsque la fluence cumulée atteint  $5,2 \text{ kJ/cm}^2$ . Cependant, l'évolution des pertes spectrales situées en-deçà de  $4,6 \text{ eV}$  fait exception à ces observations. En effet, la densité optique mesurée dans cette région spectrale diminue de façon monotone lorsque la fluence cumulée croît de 0 à  $5,2 \text{ kJ/cm}^2$ . La densité optique mesurée vers  $4,2 \text{ eV}$  atteint la valeur de  $1,2 \text{ dB}$  après l'hypersensibilisation puis diminue faiblement pour atteindre  $0,9 \text{ dB}$  lorsque  $F_c = 5,2 \text{ kJ/cm}^2$ .

La tendance à la saturation observée  $F_c > 5,2 \text{ kJ/cm}^2$  dans toute la gamme spectrale étudiée peut avoir des origines diverses. Par exemple, lorsque la densité optique atteint  $20 \text{ dB}$ , l'évolution du niveau de densité optique n'est plus significative devant le rapport signal sur bruit. La saturation résulte alors d'un manque de sensibilité. Cependant, dans la plus grande partie de la gamme spectrale étudiée, la tendance à la saturation est effective (le rapport signal sur bruit reste supérieur à 10). L'origine de cette saturation est discutée dans la seconde partie du chapitre 5.

Après la dernière mesure, un second spectre est enregistré environ 18 heures plus tard (non représenté sur la figure). La comparaison de ces deux spectres indique que pendant l'intervalle de temps séparant les deux mesures ( $\approx 18 \text{ h}$ ), la densité optique de cette lame de préforme n'a pas évolué de manière sensible dans la gamme spectrale étudiée.

**Influence de la densité d'énergie par impulsion  $F_i$  utilisée pour insoler une lame de préforme USTL hypersensibilisée** La figure 3.29a montre des spectres d'atténuation enregistrés après insolation d'une lame de préforme hypersensibilisée ( $N_{pre} = 2000$ ,  $F_{pre} = 60 \text{ mJ/cm}^2$ ) par  $N_i = 30000$  impulsions incidentes pour des valeurs croissantes des densités d'énergie. Les densités d'énergie par impulsion choisies sont égales à  $60$ ,  $120$ ,  $160$  ou  $220 \text{ mJ/cm}^2$ .

L'allure des spectres d'atténuation enregistrés dans la gamme spectrale étudiée ne dépend pas de la

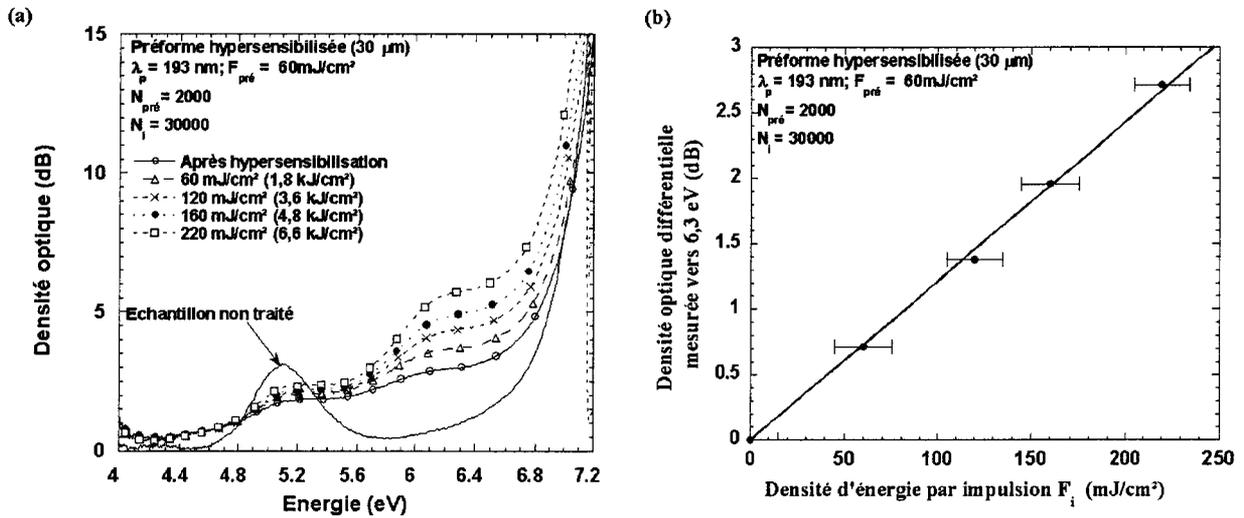


FIG. 3.29 – a) Évolution de la densité optique du coeur d'une lame de préforme USTL hypersensibilisée ( $e = 30 \mu\text{m}$ ) en fonction de  $F_i$  ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ). b) Évolution de la densité optique différentielle mesurée à 6,3 eV en fonction de  $F_i$ .

densité d'énergie par impulsion utilisée pour procéder aux insulations. Les niveaux d'atténuation (en dB) varient avec la densité d'énergie de façon différente selon la zone spectrale. Le niveau d'atténuation au-delà de 5 eV croît de façon monotone avec la densité d'énergie par impulsion incidente sur le coeur des lames de préforme. L'atténuation différentielle (due à l'insolation) mesurée vers 6,3 eV est représentée sur la figure 3.29b en fonction de la densité d'énergie par impulsion  $F_i$ . Cette quantité croît linéairement en fonction de la densité d'énergie par impulsion  $F_i$  du rayonnement ultraviolet ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) alors que le niveau d'atténuation en-deçà de 4,8 eV semble peu sensible à la variation de  $F_i$ .

### 3.7.3.3 Insolation du coeur d'une lame de préforme USTL hypersensibilisée par la source de longueur d'onde $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ fonctionnant en régime impulsionnel

Le spectre d'atténuation typique du coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée ( $P = 140 \text{ atm}$ ) non insolée est présenté en trait plein sur la figure 3.28b. La lame de préforme USTL, d'épaisseur égale à  $50 \mu\text{m}$ , a été insolée par  $N_{pre} = 40000$  impulsions issues d'un laser à KrF ( $F_i = 40 \text{ mJ/cm}^2$ ). Le dégazage a été accéléré en plaçant la lame à température et atmosphère ambiantes durant 1 mois. Le spectre mesuré après l'hypersensibilisation est aussi présenté sur cette figure (spectre en trait plein avec les cercles vides). L'allure de ce spectre est similaire à celle des spectres présentés sur la figure 2.15a dans le chapitre 2.

Les spectres de densité optique différentielle induits par l'insolation d'une zone de la lame hypersensibilisée ont ainsi été enregistrés et sont représentés sur la figure 3.28b par les autres symboles. La fluence cumulée  $F_c$  reçue par la lame a été limitée à  $6,4 \text{ kJ/cm}^2$  ( $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ). Comme dans le cas du laser à ArF, l'insolation par le laser à KrF de la lame de préforme hypersensibilisée provoque une augmentation de la densité optique dans une grande partie de la gamme spectrale étudiée. L'allure des spectres est similaire à celle des spectres de la figure 3.28a : structure de bande vers 6,3 eV et présence de l'aile d'une bande centrée au-delà de 7 eV. La croissance de la densité optique est rapide au début de l'insolation puis montre une tendance à la saturation lorsque la fluence cumulée atteint  $3,2 \text{ kJ/cm}^2$ . Cette tendance peut avoir des

origines diverses. Par exemple, lorsque la densité optique atteint 40 dB, l'évolution du niveau de densité optique n'est plus significative devant le rapport signal sur bruit. La saturation résulte alors d'un manque de sensibilité (le rapport signal sur bruit devient inférieur à 5).

#### **3.7.3.4 Problème soulevé par une comparaison des atténuations induites lors d'insolations réalisées dans des lames de préforme USTL hypersensibilisées par les différents lasers.**

Il n'est pas possible de comparer les spectres photo induits soit avec le laser à ArF soit avec le laser à KrF puisque d'une part les épaisseurs des deux lames hypersensibilisées puis insolées par les deux lasers sont différentes.

D'autre part, il est difficile de donner une signification quantitative à une comparaison des spectres d'atténuation formés dans les lames hypersensibilisées par insolation avec les différents lasers de pompe. En effet, l'atténuation linéaire du verre germanosilicate à la longueur d'onde des lasers de pompe est environ trois fois plus importante dans le cas d'une hypersensibilisation réalisée avec le laser à ArF (6,4 dB à 6,3 eV) qu'avec le laser à KrF (2 dB à 5,1 eV). Dans ces conditions d'insolation ( $N_i = 2000$ ;  $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ) et dans l'hypothèse où l'absorption reste linéaire, le faisceau UV provenant du laser à KrF pénètre dans l'échantillon sur une épaisseur trois fois plus importante que dans le cas du laser à ArF. En raison de l'épaisseur significative ( $e = 30 \mu\text{m}$  ou  $50 \mu\text{m}$ ) des lames, on peut donc soupçonner que seule une partie de l'épaisseur des échantillons contribue à la formation de l'atténuation et que ce paramètre dépend de la longueur d'onde du laser de pompe. De ce fait, l'épaisseur effective de l'échantillon à  $\lambda_p = 193 \text{ nm}$  est sur-estimée par rapport à celle correspondant à  $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ . Ce problème est discuté plus en détail dans la seconde partie du chapitre 5.

## Chapitre 4

# Étude de la photosensibilité des verres germanosilicates sensibilisés par chargement en espèces hydroxyles



Étude des variations d'indice photo induites  
dans une fibre SMF 28 sensibilisée par  
chargement en espèces hydroxyles

## 4.1 Préambule

En 2000, M. Fokine et al. [24] ont découvert un nouveau procédé de sensibilisation permanente d'une fibre germanosilicate. La méthode consiste à charger la fibre par de l'hydrogène moléculaire ( $P = 105 \text{ atm}$ ), puis à élever sa température à  $1000^\circ\text{C}$  pendant un court instant ( $\simeq 1 \text{ s}$ ) en utilisant soit un four, soit une irradiation par un laser à  $\text{CO}_2$ . La fibre est placée ensuite à température et pression ambiante pendant 15 jours si bien que, après ce délai, la pression résiduelle d'hydrogène dans la fibre est voisine de zéro. Le point original de la méthode porte sur le fait que d'une part la fibre reste plus photosensible qu'une fibre vierge ( $\Delta n_{\text{mod}} \approx 10^{-3}$ ) après déshydrogénation complète. Le gain en photosensibilité présente un maximum en fonction de la durée de l'élévation de température à  $1000^\circ\text{C}$  subie par la fibre. D'autre part, la cinétique de formation d'un réseau de Bragg écrit au moyen d'un laser pulsé ( $\lambda_p = 242 \text{ nm}$ ;  $30 \text{ Hz}$ ;  $100 \text{ mJ/cm}^2$ ) dans une fibre ainsi préparée est significativement plus rapide que celle correspondant à l'inscription d'un réseau dans une fibre hydrogénée (toutes les autres conditions étant fixées). Cependant, la valeur à saturation de l'indice de modulation photo induit s'avère plus faible que dans le cas des réseaux inscrits dans des fibres hydrogénées.

En outre, l'élévation rapide de température à  $1000^\circ\text{C}$  en présence d'hydrogène conduit à la formation massive d'espèces hydroxyles (donc de pertes en excès vers  $1,5 \mu\text{m}$ ) d'où le nom donné à cette méthode : "OH-flooding" et en français "chargement en hydroxyles" [24, 66]. Comme nous le montrons dans la suite, la mise en oeuvre de cette méthode s'accompagne d'une élévation de l'indice moyen de la fibre. L'évolution de l'intensité des excès de pertes formés vers  $1,39 \mu\text{m}$  en fonction de la durée de l'élévation thermique est corrélée 1) à celle du gain en photosensibilité et 2) à celle de la marche d'indice moyen.

Le procédé de chargement en hydroxyles présente aussi la propriété d'augmenter la photosensibilité de fibres en silice pure [25]. L'insolation de la fibre en silice pure, ainsi traitée, par une radiation issue d'un laser de longueur d'onde  $193 \text{ nm}$  provoque une variation de l'indice de réfraction supérieure à  $5 \cdot 10^{-4}$  sans que la saturation de la photosensibilité ne soit atteinte. Cette nouvelle méthode de photosensibilisation ouvre donc la possibilité d'inscrire des composants à réseaux de Bragg dans les fibres fabriquées par assemblage de cylindres de silice pure (telles que les fibres à bande interdite par exemple) ou dans des guides planaires germanosilicates.

Dans la suite, nous présentons une contribution à l'étude du phénomène d'augmentation de la photosensibilité de fibres germanosilicates sous l'effet d'un chargement en hydroxyles. Devant la multiplicité des paramètres de l'étude, nous avons limité nos expériences à la sensibilisation d'une fibre standard SMF 28. Les inscriptions de réseaux dans la fibre sensibilisée ont été réalisées soit avec un laser à ArF ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) soit avec un laser à KrF ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ).

Tout d'abord, nous nous sommes proposé 1) de déterminer les conditions expérimentales qui conduisent à un gain maximum de photosensibilité et 2) de façon plus originale d'estimer la permanence du procédé. Nous avons ensuite cherché à étudier la stabilité de réseaux écrits dans des fibres sensibilisées. En effet, à notre connaissance, aucun résultat relatif à des mesures portant sur la stabilité de la réflectivité ou de la longueur d'onde de Bragg de tels réseaux n'avait été publié avant notre étude. Comme dans le cas de l'hypersensibilisation par UV, notre approche a consisté à comparer les cinétiques de destruction des variations d'indice ( $\Delta n_{\text{moy}}$  et  $\Delta n_{\text{mod}}$ ) de réseaux qui diffèrent par le paramètre de l'étude : la longueur d'onde  $\lambda_p$  ( $248 \text{ nm}$  ou  $193 \text{ nm}$ ) du laser utilisé pour procéder à l'inscription.

“OH-flooding”	Paramètres des études	Conclusion des études	Références	Notre étude
Optimisation du procédé	• $\Delta t_\theta$	• $\Delta t_\theta \in [1s - 23s]$ ; $\theta \approx 1000^\circ C$	• [24, 66]	• $\Delta t_{950^\circ C} \in [1s - 30s]$ à $950^\circ C$
Cinétiques de croissance des variations d'indice	• $\lambda_p$  • $F_i$	• <b>Fibre SMF 28 :</b> $\Delta n_{mod} = 10^{-3}$ après $N_i = 20000 \text{ tirs}$ ; $F_i = 100 \text{ mJ/cm}^2$ ; $\lambda_p = 242 \text{ nm}$ La cinétique d'inscription est plus rapide mais la valeur à saturation est plus faible que dans le cas des fibres hydrogénées. • <b>Fibre en silice pure :</b> $\Delta n_{mod} = 5.10^{-4}$ après $N_i = 150000 \text{ tirs}$ ; $F_i = 300 \text{ mJ/cm}^2$ ; $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ •	• [24, 25, 66]	• $\lambda_p = 193 \text{ nm ou } 248 \text{ nm}$  • $F_i \in [40 \text{ mJ/cm}^2 - 230 \text{ mJ/cm}^2]$
Stabilité thermique du procédé (Recuits avant l'inscription de réseaux)	• $\lambda_p$ • $\theta$	• •	• •	• $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ • $\theta \in [100^\circ C - 800^\circ C]$
Stabilité thermique des variations d'indice	• $\lambda_p$	•	•	• $\lambda_p = 193 \text{ nm ou } 248 \text{ nm}$

TAB. 4.1 – Principaux résultats expérimentaux déduits de l'examen qualitatif des cinétiques de photo inscription et des courbes de destruction thermique des réseaux inscrits dans des fibres germanosilicates sensibilisées thermiquement.

Le tableau 4.1 rassemble les principaux résultats obtenus par nos prédécesseurs concernant la photo inscription et la stabilité de variations d'indice de réfraction photo induites dans des fibres germanosilicates ainsi que dans les verres de silice pure ayant été sensibilisés par la méthode de chargement en espèces hydroxyles. Les paramètres des études concernant les fibres SMF 28 sensibilisées que nous présentons dans la suite de ce mémoire figurent également dans ce tableau.

## 4.2 Étude des cinétiques de photo inscription de réseaux de Bragg dans des fibres SMF 28 sensibilisées par chargement en hydroxyles

### 4.2.1 Introduction

L'inscription de réseaux de Bragg a permis d'évaluer la photosensibilité des fibres SMF 28 sensibilisées par chargement en hydroxyles. A cet effet, des cinétiques de croissance des variations d'indice photo induites ( $\Delta n_{mod}$  et  $\Delta n_{moy}$ ) soit par un laser à ArF ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) soit par un laser à KrF ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) ont été enregistrées. Les inscriptions ont été réalisées à l'aide d'un masque de phase selon le protocole expérimental décrit dans la section 1.2.1 du chapitre 1. La longueur d'onde de résonance de Bragg est située aux environs

de 1535 nm. La croissance des réseaux de longueur égale à 1 mm a permis de mesurer des amplitudes de modulation d'indice comprise entre  $1 \cdot 10^{-4}$  et  $1,2 \cdot 10^{-3}$ .

L'objectif poursuivi est de déterminer les valeurs des paramètres expérimentaux ( $\lambda_p$  ou la durée  $\Delta t_\theta$  de l'élévation de température) qui conduisent à un gain maximum de photosensibilité. Le tableau 4.2 rassemble les conditions expérimentales des études. Le paramètre de l'étude est écrit en caractères gras. A l'exception de ce paramètre, les réseaux sont inscrits dans les mêmes conditions (tension appliquée à la fibre constante, pression d'hydrogène, dimensions et position du spot éclairant le masque maintenues fixes). Les fibres ont été chargées à température ambiante avec une pression d'hydrogène fixée à 140 atm. L'élévation thermique des fibres a été réalisée au plus tard quelques heures après leur sortie de l'enceinte contenant de l'hydrogène.

Série	$\theta$ (°C)	Durée de séjour dans le four $\Delta t_\theta$ (s)	$\lambda_p$	Conditions de dégazage	Densité d'énergie par impulsion $F_i$
A	950 °C	<b>[1 - 10,5]</b>	193 nm	3 jours à 110°C	160 mJ/cm <sup>2</sup>
B	950 °C	<b>[1 - 10,5]</b>	248 nm	3 jours à 110°C	160 mJ/cm <sup>2</sup>

TAB. 4.2 – Conditions de sensibilisation par chargement en hydroxyles et d'insolation des fibres SMF 28 destinées à l'inscription de réseaux de Bragg.

Des réseaux de « référence » ont été inscrits dans les mêmes conditions d'irradiance que celles utilisées pour écrire les réseaux dans les fibres sensibilisées. Ainsi, les cinétiques de croissance de réseaux de Bragg photo inscrits soit dans une fibre SMF 28 non hydrogénée ( $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ;  $L = 4 \text{ mm}$  si  $\lambda_p = 193 \text{ nm}$  ou  $2 \text{ cm}$  si  $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) soit dans une fibre hydrogénée ( $L = 500 \mu\text{m}$ ) sont systématiquement présentées sur les figures relatives aux inscriptions de réseaux de Bragg dans des fibres sensibilisées.

## 4.2.2 Influence de la durée de séjour de la fibre SMF 28 hydrogénée dans le four

### 4.2.2.1 Évolution de la marche d'indice moyen créée lors de l'élévation de température

Le procédé de sensibilisation de la fibre SMF 28 hydrogénée conduit à la formation irréversible d'une marche d'indice moyen. L'amplitude de cette marche d'indice moyen créée dans le coeur de la fibre est notée  $\Delta n_{\text{moy}}^{\text{sensibilisation}}$ . La méthode de détermination de cette quantité est décrite dans la section 1.3.2 du chapitre 1.

L'évolution de  $\Delta n_{\text{moy}}^{\text{sensibilisation}}$  est représentée sur la figure 4.1a en fonction de la durée  $\Delta t_{950^\circ\text{C}}$  de passage de la fibre hydrogénée dans le four portée à une température de 950°C. Les conditions expérimentales sont rappelées dans la légende de cette figure. L'examen de la figure 4.1a montre que l'évolution de  $\Delta n_{\text{moy}}^{\text{sensibilisation}}$  est non monotone en fonction de  $\Delta t_{950^\circ\text{C}}$ . En effet  $\Delta n_{\text{moy}}^{\text{sensibilisation}}$  est une fonction croissante de  $\Delta t_{950^\circ\text{C}}$  pour des durées inférieures ou égales à 1,3 s puis lorsque  $\Delta t_{950^\circ\text{C}} > 1,3 \text{ s}$  les valeurs de  $\Delta n_{\text{moy}}^{\text{sensibilisation}}$  diminuent de façon monotone avec  $\Delta t_{950^\circ\text{C}}$ . Les variations de  $\Delta n_{\text{moy}}^{\text{sensibilisation}}$  en fonction de  $\Delta t_{950^\circ\text{C}}$  peuvent se représenter à l'aide d'une somme de deux exponentielles (relation 4.1). L'ajustement de cette loi sur les données expérimentales selon une méthode de moindres carrés non linéaire conduit à  $\Delta n_1 = 4,51 \cdot 10^{-3} \pm 2,50 \cdot 10^{-4}$ ,  $\frac{1}{\tau_1} = 5,46 \cdot 10^{-2} \pm 1,19 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $\frac{1}{\tau_2} = 4,5 \pm 1,5 \text{ s}^{-1}$ .

$$\Delta n_{\text{moy}}^{\text{sensibilisation}}(\Delta t_{950^\circ\text{C}}) = \Delta n_1 \left( \exp\left(-\frac{\Delta t_{950^\circ\text{C}}}{\tau_1}\right) - \exp\left(-\frac{\Delta t_{950^\circ\text{C}}}{\tau_2}\right) \right) \quad (4.1)$$

Une expérience menée par Lemaire et al. [8, 13] conduit à des résultats cohérents avec ces observations.

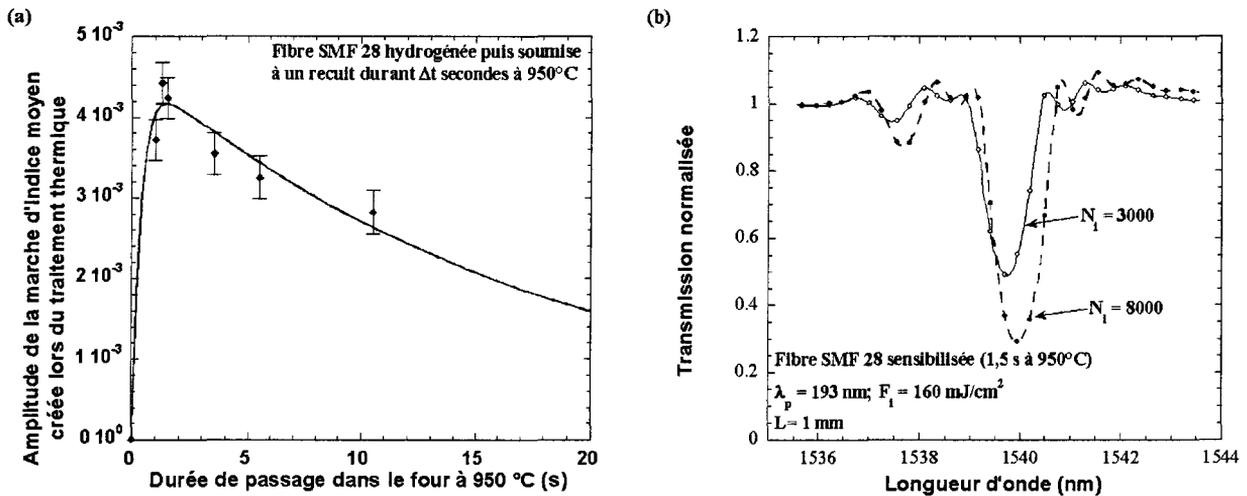


FIG. 4.1 – a) Évolution en fonction de  $\Delta t_{950^{\circ}\text{C}}$  de la marche d'indice moyen créée lors du recuit à  $950^{\circ}\text{C}$  de la fibre SMF 28 hydrogénée. b) Spectres en transmission enregistrés au cours de l'inscription d'un réseau de Bragg dans une fibre SMF 28 sensibilisée (1,5 s à  $950^{\circ}\text{C}$ ).

Ces auteurs mesurent la variation d'indice de réfraction (ainsi que celle de l'intensité de la bande vers 242 nm) formée lors de l'élévation de courte durée de la température de fibres germanosilicates hydrogénées. Ils montrent qu'une élévation de température supérieure à  $250^{\circ}\text{C}$  conduit à la création d'une variation d'indice de réfraction de l'ordre de  $\Delta n = 6 \cdot 10^{-3}$  (ainsi qu'à une augmentation de l'intensité de la bande attribuée aux défauts GODC).

#### 4.2.2.2 Problème relatif à la caractérisation des réseaux de Bragg photo inscrits dans des fibres SMF 28 sensibilisées par chargement en hydroxyles

L'examen de la figure 4.1a montre que la marche d'indice moyen créée lors de l'élévation thermique peut atteindre des valeurs supérieures à  $4 \cdot 10^{-3}$ . Les variations thermo induites de l'indice moyen atteignent donc des valeurs de l'ordre de grandeur de la différence des indices de réfraction du coeur et de la gaine de la fibre optique ( $\Delta n_{c-g} = 3,6 \cdot 10^{-3}$ ). De ce fait, les amplitudes des variations d'indice ont été systématiquement corrigées selon la méthode décrite dans l'annexe C pour tenir compte des variations de l'intégrale de recouvrement  $\eta(V)$ . De plus une autre difficulté se présente. En effet, selon la valeur de la marche d'indice la fibre est susceptible de devenir bimode dans la région traitée. Lorsque la valeur de la fréquence normalisée  $V$  du guide (définie par la relation A.4) est supérieure à 2,4, la fibre est multimode. Nous avons ainsi calculé qu'une variation photo ou thermo induite d'indice moyen de l'ordre de  $3,42 \cdot 10^{-3}$  est suffisante pour que la fibre SMF 28 supporte deux modes ( $LP_{01}$  et  $LP_{11}$ ) dans la région traitée.

Afin d'illustrer cette affirmation, des réseaux de Bragg ont été photo inscrits dans des fibres sensibilisées (1,5 s à  $950^{\circ}\text{C}$ ). La variation d'indice moyen créée par le procédé de sensibilisation est de l'ordre de  $4,2 \cdot 10^{-3}$ . Les spectres en transmission correspondants à l'inscription d'un réseau par  $N_i = 3000$  et  $N_i = 8000$  impulsions ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ,  $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ) sont présentés sur la figure 4.1b. L'examen de cette figure montre la présence de deux pics de Bragg. Le pic observé vers 1540 nm est caractéristique du mode  $LP_{01}$  tandis que l'apparition d'un second pic de Bragg localisé vers 1537,5 nm correspond au mode  $LP_{11}$ .

Dans la pratique, il est difficile d'évaluer la part de l'énergie optique initiale couplée dans chacun des

deux modes et donc de calculer la réflectivité du réseau correspondant lorsque la fibre est bimode. En effet les conditions d'excitation de ces deux modes restent inconnues et peuvent varier dans la région sensibilisée puisque les pertes que subit le mode d'ordre supérieur ( $LP_{11}$ ) sous l'effet de perturbations comme des courbures sont supérieures à celles subies par le mode  $LP_{01}$ . Cependant, pour les durées de recuit supérieures ou égales à 3,5 s, les expériences ont montré que la fibre SMF 28 reste monomode vers  $1,55 \mu m$ . Dans ces conditions, les relations présentées dans l'annexe C peuvent être utilisées.

Pour des durées de recuit inférieures à 3,5 s, nous avons par souci de simplification supposé que le couplage de l'énergie vers le mode  $LP_{11}$  est négligeable et donc négligé l'information contenue dans la figure 4.1b. D'autre part, lors des expériences de destructions isochrones, les fibres choisies ont été sensibilisées durant 3,5 s à  $950^\circ C$  afin d'éviter ces problèmes.

#### 4.2.2.3 Dynamiques de photo inscription de réseaux de Bragg dans des fibres SMF 28 sensibilisées par chargement en hydroxyles lors d'insolations réalisées à l'aide d'un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde 193 nm

Les fibres hydrogénées ont tout d'abord été placées dans un four porté à une température de  $950^\circ C$ . Les durées  $\Delta t_{950^\circ C}$  du passage dans le four étaient comprises entre 1 s et 10,5 s. Après ce traitement, l'exodiffusion totale de l'hydrogène a été accélérée en plaçant la fibre durant trois jours dans un four à  $110^\circ C$ . Les inscriptions ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) ont été réalisées en insolant la fibre sensibilisée avec une densité moyenne d'énergie par impulsion  $F_i$  fixée à  $160 \text{ mJ/cm}^2$ . Nous avons aussi vérifié la reproductibilité de nos mesures en effectuant deux fois chaque inscription.

**Cinétiques de croissance de la modulation d'indice de réfraction** L'évolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction du coeur de la fibre est représentée sur la figure 4.2a en fonction du nombre d'impulsions incidentes  $N_i$ . Les conditions d'insolation sont rappelées dans la légende de cette figure.

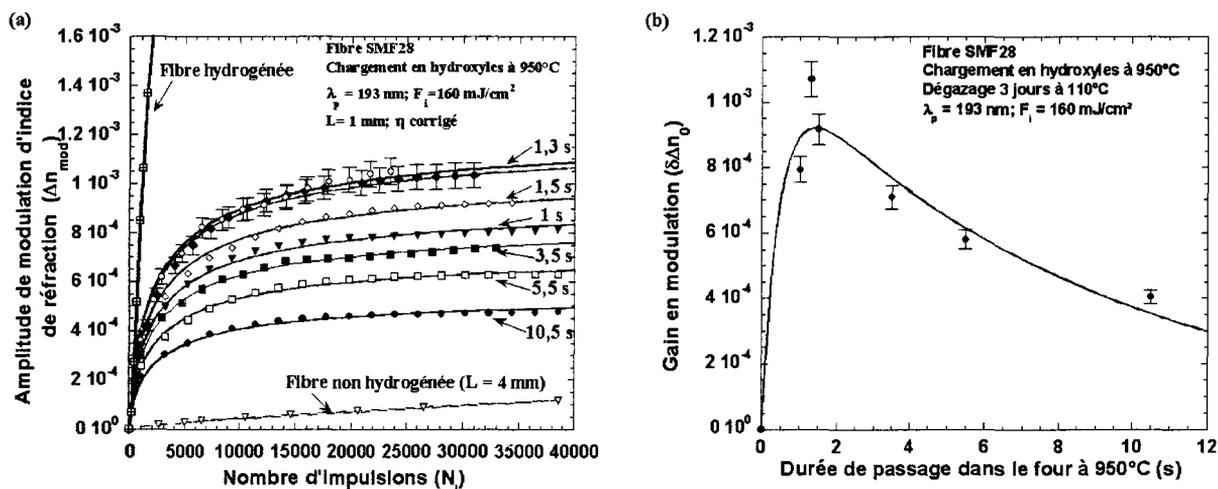


FIG. 4.2 – a) Évolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ;  $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ) de réseaux de Bragg dans la fibre SMF 28 sensibilisée par chargement en hydroxyles. Le paramètre de l'étude est la durée  $\Delta t_{950^\circ C}$  du passage de la fibre dans le four à  $950^\circ C$ . b) Évolution du gain en modulation d'indice de réfraction en fonction de  $\Delta t_{950^\circ C}$ .

Quelle que soit la valeur de  $\Delta t_{950^\circ C}$  ( $1 s < \Delta t_{950^\circ C} < 10,5 s$ ), l'évolution de la modulation d'indice de réfraction est monotone croissante en fonction de  $N_i$ . Pour une durée de recuit  $\Delta t_{950^\circ C} \approx 1,3 s$ , la modulation d'indice obtenue après insolation par  $N_i = 40000$  impulsions est de l'ordre de  $10^{-3}$ . Dans les mêmes conditions d'irradiance, la modulation d'indice obtenue dans une fibre SMF 28 non traitée est de l'ordre de  $1,2 \cdot 10^{-4}$ . Par ailleurs, comme le montre la figure 4.2a, la photosensibilité de la fibre hydrogénée reste supérieure à celle des fibres sensibilisées par chargement en hydroxyles.

Afin de fixer un ordre de grandeur de la reproductibilité de nos enregistrements, deux courbes de croissance enregistrées chacune dans des conditions expérimentales supposées identiques ( $\Delta t_{950^\circ C} = 1,3 s$ ;  $F_i = 160 mJ/cm^2$ ) sont représentées sur la figure 4.2a. Ces enregistrements permettent de fixer un ordre de grandeur à l'incertitude que l'on peut affecter à nos mesures.

**Choix des fonctions utilisées pour représenter les données expérimentales** Les figures présentées dans cette section regroupent deux types d'informations : d'une part des symboles qui correspondent aux données mesurées expérimentalement, d'autre part des lignes continues ou discontinues. Ces tracés correspondent à des ajustements de fonctions analytiques sur nos données expérimentales. Nous avons en effet essayé de représenter nos données par des fonctions analytiques empiriques ou semi-empiriques habituellement employées pour décrire les cinétiques de croissance des réseaux de Bragg dans différentes fibres et dans diverses conditions de sensibilisation et d'insolation : loi de croissance mono-exponentielle, en puissance  $\alpha$ , loi de croissance mono-exponentielle étirée ou loi issue du modèle autocatalytique.

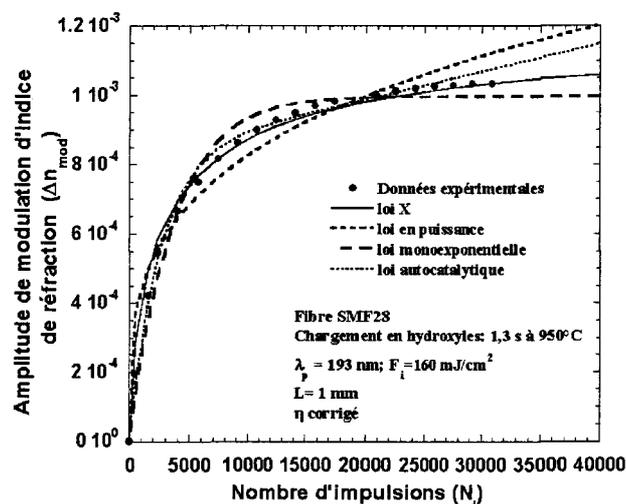


FIG. 4.3 – Exemples des différentes lois analytiques utilisées pour représenter les données expérimentales relatives aux dynamiques de croissance des variations d'indice de réfraction photo induites dans des fibres sensibilisées par chargement en hydroxyles.

Cependant comme il apparaît sur la figure 4.3, l'ajustement de ces fonctions sur nos données expérimentales a conduit à des résultats peu satisfaisants en particulier pour les insulations prolongées au-delà de 20000 impulsions. En fait, la meilleure représentation des cinétiques de croissance de  $\Delta n_{mod}$  en fonction de  $N_i$  a été obtenu à l'aide de la loi de croissance notée "loi X" sur la figure 4.3. Cette loi peut être décrite par la relation 4.2 :

$$\Delta n_{mod} = \Delta n_0 \frac{aN_i^\alpha}{(1 + aN_i^\alpha)}; \quad \{1 \text{ s} \leq \Delta t_{950^\circ C} \leq 10,5 \text{ s}; \quad 100 < N_i < 40000\} \quad (4.2)$$

Les paramètres  $\Delta n_0$ ,  $a$  et  $\alpha$  ont été estimés à partir de l'ajustement de cette loi sur les données expérimentales selon une méthode de moindres carrés non linéaire.

**Analyse des résultats** Les différents ajustements montrent que les estimations de  $a$  et  $\alpha$  dépendent peu de la valeur du paramètre  $\Delta t_{950^\circ C}$  dans la gamme étudiée ( $\Delta t_{950^\circ C} \in \{1 \text{ s} - 10,5 \text{ s}\}$ ). Les données expérimentales ont donc été représentées en fixant les valeurs de  $a$  et  $\alpha$  de la relation 4.2 à respectivement  $4 \cdot 10^{-3}$  et  $0,7$  ce qui permet d'estimer  $\Delta n_0$  en fonction de  $\Delta t_{950^\circ C}$ . La figure 4.2b montre l'évolution du gain en modulation d'indice  $\delta \Delta n_0$  ( $\delta \Delta n_0 = \Delta n_0^{OH-flood} - \Delta n_0^{Non H_2}$ ) en fonction de la valeur de  $\Delta t_{950^\circ C}$ .

L'examen de cette figure montre que  $\delta \Delta n_0$  évolue de façon non monotone en fonction de  $\Delta t_{950^\circ C}$ . Pour des valeurs de  $\Delta t_{950^\circ C}$  inférieures à  $1,3 \text{ s}$ , le gain en photosensibilité augmente avec  $\Delta t_{950^\circ C}$ , passe par un maximum pour  $\Delta t_{950^\circ C} = 1,3 \text{ s}$ , puis le gain en photosensibilité diminue lentement avec  $\Delta t_{950^\circ C}$ . L'évolution du gain en  $\Delta n_{mod}$  a été représentée en fonction de la durée de passage dans le four  $\Delta t_{950^\circ C}$  à l'aide d'une différence entre deux exponentielles (relation 4.3). L'ajustement de cette loi sur les données expérimentales (gain en modulation) conduit à  $\Delta n_1 = 1,09 \cdot 10^{-3} \pm 1,32 \cdot 10^{-4}$ ,  $\frac{1}{\tau_1} = 1,14 \cdot 10^{-1} \pm 2,95 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $\frac{1}{\tau_2} = 3,72 \pm 1,72 \text{ s}^{-1}$ .

$$\delta \Delta n_0 = \Delta n_1 \left( \exp\left(-\frac{\Delta t_{950^\circ C}}{\tau_1}\right) - \exp\left(-\frac{\Delta t_{950^\circ C}}{\tau_2}\right) \right) \quad (4.3)$$

### Évolution de la translation de la longueur d'onde de Bragg induite par l'insolation lumineuse

La figure 4.4a représente les variations de la longueur d'onde de Bragg  $\lambda_B$  des réseaux en fonction du nombre  $N_i$  d'impulsions utilisées lors de l'inscription. La translation de  $\lambda_B$  suit une loi de croissance monotone avec  $N_i$ . Le gain en photosensibilité apporté par la méthode de chargement en hydroxyles en référence au cas d'une fibre non traitée se trouve confirmé par l'examen de la figure 4.4a :  $\Delta \lambda_B$  est de l'ordre de  $0,05 \text{ nm}$  après insolation de la fibre non traitée par  $N_i = 40000$  impulsions alors qu'elle est de l'ordre de  $1,6 \text{ nm}$  pour une fibre sensibilisée ( $\Delta t_{950^\circ C} = 1,3 \text{ s}$ ). Par ailleurs, deux réseaux ont été inscrits dans des conditions expérimentales identiques ( $N_i = 20000$ ) dans des fibres ayant été soumises à la même durée de passage dans le four ( $\Delta t_{950^\circ C} = 1,3 \text{ s}$ ). Un écart maximal inférieur à  $50 \text{ pm}$  a été relevé entre les valeurs des  $\lambda_B$  de ces deux réseaux.

La translation de la longueur d'onde de Bragg d'un réseau induite par son inscription dans une fibre hydrogénée par  $N_i = 2000$  impulsions ( $\Delta n_{mod} \approx 10^{-3}$ ) est égale à environ  $1,2 \text{ nm}$  (insolations réalisées en présence d'hydrogène). La translation de la longueur d'onde de Bragg mesurée après  $N_i = 2000$  impulsions au cours de l'inscription d'un réseau dans une fibre sensibilisée ( $\Delta t_{950^\circ C} = 1,3 \text{ s}$ ) est de l'ordre de  $0,45 \text{ nm}$  (après diffusion de l'hydrogène). La comparaison entre ces deux valeurs numériques confirme que la photosensibilité de la fibre hydrogénée est supérieure à celle de la fibre sensibilisée par chargement en hydroxyles.

Les cinétiques de croissance de l'indice moyen sont représentées sur la figure 4.4b. L'allure de ces courbes est similaire à celle des courbes de croissance de  $\Delta n_{mod}$  en fonction de  $N_i$ . Par analogie avec la représentation des croissances de  $\Delta n_{mod}$ , des essais d'ajustement des données de la figure 4.4b sur une loi de type 4.2 ont été effectués. Comme dans le cas de la représentation des croissances de  $\Delta n_{mod}$ , les valeurs de  $a$  et  $\alpha$  ont donc ensuite été fixées ( $a \approx 10^{-3}$  et  $\alpha \approx 0,7$ ) pour procéder à l'ajustement des données  $\Delta n_{moy} = f(N_i)$  sur la loi 4.2. Les ajustements montrent que la valeur du terme  $\Delta n_0$  dépend de la valeur de  $\Delta t_{950^\circ C}$  dans

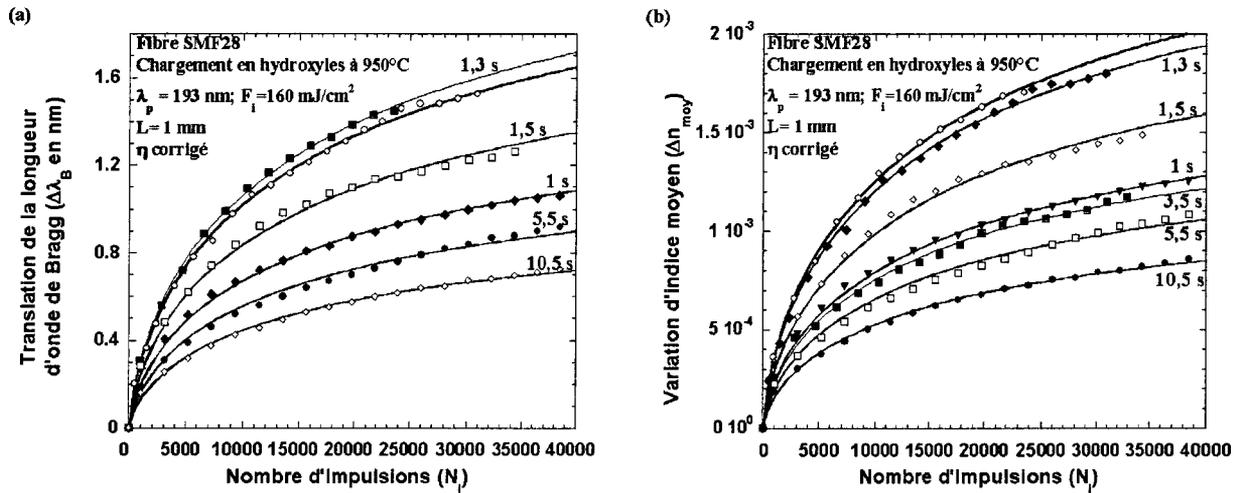


FIG. 4.4 – a) Évolution de la translation de la longueur d'onde de Bragg au cours de l'inscription de réseaux dans des fibres SMF 28 sensibilisée. Le paramètre est la durée de passage de la fibre dans le four porté à 950°C. b) Évolution de l'indice moyen en fonction de  $N_i$ .

la gamme étudiée ( $\{1 \text{ s} - 10,5 \text{ s}\}$ ). L'évolution du gain en indice moyen est similaire à celle reportée pour le gain  $\delta\Delta n_0$  en modulation d'indice (figure 4.2b).

**Conclusion** La technique de chargement en hydroxyles apporte un gain de photosensibilité ( $\Delta n_{mod}$  ou  $\Delta n_{moy}$ ), en référence à une fibre non photo sensibilisée, mais ce gain reste inférieur à celui obtenu en inscrivant les réseaux dans des fibres chargées en hydrogène. Dans la gamme étudiée ( $\Delta t_{950^\circ\text{C}} \in [1 \text{ s} - 10,5 \text{ s}]$ ), le gain en photosensibilité dépend de la durée de passage de la fibre SMF 28 chargée en hydrogène dans le four à 950°C. L'utilisation du laser à ArF ( $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ) conduit à un optimum de photosensibilité pour une durée égale à 1,3 s. L'ordre de grandeur de cette valeur est identique à celui obtenu par Fokine et al. [24] en insolvant des fibres SMF 28 sensibilisées (1 s à 1000°C) par un laser de longueur d'onde 242 nm.

#### 4.2.2.4 Dynamiques de photo inscription de réseaux de Bragg dans des fibres SMF 28 sensibilisées par chargement en hydroxyles lors d'insolations réalisées à l'aide d'un laser émettant un rayonnement de longueur d'onde 248 nm

Dans ce paragraphe, nous présentons les résultats concernant les insolations réalisées avec le laser à KrF ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ). La méthodologie suivie pour relever les dynamiques d'inscription des réseaux est similaire à celle présentée dans le paragraphe précédent. Les valeurs de  $\Delta t_{950^\circ\text{C}}$  choisies pour réaliser la sensibilisation étaient égales à 1 s, 1,5 s, 3,5 s, 5,5 s et 10,5 s. Après ce traitement, le dégazage de l'hydrogène a été accéléré en plaçant les fibres durant trois jours dans un four porté à 110°C. Les réseaux ont ensuite été inscrits dans les mêmes conditions dans ces différentes fibres sensibilisées. La longueur des réseaux de Bragg était égale à 1 mm. Comme dans le cas des insolations avec le laser à ArF, des réseaux de « référence » ont été photo inscrits dans une fibre SMF 28 non sensibilisée ainsi que dans une fibre SMF 28 hydrogénée.

**Cinétiques de croissance de la modulation d'indice de réfraction** La figure 4.5a présente les évolutions des amplitudes de modulation  $\Delta n_{mod}$  en fonction du nombre  $N_i$  d'impulsions reçues par la fibre

lors de l'inscription du réseau de Bragg. Chaque dynamique de croissance a été enregistrée au moins deux fois afin de vérifier la reproductibilité des résultats et pour fixer l'ordre de grandeur de l'incertitude qui peut être affecté aux mesures. Ceci est illustré sur la figure 4.5a où deux courbes sont présentées pour  $\Delta t_{950^\circ\text{C}} = 1, 5 \text{ s}$ .

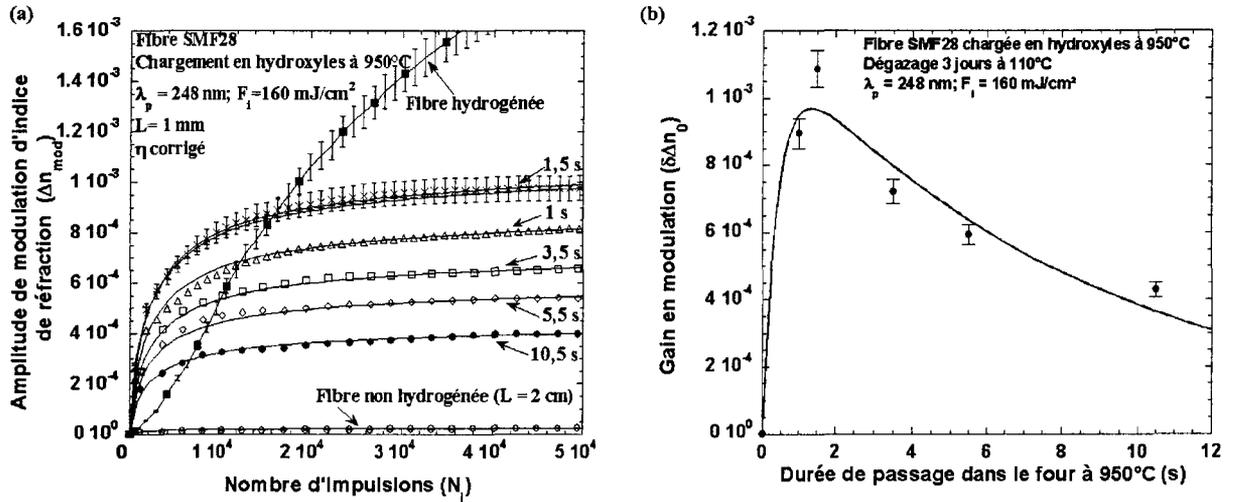


FIG. 4.5 – a) Évolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction au cours de l'inscription ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) de réseaux de Bragg dans la fibre SMF 28 chargée en hydroxyles. Le paramètre de l'étude est la durée  $\Delta t_{950^\circ\text{C}}$  du passage de la fibre dans le four. b) Évolution du gain en modulation d'indice en fonction de  $\Delta t_{950^\circ\text{C}}$ .

Quelle que soit la valeur de  $\Delta t_{950^\circ\text{C}}$  ( $1 \text{ s} < \Delta t_{950^\circ\text{C}} < 10,5 \text{ s}$ ), l'évolution de  $\Delta n_{mod}$  est monotone croissante en fonction de  $N_i$ . Pour une valeur de  $\Delta t_{950^\circ\text{C}}$  égale à 1,5 s ( $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ), l'ordre de grandeur de la modulation d'indice obtenue après insolation par  $N_i = 40000$  impulsions est égal à  $10^{-3}$ . Dans les mêmes conditions d'insolation, la modulation d'indice obtenue dans une fibre non hydrogénée est de l'ordre de  $2 \cdot 10^{-5}$ , elle atteint  $2,5 \cdot 10^{-3}$  dans la fibre hydrogénée. Cependant pour les valeurs de  $N_i$  inférieures à 16000 impulsions, la cinétique de croissance des réseaux inscrits dans une fibre sensibilisée (1,5 s à  $950^\circ\text{C}$ ) est plus rapide que celle d'un réseau inscrit dans une fibre hydrogénée. Cette observation est différente de celle effectuée lors des inscriptions avec le laser à ArF.

Par analogie avec la représentation des croissances de  $\Delta n_{mod}$  photo induites par le laser à ArF, des essais de représentation des données de la figure 4.5a sur une loi de type 4.2 ont été effectués. Comme lors de l'utilisation du laser à ArF, les données ont été correctement représentées en fixant les valeurs de  $a$  et  $\alpha$  à respectivement  $4 \cdot 10^{-3}$  et 0,7. Cette façon de procéder permet d'estimer  $\Delta n_0$  pour les différentes valeurs de  $\Delta t_{950^\circ\text{C}}$ . Les ajustements montrent que la valeur du terme  $\Delta n_0$  dépend de la valeur de  $\Delta t_{950^\circ\text{C}}$  dans la gamme étudiée ( $\{1 \text{ s} - 10,5 \text{ s}\}$ ). Cette dépendance est décrite par le graphe de la figure 4.5b. Cette figure montre l'évolution du gain en photosensibilité  $\delta \Delta n_0$  en fonction de la durée  $\Delta t_{950^\circ\text{C}}$ . Comme dans l'étude précédente ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ), le gain en photosensibilité  $\delta \Delta n_0$  montre une évolution non monotone en fonction de  $\Delta t_{950^\circ\text{C}}$ . Au-delà de  $\Delta t_{950^\circ\text{C}} = 1,5 \text{ s}$ , le gain en photosensibilité diminue. L'évolution du gain en photosensibilité  $\delta \Delta n_0$  a été représentée en fonction de  $\Delta t_{950^\circ\text{C}}$  à l'aide d'une différence de deux exponentielles (relation 4.3). L'ajustement de cette loi sur les données expérimentales conduit à  $\Delta n_1 = 1,14 \cdot 10^{-3} \pm 1,38 \cdot 10^{-4}$ ,  $\frac{1}{\tau_1} = 1,17 \cdot 10^{-1} \pm 2,91 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  et  $\frac{1}{\tau_2} = 3,97 \pm 1,84 \text{ s}^{-1}$ . Par ailleurs, il faut noter que l'évolution du gain ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) en modulation en fonction de  $\Delta t_{950^\circ\text{C}}$  est similaire à celle du gain photo induit au moyen du

laser à ArF.

**Conclusion** L'utilisation du laser à KrF permet d'effectuer des inscriptions efficaces de réseaux de Bragg dans des fibres sensibilisées thermiquement. Les dynamiques de croissance de la modulation d'indice peuvent être représentées à l'aide de lois de type 4.2.

Par ailleurs, la technique de sensibilisation par chargement en hydroxyles à 950°C apporte un gain de photosensibilité, en référence à une fibre non photo sensibilisée. Au début des inscriptions, les cinétiques de croissance des réseaux photo inscrits dans des fibres sensibilisées sont plus rapides que celle correspondant à un réseau inscrit dans une fibre hydrogénée (toutes les autres conditions étant fixées). Cependant pour des insolations prolongées au-delà de 20000 impulsions, le gain reste inférieur à celui obtenu en inscrivant les réseaux dans des fibres chargées en hydrogène.

Dans la gamme étudiée ( $\Delta t_{950^\circ C} \in [1 \text{ s} - 10,5 \text{ s}]$ ), le gain en photosensibilité dépend de la durée du passage dans le four subi par le coeur de la fibre SMF 28 hydrogénée. L'optimum de photosensibilité est obtenu pour une valeur de  $\Delta t_{950^\circ C}$  de l'ordre de la seconde, c'est à dire une valeur similaire à celle obtenue par Fokine et al. [24] dans la fibre SMF 28 insolée par une radiation de longueur d'onde  $\lambda_p = 242 \text{ nm}$ .

## 4.3 Persistance du procédé de sensibilisation par chargement en hydroxyles

### 4.3.1 Introduction

L'estimation de la persistance du procédé de sensibilisation par chargement en hydroxyles fait l'objet de cette section. Le principe de cette estimation consiste tout d'abord à sensibiliser les fibres SMF 28 selon le procédé décrit plus haut puis à élever la température de ces fibres à une valeur  $\theta$  pendant une durée  $\Delta t$  fixée. La température  $\theta$  du recuit isochrone ( $\Delta t = 3h$ ) constitue la variable de l'étude. L'estimation de la photosensibilité résiduelle est ensuite effectuée en inscrivant des réseaux de Bragg à température ambiante dans les fibres sensibilisées ayant chacune subi un recuit à une température  $\theta$  spécifique. Un laser à KrF a été utilisé pour photo inscrire les réseaux. L'exposé de nos résultats comporte trois parties. La première partie est consacrée à la présentation des échantillons. Les dynamiques de croissance des variations d'indice ( $\Delta n_{mod}$  ou  $\Delta n_{moy}$ ) sont présentées dans une seconde partie. L'étude de la stabilité du gain en photosensibilité apporté par la méthode d'hypersensibilisation fait l'objet d'une troisième partie.

### 4.3.2 Les échantillons

Des fibres SMF 28 ont été sensibilisées par passage dans un four dont la température est portée à 950°C ( $\Delta t_{950^\circ C} = 1,5 \text{ s}$ ). La désorption de l'hydrogène en dehors de la fibre a été accélérée en plaçant la fibre durant 3 jours dans une enceinte chauffante à 110°C. Après ce traitement, la température de chaque fibre a été élevée pendant 3 heures à une valeur spécifique  $\theta$  ( $\theta$  est comprise entre 100 °C et 800 °C). Le montage utilisé à cet effet est décrit dans le chapitre 1. Les conditions de sensibilisation et de recuit des fibres sont rassemblées dans la table 4.3. Après le recuit à une température donnée, des réseaux de Bragg ont été photo inscrits à température ambiante dans chaque fibre. La longueur des réseaux a été fixée à 1 mm pour les fibres recuites à une température  $\theta < 600^\circ C$  et 4 mm lorsque  $\theta \geq 600^\circ C$ . La fluence moyenne par impulsion utilisée pour ces inscriptions était égale à 160 mJ/cm<sup>2</sup>.

Par ailleurs, afin de distinguer d'éventuelles modifications de la photosensibilité des fibres qui pourraient résulter des différentes élévations de température, des modifications du gain en photosensibilité créé par

le procédé de sensibilisation lui-même, des fibres hydrogénées ou non ont été soumises à la même histoire thermique que celle des fibres sensibilisées. Des réseaux ont ensuite été photo inscrits dans ces fibres dans les mêmes conditions d'irradiance que celles utilisées pour les fibres sensibilisées.

Série	Chargement en $H_2$ (P = 140 atm)	Passage dans le four	Dégazage accéléré durant 3j à 110°C	Recuit isochrone ( $\Delta t = 3h$ ) avant l'inscription des réseaux
A	oui	oui : 1,5 s à 950 °C	oui	oui : $\theta \in [100^\circ\text{C}-800^\circ\text{C}]$
B	oui	non	oui	non ou oui, $\theta = 700^\circ\text{C}$
C	non	oui : 1,5 s à 950 °C	non	non ou oui, $\theta = 700^\circ\text{C}$

TAB. 4.3 – Caractéristiques des traitements appliqués aux fibres (sensibilisation, dégazage et recuits isochrones) avant l'inscription des réseaux de Bragg ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ;  $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ).

### 4.3.3 Les dynamiques de croissance des variations d'indice photo induites

La figure 4.6a présente les dynamiques d'inscription de réseaux dans les fibres de la série A. Pour toutes les valeurs explorées de  $\theta$ , les évolutions de  $\Delta n_{mod}$  en fonction de  $N_i$  sont monotones croissantes. Il apparaît que l'amplitude de modulation d'indice obtenue après  $N_i = 40000$  dans la fibre ayant subi un recuit à 100°C est de l'ordre de  $10^{-3}$ . On observe une baisse significative de la photosensibilité résiduelle dans des fibres recuites à 200°C ( $\Delta n_{mod} = 7 \cdot 10^{-4}$  pour  $N_i = 40000$ ). Enfin il est important de noter que la photosensibilité des fibres ayant subi un recuit à 800°C reste supérieure à celle des fibres non chargées en hydrogène.

La longueur d'onde de Bragg des réseaux augmente de façon irréversible au cours de l'inscription des réseaux. Les évolutions correspondantes sont tracées sur la figure 4.6b. L'allure de ces courbes est similaire à celle des cinétiques de croissance de la modulation d'indice de réfraction.

Les variations de  $\Delta n_{mod}$  (ou de  $\Delta n_{moy}$ ) peuvent se représenter en fonction de  $N_i$  à l'aide d'une loi de croissance de type 4.2. Comme dans le cas de la représentation des dynamiques de croissance pour différentes valeurs de  $\Delta t_{950^\circ\text{C}}$  (Figure 4.5a), les valeurs de  $a$  et  $\alpha$  fixées à respectivement  $4 \cdot 10^{-3}$  et 0,7 permettent de représenter les croissances de  $\Delta n_{mod}$  (ou  $\Delta n_{moy}$ ). Il est ainsi possible d'estimer les valeurs de  $\Delta n_0$  en fonction de la température du recuit isochrone. Les valeurs du paramètre  $\Delta n_0$  sont déduites de l'ajustement de cette loi sur les données expérimentales selon une méthode de moindres carrés non linéaire. La valeur du terme  $\Delta n_0$  diminue avec la température  $\theta$  du recuit dans la gamme étudiée ( $\{100^\circ\text{C} - 800^\circ\text{C}\}$ ).

Par ailleurs, les cinétiques de croissance de la modulation d'indice (ainsi que de l'indice moyen) des réseaux photo inscrits dans les fibres des séries B et C (non représentées) sont similaires à celle d'un réseau inscrit dans une fibre non hydrogénée. De ce fait, il apparaît qu'un recuit à 700°C durant 3 heures ou à 950°C durant 1,5 s en absence d'hydrogène ne modifie pas, de façon sensible, la photosensibilité de la fibre. Par conséquent les évolutions en fonction de  $\theta$  des cinétiques de croissance (série A) sont bien représentatives de celles du gain en photosensibilité qui résulte de la seule sensibilisation par chargement en hydroxyles.

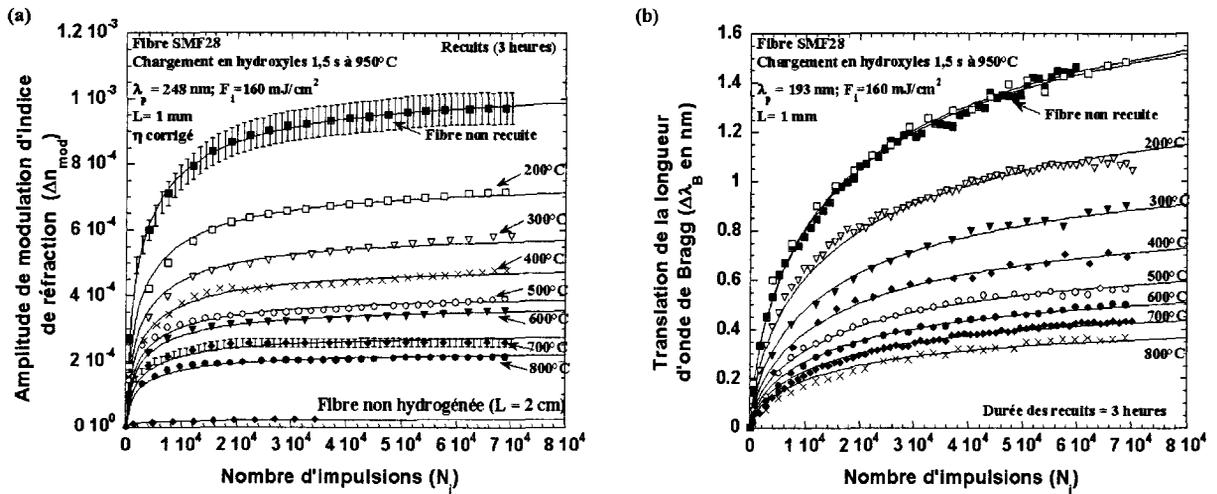


FIG. 4.6 – a) Évolution de l’amplitude de modulation d’indice de réfraction au cours de l’inscription ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) de réseaux de Bragg dans les fibres de la série A. La température  $\theta$  des recuits isochrones (durée = 3h) est le paramètre de l’étude. b) Évolution de la translation irréversible de la longueur d’onde de Bragg au cours des inscriptions de réseaux dans les fibres de la série A.

#### 4.3.4 Analyse des résultats

Il est possible de calculer l’évolution avec  $\theta$  du gain en photosensibilité induit par le procédé de sensibilisation à partir des données représentées sur les figures 4.6a et 4.6b. Pour cela, il suffit en effet de soustraire l’amplitude de modulation correspondant à un réseau photo inscrit dans une fibre non hydrogénée de celle correspondant à une fibre sensibilisée. Le nombre d’impulsions utilisées pour inscrire les réseaux a été limité à  $N_i = 70000$ , valeur à laquelle le gain a été évalué. A partir des évolutions de la translation de  $\lambda_B$ , le gain en indice moyen a ensuite été évalué en utilisant une démarche analogue à celle suivie avec la modulation.

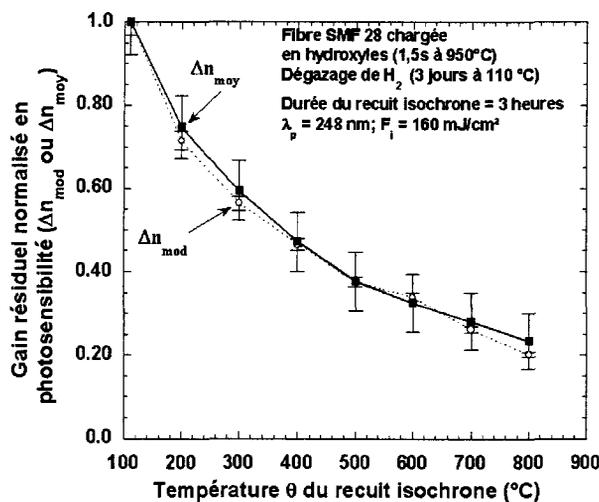


FIG. 4.7 – Évolution du gain normalisé en photosensibilité ( $\Delta n_{\text{mod}}$  ou  $\Delta n_{\text{moy}}$ ) photo induit dans une fibre SMF 28 sensibilisée (1,5 s à  $950^\circ\text{C}$ ) en fonction de la température  $\theta$  du recuit isochrone.

La figure 4.7 représente les évolutions des gains normalisés en fonction de la température  $\theta$  du recuit auquel la fibre est soumise. Les facteurs de normalisation correspondent au gain en photosensibilité ( $\Delta n_{mod}$  ou  $\Delta n_{moy}$ ) d'une fibre sensibilisée puis dégazée durant 3 jours à 110°C. Plus précisément, les symboles creux correspondent au gain en modulation d'indice de réfraction, tandis que les carrés pleins correspondent au gain en indice moyen. L'examen de cette figure indique que l'évolution du gain en indice moyen avec la température est similaire à celle de gain en  $\Delta n_{mod}$ .

## 4.4 Stabilité thermique des variations d'indice de réfraction créées dans des fibres SMF 28 sensibilisées par chargement en hydroxyles

### 4.4.1 Introduction

Ce paragraphe est consacré à une étude de la permanence des variations d'indice de réfraction photo induites dans des fibres SMF 28 sensibilisées par la méthode de chargement en hydroxyles. Les vieillissements accélérés des réseaux ont été réalisés par destruction thermique isochrone dans les conditions décrites dans la section 1.2.2 du chapitre 1. La durée des recuits isochrones a été fixée à 30 minutes et le pas à 50 K.

Dans la suite, nous nous intéressons non seulement à l'évolution avec T de l'amplitude de modulation d'indice normalisée  $NI_{mod}(30min, T)$  mais aussi à celles de  $\Delta\lambda_B(30min, T)$  et (ou) de  $NBW(30min, T)$ . Les amplitudes des variations d'indice présentées dans cette section correspondent à des valeurs corrigées selon la méthode décrite dans l'annexe C pour tenir compte des variations de  $\eta(V)$ .

L'exposé de nos résultats comporte trois parties. La description des échantillons et de leur préparation fait l'objet de la première partie. La seconde partie concerne la stabilité thermique de la modulations d'indice de réfraction photo induite dans des fibres insolées à l'aide d'un laser soit à ArF soit à KrF (les autres conditions étant fixées : pression d'hydrogène, densité d'énergie par impulsion, niveau initial de la modulation d'indice). La dernière partie est relative à l'étude de la translation de la longueur d'onde de Bragg et à l'évolution de l'indice moyen.

### 4.4.2 Les échantillons

Les fibres SMF 28 préalablement hydrogénées ont été placées dans un four à 950°C durant 3,5 secondes afin de les sensibiliser par chargement en hydroxyles. Après le chargement en hydroxyles, la température des fibres a été élevée à 110°C pendant afin d'assurer la désorption de l'hydrogène non consommé. Des réseaux longs de 1 mm ont ensuite été photo inscrits ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ,  $R_1$ ;  $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ,  $R_2$ ) dans les fibres sensibilisées. Le nombre  $N_i$  d'impulsions lumineuses incidentes sur chaque fibre a été choisi pour que les amplitudes initiales de modulation d'indice de réfraction ainsi que les contrastes des deux réseaux ( $R_1 : \Delta n_{mod} = 9,710^{-4}$ ,  $C' = 0,81$  et  $R_2 : \Delta n_{mod} = 9,510^{-4}$ ,  $C' = 0,83$ ) soient similaires. Les inscriptions ont été réalisées en insolant les fibres avec des fluences cumulées voisines ( $R_1 : 11 \text{ kJ/cm}^2$ ,  $R_2 : 12,1 \text{ kJ/cm}^2$ ). Le tableau 4.4 regroupe les caractéristiques initiales ainsi que les conditions d'insolation utilisées pour fabriquer ces réseaux. Les valeurs des variations d'indice (ainsi que les longueurs d'onde de Bragg) portées dans ce tableau correspondent à des mesures effectuées à température ambiante après le dégazage de l'hydrogène.

Deux colonnes sont relatives au contraste C ou C' des réseaux définit respectivement par  $C = \frac{\Delta n_{mod}}{\Delta n_{moy}^{total}}$  et  $C' = \frac{\Delta n_{mod}}{\Delta n_{moy}^{inscription}}$ .

Réseau	$\lambda_p$ ; $F_i=160\text{mJ/cm}^2$	$\Delta t_{950^\circ\text{C}}$	Fluence cumulée ( $F_c$ )	$\Delta n_{\text{mod initial}}$	$\Delta n_{\text{mod moy initial}}^{\text{inscription}}$	$\lambda_B(0, 296\text{K})$	$\Delta n_{\text{mod moy}}^{\text{sensibilisation}}$	Contraste (C)	Contraste (C')
$R_1$	193 nm	3,5 s	11 kJ/cm <sup>2</sup>	$9,7 \cdot 10^{-4}$	$1,17 \cdot 10^{-3}$	1538,99 nm	$3,54 \cdot 10^{-3}$	0,21	0,81
$R_2$	248 nm	3,5 s	12,1 kJ/cm <sup>2</sup>	$9,5 \cdot 10^{-4}$	$1,17 \cdot 10^{-3}$	1535,44 nm	$3,58 \cdot 10^{-3}$	0,20	0,83

TAB. 4.4 – Caractéristiques initiales des réseaux soumis à une destruction thermique isochrone (fibres SMF 28 sensibilisées par chargement en hydroxyles).

**4.4.3 Étude de la destruction thermique isochrone de réseaux de Bragg inscrits dans des fibres SMF 28 chargées en hydroxyles : influence de la longueur d’onde du laser utilisé**

La figure 4.8a regroupe les évolutions de la modulation d’indice normalisée  $NI_{\text{mod}}(30\text{min}, T)$  des réseaux  $R_1$  et  $R_2$  en fonction de la température T des recuits isochrones. Les évolutions de  $NI_{\text{mod}}(30\text{min}, T)$  des réseaux  $R_1$  et  $R_2$  sont monotones décroissantes en fonction de la température et présentent un aspect similaire. Pour des températures comprises entre 623 K et 873 K, la modulation normalisée d’indice de réfraction du réseau  $R_1$  (réseau inscrit avec le laser à ArF) conserve une valeur légèrement supérieure à celle du réseau  $R_2$ , l’écart entre les courbes restant inférieur à la barre d’erreur.

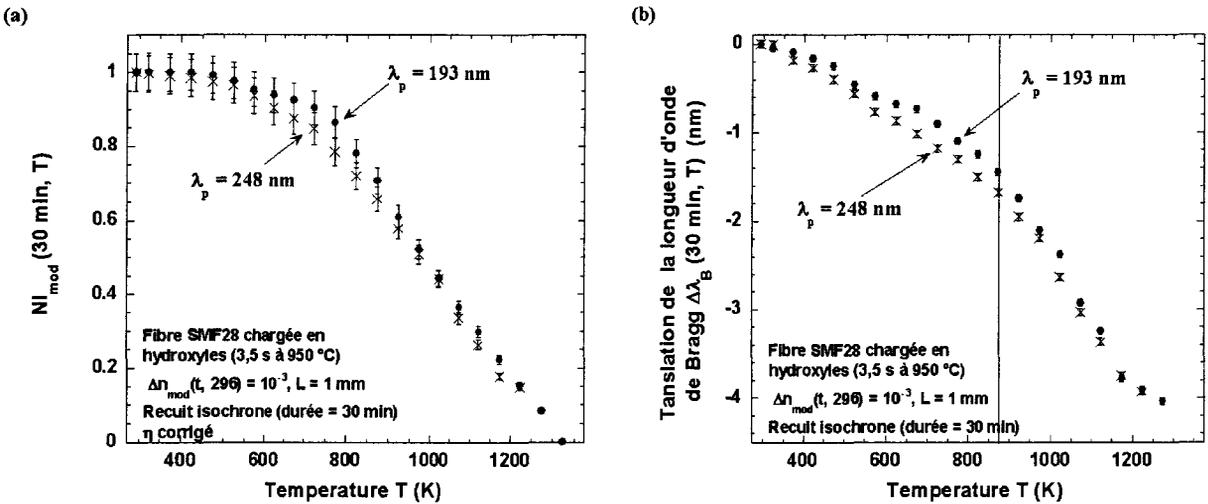


FIG. 4.8 – Comparaison de la stabilité thermique de réseaux de Bragg ( a ) :  $NI_{\text{mod}}(30\text{min}, T)$ ; b ) :  $\Delta\lambda_B(30\text{min}, T)$ ) inscrits dans une fibre SMF 28 sensibilisée thermiquement par des radiations de longueur d’onde 193 nm ou 248 nm.

La figure 4.8b regroupe les évolutions de la translation irréversible  $\Delta\lambda_B(30\text{min}, T)$  de la longueur d’onde de Bragg des deux réseaux en fonction de la température T des recuits isochrones. Quel que soit le réseau ( $R_1$  ou  $R_2$ ), la longueur d’onde de résonance de Bragg décroît de façon monotone en fonction de la température du recuit. L’aspect des deux courbes est similaire, bien que la décroissance de la longueur d’onde de Bragg du réseau  $R_2$  soit plus rapide que celle du réseau  $R_1$ . Par ailleurs, la translation irréversible de la longueur d’onde de Bragg des réseaux  $R_1$  et  $R_2$  inscrits dans la fibre SMF 28 sensibilisée par chargement en hydroxyles ( $\Delta\lambda_B = -1,55\text{ nm}$  après le palier à 873 K par exemple) est plus importante que celle subie par un réseau inscrit dans une fibre hydrogénée ( $\Delta\lambda_B = -0,55\text{ nm}$  après le palier à 873 K) ou dans une fibre

hypersensibilisée par UV ( $\Delta\lambda_B = -0,80 \text{ nm}$  après la palier à  $873 \text{ K}$ ).

L'évolution de la variable  $NBW(30 \text{ min}, T)$  ( $NBW$  est défini par la relation D.4) en fonction de la température  $T$  des recuits isochrones est représentée sur la figure 4.9a. Quel que soit le réseau étudié, l'indice moyen normalisé décroît de façon monotone en fonction de la température. Il apparaît à l'examen des courbes de cette figure que la stabilité de l'indice moyen du réseau  $R_1$  ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) peut être considérée comme légèrement supérieure à celle du réseau  $R_2$  ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ).

**Comparaison des quantités  $NI_{mod}(30 \text{ min}, T)$  et  $NBW(30 \text{ min}, T)$**  Une comparaison entre les évolutions des quantités  $NI_{mod}(30 \text{ min}, T)$  et  $NBW(30 \text{ min}, T)$  est présentée sur la figure 4.9b. La décroissance de  $NBW(30 \text{ min}, T)$  en fonction de  $T$  semble plus rapide que celle de  $NI_{mod}(30 \text{ min}, T)$  au début de la destruction isochrone ( $T \leq 873 \text{ K}$ ).

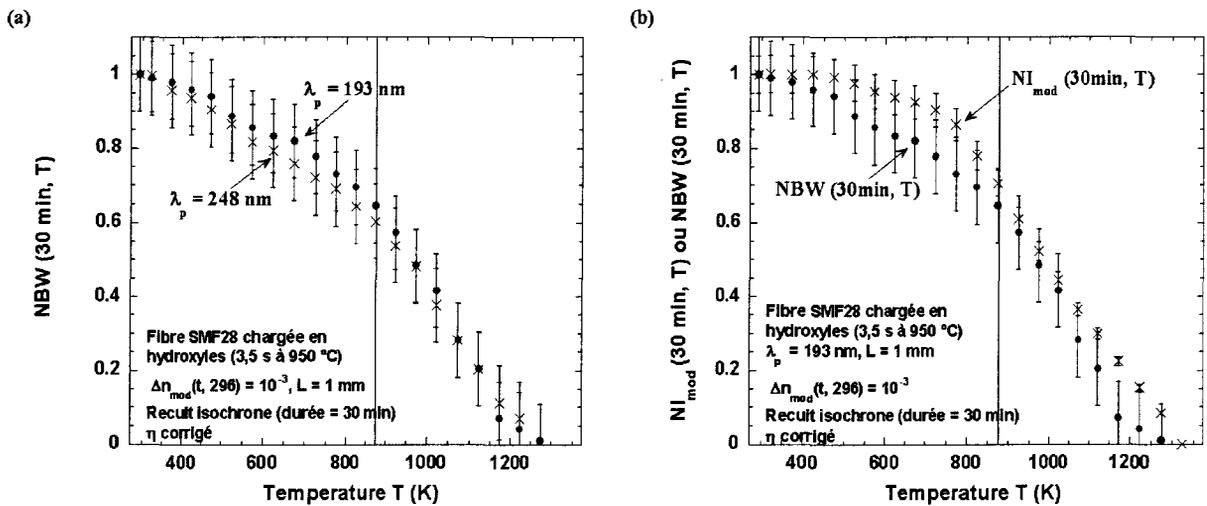


FIG. 4.9 – a) Comparaison de  $NBW(30 \text{ min}, T)$  pour les deux réseaux. b) Comparaison de la stabilité thermique de  $NI_{mod}(30 \text{ min}, T)$  et  $NBW(30 \text{ min}, T)$  pour le réseau  $R_1$  ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ).

En effet, dans toute la gamme de température pour laquelle on peut négliger les relaxations de contrainte [39] ( $T \leq 873 \text{ K}$ ), chaque point de mesure correspondant à  $NBW(30 \text{ min}, T)$  possède une valeur plus faible que celle correspondant à  $NI_{mod}(30 \text{ min}, T)$ . Cette constatation indique donc que le contraste des réseaux évolue au cours des recuits isochrones.

**Conclusion** Notre étude permet de conclure que dans nos conditions d'expérience ( $\Delta n_{mod} \approx 10^{-3}$ ,  $C' \approx 0,82$ ), la stabilité des variations d'indice ( $NI_{mod}$  ou  $NBW$ ) de réfraction normalisées (de réseaux de type I) photo induites dans des fibres SMF 28 sensibilisées par chargement en hydroxyles dépend peu de la source utilisée pour inscrire les réseaux. Par ailleurs, pour les température inférieures à  $873 \text{ K}$ , la stabilité de  $NBW(30 \text{ min}, T)$  est plus faible que celle de  $NI_{mod}(30 \text{ min}, T)$ . Le contraste des réseaux évolue donc au cours des recuits isochrones. Ces résultats sont discutés dans la seconde partie du chapitre 5.

Excès de pertes (ou variations de densités optiques) induits dans des fibres SMF 28 (ou dans des lames de préforme USTL) sensibilisées par chargement en hydroxyles puis insolées uniformément avec des lasers à ArF ou à KrF

## 4.5 Préambule

M. Fokine et al. [24, 66] ont montré que l'élévation de la température de verres germanosilicates à 1000°C en présence d'hydrogène conduit non seulement à une augmentation permanente de la photosensibilité du verre mais aussi à 1) la formation massive d'espèces hydroxyles ; 2) l'augmentation de l'intensité de la bande d'absorption située vers 240 nm attribuée aux défauts notés GODC.

Dans le chapitre précédent, nous avons montré que les espèces hydroxyles formées dans la première étape du processus d'hypersensibilisation UV ne sont pas consommées par les insolations de la deuxième étape. Les espèces hydroxyles ne sont donc pas à l'origine du gain en photosensibilité. Nous pouvons donc supposer que le gain en photosensibilité provoqué par le traitement thermique ne résulte pas directement d'une formation massive d'espèces hydroxyles. Sous réserve de validité de cette hypothèse, il est nécessaire d'invoquer d'autres mécanismes pour expliquer le gain en photosensibilité provoqué par l'élévation de température du verre chargé en hydrogène.

La formation de défauts GODC peut être mise en avant, bien qu'il soit bien établi que la présence de la bande d'absorption associée (vers 5 eV) ne constitue pas une condition nécessaire de photosensibilité [28, 65].

L'élévation de la température du verre germanosilicate en présence d'hydrogène provoque aussi la formation d'espèces hydrogénées telles que GeH ou  $GeH_2$  qui peuvent évidemment jouer un rôle dans le mécanisme de sensibilisation. Les espèces GeH et  $GeH_2$  sont caractérisées par des bandes d'absorption infrarouge dont les pics se situent respectivement vers  $2185\text{ cm}^{-1}$  et  $2140\text{ cm}^{-1}$  [70]. L'examen de la littérature scientifique montre que la proportion relative d'espèces GeH et  $GeH_2$  dépend des conditions spécifiques utilisées pour procéder à l'élévation de température. Ainsi, d'une part Krol et al. [87], Greene et al. [68] et Zeng et al. [70] procèdent à des traitements thermiques qui favorisent la formation des espèces GeH, alors qu'Awazu et al. [69] observent la formation d'espèces  $GeH_2$  dans des conditions de traitement similaires à celles utilisées par Krol et al. [87].

**Par ailleurs, à notre connaissance, aucune publication ne traite de l'effet d'une insolation UV de verres germanosilicates traités par chargement en hydroxyles sur le comportement des bandes de défauts qui absorbent dans l'IR, l'UV ou le VUV.**

En conséquence, nous nous sommes proposé d'utiliser la spectroscopie d'absorption infrarouge et ultraviolet afin d'identifier les espèces formées ou détruites au cours des élévations thermique et des post-insolations ou au cours des recuits isochrones de fibres et de lames de préforme sensibilisées thermiquement. A cet effet, nous avons choisi d'analyser les régions spectrales allant de l'UV du vide à l'IR lointain. Les spectres ont été enregistrés après passage dans un four à  $\approx 1000^\circ\text{C}$  de verres germanosilicates (fibre SMF 28 ou préforme USTL) chargés en hydrogène, puis au cours de l'insolation des verres ainsi sensibilisés. Les paramètres de ces études sont constitués par la durée du passage dans le four, la température  $\theta$  du four et la longueur d'onde  $\lambda_p$  du laser (193 nm ou 248 nm). Ces études peuvent servir de base pour examiner si il existe des corrélations entre les cinétiques de formation des bandes d'absorption (IR, UV...) et les croissances des variations d'indice de réfraction.

La principale difficulté de la manipulation réside dans le fait que la durée de désorption de l'hydrogène dans des échantillons minces portés à  $950^\circ\text{C}$  est très brève et dépend de la géométrie de l'échantillon. De ce fait les comparaisons des résultats obtenus avec les différents échantillons doivent prendre en compte le fait que les conditions de chargement en hydroxyles sont difficiles à reproduire d'un échantillon à l'autre. Les temps caractéristiques de diffusion (définition section 1.1.2.1) correspondant à nos échantillons sont rassemblés dans le tableau 4.5.

Température	Fibre SMF 28	Préforme USTL (200 $\mu m$ )	Préforme USTL (30 $\mu m$ )
950°C	4,5 s	11 s	0,25 s
800°C	7,5 s	19 s	0,43 s
700°C	12 s	30 s	0,68 s

TAB. 4.5 – Durée caractéristique ( $t_{95}$  en secondes) de désorption de l'hydrogène dans nos échantillons.

Le tableau 4.6 rassemble les principales observations qui résultent des études portant sur les modifications spectrales photo induites lors de la post-insolation de verres germanosilicates chargés en hydroxyles. Les paramètres et conditions expérimentales des études menées dans le cadre de ce chapitre figurent également dans cette table.

“OH-flooding”	Paramètres des études	Conclusion des études	Références	Notre étude
Modifications spectrales sous l'effet d'une élévation thermique de la température ( $\theta > 250^\circ C$ ) en présence d'hydrogène	<ul style="list-style-type: none"> <li>IR : vers 1,5 <math>\mu m</math> et [2000-5000<math>cm^{-1}</math>]</li> <li>VUV-UV : [120-320nm]</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Formation massive d'espèces chimiques hydrogénées telles que SiOH, GeH et <math>GeH_2</math> <math>\theta \in [250 - 1000^\circ C]</math></li> <li>augmentation de la bande d'absorption située vers 240 nm attribuée aux défauts GODCs : laser <math>CO_2</math> ; <math>\theta \approx 1700^\circ C</math> ; <math>t &lt; 400s</math>)</li> <li>four ; <math>\theta \approx 1000^\circ C</math> ; <math>t \in [1s - 1h]</math></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>[8, 24, 66, 68, 70, 87]</li> <li>[8, 87, 88, 89, 90]</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li><math>\theta \in [700 - 1000^\circ C]</math> ; <math>t &lt; 1min</math></li> <li><math>\theta \approx 1000^\circ C</math> ; <math>t &lt; 1min</math></li> </ul>
Modifications spectrales sous l'effet d'une post-insolation UV après sensibilisation thermique	<ul style="list-style-type: none"> <li>IR : vers 1,5 <math>\mu m</math> et [2000-5000<math>cm^{-1}</math>]</li> <li>VUV-UV : [120-350nm]</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li></li> <li></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li></li> <li></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li><math>\lambda_p = 193nm</math> ou <math>248nm</math> ; <math>F_i = 160mJ/cm^2</math></li> <li><math>\lambda_p = 193nm</math> ou <math>248nm</math> ; <math>F_i = 160mJ/cm^2</math></li> </ul>

TAB. 4.6 – Principaux résultats expérimentaux déduits de l'examen qualitatif des modifications spectrales induites soit après un traitement thermique ( $\theta > 250^\circ C$ ) d'un verre hydrogéné soit lors de l'insolation d'un verre sensibilisé par chargement en hydroxyles.

## 4.6 Modifications spectrales provoquées par élévation de la température d'une lame de préforme ou d'une fibre germanosilicate hydrogénée à une valeur supérieure à 700°C pendant un court instant

### 4.6.1 Les excès de pertes induits dans le domaine spectral {1,3 $\mu m$ - 1,6 $\mu m$ }

#### 4.6.1.1 Introduction

Les excès de pertes induits dans les fibres ont été évalués en mesurant l'évolution de la transmission de la fibre après une élévation de la température de la fibre hydrogénée par passage durant un court instant

noté  $\Delta t_\theta$  dans un four porté à la température  $\theta$  (voir section 1.4.2.2 du chapitre 1). Les spectres d'excès de pertes ont été enregistrés à température ambiante 3 minutes après la fin de l'élévation de température. Dans la gamme spectrale analysée, les excès de pertes sont de quelques dB/cm. Les longueurs de fibre ayant subi le recuit ont donc été fixées à des valeurs de l'ordre de quelques centimètres. Les conditions de sensibilisation des fibres SMF 28 ainsi que les durées caractéristiques de diffusion de  $H_2$  sont rassemblées dans la table 4.7.

Série	Type de fibre	Durée du recuit : $\Delta t_\theta$	Température du four : $\theta$	$t_{95}$
A <sub>1</sub>	SMF 28	[1 s - 40 s]	950°C	4,5 s
A <sub>2</sub>	SMF 28	[1 s - 100 s]	800°C	7,5 s
A <sub>3</sub>	SMF 28	[1 s - 100 s]	700°C	12 s

TAB. 4.7 – Conditions de traitement thermique des fibres optiques étudiées.

#### 4.6.1.2 Dynamique de croissance des excès de pertes lors de l'élévation de température d'une fibre SMF 28 hydrogénée

**Influence de la durée de l'élévation de température subie par la fibre SMF 28** Une portion de fibre hydrogénée ( $L_{recuit} = 4$  cm) a été soumise à une élévation de température. La température du four dans lequel la fibre a stationné pendant  $\Delta t_\theta$  secondes a été fixée à  $\theta = 950^\circ\text{C}$ . Les durées  $\Delta t_{950^\circ\text{C}}$  des recuits sont de l'ordre de la seconde. La durée maximale a été limitée à 100 s. Des exemples de spectres d'excès de pertes sont présentés sur la figure 4.10a. L'élévation de température durant un court instant ( $\approx 1$  s) se traduit par la formation de pertes en excès qui présentent une bande dont le pic d'atténuation principal se situe vers  $1,39 \mu\text{m}$ . Un épaulement apparaît également vers  $1,35 \mu\text{m}$ . Aucune structure spectrale n'apparaît pour les longueurs d'onde supérieures à  $1,45 \mu\text{m}$ .

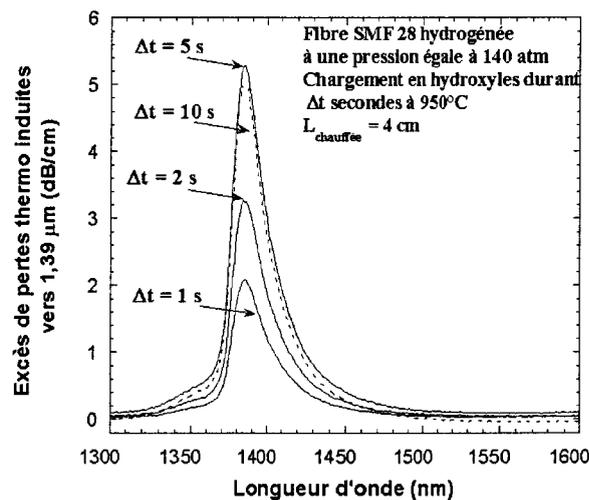


FIG. 4.10 – Évolution des excès de pertes thermo induites vers  $1,39 \mu\text{m}$  dans une fibre SMF 28 hydrogénée placée dans un four à  $950^\circ\text{C}$ .

L'intensité des pertes en excès mesurées au pic vers  $1,39 \mu\text{m}$  (notée  $\Delta\alpha_{max}(1,39\mu\text{m})$ ) évolue de façon non monotone avec la durée  $\Delta t_{950^\circ\text{C}}$  de passage dans le four. Pour des valeurs de  $\Delta t_{950^\circ\text{C}}$  inférieures à 5 s,

$\Delta\alpha_{max}(1,39\ \mu m)$  augmente avec  $\Delta t_{950^\circ C}$ , l'intensité des excès de pertes mesurée vers  $1,39\ \mu m$  passe par un maximum pour  $\Delta t_{950^\circ C} = 5\ s$ , puis diminue lentement. Par ailleurs, la position du maximum de cette bande ainsi que la largeur du spectre mesurée à mi-hauteur n'évoluent pas de manière significative avec  $\Delta t_{950^\circ C}$ . L'excès de pertes mesuré au pic à  $1,39\ \mu m$  est de l'ordre de 2 dB/cm sur le spectre qui correspond à une durée de 1 s et atteint 5,2 dB/cm pour une durée égale à 5 s.

Après la dernière mesure, un second spectre (non représenté sur la figure) est enregistré environ 12 heures plus tard. La comparaison de ces deux spectres indique que pendant l'intervalle de temps séparant les deux mesures ( $\approx 12\ h$ ), la transmission de cette fibre n'a pas évolué de manière sensible.

**Influence de la température du four dans lequel la fibre SMF 28 est placée lors des traitements thermiques** Des fibres préalablement hydrogénées ont été placées durant  $\Delta t_\theta$  secondes dans un four à une température notée  $\theta$ . Les températures choisies pour réaliser les recuits ont été fixées à  $950^\circ C$  (série  $A_1$ ),  $800^\circ C$  (série  $A_2$ ) et  $700^\circ C$  (série  $A_3$ ).

L'allure des spectres d'excès de pertes enregistrés dans la gamme spectrale étudiée ne dépend ni de la valeur de  $\Delta t_\theta$  ni de la température à laquelle la fibre est soumise. Quelle que soit la température  $\theta$  utilisée pour procéder à la sensibilisation de la fibre SMF 28 hydrogénée ( $\theta = 950^\circ C, 800^\circ C, 700^\circ C$ ), l'intensité des excès de pertes vers  $1,39\ \mu m$  évolue de façon non monotone en fonction de  $\Delta t_\theta$ . Pour des valeurs de  $\Delta t_\theta$  inférieures à 5 s, l'intensité des excès de pertes vers  $1,39\ \mu m$  augmente avec  $\Delta t_\theta$ , passe par un maximum, puis lorsque la valeur de  $\Delta t_\theta$  est supérieure à 5 s, les valeurs de  $\Delta\alpha_{max}(1,39\ \mu m)$  diminuent lentement ( $\theta = 950^\circ C$ ) ou restent stationnaires ( $\theta = 800^\circ C$  ou  $700^\circ C$ ). L'évolution des pertes en excès vers  $1,39\ \mu m$  ( $\theta = 950^\circ C$ ) est similaire à celle qui représente le gain en photosensibilité en fonction de  $\Delta t_{950^\circ C}$  (figure 4.2b). Cependant, le maximum de pertes en excès vers  $1,39\ \mu m$  se produit pour une durée de passage dans le four ( $\approx 5\ s$ ) différente de celle ( $\approx 1,5\ s$ ) qui permet d'obtenir le maximum du gain en photosensibilité.

## 4.6.2 Les excès de pertes induits dans le domaine $\{2000\ cm^{-1} - 4000\ cm^{-1}\}$

### 4.6.2.1 Introduction

Une lame de préforme USTL hydrogénée a été placée dans un four porté à haute température ( $\theta \approx 1000^\circ C$ ). La transmission des lames de préforme a été enregistrée dans la gamme spectrale  $\{2000\ cm^{-1} - 4000\ cm^{-1}\}$  à température ambiante quelques minutes après le traitement thermique. Les excès de pertes thermo induits sont présentés sous forme de densité optique différentielle exprimée en dB. Quelles que soient les conditions expérimentales, le rapport signal sur bruit du spectre de transmission est resté supérieur à 20 sur toute la gamme spectrale étudiée.

### 4.6.2.2 Densité optique différentielle induite dans l'infrarouge par l'élévation de température du coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée pendant un court instant

Des lames de préforme USTL préalablement hydrogénées ( $P = 140\ atm$ ) ont été placées dans un four à  $1000^\circ C$  pendant une durée  $\Delta t_{1000^\circ C}$ . Les durées de recuit  $\Delta t_{1000^\circ C}$  ont été choisies égales à 1 s, 10 s, 15 s, 21,5 s et 26,5 s. Il faut noter que la durée caractéristique  $t_{95}$  de désorption de l'hydrogène est de l'ordre de 10 s dans ces conditions ( $e = 200\ \mu m, \theta = 1000^\circ C$ ). Les spectres de densité optique différentielle résultant des recuits sont tracés sur les figures 4.11a et 4.11b.

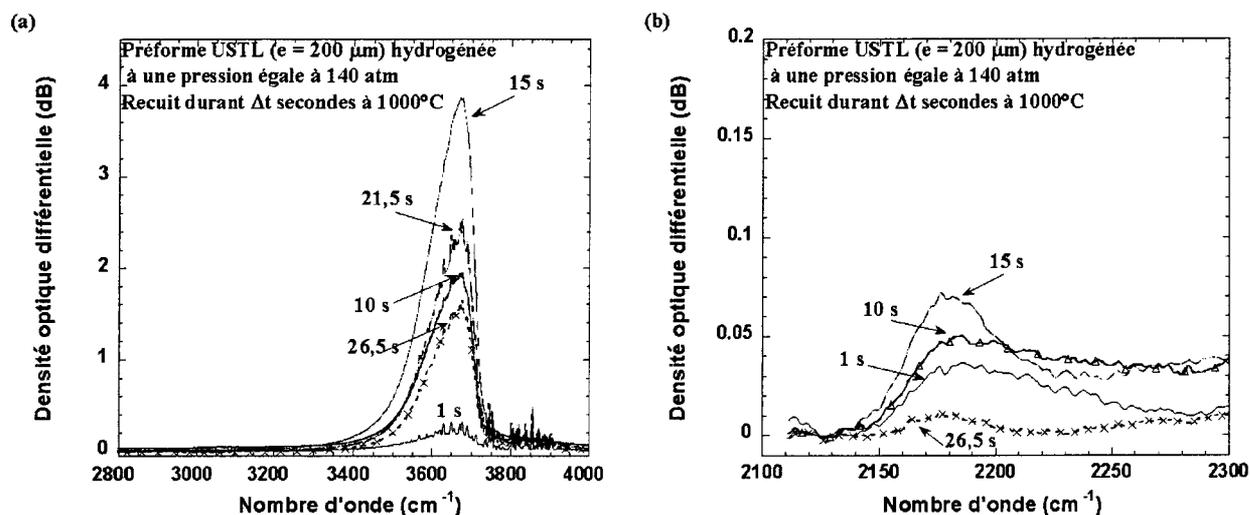


FIG. 4.11 – Évolution de la densité optique différentielle du coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée induite par passage dans un four porté à  $1000^{\circ}\text{C}$  : a) dans la gamme  $\{2800\text{ cm}^{-1}\text{-}4000\text{ cm}^{-1}\}$  et b) dans la gamme  $\{2100\text{ cm}^{-1}\text{-}2300\text{ cm}^{-1}\}$

L'élévation de température ( $\theta = 1000^{\circ}\text{C}$ ) se traduit par des modifications spectrales structurées en bandes dont les pics se situent vers  $2180\text{ cm}^{-1}$  et  $3670\text{ cm}^{-1}$ . Aucune modification du spectre n'est observée vers  $3300\text{ cm}^{-1}$  (bande attribuée à la présence de  $\text{H}_2\text{O}$ ). Les évolutions des densités optiques différentielles mesurées vers  $3670\text{ cm}^{-1}$  et  $2180\text{ cm}^{-1}$  (représentée sur la figure 4.11a) sont non monotones en fonction de  $\Delta t_{1000^{\circ}\text{C}}$ . Ces évolutions présentent des maxima  $\Delta\alpha_{max}(3670\text{ cm}^{-1}) = 3,8\text{ dB}$  et  $\Delta\alpha_{max}(2180\text{ cm}^{-1}) = 0,07\text{ dB}$  pour une même valeur de la durée de passage ( $\Delta t_{1000^{\circ}\text{C}} = 15\text{ s}$ ). L'intensité de ces bandes diminue pour les durées supérieures à 15 s.

#### 4.6.2.3 Densité optique différentielle induite par l'élévation de température du tube d'une lame de préforme USTL hydrogénée

La figure 4.12 montre des spectres d'excès de pertes enregistrés après élévation de la température soit du coeur soit du tube d'une lame de préforme hydrogénée. La composition chimique de l'échantillon constitue donc le paramètre de la mesure : coeur en germanosilicate ou tube en silice pure. La température du four ainsi que la durée de stationnement dans celui-ci ont été fixées respectivement à  $1000^{\circ}\text{C}$  et 15 secondes.

L'allure des spectres de densité optique différentielle enregistrés vers  $3600\text{ cm}^{-1}$  ne dépend pas de la région de la lame sur laquelle porte l'analyse. Cependant, pour une durée de recuit équivalente, les excès de pertes varient fortement selon la composition chimique. Ainsi par exemple, le niveau de la densité optique différentielle créée vers  $3670\text{ cm}^{-1}$  dans le coeur de la lame USTL est environ 10 fois plus important (3,8 dB) que celui relevé dans le tube (0,32 dB) lorsque la durée de passage dans le four ( $\theta = 1000^{\circ}\text{C}$ ) est égale à 15 s.

Par ailleurs, les allures des spectres enregistrés vers  $2200\text{ cm}^{-1}$  diffèrent selon la région de la lame analysée. La bande d'absorption observée sur le spectre enregistré dans le coeur de la lame de préforme est centrée vers  $2180\text{ cm}^{-1}$  (GeH) tandis que le maximum de la bande se situe vers  $2250\text{ cm}^{-1}$  (SiH) lorsque le spectre est enregistré dans le tube.

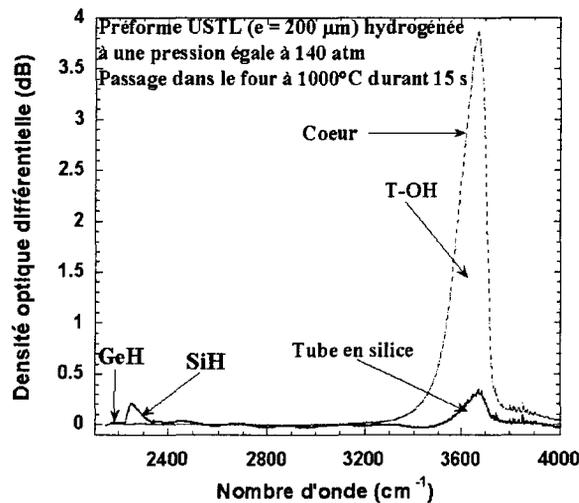


FIG. 4.12 – Comparaison de la densité optique différentielle induite dans le coeur et dans le tube d'une lame de préforme USTL hydrogénée par passage dans le four (15 s à 1000°C).

### 4.6.3 Les excès de pertes induits dans l'UV et l'UV du vide par le traitement thermique

#### 4.6.3.1 Introduction

Le schéma du montage expérimental utilisé pour enregistrer l'évolution des spectres est décrit dans le chapitre 1. Chaque enregistrement de la transmission des lames de préforme est effectué à température ambiante 30 minutes après chaque recuit à 1000°C. Les résultats des mesures sont présentés sous la forme de densité optique exprimée en dB.

#### 4.6.3.2 Excès de pertes induits lors de l'élévation thermique du coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée

Des lames de préforme USTL d'épaisseurs égales à 50  $\mu\text{m}$  préalablement hydrogénées ( $P = 140 \text{ atm}$ ) ont été placées dans un four à 1000°C pendant une durée  $\Delta t_{1000^\circ\text{C}}$ . Ces recuits ont été effectués dans les minutes qui ont suivi la sortie des lames de l'enceinte contenant l'hydrogène. Les durées de passage dans le four étaient égales à 3 s, 5 s et 10 s. Nous avons ensuite enregistré les spectres de densité optique créés par les recuits. **Lorsque la durée de passage dans le four est supérieure à 10 s, le niveau de puissance optique transmis par la lame vers 5 eV n'est plus significatif et conduit à un signal détecté de l'ordre du bruit.**

Le spectre d'atténuation typique du coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée ( $P = 140 \text{ atm}$ ) non insolée est présenté en trait plein sur la figure 4.13. Les autres symboles représentés sur cette figure correspondent à des exemples de spectres d'atténuation enregistrés après chaque recuit de la préforme hydrogénée.

Le passage de la lame dans le four ( $\theta = 1000^\circ\text{C}$ ) provoque une augmentation de la densité optique dans la plus grande partie de la zone spectrale étudiée ( $E > 4,5 \text{ eV}$ ). Les spectres laissent apparaître une structure de bande dont le pic se situe vers 5,1 eV. Les spectres sont aussi marqués par la présence de l'aile d'une

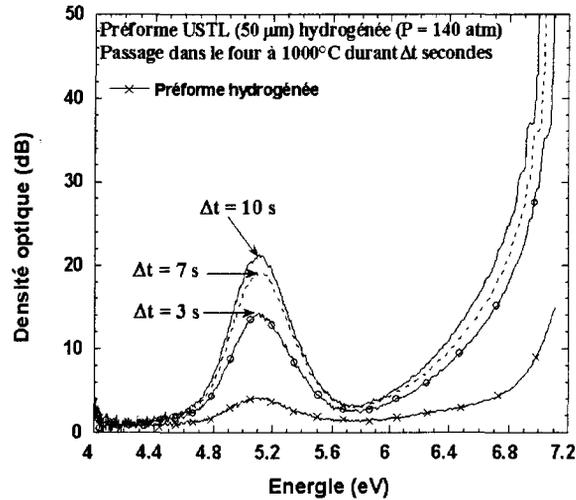


FIG. 4.13 – Évolution de la densité optique thermo induite dans le coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée.

bande dont le pic se situe au-delà de 7 eV. Pour  $E > 4,5 \text{ eV}$ , la densité optique augmente de façon monotone avec la durée  $\Delta t_{1000^\circ\text{C}}$  du recuit subi par la lame ( $\Delta t_{1000^\circ\text{C}} \leq 10 \text{ s}$ ). Après la dernière mesure, un second spectre est enregistré environ 12 heures plus tard (non représenté sur la figure). La comparaison de ces deux spectres indique que pendant l'intervalle de temps séparant les deux mesures ( $\approx 12 \text{ h}$ ), la densité optique de cette lame de préforme n'a pas évolué de manière sensible dans la gamme spectrale étudiée.

## 4.7 Modifications spectrales provoquées par insolation uniforme d'une lame de préforme ou d'une fibre SMF 28 sensibilisée par chargement en hydroxyles

### 4.7.1 Les excès de pertes dans le domaine spectral $\{1,3 \mu\text{m} - 1,6 \mu\text{m}\}$

#### 4.7.1.1 Introduction

Les excès de pertes induits par insolation ultraviolette de la fibre SMF 28 sensibilisée par chargement en hydroxyles ont été évalués en mesurant l'évolution de la transmission de la fibre en fonction du nombre d'impulsions UV (voir section 1.4.2.2 du chapitre 1). Les spectres d'excès de pertes ont été enregistrés 3 minutes après la fin de l'insolation. La fibre SMF 28 sensibilisée a été uniformément insolée par des radiations issues soit du laser à ArF ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) soit à KrF ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ). Dans la gamme spectrale analysée, les excès de pertes induits par l'insolation restent inférieurs à 1 dB/cm. Les longueurs de fibres traitées thermiquement ( $L_{\text{recuit}} = 4 \text{ cm}$ ) puis insolées ( $L_{\text{ins}} = 2 \text{ cm}$ ) sont donc de l'ordre de quelques centimètres.

Les conditions de sensibilisation et d'insolation des fibres SMF 28 sont rassemblées dans la table 4.8. Dans ce tableau figurent aussi les amplitudes de modulation d'indice mesurées dans une fibre SMF 28 dans les mêmes conditions d'irradiance.

Série	$\lambda_p$	$\Delta t_\theta$	$\theta$	$F_i$	$N_{i\ max}$	$\Delta n_{mod}$ (fibre SMF 28)
A	248 nm	1,5 s	950°C	160 mJ/cm <sup>2</sup>	40000	10 <sup>-3</sup>
B	193 nm	1,5 s	950°C	160 mJ/cm <sup>2</sup>	40000	10 <sup>-3</sup>

TAB. 4.8 – Conditions de sensibilisation et d'insolation des fibres SMF 28 sensibilisées par chargement en hydroxyles.

#### 4.7.1.2 Dynamique de croissance des excès de pertes lors de l'insolation d'une fibre sensibilisée par chargement en hydroxyles

Une fibre de type SMF 28 préalablement hydrogénée a donc tout d'abord subi une élévation thermique à 950°C durant 1,5 s. Le dégazage de l'hydrogène résiduel a ensuite été accéléré en plaçant la fibre dans un four à 110°C durant 3 jours. Le spectre d'excès de pertes mesuré après la sensibilisation est présenté sur la figure 4.10a. L'excès de pertes mesuré vers 1,39  $\mu\text{m}$  est de l'ordre de 2 dB/cm.

Nous avons effectué deux types d'enregistrement : enregistrement du spectre d'excès de perte créé par une insolation uniforme réalisée sur une fibre sensibilisée, ou enregistrement du spectre qui résulte d'une insolation effectuée en un lieu non sensibilisé.

#### Utilisation de la source de longueur d'onde $\lambda_p = 193\ \text{nm}$ fonctionnant en régime impulsionnel

Le spectre d'excès de pertes induit par insolation ( $F_i = 160\ \text{mJ/cm}^2$ ) d'une portion de fibre non sensibilisée a tout d'abord été enregistré. La fluence cumulée totale reçue par la fibre a été limitée à 3,2 kJ/cm<sup>2</sup>. Aucune structure spectrale n'est apparue sur cet enregistrement. Le niveau d'excès de pertes reste inférieur à 0,02 dB/cm dans toute la gamme spectrale analysée.

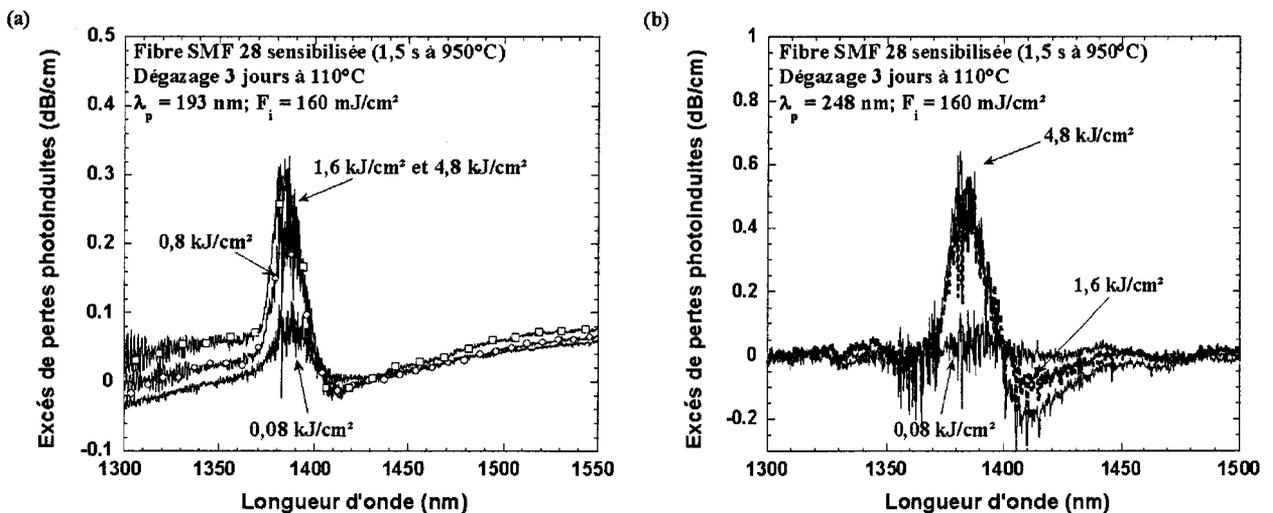


FIG. 4.14 – Évolution des excès de pertes photo induits dans une fibre SMF 28 sensibilisée (1,5 s à 950°C) au cours d'une insolation ultraviolette : a)  $\lambda_p = 193\ \text{nm}$  ; b)  $\lambda_p = 248\ \text{nm}$ .

La portion de fibre sensibilisée ( $L_{recuit} = 4\ \text{cm}$ ) a ensuite été uniformément insolée ( $L_{ins} = 2\ \text{cm}$ ) avec une densité d'énergie par impulsion égale à 160 mJ/cm<sup>2</sup>. La fluence cumulée totale a été limitée à  $F_c = 6,4\ \text{kJ/cm}^2$ . La modulation d'indice de réfraction induite lors de l'inscription d'un réseau de Bragg dans une

fibre SMF 28 sensibilisée par chargement en hydroxyles est dans ces conditions d'irradiance de l'ordre de  $10^{-3}$ . Des exemples de spectres d'excès de pertes sont présentés sur la figure 4.14a (ces pertes s'ajoutent à celles présentées sur la figure 4.10a). L'insolation se traduit par la formation de pertes en excès qui présentent une bande dont le pic d'atténuation principal se situe vers  $1,39 \mu m$ . Pour les longueurs d'onde supérieures à  $1,45 \mu m$  le fond d'atténuation augmente avec la longueur d'onde sans dépendance marquée avec la dose reçue. Le fond d'atténuation mesuré aux longueurs d'onde inférieures à  $1,37 \mu m$  commence par diminuer pour de faibles doses puis augmente lorsque la dose devient supérieure à  $1 \text{ kJ/cm}^2$ . L'intensité des pertes en excès mesurées vers  $1,39 \mu m$  croît de façon monotone avec le nombre d'impulsions  $N_i$  incidentes sur le coeur de la fibre. L'excès de pertes mesuré au pic à  $1,39 \mu m$  est de l'ordre de  $0,3 \text{ dB/cm}$  sur le spectre qui correspond à une fluence cumulée de  $4,8 \text{ kJ/cm}^2$ . L'atténuation finale atteint donc  $2,4 \text{ dB/cm}$  ( $0,3$  au cours de l'insolation +  $2,1$  lors de la sensibilisation). Après la dernière mesure, un second spectre (non représenté sur la figure) est enregistré environ 12 heures plus tard. La comparaison de ces deux spectres indique que pendant l'intervalle de temps séparant les deux mesures ( $\approx 12 \text{ h}$ ), la transmission de cette fibre n'a pas évolué de manière sensible.

#### Utilisation de la source de longueur d'onde $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ fonctionnant en régime impulsionnel

La méthodologie suivie pour réaliser les insolutions avec le laser à KrF est similaire à celle présentée dans le paragraphe précédent. L'insolation ( $F_c \leq 3,2 \text{ kJ/cm}^2$ ) d'une portion de fibre ( $L_{insolation} = 2 \text{ cm}$ ) non sensibilisée n'induit aucune modification spectrale notable entre  $1,3 \mu m$  et  $1,6 \mu m$ .

Une portion de fibre sensibilisée a ensuite été insolée uniformément dans les mêmes conditions d'irradiance que celles décrites dans le paragraphe précédent ( $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ,  $F_c \leq 6,4 \text{ kJ/cm}^2$ ). Des exemples de spectres d'excès de pertes sont présentés sur la figure 4.14b. L'évolution des spectres d'excès de pertes vers  $1,39 \mu m$  est similaire à celle reportée lors de l'utilisation du laser à ArF (figure 4.14a). Le maximum des excès de pertes mesuré vers  $1,39 \mu m$  est de l'ordre de  $0,5 \text{ dB/cm}$  sur le spectre qui correspond à une fluence cumulée de  $4,8 \text{ kJ/cm}^2$ . L'atténuation finale atteint donc  $2,6 \text{ dB/cm}$  ( $0,5$  au cours de l'insolation +  $2,1$  lors de la sensibilisation). Après la dernière mesure, la transmission de cette fibre n'a pas évolué de manière sensible durant les 12 heures qui ont suivi l'insolation. Il faut remarquer que l'insolation ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) provoque une diminution monotone des excès de pertes vers  $1,41 \mu m$ . Le niveau des pertes en excès atteint  $-0,2 \text{ dB/cm}$  pour une fluence cumulée égale à  $4,8 \text{ kJ/cm}^2$ .

#### 4.7.1.3 Conclusion

L'insolation d'une fibre chargée en hydroxyles se traduit par une augmentation des excès de pertes vers  $1,39 \mu m$ . Les excès de pertes totaux ont deux origines. Le tableau 4.9 rassemble quelques résultats caractéristiques obtenus dans différentes conditions d'insolation. Tout d'abord, l'étape de sensibilisation conduit à la formation d'excès de pertes. Par exemple, le niveau des excès de pertes vers  $1,39 \mu m$  après un passage dans le four porté à  $950^\circ\text{C}$  durant  $1,5 \text{ s}$  est de l'ordre de  $2,1 \text{ dB/cm}$ . D'autre part, des excès de pertes supplémentaires sont créés vers  $1,39 \mu m$  par l'inscription du réseau ou lors de l'insolation uniforme. Le niveau de ces pertes reste inférieur à  $0,5 \text{ dB/cm}$  et ceci quel que soit le laser utilisé ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$  ou  $193 \text{ nm}$ ).

Ces résultats montrent que dans nos expériences, lorsque l'amplitude de la modulation d'indice de réfraction est fixée à environ  $10^{-3}$ , le niveau total des pertes en excès vers  $1,39 \mu m$  est supérieur dans les fibres sensibilisées par chargement en hydroxyles que dans les fibres hydrogénées. Par contre, les pertes en

Conditions de sensibilisation	Conditions d'inscription	$\Delta n_{mod}$	$\Delta \alpha_{sensibilisation}(1,39\mu m)$	$\Delta \alpha_{UV}(1,39\mu m)$	$\Delta \alpha_{total}(1,39\mu m)$
1,5 s à 950°C	$\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ; <b>4,8</b> <b>kJ/cm<sup>2</sup></b>	$1,0 \cdot 10^{-3}$	2,08 dB/cm	0,30 dB/cm	2,38 dB/cm
1,5 s à 950°C	$\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ; <b>4,8</b> <b>kJ/cm<sup>2</sup></b>	$1,0 \cdot 10^{-3}$	2,08 dB/cm	0,50 dB/cm	2,58 dB/cm

TAB. 4.9 – Récapitulatif des excès de pertes photo induits par l'insolation ultraviolette d'une fibre SMF 28 sensibilisée par chargement en hydroxyles au moyen d'un laser à ArF ou à KrF.

excès créés par la seule écriture du réseau sont plus faibles dans les fibres chargées en hydroxyles.

## 4.7.2 Les excès de pertes dans le domaine $\{2000 \text{ cm}^{-1} - 4000 \text{ cm}^{-1}\}$

### 4.7.2.1 Introduction

Des spectres d'excès de pertes ont été enregistrés dans la gamme spectrale  $\{2000 \text{ cm}^{-1} - 4000 \text{ cm}^{-1}\}$  au cours des insulations UV d'une lame de préforme sensibilisée par chargement en hydroxyles. Les excès de pertes sont présentés sous forme de densité optique différentielle exprimée en dB. Chaque enregistrement de la transmission des lames de préforme est effectué quelques secondes après occultation du laser UV. L'épaisseur de l'échantillon est égale à  $200 \mu m$ . L'éclairement du spot UV incident sur le coeur de la lame de préforme est sensiblement uniforme. Quelles que soient les conditions expérimentales utilisées dans la suite, le rapport signal sur bruit du spectre de transmission reste supérieur à 20 sur toute la gamme spectrale étudiée.

### 4.7.2.2 Insolation du coeur d'une lame de préforme USTL sensibilisée réalisée au moyen de la source de longueur d'onde $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ fonctionnant en régime impulsif

Une lame de préforme USTL préalablement hydrogénée ( $P = 140 \text{ atm}$ ) a été soumise à une élévation thermique à  $950^\circ\text{C}$  durant 1,5 s. Le dégazage de l'hydrogène non consommé a été accéléré en plaçant la lame dans un four à  $110^\circ\text{C}$  durant 5 jours. La lame ainsi sensibilisée a ensuite été uniformément insolée avec le faisceau issu d'un laser à KrF ( $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ). La fluence cumulée  $F_c$  reçue au cours de la post-insolation par la lame de préforme hypersensibilisée constitue le paramètre de l'étude ; elle a été limitée à  $4,8 \text{ kJ/cm}^2$ . Les spectres de densité optique différentielle résultant de l'insolation sont tracés sur les figures 4.15a et 4.15b. L'insolation se traduit par des modifications spectrales structurées en bandes dont les pics se situent vers  $2180 \text{ cm}^{-1}$  et  $3670 \text{ cm}^{-1}$ . Aucune modification du spectre n'est observée vers  $3300 \text{ cm}^{-1}$ .

La densité optique différentielle mesurée vers  $3670 \text{ cm}^{-1}$  (représentée à la figure 4.15a) augmente de façon monotone en fonction de  $N_i$ . L'évolution présente un aspect similaire à celle des pertes en excès représentées sur la figure 4.14a. Elle montre une tendance à la saturation pour des insulations prolongées au-delà de  $1,6 \text{ kJ/cm}^2$  (spectres non représentés sur la figure).

Par ailleurs, l'atténuation différentielle mesurée à  $2180 \text{ cm}^{-1}$  (représentée à la figure 4.15b) décroît de façon monotone en fonction de  $N_i$  et montre une nette tendance à la saturation pour  $F_c > 0,8 \text{ kJ/cm}^2$ . Elle atteint une valeur de l'ordre de  $-0,004 \text{ dB}$  pour une fluence cumulée égale à  $4,8 \text{ kJ/cm}^2$ . Le blanchiment de l'atténuation provoquée par cette bande n'est donc que partiel ( $\Delta D_{init}(2180 \text{ cm}^{-1}) = 0,037 \text{ dB}$ ). Il est important de noter que le blanchiment de cette bande située vers  $2180 \text{ cm}^{-1}$  semble faible (de l'ordre de

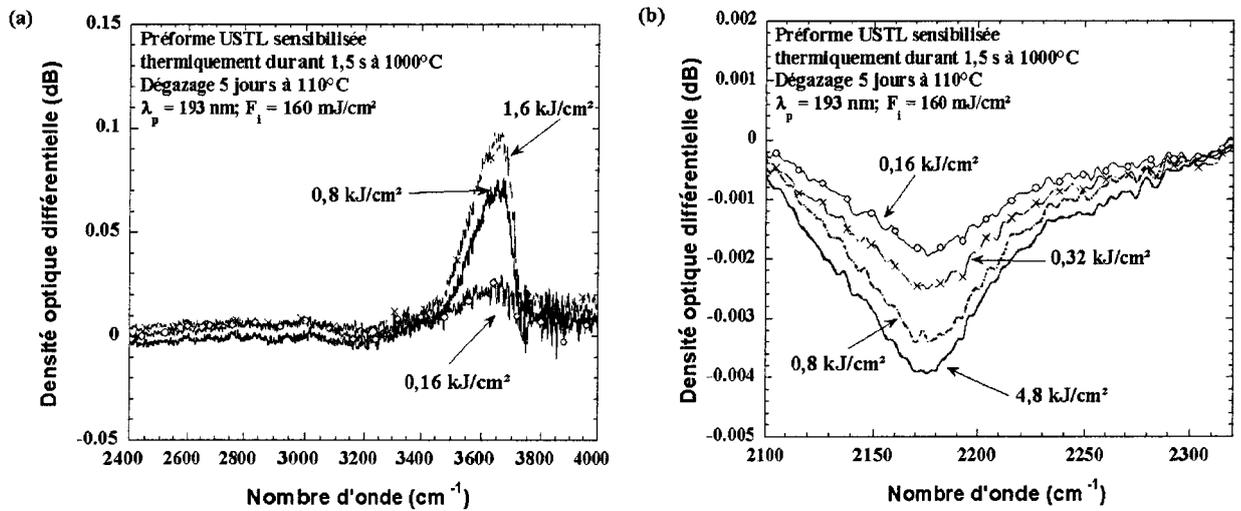


FIG. 4.15 – Évolution de la densité optique différentielle photo induite dans le coeur d'une lame de préforme USTL sensibilisée (1,5 s à 950°C) au cours d'une insolation ultraviolette ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ,  $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ) : a) dans la gamme  $\{2400 \text{ cm}^{-1} - 4000 \text{ cm}^{-1}\}$  et b) dans la gamme  $\{2100 \text{ cm}^{-1} - 2300 \text{ cm}^{-1}\}$

10 %) par rapport au niveau initial de cette bande. Cependant il est nécessaire de prendre en compte le fait que l'atténuation du verre germanosilicate à la longueur d'onde de pompe du laser est au moins de l'ordre de  $500 \text{ cm}^{-1}$  après le traitement à haute température. Dans ces conditions, le faisceau UV provenant du laser à KrF pénètre dans l'échantillon sur une épaisseur moyenne de l'ordre de  $20 \mu\text{m}$ . En raison de l'épaisseur ( $e = 200 \mu\text{m}$ ) des lames, on peut donc soupçonner que les pertes en excès formées par le procédé de sensibilisation dans toute l'épaisseur de l'échantillon ne sont blanchies que sur une épaisseur plus faible. Le même problème se pose pour les spectres représentés sur la figure 4.15a pour lesquels seule une faible épaisseur de l'échantillon contribue à la formation des pertes en excès.

### 4.7.3 Les excès de pertes dans l'UV et l'UV du vide

#### 4.7.3.1 Introduction

Le schéma du montage expérimental utilisé pour mesurer l'évolution des spectres sous l'effet d'une insolation ultraviolette est décrit dans la section 1.4.3 du chapitre 1. Chaque enregistrement de la transmission des lames de préforme est effectué 3 minutes après occultation du faisceau laser UV. Les résultats des mesures sont présentés sous la forme de densité optique ou de sa différentielle exprimée en dB.

#### 4.7.3.2 Insolation par la source ArF ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) du coeur d'une lame de préforme USTL sensibilisée par chargement en hydroxyles

Une lame de préforme USTL d'épaisseur égale à  $30 \mu\text{m}$  (durée typique  $t_{95}$  de désorption de l'hydrogène de l'ordre de 20 heures à  $20^\circ\text{C}$ ) préalablement hydrogénée a été sensibilisée au moyen d'une élévation de température à  $1000^\circ\text{C}$  durant 3 s. La sensibilisation par traitement thermique de la lame a été achevée dans la demi-heure qui a suivi la sortie de l'échantillon de l'enceinte contenant l'hydrogène. Après sensibilisation, le dégazage a été effectué en plaçant la lame à température ambiante durant 3 jours.

Nous avons ensuite enregistré les spectres de densité optique différentielle créés par une insolation réalisée sur la partie du coeur sensibilisée. La densité d'énergie par impulsion a été fixée à  $160 \text{ mJ/cm}^2$ . La fluence cumulée  $F_c$  reçue au cours de l'insolation constitue le paramètre de l'étude ; elle a été limitée à  $9,6 \text{ kJ/cm}^2$ . La modulation d'indice de réfraction induite dans une fibre SMF 28 lors de l'inscription de réseaux de Bragg dans des conditions similaires de sensibilisation et d'irradiance est de l'ordre de  $10^{-3}$ .

Tout d'abord, le spectre d'atténuation typique du coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée ( $P = 140 \text{ atm}$ ) non insolée est présenté en trait plein sur la figure 4.16. Le spectre mesuré après la sensibilisation est aussi présenté sur cette figure (spectre en trait plein avec les cercles vides). Les autres symboles correspondent à des exemples de spectres d'atténuation enregistrés au cours de l'insolation de la préforme hypersensibilisée.

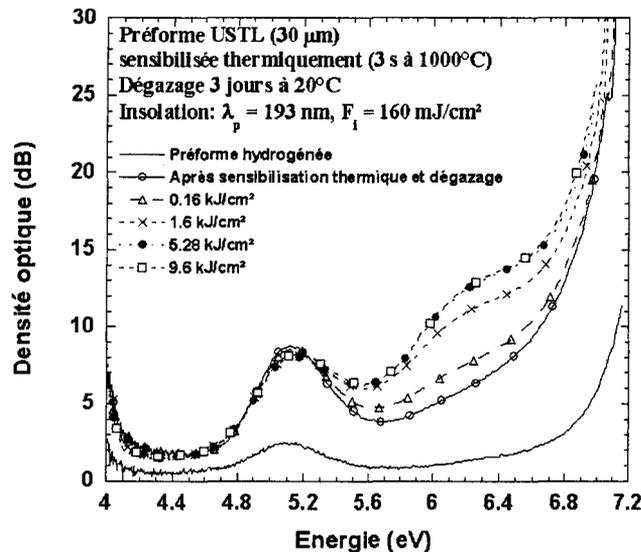


FIG. 4.16 – Évolution de la densité optique du coeur d'une lame de préforme USTL ( $e = 30 \mu\text{m}$ ) sensibilisée (3 s à  $1000^\circ\text{C}$ ) au cours d'une insolation ultraviolette ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ;  $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ).

Les spectres laissent apparaître une structure de bande dont le pic se situe vers  $6,3 \text{ eV}$ . Les spectres sont aussi caractérisés par la présence de l'aile d'une bande dont le pic se situe au-delà de  $7 \text{ eV}$ . Dans la plus grande partie de la zone spectrale étudiée ( $E > 5,3 \text{ eV}$ ), la densité optique augmente de façon monotone avec la fluence cumulée  $F_c$  reçue par la lame. La croissance de la densité optique, rapide au début de l'insolation, montre une nette tendance à la saturation lorsque la fluence cumulée atteint  $5,28 \text{ kJ/cm}^2$ . Cependant, il est important de noter que les pertes spectrales situées en dessous de  $5,3 \text{ eV}$  n'évoluent pas sensiblement avec la fluence cumulée reçue lors de l'insolation.

La tendance à la saturation observée lorsque  $F_c > 5,2 \text{ kJ/cm}^2$  dans toute la gamme spectrale étudiée peut avoir des origines diverses. Par exemple, lorsque la densité optique atteint  $25 \text{ dB}$ , l'évolution du niveau de densité optique n'est plus significative devant le rapport signal sur bruit. La saturation résulte alors d'un manque de sensibilité. Cependant, dans la plus grande partie de la gamme spectrale étudiée, la tendance à la saturation est effective (le rapport signal sur bruit reste supérieur à 10). L'origine de cette saturation est discutée dans la seconde partie du chapitre 5.

Un second spectre d'atténuation a été enregistré environ 18 heures après la dernière mesure (spectre non représenté sur la figure). La comparaison de ces deux spectres indique que pendant l'intervalle de temps

séparant les deux mesures ( $\approx 18$  h), la densité optique de cette lame de préforme n'a pas évolué de manière sensible dans la gamme spectrale étudiée.

## Chapitre 5

# Synthèse des résultats et discussion



## Première partie

# Comparaison de la photosensibilité des fibres SMF 28 sensibilisées au moyen des trois méthodes étudiées

## 5.1 Comparaison des cinétiques de photo inscription de réseaux de Bragg dans des fibres SMF 28 sensibilisées

La comparaison de l'efficacité des méthodes d'augmentation de la photosensibilité des fibres SMF 28 a constitué notre premier objectif. A cet effet, nous avons réalisé des expériences d'inscription de réseaux de Bragg à l'aide de lasers émettant un rayonnement de longueur d'onde 193 nm ou 248 nm. Pour mieux illustrer l'intérêt des procédés de sensibilisation, des réseaux ont été inscrits dans les mêmes conditions d'irradiance dans des fibres SMF 28 non sensibilisées.

Les figures 5.1a et 5.1b permettent de comparer les efficacités des insulations de fibres sensibilisées par l'une des trois méthodes. Les insulations ont été réalisées au moyen soit d'un laser à ArF (Fig 5.1a) soit d'un laser à KrF (Fig 5.1b). Les cinétiques de croissance de  $\Delta n_{mod}$  dans les fibres hypersensibilisées ou chargées en hydroxyles présentées sur ces deux figures correspondent aux valeurs des paramètres expérimentaux ( $N_{pre}$  ou durée  $\Delta t_{950^\circ C}$  de l'élévation thermique) qui conduisent à un gain maximum de photosensibilité. A l'exception de ces paramètres, les réseaux sont inscrits dans les mêmes conditions (densité d'énergie par impulsion, tension appliquée à la fibre constante, pression d'hydrogène). Les conditions de sensibilisation des fibres sont rappelées dans la légende de ces figures.

Tout d'abord, il faut remarquer que, dans les conditions d'insolation utilisées dans nos expériences, les inscriptions conduisent à la formation de réseaux de type I. Les trois méthodes de sensibilisation permettent de créer des amplitudes de modulation d'indice de l'ordre de  $10^{-3}$  et ceci aussi bien lorsque les insulations sont réalisées avec le laser à ArF qu'avec le laser à KrF. Les techniques d'hypersensibilisation UV et de chargement en hydroxyles apportent donc un gain de photosensibilité, en référence à une fibre non photosensibilisée, mais ce gain reste inférieur à celui obtenu en inscrivant les réseaux dans des fibres chargées en hydrogène. En effet, la valeur de la modulation obtenue en insolant la fibre hydrogénée par un grand nombre de tirs est supérieure à celles obtenues dans les fibres hypersensibilisées ou sensibilisées par chargement en hydroxyles par un facteur égal à environ deux. Il faut cependant noter que dans le cas des fibres sensibilisées par chargement en hydroxyles, la marche d'indice moyen créée lors de la sensibilisation est susceptible de rendre la fibre bimode ( $LP_{01}$  et  $LP_{11}$ ) dans la région traitée. Selon les cas, cette propriété peut être recherchée ou au contraire constituer un inconvénient majeur conduisant au rejet de la méthode.

La longueur d'onde du laser utilisé pour insoler les fibres constitue en général un paramètre critique des expériences d'inscription.

- Dans le cas des fibres germanosilicates hydrogénées, le choix du laser de pompe de plus courte longueur d'onde se traduit par la cinétique de formation des réseaux la plus rapide [91, 92, 93].
- Le gain en photosensibilité apporté par l'hypersensibilisation de fibres SMF 28 dépend de la fluence cumulée  $F_c^{pre}$  reçue par le coeur de la fibre SMF 28 lors de l'insolation uniforme. Ainsi, l'utilisation du laser à ArF conduit à un optimum de photosensibilité pour une fluence cumulée  $F_c^{pre}$  égale à 0,32 kJ/cm<sup>2</sup> ( $N_{pre} = 2000$ ,  $F_{pre} = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ) alors qu'il n'est atteint que pour une fluence cumulée égale à 6,4 kJ/cm<sup>2</sup> ( $N_{pre} = 40000$ ,  $F_{pre} = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ) avec le laser à KrF. Ainsi, le choix d'un laser fonctionnant en régime d'impulsions à 193 nm pour insoler des fibres SMF 28 permet de gagner un facteur 20 sur le temps de sensibilisation par rapport à un laser fonctionnant à 248 nm. Dans les conditions d'hypersensibilisation par UV conduisant à l'optimum du gain, la cinétique de formation de  $\Delta n_{mod}$  est plus lente lorsque les insulations sont réalisées avec le laser à KrF. Cependant, des amplitudes de modulation d'indice de réfraction présentant le même ordre de grandeur ( $\Delta n_{mod} \approx 10^{-3}$ ) peuvent

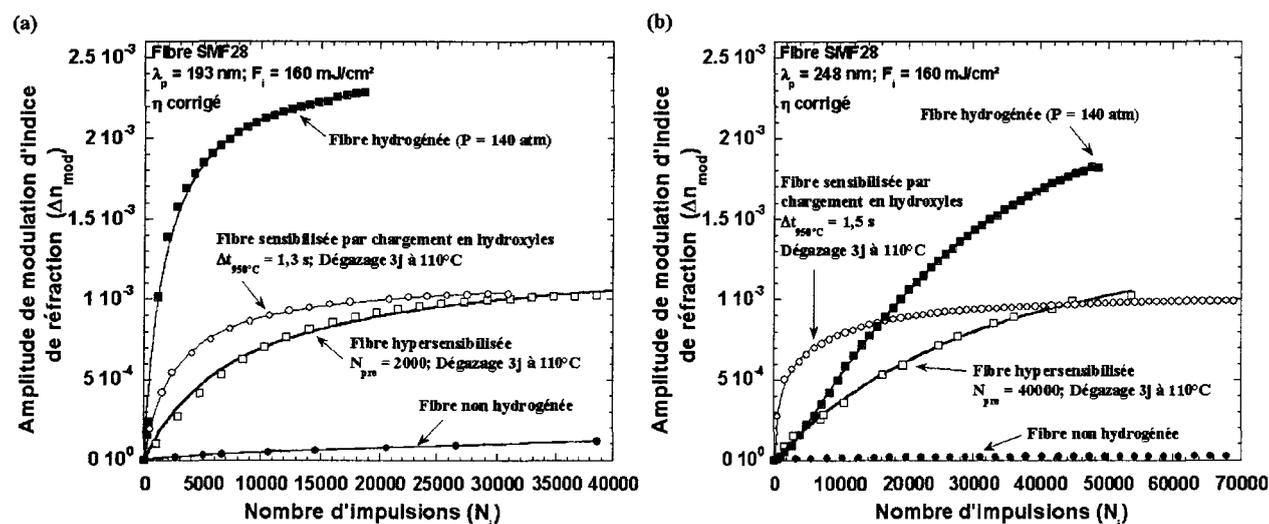


FIG. 5.1 – Comparaison des cinétiques de croissance de  $\Delta n_{mod}$  photo induits dans des fibres sensibilisées ou non. Les réseaux ont été photo inscrits au moyen a) du laser à ArF ou b) du laser à KrF.

être obtenues indifféremment avec l'un ou l'autre des lasers. L'utilisation d'un laser à ArF conduit donc simplement à un gain de temps.

- Comme pour les fibres hypersensibilisées, il existe des conditions de sensibilisation par chargement en hydroxyles conduisant à un optimum de photosensibilité. Les conditions qui permettent d'atteindre cet optimum sont similaires lorsque les inscriptions sont effectuées soit avec le laser à ArF soit avec le laser à KrF. Cet optimum est obtenu pour une durée de passage de l'ordre de 1,5 s dans le four porté à 950°C. L'aspect des courbes de croissance dépend peu du type de laser utilisé pour les inscriptions. La cinétique de croissance des réseaux est plus rapide au début des insulations effectuées avec le laser à KrF par comparaison avec des inscriptions réalisées dans des fibres hydrogénées avec le même laser alors que la situation inverse est observée lors d'insulations avec le laser à ArF.

Le tableau 5.1 rassemble les résultats concernant les photo inscriptions de variations d'indice de réfraction, au moyen des deux lasers UV, réalisées dans des fibres SMF 28 sensibilisées ou non traitées. Les conditions de sensibilisation, d'inscription ainsi que la dépendance de la pente moyenne à l'origine en fonction de la densité d'énergie  $F_i$  sont précisées dans ce tableau.

Des études antérieures menées au laboratoire [36] ont montré que la pente moyenne à l'origine des cinétiques de croissance de la modulation dans des fibres SMF 28 évolue quadratiquement avec  $F_i$  si la fibre non traitée est insolée avec un laser à ArF. Des études analogues menées sur des fibres hydrogénées insolées soit avec un laser à ArF soit avec un laser à KrF ont établi que la pente moyenne évolue de façon linéaire avec  $F_i$ . Nos propres études menées dans les fibres hypersensibilisées conduisent à des conclusions distinctes selon la nature du laser utilisé pour les insulations. Avec le laser à ArF, la pente moyenne croît linéairement avec  $F_i$  alors que l'évolution est quadratique si l'insolation est réalisée avec le laser à KrF.

**Problème de la différence des évolutions de l'indice moyen photo induit dans une fibre hydrogénée au moyen soit d'une insolation avec franges (inscription d'un réseau) soit d'une insolation uniforme (hypersensibilisation)** Nous avons montré dans le paragraphe 3.2.5 qu'il est possible de re-

Méthode de sensibilisation	Conditions de sensibilisation	Conditions de dégazage	Conditions d'inscription	$\Delta n_{mod}$	Évolution de la pente moyenne à l'origine en fonction de $F_i$
Fibre non traitée			$\lambda_p = 193 \text{ nm}; F_c = 30 \text{ kJ/cm}^2$ $\lambda_p = 244-248 \text{ nm}; F_c = 30 \text{ kJ/cm}^2$	$\Delta n_{mod} = 9.10^{-4}$ $\Delta n_{mod} = 3.10^{-5}$	Quadratique [36] Non étudié
Hydrogénation	$P = 140 \text{ atm}$		$\lambda_p = 193 \text{ nm}; F_c = 3,2 \text{ kJ/cm}^2$ $\lambda_p = 248 \text{ nm}; F_c = 11 \text{ kJ/cm}^2$	$\Delta n_{mod} = 2,2.10^{-3}$ $\Delta n_{mod} = 2,1.10^{-3}$	Linéaire [36] Linéaire [36]
Hypersensibilisation UV	$F_c^{pre} = 0,32 \text{ kJ/cm}^2$ si $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ $F_c^{pre} = 6,4 \text{ kJ/cm}^2$ si $\lambda_p = 248 \text{ nm}$	1 mois à $20^\circ\text{C}$ ou 3 jours à $110^\circ\text{C}$	$\lambda_p = 193 \text{ nm}; F_c = 6,4 \text{ kJ/cm}^2$ $\lambda_p = 248 \text{ nm}; F_c = 8 \text{ kJ/cm}^2$	$\Delta n_{mod} = 10^{-3}$ $\Delta n_{mod} = 10^{-3}$	Linéaire Quadratique
Chargement en hydroxyles	$\approx 1,5 \text{ s}$ à $950^\circ\text{C}$	1 mois $20^\circ\text{C}$ ou 3 jours à $110^\circ\text{C}$	$\lambda_p = 193 \text{ nm}; F_c = 6,4 \text{ kJ/cm}^2$ $\lambda_p = 248 \text{ nm}; F_c = 8 \text{ kJ/cm}^2$	$\Delta n_{mod} = 10^{-3}$ $\Delta n_{mod} = 10^{-3}$	Non étudié

TAB. 5.1 – Tableau récapitulatif des variations d'indice photo induites dans des fibres SMF 28 sensibilisées ou non traitées.

présenter correctement l'évolution de la marche d'indice moyen créée par l'hypersensibilisation par une loi du même type (somme de deux mono-exponentielles simples) que celle utilisée pour représenter l'évolution de  $\Delta n_{moy}$  photo induit par l'inscription d'un réseau de Bragg dans une fibre hydrogénée. Cependant, il subsiste des différences entre ces deux évolutions. D'une part, l'allure des courbes représentées sur la figure 3.11b n'est pas similaire à celle observée (forme en S) sur les figures 2.1 et 2.2 (chapitre 2). D'autre part les valeurs de l'indice moyen mesurées pour un nombre fixé d'impulsions ( $N_i$  ou  $N_{pre}$ ) sont différentes sur les figures 2.2 (inscription d'un réseau) et 3.13b (insolation uniforme). En effet, la valeur de l'indice moyen mesurée pour une valeur de  $N_i$  (ou  $N_{pre}$ ) fixée à 50000 est de l'ordre de  $2,4 \cdot 10^{-3}$  dans la fibre hydrogénée (figure 2.2) alors que la marche d'indice moyen vaut  $\approx 3 \cdot 10^{-3}$  dans la fibre hypersensibilisée. Ces différences s'expliquent difficilement sans formuler des hypothèses supplémentaires. Par exemple, le champ de contraintes relaxées ou créées par une insolation avec franges peut être différent de celui résultant d'une insolation uniforme [94, 95, 96]. Une autre hypothèse consiste à supposer que la cinétique de croissance de  $\Delta n_{moy}$  est différente lorsque l'on inscrit un réseau (insolation avec franges) ou lorsque l'on réalise une insolation uniforme. Cette dernière hypothèse fait l'objet d'une simulation numérique dans l'annexe G.

## 5.2 Recherche d'une corrélation entre les variations d'indice de réfraction et les excès de pertes situés vers $1,4 \mu\text{m}$ créés lors d'insolations de fibres SMF 28 sensibilisées

La sensibilisation des fibres et l'inscription de réseaux de Bragg se traduisent par une variation de l'indice de réfraction du coeur de la fibre (et probablement de la gaine) et par une modification de sa transmission. Les excès de pertes dans le proche infrarouge induits dans les fibres sensibilisées sont caractérisés par la formation d'une bande dont le maximum d'absorption se situe vers  $1,4 \mu\text{m}$ .

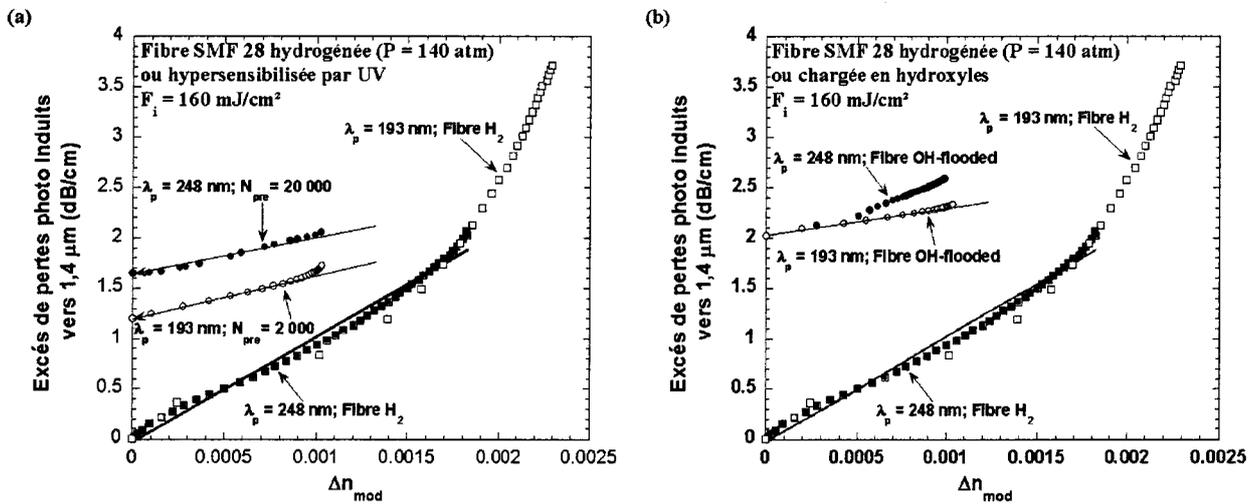


FIG. 5.2 – Évolution des excès de pertes vers  $1,4 \mu m$  en fonction de la modulation d'indice de réfraction photo induit au moyen soit du laser à ArF soit du laser à KrF dans a) des fibres hydrogénées ou hypersensibilisées, b) des fibres hydrogénées ou chargées en hydroxyles.

Les excès de pertes créés dans les fibres sensibilisées par hypersensibilisation UV ou par chargement en hydroxyles, puis insolées par irradiation UV ont deux origines : étape de sensibilisation et étape d'inscription. Dans le cas des fibres hydrogénées seule l'étape d'insolation conduit à des excès de pertes.

Les excès de pertes totaux dans cette région spectrale (sensibilisation et inscription à modulation d'indice fixée) dépendent de la méthode de sensibilisation utilisée. Ce point est illustré sur les figures 5.2a et 5.2b. Ces figures représentent l'évolution des pertes totales au pic vers  $1,4 \mu m$  photo induites dans des fibres SMF 28 hydrogénées ou hypersensibilisées (figure 5.2a) ou chargées en hydroxyles (figure 5.2b) en fonction de la modulation d'indice de réfraction créée par l'inscription. Il apparaît que pour une modulation d'indice fixée, les niveaux d'excès de pertes photo induits dans des fibres SMF 28 hydrogénées avec l'un ou l'autre des deux lasers sont similaires. Dans la gamme de modulation analysée, il n'existe pas de relation de proportionnalité entre le niveau des pertes en excès vers  $1,4 \mu m$  et l'amplitude du changement d'indice de réfraction induit par les différentes sources tout au long de l'insolation ( $0 \leq \Delta n_{mod} \leq 2,3 \cdot 10^{-3}$ ).

Des excès de pertes supplémentaires sont créés par l'inscription d'un réseau dans les fibres hypersensibilisées ou chargées en hydroxyles. L'évolution de ces pertes dans les fibres est plus lente en fonction de  $\Delta n_{mod}$  que dans les fibres hydrogénées. Cette constatation est en accord avec les conclusions des travaux de J. Canning [86]. D'autre part, l'évolution de ces pertes dépend peu de la longueur d'onde (248 nm ou 193 nm) du laser de pompe. Pour une valeur de  $\Delta n_{mod} \approx 10^{-3}$ , le niveau de ces pertes (inférieur à 0,5 dB/cm) s'avère notamment plus faible que celui créé dans des fibres hydrogénées (1 dB/cm). Toutefois, pour un changement d'indice du même ordre de grandeur ( $\Delta n_{mod} \approx 10^{-3}$ ), du fait de pertes créées par l'étape de sensibilisation, les niveaux d'excès de pertes totaux photo induits sont plus élevés lorsque les insolutions sont effectuées avec le laser à KrF. Par ailleurs, les pertes mesurées dans ces fibres sont supérieures aux pertes induites dans les fibres hydrogénées.

Le tableau 5.2 rassemble quelques résultats caractéristiques obtenus dans différentes conditions d'insolation. Les conditions d'inscription des réseaux de Bragg ont été choisies de façon à ce que la modulation d'indice de réfraction photo induite dans les fibres SMF 28 sensibilisées par les trois différentes méthodes

Conditions de sensibilisation	Conditions d'inscription	$\Delta n_{mod}$	$\Delta\alpha_{sensibilisation}(1,39\mu m)$	$\Delta\alpha_{UV}(1,39\mu m)$	$\Delta\alpha_{total}(1,39\mu m)$
1,5 s à 950°C	$\lambda_p = 193\text{ nm}$ ; 4,8 kJ/cm <sup>2</sup>	$1,0 \cdot 10^{-3}$	2,08 dB/cm	0,30 dB/cm	2,38 dB/cm
1,5 s à 950°C	$\lambda_p = 248\text{ nm}$ ; 4,8 kJ/cm <sup>2</sup>	$1,0 \cdot 10^{-3}$	2,08 dB/cm	0,50 dB/cm	2,58 dB/cm
$\lambda_p = 193\text{ nm}$ ; 0,32 kJ/cm <sup>2</sup>	$\lambda_p = 193\text{ nm}$ ; 6,4 kJ/cm <sup>2</sup>	$1,0 \cdot 10^{-3}$	1,20 dB/cm	0,48 dB/cm	1,68 dB/cm
$\lambda_p = 248\text{ nm}$ ; 6,4 kJ/cm <sup>2</sup>	$\lambda_p = 248\text{ nm}$ ; 9,6 kJ/cm <sup>2</sup>	$1,0 \cdot 10^{-3}$	1,65 dB/cm	0,40 dB/cm	2,05 dB/cm
Hydrogénation (P = 140 atm)	$\lambda_p = 193\text{ nm}$ ; 0,32 kJ/cm <sup>2</sup>	$1,0 \cdot 10^{-3}$	–	0,93 dB/cm	0,93 dB/cm
Hydrogénation (P = 140 atm)	$\lambda_p = 248\text{ nm}$ ; 3,2 kJ/cm <sup>2</sup>	$1,0 \cdot 10^{-3}$	–	0,84 dB/cm	0,84 dB/cm

TAB. 5.2 – Récapitulatif des excès de pertes photo ou thermo induits dans des fibres SMF 28 sensibilisées au moyen de l'une des trois méthodes étudiées.

soient de l'ordre de  $10^{-3}$ .

En conclusion, ces résultats montrent que dans nos expériences, lorsque l'amplitude de la modulation d'indice de réfraction est fixée à environ  $10^{-3}$ , le niveau total des pertes en excès vers  $1,39\ \mu m$  est supérieur dans les fibres sensibilisées à celui relevé dans les fibres hydrogénées. Par contre, les pertes en excès créées par la seule écriture du réseau sont plus faibles dans les fibres hypersensibilisées ou chargées en hydroxyles.

### 5.3 Étude de la permanence des procédés de sensibilisation (hypersensibilisation par UV ou chargement en espèces hydroxyles)

Afin d'examiner les perspectives offertes par les méthodes de sensibilisation dans le domaine technologique, nous avons étudié la persistance des procédés d'hypersensibilisation par UV et par chargement en espèces hydroxyles. En effet, l'étude de la permanence de la sensibilisation constitue une donnée technique importante qui conditionne le délai maximum séparant l'étape de sensibilisation de celle de l'écriture du réseau (ou celui séparant l'écriture d'un réseau dans une fibre hydrogénée et une retouche de ses caractéristiques spectrales réalisée au moyen d'une insolation uniforme).

La permanence des différents procédés a été estimée en soumettant des fibres sensibilisées à des recuits isochrones (durée 3 h) par pas de 100 K. Le gain résiduel en photosensibilité a été mesuré après chaque recuit au moyen de l'inscription de réseaux de Bragg. Ce gain a été défini par la relation suivante :  $Gain(N_i = 40000, T) = \Delta n_{mod}^{Fibre\ sensibilisee}(N_i = 40000, T) - \Delta n_{mod}^{Fibre\ non\ H_2}(N_i = 40000, T)$  expression dans laquelle  $\Delta n_{mod}(N_i, T)$  représente la modulation créée dans une fibre ayant subi un recuit à la température T, par une insolation avec  $N_i$  impulsions.

La figure 5.3 représente l'évolution du gain normalisé en photosensibilité induit par les procédés de sensibilisation en fonction de la température T du recuit isochrone. Le facteur de normalisation correspond au gain mesuré lorsque la fibre sensibilisée n'a pas subi de recuit avant l'inscription du réseau. Sur cette figure, nous avons également représenté l'évolution de la photosensibilité des fibres non photo sensibilisées

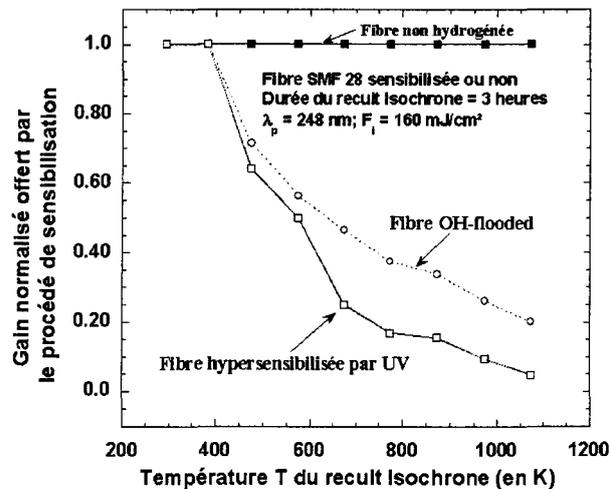


FIG. 5.3 – Comparaison de la permanence des procédés de sensibilisation : inscription de réseaux de Bragg dans des fibres sensibilisées puis recuites durant 3 heures.

en fonction de la température du recuit. A cet effet nous avons porté sur la figure l'évolution en fonction de T de la quantité  $\frac{\Delta n_{mod}(N_i=40000, T)}{\Delta n_{mod}(N_i=40000, 296K)}$ .

A l'examen de cette figure, il apparaît que les recuits font chuter le gain en photosensibilité procuré par les processus de sensibilisation sans affecter la photosensibilité de la fibre non sensibilisée. L'élévation de température à 473 K puis à 573 K se traduit par une baisse similaire du gain en photosensibilité induit par l'un ou l'autre des deux procédés de sensibilisation. Les gains en photosensibilité diminuent d'environ 30 % après le recuit à 473 K et de 45 % après celui à 573 K. A partir de 673 K, la stabilité du procédé de sensibilisation par chargement en hydroxyles reste supérieure à celle du procédé d'hypersensibilisation UV. Enfin il est important de signaler que la photosensibilité des fibres sensibilisées reste supérieure à celle des fibres non chargées en hydrogène (Gain > 0) et ceci même après le palier à 1073 K. Ce gain résiduel ne trouve pas son origine dans les différents traitements thermiques puisque la photosensibilité de fibres non sensibilisées puis recuites à des températures allant jusque 1073 K reste identique à celle de la fibre non recuite.

## 5.4 Comparaison de la stabilité thermique de réseaux de Bragg photo inscrits dans des fibres SMF 28 sensibilisées par les différents procédés

Nous avons comparé les stabilités des caractéristiques spectrales de réseaux photo inscrits dans des fibres hydrogénées, hypersensibilisées par UV, chargées en hydroxyles ou non traitées. Le nombre  $N_i$  d'impulsions lumineuses incidentes sur chaque fibre a été choisi pour que les amplitudes initiales de la modulation d'indice de réfraction des réseaux ( $\Delta n_{mod} \approx 10^{-3}$ ) présentent le même ordre de grandeur.

### 5.4.1 Étude de $NI_{mod}(30min, T)$

Les évolutions de  $NI_{mod}(30min, T)$  correspondant à des réseaux inscrits au moyen soit d'un laser à ArF soit à KrF sont représentées respectivement sur les figures 5.4a et 5.4b en fonction de la température T à

laquelle la fibre a été portée après l'inscription.

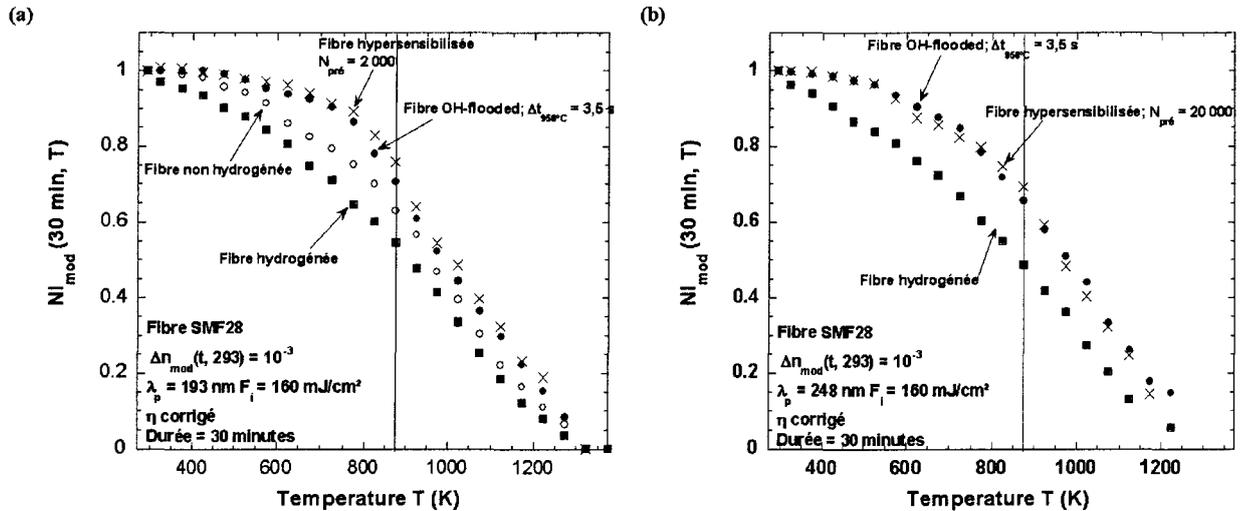


FIG. 5.4 – Comparaison de la stabilité thermique ( $NI_{mod}(30min, T)$ ) de réseaux de Bragg inscrits dans des fibres SMF 28 sensibilisées ou non par des radiations de longueur d'onde égale à a) 193 nm ou b) 248 nm.

L'examen des deux figures indique tout d'abord que l'évolution de la modulation normalisée d'indice de réfraction correspondant à des réseaux de Bragg inscrits dans des fibres hypersensibilisées est similaire à celle relevée pour des réseaux inscrits dans des fibres chargées en hydroxyles. Par ailleurs, la stabilité des réseaux de Bragg écrits dans des fibres sensibilisées est supérieure à celle de réseaux écrits dans des fibres chargées en hydrogène ou dans des fibres non sensibilisées. Les réseaux écrits dans des fibres chargées en hydrogène s'avèrent moins stables que ceux écrits dans des fibres non sensibilisées.

D'autre part, il apparaît que pour une méthode de sensibilisation donnée, la tenue thermique des réseaux était similaire quelle que soit la source utilisée ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$  ou  $248 \text{ nm}$ ) à condition que les réflectivités initiales (et les contrastes) des réseaux soient égales.

#### 5.4.2 Étude de la translation irréversible de la longueur d'onde de Bragg $\Delta\lambda_B(30min, T)$

Pour disposer d'un ensemble complet de données expérimentales, il s'avère nécessaire de procéder à des mesures de la translation irréversible de la longueur d'onde de résonance des réseaux de Bragg induite par les recuits. D'un point de vue pratique, les ingénieurs doivent prendre en compte ces résultats pour prédire la stabilité de la longueur d'onde des réseaux photo inscrits dans des fibres sensibilisées.

Les figures 5.5a et 5.5b montrent les évolutions de la translation  $\Delta\lambda_B$  de la longueur d'onde de Bragg en fonction de la température du recuit isochrone (voir le chapitre 1 pour la définition de  $\Delta\lambda_B(30min, T)$ ) et ceci pour des réseaux de Bragg inscrits respectivement soit avec le laser à ArF soit avec le laser à KrF.

Quel que soit le réseau étudié, la longueur d'onde de Bragg se décale vers les basses longueurs d'onde lorsque la température  $T$  du recuit isochrone augmente (réseaux de type I). La translation irréversible de  $\lambda_B$  est plus importante pour le réseau inscrit dans une fibre hydrogénée que celui mesuré dans une fibre non hydrogénée. Par ailleurs, les translations des  $\lambda_B$  des réseaux photo inscrits dans les fibres hypersensibilisées ou chargées en hydroxyles sont plus importantes que celles qui correspondent à des réseaux inscrits dans des fibres hydrogénées.

De plus, la translation de  $\lambda_B$  des réseaux écrits dans des fibres chargées en hydroxyles est environ deux fois plus grande que celle de réseaux de Bragg écrits dans les fibres hypersensibilisées par UV et ce quel que soit le laser utilisé pour inscrire les réseaux. Cette observation peut être corrélée avec le fait que la marche d'indice moyen créée par le procédé de chargement en hydroxyles ( $\Delta n_{moy}^{sensibilisation} = 4 \cdot 10^{-3}$ ) est significativement supérieure à celle créée par l'hypersensibilisation UV ( $\Delta n_{moy}^{sensibilisation} \approx 2,2 \cdot 10^{-3}$ ).

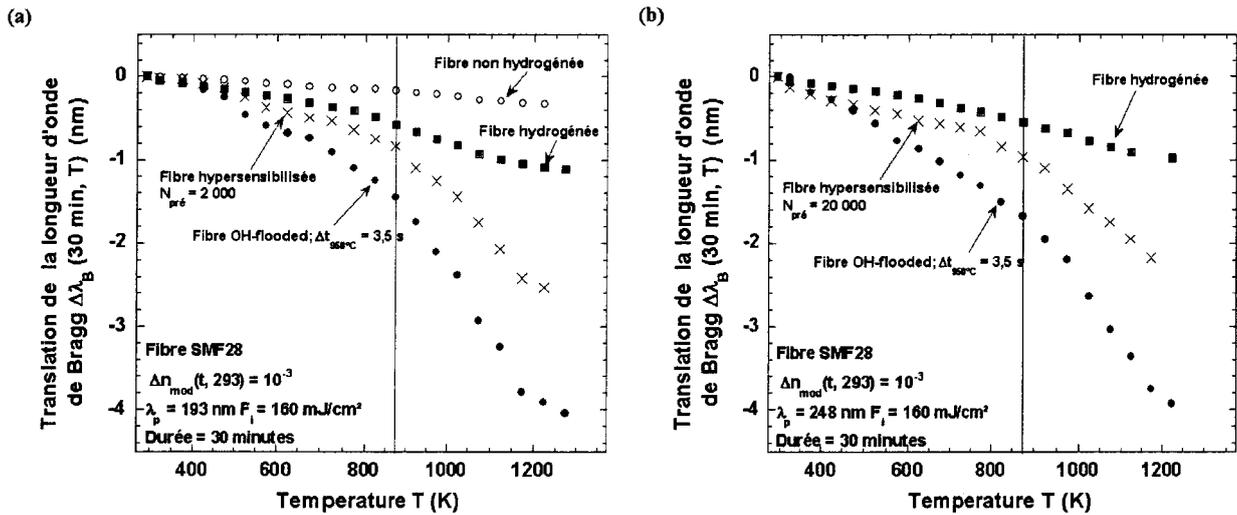


FIG. 5.5 – Comparaison de la stabilité thermique ( $\Delta\lambda_B(30 \text{ min}, T)$ ) de réseaux de Bragg inscrits dans des fibres SMF 28 sensibilisées ou non par des radiations de longueur d'onde a) 193 nm ou b) 248 nm.

Si l'on admet que les différents procédés de sensibilisation ne créent pas de contrainte supplémentaire en référence à celle provoquée par le processus de fibrage, les courbes des figures 5.5 permettent d'exclure un mécanisme de relaxation de contrainte induite par les recuits comme étant un processus prédominant à l'origine des translations irréversibles des longueurs d'onde de Bragg des réseaux écrits dans les divers fibres sensibilisées. En effet, la translation de la longueur d'onde de Bragg des réseaux écrits dans la fibre non hydrogénée reste limitée à 0,4 nm après le palier de recuit à 1223 K alors que les translations correspondantes sont égales à 1 nm, 2,5 nm et 4 nm pour les réseaux écrits respectivement dans les fibres hydrogénées, hypersensibilisées par UV ou chargées en hydroxyles.

**Conclusion** En conclusion, nous avons montré que l'augmentation de la stabilité de la modulation normalisée d'indice de réfraction  $NI_{mod}(30 \text{ min}, T)$  des réseaux inscrits dans des fibres hypersensibilisées ou chargées en hydroxyles se fait aux dépens d'une moindre stabilité de leur longueur d'onde de Bragg. De plus, les stabilités thermiques des quantités  $NI_{mod}(30 \text{ min}, T)$  sont similaires dans ces deux types de fibres (les réflectivités initiales des réseaux étaient égales). Ce résultat laisse supposer que les mécanismes qui conduisent à l'augmentation de photosensibilité des fibres chargées en hydroxyles sont semblables à ceux qui interviennent dans les fibres hypersensibilisées par UV. D'autre part, les deux procédés de sensibilisation conduisent à la formation d'une marche d'indice moyen dont la stabilité conditionne en partie celle de la longueur d'onde de Bragg. En conséquence les translations irréversibles de  $\lambda_B$  enregistrées dans des fibres sensibilisées sont plus grandes que celle mesurée dans des fibres hydrogénées. De plus, comme le procédé de chargement en hydroxyles conduit à la formation massive d'espèces chimiques hydrogénées, la translation

thermo induite de  $\lambda_B$  est donc plus importante dans ce type de fibre que dans les fibres sensibilisées par les autres méthodes.

## Deuxième partie

# Étude des pertes photo induites dans des fibres SMF 28 ou dans des lames de préforme USTL sensibilisées

## 5.5 Traitement des données

### 5.5.1 Décomposition en composantes Gaussiennes des spectres d'atténuation photo ou thermo induits dans des fibres SMF 28 ou dans des lames de préforme USTL

#### 5.5.1.1 Méthodologie

Les spectres d'atténuation  $\alpha(E)$  (exprimés en dB ou dB/cm ou  $cm^{-1}$ ) peuvent être décomposés à l'aide d'une somme de fonctions Gaussiennes dont une variable est la position spectrale de la fonction (énergie ou nombre d'ondes). Chaque fonction Gaussienne est caractéristique de l'atténuation  $\alpha_i(E)$  (en dB ou dB/cm ou  $cm^{-1}$ ) provoquée par un défaut identifié ou non. Ainsi nous avons utilisé un logiciel commercial (Peak Fit) afin de déconvoluer les spectres présentés dans les chapitres 2, 3 et 4. La forme de la somme des fonctions Gaussiennes utilisées pour représenter l'atténuation spectrale des échantillons correspond à la relation 5.1 :

$$\alpha(E) = \sum_{i=1}^N a_i \cdot e^{-4 \cdot \ln(2) \cdot \left(\frac{E-E_i}{\sigma_i}\right)^2} = \sum_{i=1}^N \alpha_i(E) \quad (5.1)$$

Dans la relation 5.1,  $N$  représente le nombre de Gaussiennes utilisées pour décrire le spectre de pertes ou d'excès de pertes de l'échantillon. Les termes  $a_i$ ,  $E_i$  et  $\sigma_i$  désignent respectivement l'amplitude de la  $i^{me}$  fonction Gaussienne, l'énergie (ou le nombre d'ondes) à laquelle se trouve centrée cette Gaussienne et la demi-largeur spectrale de la fonction Gaussienne.

On peut formuler l'hypothèse que le nombre des fonctions Gaussiennes ou certains paramètres caractéristiques restent constants au cours de l'insolation (par exemple la position et la demi-largeur) alors que d'autres paramètres (par exemple l'amplitude  $a_i$ ) évoluent avec le nombre de tirs. Si l'on se place dans l'hypothèse où les spectres correspondent à des excès de pertes exprimés en dB/cm et si l'on admet que l'amplitude (la demi-largeur étant fixée) est proportionnelle à la concentration de défauts correspondants à la  $i^{me}$  Gaussienne, l'évolution de la concentration des défauts en fonction de la durée d'insolation peut se déduire de l'évolution correspondante des  $a_i$ . La méthode implique cependant une part d'arbitraire. Il est en effet probable que des insulations prolongées modifient l'environnement des défauts qui absorbent et de ce fait la largeur spectrale des Gaussiennes.

Devant cette situation, nous avons choisi 1) de nous baser sur les descriptions publiées dans la littérature pour ce qui concerne les espèces hydrogénées et les défauts recensés dans des verres germanosilicates ainsi que 2) de faire évoluer le plus petit nombre possible de paramètres. D'un point de vue pratique, la représentation de l'atténuation spectrale par la relation 5.1 est réalisée en ajustant la relation aux résultats expérimentaux par une méthode de moindres carrés non linéaire. Les termes  $a_i$ ,  $E_i$ , FWHM et le nombre  $N$  de fonctions Gaussiennes sont les paramètres de ces ajustements. En pratique, nous fixons à 1 % près les positions des fonctions Gaussiennes ainsi que leurs largeurs. L'amplitude et parfois la largeur des raies (pour les spectres VUV) constituent les paramètres des ajustements.

#### 5.5.1.2 Décomposition des spectres d'excès de pertes enregistrés dans l'infrarouge

Les espèces hydrogénées identifiées formées dans les verres germanosilicates chargés en hydrogène sont principalement : SiOH, GeOH, SiH, GeH,  $SiH_2$ ,  $GeH_2$  et  $H_2O$ . Les réactions chimiques conduisant à la formation de ces espèces peuvent être activées par insolation UV ou par élévation thermique. Le type d'espèce formée dépend du type d'activation et des conditions de cette dernière. La nature (et parfois la concentration

de ces espèces) peut être déterminée grâce à l'étude des bandes d'absorption correspondant aux modes fondamentaux ou harmoniques de vibrations. Les spectres qui correspondent aux modes fondamentaux ont été enregistrés dans des lames de préforme USTL d'épaisseur 200  $\mu\text{m}$ . L'étude des bandes d'absorption correspondant aux modes harmoniques a été réalisée à partir de fibres SMF 28 insolées ou traitées sur des longueurs de plusieurs centimètres.

	Nombre d'ondes ( $\text{cm}^{-1}$ )	Longueur d'onde ( $\mu\text{m}$ )	Coefficient d'extinction molaire ( $\text{ppm}^{-1} \text{cm}^{-1}$ )	FWHM ( $\text{cm}^{-1}$ )	Amplitude $a_i$
SiH	2250	4,41	$2,13 \cdot 10^{-3}$	111	*
GeH <sub>2</sub>	2140	4,67	$0,32 \cdot 10^{-3}$	118	*
GeH	2185	4,58	$0,32 \cdot 10^{-3}$	82	*
SiOH	3670-3600	2,75	$2,35 \cdot 10^{-3}$	122	*
GeOH	3600-3520	2,80	$2,35 \cdot 10^{-3}$	210	*
H <sub>2</sub> O	3200-3450, 3615	3,10	$1,48 \cdot 10^{-3}$	357	*

TAB. 5.3 – Nombres d'ondes, longueurs d'onde des modes de vibrations fondamentaux et coefficients d'extinction molaire des espèces hydrogénées dans les préformes germanosilicates.

**Bandes fondamentales** D'une part, Plotnichenko et al. [43] ont réalisé des études (essentiellement théoriques) sur la contribution des espèces hydroxyles à l'absorption infrarouge des verres germanosilicates. Ils montrent que la fréquence attribuée à chaque mode de vibration dépend de l'environnement de l'espèce (donc de la concentration en oxyde de germanium, de la méthode utilisée pour élaborer le verre...). Il apparaît que les bandes d'absorption qui correspondent aux vibrations liées à l'élongation de GeOH sont centrées à des nombres d'ondes inférieurs à ceux des bandes correspondantes liées aux espèces SiOH. D'autre part, Q. Zeng et al. [70] ont utilisé la spectroscopie FTIR et RMN pour identifier sans ambiguïté les bandes d'absorption IR induites par l'insolation d'un verre germanosilicate hydrogéné au moyen d'un laser à KrF ou par élévation thermique à 600°C. Les fréquences des modes fondamentaux des différentes espèces identifiées sont rassemblées dans le tableau 5.3 avec les attributions et les absorbances molaires correspondantes. Le détail des paramètres que nous avons fixés dans les décompositions en Gaussiennes est rassemblé dans le tableau 5.4. Le symbole \* permet d'identifier les paramètres que nous laissons varier librement lors des ajustements.

La figure 5.6a représente un exemple de décomposition d'un spectre de densité optique différentielle photo induit dans une lame de préforme USTL hydrogénée. Les conditions d'insolation sont rappelées dans les légendes de ces figures. Les spectres expérimentaux (courbes en trait plein) sont superposés aux résultats des ajustements (courbes en pointillés). Nous avons fait figurer sur ces figures les différentes fonctions Gaussiennes utilisées pour réaliser l'ajustement.

**Bandes harmoniques** Les spectres d'excès de pertes photo ou thermo induits dans la fibre SMF 28 hydrogénée présentent une bande caractérisée par un maximum d'absorption situé aux environs de 1,40  $\mu\text{m}$ . Cette bande correspond en fait à un mélange des bandes premières harmoniques de la vibration d'élongation des liaisons entre Si ou Ge et le groupe hydroxyde : SiOH et GeOH. Par ailleurs, aucune bande d'excès de pertes formée dans la zone analysée {1,2  $\mu\text{m}$  - 1,6  $\mu\text{m}$ } n'a à notre connaissance été attribuée aux espèces GeH. Une bande peu stable formée vers 1,53  $\mu\text{m}$  a été attribuée par A. Lino et al. [14] à la formation d'espèces SiH et par V. Grubsky [45] à celle d'espèces H<sub>2</sub>O.

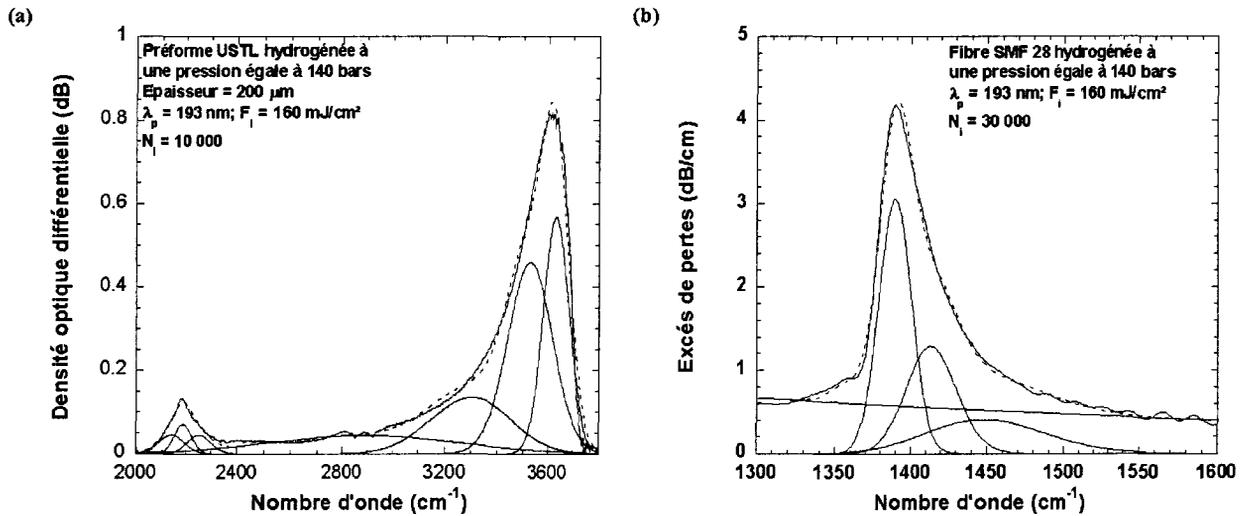


FIG. 5.6 – Décomposition en une somme de fonctions Gaussiennes du spectre d'atténuation différentielle photo induit dans ) le coeur d'une lame de préforme USTL ou b) une fibre SMF 28.

	Longueur d'onde ( $\mu\text{m}$ )	FWHM (nm)	Amplitude $a_i$
SiOH	1,39	25	*
GeOH	1,41	40	*
$H_2O$	1,45	90	*

TAB. 5.4 – Paramètres des composantes Gaussiennes utilisées lors des décompositions des spectres induits dans l'infrarouge dans les fibres SMF 28.

De ce fait le spectre d'absorption vers  $1,4 \mu\text{m}$  a été déconvolué en trois bandes centrées respectivement autour de  $1,39 \mu\text{m}$ ,  $1,41 \mu\text{m}$  et  $1,45 \mu\text{m}$ . **Les décompositions ont cependant été effectuées dans l'espace des fréquences** (spectres exprimés en nombre d'ondes). L'absorbance des bandes est mesurée sur les spectres d'excès de pertes depuis la ligne de base jusqu'au sommet de la fonction Gaussienne. La détermination de la ligne de base a été réalisée arbitrairement de la façon suivante : nous avons choisi deux points situés de part et d'autre du pic d'absorption suffisamment éloignés du pic pour que la transmission puisse être considérée comme plate. Une droite est ensuite menée par ces deux points. Un exemple de décomposition est présenté sur la figure 5.6b.

**Quantification** La loi de Beer-Lambert permet d'estimer la concentration de chaque espèce à partir de la décomposition du spectre d'excès de pertes en Gaussiennes. Pour chaque fonction Gaussienne, l'amplitude  $a_i$  (exprimée en dB) est liée à la concentration  $c$  (mol/l) par la relation  $c = \frac{0,1 a_i}{L \cdot \varepsilon_i}$  où  $L$  est l'épaisseur de l'échantillon (cm) et  $\varepsilon_i$  est le coefficient d'extinction molaire correspondant à la  $i^{\text{me}}$  fonction Gaussienne ( $l \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ). Cette relation n'est correcte que sous l'hypothèse où les espèces créées sont uniformément distribuées sur toute l'épaisseur  $L$  de l'échantillon. **Dans une première étape, nous admettons que cette hypothèse est vérifiée et ceci afin de déterminer des ordres de grandeur des concentrations des différentes espèces.**

Cette détermination nécessite bien sur la connaissance des coefficients d'extinction molaire de chaque

Position de la bande	1 ppm (en poids)	Références	1 ppm (molaire)
1,39 $\mu m$	38 dB/km	[8]	10,6 dB/km
1,39 $\mu m$	48 dB/km	[97, 98]	13,3 dB/km
1,38 $\mu m$	54 dB/km	[99]	15 dB/km

TAB. 5.5 – Relation ente le coefficient d'excès de pertes induit vers 1,39  $\mu m$  et la concentration en espèces hydroxyles.

espèce identifiée. Peu de données existent dans la littérature à ce sujet. Par ailleurs, les données publiées diffèrent d'un auteur à l'autre et par le système d'unité dans lequel elles sont représentées. Dans les verres germanosilicates, les données que nous avons utilisées sont celles de Zeng [70] et nous avons utilisé le même coefficient d'extinction pour les différentes espèces hydroxyles sans distinguer les espèces SiOH et GeOH. De façon analogue, le coefficient correspondant aux espèces GeH a été utilisé pour les espèces  $GeH_2$ . La valeur du coefficient d'extinction molaire pour l'eau n'est calibrée que pour des verres de silice [73]. Nous avons considéré qu'elle reste correcte dans les verres germanosilicates. Les valeurs des coefficients d'extinction (exprimées en  $l.mol^{-1}.cm^{-1}$ ) publiées par Zeng ont été converties afin que les concentrations soient mesurées en nombre d'atomes d'hydrogène par million d'atomes de silicium (ppm molaire H/Si). La méthode utilisée pour effectuer cette conversion est décrite dans la thèse de C. Dalle [32]. Par ailleurs, **nous avons supposé que le coefficient d'extinction molaire n'évolue pas au cours de l'insolation laser.**

Différentes études ont permis de déterminer la relation entre l'excès de pertes créé vers 1,39  $\mu m$  et la concentration en espèces hydroxyles exprimée en ppm (massique ou molaire). Les ppm massiques sont définis comme la masse d'atomes de H contenue dans  $10^6$  grammes de  $SiO_2$ . Les données publiées dans la littérature à ce sujet ont été rassemblées dans le tableau 5.5. Dans la suite, nous avons arbitrairement choisi d'utiliser la valeur publiée par Lemaire [8] pour traiter les enregistrements des spectres d'excès de pertes induits dans les fibres optiques.

### 5.5.1.3 Décomposition des spectres de densité optique enregistrés dans l'UV et le VUV

**Revue bibliographique** De nombreuses études [36, 57, 60, 78, 100, 101, 79] traitent de la formation (ou du blanchiment) de bandes d'absorption situées dans l'UV et le VUV au cours de l'insolation ( $\lambda_p = 248 nm$ ) de verres germanosilicates hydrogénés ou non. Le nombre de fonctions Gaussiennes, les positions ainsi que les largeurs à mi-hauteur (FWHM) de ces fonctions utilisées pour rendre compte des spectres d'absorption varient d'un auteur à l'autre. Le tableau 5.6 rassemble les principales données tirées de la littérature scientifique : les énergies correspondant aux différents pics des fonctions Gaussiennes, leurs largeurs à mi-hauteur (FWHM), leurs différentes attributions ainsi que les forces d'oscillateur.

**Décomposition des spectres en Gaussiennes** Comme le montrent les chapitres 2, 3 et 4 les spectres évoluent au cours des insolutions et des recuits. Nous avons choisi d'effectuer les décompositions en faisant varier un nombre restreint de paramètres (l'amplitude des Gaussiennes) et en fixant les autres (nombre de Gaussiennes, position et largeur à mi-hauteur des Gaussiennes, à l'exception de la bande centrée vers 7,5 eV pour laquelle ces quantités constituent des paramètres d'ajustement). La convergence rapide du logiciel de décomposition nécessite que des valeurs initiales réalistes des paramètres ajustables soient introduites. Nous avons procédé en deux étapes. Dans une première étape, nous cherchons à déterminer les valeurs des

Énergie (eV)	FWHM (eV)	Type de défaut	Références	Force d'oscillateur f (référence associée)
4,5-4,7	1,3-1,4	ODC(III, $A_1$ ), GEC ?	[48, 78, 102, 79]	0,15 ([78])
5,04-5,06	0,4-0,5	NOMV	[59, 60, 101]	0,4 ([101])
5,12-5,14	0,4-0,5	GLPC	[60, 62, 101]	0,1 ([60])
5,6-5,8	0,8-1,2	ODC(III, $A_2$ )	[48, 78, 102, 79]	0,6 ou 0,77 ([78])
6,2-6,3	0,9-1,4	GeE'	[63]	0,5 ou 0,2 ([63])
6,8	0,8	ODC ?	[103]	
7,0-8,0	1,4-2,9	ODC, peroxyde, aile d'une bande OH ?	[103, 104]	—

TAB. 5.6 – Énergies, largeurs à mi-hauteur, attributions et forces d'oscillateur des bandes d'absorption utilisées pour rendre compte des spectres observés dans les verres germanosilicates.

paramètres qui seront fixés dans les calculs effectués dans la deuxième étape. Nous partons d'un spectre correspondant à des insulations prolongées pour lequel les bandes de défaut blanchies ou formées sont apparentes. Nous fixons le nombre de Gaussiennes à 6 et nous cherchons à déconvoluer ce spectre en introduisant des valeurs initiales (position, largeur à mi-hauteur, amplitude) tirées de la littérature scientifique. La décomposition du spectre fournit les valeurs des positions et largeurs à mi-hauteur qui seront fixées dans la deuxième étape du calcul. Les largeurs et les positions obtenues dans cet essai sont reportées dans le tableau 5.7. Dans la deuxième étape, les spectres enregistrés au cours des insulations ou des recuits sont déconvolués en laissant libres les amplitudes des Gaussiennes (et la position et largeur de la Gaussienne située vers 7,5 eV).

Énergie (eV)	FWHM (eV)	Amplitude $a_i$	Défaut
4,50	$\approx 1,3$	*	ODC(III, $A_1$ )
5,10	$\approx 0,50$	*	GODC
5,71	$\approx 1,0$	*	ODC(III, $A_2$ )
6,23	$\approx 1,4$	*	GeE'
6,80	$\approx 0,7$	*	?
$\approx 7,5$	*	*	?

TAB. 5.7 – Paramètres des composantes Gaussiennes utilisées lors des décompositions des spectres induits dans l'UV-VUV dans les préformes USTL.

Dans le tableau 5.7, le symbole \* permet d'identifier les paramètres que nous laissons varier librement lors des ajustements. Par exemple, le spectre représenté sur la figure 5.7 a été ajusté à l'aide d'une somme de 6 Gaussiennes selon la méthode décrite ci-dessus. Le spectre expérimental (courbe en trait plein) est superposé au résultat de l'ajustement (courbe en pointillés). Nous avons fait figurer sur cette figure les différentes fonctions Gaussiennes utilisées pour réaliser l'ajustement.

**Quantification** La décomposition des spectres permet tout d'abord d'identifier les différents défauts induits ou blanchis par identification des bandes d'absorption correspondantes. La connaissance des forces d'oscillateur de chaque bande et celle du niveau d'atténuation exprimée en  $cm^{-1}$  permettent de suivre l'évolution de la concentration  $N$  ( $cm^{-3}$ ) des défauts au cours des insulations ou recuits. Les valeurs de  $N$  sont calculées en appliquant l'équation de Smakula :

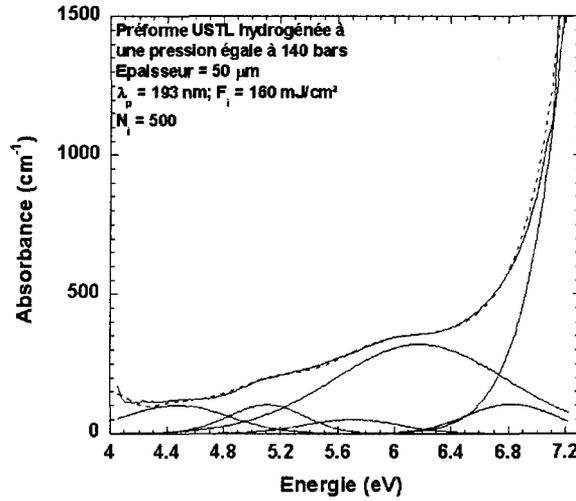


FIG. 5.7 – Décomposition du spectre d'atténuation du coeur d'une lame de préforme USTL en une somme de fonctions Gaussiennes.

$$N.f = 0,87 \cdot 10^{17} \frac{n \cdot \alpha(E_i) \cdot FWHM}{(n^2 + 2)^2} \quad (5.2)$$

Dans cette expression,  $f$  représente la force d'oscillateur,  $n$  l'indice de réfraction du verre,  $\alpha_i(E)$  ( $cm^{-1}$ ) le coefficient d'absorption et  $FWHM$  la largeur à mi-hauteur de la composante Gaussienne correspondante. Les valeurs des forces d'oscillateur reportées dans la littérature sont rassemblées dans le tableau 5.6.

### 5.5.2 Cinétiques d'excès de pertes attribuées aux espèces hydroxyles : comparaison entre fibres SMF 28 et lames de préforme USTL

Dans cette section, nous avons cherché à vérifier si l'allure des cinétiques de croissance des spectres d'atténuation attribués à des bandes harmoniques des espèces hydroxyles photo induites dans les fibres SMF 28 hydrogénées sont identiques aux cinétiques de formation des spectres des bandes infrarouges fondamentales correspondantes formées par insolation des préformes USTL hydrogénées. Bien que les dopages soient similaires dans les deux types d'échantillon, cette question n'est pas triviale. Il est en effet possible que les géométries différentes conduisent à des phénomènes de transport vers l'extérieur de l'échantillon ou à des différences liées à la pénétration du faisceau UV.

Afin de faciliter la comparaison, nous avons supposé dans cette section que l'épaisseur insolée  $L_{ins}(N_i)$  est confondue avec l'épaisseur  $L$  des lames de préforme. Cela revient donc à considérer que la variation du coefficient d'absorption est uniforme sur toute l'épaisseur de la lame de préforme. **En raison de la profondeur limitée de pénétration des faisceaux UV, cette approximation conduit clairement à une sous-estimation de la valeur de  $\Delta\alpha_{rel}(\lambda)$  et donc à celles des concentrations dans les lames de préforme.**

Les figures 5.8a ( $\lambda_p = 193nm$ ) et 5.8b ( $\lambda_p = 248nm$ ) montrent les évolutions en fonction du nombre d'impulsions  $N_i$  des concentrations des espèces hydroxyles (exprimées en ppm molaire) déduites des évolutions des spectres d'atténuation enregistrés dans des fibres SMF 28 et des lames de préforme USTL hydrogénées.

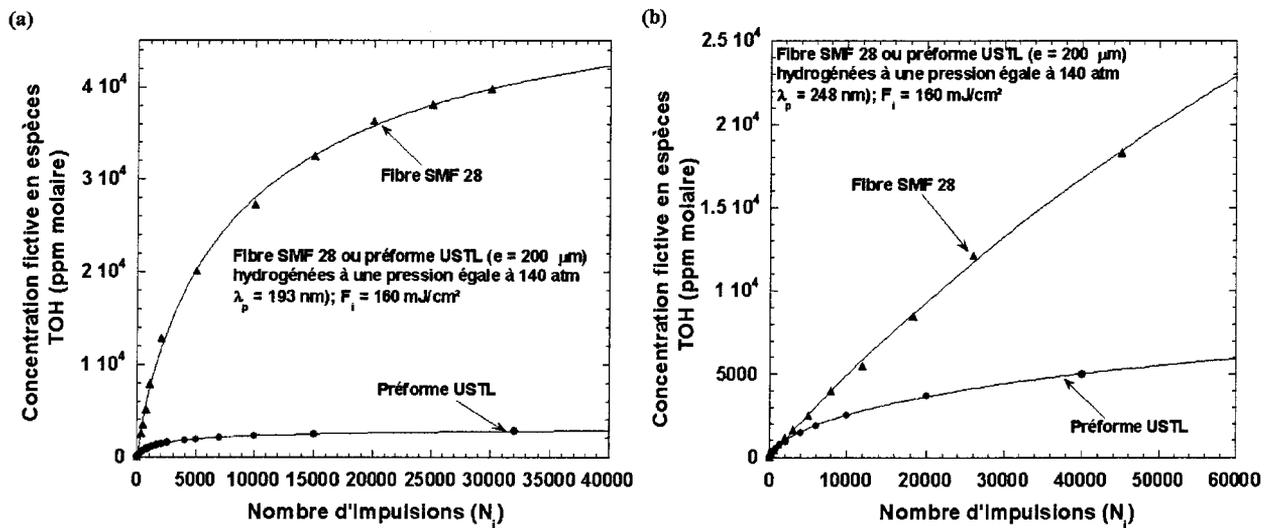


FIG. 5.8 – Comparaison des cinétiques de croissance des espèces hydroxyles photo induites soit dans une fibre SMF 28 hydrogénée soit dans une lame de préforme USTL hydrogénée au moyen a) d'un laser à ArF ou b) d'un laser à KrF

Tout d'abord, il apparaît à l'examen de ces figures que l'allure des cinétiques de croissance des espèces hydroxyles photo induites dans les fibres SMF 28 est différente de celle enregistrée dans les lames de préforme USTL. En effet, le taux de croissance (pente à l'instant  $t$ ) correspondant aux espèces TOH créées dans les lames de préforme diminue plus rapidement au cours de l'insolation que celui des fibres SMF 28. D'autre part, les concentrations calculées sont différentes en fonction du type d'échantillon ou du type de source laser utilisé. Dans le cas des insolutions effectuées avec le laser à ArF, la concentration des espèces TOH mesurée à partir des spectres pris dans les fibres est supérieure à celle calculée dans les préformes et ce tout au long de l'insolation. Le rapport des concentrations augmente au cours de l'insolation et atteint un facteur d'environ 15 pour  $N_i = 35000$ .

Lorsque les insolutions sont réalisées avec le laser à KrF, la situation est différente. En effet, **au début des insolutions** ( $F_c < 1 \text{ kJ/cm}^2$ ) la cinétique des espèces OH est similaire dans les fibres et dans les lames de préforme USTL. Lorsque les insolutions se prolongent au-delà de  $1 \text{ kJ/cm}^2$  la cinétique de croissance des OH est plus rapide dans les fibres. Toutefois, dans la gamme d'impulsions étudiée, l'écart maximal entre les deux cinétiques reste inférieur à un facteur 4.

Par ailleurs, pour un nombre fixé d'impulsions, les concentrations d'espèces hydroxyles calculées à partir des spectres pris dans les fibres sont plus élevées lorsque la longueur d'onde du laser de pompe est égale à 193 nm que pour le laser à KrF ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ). Toutefois, cette conclusion n'est pas établie dans le cas des insolutions de préformes USTL puisque l'on mesure plus d'espèces hydroxyles lorsque les insolutions sont effectuées avec le laser à KrF qu'avec le laser à ArF.

La comparaison des cinétiques de croissance des espèces hydroxyles formées dans les fibres ou dans les préformes USTL montre donc que la forme des cinétiques ainsi que les niveaux de concentration sont très différents en fonction du type d'échantillon. Une hypothèse pour expliquer ces désaccords repose sur le fait que les matériaux (fibre SMF 28 et préforme USTL) sont différents (composition chimique, méthode de fabrication : MCVD pour la préforme ou OVD pour la fibre). Une autre hypothèse consiste à supposer que du fait de la différence d'épaisseur entre les échantillons, la profondeur limitée de pénétration des faisceaux

laser UV n'est pas toujours directement liée à l'épaisseur de l'échantillon et reste de ce fait mal déterminée au cours des insulations.

### 5.5.3 Problème de la profondeur de pénétration des faisceaux laser UV

#### 5.5.3.1 Validation de l'hypothèse selon laquelle l'épaisseur insolée $L_{ins}(N_i)$ est différente de l'épaisseur $L$ de la lame

Dans le premier chapitre du mémoire, nous avons supposé que l'épaisseur insolée  $L_{ins}(N_i)$  ne peut généralement pas être confondue avec l'épaisseur  $L$  des lames de préforme. Afin de tester cette hypothèse, nous avons insolé dans les mêmes conditions ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ,  $F_i = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ,  $N_i = 2000$ ) deux lames d'épaisseurs respectives  $30 \mu\text{m}$  et  $200 \mu\text{m}$ . La figure 5.9 montre les spectres de densité optique différentielle enregistrés dans ces deux lames.

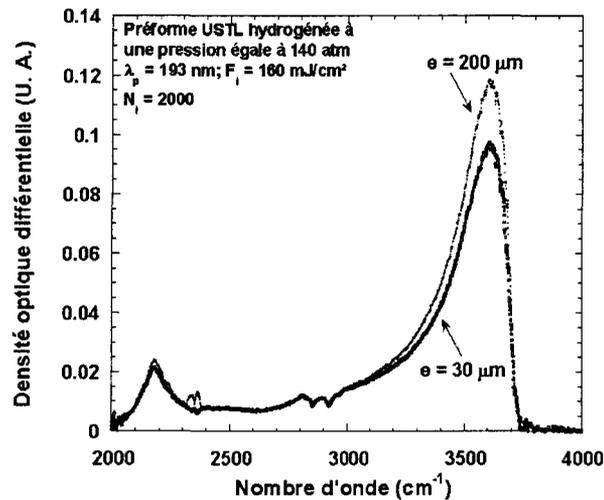


FIG. 5.9 – Comparaison des spectres de densité optique différentielle photo induits dans deux lames de préforme USTL d'épaisseurs différentes. Les conditions d'insolation sont similaires dans les deux cas.

Comme le montre la figure 5.9, l'allure des spectres enregistrés dans la gamme spectrale  $\{2000 \text{ cm}^{-1} - 4000 \text{ cm}^{-1}\}$  est similaire pour les deux types d'échantillon. De plus, pour une fluence cumulée équivalente incidente sur la lame de préforme, les densités optiques différentielles enregistrées varient peu en fonction de l'épaisseur des échantillons faisant l'objet du test. En effet, la densité optique créée vers  $3600 \text{ cm}^{-1}$  par l'insolation de la lame d'épaisseur  $200 \mu\text{m}$  est seulement de 20 % supérieure à celle relevée lorsque l'insolation est réalisée dans une lame d'épaisseur  $30 \mu\text{m}$ . De façon analogue, les densités optiques différentielles mesurées vers  $2180 \text{ cm}^{-1}$  dans les deux lames sont sensiblement similaires. Ces résultats confirment l'hypothèse selon laquelle les impulsions lumineuses en provenance du laser UV sont fortement absorbées au cours de la traversée de l'échantillon. Par conséquent, dans des échantillons épais (par exemple  $200 \mu\text{m}$ ), la profondeur de pénétration du faisceau UV et donc l'épaisseur insolée  $L_{ins}(N_i)$  est inférieure à l'épaisseur  $L$  de l'échantillon. Dans le cas illustré sur la figure 5.9,  $L_{ins}(N_i = 2000)$  est inférieure à  $30 \mu\text{m}$ . De ce fait, le coefficient d'absorption  $\alpha(\lambda, N_i)$  évolue en fonction de la profondeur  $z$  de l'échantillon. D'autre part, la densité de puissance est aussi une fonction de  $z$ . Si il existe un effet de puissance, l'allure du spectre en profondeur peut alors être

différente de celle d'un spectre enregistré en surface de l'échantillon.

### 5.5.3.2 Évolution de la profondeur de pénétration du faisceau UV au cours de l'insolation du coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée

Pour calculer les concentrations d'espèces chimiques formées par les insolutions, il est nécessaire de connaître les valeurs numériques des quantités  $L_{ins}(N_i)$ . En absence de données numériques sur  $L_{ins}(N_i)$ , nous avons décidé d'estimer la profondeur de pénétration du faisceau UV en formulant les différentes hypothèses simplificatrices suivantes. Le coefficient d'absorption à la longueur d'onde du laser de pompe peut être estimé à partir des spectres de densité optique représentés sur les figures 2.14a et 2.15a du chapitre 2. Les spectres correspondant à ces figures ont été enregistrés lors de l'insolation de lames d'épaisseur  $50 \mu m$ . Le calcul de  $\alpha(\lambda_p, N_i)$  a été effectué en supposant que l'insolation de l'épaisseur de ces lames était uniforme ( $L_{ins}(N_i) = 50 \mu m$ ). Nous avons ensuite assimilé l'épaisseur équivalente des lames à  $\frac{1}{\alpha(\lambda_p, N_i)}$ . Cette façon de procéder suppose bien sûr que le coefficient d'absorption (estimé en régime linéaire d'absorption) correspond à celui rencontré par le faisceau UV en régime d'impulsions.

La figure 5.10a montre les évolutions de la quantité  $\frac{1}{\alpha(\lambda_p, N_i)}$  (exprimée en  $\mu m$ ) en fonction de  $N_i$  pour les deux sources laser utilisées. Dans une lame de préforme USTL hydrogénée insolée par un laser à ArF, l'évolution de  $\frac{1}{\alpha(193nm, N_i)}$  est monotone décroissante en fonction de  $N_i$ .

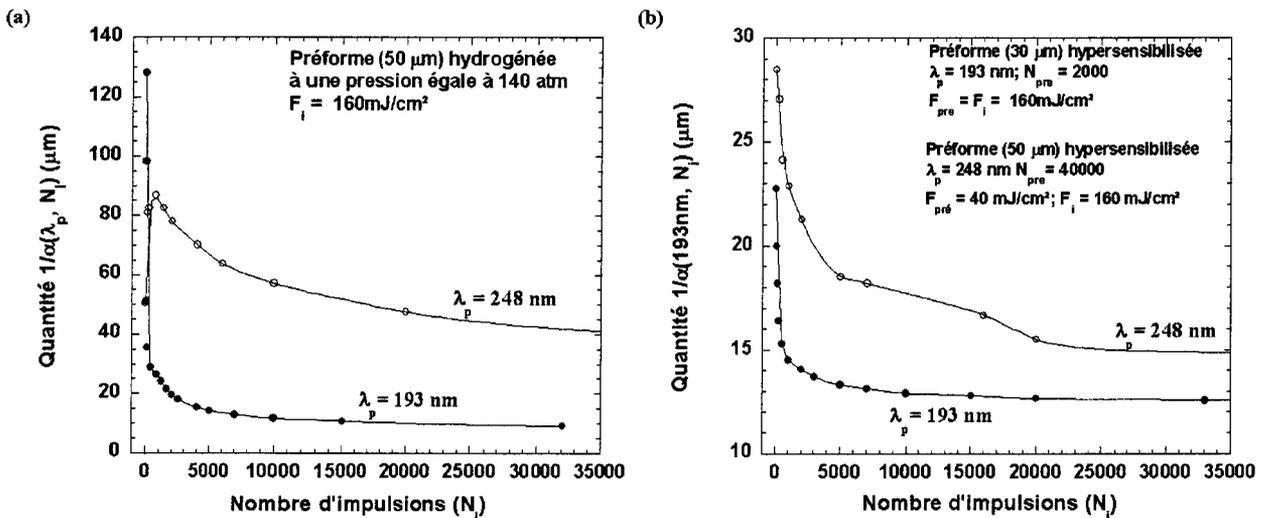


FIG. 5.10 – Évolution de la quantité  $\frac{1}{\alpha(\lambda_p, N_i)}$  (exprimée en  $\mu m$ ) au cours de l'insolation réalisée à l'aide d'un laser à ArF ou d'un laser à KrF : a) lame de préforme USTL hydrogénée, b) lame de préforme USTL hypersensibilisée.

L'évolution de la quantité  $\frac{1}{\alpha(\lambda_p, N_i)}$  enregistrée dans la lame USTL insolée avec un laser à KrF est différente de celle observée lorsque les insolutions sont réalisées avec le laser à ArF. En effet, l'évolution de la quantité  $\frac{1}{\alpha(248nm, N_i)}$  (5.10a) est non monotone en fonction de  $N_i$ . Au début des insolutions ( $F_c < 1,6 kJ/cm^2$ ), la valeur de  $\frac{1}{\alpha(248nm, N_i)}$  augmente avec  $N_i$  puis lorsque  $F_c > 1,6 kJ/cm^2$ ,  $\frac{1}{\alpha(248nm, N_i)}$  diminue de façon monotone à mesure que l'insolation se prolonge. La profondeur de pénétration de l'UV ( $\lambda_p = 193 nm$ ) est de l'ordre de  $130 \mu m$  avant l'insolation et atteint une valeur d'environ  $10 \mu m$  à la fin de l'insolation ( $N_i = 32000$ ). Dans les mêmes conditions d'irradiance, la profondeur de pénétration du faisceau UV ( $\lambda_p = 248 nm$ ) en régime

d'absorption linéaire (non saturée) reste comprise entre 90  $\mu m$  et 40  $\mu m$ . Ces valeurs numériques restent supérieures à la valeur du diamètre du coeur de la fibre. On peut donc estimer que l'insolation de la section transverse de cette dernière est approximativement uniforme.

### 5.5.3.3 Évolution de la profondeur de pénétration du faisceau UV au cours de l'insolation du coeur d'une lame de préforme hypersensibilisée par UV

En formulant des hypothèses analogues à celles énoncées dans le paragraphe précédent, nous avons estimé l'évolution de  $\frac{1}{\alpha(193nm, N_i)}$  (exprimée en  $\mu m$ ) en fonction du nombre d'impulsions incidentes sur le coeur d'une lame de préforme hypersensibilisée par UV ( $N_{pre} = 2000$ ,  $\lambda_p = 193 nm$  ou  $N_{pre} = 40000$ ,  $\lambda_p = 248 nm$ ). Ces évolutions sont représentées sur la figure 5.10b. Il apparaît que les évolutions des quantités  $\frac{1}{\alpha(\lambda_p, N_i)}$  sont monotones décroissantes au cours de l'insolation. La profondeur équivalente  $\frac{1}{\alpha(\lambda_p, N_i)}$  de pénétration du faisceau UV ( $\lambda_p = 193 nm$ ) évolue donc entre 23  $\mu m$  (valeur mesurée après l'hypersensibilisation) et 13  $\mu m$  à la fin de l'insolation par 35000 impulsions. De façon analogue, elle évolue entre 28,5  $\mu m$  avant l'insolation (mais après l'hypersensibilisation) et 15  $\mu m$  lorsque  $N_i = 40000$  impulsions. Dans ce cas encore, on peut estimer que la profondeur de pénétration de l'UV est supérieure au diamètre du coeur de la fibre.

### 5.5.3.4 Cinétiques de croissance des concentrations des espèces hydroxyles enregistrées dans les lames de préforme USTL et estimées à partir des valeurs de $\frac{1}{\alpha(\lambda_p, N_i)}$

Dans cette section, nous présentons les évolutions des valeurs des concentrations des espèces chimiques hydrogénées formées dans les lames de préforme USTL. Ces évolutions ont été calculées à partir des spectres d'atténuation pour chaque valeur de  $N_i$  en procédant de la façon suivante. Deux cas ont été envisagés. **Si  $L_{ins}(N_i) > L$ , nous retenons comme épaisseur, l'épaisseur L dans le calcul de  $\Delta\alpha(\lambda, N_i)$ . Cette façon de procéder revient à considérer que la variation du coefficient d'absorption est uniforme sur toute l'épaisseur de la lame.** C'est par exemple le cas d'une insolation réalisée dans une lame de préforme hydrogénée d'épaisseur 50  $\mu m$  au moyen du laser à KrF (figure 2.15a du chapitre 2). **Si par contre  $L_{ins}(N_i) < L$ , les valeurs du coefficient d'excès de pertes (en  $cm^{-1}$ ) ont été calculées en prenant comme épaisseur les valeurs de  $L_{ins}(N_i) = \frac{1}{\alpha(\lambda_p, N_i)}$  (en cm).** Il est ainsi possible de calculer la valeur du coefficient d'absorption correspondant à un nombre d'impulsion  $N_i$  reçues par l'échantillon avant d'en déduire celle de la concentration des espèces hydroxyles.

Les figures 5.11a et 5.11b montrent les évolutions des concentrations des espèces hydroxyles (exprimées en ppm molaire) mesurées dans des fibres SMF 28 et dans des lames de préforme USTL hydrogénées en fonction du nombre d'impulsions  $N_i$ .

Il apparaît que l'allure des cinétiques enregistrées dans les fibres SMF 28 est similaire à celle obtenue dans les lames de préforme USTL après utilisation d'une épaisseur équivalente selon la méthode décrite ci-dessus. Toutefois, avec le laser à KrF, les niveaux des concentrations corrigées (lames de préforme USTL) sont supérieurs à ceux mesurés dans la fibre SMF 28 tout au long de l'insolation. L'écart maximal entre les deux courbes atteint un facteur de l'ordre de 1,4. Lorsque les insolutions sont réalisées avec le laser à ArF, les concentrations mesurées dans les fibres SMF 28 restent sensiblement supérieures (facteur 1,2) à celles obtenues dans les lames de préforme (valeurs corrigées). Par ailleurs, pour un nombre d'impulsions fixé, les concentrations corrigées dans les lames de préforme sont plus élevées lorsque la longueur d'onde du laser de pompe est égale à 193 nm que pour le laser à KrF ( $\lambda_p = 248 nm$ ).

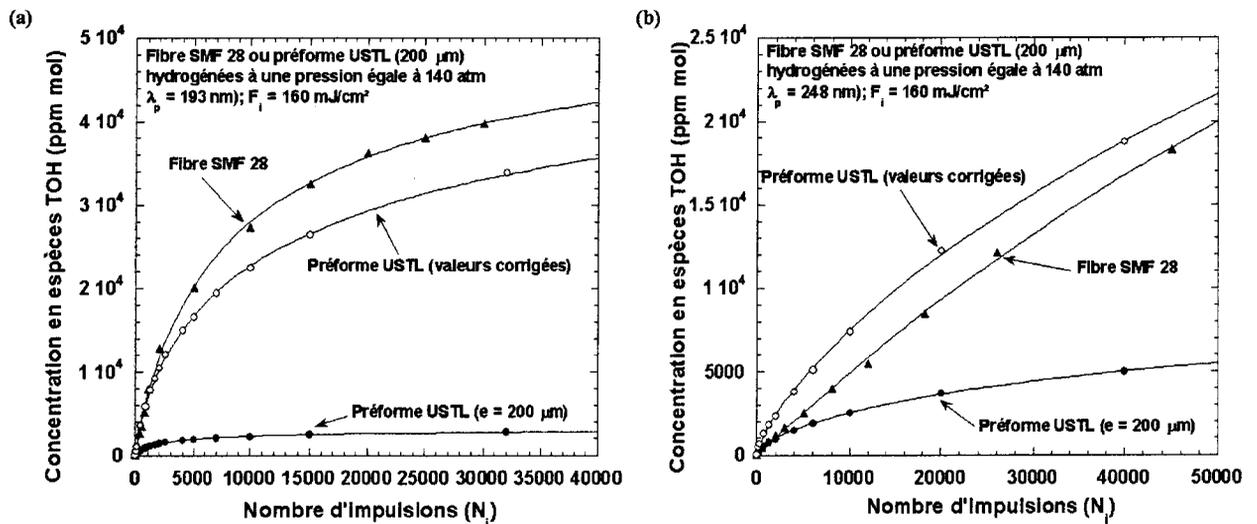


FIG. 5.11 – Comparaison des cinétiques de croissance des espèces hydroxyles photo induites soit dans une fibre SMF 28 soit dans une lame de préforme USTL hydrogénées au moyen a) d'un laser à ArF, b) d'un laser à KrF

Les courbes des figures 5.11 permettent d'estimer la concentration finale ( $N_i = 40000$ ) des espèces hydroxyles formées par insolation des lames de préforme hydrogénées : 42000 ppm pour le laser à ArF et 19000 ppm pour le laser à KrF. Une atmosphère d'hydrogène dans la silice donne une concentration de 116 ppm (en terme molaire) d'hydrogène [76]. La quantité maximum d'hydrogène moléculaire présent dans le coeur des échantillons chargés en hydrogène ( $P = 140$  atm) est donc de l'ordre de 16200 ppm. Il apparaît clairement que les niveaux de concentration calculés dans les lames de préforme (après correction des données) sont sur-estimés. Dans le cas des fibres SMF 28, le problème d'une sur-estimation éventuelle de la concentration des espèces hydroxyles n'est pas posé puisque l'hydrogène présent dans la gaine optique est susceptible de diffuser vers le coeur au cours des insolutions, la gaine agit comme un réservoir de  $H_2$ , si bien que la concentration initiale en élément H ne constitue pas un paramètre pertinent de ce type de problème.

#### 5.5.4 Discussion

Une des hypothèses formulées pour procéder au calcul du coefficient d'excès de pertes (en dB/cm ou en  $cm^{-1}$ ) dans les fibres a consisté à considérer que ce coefficient est uniforme sur toute l'épaisseur de l'échantillon (le diamètre du coeur de la fibre) et sur toute la longueur insolée. Cependant, l'hypothèse d'uniformité du coefficient d'absorption ou de sa variation sur la section transversale du coeur de la fibre n'est vérifiée que si l'intensité du faisceau UV reste constante lors de la traversée du coeur de la fibre ( $\alpha(\lambda_p) < \frac{1}{2a}$ ) ou si  $\alpha(\lambda)$  sature rapidement avec la densité d'énergie par impulsion.

Les valeurs du coefficient d'absorption à la longueur d'onde de pompe  $\alpha(\lambda_p)$  tirées des références bibliographiques (ou estimées dans nos expériences) sont comprises entre  $100$   $cm^{-1}$  et  $200$   $cm^{-1}$  vers 248 nm et peuvent atteindre  $500$   $cm^{-1}$  vers 193 nm dans un verre chargé en hydrogène et insolé par un laser UV. Du fait de la faiblesse du diamètre (inférieur à  $10$   $\mu$ m) du coeur des fibres en comparaison de  $\frac{1}{\alpha(\lambda_p)}$ , nous avons dans le paragraphe 5.5.3.3 considéré que les variations du coefficient d'absorption sont uniformes sur

toute la section transverse du coeur des fibres. Sous réserve de validité de cette hypothèse, nous supposons donc que les valeurs de  $\Delta\alpha(\lambda)$  (en dB/cm ou en  $cm^{-1}$ ) mesurées dans les fibres sont significatives et nous permettent de déterminer des évolutions réalistes de la concentration des espèces hydroxyles au cours des insulations.

Le problème de l'estimation de la concentration des espèces formées dans les lames de préforme s'avère plus complexe. En effet, bien qu'après correction de l'épaisseur équivalente insolée, l'allure des cinétiques de croissance des hydroxyles formées par insolation des préformes USTL soit similaire à celle des fibres SMF 28, les niveaux des concentrations des espèces hydroxyles mesurés dans les lames sont significativement supérieurs en fin d'insolation à ce que laisse prévoir la quantité d'hydrogène piégée initialement dans le verre.

Plusieurs hypothèses non exclusives peuvent être formulées pour expliquer l'origine de cette incohérence. D'une part, une estimation incorrecte des coefficients d'extinction molaire peut conduire à des estimation erronées des concentrations formées. D'autre part, l'estimation de l'épaisseur insolée équivalente à partir d'un coefficient d'absorption mesuré de façon grossière en régime linéaire peut s'avérer non pertinente compte tenu des densités de puissance ( $\frac{0,16J}{20 \cdot 10^{-9}s} / cm^2$ ) incidentes sur la lame. En présence d'un phénomène de saturation de l'absorption, les valeurs des épaisseurs équivalentes sont sous-estimées si bien que la correction appliquée est trop importante.

**Par conséquent, nous avons choisi d'adopter la stratégie suivante pour traiter nos données. Lorsque  $L_{ins}(N_i) < L$ , seule la comparaison des concentrations de différentes espèces formées pour une valeur de  $N_i$  fixée, dans une même lame de préforme présente un sens. De ce fait, nous nous intéressons dans ce cas au suivi des évolutions des rapports de concentration d'espèces chimiques formées au cours des insulations.**

Par ailleurs, nous pouvons remarquer que les rapports entre les concentrations d'espèces hydrogénées ( $GeH$ ,  $GeH_2$ ,  $H_2O$ ) et d'espèces hydroxyles ( $TOH$ ) mesurées en fonction de  $N_i$  dans les lames pourraient servir de références pour procéder à une estimation des quantités correspondantes dans les fibres. A partir de l'évolution de la concentration des espèces TOH enregistrée au cours de l'insolation d'une fibre (estimation supposée réaliste), il devient possible de reconstituer l'évolution des concentrations des autres espèces hydrogénées formées au cours de l'insolation des fibres.

## 5.6 Étude de la formation des défauts et des espèces chimiques hydrogénées au cours de l'insolation ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ou $248 \text{ nm}$ ) d'un verre hydrogéné

### 5.6.1 Spectroscopie IR

#### 5.6.1.1 Dynamique de croissance des espèces hydrogénées induites par insolation d'une préforme USTL hydrogénée : l'épaisseur insolée est posée égale à l'épaisseur $L$ de la lame.

En partant des valeurs des intensités des bandes mesurées après décomposition des spectres d'excès de pertes et des valeurs numériques des coefficients d'extinction molaire reportées dans le tableau 5.3, nous avons tracé la variation de concentration associée à chaque espèce hydrogénée en fonction du nombre de tirs. Dans ce premier essai, les excès de pertes et ensuite les concentrations ont été calculés en supposant que les espèces sont uniformément distribuées sur toute l'épaisseur de l'échantillon ( $e = 200 \mu\text{m}$ ).

Les figures 5.12a et 5.12b représentent donc la dynamique de formation des espèces photo induites respectivement par un laser à ArF ou un laser à KrF. Quelle que soit l'espèce formée, les courbes ont sensiblement la même allure pour un laser donné. Elles sont généralement monotones croissantes. L'évolution de la concentration des espèces  $\text{GeH}_2$  fait cependant exception à cette remarque. Cette concentration présente en effet un maximum vers  $N_i = 1300$  lorsque  $\lambda_p = 193 \text{ nm}$  puis décroît pour  $N_i > 1300$ . Lorsque les insolutions sont réalisées avec le laser à KrF ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ), la croissance des  $\text{GeH}_2$  est monotone puis se sature ( $N_i > 2000$ ). Par ailleurs, les taux de formation (pente à l'instant  $t$ ) sont importants au début des insolutions puis diminuent à mesure que l'insolation se prolonge.

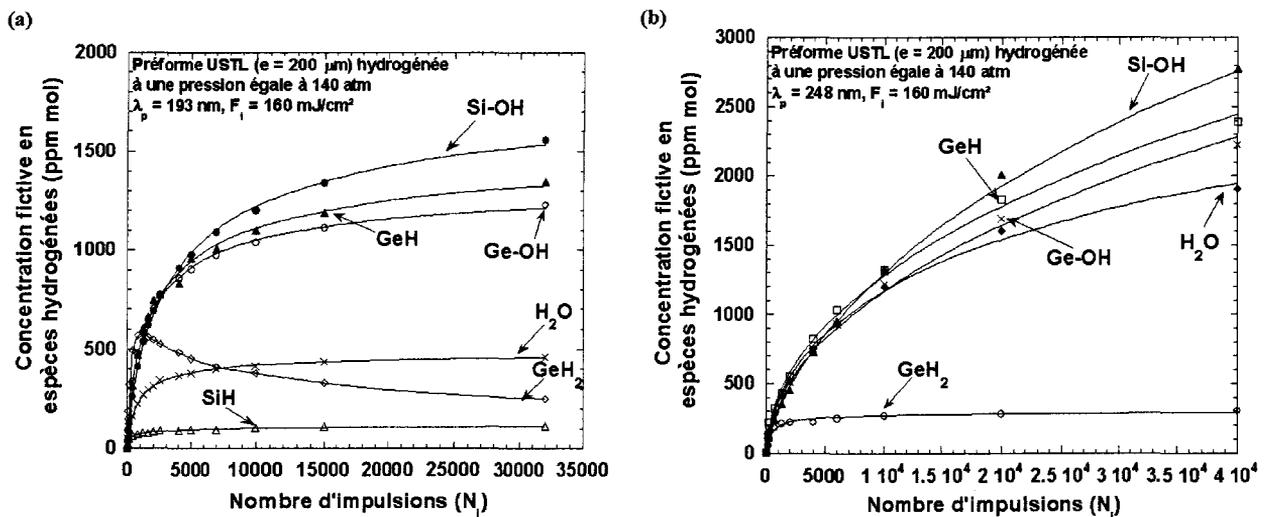


FIG. 5.12 – Cinétiques de croissance des espèces hydrogénées mesurées dans la préforme USTL hydrogénée lors de l'insolation au moyen a) d'un laser à ArF ou b) d'un laser à KrF.

Les figures 5.13 représentent les mêmes dynamiques de formation des espèces hydrogénées que les figures 5.12 mais uniquement pour les valeurs de  $N_i$  inférieures à 3000. Au début de l'insolation, la concentration en espèces GeOH augmente plus rapidement que celle des SiOH (en particulier pour des insolutions réalisées

avec le laser à KrF), alors que la concentration du silicium contenu dans le coeur de la préforme est supérieure à celle du germanium par au moins un ordre de grandeur. Toutefois, lorsque l'insolation se prolonge au-delà de  $0,32 \text{ kJ/cm}^2$  ( $1 \text{ kJ/cm}^2$  pour le laser à KrF) la concentration des espèces Si-OH devient significativement supérieure à celle des Ge-OH. Ces observations sont en accord avec l'étude précédemment réalisée par Araùjo et al. en 1998 [105] (dans des fibres dopées par 10 % molaire en germanium) ainsi que par V. Grubsky [45] dans des fibres germanosilicates (dopées entre 3 % et 16 % en Ge). La différence entre les cinétiques de croissance des espèces Si-OH et Ge-OH montre que la probabilité de rupture photo induite de liaisons situées au voisinage du germanium est supérieure à celle du silicium.

D'autre part, l'insolation ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) conduit en premier lieu à la formation d'espèces  $\text{GeH}_2$ . Ces espèces sont ensuite en partie détruites lorsque les insolutions sont prolongées au-delà de  $0,32 \text{ kJ/cm}^2$  tandis que la concentration des espèces GeH continue à croître. **A la fin de l'insolation l'espèce hydrure majoritairement formée est donc l'espèce GeH.**

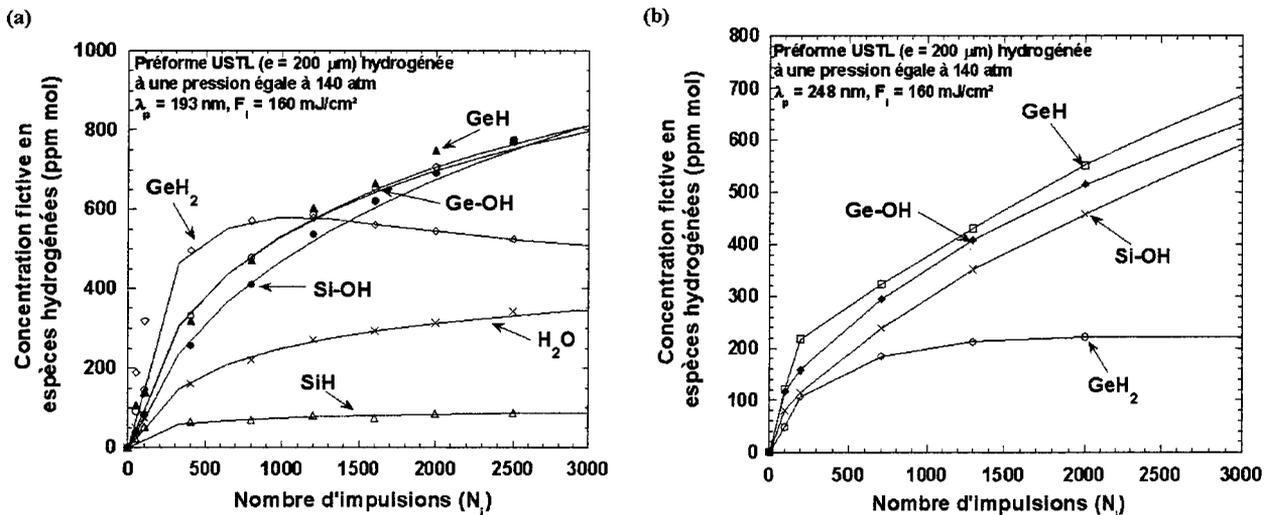


FIG. 5.13 – Cinétiques de croissance des espèces hydrogénées mesurées dans la préforme USTL hydrogénée au début des insolutions réalisées au moyen a) d'un laser à ArF ou b) d'un laser à KrF.

Ces observations peuvent aider à comprendre certaines contradictions apparentes dans la littérature (voir préambule de la seconde partie du chapitre 2) concernant la formation des espèces GeH ou (et)  $\text{GeH}_2$ . Les différences observées peuvent s'expliquer à partir de différences dans les fluences cumulées reçues par les échantillons. En effet, dans deux études, l'insolation au moyen d'une lampe UV conventionnelle conduit à la formation de  $\text{GeH}_2$  [68, 69] tandis que dans nos expériences (et celles de Zeng [70]) où les insolutions sont réalisées au moyen de lasers à excimère (KrF ou ArF) et les fluences cumulées peuvent atteindre de plusieurs  $\text{kJ/cm}^2$ , l'espèce majoritairement formée est GeH. On peut suggérer que pour de faibles fluences cumulées ( $F_c < 1 \text{ kJ/cm}^2$ ), seules les liaisons Ge-O-Ge [105] sont attaquées pour former des espèces GeOH et  $\text{GeH}_2$ , tandis que pour des fluences cumulées supérieures à  $1 \text{ kJ/cm}^2$ , l'insolation laser conduit à d'autres réactions telles que la transformation des espèces  $\text{GeH}_2$  ou la formation d'espèces SiOH.

### 5.6.1.2 Évolution des rapports de concentration entre espèces hydrogénées au cours de l'insolation du coeur d'une lame de préforme USTL hydrogénée

Dans la suite nous nous intéressons à l'évolution des rapports des concentrations entre les différentes espèces hydrogénées créées lors de l'insolation ( $\lambda_p = 193\text{ nm}$  ou  $248\text{ nm}$ ) d'une lame de préforme hydrogénée. Nous supposons que les valeurs numériques de ces rapports sont indépendantes d'une éventuelle correction sur l'épaisseur insolée des échantillons. Elles dépendent par contre de la valeur des coefficients d'extinction molaire utilisés pour calculer les concentrations des différentes espèces. Les rapports de concentrations des espèces chimiques X et Y seront notés sous la forme  $\frac{[X]}{[Y]}$ .

Les figures 5.14a et 5.14b représentent les évolutions des rapports des différentes espèces formées respectivement au moyen du laser à ArF et du laser à KrF. Pour les deux sources laser utilisées, nous remarquons que les rapports  $\frac{[SiOH]}{[GeH]}$  et  $\frac{[TOH]}{[GeH]}$  augmentent rapidement au début des insolutions par le rayonnement UV puis montrent une tendance à la saturation à mesure que l'insolation se prolonge. Ces rapports atteignent des valeurs respectivement égales à 1,15 et 2,05 lorsque  $F_c = 4,6\text{ kJ/cm}^2$ . Remarquons que le rapport  $\frac{[GeOH]}{[GeH]}$  reste par contre environ constant au cours des insolutions. En effet, cette valeur reste comprise entre 0,9 et 1 et ce quelle que soit la source utilisée ( $\lambda_p = 193\text{ nm}$  ou  $248\text{ nm}$ ), si bien que les cinétiques de ces deux espèces sont quasi-identiques et corrélées.

Ce dernier résultat suggère que les liaisons du type Ge-O-Ge sont statistiquement plus nombreuses que les liaisons Si-O-Ge [106, 107] et qu'il existe donc des amas de germanium dans la matrice vitreuse.

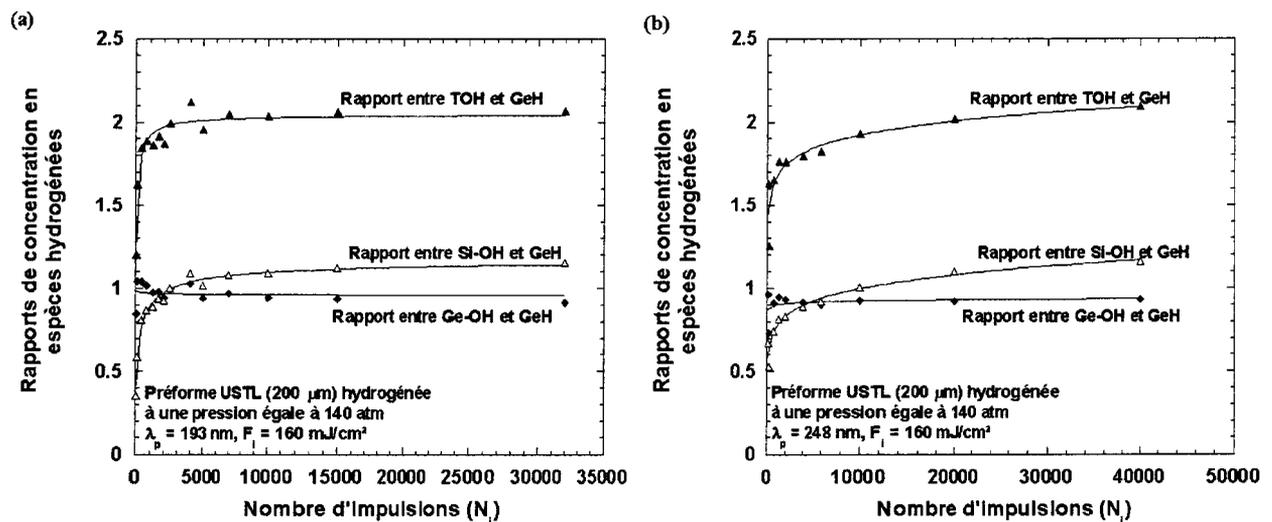


FIG. 5.14 – Cinétiques des rapports de concentration en espèces hydrogénées photo induites dans la préforme USTL hydrogénée lors de l'insolation au moyen a) d'un laser à ArF ou b) d'un laser à KrF.

Bien que les cinétiques de croissance initiale des rapports soient sensiblement plus rapides lorsque l'insolation est réalisée au moyen du laser à ArF, les valeurs des rapports mesurées pour des fluences cumulées importantes ( $F_c = 4,6\text{ kJ/cm}^2$ ) sont identiques quelle que soit la source laser utilisée ( $\lambda_p = 248\text{ nm}$  ou  $193\text{ nm}$ ). Par ailleurs, pour une source laser donnée, les valeurs des rapports obtenues pour  $N_i = 30000$  lorsque la densité d'énergie par impulsion était égale à  $60\text{ mJ/cm}^2$  sont similaires à celles des courbes représentées sur les figures 5.14a et 5.14b ( $F_i = 160\text{ mJ/cm}^2$ ).

### 5.6.1.3 Reconstitution de la dynamique de croissance des espèces hydrures et $H_2O$ dans des fibres SMF 28 hydrogénées

Dans le paragraphe 5.5.3, nous avons corrigé les dynamiques de croissance des espèces hydrogénées créées par insolation de fibres hydrogénées et ceci pour tenir compte du fait que l'épaisseur des lames de préforme n'est pas uniformément insolée par les lasers UV. Nous avons montré que bien que l'aspect de la dynamique de croissance des espèces hydroxyles dans la préforme insolée reproduise celui relevé dans la fibre, l'ordre de grandeur des concentrations formées dans la préforme n'est pas réaliste. Nous pouvons donc suspecter que la correction sur l'épaisseur appliquée aux dynamiques de croissance des autres espèces hydrogénées dans la préforme souffre du même inconvénient. Cependant, sous réserve de validité de deux hypothèses, il est possible de reconstituer des dynamiques réalistes de croissance des espèces hydrures et  $H_2O$  dans les fibres en utilisant les résultats précédents. La première hypothèse consiste à supposer que la section photosensible de la fibre est uniformément insolée si bien que les dynamiques de croissance des espèces hydroxyles dans les fibres sont significatives. La deuxième hypothèse suppose que les mêmes espèces chimiques (et les mêmes concentrations relatives) sont créées dans les fibres SMF 28 et les préformes USTL. Ces courbes sont représentées sur les figures 5.15a ( $\lambda_p = 193nm$ ) et 5.15b ( $\lambda_p = 248nm$ ).

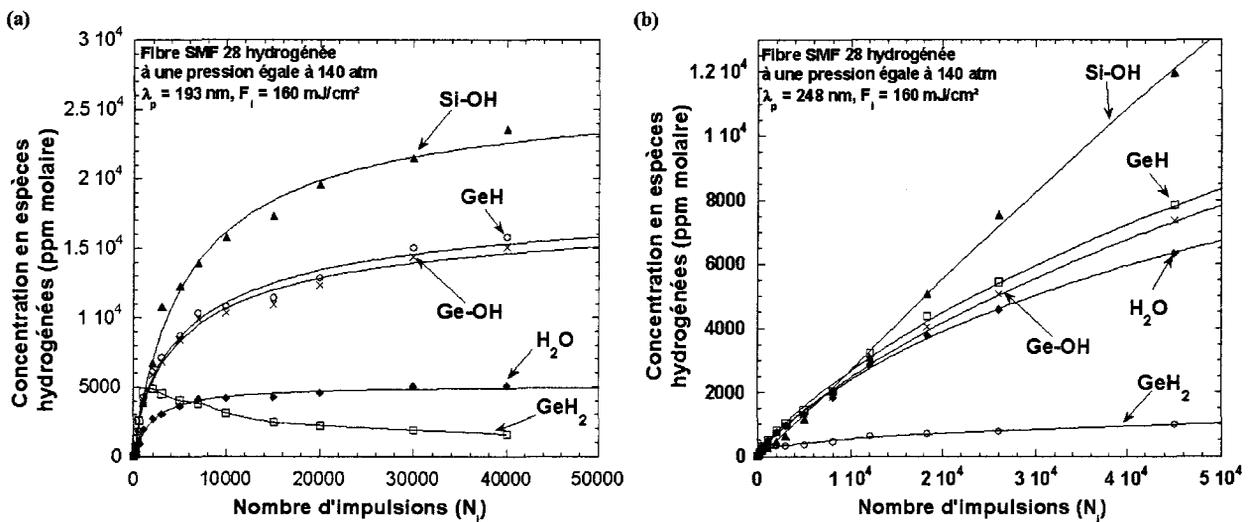


FIG. 5.15 – Cinétiques de croissance des espèces hydrogénées dans la fibre SMF 28 hydrogénée lors de l'insolation au moyen a) d'un laser à ArF ou b) d'un laser à KrF. Les cinétiques des espèces (sauf TOH) ont été reconstruites à partir de l'évolution des rapports entre espèces enregistrés dans les préformes.

## 5.6.2 Spectroscopie UV-VUV

### 5.6.2.1 Dynamique de croissance des défauts induits par insolation d'une préforme USTL hydrogénée : l'épaisseur insolée est posée égale à l'épaisseur $L$ de la lame.

Dans ce qui suit, nous présentons l'évolution des paramètres  $a_i$  qui résultent des ajustements réalisés sur les spectres d'atténuation de lames de préforme USTL hydrogénées et insolées (spectres des figures 2.14a et 2.15a du chapitre 2). Les valeurs des paramètres  $a_i$  ont donc été calculées en supposant que les défauts sont uniformément distribués sur toute l'épaisseur de l'échantillon ( $L = 50 \mu m$ ). De

manière à mieux faire apparaître la contribution des traitements de sensibilisation, les valeurs des paramètres  $a_i$  (exprimés en  $cm^{-1}$ ) obtenues à partir des ajustements réalisés sur les lames non insolées sont soustraites des valeurs des paramètres correspondants déterminées après une insolation par  $N_i$  tirs. L'étude porte donc sur les variations  $\delta a_i = a_i(N_i) - a_i(0)$  des paramètres  $a_i$  au cours des insulations.

Les figures 5.16a et 5.16b présentent les résultats des ajustements des spectres d'atténuation mesurés lors des insulations réalisées dans des lames de préforme hydrogénées. Les conditions d'insolation sont rappelées dans la légende de la figure. La figure 5.16a correspond au cas de l'insolation avec un laser à ArF alors que la figure 5.16b est relative aux insulations réalisées à l'aide du laser à KrF.

Tout d'abord, il apparaît à l'examen de ces deux figures que le blanchiment ( $\delta a_i$  négatif) ou la formation ( $\delta a_i$  positif) des bandes d'absorption induites par insolation UV suivent des évolutions cinétiques différentes selon qu'on utilise l'un ou l'autre des deux lasers. Cette différence se manifeste dans les taux de formation ou de blanchiment de certains défauts.

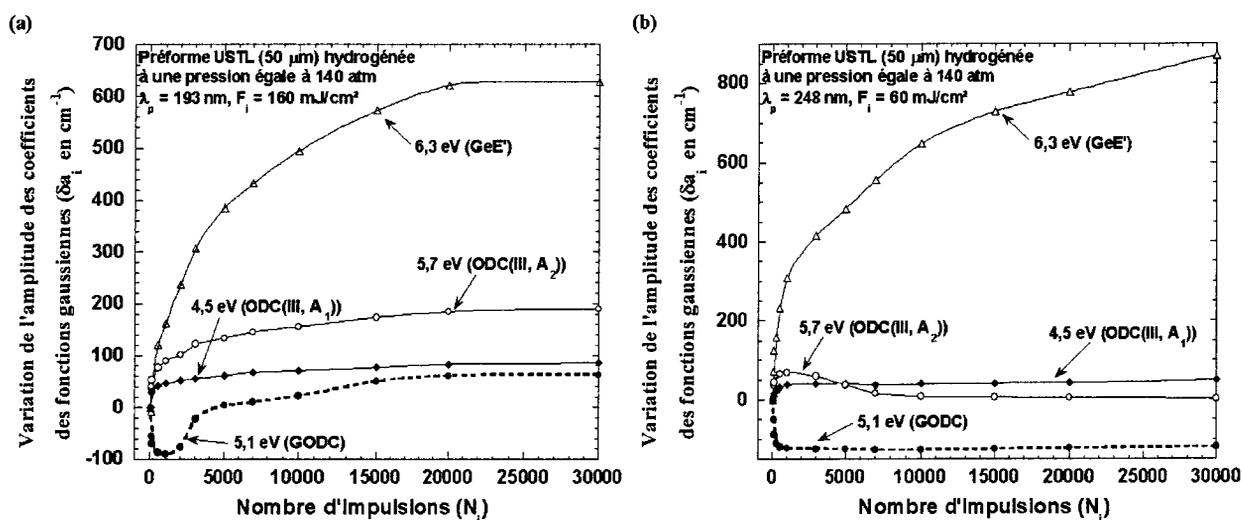


FIG. 5.16 – Évolution, au cours de l'insolation (a :  $\lambda_p = 193 nm$  ou b :  $\lambda_p = 248 nm$ ) d'une lame de préforme USTL hydrogénée, des paramètres  $\delta a_i$  calculés à partir des ajustements des spectres d'absorption (présentés sur les figures 2.14a et 2.15a) avec la relation 5.1.

- L'intensité de la bande attribuée aux défauts GeE' augmente de façon monotone avec la fluence cumulée. Plus précisément, l'intensité de la bande centrée vers 6,3 eV se sature dès que la fluence cumulée devient supérieure à  $3,2 kJ/cm^2$  lorsque l'insolation est réalisée avec le laser à ArF. Lorsque les insulations sont réalisées avec le laser à KrF, aucune saturation franche de la croissance n'apparaît.
- L'insolation UV de la lame de préforme USTL hydrogénée conduit à un blanchiment partiel ou total des bandes GODC selon la source utilisée. En effet, le blanchiment des bandes GODC ( $\delta a_i$  négatif) s'avère environ deux fois plus faible dans la lame hydrogénée insolée par le laser à ArF que lorsque  $\lambda_p = 248 nm$  (blanchiment total). Ce dernier résultat corrobore l'observation par Atkins [12] selon laquelle le blanchiment des bandes d'absorption est total lors de l'insolation d'une lame de verre germanosilicate hydrogénée au moyen d'un laser pulsé de longueur d'onde 248 nm. Par ailleurs, lorsque l'insolation à l'aide d'un laser à ArF est prolongée au-delà de  $0,16 kJ/cm^2$ , l'intensité de la bande GODC croît à nouveau. Il est important de remarquer que l'intensité de cette bande devient

supérieure à ce qu'elle était avant l'insolation ( $\delta a_i$  positif). Cette dernière observation est discutée dans la section suivante (section 1.6.3).

- Quelle que soit la source laser utilisée ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$  ou  $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ), l'amplitude  $\delta a_i$  de la bande attribuée aux défauts ODC(III,  $A_1$ ) augmente de façon monotone au début de l'insolation puis sature dès que la fluence cumulée incidente sur l'échantillon devient supérieure à  $0,32 \text{ kJ/cm}^2$ . Le cas de la bande centrée à  $5,7 \text{ eV}$  est plus complexe. Après une croissance rapide (similaire à celle de la bande attribuée au défaut ODC(III,  $A_1$ )) au début de l'insolation ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ), l'intensité de cette bande décroît ensuite jusqu'à devenir trop faible pour être significatif. La saturation rapide de la croissance de la bande attribuée aux défauts ODC(III,  $A_1$ ) et la décroissance en fonction de la fluence cumulée de la bande attribuée aux défauts absorbants vers  $5,7 \text{ eV}$  (au défaut ODC(III,  $A_2$ )) constituent des phénomènes généraux observés dans les lames hydrogénées insolées au moyen d'un laser à KrF. Lorsque l'insolation est réalisée avec le laser à ArF, la bande centrée à  $5,7 \text{ eV}$  croît de façon monotone puis montre une tendance à la saturation lorsque  $F_c > 2,4 \text{ kJ/cm}^2$ .

### 5.6.3 Mécanisme de formation des défauts et des espèces hydrogénées lors de l'insolation d'un verre germanosilicate hydrogéné

L'étude des excès de pertes induits par insolation d'un verre germanosilicate chargé en hydrogène a fait l'objet de plusieurs publications. L'insolation UV d'un verre hydrogéné conduit non seulement à la formation (ODC(III,  $A$ ) et GeE') et (ou) au blanchiment de bandes associées à des centres de défauts (GODC) mais aussi de nombreuses espèces chimiques hydrogénées qui absorbent dans l'IR, l'UV et l'UV du vide. Des espèces hydrogénées détectées par spectroscopie infrarouge ou Raman ont été identifiées : Si-OH, Ge-OH, Ge-H, Si-H,  $GeH_2$  et  $H_2O$ . De nombreuses réactions ont été proposées dans la littérature afin de rendre compte de la formation de ces espèces. Dans cette section, nous allons tenter de valider ou non certains de ces schémas réactionnels à partir de nos expériences de spectroscopie IR et VUV.

**Différence de comportement selon le type de laser utilisé** Pour expliquer la différence de comportement selon la source utilisée entre d'une part la croissance de la bande associée aux défauts GeE' et d'autre part les bandes associées aux défauts GODC, nous pouvons faire la remarque suivante. Chacune des radiations issues des deux lasers se trouve en résonance avec une transition d'absorption attribuée à l'un ou l'autre des défauts photo induits dans les lames de préforme. La radiation issue du laser à KrF ( $h\nu \approx 5 \text{ eV}$ ) est en résonance avec la bande d'absorption attribuée aux défauts GODC, alors que l'énergie du laser à ArF tombe en résonance avec le défaut para-magnétique GeE' absorbant autour de  $6,3 \text{ eV}$ . Ce phénomène de résonance favorise donc la transformation photo induite (ou la disparition) des défauts en question.

**Blanchiment des bandes GODC** L'insolation UV conduit à un blanchiment total ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) ou partiel ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) des bandes d'absorption centrées vers  $5 \text{ eV}$  (défauts NOMV et GLPC). Le fait que le blanchiment sous l'effet de l'insolation par le laser à ArF ne soit que partiel peut s'expliquer par le fait que la profondeur de pénétration de l'UV reste inférieure à l'épaisseur de l'échantillon.

Selon différents auteurs, le blanchiment des bandes est associé à la formation de défauts GeE' ou d'espèces hydrures ou encore de défauts du type ODC(III,  $A$ ). Sous l'effet de l'absorption d'un ou deux photons [57, 58], les défauts sont excités et transformés en d'autres défauts [26, 61, 62] : des défauts ODC(III,  $A$ ) (défauts qui

présentent des absorptions centrées à 4,5 eV et 5,7 eV ) ou des centres  $GeE'$  qui absorbent vers 6,3 eV. Nous montrons dans nos expériences que ces deux défauts sont formés lors de l'insolation de lames de préforme USTL hydrogénées.

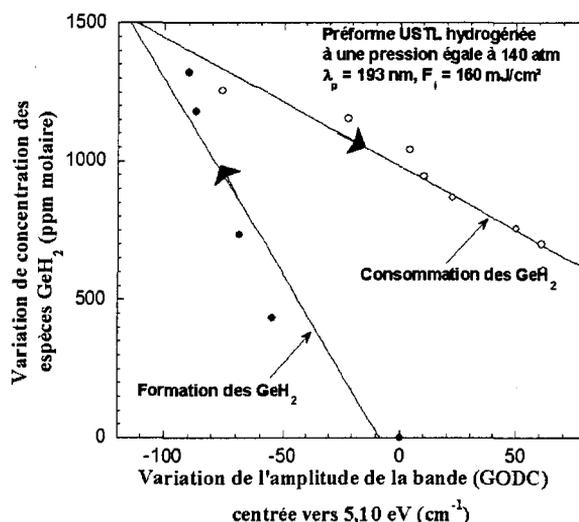


FIG. 5.17 – Corrélation entre la formation des espèces  $GeH_2$  et l'évolution de la bande attribuée aux défauts GODC.

Par ailleurs, nous avons rappelé dans le préambule du chapitre 2 que l'insolation d'un verre germanosilicate hydrogéné par une radiation en provenance d'une lampe à mercure ( $\lambda_p = 254\text{ nm}$ ) provoque le blanchiment des bandes attribuées aux défauts NOMV (5,06 eV) et GLPC (5,12 eV) [67]. D'autre part, l'insolation UV (dans les mêmes conditions d'irradiance,  $\lambda_p = 254\text{ nm}$ ) conduit à la production d'espèces  $GeH_2$  sans que la formation d'espèces hydroxyles soit mise en évidence [68]. Les auteurs [67, 68] proposent alors la réaction (5.3) :



Au début des insulations, nos expériences effectuées soit avec le laser à ArF soit avec le laser à KrF corroborent ces observations. Toutefois lorsque l'insolation à l'aide du laser à ArF est prolongée au-delà de  $0,2\text{ kJ/cm}^2$  l'intensité de la bande GODC croît à nouveau. On observe également que la concentration des espèces  $GeH_2$  diminue pour des fluences cumulées supérieures à  $0,32\text{ kJ/cm}^2$ .

Pour interpréter ces observations il est intéressant d'examiner les évolutions des spectres d'absorption associés aux différentes espèces formées lors de l'insolation avec le laser à KrF ( $\lambda_p = 248\text{ nm}$ ; figures 5.12b et 5.16b). La croissance de la bande IR associée aux espèces  $GeH_2$  est avec ce laser de pompe monotone en fonction de la durée de l'insolation alors que la bande caractéristiques des défauts GODC (GLPC et NOMV) se blanchit. Cette dernière observation traduit le fait que l'atténuation du verre à la longueur d'onde du laser de pompe (248 nm) diminue avec la durée d'insolation (figure 2.15a). Dans le cas des insulations réalisées avec le laser à ArF, l'atténuation à la longueur d'onde 193 nm augmente par contre de façon significative. Nous pouvons donc soupçonner que la température du matériau augmente au cours de l'insolation par le laser à ArF alors qu'elle reste stationnaire si le verre est insolé par un laser à KrF. Cette augmentation de température accélère la vitesse de désorption de l'hydrogène de la zone insolée et pourrait favoriser

la prédominance d'une réaction inverse de la réaction 5.3 qui pourrait être activée thermiquement. Cette réaction inverse conduirait à la destruction des espèces  $GeH_2$  et à la formation des défauts GLPC.

Afin d'examiner si les évolutions des concentrations sont conformes à cette hypothèse, nous avons représenté sur la figure 5.17 l'évolution de la concentration des espèces  $GeH_2$  en fonction de l'intensité de la bande attribuée aux défauts GODC. A l'examen de cette figure, **il apparaît qu'il existe une corrélation directe entre la formation de  $GeH_2$  et le blanchiment des défauts GODC au début des insolations.** Lorsque les insolations sont prolongées, la consommation des espèces  $GeH_2$  est corrélée à la reconstruction de la bande associée aux défauts GODC. Toutefois, il apparaît clairement sur la figure 5.17 que les pentes des deux droites de corrélation sont différentes. Cette remarque indique qu'il pourrait exister un autre chemin de formation des espèces GODC à partir d'une espèce non identifiée (différente de  $GeH_2$ ) et que cette nouvelle réaction serait activée thermiquement.

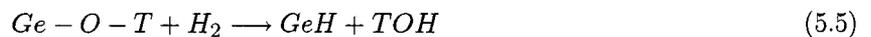
**Formation des espèces hydrures et hydroxyles** De manière générale, de nombreuses réactions notées 5.3, 5.4, 5.5, 5.6 et 5.7 ont été proposées pour rendre compte de la formation d'espèces hydroxyles ou hydrures.

- Par exemple, les espèces hydrures peuvent être formées selon la réaction suivante [70] :



Dans la réaction 5.4, T désigne un atome de Silicium ou de Germanium et Ge-T un défaut GODC. Toutefois, nous avons montré avec d'autres auteurs [57, 67] que la saturation du blanchiment (partiel ou total) des bandes GODC est plus rapide en fonction de la fluence cumulée que celle de la croissance des espèces GeH (figures 5.16 et 5.12). De plus, la concentration typique des défauts GODC ( $\approx 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ ) tirée de la littérature reste inférieure par au moins un ordre de grandeur à la concentration des espèces hydrures ( $> 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ ) photo induites dans les préformes hydrogénées [32, 70]. **Par conséquent, le blanchiment de la bande associée aux défauts GODC ne peut expliquer à lui seul la formation des hydrures.**

- Lemaire et al. [8] ont mesuré la concentration des espèces hydroxyles formées lors de l'insolation ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) de fibres germanosilicates hydrogénées. Ils montrent que la concentration des espèces OH formées est sensiblement égale à celle de la concentration du verre en oxyde de germanium. Ce résultat montre qu'un **autre chemin de réaction photochimique efficace en présence d'hydrogène implique la rupture de toutes les liaisons régulières attachées au germanium (liaison du type Ge-O-T) et non plus des seules liaisons de type lacune d'oxygène (GODC).** La formation d'hydrures peut être représentée dans ce schéma à l'aide du chemin de réaction suivant :

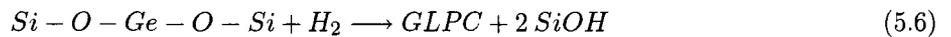


Si l'on admet l'unicité de ce chemin de réaction, les concentrations des espèces hydrures et en hydroxyles devraient être égales à chaque instant. Cette conclusion est contraire à nos observations (figures 5.12 et 5.14) puisque 1) le rapport  $\frac{[TOH]}{[GeH]}$  évolue au cours de l'insolation (indiquant que les deux cinétiques sont différentes) et 2) sa valeur pour  $N_i = 40000$  est de l'ordre de 2,2. Ce résultat est cohérent avec les études menées par Zeng et al. [70] dans des lames de préforme germanosilicates insolées par un laser à KrF. Ces auteurs mesurent en effet un rapport de 2,5 entre les concentrations des espèces hydroxyles et hydrures. De plus, l'apparent excès de la concentration des espèces hydroxyles par rapport à celle des hydrures ne peut

être expliqué par une rupture des liaisons régulières du type Si-O-Si [71] puisque la concentration en espèces Si-H est trop faible. **Il est donc nécessaire de supposer que d'autres mécanismes conduisent à la formation d'espèces hydroxyles (en particulier SiOH, sans passer par la production d'hydrures associés) ou (et) à la destruction des espèces GeH.**

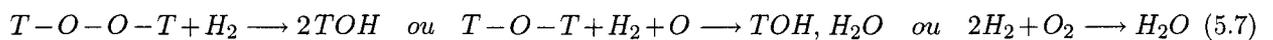
Cette dernière hypothèse a été formulée par Tsai et al. pour rendre compte du fait que la concentration des défauts GeE' augmente au cours de l'insolation de fibres germanosilicates hydrogénées à l'aide d'un laser à KrF. Selon l'hypothèse de Tsai et al. [108] les espèces hydrures constituent une espèce intermédiaire qui se transforme en centres GeE' sous l'effet de l'insolation :  $GeH \rightarrow GeE' + H + e^-$ . Il faut noter que **le bilan de ces deux réactions permet de conclure à la formation de centres GeE', d'espèces hydrures et d'espèces hydroxyles, mais n'explique pas la formation d'eau ni celle de  $GeH_2$  ni la nouvelle croissance de la bande GODC.**

- Un autre chemin réactionnel conduisant à la formation de deux groupements hydroxyles pour chaque molécule de  $H_2$  a été proposé par certains auteurs [45, 70]. Cette réaction se résume sous la forme :

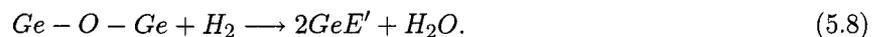


Cette réaction (activée thermiquement) est souvent utilisée afin de rendre compte de l'augmentation de la bande attribuée aux défauts du type GODC (GLPC) sous l'effet d'une augmentation de la température d'un verre germanosilicate hydrogéné [90]. Si cette réaction était activée sous l'effet d'une insolation UV, nous devrions observer une forte augmentation de l'intensité de la bande attribuée aux défauts GODC au début de l'insolation. Toutefois, nos expériences ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$  ou  $248 \text{ nm}$ ) ainsi que celles publiées dans la littérature [8, 12] ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) conduisent à une conclusion inverse : la bande attribuée aux défauts GODC est rapidement blanchie au cours de l'insolation ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$  ou  $248 \text{ nm}$ ). Si l'on admet la validité de la relation 5.6, il faut donc supposer que les défauts GLPC ainsi formés sont immédiatement détruits sous l'effet de l'insolation UV pour former par exemple des espèces  $GeH_2$ .

- D'autres réactions conduisant à la formation d'eau et (ou) d'hydroxyles ont été suggérées [70]. Ces réactions mettent en jeu des centres excédentaires en oxygène tels que des radicaux peroxydes ou des atomes d'oxygène libres. Des exemples de telles réactions sont présentés ci-dessous :



Cependant, dans le cas des verres utilisés dans cette étude, le procédé de synthèse conduit plutôt à la formation de défauts déficitaires en oxygène (voir figure 2.15 où la bande attribuée aux défauts GODC apparaît dans le spectre initial des échantillons). Ces réactions nous semblent donc improbables. En revanche la formation d'eau pourrait être représentée par une réaction du type :



#### 5.6.4 Contribution à l'indice de réfraction des espèces formées par insolation des verres germanosilicates hydrogénés ?

Dans un premier temps, nous avons utilisé les relations de Kramers-Kronig pour fixer des ordres de grandeur aux variations d'indice qui résultent de la formation (ou du blanchiment) de bandes de défauts. La méthodologie ainsi que les valeurs calculées sont présentées en annexe I.

#### Les espèces hydroxyles

– La marche d'indice moyen

La stabilité thermique des espèces hydroxyles (enregistrée dans les fibres) a été comparée à celle de la marche d'indice moyen créée lors de l'hypersensibilisation ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ). Ces évolutions sont rassemblées sur la figure 5.18a. Il apparaît clairement sur cette figure que la marche d'indice moyen est moins stable que celle des espèces hydroxyles. En effet, le palier de recuit à 773 K fait chuter la valeur de la marche d'indice moyen par un facteur 2 alors que la concentration des espèces hydroxyles n'a diminuée que de 20 %. **Cette observation montre que les espèces hydroxyles ne contribuent pas majoritairement à la marche d'indice.**

– La modulation d'indice

L'amplitude (mesurée au pic vers  $1,4 \mu\text{m}$ ) des excès de pertes attribués aux hydroxyles est représentée sur la figure 5.2a en fonction de la variation de modulation d'indice créée dans une fibre SMF 28 hydrogénée. Au début des insulations, la corrélation entre l'évolution de l'indice de réfraction et l'absorption liée aux espèces hydroxyles est directe. Cependant lorsque la modulation d'indice est supérieure à  $1,5 \cdot 10^{-3}$ , les deux quantités cessent d'être corrélées. La corrélation directe observée au début des insulations confirme celle précédemment établie par C. Dalle [32] par une étude de spectroscopie dans l'IR lointain ou par V. Grubsky [45] dans les fibres germanosilicates. C. Dalle [32] a étudié les évolutions de l'amplitude de modulation et de la concentration des espèces hydroxyles lors de recuits isochrones ( $\Delta t = 30 \text{ minutes}$ ) de lames de préforme germanosilicates dans lesquelles des réseaux de Bragg avaient été inscrits. Elle a montré que la corrélation directe qu'elle avait observée lors des insulations n'existe plus lors des recuits (voir figure 5.18b).

Ces différents résultats montrent que la formation des espèces OH n'apporte qu'une contribution partielle à la modulation. Cette conclusion est en accord avec les valeurs numériques portées dans le tableau I.1. Il est donc nécessaire de supposer que d'autres mécanismes contribuant à créer de la modulation d'indice interviennent : par exemple la formation d'autres centres de défauts, ou encore une modification de la matrice vitreuse (changement de volume du matériau?).

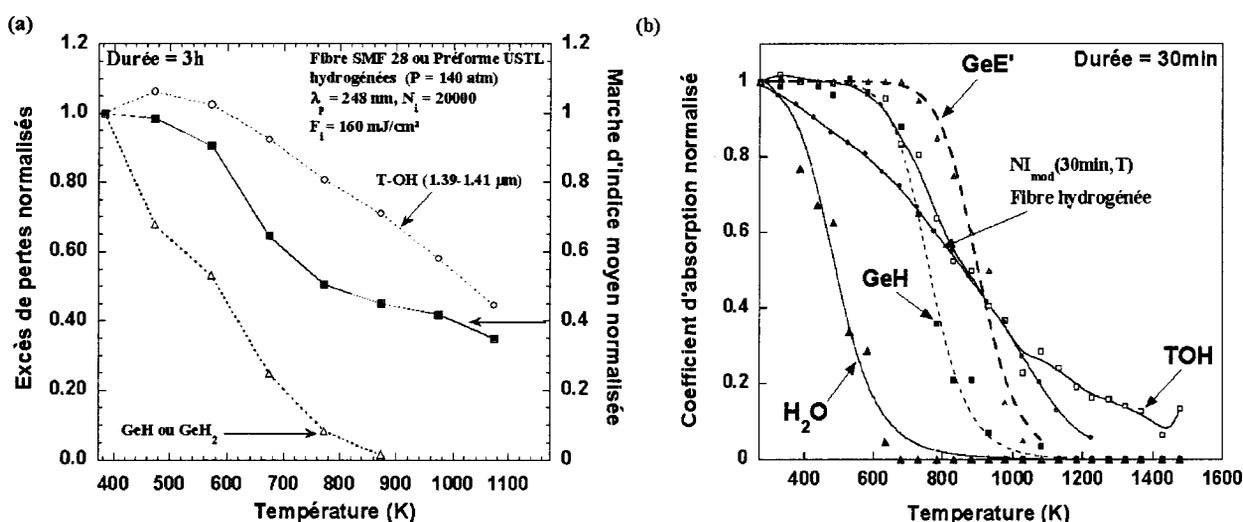


FIG. 5.18 – a) Comparaison de la stabilité thermique de la marche d'indice moyen à celle des espèces hydrures et hydroxyles formées par insolation UV d'une fibre hydrogénée. b) Comparaison de la stabilité thermique de la modulation d'indice  $NI_{mod}(30 \text{ min}, T)$  à celle des concentrations des espèces chimiques formées par insolation UV d'une fibre hydrogénée (d'après C. Dalle [32]).

### Les espèces hydrures GeH et GeH<sub>2</sub>

#### – Contribution des espèces hydrures à la marche d'indice moyen

La stabilité thermique des espèces hydrures a été comparée à celle de la marche d'indice moyen créée lors de l'hypersensibilisation. Ces évolutions sont rassemblées sur la figure 5.18a. Il apparaît clairement sur cette figure que la marche d'indice moyen est plus stable que celle des espèces hydrures. En effet, le palier de recuit à 473 K fait chuter la concentration des espèces hydrures par un facteur 2 alors que la valeur de la marche d'indice moyen n'a pas significativement été affectée. **Cette observation montre que les espèces hydrures ne contribuent pas majoritairement à la marche d'indice.**

#### – Contribution des espèces hydrures à la modulation d'indice

T. Tsai et al. ont suggéré que sous l'effet d'une insolation UV, l'hydrogène réagit directement avec les liaisons régulières Ge-O-T pour former des espèces GeH (et TOH) qui se transforment à leur tour en GeE'. La réaction photochimique de H<sub>2</sub> avec les défauts GODC s'avère secondaire dans ce schéma réactionnel. Ils émettent alors l'hypothèse [108] que le changement d'indice de réfraction créé par insolation UV d'un verre germanosilicate hydrogéné peut se représenter par la relation 5.9.

$$\Delta n = k_{GeE'} \cdot [GeE'] + k_{GeH} \cdot [GeH] + k_x \cdot [X] \quad (5.9)$$

Dans cette expression X représente une espèce dia-magnétique non identifiée qui peut être associée à un mécanisme de densification et  $k_i$  ( $i = GeH$  ou  $GeE'$  ou X) le changement d'indice créé par une unité de concentration d'espèce  $i$ . Ces auteurs signalent aussi qu'une élévation de température au dessus de l'ambiante d'une fibre insolée et chargée en hydrogène provoque une transformation des centres  $GeE'$  en espèces  $GeH$ . En conduisant des expériences de destruction thermique isotherme ( $T = X$ ) de réseaux (inscrits dans des fibres hydrogénées ou non), ces auteurs ont été en mesure de déterminer les valeurs numériques  $k_{GeE'}$  et  $k_{GeH} : k_{GeE'} = (6 \pm 0,5) 10^{-23} cm^3$ ;  $k_{GeH} = (4,5 \pm 0,5) 10^{-23} cm^3$ . La validité du calcul numérique effectué par Tsai et al. repose sur l'hypothèse implicite que l'élévation de température n'induit pas de transformation de ces espèces. A partir de ces données, les valeurs des concentrations d'hydrures citées dans la littérature [32, 70] ( $\approx qq 10^{19} cm^{-3}$ ) ou sous-estimées dans nos expériences ( $[GeH] > 2500$  ppm mol  $\approx 6,5 10^{19} cm^{-3}$  dans une lame de préforme hydrogénée insolée avec le laser à KrF) permettent de calculer un ordre de grandeur de la contribution des espèces  $GeH$  à la variation photo induite de l'indice de réfraction. Cette variation serait supérieure à  $3 10^{-3}$  dans la préforme USTL hydrogénée. Cette valeur est significativement plus grande que la modulation d'indice de réfraction mesurée ( $\Delta n_{mod} \approx 2,5 10^{-3}$ ). Par ailleurs, l'ordre de grandeur de la modulation calculée s'explique difficilement dans le cadre d'un modèle de centres colorés si l'on ne prend en compte que les excès de pertes créés par les hydrures dans l'infrarouge (voir tableau I.1). Plusieurs hypothèses non exclusives peuvent être formulées pour rendre compte de ce désaccord : 1) Tsai et al. ont sur-estimé la constante  $k_{GeH}$  et (ou) 2) les valeurs des concentrations des espèces hydrures sont sur-estimées (le coefficient d'extinction molaire correspondant publié par Zeng [70] serait dans cette hypothèse sous-estimé).

Le fait que les espèces  $GeH$  contribuent de façon significative à  $\Delta n_{mod}$  est aussi contradictoire avec une autre observation. Les cinétiques de croissance des espèces hydrures (cinétiques reconstituées voir figures 5.15) et de la variation d'indice photo induite dans des fibres hydrogénées ne sont pas corrélées. En effet, au début de l'insolation la cinétique de formation des hydrures est plus rapide que celle de l'indice puis elle sature pratiquement alors que l'évolution de l'indice reste significative.

**En conclusion, nos expériences montrent que la valeur du coefficient  $k_{GeH}$  publiée par Tsai est sur-estimée.** Par ailleurs, si nous admettons la validité du modèle à deux réactions successives, nous ne pouvons expliquer la forme en S des cinétiques de croissance de  $\Delta n_{mod}$  qu'en supposant que la contribution des espèces GeH à la modulation est plus faible (environ un ordre de grandeur) que celle des espèces C. Si nous supposons maintenant que d'autres réactions se produisent au début de l'insolation et conduisent à une diminution de l'indice, il n'est plus nécessaire de formuler l'hypothèse précédente. Le blanchiment de la bande vers 5,1 eV (attribuée aux GODC) observée au début des insolutions fournit un exemple d'espèces dont la disparition conduit à une formation négative de l'indice. De ce fait, **la contribution des espèces GeH à la variation d'indice créée par l'insolation de fibres hydrogénées n'est pas déterminée de façon irréfutable par nos expériences.**

**Contribution des centres GeE' à la modulation d'indice de réfraction** T.E. Tsai et al. [48, 109] ont utilisé la spectroscopie RPE pour préciser le rôle que joue l'hydrogénation sur l'augmentation de photosensibilité des fibres germanosilicates. Ils ont montré que 1) le fait d'hydrogéner des fibres germanosilicates puis de les insoler au moyen d'un laser à ArF conduit à une augmentation significative (au moins un ordre de grandeur) de la concentration en défauts GeE' par rapport à une fibre non hydrogénée ; 2)  $\Delta n_{mod}$  et la concentration en défauts GeE' suivent une même loi d'évolution en fonction de la fluence cumulée reçue par la fibre hydrogénée (loi mono-exponentielle saturée). Ils émettent donc l'hypothèse que les centres GeE' sont directement responsables de la formation des réseaux selon un modèle de type centres colorés.

Cependant, nous avons signalé en section 2.5.3.4 que nous n'avons pas relevé la même relation de proportionnalité entre la modulation d'indice et la densité optique vers 6,3 eV selon la longueur d'onde du laser de pompe. Cette observation semble ne pas être en accord avec l'hypothèse de Tsai. L'origine de ce désaccord n'est pas établie rigoureusement : un raisonnement correct doit prendre en compte le fait que l'atténuation du verre germanosilicate à la longueur d'onde de pompe des lasers est environ trois fois plus importante dans le cas d'une irradiation réalisée avec le laser à ArF (11 dB à 6,3 eV) qu'avec le laser à KrF (3 dB à 5,1 eV). Dans ces conditions d'insolation, le faisceau UV provenant du laser à KrF pénètre dans l'échantillon sur une épaisseur trois fois plus importante que dans le cas du laser à ArF. En raison de l'épaisseur ( $e = 50 \mu m$ ) des lames, on peut donc soupçonner que seule une partie de l'épaisseur des échantillons contribue à la formation de l'atténuation et que ce paramètre dépend de la longueur d'onde du laser de pompe.

**L'aspect des cinétiques de croissance de la bande à 6,3 eV ne nous permet pas de conclure directement que la formation de cette bande est à l'origine de la variation photo induite d'indice. Cependant, l'ordre de grandeur des excès de pertes créés par la formation de ces défauts (voir tableau I.1) montre qu'il sont responsables d'une partie significative de l'indice.**

**Conclusion** Les variations d'indice induites par insolation de verres germanosilicates hydrogénés ne sont pas corrélées à la formation d'une espèce chimique particulière. On peut donc supposer que toutes les espèces identifiées apportent une contribution à ces variations d'indice, les contributions relatives apportées par chacune de ces espèces n'étant pas clairement établies par nos expériences.

## 5.7 Étude des dynamiques de croissance des défauts et des espèces hydrogénées photo induits au cours de l'insolation d'un verre germanosilicate hypersensibilisé par UV

### 5.7.1 Spectroscopie IR

Pour traiter les données du chapitre 3, nous avons mis en oeuvre la méthode de décomposition décrite précédemment dans la section 1.5.1.

#### 5.7.1.1 Dynamique de croissance des espèces hydrogénées photo induites dans une préforme USTL hypersensibilisée : l'épaisseur insolée est posée égale à l'épaisseur $L$ de la lame ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ )

La figure 5.19a montre l'évolution des variations des concentrations (calculées à partir des quantités  $\delta a_i$ ) obtenues après décomposition des spectres d'excès de pertes en fonction de nombre d'impulsions ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) reçues par la préforme hypersensibilisée. Comme lors de l'insolation des lames hydrogénées (section 5.6.1), les excès de pertes et ensuite les concentrations ont été calculés en supposant que les espèces sont uniformément distribuées sur toute l'épaisseur de l'échantillon ( $e = 200 \mu\text{m}$ ).

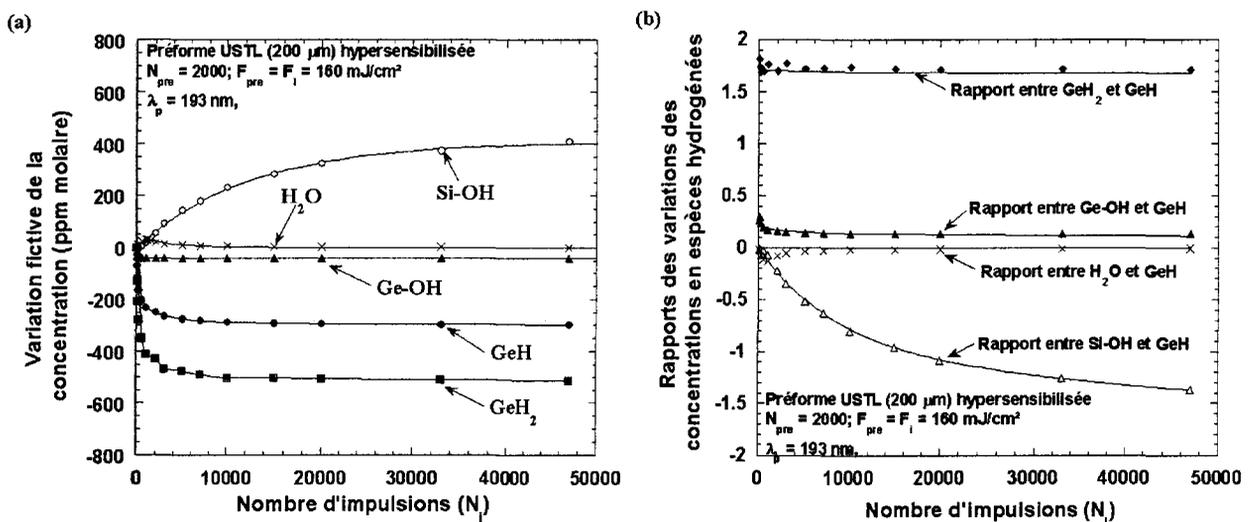


FIG. 5.19 – a) Variations des concentrations des espèces hydrogénées mesurées dans la préforme USTL hypersensibilisée ( $N_{pre} = 2000$ ) lors de l'insolation au moyen d'un laser à ArF ( $L_{ins}(N_i) = L$ ). b) Évolutions des rapports des variations des concentrations mesurées dans le même échantillon.

L'insolation ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) conduit principalement à la formation d'espèces hydroxyles. En revanche, les concentrations des espèces  $\text{GeH}$  et  $\text{GeH}_2$  diminuent au début de l'insolation : il apparaît en effet sur les spectres correspondants à ces espèces un pic négatif dont l'amplitude décroît au cours de l'insolation. D'autre part, l'insolation conduit à une faible consommation des espèces  $\text{GeOH}$  et à la formation d'une quantité équivalente d'espèces  $\text{H}_2\text{O}$ . Lorsque les insulations sont prolongées au-delà de  $3,2 \text{ kJ/cm}^2$ , les évolutions des concentrations des espèces  $\text{GeH}$ ,  $\text{GeH}_2$ ,  $\text{GeOH}$  et  $\text{H}_2\text{O}$  montrent une tendance à la saturation alors que la concentration des espèces  $\text{Si-OH}$  continue à croître sans montrer de saturation ( $F_c < 7 \text{ kJ/cm}^2$ ).

Cette dernière observation indique que l'augmentation de la bande attribuée aux espèces SiOH n'est pas corrélée strictement à la formation ou à la destruction des autres espèces hydrogénées. Enfin, il faut noter que les résultats relatifs à l'insolation d'une lame de préforme USTL hypersensibilisée au moyen d'un laser à KrF sont similaires à ceux présentés dans ce paragraphe.

### 5.7.1.2 Évolution des rapports entre les concentrations des espèces hydrogénées au cours de l'insolation d'une préforme hypersensibilisée

Comme dans le paragraphe 5.6.1.2, nous avons sur les figures 5.19b et 5.20a représenté l'évolution des rapports des variations de concentrations d'espèces chimiques hydrogénées au cours de l'insolation ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$  ou  $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) d'une lame de préforme hypersensibilisée.

Pour les deux sources laser utilisées, nous remarquons que les rapports  $\frac{\delta[\text{SiOH}]}{\delta[\text{GeH}]}$  (figure 5.20a) diminuent rapidement au début des insolutions par le rayonnement UV sans montrer de tendance à la saturation pour des insolutions prolongées au-delà de  $9,6 \text{ kJ/cm}^2$ . Ces rapports atteignent une valeur de l'ordre de  $-1,5$  lorsque  $F_c = 9,6 \text{ kJ/cm}^2$  et ce quelle que soit la source laser utilisée. Remarquons que le rapport  $\frac{\delta[\text{GeOH}]}{\delta[\text{GeH}]}$  diminue sensiblement au début de l'insolation ( $F_c < 0,32 \text{ kJ/cm}^2$ ) puis reste sensiblement constant à mesure que l'insolation se prolonge. Par ailleurs, il est important de noter que le rapport  $\frac{\delta[\text{GeH}_2]}{\delta[\text{GeH}]}$  reste approximativement constant au cours de l'insolation. En effet, cette valeur reste comprise entre 1,7 et 1,8 et ce quelle que soit la source utilisée ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$  ou  $248 \text{ nm}$ ), ce qui traduit le fait que les deux espèces sont consommées suivant des cinétiques quasi-identiques et corrélées.

### 5.7.1.3 Reconstitution de la dynamique de croissance des espèces hydrures et $H_2O$ dans des fibres SMF 28 hypersensibilisées

Comme dans le paragraphe 5.6.1.3, nous avons reconstitué les évolutions des espèces GeH,  $\text{GeH}_2$  et  $H_2O$  dans les fibres à partir de celle des espèces hydroxyles effectivement enregistrées dans les fibres. Ces évolutions sont représentées sur la figure 5.20b.

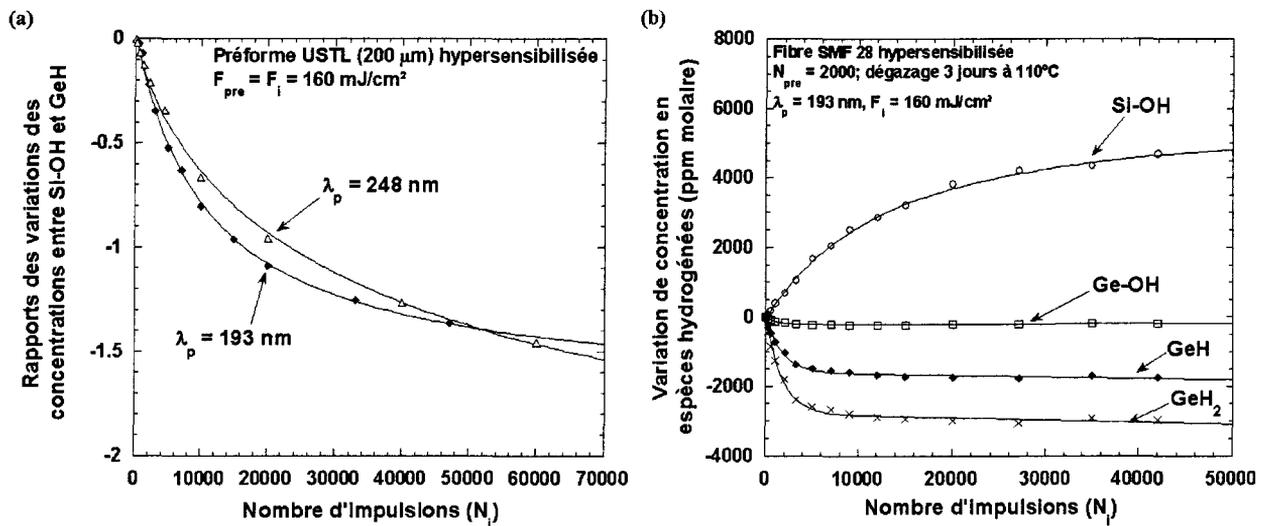


FIG. 5.20 – a) Évolutions des rapports des variations des concentrations mesurées dans la préforme USTL hypersensibilisée lors de l'insolation au moyen d'un laser à ArF ou à KrF. b) Cinétiques de croissance des espèces hydrogénées dans la fibre SMF 28 hypersensibilisée lors de l'insolation au moyen d'un laser à ArF. Les cinétiques des espèces (sauf TOH) ont été reconstruites à partir de l'évolution des rapports de concentration entre les différentes espèces.

### 5.7.2 Spectroscopie UV-VUV : excès de pertes calculés en supposant que l'épaisseur de la lame est insolée uniformément

Nous avons déconvolué des spectres d'absorption photo induits ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) au cours de l'insolation d'une lame de préforme hypersensibilisée (spectres de la figure 3.28a). Les excès de pertes ont été calculés en supposant que l'épaisseur effective insolée est égale à l'épaisseur de la lame ( $e = 30 \mu\text{m}$ ). Les figures 5.21 représentent les évolutions des paramètres  $\delta a_i$  des fonctions Gaussiennes retenues dans la décomposition. L'insolation conduit au blanchiment de la bande située vers 5,7 eV (ODC(III,  $A_2$ )) tandis que les intensités des bandes attribuées aux défauts GODC et ODC(III,  $A_1$ ) restent sensiblement constantes.

La figure 5.21b montre l'évolution de l'amplitude  $\delta a_i$  de la fonction Gaussienne attribuée aux espèces GeE' (courbe A). A titre de comparaison nous avons aussi fait figurer sur cette figure l'évolution du paramètre  $\delta a_i$  correspondant à l'absorption induite par l'insolation d'une préforme non hydrogénée (courbe B). Par ailleurs, nous avons formulé l'hypothèse selon laquelle le procédé d'hypersensibilisation ajoute un chemin de réaction supplémentaire de formation des espèces GeE' et que ce chemin est découplé du chemin de formation des GeE' dans un verre non hydrogéné. Sous réserve de validité de cette hypothèse, la contribution du procédé d'hypersensibilisation à la formation des GeE' s'obtient par soustraction des deux courbes (courbe A-B sur la figure 5.21b).

Il apparaît que l'insolation conduit à une croissance monotone de la valeur de  $\delta a_i(\text{GeE}')$  dans les deux types d'échantillon (échantillon non chargé en  $H_2$  ou échantillon hypersensibilisé). Lorsque la fluence cumulée atteint  $4,8 \text{ kJ/cm}^2$ , les évolutions de  $\delta a_i(\text{GeE}')$  montrent une tendance à la saturation. Cette tendance à la saturation peut avoir des origines diverses. Tout d'abord, l'effet de saturation peut s'expliquer par le fait que la longueur d'onde de pompe du laser est résonnante avec celle de la bande GeE'. On peut donc imaginer que le pompage en résonance de cette bande d'absorption conduit à une destruction des centres GeE' et

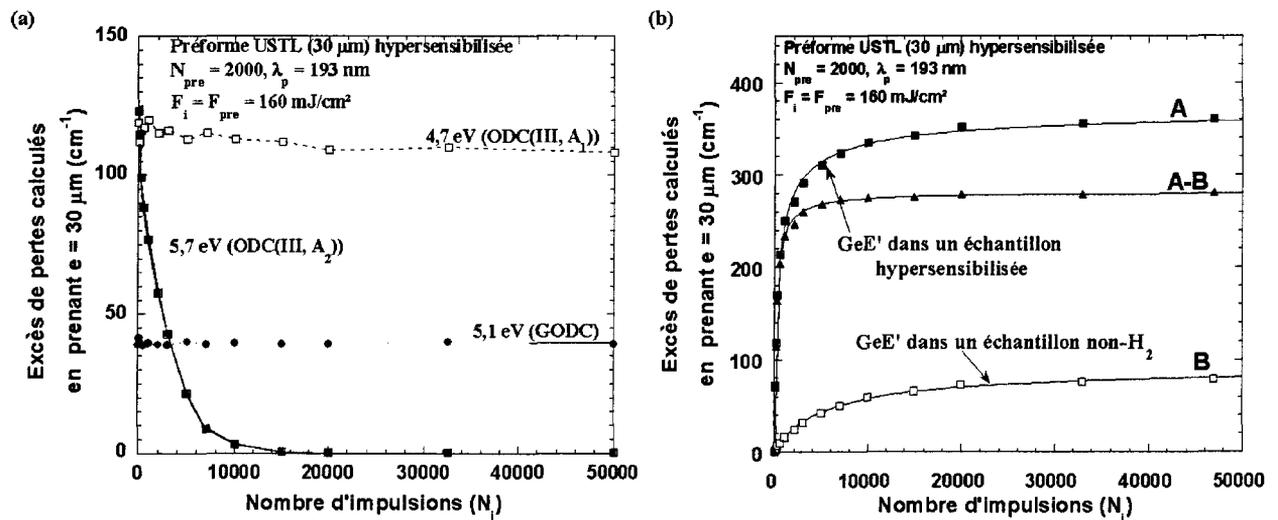


FIG. 5.21 – Évolution, au cours de l'insolation ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) d'une lame de préforme hypersensibilisée par UV, des paramètres  $\delta a_i$  calculés à partir des ajustements des spectres de la figure 3.28a avec la relation 5.1.

donc à une réaction inverse limitant la formation de ces centres. Une autre limitation à l'augmentation de la concentration apparente des centres GeE' peut provenir de la profondeur limitée de pénétration du faisceau UV (représentée sur la figure 5.10b). Dans les conditions d'irradiance utilisées, cette profondeur diminue d'un facteur 2 au cours de l'insolation de la lame hypersensibilisée. En effet, la valeur de  $L_{ins}(N_i)$  calculée dans la lame de préforme ( $e = 30 \mu\text{m}$ ) hypersensibilisée est égale  $23 \mu\text{m}$  avant l'insolation puis elle diminue pour atteindre  $12 \mu\text{m}$  à la fin de l'insolation.

## 5.8 Le procédé d'hypersensibilisation par UV : Quelle peut être l'origine du gain en photosensibilité compatible avec l'existence d'un optimum en fonction de $N_{pre}$ ?

Il s'agit ici de trouver l'origine du gain de photosensibilité compatible avec l'existence d'une durée optimale de pré-insolation uniforme. Par ailleurs, il faut également s'interroger sur le mécanisme de formation des espèces OH au cours de l'insolation d'un verre germanosilicate hypersensibilisé. Une hypothèse raisonnable repose sur la création, par l'insolation uniforme, d'un réservoir d'espèces hydrogénées B qui restent stables au cours de la diffusion de l'hydrogène en dehors de la fibre et qui sont ensuite transformées par insolation en une espèce C responsable du changement d'indice. Des études antérieures ont montré que les espèces hydroxyles et hydrures constituent de bons candidats à un mécanisme de ce type [12, 15, 70]. Cependant, d'autres espèces hydrogénées sont formées dans le verre au cours de l'hypersensibilisation. Il est donc nécessaire d'examiner si la transformation de ces espèces peut constituer une des sources de l'augmentation de la photosensibilité.

### 5.8.1 Rôle des espèces $H_2$ , TOH et $H_2O$ dans le schéma réactionnel $A \rightarrow B \rightarrow C$ ?

Nous nous plaçons dans l'hypothèse du schéma réactionnel  $A \rightarrow B \rightarrow C$  proposé par J. Canning [31].

### – Hydrogène résiduel

L'insolation de 2 cm de fibre hydrogénée puis dégazée ne crée pas de pertes en excès décelables vers  $1,39 \mu\text{m}$  (sensibilité de la mesure estimée à 50 ppm OH) et ne fait pas apparaître un gain en photosensibilité. L'insolation ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$  ou  $248 \text{ nm}$ ) d'une fibre SMF 28 hypersensibilisée conduit par contre à la création d'un excès de pertes de l'ordre de 0,4 dB/cm vers  $1,39 \mu\text{m}$  ce qui correspond à la formation d'environ 1050 ppm d'hydroxyles (1 ppm w = 38 dB/km à  $1,39 \mu\text{m}$  [8]). On pourrait donc penser que la formation d'un excès d'hydroxyles sous l'effet de l'insolation constitue la cause du gain en variation d'indice (hydroxyles = espèces C). Une simulation numérique basée sur la loi de Fick et le coefficient de diffusion de l'hydrogène, montre qu'il reste environ 12 ppm d'hydrogène au bout d'un mois de dégazage à température ambiante (ou 3 jours à  $110^\circ\text{C}$ ). En comparant ces deux ordres de grandeur, nous pouvons conclure que ce n'est pas l'hydrogène résiduel présent dans la fibre qui est la cause principale de la nouvelle croissance des espèces hydroxyles. **En conclusion les espèces hydroxyles créées par l'insolation uniforme ne proviennent pas de la présence d'hydrogène résiduel mais bien d'une espèce formée au cours de l'hypersensibilisation.**

### – Espèces hydroxyles

L'insolation d'une fibre (ou d'une préforme) hypersensibilisée au moyen d'une radiation issue du laser à ArF ou à KrF conduit à la formation d'espèces hydroxyles (SiOH en majorité) et non pas à une consommation de ces dernières. Cette observation montre que les hydroxyles ne constituent pas une espèce B. Un autre type d'expérience confirme cette conclusion. En effet, nous avons effectué des recuits isochrones (durée = 3 heures) de fibres ou de lames de préforme hydrogénées puis insolées avec un laser à KrF (ou à ArF). Nous avons utilisé la spectroscopie infrarouge d'absorption pour suivre les évolutions des concentrations des différentes espèces hydrogénées formées par l'insolation uniforme (GeH et T-OH; T = Ge ou Si) en fonction de la température des recuits. Nous avons ainsi été en mesure de comparer ces évolutions à celle du gain résiduel en photosensibilité. Ce gain en photosensibilité est défini comme la différence entre les deux cinétiques de croissance de  $\Delta n_{mod}$  (enregistrées dans des conditions expérimentales supposées identiques) photo induites soit dans une fibre hypersensibilisée soit dans une fibre non hydrogénée.

Ces évolutions normalisées sont représentées sur la figure 5.22a en fonction de la température des recuits. Les facteurs de normalisation correspondent aux valeurs numériques des différentes variables au début des expériences de recuit. Le palier de recuit à  $200^\circ\text{C}$  fait chuter le gain en photosensibilité procuré par l'hypersensibilisation de la fibre par un facteur 2 alors que la concentration des espèces hydroxyles n'a pas significativement été affectée. La courbe présentée sur la figure 5.22a montre par ailleurs que la stabilité de l'espèce « réservoir » est faible. **Les expériences de recuit confirment le fait que les hydroxyles ne constituent pas l'espèce « réservoir B » formée lors de l'hypersensibilisation des fibres.**

### – Espèces $H_2O$

La bande attribuée aux espèces  $H_2O$  se blanchit au cours du dégazage de l'hydrogène durant 3 jours à  $110^\circ\text{C}$  (voir figure 2.17 chapitre 2) tandis que son intensité n'évolue pas au bout d'un mois de dégazage à température ambiante. Les expériences d'inscription de réseaux de Bragg ont montré que la méthode de dégazage utilisée n'influe pas sur le gain en photosensibilité ou même sur l'allure des cinétiques de croissance de la modulation d'indice de réfraction (figure 3.10 du chapitre 3). **Nous pouvons donc conclure que les espèces  $H_2O$  ne constituent pas une espèce B.**

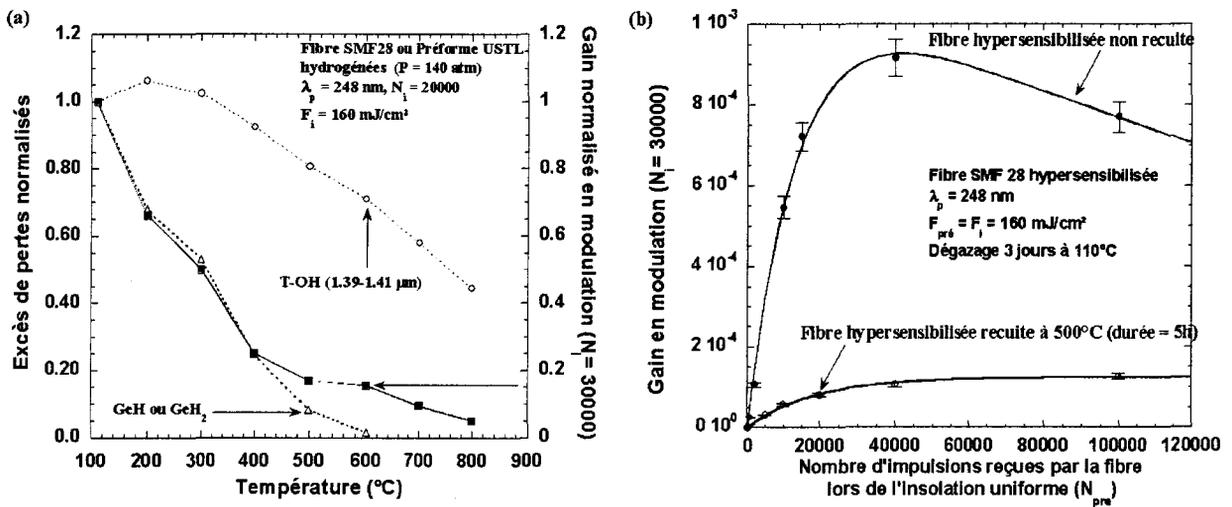


FIG. 5.22 – a) Comparaison de la persistance du procédé d'hypersensibilisation ( $N_{pre} = 20000$ ,  $\lambda_p = 248nm$ ) avec la stabilité thermique (durée = 3h) des espèces hydroxyles et hydrures photo induites dans les mêmes conditions d'irradiance. b) Évolution du gain en modulation d'indice de réfraction en fonction de  $N_{pre}$  : Influence d'un recuit à 500°C (durée = 5h) effectué avant l'inscription des réseaux.

### 5.8.2 Hypothèse la plus probable : les espèces « réservoirs d'hydrogène » sont des hydrures GeH ou GeH<sub>2</sub>.

La figure 5.22a permet aussi de comparer l'évolution du gain normalisé en photosensibilité et celles des concentrations normalisées des espèces hydrures (GeH et GeH<sub>2</sub>) en fonction de la température des recuits. Jusqu'au palier de température de 400°C, la corrélation entre la concentration des espèces GeH ou GeH<sub>2</sub> et le gain résiduel en photosensibilité s'avère bonne. Pour des températures supérieures à cette valeur, les deux quantités cessent d'être corrélées. En effet, il faut noter que, bien que la température de la fibre ait été élevée jusqu'à 800°C, il subsiste un gain de photosensibilité ( $\approx 10^{-4}$ ) en référence à une fibre non traitée alors qu'à cette température l'existence d'espèces GeH et GeH<sub>2</sub> n'est plus décelable sur les spectres d'absorption IR. Par ailleurs, une fibre non hypersensibilisée qui a subi un palier d'élévation de température à 500°C n'est pas photo sensibilisée. Le gain résiduel n'est donc pas du à une modification de la photosensibilité provoquée par le recuit isochrone. En nous appuyant sur les résultats de la comparaison présentée sur la figure 5.22a, nous pouvons donc supposer que les espèces GeH ou (et) GeH<sub>2</sub> remplissent le réservoir responsable du gain en photosensibilité procuré par le processus d'hypersensibilisation. En raison de la rémanence d'un gain résiduel au-delà du palier de température à 500°C, il est toutefois nécessaire d'admettre que l'une au moins parmi ces espèces est transformée en une autre espèce photosensible par élévation de la température de la fibre vers 500°C ou qu'il se produit à cette température une modification structurelle du verre qui conduit à un gain résiduel en photosensibilité.

A condition d'admettre la validité du modèle à deux réactions successives, l'allure des cinétiques de croissance de la concentration des différentes espèces hydrogénées au cours du processus de sensibilisation permet d'être plus précis sur la nature des espèces hydrures responsables du gain en photosensibilité. En effet, le modèle à deux réactions successives implique que la concentration en espèce B passe par un optimum au cours de la pré-insolation uniforme. Or les figures 5.12a et 5.12b du chapitre 5 montrent après décomposition que les cinétiques de croissance des espèces hydrogénées (GeH, TOH, H<sub>2</sub>O) photo induites dans des lames de

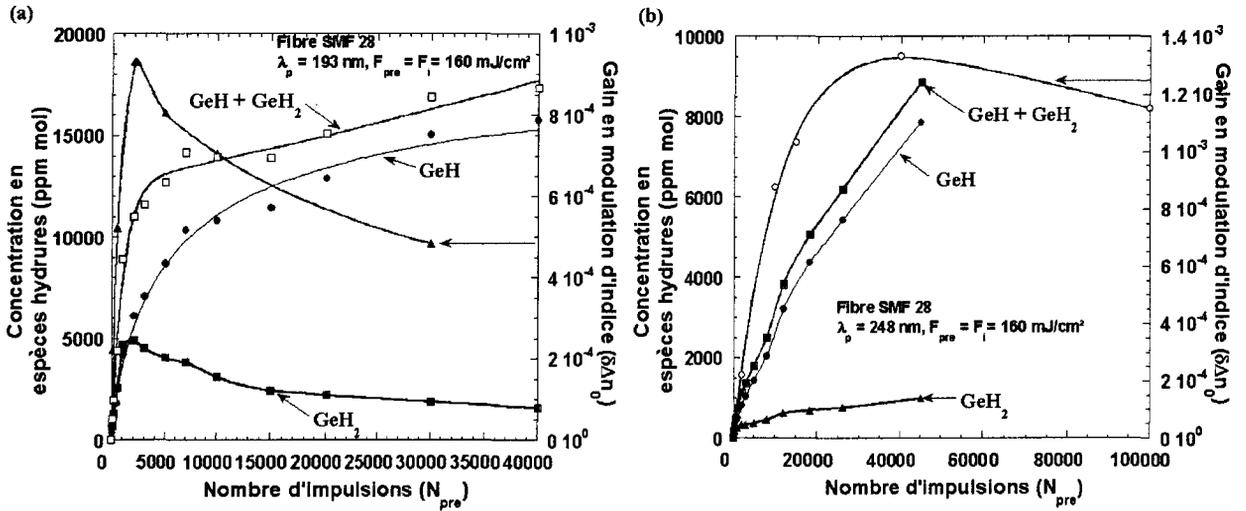


FIG. 5.23 – Comparaison du gain en photosensibilité photo induit par le procédé d’hypersensibilisation et des cinétiques de croissance (reconstituées) des espèces hydrures ( $\text{GeH}$  et  $\text{GeH}_2$ ) photo induites dans une fibre SMF 28 hydrogénée : a)  $\lambda_p = 193 \text{ nm}$  ; b)  $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ .

préforme hydrogénées sont monotones croissantes et ce quelle que soit la source laser utilisée ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$  ou  $193 \text{ nm}$ ) pour procéder aux hypersensibilisations. L’espèce  $\text{GeH}_2$  fait toutefois exception à ces observations. En effet, l’évolution de l’amplitude de la fonction Gaussienne attribuée à cette espèce passe par un optimum au cours de l’insolation du verre hydrogéné par un laser à ArF.

Cette évolution est représentée sur les figures 5.23a et 5.23b en fonction du nombre d’impulsions utilisées pour procéder à l’hypersensibilisation. A des fins de comparaison, nous avons représenté sur les mêmes figures l’évolution du gain en modulation procuré par le procédé de sensibilisation. Il apparaît que les deux courbes ont des allures identiques : l’insolation de la fibre hydrogénée avec le laser à ArF conduit à un optimum de photosensibilité pour une fluence cumulée égale à  $320 \text{ J/cm}^2$  tandis que la concentration des espèces  $\text{GeH}_2$  passe par un maximum pour  $F_c = 200 \text{ J/cm}^2$ . Dans le cas de l’utilisation du laser à KrF, la comparaison de ces évolutions est limitée à  $6,4 \text{ kJ/cm}^2$  (fluence cumulée utilisée lors des expériences de spectroscopie FTIR). Aucun optimum de concentration en  $\text{GeH}_2$  (ou en  $\text{GeH}$ ) n’a pu être mis en évidence dans ces conditions d’insolation ( $F_{pre} = 160 \text{ mJ/cm}^2$ ).

A partir de la corrélation entre les deux courbes de la figure 5.22a, nous pouvons émettre l’hypothèse que c’est l’espèce  $\text{GeH}_2$  qui est à l’origine du maximum du gain de photosensibilité observé en fonction de  $N_{pre}$ .

D’autres expériences étayaient l’hypothèse selon laquelle l’observation du maximum du gain est liée à la présence d’espèces hydrures : des fibres ont été hypersensibilisées au moyen d’un laser à KrF, la fluence cumulée reçue par chaque fibre constituant le paramètre de l’expérience ( $N_{pre} \in [5000 - 100000]$ ). Les fibres ainsi hypersensibilisées ont ensuite été recuites à  $500^\circ\text{C}$  pendant 5 heures. Ces conditions de recuit correspondent à un blanchiment complet des bandes d’absorption situées vers  $2140 \text{ cm}^{-1}$  et  $2185 \text{ cm}^{-1}$ . Après les recuits, des réseaux de Bragg ont été inscrits dans les fibres de façon à évaluer le gain résiduel en photosensibilité (gain évalué à  $N_i = 30000$ ). La figure 5.22b montre l’évolution de ce gain en fonction de  $N_{pre}$  ainsi que le gain mesuré dans des fibres non recuites (toutes les autres conditions étant fixées). Il apparaît que le gain en photosensibilité mesuré dans les fibres recuites croît de façon monotone avec  $N_{pre}$ .

alors que le gain des fibres non recuites passe par un maximum pour  $N_{pre} = 40000$ .

### 5.8.3 Essai d'identification de l'espèce formée lors de la transformation des espèces GeH et $GeH_2$ au cours de l'insolation d'une lame de préforme USTL hypersensibilisée

D'une part, il faut noter que nous n'avons pas observé de corrélation entre la consommation des espèces hydrures et la formation des espèces hydroxyles (voir figure 5.19a ou 5.20b).

D'autre part, nos mesures de spectroscopie VUV montrent que la post-insolation d'une lame de préforme hypersensibilisée (par  $N_i$  impulsions en provenance du laser à ArF) conduit à une augmentation de l'intensité de la bande attribuée aux défauts GeE'. De façon analogue, nous avons montré que l'insolation d'une lame de préforme hypersensibilisée au moyen d'un laser à ArF (ou à KrF) conduit à un blanchiment partiel des espèces GeH et  $GeH_2$  formées lors de l'hypersensibilisation. Ainsi, la figure 5.24a montre l'évolution photo induite des excès de pertes relatifs aux espèces GeH et  $GeH_2$  en fonction de celle qui correspond aux excès de pertes relatifs aux défauts GeE'. La corrélation entre l'augmentation de la concentration des espèces GeE' et la diminution de celle des espèces GeH (ou  $GeH_2$ ) s'avère bonne au début de l'insolation. Pour des fluences cumulées supérieures à  $1,6 \text{ kJ/cm}^2$ , les deux quantités cessent d'être corrélées. Cependant, en raison du mauvais contrôle de l'épaisseur insolée, les pentes des droites de corrélation ne sont pas significatives.

De ce fait, nous avons supposé que le fait d'hypersensibiliser la fibre conduit à la création d'un mécanisme supplémentaire de formation des centres GeE' qui s'ajoute aux chemins de formation qui existent dans les lames non photo-sensibilisées. Les excès de pertes correspondant aux défauts GeE' formés par le chemin supplémentaire créé par l'hypersensibilisation ont été calculés en soustrayant l'amplitude de la fonction Gaussienne attribuée aux centres GeE' correspondant à l'insolation d'une préforme non hydrogénée à celle de la préforme hypersensibilisée ( $N_{pre} = 2000$ ,  $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ). Ces évolutions sont représentées sur la figure 5.24b. La corrélation entre l'augmentation de la concentration des espèces GeE' et la diminution des espèces GeH (ou  $GeH_2$ ) est maintenant satisfaisante au moins pour des fluences cumulées inférieures à  $3 \text{ kJ/cm}^2$ . A partir de ces observations, nous formulons l'hypothèse que les espèces hydrures sont transformées en espèces GeE' lors de la post-insolation de la lame de préforme hypersensibilisée.

**Conclusion** Nous avons montré que durant la seconde étape du procédé d'hypersensibilisation, la post-exposition conduit à la formation de centres de défauts GeE' et d'espèces hydroxyles alors que la concentration des espèces hydrures (GeH et  $GeH_2$ ) diminue. Il existe une corrélation entre le blanchiment des espèces hydrures et la formation des centres GeE'. Par ailleurs, il apparaît qu'il existe un autre mécanisme au moins conduisant à la création d'espèces hydroxyles au cours de la post-insolation d'une fibre hypersensibilisée.

### 5.8.4 Origine de la modulation d'indice créée dans les verres germanosilicates hypersensibilisés : contribution des espèces formées lors de la post-insolation

**Contribution des espèces hydroxyles à la modulation d'indice** Une corrélation directe a été établie au début des insolutions de fibres hypersensibilisées entre la croissance de la concentration des espèces hydroxyles et l'augmentation de la modulation d'indice (voir 5.2a). Ces observations peuvent s'interpréter en supposant que la création des espèces hydroxyles est responsable de la modulation d'indice créée au début de l'inscription du réseau de Bragg.

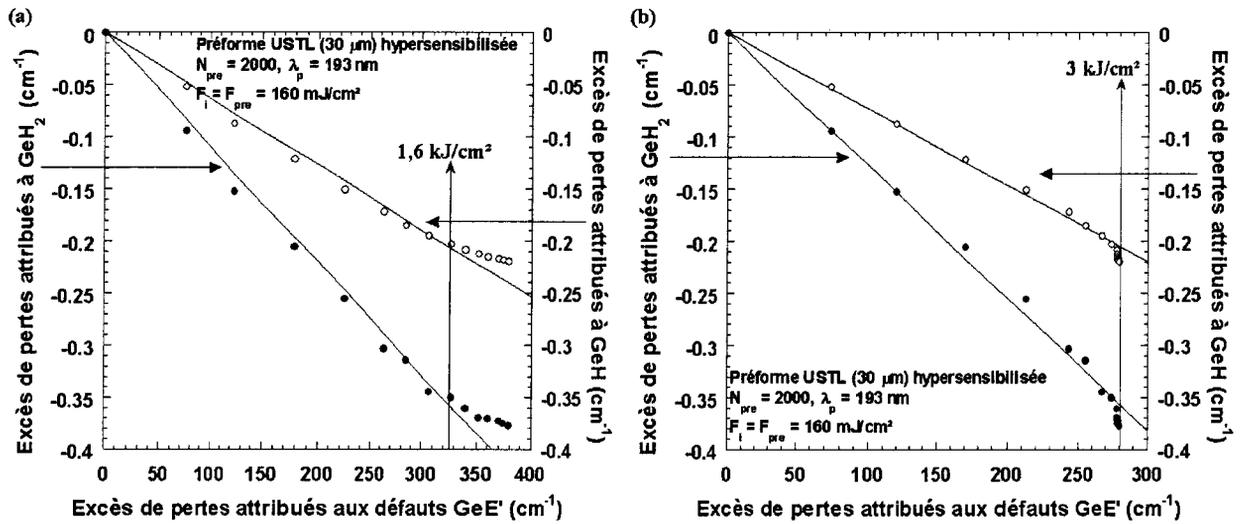


FIG. 5.24 – Évolution des excès de pertes attribués aux espèces hydrures (diminution de la concentration des espèces  $\text{GeH}$  et  $\text{GeH}_2$ ) en fonction de l'amplitude  $\delta a_i$  de la composante Gaussienne attribuée aux centres  $\text{GeE}'$  (augmentation de la concentration défauts  $\text{GeE}'$ ).

En fait, la contribution des hydroxyles à la modulation d'indice reste probablement limitée. En effet, nous avons établi que pour des insulations des fibres hypersensibilisées de longue durée, il n'existe plus de relation de proportionnalité entre les excès de pertes à  $1,39 \mu\text{m}$  et la modulation d'indice créée (voir tableau 3.11). Par ailleurs, le tableau 4.9 montre que selon la méthode de sensibilisation utilisée, une même modulation d'indice ( $\Delta n_{\text{mod}} = 10^{-3}$ ) peut être créée au prix de niveaux d'excès de pertes à  $1,39 \mu\text{m}$  significativement différents. L'atténuation créée vers  $1,39 \mu\text{m}$  par insolation de la fibre hydrogénée est notablement plus importante que celle observée avec les autres méthodes de sensibilisation. Cet argument peut toutefois être contesté si l'on formule l'hypothèse supplémentaire selon laquelle l'insolation d'une fibre hydrogénée se traduit par la formation simultanée d'une espèce donnant une contribution négative à la modulation d'indice.

**Contribution des espèces hydrures à la modulation d'indice** L'insolation de la fibre hypersensibilisée se traduit par le blanchiment des espèces  $\text{GeH}$  et  $\text{GeH}_2$ . Les évolutions reconstituées des concentrations de ces espèces sont représentées en valeurs absolues en fonction du nombre d'impulsions sur la figure 5.25a. L'évolution de la modulation d'indice est aussi portée sur cette figure. Les variations des concentrations des espèces  $\text{GeH}$  et  $\text{GeH}_2$  sont tracées en fonction de  $\Delta n_{\text{mod}}$  sur la figure 5.25b. Cette figure montre qu'il n'existe pas de relation de proportionnalité entre les variations des concentrations des espèces hydrures et celle de la modulation. Par ailleurs, la contribution à l'indice des bandes infrarouges attribuées aux espèces hydrures est de signe négatif dans la région spectrale située vers  $1,5 \mu\text{m}$ . Le blanchiment de ces bandes provoque donc une variation positive d'indice qui n'est pas directement corrélée à la variation d'indice mesurée. **En conclusion, le blanchiment des espèces hydrures, ne peut à lui seul expliquer la modulation créée par la post-insolation de fibres hypersensibilisées.**

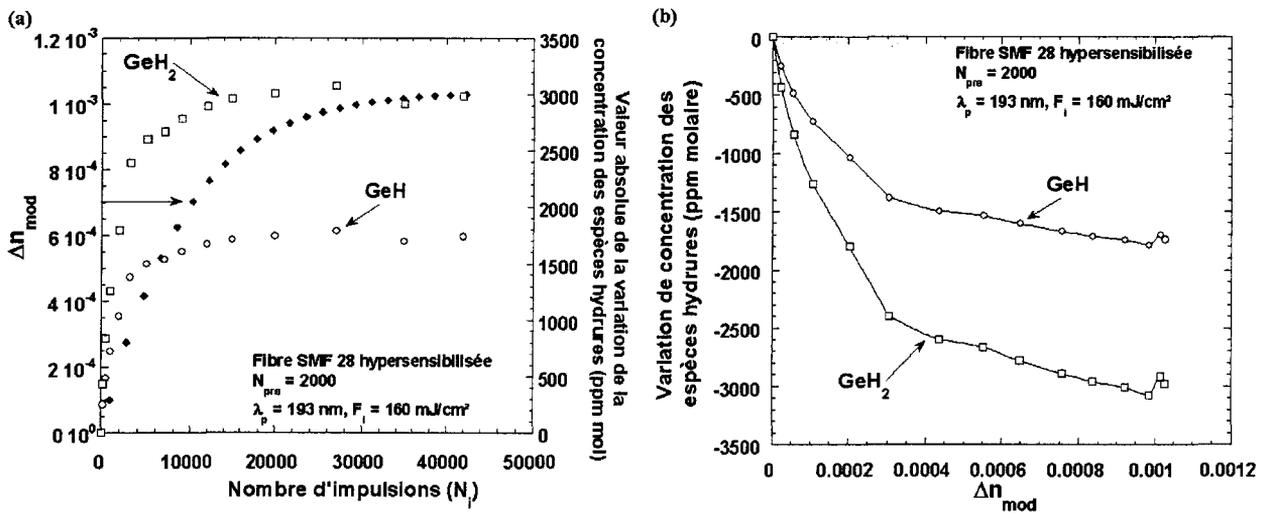


FIG. 5.25 – a) Comparaison des cinétiques de croissance de  $\Delta n_{mod}$  (photo induit dans une fibre SMF 28) et de l'intensité (en valeur absolue) des excès de pertes attribués aux espèces  $GeH$  et  $GeH_2$  (cinétiques reconstruites dans une fibre SMF 28). b) Corrélation entre la formation de  $\Delta n_{mod}$  et la consommation des espèces hydrures lors de la post-insolation d'une fibre hypersensibilisée.

Dans quelle mesure les centres  $GeE'$  contribuent à la modulation d'indice ? La figure 5.24b montre qu'il existe une corrélation directe entre la disparition des bandes IR attribuées aux espèces hydrures et la formation d'une bande attribuée aux défauts  $GeE'$ . Cette corrélation est établie lors d'insolation de lames de préforme hypersensibilisées et ceci pour des fluences cumulées inférieures à  $3 \text{ kJ/cm}^2$ . Au-delà de cette valeur, la corrélation n'est plus établie, puisque l'intensité de la bande qui absorbe vers  $6,3 \text{ eV}$  n'évolue plus avec le nombre de tirs, alors qu'un léger blanchiment des espèces hydrures se poursuit. Si l'on admet que les espèces hydrures se transforment en espèces  $GeE'$  jusqu'à la fluence de  $3 \text{ kJ/cm}^2$  (figure 5.24b), l'absence de corrélation entre le blanchiment des espèces hydrures et la croissance de la modulation (figure 5.25b) amène à la conclusion suivante : **la formation d'espèces  $GeE'$  ne peut expliquer à elle seule la croissance de la modulation**. Cette conclusion est cohérente avec l'observation de la persistance d'un gain en photosensibilité lorsqu'une fibre hypersensibilisée est soumise à une température supérieure ou égale à  $500^\circ\text{C}$  pour laquelle les espèces hydrures ont été blanchies.

### 5.8.5 Conclusion

La compréhension du mécanisme du gain en photosensibilité apporté par le processus d'hypersensibilisation passe par l'élaboration d'un modèle plus complexe que celui qui stipule la seule formation d'un réservoir d'espèces hydrogénées (espèces hydrures) lors de la pré-insolation et la transformation de ces espèces en une espèce unique C (centres  $GeE'$ ) au cours de la post-insolation.

## 5.9 La méthode de chargement en hydroxyles

### 5.9.1 Dynamique de croissance des défauts et des espèces hydrogénées induits au cours du chargement en hydroxyles

**Spectroscopie IR dans les fibres SMF 28** Des fibres préalablement hydrogénées ont été placées durant  $\Delta t_\theta$  secondes dans un four à une température notée  $\theta$ . Les températures choisies pour réaliser les recuits ont été fixées à 950°C (série  $A_1$ ), 800°C (série  $A_2$ ) et 700°C (série  $A_3$ ). La figure 5.26a représente l'intensité des excès de pertes mesurée au pic vers 1,39  $\mu m$  ( $\Delta\alpha_{max}(1,39 \mu m)$ ) en fonction de  $\Delta t_\theta$  et ce pour les trois séries de fibres ( $A_1$ ,  $A_2$  et  $A_3$ ).

Quelle que soit la température  $\theta$  utilisée pour procéder à la sensibilisation de la fibre SMF 28 hydrogénée ( $\theta = 950^\circ C$ ,  $800^\circ C$ ,  $700^\circ C$ ), l'intensité des excès de pertes vers 1,39  $\mu m$  évolue de façon non monotone en fonction de  $\Delta t_\theta$ . Pour des valeurs de  $\Delta t_\theta$  inférieures à 5 s, l'intensité des excès de pertes vers 1,39  $\mu m$  augmente avec  $\Delta t_\theta$ , passe par un maximum, puis lorsque la valeur de  $\Delta t_\theta$  est supérieure à 5 s, les valeurs de  $\Delta\alpha_{max}(1,39 \mu m)$  diminuent lentement ou restent stationnaires suivant la valeur de  $\theta$ .

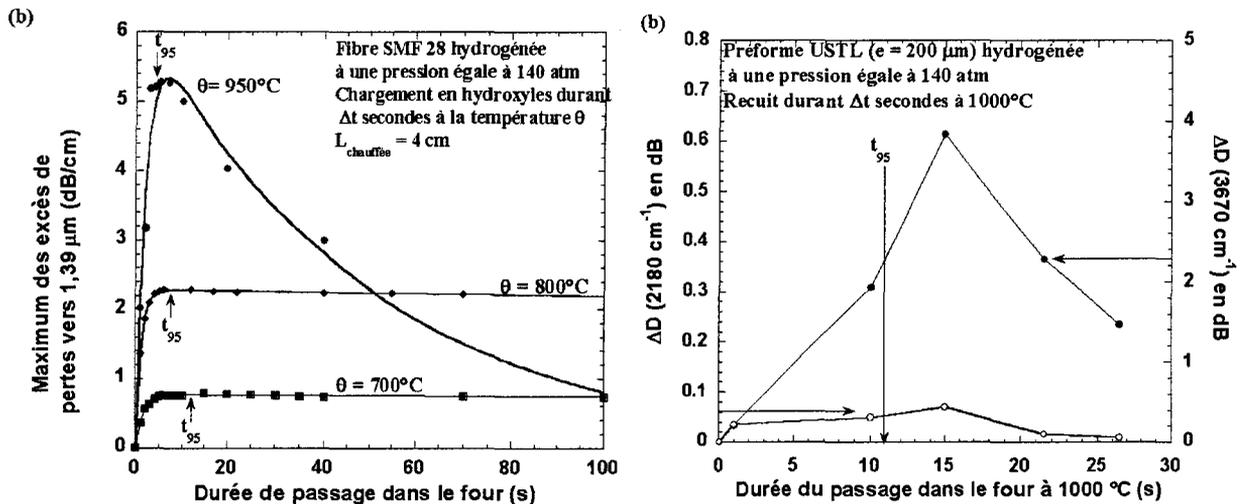


FIG. 5.26 – a) Cinétiques de croissance des excès de pertes mesurés sur le pic vers 1,39  $\mu m$  en fonction de la durée  $\Delta t_\theta$  du recuit à la température  $\theta$ . b) Évolution de la densité optique différentielle des bandes attribuées aux espèces TOH et GeH thermo induites dans une lame de préforme hydrogénée en fonction de la durée de passage dans le four à 1000°C. Sur ces courbes,  $t_{95}$  correspond à la durée typique de désorption de l'hydrogène à la température de l'expérience.

**Spectroscopie IR dans les lames de préforme USTL** Les spectres de densité optique différentielle résultant de l'élévation de température d'une préforme hydrogénée (voir figures 4.11a et 4.11b) ont été déconvolués en composantes Gaussiennes. Il faut noter que les décompositions ne laissent pas apparaître de bande vers  $2140 \text{ cm}^{-1}$  ( $GeH_2$ ). Les évolutions des densités optiques différentielles mesurées vers  $3670 \text{ cm}^{-1}$  (SiOH) et  $2180 \text{ cm}^{-1}$  (GeH) sont représentées sur la figure 5.26b. Ces évolutions sont non monotones en fonction de  $\Delta t_{1000^\circ C}$ . En effet, elles présentent des maxima pour une même valeur de la durée de passage ( $\Delta t_{1000^\circ C} = 15 \text{ s}$ ). Pour les durées supérieures à 15 s l'intensité de ces bandes diminue. La droite verticale

vers 11 s représente la durée caractéristique  $t_{95}$  de désorption de l'hydrogène dans nos conditions d'expérience ( $e = 200\mu\text{m}$ ,  $\theta = 1000^\circ\text{C}$ ).

Nous avons ensuite calculé les concentrations des espèces à partir des valeurs des intensités des bandes correspondantes et des coefficients d'extinction molaire publiés par Zeng et al. [70]. **Les concentrations (notées [X]) ont été calculées en supposant que les espèces formées par l'élévation thermique sont uniformément distribuées sur l'épaisseur ( $e = 200\mu\text{m}$ ) de la lame de préforme.** L'évolution du rapport  $\frac{[GeH]}{[TOH]}$  est représenté sur la figure 5.27a. La valeur de cette quantité décroît à mesure que la durée de l'élévation de température se prolonge. A noter que pour des durées de recuits supérieures à 11 s, la quantité d'hydrogène présent dans l'échantillon est négligeable.

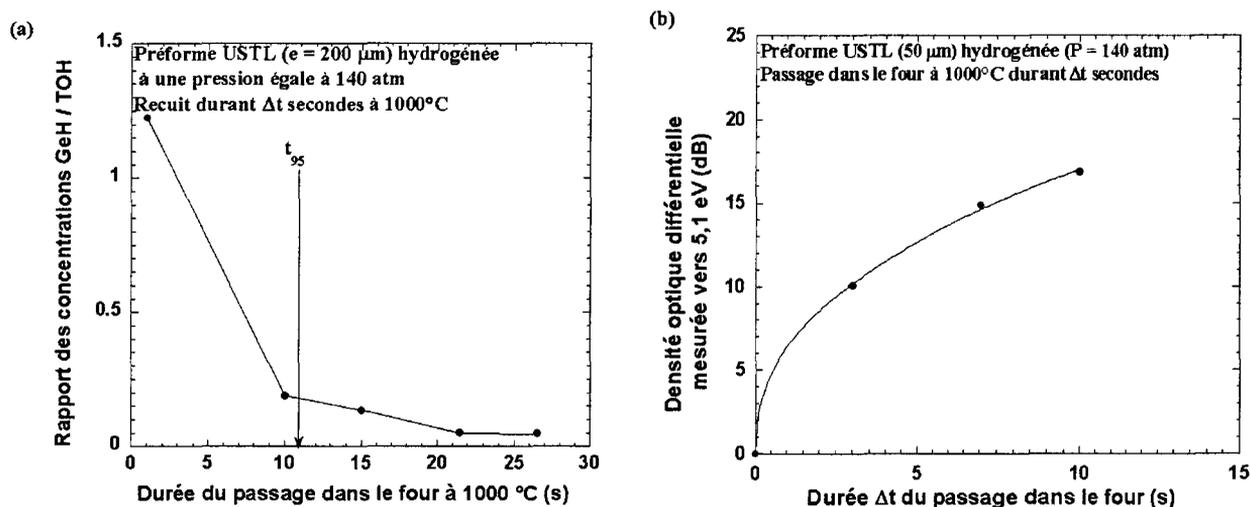


FIG. 5.27 – a) Évolution du rapport des concentrations entre les espèces GeH et SiOH. b) Évolution de la densité optique mesurée au pic vers 5,1 eV en fonction de la durée du recuit à  $1000^\circ\text{C}$ .

**Spectroscopie UV-VUV dans les lames de préforme USTL** La figure 5.27b montre l'évolution de la **densité optique différentielle** mesurée au pic vers 5,1 eV en fonction de la durée  $\Delta t_{1000^\circ\text{C}}$  du passage dans le four porté à  $1000^\circ\text{C}$ . L'atténuation différentielle mesurée vers 5,1 eV atteint 17 dB sur le spectre enregistré après une durée de passage de 10 s. Par ailleurs, il est important de noter que pour des durées de recuit supérieures à 10 s, le niveau de signal transmis par la lame de préforme est nul. De ce fait, il n'est pas possible de déterminer la densité optique vers 5,1 eV. Cependant, ce résultat indique que l'intensité de cette bande (attribuée aux GODC) continue à croître.

**Conclusion** Le procédé de sensibilisation par chargement en hydroxyles conduit non seulement à la formation d'une grande quantité d'espèces Si-OH mais aussi à celle d'espèces T-H (GeH et SiH) et à une augmentation de l'intensité de la bande attribuée aux défauts GODC.

De ce fait, deux hypothèses peuvent être formulées pour rendre compte des mécanismes du gain en photosensibilité obtenu par ce procédé. Une première hypothèse repose sur le blanchiment sous l'effet d'une insolation de la bande GODC ainsi formée. Une autre hypothèse suppose l'existence de mécanismes analogues à ceux mis en évidence pour rendre compte du gain en photosensibilité apporté par l'hypermobilisation :

la création d'un réservoir d'espèces chimiques hydrogénées qui restent stables au cours de la diffusion de l'hydrogène en dehors de la fibre comme dans le cas de la méthode d'hypermobilisation UV. Sous l'effet de l'insolation réalisée avec le champ de franges (après diffusion de l'hydrogène gazeux), ces espèces se transforment en des espèces plus polarisables, ce qui conduit à un gain de photosensibilité. Il est donc nécessaire d'examiner la validité de ces deux hypothèses.

### 5.9.2 Mécanisme de formation des défauts et des espèces hydrogénées au cours du chargement en hydroxyles

Lorsque des verres germanosilicates hydrogénés sont soumis à une température élevée ( $\theta > 150^\circ\text{C}$ ), des réactions initiées thermiquement se produisent. Dans ces réactions, l'hydrogène est supposé réagir avec un nombre limité de sites pré-existant. Dans cette section, nous allons examiner la cohérence des résultats de nos expériences de spectroscopie IR et VUV avec ceux prédits par ces schémas réactionnels.

**Formation des espèces hydrures (GeH, SiH ou  $GeH_2$ )** L'examen de la littérature scientifique montre que la proportion relative d'espèces GeH et  $GeH_2$  formées lors de l'élévation de température d'un verre germanosilicate hydrogéné dépend de plusieurs facteurs tels que la composition chimique du verre et la température du traitement. Ainsi, Krol et al. [87], Greene et al. [68] et Zeng et al. [70] d'une part procèdent à des traitements thermiques qui favorisent la formation d'une bande vers  $2185\text{ cm}^{-1}$  (espèces GeH), alors qu'Awazu et al. [69] d'autre part observent la formation d'une bande située vers  $2140\text{ cm}^{-1}$  (espèces  $GeH_2$ ).

Plus précisément, Awazu et al. [69] procèdent à des élévations thermiques de lames de préforme germanosilicates hydrogénées faiblement dopées (1 % mol en Ge). Ils examinent la nature des espèces hydrogénées formées par spectroscopie IR. Ainsi, ils mettent en évidence que les espèces formées s'avèrent de nature différente selon la température du recuit : **l'élévation thermique à  $1000^\circ\text{C}$  conduit à la production d'espèces  $GeH_2$  ( $\approx 2140\text{ cm}^{-1}$ ) et  $SiOH$  ( $\approx 3650\text{ cm}^{-1}$ ) sans que la formation d'espèces  $GeH$  ( $\approx 2185\text{ cm}^{-1}$ ) ne soit mise en évidence. Une élévation thermique à  $600^\circ\text{C}$  conduit par contre à la formation des trois espèces.** De plus, les intensités de ces bandes passent par un maximum pour une durée de recuit de l'ordre de 5 minutes ( $\theta = 600^\circ\text{C}$ ).

Nos résultats ne corroborent pas les observations d'Awazu et al. [69] mais sont partiellement en accord avec les conclusions de Greene et al. [68]. En effet, dans nos expériences l'élévation de la température ( $\approx 1000^\circ\text{C}$ ) d'une lame de préforme germanosilicate hydrogénée provoque d'une part la formation d'espèces SiOH et hydrures (GeH dans le coeur et SiH dans la gaine) sans que la formation d'espèces  $GeH_2$  ne soit mise en évidence. D'autre part, les intensités des bandes associées à ces défauts passent par un maximum pour une durée de passage dans le four de l'ordre de 15 s. Cette durée est notamment plus faible que celle observée dans les expériences d'Awazu. Il faut cependant noter que l'épaisseur des lames n'est pas indiquée dans l'article d'Awazu et al. [69].

Par ailleurs, Greene et al. [68] utilisent la spectroscopie Raman pour étudier la nature des espèces formées lors de l'élévation thermique à  $1000^\circ\text{C}$  de fibres germanosilicates hydrogénées (10 % mol en Ge). Ils déduisent de cette étude que **l'élévation thermique détruit les liaisons Ge-O-Si et produit des espèces GeH et SiOH.** La formation d'hydrures peut être représentée dans ce schéma à l'aide du chemin de réaction suivant :



Si l'on admet l'unicité de ce chemin de réaction, les concentrations des espèces hydrures et en hydroxyles devraient être égales à chaque instant. Cette conclusion est contraire à nos observations (figure 5.27b) puisque le rapport  $\frac{[GeH]}{[TOH]}$  décroît avec la durée de passage dans le four (indiquant que les deux cinétiques sont différentes). **Il est donc nécessaire de supposer qu'un autre mécanisme au moins conduit à la formation d'espèces hydroxyles sans passer par la production d'espèces hydrures associées. Par ailleurs, le schéma donné par Greene ne rend pas compte de la production d'espèces GODC (voir figure 5.27b où la production de ces espèces apparaît).**

**Formation des défauts GODC et des espèces hydroxyles** Awazu et al. [90] ont élevé la température de lames de préforme de fibres germanosilicates (10 % mol en Ge) entre 400°C et 700°C dans une atmosphère contenant de l'hydrogène ( $P_{H_2} = 1 \text{ atm}$ ). Par des techniques combinées de spectroscopie d'absorption IR et UV, ces auteurs ont montré que la concentration des espèces OH induites par l'élévation thermique augmente linéairement avec l'intensité des bandes pointant vers 242 nm et 330 nm [90]. Afin d'expliquer leurs observations, ils proposent une réaction qui peut être décrite par la relation 5.11.



Nos expériences ( $\theta = 1000^\circ C$ ) ne corroborent pas cette observation puisque la concentration des espèces hydrogénées (TH et TOH) passe par un maximum en fonction de la durée du passage dans le four, alors que l'intensité de la bande GODC augmente de façon monotone ( $1 \text{ s} < \Delta t_{1000^\circ C} < 30 \text{ s}$ ). Cependant, les conditions d'expérience sont dans les deux cas différentes. En effet, la durée caractéristique de désorption de l'hydrogène dans nos échantillons ( $e = 200 \mu m$ ) est environ  $\approx 10 \text{ s}$ , alors que dans les expériences d'Awazu le recuit s'effectuait en présence d' $H_2$ .

Enfin, **le bilan des deux réactions 5.10 et 5.11 permet de rendre compte de la formation de défauts GODC, d'espèces hydrures et d'espèces hydroxyles, mais n'explique pas la formation de  $GeH_2$  observée par Awazu et al. [90].**

### 5.9.3 Cinétiques de formation (ou de blanchiment) des défauts et des espèces hydrogénées au cours de l'insolation d'un verre chargé en hydroxyles

La figure 5.28a montre l'évolution des variations des concentrations des espèces hydroxyles et hydrures en fonction du nombre d'impulsions ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ) reçues par la préforme chargée en hydroxyles. Ces données ont été calculées à partir des quantités  $\delta a_i$  obtenues après décomposition des spectres d'excès de pertes<sup>1</sup>. Les excès de pertes relatifs à la formation de la bande attribuée aux centres  $GeE'$  sont aussi tracés en fonction de  $N_i$  ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) sur cette figure. L'insolation conduit principalement à la formation d'espèces hydroxyles et de défauts  $GeE'$  ainsi qu'au blanchiment des espèces  $GeH$ . **L'intensité des bandes attribuées aux défauts GODC n'évolue pas de manière significative au cours de l'insolation indiquant que ces bandes ne sont pas blanchies lorsque  $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ .**

<sup>1</sup>Les excès de pertes, puis les concentrations ont été calculés en supposant que les espèces sont uniformément distribuées sur toute l'épaisseur de l'échantillon ( $e = 200 \mu m$  pour les spectres IR et  $e = 30 \mu m$  pour les spectres VUV).

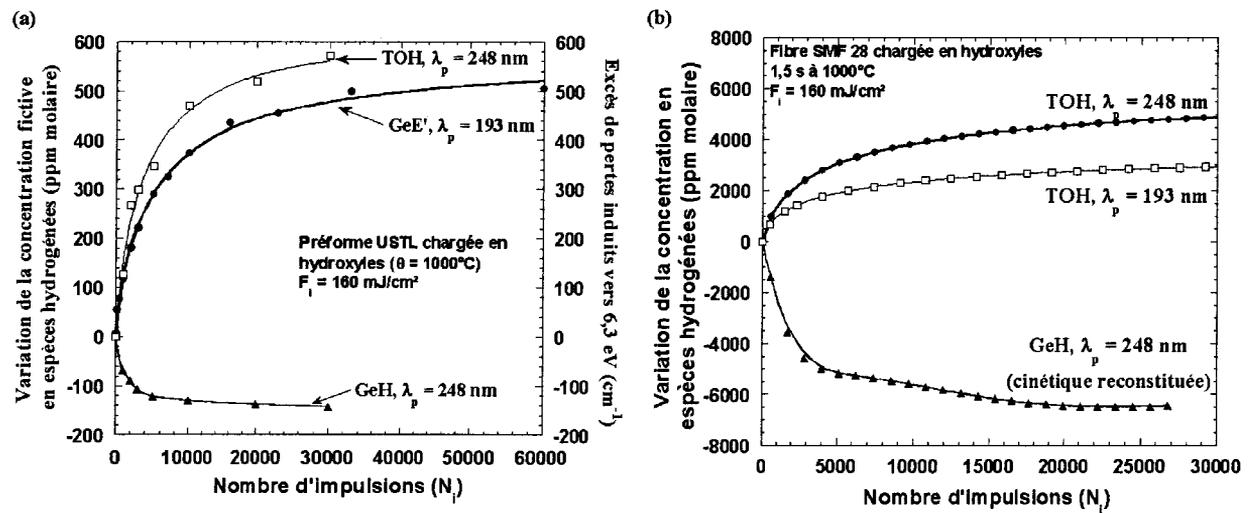


FIG. 5.28 – a) Évolutions des concentrations des espèces hydrogénées (TOH et GeH) ainsi que des excès de pertes vers 6,3 eV (GeE') sous l'effet de l'insolation d'une lame de préforme chargée en hydroxyles. b) Évolutions des concentrations des espèces hydroxyles et hydrures (cinétique reconstituée) formées par insolation de fibres chargées en hydroxyles.

**Reconstitution de la dynamique de croissance des espèces hydrures dans la fibre SMF 28 chargée en hydroxyles** En procédant comme dans les paragraphes 5.6.1.3 et 5.7.1.3, nous avons reconstitué l'évolution des espèces GeH dans les fibres à partir de celle des espèces hydroxyles effectivement enregistrée dans les fibres chargées en OH. A cet effet, nous avons calculé l'évolution du rapport  $\frac{[GeH]}{[TOH]}$  (non représentée) en fonction de  $N_i$  à partir des données de la figure 5.28a. Cette évolution est similaire à celle reportée sur la figure 5.19b dans le cas d'insolation de préformes hypersensibilisées. Les évolutions des concentrations des différentes espèces hydrogénées dans la fibre chargée en hydroxyles sont tracées en fonction de  $N_i$  sur la figure 5.28b.

**Comparaison des dynamique de croissance dans la fibre SMF 28 chargée en hydroxyles ou hypersensibilisée** Les dynamiques (reconstituées dans les fibres) de formation (ou de blanchiment) des espèces hydrogénées identifiées sont tracées sur la figure 5.29a en fonction du nombre d'impulsions et ce pour des fibres hypersensibilisées ou chargées en hydroxyles. Il apparaît que pour une espèce chimique donnée, les allures des cinétiques sont similaires quelle que soit la méthode de sensibilisation utilisée. Il faut toutefois noter que les dynamiques sont sensiblement plus rapides lorsque les insolutions sont réalisées dans une fibre chargée en hydroxyles.

**Conclusion** Nous avons montré d'une part que l'insolation d'une lame de préforme chargée en hydroxyles au moyen d'un laser à KrF conduit à un blanchiment partiel des espèces GeH formées lors de la sensibilisation (figure 4.15b) ainsi qu'à la formation d'espèces hydroxyles. D'autre part, nos expériences de spectroscopie VUV montrent que l'insolation ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) d'une lame chargée en hydroxyles conduit à une augmentation de l'intensité de la bande absorbant vers 6,3 eV attribuée aux défauts GeE' (figure 4.16) sans que le blanchiment des bandes GODC ne soit mis en évidence.

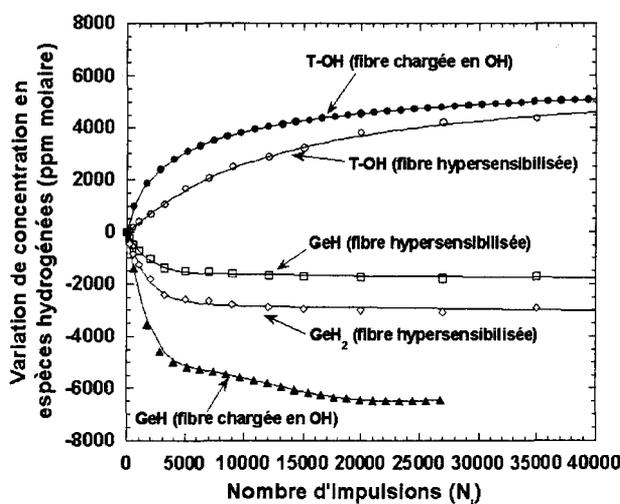


FIG. 5.29 – Évolutions des concentrations des espèces hydroxyles et hydrures (cinétiques reconstituées) formées par insolation de fibres hypersensibilisées ou chargées en hydroxyles.

#### 5.9.4 Quelle peut être l'origine du gain en photosensibilité : rôle des espèces hydrures, hydroxyles et des centres de défauts

##### – Les défauts GODC

La première hypothèse que nous avons formulé dans le paragraphe 5.9.1 pour expliquer le gain en photosensibilité procuré par le chargement en hydroxyles repose sur la formation de défauts GODC susceptibles d'être blanchis par la radiation de pompe. La transformation de ces défauts en des défauts plus polarisables peut conduire à une augmentation de l'indice.

La figure 4.16 montre que la bande située vers 5,1 eV n'est pas blanchie par l'insolation du verre chargé en OH au moyen du laser à ArF ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ). Cette observation montre que **l'hypothèse précédente ne peut être retenue dans le cas d'insolations effectuées avec le laser à ArF**. Par ailleurs, les cinétiques de croissance de la modulation d'indice relevées lors d'insolations avec les lasers à ArF ou à KrF sont identiques. Nous n'avons pas procédé à des expériences de spectroscopie lors d'insolations effectuées avec le laser à KrF. Nous ne pouvons donc pas conclure sur le blanchiment éventuel des défauts GODC par ce type d'insolation. Cependant, la similitude entre les cinétiques de croissance relevées aux deux longueurs d'onde de pompe ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$  ou  $248 \text{ nm}$ ), laisse supposer que le rôle joué par un éventuel blanchiment des GODC reste limité.

##### – Rôle de l'hydrogène dans la création photo induite des hydroxyles

L'insolation ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$  ou  $248 \text{ nm}$ ) d'une fibre SMF 28 chargée en hydroxyles conduit à la création d'un excès de pertes de l'ordre de 0,5 dB/cm vers  $1,39 \mu\text{m}$  ce qui correspond à la formation d'environ 1300 ppm d'hydroxyles. La formation de ces espèces ne peut s'expliquer par la présence d'hydrogène résiduel dans la fibre. En effet, après l'élévation de la température de la fibre à  $950^\circ\text{C}$  durant un court instant suivie du dégazage à chaud (3 jours à  $110^\circ\text{C}$ ), nous avons calculé qu'il reste moins de 10 ppm d'hydrogène dans l'échantillon. **La formation d'hydroxyles au cours de la post-insolation ne peut s'expliquer par la présence d'hydrogène résiduel. De plus, les hydroxyles ne constituent pas une espèce «**

**réservoir B» formée lors de la sensibilisation des fibres.**

Un autre type d'expérience confirme le fait que les hydroxyles ne constituent pas une espèce B. Nous avons étudié l'évolution de la concentration des espèces hydroxyles induites dans des fibres SMF 28 en fonction de la durée du chargement à température élevée. Nous avons ainsi été en mesure de comparer ces évolutions à celle du gain en photosensibilité procuré par la méthode de chargement en hydroxyles. Ces évolutions sont représentées sur la figure 5.30a en fonction de la durée  $\Delta t_{950^\circ C}$  de passage dans le four. L'allure générale de la courbe tracée pour  $\theta = 950^\circ C$  est similaire à celle qui représente le gain en photosensibilité en fonction de  $\Delta t_{950^\circ C}$ . Cependant, l'optimum de concentration des espèces OH apparaît pour des durées de recuit plus longues (fibre :  $\Delta t_{950^\circ C} \approx 7 s$ ) que celles qui correspondent à l'optimum du gain en photosensibilité ( $\Delta t_{950^\circ C} \approx 1,5 s$ ) procuré par le chargement en hydroxyles.

**En conclusion, si l'on admet la validité du schéma réactionnel  $A \xrightarrow{kT} B \xrightarrow{h\nu} C$ , on peut conclure que les espèces OH ne constituent pas une espèce B. Les espèces OH sont toutefois susceptibles d'être à l'origine de la variation d'indice.**

#### – Les hydroxyles : une espèce C ?

Les évolutions des concentrations normalisées des espèces chimiques (TOH, GeH et GeE' formées par insolation UV) sont portées sur la figure 5.30b en fonction de la température de recuits isochrones (30 min). Ces évolutions sont tirées du mémoire de C. Dalle [32] et d'une étude de Tsai [81]. Les facteurs de normalisation correspondent aux excès de pertes correspondant à chaque espèce avant les recuits isochrones. La stabilité thermique de la modulation normalisée d'indice  $NI_{mod}(30 min, T)$  est aussi représentée sur la même figure. Il apparaît que les évolutions des différentes espèces hydrogénées, de GeE' et de  $NI_{mod}(30 min, T)$  ont des allures assez différentes. Pour des températures de recuit faible ( $T < 623 K$ ),  $NI_{mod}(30 min, T)$  décroît plus vite avec T que les concentrations des espèces GeE', TOH et GeH. Dans le domaine  $623 K < T < 873 K$ , la modulation est moins stable que les centres GeE' mais plus stable que les espèces hydrogénées. Pour  $T \geq 1073 K$ , la stabilité de  $NI_{mod}$  est comparable à celle des espèces TOH. Ces observations peuvent s'interpréter en supposant que **la modulation d'indice créée par l'inscription du réseau de Bragg est provoquée par la formation des différentes espèces représentées sur la figure. La stabilité faible de  $NI_{mod}(30 min, T)$  pour  $T < 623 K$  implique qu'une espèce peu stable mais non identifiée contribue aussi à la modulation.**

Une autre observation étaye partiellement cette hypothèse. Une corrélation directe a été établie au début des insolutions de fibres chargées en hydroxyles entre la croissance de la concentration des espèces hydroxyles et l'augmentation de la modulation d'indice (voir 5.2b). Cependant cette corrélation cesse pour des insolutions de longue durée. En effet, nous avons établi que pour des modulations supérieures à  $5 \cdot 10^{-4}$  ( $\lambda_p = 248 nm$ ), il n'existe plus de relation de proportionnalité entre les excès de pertes à  $1,39 \mu m$  et la modulation d'indice créée. En conclusion, cette observation implique que **la seule formation d'espèces hydroxyles ne peut expliquer la modulation d'indice créée.**

#### – Les hydrures et les centres GeE'

Nous avons montré que les espèces mises en jeu dans le procédé de chargement en hydroxyles sont similaires à celles observées dans le cas de l'hypersensibilisation UV. Le procédé de chargement en hydroxyles conduit à la formation d'hydrures et d'hydroxyles. L'insolation conduit ensuite à la consommation des espèces hydrures et à la formation de centres GeE' ainsi que d'espèces hydroxyles sans que le blanchiment de la bande GODC ne soit mis en évidence ( $\lambda_p = 193 nm$ ). Cependant, il ne nous est pas possible de rechercher une éventuelle

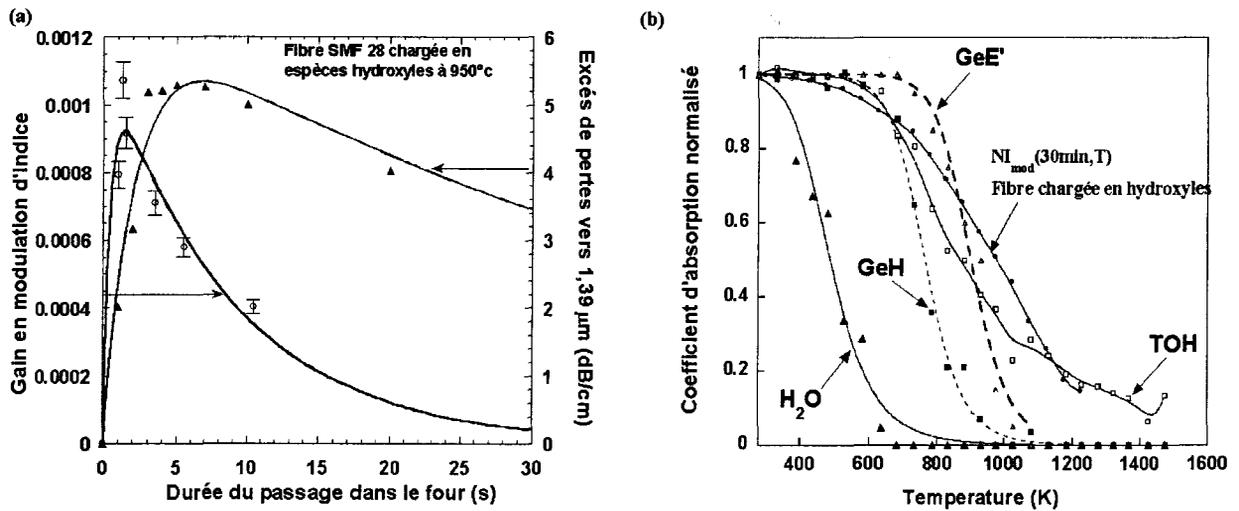


FIG. 5.30 – a) Comparaison du gain en photosensibilité induit par le procédé de chargement en hydroxyles et de la cinétique de croissance des espèces hydroxyles thermo induites dans une fibre SMF 28 hydrogénée. b) Comparaison de la stabilité thermique de la modulation d'indice  $NI_{mod}(30min, T)$  à celle des concentrations des espèces chimiques formées par insolation UV

corrélation entre l'augmentation de la concentration des espèces  $GeE'$  et la diminution de celle des espèces  $GeH$ . En effet, nous avons utilisé des conditions différentes de sensibilisation et d'insolation pour les deux types d'expérience de spectroscopie.

### 5.9.5 Conclusion

Notre conclusion repose sur les similitudes observées entre la nature des espèces chimiques et les changements d'indice créés dans les fibres chargées en hydroxyles et les quantités correspondantes dans les fibres hypersensibilisées. En effet, les espèces mises en jeu dans les deux procédés de sensibilisation sont similaires. Nos expériences de vieillissement accéléré montrent qu'il n'y a pas de différence de stabilité entre les variations d'indice ( $\Delta n_{mod}(30min, T)$  ou  $\Delta n_{moy}(30min, T)$ ) créées dans des fibres hypersensibilisées ou chargées en hydroxyles à condition que les modulations d'indice initiales soient du même ordre de grandeur (figures 5.4a et 5.4b). Les gains en modulation d'indice de réfraction obtenus par l'un ou l'autre des deux procédés sont similaires ( $\approx 10^{-3}$ ) et ce quel que soit la longueur d'onde du laser utilisé ( $\lambda_p = 193 nm$  ou  $248 nm$ ) (figures 5.1a et 5.1b). De plus, l'évolution du gain en photosensibilité procuré par la méthode de sensibilisation présente un optimum en fonction de paramètre de sensibilisation ( $N_{pre}$  ou  $\Delta t_{950^\circ C}$ ).

Nous pouvons donc rendre compte du gain en photosensibilité procuré par la méthode de sensibilisation par chargement en hydroxyles en supposant l'existence de mécanismes analogues à ceux mis en évidence pour rendre compte du gain en photosensibilité apporté par l'hypersensibilisation UV. **Il n'est toutefois pas possible de conclure définitivement sur l'origine du maximum du gain de photosensibilité observé en fonction de la durée du chargement en hydroxyles.**

### 5.10 Pourquoi les réseaux inscrits dans des fibres hypersensibilisées (ou chargées en hydroxyles) sont plus stables que les réseaux inscrits dans des fibres hydrogénées ou non traitées ?

Nous nous plaçons ici dans l'hypothèse où les variations photo ou thermo induites d'indice de réfraction résultent de la formation d'espèces chimiques et de défauts ponctuels. Les concentrations et la nature de ces espèces sont distribuées de façon différente le long de la fibre selon le procédé utilisé pour réaliser la sensibilisation. Cette conclusion qui se déduit des études de spectroscopie présentées dans les chapitres 2, 3 et 4 est illustrée à l'aide des schémas représentés sur la figure 5.31. Il est important de noter que ces schémas ont été établis en supposant que l'inscription des réseaux de Bragg ne s'accompagne pas d'un phénomène de transport des espèces entre les franges brillantes et les franges sombres (hypothèse de localité).

**Espèces formées (ou blanchies) dans les fibres sensibilisées** L'insolation de la fibre hydrogénée par le champ de franges UV se traduit par le blanchiment des espèces GODC et par la formation d'espèces  $\text{GeH}$ ,  $\text{GeH}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{TOH}$ ,  $\text{GeE}'$  ainsi qu'une espèce  $X$  non déterminée qui absorbe au-delà de 7,2 eV et ceci sur les franges brillantes. L'insolation uniforme d'une fibre hydrogénée conduit à une distribution similaire d'espèces uniforme le long de la fibre. Le dégazage de la fibre à température élevée (3 jours à 110°C) se traduit par le blanchiment des espèces  $\text{H}_2\text{O}$ . La post-insolation de la fibre ainsi hypersensibilisée provoque sur les franges brillantes un blanchiment des espèces hydrures et une nouvelle formation d'espèces hydroxyles, de centres  $\text{GeE}'$  et de centres  $X$ . Les concentrations de ces trois espèces sont donc plus importantes sur les franges brillantes que sur les franges sombres.

Le traitement de la fibre hydrogénée à température élevée charge le coeur de la fibre en espèces  $\text{GeH}$ , hydroxyles,  $X$  et construit une bande intense attribuée aux défauts GODC. L'inscription d'un réseau dans cette fibre traitée blanchit sur les franges brillantes les espèces hydrures et augmente la concentration des espèces  $\text{GeE}'$ ,  $\text{TOH}$  et  $X$ .

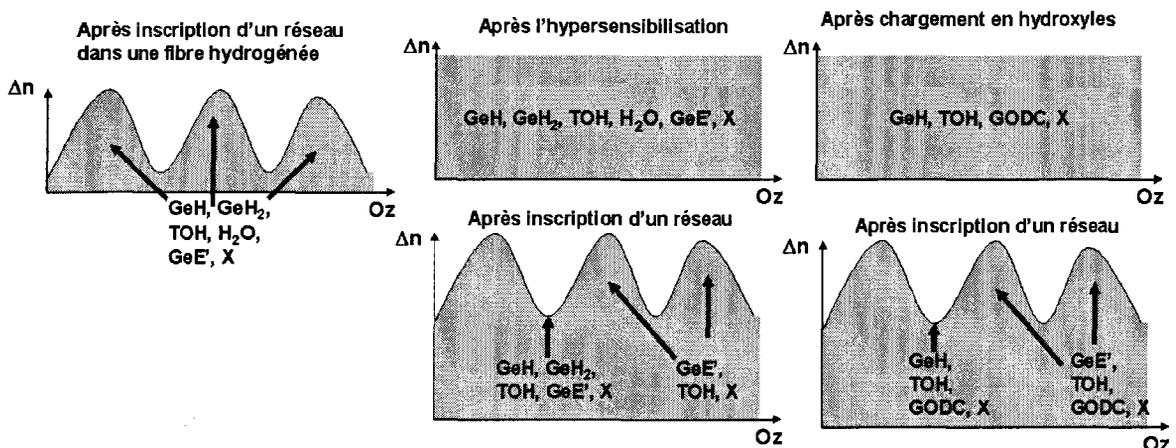


FIG. 5.31 – Schémas représentatifs des espèces hydrogénées et des défauts formés au cours de l'hypersensibilisation UV ou du chargement en hydroxyles puis lors de l'inscription des réseaux de Bragg dans des fibres sensibilisées par l'une des trois méthodes.

**Stabilité thermique des espèces** Les évolutions des concentrations normalisées des espèces chimiques (TOH, GeH, GeE') formées par insolation UV sont portées sur la figure 5.30b en fonction de la température des recuits isochrones (durée de recuit 30 min). Les facteurs de normalisation sont égaux aux excès de pertes correspondant à chaque espèce avant les recuits isochrones. Les données relatives aux espèces hydrogénées sont issues du mémoire de thèse de C. Dalle [32] tandis que celles relatives aux défauts GeE' sont tirées des travaux de Tsai [81]. A l'examen de cette figure, il apparaît que les espèces  $H_2O$  et GeH sont moins stables que les espèces T-OH. En effet, la concentration de l'espèce  $H_2O$  commence à chuter dès le palier d'élévation de température à 373 K, l'espèce n'est plus décelée après 573 K. La concentration des espèces GeH commence à chuter vers 623 K, l'espèce n'est plus détectée après le recuit à 973 K. La concentration des espèces T-OH chute lentement à partir de 673 K, les espèces sont détectées jusqu'à 1473 K. Au début des recuits ( $T < 923 K$ ), les centres GeE' sont plus stables que les espèces hydroxyles. La concentration en GeE' commence à diminuer rapidement vers 723 K puis au-delà de 923 K, la stabilité des espèces hydroxyles devient supérieure à celle des GeE'. En effet, les centres GeE' sont complètement blanchies après le recuit à 1073 K alors que les espèces hydroxyles sont encore décelables.

**Stabilité des variations d'indice de réfraction** Nous avons montré que la stabilité de la modulation d'indice des réseaux inscrits dans des fibres hypersensibilisées (ou chargées en hydroxyles) est supérieure à celle des réseaux inscrits dans des fibres hydrogénées ou non traitées. La même conclusion s'applique à l'indice effectif moyen.

L'inscription de réseaux dans une fibre hypersensibilisée (ou chargée en hydroxyles) conduit sur les franges brillantes à la formation de défauts GeE' et d'espèces hydroxyles stables et à une destruction d'espèces GeH et  $GeH_2$  peu stables. Sur les franges sombres, la concentration des espèces peu stables GeH et  $GeH_2$  reste par contre significative (à condition que la visibilité du champ de franges soit bonne). Par ailleurs, la quantité des espèces OH et X formées lors de l'insolation de la fibre hypersensibilisée est relativement faible en comparaison de celle créée lors de la sensibilisation. Nous pouvons donc supposer que la stabilité thermique des variations d'indice photo induites lors de l'insolation d'une fibre hypersensibilisée (ou chargée en hydroxyles) est majoritairement gouvernée par la stabilité des espèces GeE' sur les franges brillantes et par celle des espèces GeE' et hydrures sur les franges sombres. En d'autres termes une élévation de température se traduit par une chute d'indice plus importante sur les franges sombres que sur les franges brillantes, ce qui conduit à une augmentation du contraste des réseaux. La variation de contraste doit toutefois rester faible si l'on admet que la contribution des espèces hydrures à la variation d'indice n'est que minoritaire (voir discussion section 5.8.4). Quoi qu'il en soit, la conclusion relative à une variation de contraste provoquée par la disparition des hydrures n'est correcte que si il subsiste des hydrures sur les franges sombres, c'est à dire lorsque la température des recuits reste inférieure à  $\approx 900 K$ . L'aspect des courbes portées sur la figure 3.19b est en accord qualitatif avec les conclusions de cette discussion.

La stabilité des variations d'indice photo induites dans une fibre hydrogénée est par contre corrélée à celle de nombreuses espèces sur les franges brillantes (GeE', hydrures,  $H_2O$ , TOH et X) dont certaines sont peu stables (GeH et  $H_2O$  par exemple) alors qu'aucune variation d'indice n'a été créée au creux des franges sombres (en absence de diffusion de toute espèce chimique et de changement de volume).

A partir de ces observations, nous pouvons en conclure que, la stabilité de la réflectivité R de réseaux inscrits dans les fibres hypersensibilisées ou chargées en hydroxyles doit être supérieure à celle des réseaux de Bragg écrits dans les fibres hydrogénées pour les températures inférieures à 923 K. Cette conclusion s'adresse

aussi à la stabilité de l'indice moyen créé par les insolutions. Ces différentes conclusions sont conformes à nos observations expérimentales (figures 5.4a et 5.4b). Au-delà de 1000 K, toutes les espèces hydrures et GeE' sont blanchies. Si l'on suppose que les espèces hydroxyles apportent une faible contribution à l'indice de réfraction, la stabilité de la modulation d'indice doit suivre des évolutions similaires pour les trois types de réseaux. Cette conclusion est cohérente avec nos observations (voir figures 5.4).

Jusqu'à présent nous avons rendu compte de nos observations en comparant la stabilité des espèces créées par les insolutions. Une autre hypothèse peut être mise en avant. Elle consiste à supposer que la stabilité des réseaux de Bragg inscrits dans les fibres hypersensibilisées (ou chargées en hydroxyles) dépend des conditions de fabrication du réseau. Il faut remarquer que la validité de cette hypothèse a été démontrée dans le cas des réseaux écrits dans les fibres non hydrogénées [54, 55]. Selon le modèle développé pour rendre compte de cette observation, l'inscription d'un réseau peuple une large distribution de pièges thermo-dynamiquement instables, la stabilité thermique des pièges étant d'autant plus faible que l'énergie d'activation de la réaction de blanchiment du piège est faible [84, 110]. Le modèle postule aussi que le changement d'indice est proportionnel à la population totale des pièges. La distribution des sites avant les expériences de recuit isochrone dépend donc de la densité moyenne d'énergie par impulsion, du temps d'insolation et de l'histoire thermique des fibres. Par exemple, plus le temps d'insolation est long, plus la distribution des pièges se trouve tronquée par l'élévation de température associée à l'insolation. De ce fait la stabilité du changement d'indice est d'autant plus importante que la durée de l'insolation est longue. La pré-insolation uniforme (ou le chargement en hydroxyles) et le dégazage à température élevée (3 jours à 110°C) réduisent donc la proportion de pièges dont l'énergie d'activation est la plus faible. De ce fait, la stabilité des changements d'indice de réfraction induits dans des fibres hypersensibilisées (ou chargées en hydroxyles) se trouve augmentée en comparaison avec celle des réseaux écrits dans des fibres non hydrogénées.

# Conclusion

Dans le cadre de ce travail de doctorat, nous avons réalisé un ensemble d'études sur la photosensibilité de verres germanosilicates sous l'action d'insolations réalisées à l'aide d'un laser à ArF ou d'un laser à KrF. Nous avons étudié trois différentes méthodes de sensibilisation des verres germanosilicates : l'hydrogénation, l'hypersensibilisation par UV ainsi que la méthode de chargement en hydroxyles (élévation thermique à 1000°C durant un court instant). A cet effet, nous avons développé des dispositifs expérimentaux adaptés à l'insolation ou à l'élévation thermique de fibres optiques ou de lames de préforme. L'inscription de réseaux de Bragg a permis d'estimer de façon précise les variations d'indice de réfraction photo induites. Un des objets du premier chapitre était la présentation d'un banc optique développé au laboratoire qui permet d'enregistrer des spectres d'absorption dans l'UV et l'UV du vide (gamme spectrale : [4 eV - 9 eV]) ainsi que d'effectuer des insolations in situ. Ce nouveau banc a permis d'étudier les cinétiques de formation (ou de blanchiment) des nombreux défauts qui absorbent dans cette gamme spectrale. Par ailleurs, les protocoles expérimentaux ainsi que le traitement des données des expériences décrites dans ce mémoire ont été précisés dans le chapitre 1.

La photo inscription de réseaux de différentes longueurs (500  $\mu m$ , 1 mm et 4 mm) dans la fibre optique de télécommunication SMF 28 a permis d'explorer les cinétiques de croissance de l'amplitude de modulation d'indice sur 3 ordres de grandeurs (entre quelques  $10^{-5}$  et quelques  $10^{-3}$ ). Les résultats obtenus lors des insolations réalisées à l'aide d'un laser à ArF ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ) ont été comparés de façon détaillée avec les mesures réalisées lors de l'utilisation de la source laser de longueur d'onde située vers 248 nm. Des conclusions intéressantes ont été tirées de ces expériences.

Tout d'abord, il faut remarquer que, dans les conditions d'insolation utilisées dans nos expériences, les inscriptions conduisent à la formation de réseaux de type I. Les trois méthodes de sensibilisation permettent de créer des amplitudes de modulation d'indice de l'ordre de  $10^{-3}$  et ceci aussi bien lorsque les insolations sont réalisées avec le laser à ArF qu'avec le laser à KrF. Les techniques d'hypersensibilisation UV et de chargement en hydroxyles apportent donc un gain de photosensibilité, en référence à une fibre non photosensibilisée, mais ce gain reste inférieur à celui obtenu en inscrivant les réseaux dans des fibres chargées en hydrogène. Par ailleurs, nous avons montré qu'il existe un optimum de gain en photosensibilité en fonction de la durée de sensibilisation (durée de pré-insolation uniforme ou durée de l'élévation thermique à 950°C).

Nous avons également mis en évidence le fait que les cinétiques de photo inscription de réseaux de Bragg dans la fibre hydrogénée présentent une "allure en S" pour les deux types de laser fonctionnant en régime pulsé. Ce résultat s'adresse aussi bien à la modulation d'indice qu'à la variation d'indice moyen.

L'étude de la stabilité thermique des variations photo induites d'indice de réfraction ( $\Delta n_{mod}$  et  $\Delta n_{moy}$ ) a montré que la tenue des réseaux 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 soient similaires. Les expériences de destructions isochrones ont permis de montrer que l'évolution (en fonction de T) de la modulation d'indice de réfraction correspondant à des réseaux de Bragg inscrits dans des fibres hypersensibilisées est similaire à celle relevée pour des réseaux inscrits dans des fibres chargées en hydroxyles. Par ailleurs, la stabilité des réseaux de Bragg écrits dans des fibres sensibilisées est supérieure à celle de réseaux écrits dans des fibres chargées en hydrogène ou dans des fibres non sensibilisées.

La connaissance des pertes en excès provoquées par les insolations est aussi importante que celle des pertes liées aux caractéristiques du matériau ou aux propriétés de la propagation guidée. Nous avons étudié par spectroscopie d'absorption les excès de pertes induits dans le domaine infrarouge dans des fibres SMF 28 sensibilisées puis insolées par les deux différentes sources à notre disposition.

Le travail présenté dans ce mémoire a en particulier montré que dans la gamme spectrale  $\{1,2 \mu m - 1,6 \mu m\}$ , les excès de pertes totaux (sensibilisation et inscription des réseaux) dépendent de la méthode de sensibilisation utilisée. Lorsque l'amplitude de la modulation d'indice de réfraction est fixée à environ  $10^{-3}$ , le niveau total des pertes en excès vers  $1,39 \mu m$  est supérieur dans les fibres sensibilisées à celui relevé dans les fibres hydrogénées. Par contre, les pertes en excès créées par la seule écriture du réseau sont plus faibles dans les fibres hypersensibilisées ou chargées en hydroxyles. Par ailleurs, il n'existe pas de relation de proportionnalité entre le niveau des pertes en excès vers  $1,4 \mu m$  et l'amplitude de la modulation d'indice de réfraction induit par les différentes sources tout au long de l'insolation et ce quelle que soit la méthode de sensibilisation étudiée.

Une étude destinée à préciser les mécanismes microscopiques à l'origine de la photosensibilité des verres germanosilicates hypersensibilisés ou chargés en OH lors d'insolations réalisées à l'aide d'un laser à ArF ou à KrF a été présentée dans ce mémoire. Il s'agit d'une étude destinée à mettre en évidence l'origine du gain en photosensibilité procuré par ces deux méthodes de sensibilisation compatibles avec l'existence d'un optimum en photosensibilité en fonction des paramètres de sensibilisation.

L'étude combinée de spectroscopie VUV et de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier nous a permis d'identifier d'une part les espèces chimiques formées (ou blanchies) lors de l'insolation ou de l'élévation à haute température de lames de préforme germanosilicates hydrogénées. Nous avons ainsi montré la formation d'hydrures ( $GeH$  et  $GeH_2$ ), d'hydroxyles, d'eau moléculaire et de défauts  $GeE'$  au cours de l'insolation et ce quel que soit le laser utilisé. Cependant, nous avons observé que les cinétiques de croissances ne sont pas identiques pour ces différentes espèces. En effet, la quantité d'espèces  $GeH_2$  passe par un maximum en fonction du nombre d'impulsions incidentes alors que les autres espèces continuent à croître. L'insolation d'une lame de préforme hydrogénée conduit aussi au blanchiment des bandes attribuées aux défauts GODC (NOMV et GLPC). Notre étude a montré d'une part une bonne corrélation entre l'évolution des espèces  $GeH_2$  et celle des défauts GLPC. D'autre part, les variations d'indice induites par insolation de verres germanosilicates hydrogénés ne sont pas corrélées à la formation d'une espèce chimique particulière. Nous pouvons donc supposer que toutes les espèces identifiées apportent une contribution à ces variations d'indice. Les contributions relatives apportées par chacune de ces espèces ne sont pas clairement établies par nos expériences.

Nous avons montré que durant la seconde étape du procédé d'hypersensibilisation, la post-exposition conduit à la formation de centres de défauts  $GeE'$  et d'espèces hydroxyles alors que la concentration des

espèces hydrures ( $\text{GeH}$  et  $\text{GeH}_2$ ) diminue. Il existe une corrélation entre le blanchiment des espèces hydrures et la formation des centres  $\text{GeE}'$ . Cependant, la formation d'espèces  $\text{GeE}'$  ne peut expliquer à elle seule la croissance de la modulation. Par ailleurs, il apparaît qu'il existe un autre mécanisme au moins conduisant à la création d'espèces hydroxyles au cours de la post-insolation d'une fibre hypersensibilisée. La compréhension du mécanisme du gain en photosensibilité apporté par le processus d'hypersensibilisation passe donc par l'élaboration d'un modèle plus complexe que celui qui stipule la seule formation d'un réservoir d'espèces hydrogénées (espèces hydrures) lors de la pré-insolation et la transformation de ces espèces en une espèce unique C (centres  $\text{GeE}'$ ) au cours de la post-insolation.

Le procédé de sensibilisation par chargement en hydroxyles conduit non seulement à la formation d'une grande quantité d'espèces  $\text{Si-OH}$  mais aussi à celle d'espèces  $\text{GeH}$  et à une augmentation de l'intensité de la bande attribuée aux défauts GODC. Comme dans le cas de l'hypersensibilisation, l'insolation du verre chargé en hydroxyles se traduit par la formation d'espèces  $\text{SiOH}$  et  $\text{GeE}'$ , tandis que la concentration des espèces  $\text{GeH}$  diminue. Nous rendons compte du gain en photosensibilité procuré par la méthode de sensibilisation par chargement en hydroxyles en supposant l'existence de mécanismes analogues à ceux mis en évidence dans les verres hypersensibilisés. Cette conclusion repose sur des similitudes observées entre la nature des espèces chimiques et les changements d'indice créés dans les fibres chargées en hydroxyles et les quantités correspondantes dans les fibres hypersensibilisées. Il n'est toutefois pas possible de conclure définitivement sur l'origine du maximum du gain de photosensibilité observé en fonction de la durée du chargement en hydroxyles.

Nos expériences remettent partiellement en cause la méthodologie couramment suivie pour déterminer les concentrations des espèces hydrogénées (ou des défauts) formées lors de l'insolation de lames de préforme hydrogénées ou sensibilisées. En effet, les impulsions lumineuses en provenance du laser UV sont fortement absorbées au cours de la traversée des lames de préforme. Par conséquent, dans des échantillons épais, la profondeur de pénétration du faisceau UV et donc l'épaisseur insolée  $L_{ins}(N_i)$  est inférieure à l'épaisseur  $L$  des lames de préforme (en particulier lorsque  $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ). De ce fait, les excès de pertes exprimés en  $\text{cm}^{-1}$  ou en  $\text{dB/cm}$  sont couramment sous-estimés dans la littérature scientifique. En absence de données numériques sur  $L_{ins}$ , seules les densités optiques ou les variations de densité optique des échantillons (provoquées par les insolutions ou les traitements thermiques) peuvent être déduites de l'enregistrement des spectres d'absorption. Afin de réaliser une estimation correcte des excès de pertes, les expériences de spectroscopie (VUV ou FTIR) doivent donc être réalisées à l'aide d'échantillons minces (épaisseur inférieure à  $10 \mu\text{m}$ ). Un échantillon typique serait constitué d'une couche mince de silice dopée déposée sur un substrat en silice pure. Cependant, un autre critère intervient dans le choix des épaisseurs des échantillons. En effet, des insolutions UV ont été réalisées dans des échantillons chargés en hydrogène et ce durant plusieurs heures. L'épaisseur des échantillons ne doit donc pas être trop petite afin de limiter les effets de la diffusion de l'hydrogène en dehors de l'échantillon. La solution consiste alors à effectuer les insolutions et les expériences de spectroscopie dans des échantillons minces au sein d'une enceinte remplie d'hydrogène moléculaire.

Nos travaux représentent un progrès sur la connaissance de la photosensibilité dans les verres germano-silicates. Ces recherches ouvrent des voies nouvelles.

Les méthodes d'hypersensibilisation UV ou de chargement en hydroxyles présentent en effet un certain nombre de propriétés intéressantes. Elles permettent de s'affranchir des difficultés rencontrées lors de l'inscription de réseaux à longue période dans des fibres ou de réseaux à pas courts dans des films ou guides

minces ; difficultés liées à la diffusion de l'hydrogène en dehors des échantillons hydrogénés au cours de l'inscription des réseaux. Elles conduisent, en outre, à des variations d'indice plus stables que celles créées dans les fibres hydrogénées ou non. De plus, en raison de la dépendance du gain en photosensibilité avec la fluence cumulée utilisée lors de l'insolation uniforme, la méthode d'hypersensibilisation UV constitue un puissant outil qui permet d'ajuster le profil de photosensibilité le long de l'axe de la fibre.

La méthode de chargement en hydroxyyles ne semble pas adaptée à la production de réseaux de Bragg dans des fibres de télécommunication standard. Elle peut toutefois constituer une option pour des fibres peu photosensibles ou des guides planaires. J. Albert et al. [25] ont montré que ce procédé permettait aussi d'augmenter la photosensibilité de fibres en silice pure. Ce résultat peut avoir des implications importantes. Par exemple, il est possible d'étudier les mécanismes de la photosensibilité sans interférences avec les dopants. La possibilité d'écrire des réseaux dans la silice pure ouvre aussi de nouvelles possibilités pour créer de nouveaux composants comme inscrire des réseaux dans les fibres fabriquées par assemblage de cylindres de silice pure (telles que les fibres à bande interdite par exemple).

Au cours de ma thèse, de nombreuses expériences ont été réalisées à Orsay en collaboration avec B. Poumellec (L.P.C.E.S.) et C. Alcaraz (L.U.R.E.). Les expériences se sont déroulées au L.U.R.E. (ligne SA63), jour et nuit, à l'aide du rayonnement synchrotron issu de l'anneau SuperACO. La gamme spectrale étudiée s'étend de 120 nm à 220 nm. L'objectif premier de ces expériences était d'étudier la fluorescence ([220 nm - 800 nm]), liée à des défauts de la matrice silice dopée Ge, sur des échantillons de traitement de sensibilisation et d'irradiation variables. Nous avons donc enregistré les spectres d'excitation<sup>2</sup> dans des lames de préforme hydrogénées, hypersensibilisées ou chargées en hydroxyyles, ainsi que dans des lames sensibilisées puis insolées ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ,  $248 \text{ nm}$ ,  $Cw 244 \text{ nm}$  ou laser femtoseconde émettant vers 810 nm). D'autres expériences de spectroscopie d'absorption IR ([2000  $cm^{-1}$  - 4000  $cm^{-1}$ ]) ont aussi été menées en collaboration avec C. Depecker (L.S.P.E.S.) et P. Dumas (L.U.R.E.) sur la ligne de lumière MIRAGE (SA5). Les résultats obtenus lors de ces manipulations feront l'objet d'un chapitre du mémoire de thèse de Vincent Beugin.

---

<sup>2</sup>Le spectre d'excitation est le tracé de la fluorescence émise à une certaine longueur d'onde (comprise entre 220 nm et 800 nm dans nos expériences) en fonction de la longueur d'onde d'excitation (120 nm à 220 nm dans nos expériences).

# Annexe A

## Notion de réseau de Bragg uniforme

L'insolation d'une fibre à coeur photosensible à l'aide d'un champ de franges UV ( $\Lambda = 0,5 \mu m$ ) crée une variation de l'indice de réfraction de ce coeur. Cette variation d'indice reproduit avec une plus ou moins grande fidélité le profil d'éclairement spatial du faisceau incident sur la fibre. La variation de l'intensité lumineuse ultraviolette est supposée sinusoïdale le long de la fibre insolée et nulle ailleurs :

$$I(z) = I_0(1 + V \cos(\frac{2\pi z}{\Lambda})) \quad \text{pour } 0 < z < L \quad (\text{A.1})$$
$$I(z) = 0 \quad \text{pour } z < 0 \text{ ou } z > L$$

Dans l'expression A.1,  $V$  désigne la visibilité du système de franges et  $z$  la position le long du champ de franges.  $V$  est supposée indépendante de  $z$  sur toute la longueur  $L$  du réseau (le réseau est assimilé à un réseau uniforme). Il est raisonnable de supposer que l'insolation (en raison de sa périodicité) conduit à une variation périodique de l'indice de réfraction  $\Delta n(z, t)$  le long de l'axe  $Oz$  de la fibre. La perturbation de l'indice de réfraction constitue un réseau de Bragg. Du fait de sa périodicité,  $\Delta n(z, t)$  peut être développée en série de Fourier. La variation  $\Delta n(z, t)$  de l'indice de réfraction du coeur de la fibre est une fonction de la durée d'insolation égale à  $t$ .  **$\Delta n(z, t)$  est supposée uniforme sur la section du coeur et nulle dans la gaine optique et le tube et ceci quel que soit  $t$ .**

$$\Delta n(z, t) = \Delta n_{moy}(t) + \Delta n_{mod}(t) \cos(\frac{2\pi z}{\Lambda} + \beta_1) + \dots \quad (\text{A.2})$$

$\Delta n_{moy}(t)$  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  $z$ . Le terme  $\beta_1$  correspond à la phase du terme de période spatiale  $\Lambda$ . Le schéma d'un profil d'indice parfaitement sinusoïdal inscrit dans une fibre optique monomode de façon à créer un réseau de Bragg est représenté sur la figure A.1.

Les expressions qui suivent traitent du cas d'une variation d'indice de réfraction créée dans le coeur d'une fibre optique monomode parfaite à faible saut d'indice. Cette variation est maintenant supposée sinusoïdale le long du réseau (la relation A.2 est limitée aux deux premiers termes du développement). Les grandeurs  $n_1$ ,  $n_2$  et  $a$  désignent respectivement l'indice initial du coeur de la fibre, l'indice de la gaine et le rayon du coeur. Dans l'approximation du faible guidage  $n_1$  est très proche de  $n_2$  ( $n_1 - n_2 \ll n_1$ ), les modes sont linéairement polarisés dans la section transverse de la fibre. L'indice effectif du mode fondamental  $LP_{01}$  qui se propage dans la fibre peut alors s'exprimer par la relation approchée A.3 [111] :

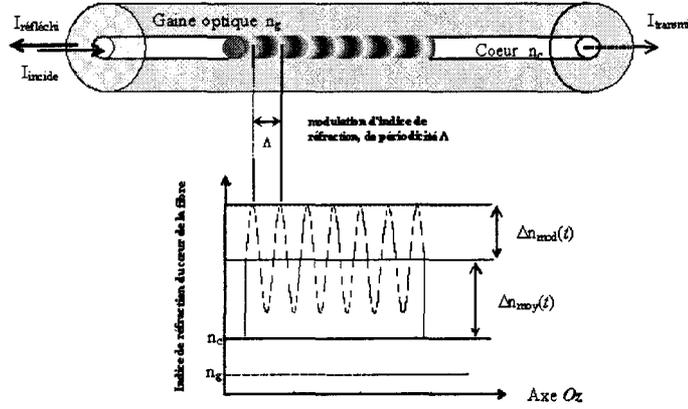


FIG. A.1 – Schéma de principe d'un réseau de Bragg à profil d'indice parfaitement sinusoïdal dans une fibre optique monomode (d'après B. Leconte [36]).

$$n_{eff} \approx n_2(1 + b(V)\Delta) \quad (\text{A.3})$$

$$b(V) = 1 + \left(\frac{u}{V}\right)^2; \quad \Delta = \frac{n_1 - n_2}{n_2} \ll 1; \quad V = \frac{2\pi}{\lambda} a \sqrt{(n_1^2 - n_2^2)} \quad (\text{A.4})$$

Dans les relations A.3 et A.4,  $u$  et  $V$  désignent respectivement la constante de propagation transverse du mode dans le cœur de la fibre optique et la fréquence normalisée de la fibre excitée par une radiation de longueur d'onde  $\lambda$ . Les valeurs de  $u$  et  $v$  (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  $u^2 + v^2 = V^2$  [111]. Dans le cas où  $1.5 < V < 2.4$ ;  $u$  et  $v$  peuvent se calculer à partir des expressions approchées A.5 [111] :

$$u \simeq \sqrt{V^2 - (1.1428V - 0.996)^2} \quad \text{et} \quad v \simeq 1.1428V - 0.996 \quad (\text{A.5})$$

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 A.6 [111] :

$$\eta(V) \simeq 1 - \left(\frac{u}{v}\right)^2 \left(1 - \left(\frac{K_0(v)}{K_1(v)}\right)^2\right) \quad (\text{A.6})$$

Dans la relation A.6,  $K_n(v)$  désigne une fonction de Bessel modifiée d'ordre  $n$ .

## Annexe B

### Réalisation des franges d'interférences avec un masque de phase

En 1993, K.O.Hill et al. [3] ont proposé un dispositif d'inscription de réseaux par insolation de la fibre au travers d'un masque de phase. La méthode utilise un élément optique diffractant nommé masque de phase afin de moduler spatialement l'intensité le faisceau UV servant à l'inscription. Un masque de phase est constitué d'une lame de silice à faces parallèles (représenté sur la figure B.1) dans laquelle sont gravées par micro lithographie électronique d'étroites bandes rectangulaires de profondeur  $e$  et disposées avec une période  $p$ .

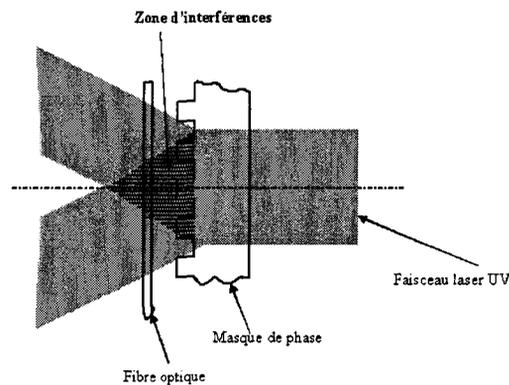


FIG. B.1 – Principe de la méthode de photo inscription de réseaux de Bragg par la méthode du masque de phase

Les masques sont réalisés dans un matériau de silice transparente et résistante aux insulations UV prolongées (silice dite « humide »). Les propriétés de diffraction de ce réseau de phase dépendent de la période, de la profondeur et enfin de la forme des sillons. Il est conçu de la sorte que l'intensité diffractée dans les ordres pairs soit proche de zéro (inférieure à 1%) et qu'elle soit maximale (environ 35 %) pour les ordres 1 et -1. Pour cela, il faut que la condition B.1 soit satisfaite :

$$e = \frac{\lambda_p}{2(n-1)} \quad (\text{B.1})$$

où  $e$  désigne la profondeur des traits,  $\lambda_p$  est la longueur d'onde d'insolation et  $n$  est l'indice de réfraction du verre. Le pas des franges  $\Lambda$  se déduit de la période  $p$  du masque par la relation B.2 :

$$\Lambda = \frac{p}{2} \quad (\text{B.2})$$

Ainsi, la longueur d'onde de Bragg  $\lambda_B$  est fixée par la période du masque de phase et dépend de  $n_{eff}$  (c'est à dire des caractéristiques opto-géométriques de la fibre optique) par la relation B.3 :

$$\lambda_B = 2n_{eff}\Lambda = n_{eff}p \quad (\text{B.3})$$

L'intérêt majeur de ce dispositif provient du fait qu'il assure une bonne reproductibilité des caractéristiques spectrales des réseaux. Il peut en outre être utilisé avec un laser de faible cohérence temporelle et dans une moindre mesure de faible cohérence spatiale [36]. Cependant la qualité du masque de phase utilisé conditionne celle des réseaux photo inscrits.

## Annexe C

### Détermination de $\Delta n_{mod}$ et $\Delta n_{moy}$ dans les fibres optiques au cours des expériences d'inscription ou de vieillissement accéléré

La valeur du terme  $\Delta n_{mod}(t)$  peut être déterminée à chaque instant  $t$  à partir des mesures du coefficient de réflexion maximum  $R_{max}$  du réseau d'indice et de la longueur d'onde de Bragg  $\lambda_B(t)$  du réseau de Bragg. L'expression analytique de  $R_{max}$  se déduit de la relation C.1 [112] :

$$R_{max} = \tanh^2\left(\frac{\pi\Delta n_{mod}\eta L}{\lambda_B}\right); \quad \Delta n_{mod} = \frac{\lambda_B}{\pi\eta L} \tanh^{-1}\sqrt{R_{max}} \quad (C.1)$$

$$\lambda_B = 2n_{eff}\Lambda \quad (C.2)$$

Dans la relation C.2,  $n_{eff}$  représente l'indice effectif du mode,  $\Lambda$  le pas du réseau supposé constant.  $\eta(V)$  représente la proportion de la puissance optique guidée qui se propage dans le coeur de la fibre par rapport à la puissance totale.

La valeur du premier terme  $\Delta n_{moy}(t)$  de la décomposition en série de Fourier a été évaluée grâce à la mesure du déplacement ( $\delta\lambda_B$ ) de la longueur d'onde de résonance du réseau. Le déplacement  $\delta\lambda_B$  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 C.2 conduit à la relation C.3.

$$\frac{\delta\lambda_B(t)}{\lambda_B(t)} = \frac{\delta n_{eff}}{n_{eff}} \quad (C.3)$$

Une variation d'indice moyen photo induite dans le coeur de la fibre se traduit par une variation de l'indice effectif ( $\delta n_{eff}$ ) du mode  $LP_{01}$ .  $\delta n_{eff}$  et  $\Delta n_{moy}(t)$  peuvent se calculer à l'aide des expressions approchées C.4 et C.5 :

$$\delta n_{eff} = \Delta n_{moy}(t)\left(1 - \left(\frac{u}{V}\right)^2\right) = \Delta n_{moy}(t)\left(1,1428 - \frac{0,996}{V}\right) \quad (C.4)$$

$$\Delta n_{moy}(t) = \frac{\delta n_{eff}}{\left(1,1428 - \frac{0,996}{V}\right)} = \frac{n_{eff}}{\left(1,1428 - \frac{0,996}{V}\right)} \frac{\delta\lambda_B(t)}{\lambda_B(t)} \quad (C.5)$$

avec  $1,5 < V < 2,4$ .

**Variations d'indices photo induites calculées en tenant compte de l'évolution des paramètres de propagation guidée** Si l'on suppose que les paramètres de guidance ( $\eta(V)$ ) de la fibre ne sont pas modifiés par l'insolation<sup>1</sup>, il est possible de négliger la variation photo induite de  $V$  et donc celle de  $\eta(V)$ . Dans ce cas, la détermination de  $\Delta n_{mod}(t)$  (ou  $\Delta n_{moy}(t)$ ) à partir des relations C.1 (ou C.5) est triviale. Dans le cas contraire, il est nécessaire de mettre en oeuvre une méthode itérative de correction semblable à celle qui a été décrite par D. Ramecourt [41]. L'ordre de grandeur de la variation de l'indice de réfraction du coeur de certaines fibres faiblement dopées en germanium peut en effet être similaire à la différence d'indice coeur-gaine. Ainsi par exemple, l'insolation par un rayonnement UV d'une fibre SMF 28 hydrogénée (3 % mol  $GeO_2$ ;  $\Delta n_{c-g} = 3,6 \cdot 10^{-3}$ ), peuvent atteindre  $2,5 \cdot 10^{-3}$ . Notons que cette variation peut être induite par une insolation UV ou par un traitement thermique. Cet exemple numérique montre qu'il est nécessaire de corriger les valeurs de  $\eta(V)$  et par conséquent celles de  $\Delta n_{mod}(t)$  et  $\Delta n_{moy}(t)$  en tenant compte de la variation de  $V$  lorsque la variation d'indice devient significative devant  $n_1 - n_2$ .

Certaines hypothèses doivent cependant être vérifiées pour qu'il soit légitime d'appliquer la méthode itérative de correction. Le mode fondamental ne couple pas d'énergie vers les modes d'ordre supérieur si la variation d'indice moyen est suffisamment forte pour que la fibre cesse d'être monomode. L'indice effectif du mode fondamental et  $\eta(V)$  peut être calculé en remplaçant l'indice  $n_1$  du coeur de la fibre par  $n_1 + \Delta n_{moy}$ . Il est important de noter que  $\Delta n_{moy}$  peut comporter deux contributions : l'une correspond à l'inscription du réseau et l'autre à une marche d'indice due à la sensibilisation (voir section 1.3.2).

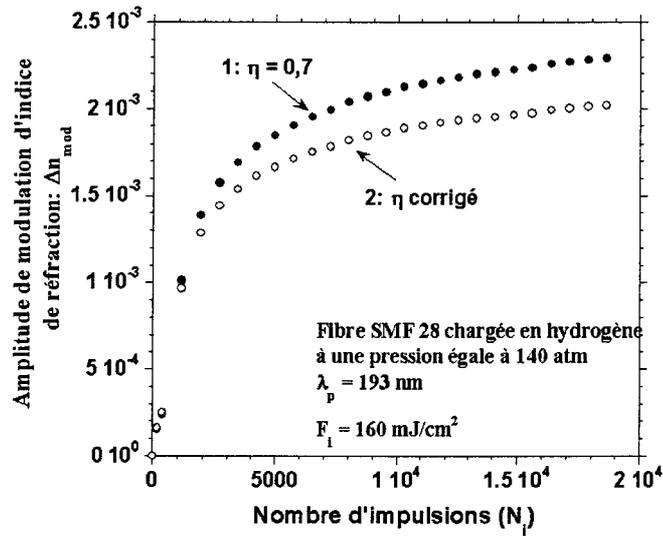


FIG. C.1 – Correction des paramètres de propagation sur la cinétique d'inscription d'un réseau de Bragg

Le principe de la méthode décrite par D. Ramecourt consiste à utiliser de façon itérative les relations C.1 et C.5. Les valeurs approchées de  $\Delta n_{mod}$  et (ou) de  $\Delta n_{moy}$  sont calculées grâce à ces relations en utilisant une valeur de  $\eta(V)$  calculée à l'aide des paramètres opto-géométriques de la fibre. Les paramètres  $u$  et  $v$  (et donc  $V$ ) ainsi que le terme  $\eta(V)$  sont ensuite calculés en choisissant l'indice du coeur égal à  $n_1 + \Delta n_{moy}$  sur la zone où le réseau de Bragg a été inscrit. A partir de cette nouvelle valeur du facteur de recouvrement, les

<sup>1</sup>C'est à dire si la variation d'indice  $\Delta n_{moy}(t)$  est petite devant la différence d'indice coeur-gaine ( $n_1 - n_2$ ).

relations C.1 et C.5 sont utilisées pour déterminer des valeurs de  $\Delta n_{mod}$  et de  $\Delta n_{moy}$  corrigées. L'opération est renouvelée, jusqu'à ce que les variations de la valeur de  $\Delta n$  obtenues d'une itération à la suivante soient inférieures à  $10^{-6}$ . **Cette correction des paramètres de guidage de la fibre a été effectuée systématiquement dans le traitement des résultats présentés dans le mémoire.**

La figure C.1 montre un exemple de correction apportée sur des résultats expérimentaux lorsque la variation moyenne d'indice de réfraction devient proche de l'écart d'indice coeur - gaine. La figure représente la cinétique de photo inscription de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction en fonction du nombre d'impulsions. Le réseau est photo inscrit dans une fibre SMF 28 préalablement hydrogénée (140 atm à température ambiante pendant 1 mois) à l'aide d'un laser UV pulsé ( $\lambda_p = 193\text{ nm}$ ) et d'un masque de phase (Lasiris, pas = 1053 nm). La courbe 1 représente l'évolution de  $\Delta n_{mod}$  calculé en considérant  $\eta(V)$  constant et égal à 0,7. Le calcul de  $\Delta n_{mod}$  tenant compte de la correction de  $\eta$  en fonction de V est représenté par la courbe 2 après cinq itérations. L'écart entre les valeurs corrigées et non corrigées croît avec la variation d'indice photo induite.



## Annexe D

**Définition des quantités  $NICC_{mod}(t, T)$ ,  $NI_{mod}(t, T)$  et  $NBW(t, T)$  utilisées pour présenter les résultats des expériences de vieillissement accéléré de réseaux de Bragg**

Pour interpréter les résultats de nos expériences de recuit de réseaux de Bragg, nous supposons que nous disposons des données  $\Delta n_{mod}$  et  $\Delta n_{moy}$  à l'instant initial c'est à dire juste avant les recuits isochrones. L'évolution de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction  $\Delta n_{mod}(t, T)$  et la variation d'indice moyen  $\delta(\Delta n_{moy}(t, T))$  sont déterminées en fonction de la température T du recuit pendant une durée t à partir des mesures de la réflectivité  $R_{max}(t, T)$  et de celles de la translation de la longueur d'onde de Bragg  $\delta\lambda_B(t, T)$  du réseau soumis au test. La relation D.1 permet de calculer la variation d'indice moyen.

$$\delta(\Delta n_{moy}(t, T)) \approx \frac{n_{eff}}{\eta(V)} \frac{\delta\lambda_B(t, T)}{\lambda_B(t, T)} \approx \frac{\delta n_{eff}(t, T)}{\eta(V)} = \Delta n_{moy}(t, T) - \Delta n_{moy}(t = 0, 296K) \quad (D.1)$$

Dans D.1  $\delta\lambda_B(t, T)$  et  $\delta(\Delta n_{moy}(t, T))$  désignent respectivement la translation irréversible de la longueur d'onde de Bragg et la variation d'indice moyen photo induit qui résultent de l'élévation thermique.

De manière générale, la présentation des résultats relatifs aux destructions thermiques repose le plus souvent sur la notion de constante de couplage intégrée ICC [84] (Integrated Coupling Constant) dont l'évolution est représentée en fonction de la durée t et de la température T des recuits. Cette constante de couplage est uniquement définie à partir de la réflectivité du réseau :

$$ICC(t, T) = \tanh^{-1}(\sqrt{R_{max}(t, T)})$$

où  $R_{max}(t, T)$  désigne la réflectivité à l'instant t et à la température T. La variation des paramètres de propagation est en fait prise en compte dans cette constante de couplage. La constante de couplage intégrée normalisée  $NICC_{mod}(t, T)$  est alors définie par la relation D.2 :

$$NICC_{mod}(t, T) = \frac{\tanh^{-1}(\sqrt{R_{max}(t, T)})}{\tanh^{-1}(\sqrt{R_{max}(0, 296K)})} \quad (D.2)$$

où  $R_{max}(0, 296K)$  correspond à la réflectivité initiale du réseau de Bragg. D'autre part, certains auteurs introduisent une autre quantité notée  $NI_{mod}(t, T)$  qui peut être définie comme le rapport entre l'amplitude

de modulation après une durée  $t$  de recuit à la température  $T$  :

$$NI_{mod}(t, T) = \frac{\Delta n_{mod}(t, T)}{\Delta n_{mod}(0, 296K)} \quad (D.3)$$

Dans le cas d'un réseau uniforme, il est souvent possible de confondre les deux quantités  $NI_{mod}(t, T)$  et  $NICC_{mod}(t, T)$ . Cependant, si la variation irréversible d'indice moyen  $\delta(\Delta n_{moy})(t, T)$  provoquée par l'élévation thermique est comparable à  $n_1 - n_2$ , il n'est plus possible de confondre ces deux quantités. La figure D.1 montre une comparaison entre  $NI_{mod}(t, T)$  et  $NICC_{mod}(t, T)$  lorsque la variation irréversible d'indice moyen devient proche de l'écart d'indice coeur-gaine.

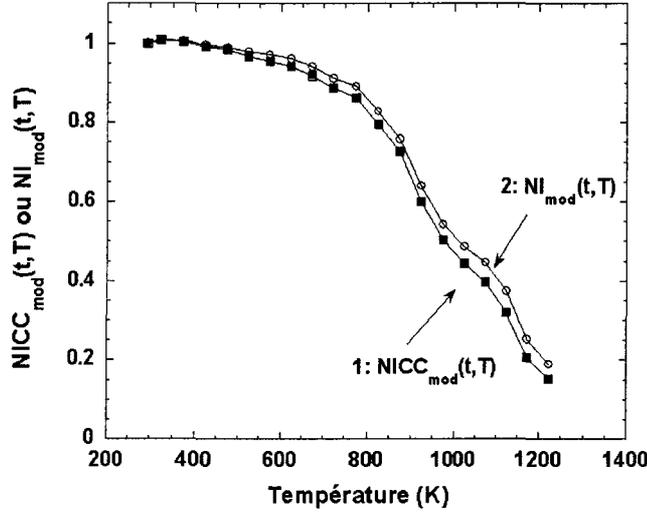


FIG. D.1 – Correction des paramètres de propagation sur la stabilité thermique d'un réseau de Bragg : comparaison de l'évolution des variables  $NICC_{mod}(30min, T)$  et  $NI_{mod}(30min, T)$

Cette figure représente la stabilité thermique de l'amplitude de modulation d'indice de réfraction en fonction de la température du recuit isochrone. Le réseau a été photo inscrit dans une fibre SMF 28 préalablement hypersensibilisée à l'aide d'un laser UV pulsé ( $\lambda_p = 193 \text{ nm}$ ,  $N_{pre} = 2000$ ) et du masque de phase  $M\phi 2$  (table 1.4). La courbe 1 représente  $NICC_{mod}(30min, T)$ , tandis que le calcul de  $NI_{mod}(30min, T)$  tenant compte de l'évolution du paramètre  $\eta(V)$  au cours des recuits isochrones est représenté par la courbe 2.

Par ailleurs, les mêmes remarques s'adressent à l'évolution  $\Delta n_{moy}(t, T)$ . Nous avons donc défini la quantité  $NBW(t, T)$  correspondant à l'évolution normalisée de l'indice moyen en fonction de la durée  $t$  du recuit à la température  $T$  du recuit isochrone par la relation D.4 :

$$NBW(t, T) = \frac{\Delta n_{moy}(t, T)}{\Delta n_{moy}(0, 296K)} \quad (D.4)$$

où  $\Delta n_{moy}(t, T) = \Delta n_{moy}(0, 296K) + \frac{\delta n_{eff}(t, T)}{\eta}$  désigne la variation **totale** d'indice moyen à l'instant  $t$  et à la température  $T$  tandis que  $\Delta n_{moy}(0, 296K)$  correspond à la variation totale d'indice moyen créée avant le recuit du réseau de Bragg.

Dans la pratique, les méthodes de recuit conduisent à une difficulté d'interprétation lorsque l'on s'intéresse à l'évolution de l'indice moyen créé par la sensibilisation et l'insolation. En effet, il peut y avoir trois contributions différentes à la variation thermique de l'indice moyen. D'une part, il existe une contribution liée au procédé de sensibilisation (une marche d'indice) notée  $\Delta n_{moy}^{sensibilisation}(0, 296K)$  ainsi qu'une contribution liée à l'inscription du réseau de Bragg notée  $\Delta n_{moy}^{inscription}(0, 296K)$ . D'autre part, la fibre est un matériau pré-contraint. De ce fait, l'élévation de température peut entraîner une modification de cet état de contrainte et donc provoquer une variation d'indice irréversible supplémentaire autre que celles auxquelles nous nous intéressons. L'évolution thermique de chacune des trois contributions suit une loi qui lui est propre. Ces lois peuvent donc être différentes d'une contribution à l'autre.

Par ailleurs, les travaux de Ledoux montrent que la relaxation des contraintes induites par le tirage de la fibre n'est significative qu'au-delà de 500°C pour des recuits de durée 3 heures et 600°C pour des recuits de durée 30 min [39]. Ces durées de recuit correspondent à des durées typiquement retenues dans nos conditions expérimentales. Pour cette raison, nous avons indiqué par une droite verticale la température à partir de laquelle il faut prendre en compte ce type de relaxation sur les figures dans lesquelles des évolutions de la longueur d'onde de Bragg des réseaux (ou toute quantité déduite de ces évolutions) sont représentées en fonction de la température du recuit.



# Annexe E

## Détermination de la variation du coefficient d'absorption induite par insolation lumineuse d'une fibre optique

Un faisceau monochromatique ( $\lambda$ ) de lumière parallèle est incident sous incidence normale (faisceau sonde) sur une lame à faces parallèle d'épaisseur  $L$  (ou injecté dans une fibre de longueur  $L$ ). Notons  $\alpha(\lambda, z, N_i)$  le coefficient d'absorption de l'échantillon à la longueur d'onde  $\lambda$ .  $N_i$  désigne le nombre d'impulsions incidentes sur l'échantillon et  $z$  l'abscisse d'une tranche de l'échantillon. Nous formulons tout d'abord différentes hypothèses :

- 1) l'insolation UV ou l'élévation thermique ne modifient pas le coefficient de diffusion [113].
- 2) les réflexions multiples sur les faces de la lame sont négligées.
- 3) l'insolation UV ou l'élévation thermique ne modifient pas le facteur de transmission  $T_\lambda$  des dioptries.
- 4)  $\alpha(\lambda, z, N_i)$  est supposé uniforme sur la longueur de l'échantillon ( $\alpha$  indépendant de  $z$ ).
- 5) la puissance optique (issue du faisceau sonde) injectée dans l'échantillon n'évolue pas au cours de l'insolation.

La loi de Beer-Lambert permet de calculer les intensités  $I_\lambda(L, 0)$  et  $I_\lambda(L, N_i)$  transmises par l'échantillon avant et après l'insolation supposée uniforme sur la longueur  $L$  sous ces hypothèses :

$$I_\lambda(L, 0) = T_\lambda^2 I_\lambda(0, 0) e^{-\alpha(\lambda, N_i=0)L} \quad (\text{E.1})$$

$$I_\lambda(L, N_i) = T_\lambda^2 I_\lambda(0, 0) e^{-\alpha(\lambda, N_i)L}$$

$I_\lambda(0, 0)$  désigne l'intensité du rayonnement sonde, à la longueur d'onde  $\lambda$  du faisceau sonde, injectée dans la fibre.  $T_\lambda$  représente le facteur de transmission du rayonnement sonde des dioptries [air-verre] ou [verre-air]. On remarque que  $\alpha(\lambda, N_i)$  peut à priori dépendre de l'état de polarisation du faisceau incident si le matériau présente du dichroïsme. Cependant toutes nos expériences ont été effectuées à l'aide de lasers à excimère non polarisés et nous négligeons cet effet dans la suite. Le coefficient d'absorption s'écrit sous la forme E.2 :

$$\alpha(\lambda, N_i) = \frac{1}{L} \ln\left(\frac{I_\lambda(0, 0)}{I_\lambda(L, N_i)} T_\lambda^2\right) \quad (\text{en } \text{cm}^{-1}); \quad \alpha(\lambda, N_i) = \frac{10}{L} \log\left(\frac{I_\lambda(0, 0)}{I_\lambda(L, N_i)} T_\lambda^2\right) \quad (\text{en } \text{dB/cm}) \quad (\text{E.2})$$

Dans la plupart de nos expériences (à l'exception des expériences de spectroscopie VUV) la valeur de  $I_\lambda(0, 0)$

n'est pas connue. On désigne donc par  $\Delta\alpha(\lambda, N_i)$  (en dB/cm) la variation du coefficient d'absorption du matériau à la longueur d'onde  $\lambda$  provoquée par une insolation ultraviolette de longueur d'onde  $\lambda_p$  d'une longueur  $L_{ins}$  d'échantillon (après  $N$  impulsions). Elle s'écrit sous la forme E.3 :

$$\Delta\alpha(\lambda, N_i) = \frac{10}{L_{ins}} \log\left(\frac{I_\lambda(L, 0)}{I_\lambda(L, N_i)}\right) = \alpha(\lambda, N_i) - \alpha(\lambda, N_i = 0) \quad (E.3)$$

$L_{ins}$  représente soit la longueur de fibre insolée par le laser UV (2 cm en général), soit l'épaisseur de la lame de préforme traversée par le faisceau UV.  $\Delta\alpha$  représente le terme d'excès de pertes.

Nous illustrons la façon de mener ces calculs en prenant l'exemple des expériences de spectroscopie d'absorption IR réalisées dans les fibres SMF 28. La figure E.1a présente tout d'abord les spectres IR en transmission d'une fibre SMF 28 préalablement hydrogénée ( $P = 140$  atm) puis induit par l'insolation UV. L'insolation a été réalisée par 6000 impulsions issues du laser à ArF. La densité d'énergie par impulsion était égale à  $320$  mJ/cm<sup>2</sup>. La longueur insolée  $L_{ins}$  était égale à 2 cm. Les excès de pertes photo induits exprimés en dB/cm ont ensuite été calculés à partir de ces spectres à l'aide de la relation E.3. Les excès de pertes  $\Delta\alpha(\lambda, N_i)$  photo induits sont représentés sur la figure E.1b. Le spectre est marqué par la présence d'une bande vers  $1,4$   $\mu$ m. Elle révèle la formation d'espèces hydroxyles.

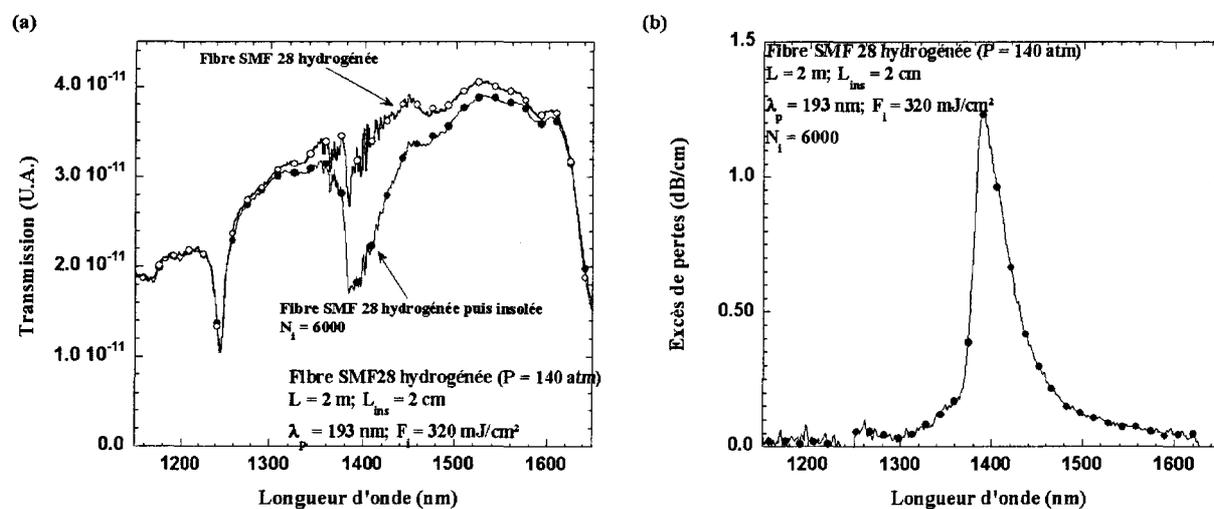


FIG. E.1 – a) Spectres IR en transmission enregistrés dans la fibre SMF 28 hydrogénée ( $I_\lambda(L, 0)$ ) puis insolée ( $I_\lambda(L, N_i)$ ) par  $N_i$  impulsions. b) Spectre d'excès de pertes ( $\Delta\alpha(\lambda, N_i)$ ) correspondant.

## Annexe F

### Définition de la densité optique, calcul de la densité optique différentielle et des pertes en excès approchées

La densité optique  $D(\lambda, N_i)$  (en dB) de l'échantillon ainsi que la variation de densité optique  $\Delta D(\lambda, N)$  (en dB) provoquée par une insolation UV par  $N_i$  impulsions peuvent être définies à l'aide des relations F.1 et F.2 :

$$D(\lambda, N_i) = 10 \log\left(\frac{I_\lambda(0, 0)}{I_\lambda(L, N_i)}\right) \quad (\text{F.1})$$

$$\Delta D(\lambda, N_i) = D(\lambda, N_i) - D(\lambda, 0) = 10 \log\left(\frac{I_\lambda(L, 0)}{I_\lambda(L, N_i)}\right) \quad (\text{F.2})$$

Afin d'illustrer la démarche que nous avons suivie pour calculer ces quantités à partir des spectres enregistrés, nous présentons un exemple tiré des expériences de spectroscopie d'absorption FTIR réalisées dans les lames de préforme. Le spectre de la source blanche (représenté en pointillés) est présenté sur la figure F.1a. Les spectres IR en transmission du coeur d'une lame de préforme USTL préalablement hydrogénée ( $P = 140$  atm) d'une part puis d'autre part insolée sont également portés sur cette figure. L'insolation a été réalisée par 40000 impulsions issues du laser à KrF. La densité d'énergie par impulsion était égale à  $160 \text{ mJ/cm}^2$ . La densité optique différentielle a ensuite été calculée à partir de ces spectres à l'aide de la relation F.2. La densité optique différentielle  $\Delta D(\lambda, N_i)$  photo induite par l'insolation est représentée sur la figure F.1b. Le spectre est marqué par la présence de plusieurs bandes.

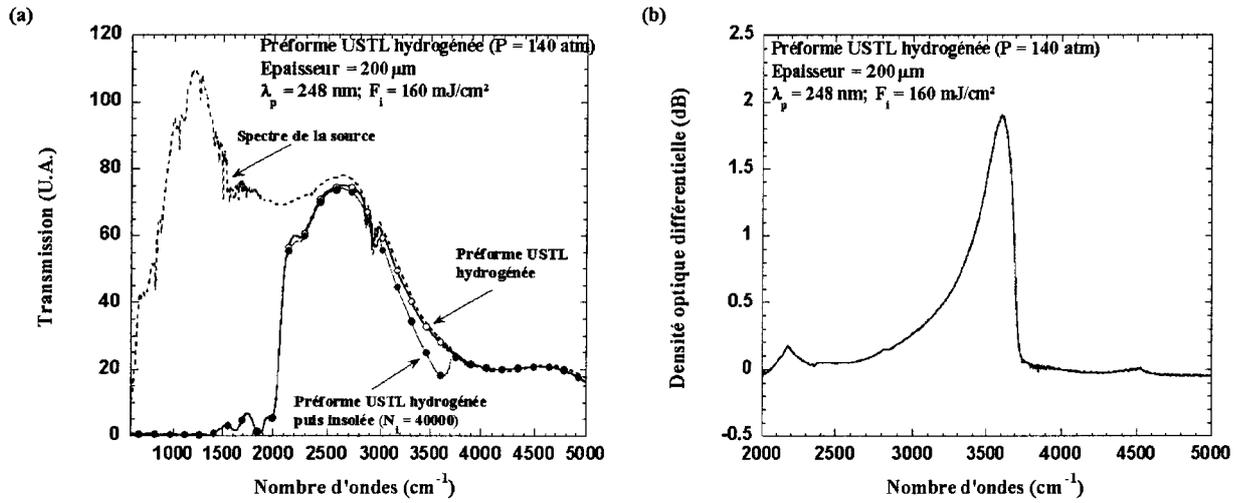


FIG. F.1 – a) Spectre IR de la source et spectres IR en transmission enregistrés dans une lame de préforme USTL hydrogénée ( $I_{\lambda}(L, 0)$ ; cercles vides) puis insolée par  $N$  impulsions ( $I_{\lambda}(L, N_i)$ ; cercles pleins). b) Densité optique différentielle ( $\Delta D(\lambda, N_i)$ ) correspondante.

Dans le cas particulier de la spectroscopie d'absorption UV-VUV, un autre problème se pose lorsque l'on cherche à déterminer  $\alpha(\lambda, N_i)$  ou  $D(\lambda, N_i)$ . En effet, le spectre de la source et son intensité évoluent légèrement durant une expérience. Pour s'affranchir de cet inconvénient on procède de la façon suivante :

1) les spectres correspondants aux deux signaux transmis et réfléchi par la séparatrice sont enregistrés en l'absence d'échantillon et ce afin de déterminer un opérateur noté  $S(\lambda)$  caractérisant la séparatrice.

Notons  $I_{trans}^{sep}(\lambda)_{sans\text{-}echantillon}$  le rayonnement transmis par la séparatrice puis focalisé sur le PM signal, tandis que  $I_{reflechi}^{sep}(\lambda)_{sans\text{-}echantillon}$  correspond au rayonnement réfléchi par la séparatrice puis focalisé sur le PM de référence en l'absence d'échantillon. L'opérateur  $S(\lambda)$  est défini par la relation F.3 :

$$S(\lambda) = \left( \frac{I_{trans}^{sep}(\lambda)}{I_{reflechi}^{sep}(\lambda)} \right)_{sans\text{-}echantillon} \quad (F.3)$$

Un exemple de spectres enregistrés dans ces conditions est présenté sur la figure F.2.

2) La deuxième étape consiste à enregistrer les spectres de transmission des échantillons, par exemple au cours des insulations. L'intensité du rayonnement incident réfléchi par la séparatrice ( $I_{reflechi}^{sep}(\lambda)$ ) est donc enregistrée en même temps que l'intensité du rayonnement transmis par la séparatrice puis par l'échantillon ( $I_{trans}^{echantillon}(\lambda)$ ). La figure F.3a présente un exemple de ces spectres enregistrés dans une lame de préforme préalablement hydrogénée ( $P = 140$  atm). La forme des spectres est très différente selon qu'il correspond au signal transmis (cercles pleins) par la séparatrice et l'échantillon ou réfléchi (cercles vides) par la séparatrice. Il est important de noter que pour les longueurs d'onde inférieures à 170 nm, bien que l'intensité incidente soit maximale, l'intensité du signal transmis par cet échantillon (épaisseur = 30 μm) n'est pas significative (le rapport signal sur bruit est inférieur à 5).

3) La dernière étape consiste à traiter les données numériques. Le principe consiste à supposer que la chaîne de détection est linéaire et à calculer la valeur de l'intensité du rayonnement incident

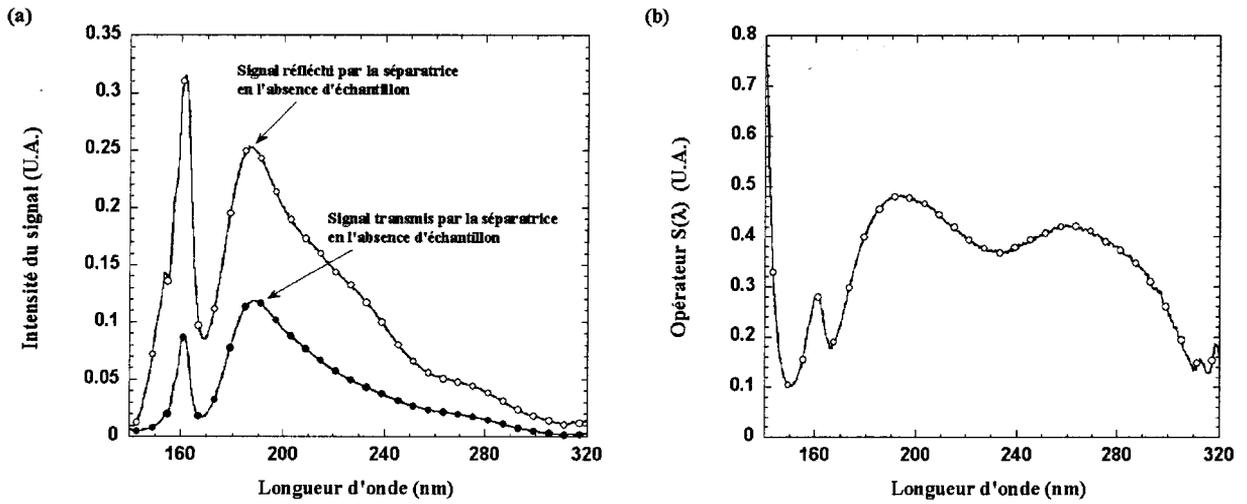


FIG. F.2 – a) Spectres VUV en transmission ( $I_{trans}^{sep}(\lambda)_{sans-echantillon}$ ) et en réflexion ( $I_{reflechi}^{sep}(\lambda)_{sans-echantillon}$ ) de la séparatrice. b) Opérateur  $S(\lambda)$  caractérisant la séparatrice.

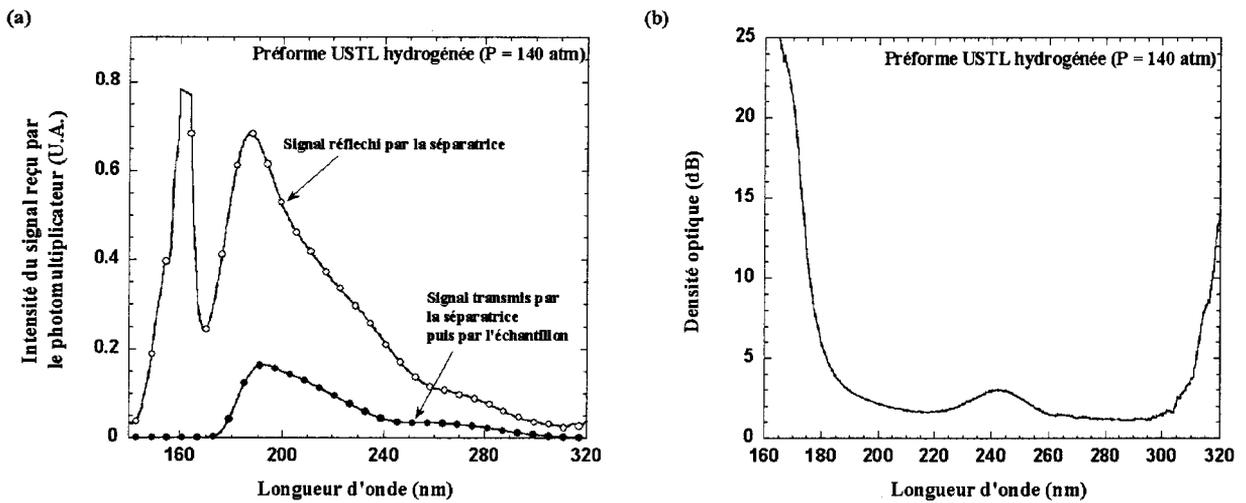


FIG. F.3 – a) Intensité du signal transmis ( $I_{trans}^{echantillon}(\lambda)$ ) par la séparatrice puis par une lame de préforme USTL hydrogénée. Intensité du signal réfléchi ( $I_{reflechi}^{sep}(\lambda)$ ) par la lame séparatrice dans les mêmes conditions d'enregistrement. b) Densité optique du coeur d'une lame de préforme hydrogénée. La lame n'a pas été insolée avant l'enregistrement du spectre.

sur l'échantillon à partir de celle du rayonnement réfléchi par la séparatrice (en présence de l'échantillon) et de l'opérateur  $S(\lambda)$  caractérisant la séparatrice (voir figure F.3). On calcule la densité optique à partir de ces données.

En effet, la valeur du rayonnement incident sur l'échantillon  $I_{inc}^{echantillon}(\lambda)$  se déduit alors de la valeur de  $I_{reflechi}^{sep}(\lambda)$ . Les données obtenues ( $I_{reflechi}^{sep}(\lambda)$ ) sont donc corrigées par un opérateur noté  $S(\lambda)$  caractérisant la séparatrice. La relation F.4 permet enfin de calculer l'intensité du rayonnement incident sur l'échantillon :

$$I_{inc}^{echantillon}(\lambda) = I_{trans}^{sep}(\lambda) = I_{reflechi}^{sep}(\lambda) S(\lambda) \quad (F.4)$$

A partir de ces définitions, il est possible de redéfinir la densité optique  $D(\lambda, N_i)$  (en dB) ainsi que sa

variation provoquée sous l'effet d'une insolation UV par N impulsions  $\Delta D(\lambda, N_i)$  selon les relations F.5 et F.6 :

$$D(\lambda, N_i) = 10 \log\left(\frac{I_{inc}^{echantillon}(\lambda, N_i)}{I_{trans}^{echantillon}(\lambda, N_i)}\right) = 10 \log\left(\frac{I_{reflechi}^{sep}(\lambda, N_i) S(\lambda)}{I_{trans}^{echantillon}(\lambda, N_i)}\right) \quad (F.5)$$

$$\Delta D(\lambda, N_i) = D(\lambda, N_i) - D(\lambda, 0) \quad (F.6)$$

La figure F.3b présente un spectre typique représentant la densité optique d'une lame de préforme préalablement hydrogénée ( $P = 140$  atm). L'épaisseur de l'échantillon est égale à  $30 \mu m$ . Ce spectre a été calculé à partir des spectres présentés aux figures F.2 et F.3a puis à l'aide de la relation F.5. Le spectre non déconvolué est marqué par la présence d'une bande située vers 245 nm ainsi que l'aile d'une bande dont le pic se situe en-deçà de 160 nm.

# Annexe G

## Modélisation de l'évolution de l'indice de réfraction lors de l'insolation

### UV d'un verre hydrogéné

L'objet de cette annexe consiste à montrer que l'aspect des figures 2.1 et 2.2 (croissance de l'indice ayant une forme en S) peut s'expliquer à l'aide d'un modèle simplifié à deux réactions photo chimiques locales successives. Plus précisément, le changement d'indice provient de la transformation d'une espèce A en une espèce C par l'intermédiaire d'une espèce B. Les deux réactions sont schématisées par la relation G.1.



Les hypothèses formulées sont :

- 1) Le changement d'indice de réfraction est proportionnel à la concentration de l'espèce chimique finale C à l'instant t :  $\Delta n(t) \approx K.[C(t)]$ . La contribution de l'espèce B à la variation d'indice est négligée.
- 2) Les constantes de vitesse des réactions  $k_1$  et  $k_2$  sont proportionnelles à la densité d'énergie (la réaction photochimique est déclenchée par l'absorption de 1 photon) :  $k_i(z) = \sigma_i.I(z)$ .
- 3) La réaction  $A \xrightarrow{k_1} B$  est catalysée par la présence d'hydrogène, de ce fait on suppose que  $\sigma_1 \gg \sigma_2$ .
- 4) Aucune espèce chimique ne diffuse des franges sombres aux franges brillantes ou inversement.
- 5) Les concentrations des espèces chimiques n'évoluent pas entre les impulsions ce qui nous permet de passer de la variable continue t à la variable discrète  $N_i$  (ou  $N_{pre}$ ).

Afin de prendre en compte les deux situations expérimentales distinctes (insolation uniforme ou insolation avec franges) nous avons posé :  $I(z) = I_m.f(z)$

$$\text{avec } \left\{ \begin{array}{l} f(z)=1+V\cos(\frac{2\pi z}{\Lambda}) \text{ avec franges} \\ f(z)=1 \text{ sans franges} \end{array} \right\}$$

$I_m$  désigne la densité d'énergie moyenne du faisceau UV ( $F_i$  dans nos expériences), V la visibilité des franges,  $\Lambda$  le pas des franges et z représente la position sur l'axe de la fibre.

Les trois équations du bilan de la réaction sont :

$$\frac{d[A(N_i)]}{dN_i} = -k_1(z).[A(N_i)]$$

$$\frac{d[B(N_i)]}{dN_i} = k_1(z).[A(N_i)] - k_2(z).[B(N_i)]$$

$$\frac{d[C(N_i)]}{dN_i} = k_2(z) \cdot [B(N_i)]$$

La résolution de ce système d'équation peut être réalisée dans deux cas distincts : **Inscription d'un réseau de Bragg dans une fibre hydrogénée** ou **Insolation uniforme** ( $f(z) = 1$ ) d'une fibre hydrogénée. Les conditions initiales sont :  $[A(N_i = 0)] = A_0$ ,  $[B(N_i = 0)] = 0$ ,  $[C(N_i = 0)] = 0$ . La variation d'indice de réfraction peut alors être décrite par la relation suivante :

$$\Delta n(N_i, z) \approx K \cdot A_0 \cdot \frac{k_2(z) \cdot (1 - e^{-k_1(z) \cdot N_i}) - k_1(z) \cdot (1 - e^{-k_2(z) \cdot N_i})}{k_2(z) \cdot -k_1(z)}$$

Tout d'abord, il faut noter que la fonction analytique obtenue est une somme de deux mono-exponentielles simples de la forme  $\Delta n_1(1 - \exp(-k_1(z) \cdot N_i)) + \Delta n_2(1 - \exp(-k_2(z) \cdot N_i))$ . Le signe de  $\Delta n_1$  (ou de  $\Delta n_2$ ) dépend des valeurs relatives de  $\sigma_1$  et de  $\sigma_2$ . Lorsque  $\sigma_1 \gg \sigma_2$ , on obtient  $\Delta n_1 < 0$  et  $\Delta n_2 > 0$ . Ce résultat est en accord avec nos observations effectuées dans la section 2.2 (chapitre 2).

**Développement en série de Fourier de  $\Delta n(N_i, z)$  : extraction des quantités  $\Delta n_{mod}(N_i)$  et  $\Delta n_{moy}(N_i)$**   
Quel que soit le modèle et les équations bilan associées, la variation d'indice est une fonction périodique de  $z$ . De ce fait,  $\Delta n(N_i, z)$  peut être développée en série de Fourier (relation A.2). Les amplitudes des termes de Fourier d'ordres 0 et 1 sont définis analytiquement par les relations G.2 et G.3.

$$\Delta n_0(N_i) = \frac{1}{\Lambda} \int_0^\Lambda \Delta n(N_i, z) \cdot dz = \Delta n_{moy}(N_i) \quad (G.2)$$

$$\Delta n_1(N_i) = \frac{2}{\Lambda} \int_0^\Lambda \Delta n(N_i, z) \cdot \cos\left(\frac{2\pi z}{\Lambda}\right) \cdot dz = \Delta n_{mod}(N_i) \quad (G.3)$$

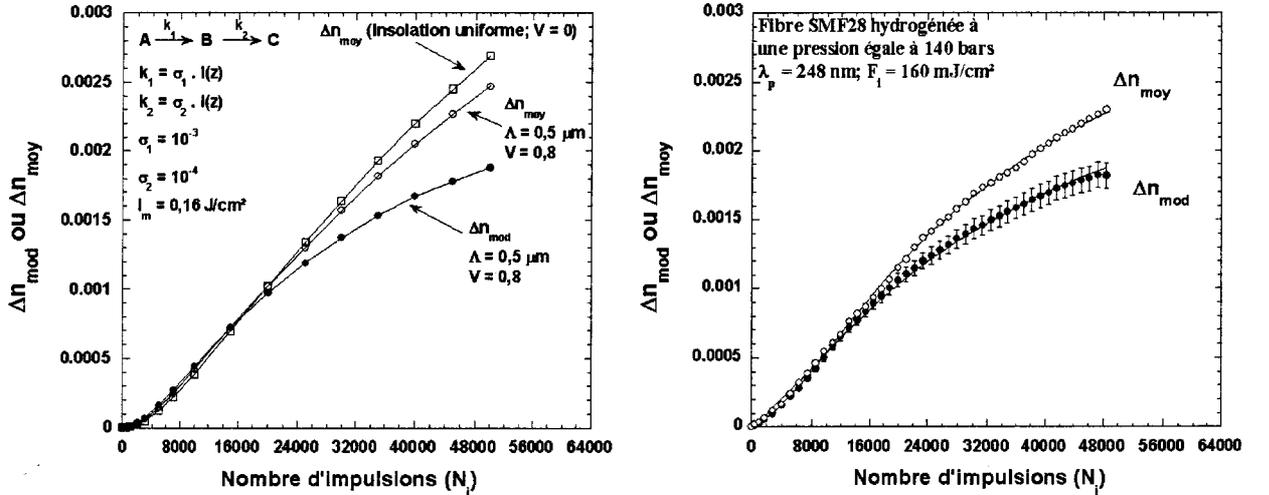


FIG. G.1 – Inscription d'un réseau de Bragg (ou insolation uniforme) réalisée dans une fibre hydrogénée : a) courbes simulées b) courbes expérimentales ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ).

Les figures G.1a et G.1b représentent respectivement les cinétiques simulées et expérimentales relatives à l'inscription d'un réseau de Bragg (ou à l'insolation uniforme) dans une fibre hydrogénée. Les évolutions

de  $\Delta n_{mod}(N_i)$  et de  $\Delta n_{moy}(N_i)$  représentées sur la figure G.1a ont été obtenues numériquement dans les conditions suivantes :  $\sigma_1 = 10^{-3} \text{ cm}^2\text{W}^{-1}\text{s}^{-1}$ ,  $\sigma_2 = 10^{-4} \text{ cm}^2\text{W}^{-1}\text{s}^{-1}$ ,  $I_m = 0,16 \text{ J/cm}^2$ ,  $\Lambda = 0,5\mu\text{m}$ ,  $V = 0,8$ .

D'une part, l'allure de ces courbes relatives à l'inscription d'un réseau de Bragg est similaire à celle observée expérimentalement. **Ces résultats montrent que ce modèle simplifié permet de rendre compte de l'allure en S observée au début des cinétiques de croissance de  $\Delta n_{mod}(N_i)$  et de  $\Delta n_{moy}(N_i)$ .** D'autre part, lorsque l'insolation est uniforme, la valeur de l'indice moyen est supérieure à celle obtenue lorsque l'insolation est réalisée avec des franges. L'écart entre ces deux courbes augmente avec  $N_i$  pour atteindre  $2 - 3 \cdot 10^{-4}$  lorsque  $N_i = 50000$ .

### Problème de la pente moyenne à l'origine

**Au début des insolutions**, la pente à l'origine  $(\frac{d\Delta n}{dN_i})_{N_i \rightarrow 0}$  des cinétiques de croissance est proportionnelle au produit  $k_1 \cdot k_2 \cdot N_i$ . Si  $N_i \rightarrow 0$ , la pente à l'origine  $((\frac{d\Delta n}{dN_i})_{N_i \rightarrow 0} = K \cdot A_0 \cdot k_1 \cdot k_2 \cdot N_i)$  tend vers 0. En fait, il nous faut fixer  $N_i \neq 0$ , dans ces conditions la pente moyenne à l'origine dépend des valeurs relatives de  $k_1 \cdot N_i$  et de  $k_2 \cdot N_i$ . **Lorsque l'insolation se prolonge** ou lorsque l'intensité  $I_m$  devient importante, le terme  $e^{-k_1(z) \cdot N_i} \approx 0$  pour les temps considérés. Dans ce cas, il n'est plus possible de développer le terme  $e^{-k_2(z) \cdot N_i}$  en série et la croissance suit alors une loi de croissance de type mono-exponentielle simple. La pente moyenne est alors sensiblement proportionnelle à  $I_m$ . Pour conclure, la pente à l'origine est nulle, puis elle est proportionnelle à  $I_m^2$  au début des insolutions ( $N_i \neq 0$ ), lorsque l'insolation se prolonge, elle devient ensuite proportionnelle à  $I_m$ .

Ce modèle permet donc de rendre compte des observations à première vue contradictoires des études menées par D. Ramecourt [41] dans des fibres SMF 28 insolées au moyen d'un laser Cw 244 nm. En effet, D. Ramecourt montre que la pente à l'origine des cinétiques de  $\Delta n_{mod}$  est proportionnelle à  $I_m^2$  lorsque les réseaux sont longs de 4 mm et à  $I_m$  lorsque  $L = 500 \mu\text{m}$ . Ce dernier résultat est corroboré par les expériences de B. Leconte [36] et ce pour des inscriptions ( $L = 500 \mu\text{m}$ ) réalisées à l'aide d'un laser à ArF ou à KrF.



# Annexe H

## Modélisation de l'évolution de l'indice de réfraction lors de l'insolation

### UV d'un verre hypersensibilisé

L'objet de cette annexe consiste à montrer que l'aspect des figures 3.8 et 3.10b peut s'expliquer à l'aide d'un modèle simplifié. Dans un premier temps nous reprenons le modèle à deux réactions photo chimiques locales successives. Les hypothèses sont les mêmes que celles formulées dans l'annexe G, mais cependant **la réaction  $A \rightarrow B$  est supposée inopérante.**

Les conditions initiales sont :  $[B(N_i = 0)] = B_0(N_{pre})$ ,  $[C(N_i = 0)] = C_0(N_{pre})$ . Dans ce cas la variation d'indice est proportionnelle à  $\Delta[C(N_i)] = [C(N_i) - C_0(N_{pre})]$  :

$$\Delta n(N_i, z) \approx K.B_0.(1 - e^{-k_2(z).N_i}) \quad \text{avec } k_2(z) = \sigma_2.I(z) \quad \text{ou} \quad \sigma_2.I^2(z)$$

Dans ces conditions, la valeur de l'indice obtenue "à saturation"  $\Delta n(N_i \rightarrow \infty) \approx K.B_0$  est bien proportionnelle à la valeur  $B_0$  de la concentration en espèces B formées lors de la pré-insolation uniforme en présence d'hydrogène. Cette valeur est indépendante de la densité moyenne d'énergie par impulsion  $I_m$ . Ainsi, le modèle simplifié ne permet pas de rendre compte de nos observations selon lesquelles la modulation d'indice obtenue pour des insolutions prolongées jusque  $N_i = 30000$  est une fonction linéaire de  $I_m$ .

**Le modèle a donc été modifié en supposant qu'en absence de  $H_2$ , 1/ la réaction  $B \rightarrow C$  est réversible et 2/ les réactions directe et inverse sont respectivement à 2 et 1 photons.** La variation d'indice s'écrit alors sous la forme :

$$\Delta n(N_i, z) \approx K.B_0 \cdot \frac{\sigma_2 I^2(z)}{\sigma_2 I^2(z) + \sigma_{-2} I(z)} \cdot (1 - e^{-(\sigma_2 I^2(z) + \sigma_{-2} I(z)).N_i})$$

La pente à l'origine ( $(\frac{d\Delta n}{dN_i})_{N_i \rightarrow 0}$ ) et la valeur à saturation ( $\Delta n(N_i \rightarrow \infty)$ ) s'écrivent sous la forme :

$$(\frac{d\Delta n}{dN_i})_{N_i \rightarrow 0} = K.B_0 \cdot \sigma_2 \cdot I^2(z) \quad \text{et} \quad \Delta n(N_i \rightarrow \infty) = K.B_0 \cdot \frac{\sigma_2 I^2(z)}{\sigma_2 I^2(z) + \sigma_{-2} I(z)} = K.B_0 \cdot \frac{\frac{\sigma_2}{\sigma_{-2}} I(z)}{1 + \frac{\sigma_2}{\sigma_{-2}} I(z)}$$

Tant que  $\frac{\sigma_2}{\sigma_{-2}} I(z)$  est petit par rapport à 1, on peut écrire la valeur à saturation sous la forme  $\Delta n(N_i \rightarrow \infty) = K.B_0 \cdot \frac{\sigma_2}{\sigma_{-2}} I(z)$ . Dans ces conditions, la variation d'indice de réfraction "à saturation" est une fonction linéaire de  $I(z)$  (et donc de  $I_m$ ). Ce type d'évolution est en accord avec nos observations (figures 3.9a et 3.11a). De plus, la pente à l'origine est une fonction quadratique de la densité d'énergie par impulsion. Cette conclusion est en accord avec les expériences menées dans les fibres hypersensibilisées au moyen du laser à KrF (section 3.2.3.2 dans le chapitre 3).

**Validation du modèle** Les figures H.1a et H.1b représentent respectivement les cinétiques simulées et expérimentales relatives à l'inscription de réseaux de Bragg dans une fibre hypersensibilisée ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ;  $N_{pre} = 20000$ ). Les évolutions de  $\Delta n_{mod}(N_i)$  représentées sur la figure H.1a ont été obtenues numériquement dans les conditions suivantes :  $\sigma_2 = 10^{-4} \text{ cm}^4 \text{ W}^{-2} \text{ s}^{-1}$ ,  $\sigma_{-2} = 2 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^2 \text{ W}^{-1} \text{ s}^{-1}$ ,  $I_m = 0,16 \text{ J/cm}^2$ ,  $\Lambda = 0,5 \mu\text{m}$ ,  $V = 0,7$ . L'allure des courbes simulées est similaire à celle des courbes observées expérimentalement.

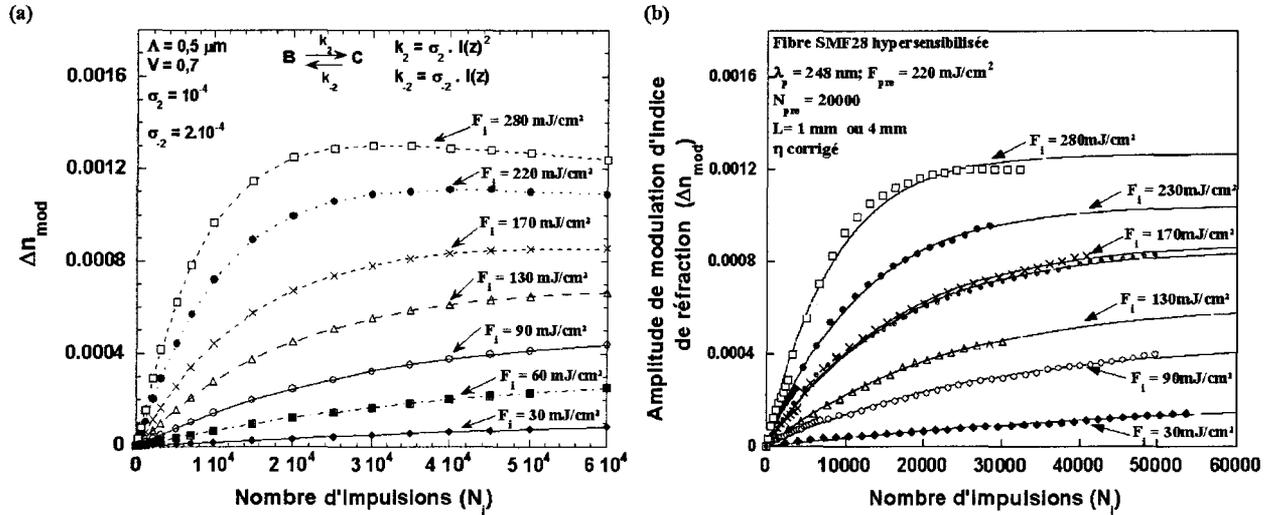


FIG. H.1 – Cinétiques de photo inscription de réseaux de Bragg dans des fibres hypersensibilisées : a) courbes simulées b) courbes expérimentales ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ). La paramètre de l'étude est la densité d'énergie par impulsion  $F_i$  utilisée pour inscrire les réseaux.

Ces résultats montrent que le modèle modifié permet de rendre compte du fait que : 1) la variation d'indice pour  $N_i \approx 30000$  photo induite dans des fibres hypersensibilisées est une fonction linéaire de la densité d'énergie par impulsion et 2) la pente moyenne à l'origine des cinétiques de changement d'indice est une fonction quadratique de la densité d'énergie par impulsion ( $\lambda_p = 248 \text{ nm}$ ).

# Annexe I

## Utilisation des relations de Kramers-Kronig pour déterminer les contributions aux variations d'indice qui résultent de la formation (ou du blanchiment) de bandes de défauts

Les différents changements de population des défauts induits par l'insolation produisent des modifications du spectre d'absorption sur une large région spectrale ; en particulier une augmentation de l'absorption UV au voisinage du gap du verre. Cette modification du spectre d'absorption révèle une modification de la permittivité diélectrique complexe (le coefficient d'absorption est proportionnel à la partie imaginaire de cette permittivité). Les propriétés analytiques de la permittivité complexe permettent de montrer que la partie réelle et la partie imaginaire constituent des quantités conjuguées par la transformation de Kramers-Kronig. Il est possible d'utiliser cette transformation afin de calculer les variations de la partie réelle de la permittivité (proportionnelle au carré de l'indice) à partir de celles du coefficient d'absorption [30]. La transformation est fondée physiquement sur le fait que les deux quantités (indice de réfraction et coefficient d'absorption) proviennent des mêmes propriétés microscopiques de la matière. La relation de conjugaison s'exprime sous la forme approchée I.1 (J.E. Roman, 1993 [114]) :

$$\Delta n(\lambda') = \frac{1}{2\pi^2} PP \int_0^\infty \frac{\Delta\alpha(\lambda) d\lambda}{1 - (\frac{\lambda}{\lambda'})^2} \quad (\text{I.1})$$

Dans cette expression PP signifie partie principale au sens de Cauchy et  $\lambda'$  désigne une longueur d'onde du spectre électromagnétique située dans l'infrarouge vers 1500 nm. Toutefois, il faut d'abord remarquer que le calcul ci-dessus ne conduit qu'à l'évaluation du changement d'indice qui résulte de la contribution d'une zone spectrale d'étendue limitée. Le bon usage de la relation I.1 exige, en principe, de connaître la variation du coefficient d'absorption sur toute l'étendue du domaine électromagnétique. De ce fait, on devrait, en particulier, prendre en compte des variations dans l'UV lointain et dans l'IR. Cependant, certains auteurs ont montré qu'il est possible de décomposer le spectre d'absorption créé par l'insolation en une somme de  $k$  composantes Gaussiennes d'intensités  $\Delta\alpha_k$  (centrées à la longueur d'onde  $\lambda_k = \frac{c}{\nu_k}$  et de largeur à mi-hauteur  $\Delta\nu_k$ ) par ajustement avec une méthode de moindres carrés puis de calculer la contribution à la variation d'indice de ces différentes composantes. La relation I.1 s'écrit sous la forme [26, 115] :

$$\Delta n(\lambda') = \sum_k \frac{A_k}{1 - \frac{\lambda_k^2}{\lambda'^2}}; \quad \text{avec} \quad A_k = \frac{(n^2 + 2)^2}{36 \cdot \pi^{\frac{3}{2}} \sqrt{\ln 2}} \lambda_k \cdot \Delta\alpha_k \cdot \frac{\Delta\nu_k}{\nu_k} \quad (\text{I.2})$$

Espèce chimique	Position de la bande	Intensité ( $cm^{-1}$ )	FWHM	$\Delta n$ vers $1,50 \mu m$
TOH	$3600 \text{ cm}^{-1}$	$10 \text{ cm}^{-1}$	$120 \text{ cm}^{-1}$	$-3,79 \cdot 10^{-6}$
TOH	$1,4 \mu m$	$1,15 \text{ cm}^{-1}$ (5 dB/cm)	$0,05 \mu m$	$3,50 \cdot 10^{-6}$
X	7,5 eV	$1000 \text{ cm}^{-1}$	1,3 eV	$2,77 \cdot 10^{-4}$
GeH	$2185 \text{ cm}^{-1}$	$1 \text{ cm}^{-1}$	$100 \text{ cm}^{-1}$	$-2,48 \cdot 10^{-7}$
GeE'	6,3 eV	$500 \text{ cm}^{-1}$	1,4 eV	$2,25 \cdot 10^{-4}$
GODC	5 eV	$1000 \text{ cm}^{-1}$	0,4 eV	$2,02 \cdot 10^{-4}$

TAB. I.1 – Variation d'indice de réfraction créée vers  $1,5 \mu m$  calculée à partir de caractéristiques usuelles (intensité, position et FWHM) des bandes d'absorption. Ces calculs ont été effectués à l'aide de la relation approchée I.2.

Nous avons montré qu'en raison de l'épaisseur trop importante de nos échantillons (en référence à la profondeur de pénétration de l'UV), la plupart des valeurs des excès de pertes sont sous-estimées. Nous avons cependant décidé d'utiliser la méthodologie présentée ci-dessus pour estimer les ordres de grandeur des contributions à l'indice des bandes de défaut formées (ou blanchies) lors des insulations. Le tableau I.1 rassemble des valeurs numériques réalistes d'intensité et de largeur de bandes de défaut ainsi que les variations d'indice qui s'en déduisent à partir de la relation I.2. Ces valeurs ont été calculées en fixant la longueur d'onde à  $1,5 \mu m$ .

# Publications

## Articles publiés

**M. Lancry**, P. Niay, S. Bailleux, M. Douay, C. Depecker and P. Cordier, “Thermal stability of the 248nm-induced pre-sensitization process in standard  $H_2$ -loaded germanosilicate fibers”, Applied optics ; 41 (34), 7197-7204 (2002)

P. Niay, B. Poumellec, **M. Lancry** and M. Douay, “Photosensitivity and treatments for enhancing the photosensitivity of silica-based glasses and fibers”, Chapitre d’un livre, publié aux éditions Springer (2004-2005)

## Communications orales

**M. Lancry**, P. Niay, M. Douay, I. Riant

“Etude de la pré-sensibilisation des fibres optiques germanosilicates à l’aide d’un laser à excimère ( $\lambda_p = 193\text{ nm}$ )”

Colloque de la Société Française d’Optique (OPTIX), 2001, Marseille

**M. Lancry**, P. Niay, M. Douay, I. Riant

“Thermal stability of the 248nm-induced photosensitization process in standard germanosilicate fibers”

White Nights’ Summer School on Photosensitivity in Optical Waveguides and Glasses, 2002, Saint-Petersburg, Russie

**M. Lancry**, P. Niay, C. Lepers, M. Douay, Y. Menke, D. Milanese, M. Ferraris, A.S. Jacqueline, B. Poumellec

“Self induced gratings in tin doped glasses by UV light seed”

White nights’ summer school on Photosensitivity in Optical Waveguides and Glasses (POWAG), 2002, Saint-Petersburg, Russie

**M. Lancry**, P. Niay, M. Douay, P. Cordier, C. Depecker, I. Riant

“VUV and IR absorption spectra induced in pre-sensitized standard germanosilicate preform plates”

Bragg Gratings, Photosensitivity, and Poling in glass waveguides (BGPP), 2003, Monterey (USA)

L. Paccou, **M. Lancry**, P. Niay, M. Douay, I. Riant, B. Poumellec, D. Dragoë

“Dynamics of the UV-induced blue luminescence intensity : observation of the local mean photo induced refractive index in Bragg grating”

Bragg Gratings, Photosensitivity, and Poling in glass waveguides (BGPP), 2003, Monterey (USA)

**M. Lancry**, P. Niay, M. Douay, C. Depecker, P. Cordier

“Etude des mécanismes de la pré-sensibilisation de préformes de fibres optiques de télécommunication par spectroscopie IR et VUV”

Groupe Français de Spectroscopie Vibrationnelle (GFSV), 2003, Paris

**M. Lancry**, V. Beugin, P. Niay, M. Douay

“Comparaison des méthodes de sensibilisation de fibres optiques et de guides planaires germano silicates”

Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL), Suisse, 2004

**M. Lancry**, V. Beugin, F. Hindle, P. Niay, M. Douay

“Photoinscription dans des fibres optiques pour des applications en télécommunication”

Marquage, micro et nano-gravure, Technologies et applications innovantes, 2004, Paris

**M. Lancry**, P. Niay, M. Douay, B. Poumellec

“Cinétique de formation des réseaux de Bragg dans les fibres de télécommunication standard hypersensibilisées”

Journées Nationales d’Optique Guidée (JNOG), 2004, Paris

#### **Affiches**

**M. Lancry**, P. Niay, S. Bailleux, M. D., C. Depecker, P. Cordier et I. Riant

“Etude des mécanismes d’augmentation de la photosensibilité de fibres optiques de télécommunication pré-sensibilisées au moyen d’une insolation uniforme par un laser à KrF”

Journées Nationales d’Optique Guidée (JNOG), 2002, Dijon

**M. Lancry**, P. Niay, M. Douay, I. Riant

“Recuits isochrones de réseaux de Bragg photo-inscrits dans des fibres de télécommunication hydrogénées ou pré-sensibilisées”

Journées Nationales d’Optique Guidée (JNOG), 2003, Valence

**M. Lancry**, P. Niay, M. Douay, C. Depecker, P. Cordier et I. Riant

“Etude des mécanismes de la pré-sensibilisation de préformes de fibres optiques de télécommunication par spectroscopie d’absorption IR et VUV”

Journées Nationales d’Optique Guidée (JNOG), 2003, Valence

# 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 transverse holographic method, *Opt. Lett.* **14**(15), 823–825 (1989).
- [3] 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).
- [4] D.L. Williams, B.J. Ainslie, J.R. Armitage, R. Kashyap and R.J. Campbell, Enhanced UV photosensitivity in boron codoped germanosilicate fibres, *Elect. Lett.* **29**, 45–47 (1993).
- [5] L. Dong, J.L. Cruz, L. Reekie, P.St.J. Russel and D.N. Payne, , Photosensitivity and quadratic Non Linearity in Glass Waveguides : fundamentals and Applications **22**, 70–73 (1995).
- [6] G. Meltz and W.W. Morey, Bragg grating formation and germanosilicate fiber photosensitivity , SPIE, Inter. Workshop on Photoinduced Self-Org. effects in Opt. Fib **516**, 185 (1991).
- [7] E. Salik, D.S. Stradubarov and J. Feinberg, Increase of photosensitivity in Ge-doped fibers under strain, *Opt. Lett.* **25**(16), 1147–1148 (2000).
- [8] P.J. Lemaire, R.M. Atkins, V. Mizrahi and W.A. Reed, High pressure Hydrogen loading as a technique for achieving ultrahigh UV photosensitivity and thermal sensitivity in Ge-doped silica optical fibers, *Elect. Lett.* **29**(13), 1191–1193 (1993).
- [9] L. Dong, J.L. Cruz, L. Reekie, P.St.J. Russel and D.N. Payne, , Photosensitivity and quadratic Non Linearity in Glass Waveguides : fundamentals and Applications **22**, 70–73 (1995).
- [10] P.Niay, P. Bernage, M. Douay, T. Taunay, W.X. Xie, G. Martinelli, J.F. Bayon, H. poignant and E. Delevaque, Bragg grating photoinscription with various types of fibers and glasses, Photosensitivity and quadratic Non Linearity in Glass Waveguides : fundamentals and Applications **22**, 70–73 (1995).
- [11] M. Douay, W.X. Xie, B. Leconte, T. Taunay, P. Bernage, P. Niay, P.Cordier, J.F.Bayon, H.Poignant, E. Delevaque, Progress in silica optical fiber photosensitivity, *J. Annals Télécommunications* , 712–733 (1997).
- [12] R.M. Atkins, P.J. Lemaire, T. Erdogan and V. Mizrahi, Mechanisms of enhanced UV photosensitivity via hydrogen loading in germanosilicate glasses, *Elec. Lett.* **29**(14), 1234–1235 (1993).
- [13] R.M. Atkins and P.J. Lemaire, Effects of elevated temperature hydrogen exposure on short-wavelength optical losses and defect concentrations in germanosilicate optical fibers, *J. Appl. Phys.* **72**(2), 344–348 (1992).

- [14] A. Lino, M. Kuwabara and K. Kokura, Mechanism of Hydrogen-Induced Losses in Silica-Based Optical Fibers, *J. Lightwave Technol.* **8**(11), 1675-1679 (1990).
- [15] V. Grubsky, D.S. Starodubov and J. Feinberg, Photochemical reaction of hydrogen with germanosilicate glass initiated by 3.4-5.4 eV ultraviolet light, *Opt. Lett.* **24**(11), 729-731 (1999).
- [16] J.D. Prohaska, D.P. Machewirth and E. Snitzer, Quenching of neodymium fluorescence by molecular hydrogen, *Opt. Lett.* **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. Non Cryst. Solids* **181**, 283-290 (1995).
- [18] 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).
- [19] I. Riant, S. Borne and P. Sansonetti, Dependence of fiber bragg grating thermal stability on grating fabrication process, *Proc. Techn. Digest OFC 96*, 83-84 (1996).
- [20] S. Kannan, J.Z.Y. Guo and P.J. Lemaire, Thermal stability analysis of Uv-induced fiber bragg gratings, *J. Light. Technology* **15**, 1478-1483 (1997).
- [21] F. Bhakti, Etude et réalisation des filtres passe bande photoinscrits dans des fibres optiques, Thèse de doctorat, Université de Lille (1998).
- [22] M. Aslund, J. Canning and G. Yoffe, Locking in photosensitivity within optical fibers and planar waveguides by ultraviolet preexposure, *Opt. Lett.* **24**(24), 1826-1828 (1999).
- [23] G.E. Kohnke, D.W. Nightingale, P.G. Wigley and C.R. Plock, Photosensitization of optical fiber by UV exposure of hydrogen loaded fiber, *Optical Fiber Communication Conference, Washington D.C.* **76**, PD20-PD21 (1999).
- [24] M. Fokine and W. Margulis, Large increase in photosensitivity through massive hydroxyl formation, *Opt. Lett.* **25**(5), 302-304 (2000).
- [25] J. Albert, M. Fokine and W. Margulis, Grating formation in pure silica-core fibers, *Opt. Lett.* **27**, 809-811 (2002).
- [26] D.P. Hand and P.St.J. Russel, Photo-induced refractive index changes in germanosilicate fibers, *Opt. Lett.* **15**(2), 102-104 (1990).
- [27] R.M. Atkins, V. Mizrahi and T. Erdogan, 248 nm induced vacuum UV spectral changes in optical fibre preform cores : support for a color centre model for photosensitivity, *Elect. Lett.* **29**(4), 385-387 (1993).
- [28] E. Fertein, Contribution à l'étude des mécanismes de la photoréfraction dans des fibres optiques dopées à l'oxyde de germanium, Thèse de doctorat d Université Lille (2000).
- [29] M.J.F. Digonnet, Kramers-Kronig analysis of the absorption change in fiber gratings, *Proceed. SPIE* **2841**, 109-120 (1996).
- [30] C. Kittel, *Physique de l'état solide*, Dunod (1983).
- [31] J. Canning, Photosensitization and photostabilization of laser-induced index changes in optical fibers, *Opt. Fiber. Technol.* **6**, 275-289 (2000).
- [32] C. Dalle, Contribution à l'étude des mécanismes microstructuraux liés à la photosensibilité de type I et de type IIa des verres de silice par spectroscopie infrarouge et microscopie électronique en transmission, Thèse de doctorat, Université Lille 1 (1995).

- [33] J. Crank, *The Mathematics of Diffusion*, Oxford University Press, London , 49–53, 71–74 (1975).
- [34] M. Fox and S.J. Stannard-Powell, Attenuation changes in optical fibres due to hydrogen, *Elect. Lett.* **19**(22), 916–917 (1983).
- [35] S. Legoubin, *Etude expérimentale et théorique de la réponse spectrale de composants photo inscrits dans des fibres optiques*, Thèse Université de Lille 1. (1994).
- [36] B. Leconte, *Contribution à l'étude de la photosensibilité des fibres en silice sous l'effet d'une insolation par un laser à ArF*, Thèse de doctorat, Université de Lille 1 (1998).
- [37] P.E. Dyer, R.J. Farley and R. Giedl, Analysis of grating formation with excimer laser irradiated phase masks, *Opt. Communication* **115**, 327–334 (1995).
- [38] D. Razafimahatratra, , Thèse Université de Lille 1. (2000).
- [39] P. Ledoux, *Mesure de l'état de contrainte dans les fibres et les préformes*, Diplôme d'ingénieur CNAM en matériaux (1988).
- [40] P.A. Krug, R. Solte and R. Ulrich, Measurement of index modulation along an optical fiber Bragg grating, *Opt. Lett.* **20**(17), 1767–1769 (1995).
- [41] D. Ramecourt, , Thèse de doctorat, Université de Lille 1 (2001).
- [42] A. Hidayat, *Contribution à l'étude de la stabilité de réseaux d'indice inscrits dans des fibres optiques germanosilicates à l'aide d'un laser à ArF ou d'un laser Titane-Saphir fonctionnant en régime femtoseconde*, Thèse de doctorat, Université de Lille 1 **2958** (2001).
- [43] V.G. Plotnichenko, V.O. Sokolov and E.M. Dianov, Hydroxyl groups in germanosilicate glasses, *J. Non-Cryst Solids* **278**, 85–98 (2000).
- [44] R. Kasyhap, *Fiber Bragg Grating*, Paul L. Kelly, I. Kaminow, G. Agrawal; ACADEMIC PRESS (1999).
- [45] V. Grubsky, *Photosensitivity of germanium doped silica glass and fibers and its applications*, PhD Thesis, University of southern California (1999).
- [46] 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).
- [47] P.L. Swart, M.G. Shlyagin, A.A. Chtcherbakov and V.V. Spirin, Photosensitivity measurement in optical fibre with Bragg grating interferometers, *Elect. Lett.* **38**(24), 1508–1510 (2002).
- [48] T.E. Tsai and E.J. Friebele, Kinetics of defect centers formation and photosensitivity in Ge-doped silica fibers of various compositions, *OSA Technical Digest, Bragg Gratings, Photosensitivity, Poling in Glass and Waveguides* **17**, 101–103 (1997).
- [49] Y. Liu, A.R. Williams, L. Zhang and I. Bennion, Abnormal spectral evolution of fiber Bragg gratings in hydrogenated fibers, *Opt. Lett.* **27**(8), 586–588 (2002).
- [50] D. Razafimahatratra, Comparison of isochronal and isothermal decays of Bragg gratings written through continuous-wave exposure of an unloaded germanosilicate fiber, *Optical Fiber Conference* **39**(12), 1924–1933 (2000).
- [51] S.R. Baker, H.N. Rourke, V. Baker and D. Goochild, Thermal decay of fiber Bragg gratings written in boron and germanium codoped silica fiber, *J. Light. Technology* **15**, 1470–1477 (1997).

- [52] R.J. Egan, H.G. Inglis, P. Hill, P.A. Krug and F. Ouellette, Effect of hydrogen loading and grating strength on the thermal stability of fiber Bragg, *Optical Fiber Conference*, 83–85 (1996).
- [53] I. Riant and F. Haller, Study of the photosensitivity at 193 nm and comparison with photosensitivity at 240 nm. Influence of fiber tension : type IIA aging, *J. Light. Technology* **15**, 1464–1469 (1997).
- [54] E. Salik, D.S. Starodubov, V. Grubsky and J. Feinberg, Thermally stable gratings in optical fibers without temperature annealing, *Proc. Techn. Digest OFC 99*, 56–58 (1999).
- [55] Q. Wang, A. Hidayat, P. Niay and M. Douay, Influence of blanket postexposure on the thermal stability of the spectral characteristics of gratings written in a telecommunication fiber using light at 193 nm, *J. Light Technology*. **18**(8), 1078–1083 (2000).
- [56] C. Dalle, P. Cordier, C. Depecker, P. Niay, P. Bernage and M. Douay, Growth kinetics and thermal annealing of UV-induced H-bearing species in hydrogen loaded germanosilicate fibre preforms, *J. Non-Cryst Solids* **260**, 83–98 (1999).
- [57] M. Essid, J.L. Brebner, J. Albert and K. Awazu, Difference in the behavior of oxygen deficient defects in Ge-doped silica optical fiber preforms under ArF and KrF excimer laser irradiation, *J. Appl. Phys.* **84**(8), 4193–4197 (1998).
- [58] J. Nishii, N. Kitamura, H. Yamanaka, H. Hosono and H. Kawazoe, Ultraviolet-radiation-induced chemical reactions through one and two photon absorption processes in Ge-doped silica glasses, *Opt. Lett.* **20**, 1184 (1995).
- [59] D.L. Griscom, Optical properties and structure of defects in silica glass, *J. Ceramic Society of Japan* **99**, 899–916 (1991).
- [60] H. Hosono, Y. Abe, D.L. Kinser, R.A. Weeks, K. Muta and H. Kawazoe, Nature and origin of the 5-eV band in Ge-doped silica glasses, *Phys. Rev. B* **46**(18), 11445–11451 (1992).
- [61] E.V. Anokin, A.N. Guryanov, D.D. Gusovskii, V.M. Mashinskii, S.I. Miroshnichenko, V.B. Neustreuv and V.A. Tikhomirov, Formation and bleaching of colours centres in germanium doped silica glass by 3.68 eV photons, *Sov. Light. Commun.* **1**, 29–36 (1991).
- [62] T.E. Tsai, E.J. Friebele, M. Rajaram and S. Mukhopadhyay, Structural origin of the 5.16 eV optical absorption band in silica and Ge-doped silica, *Appl. Phys. Lett.* **64**, 1481–1483 (1994).
- [63] H. Hosono, H. Mizuguchi, H. Kawazoe and J. Nishii, , *Jpn. J. Appl. Phys.* **35**, L234 (1996).
- [64] J. Albert, B. Malo, K.O. Hill, F. Bilodeau, D.C. Johnson and S. Theriault, 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).
- [65] J. Albert, K.O. Hill, D.C. Johnson, F. Bilodeau, S.J. Milailov, N.F. Borelli and J. Amin, Bragg gratings in defect-free germanium doped optical fibers, *Opt. Lett.* **24**(18) (1999).
- [66] M. Fokine, Photosensitivity, chemical composition gratings, and optical fiber based components, PhD Thesis, Royal Institute of Technology, Stockholm (2002).
- [67] K. Awazu, H. Onuki and K. Muta, Mechanisms of photo-bleaching of 5 eV optical absorption band in hydrogen loaded Ge-doped silica, *J. Non-Cryst Solids* **211**, 158–163 (1997).
- [68] B.I. Greene, D.M. Krol, S.G. Kosinski, P.J. Lemaire and P.N. Saeta, Thermal and photo-initiated reactions of Hydrogen with germanosilicate optical fibers, *J. Non-Cryst Solids* **168**, 195–199 (1994).

- [69] K. Awazu, Thermal and photo-initiated reactions of Hydrogen with germanosilicate optical fibers, *J. Non-Cryst Solids* **201**, 267 (1996).
- [70] A. H. Q. Zeng, J.F. Stebbins and T. Erdogan, Hydrogen speciation in hydrogen-loaded, germania-doped silica glass : a combined NMR and FTIR study of the effects of UV irradiation and heat treatment, *J. Non-Cryst Solids* **258**, 78–91 (1999).
- [71] J. E. Shelby, Hydrogen, Hydroxyl, Hydride and water in amorphous silica. Protonic species in vitreous silica, *J. Non-Cryst Solids* **179**, 138–147 (1994).
- [72] K.M. Davis, K. Miura, N. Sugimoto and K. Hirao, Writing waveguides in glass with a femtosecond laser, *Opt. Lett.* **21**, 1729 (1996).
- [73] W.K. Thomson, , *Trans. Faraday Society* **61**, 1935 (1965).
- [74] K. Nakamoto, *Infrared and Raman Spectra in Inorganic and Coordination Compounds*, John Wiley and Sons Inc (1986).
- [75] J. Stone, Interactions of hydrogen and deuterium with silica optical fibers : a review, *J. Light. Tech.* **15**, 712–733 (1987).
- [76] P.J. Lemaire, Reliability of optical fibers exposed to hydrogen : prediction of long-term loss increases, *Opt. Eng.* **30**(6), 780–789 (1991).
- [77] H. Itoh, M. Shimizu, Y. Oshiori and M. Nakahara, Reaction property of diffused hydrogen with defect centers in Ge-doped fiber, *J. of Lightwave. Tech.* **5**, 134–139 (1987).
- [78] E.J. Friebele and D.L. Griscom, Defects in glasses, *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* **61**, 319 (1986).
- [79] B. Poumellec, M. Douay, J. Garapon and P. Niay, Relationship between UV optical absorption and UV excited luminescence in Ge doped silica, *Trends in Applied Spectroscopy* **4**, 325–354 (2002).
- [80] B. Crivelli, M. Martini, F. Meinardi, A. Paleari and G. Spinolo, , *Phys. Review B* **54**, 16637–16640 (1996).
- [81] 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, *Opt. Lett.* **18**(12), 935–937 (1993).
- [82] N. Viswanathan and J. Brennan, Indication of re-circulating catalysts in photosensitive reactions with Hydrogen-saturated silica fibers, *Optical Fiber Communication Conference* **61**(14), 107–108 (2002).
- [83] M. Aslund and J. Canning, Annealing properties of gratings written into UV-presensitized hydrogen-outdiffused optical fiber, *Opt. Lett.* **25**, 692–694 (2000).
- [84] T. Erdogan, V. Mizrahi, P.J. Lemaire and D. Monroe, Decay of ultraviolet-induced fiber Bragg gratings, *J. Appl. Phys.* **76**, 73–80 (1994).
- [85] X. T. B.O. Guan, H.Y. Tam and X. Dong, Highly stable fiber Bragg gratings written in hydrogen-loaded fiber, *IEEE Photon. Technol. Lett.* **12**, 1349–1351 (2000).
- [86] J. Canning, M. Aslund and P.F. Hu, Ultraviolet-induced absorption losses in hydrogen-loaded optical fibers and in pre-sensitized optical fibers, *Opt. Lett.* **25**, 1621–1623 (2000).
- [87] D.M. Krol, R.M. Atkins and P.J. Lemaire, Photoinduced second-harmonic generation and luminescence of defects in Ge-doped silica fibers, *SPIE, International Workshop on Photoinduced Self-Organization Effects in Optical Fiber* **1516**, 38–46 (1991).

- [88] G. Brambilla, , Thèse de doctorat, Université de Southampton (2001).
- [89] G. Brambilla, V. Pruneri, L. Reekie and D.N. Payne, Enhanced photosensitivity in germanosilicate fibers exposed to CO<sub>2</sub> laser radiation, *Opt. Lett.* **24**(15), 1023–1025 (1999).
- [90] H. K. K. Awazu and M. Yamane, Simultaneous generation of optical absorption bands at 5.14 eV and 0.452 eV in germanosilicate glasses heated under an Hydrogen atmosphere, *J. Appl. Phys.* **68**(6), 2713–2718 (1990).
- [91] J. Albert, B. Malo, F. Bilodeau, D.C. Johnson, K.O. Hill, Y. Hibono and M. Kawachi, Photosensitivity in Ge-doped silica optical waveguides and fibers with 193 nm light from an ArF excimer laser, *Opt. Lett.* **16**(6), 387–389 (1994).
- [92] K.P. Chen, P.R. Herman and R. Tam, , Bragg Gratings, Photosensitivity and Poling in Glass Waveguides, Stresa , BThA5 (2001).
- [93] N.F. Borelli, D.C. Allan and A. Modavis, Direct measurement of 248- and 193nm excimer-induced densification in silica-germania waveguide blanks, *JOSA B* **16**(10), 1672–1679 (1999).
- [94] H.G. Limberger, P.Y. Fonjallaz, R.P. Salathé, F. Cochet and B. Leuenberger, Correlation of index changes with stress changes in fibers containing UV-written Bragg gratings, European Conference on Optical Communication, Florence , 1005–1008 (1994).
- [95] H.G. Limberger, P.Y. Fonjallaz, R.P. Salathe and F. Cochet, Compaction and photoelastic induced index changes in fiber Bragg gratings, *Appl. Phys. Lett.* **68**(22), 3069–3071 (1996).
- [96] F. Kherbouche, Modifications chimiques et des contraintes mécaniques induites par irradiation UV des fibres optiques Germanosilicates, Thèse, Université Paris Sud, Orsay (1999).
- [97] S.R. Nagel, J.B. Machesney and K.C. Walker, , *IEEE J. Quantum Electron* **18**, 459 (1982).
- [98] X. Hanafusa, Y. Hibino and F. Yamamoto, , *J. Non-Cryst Solids* **95-96**, 655 (1987).
- [99] P. Kaiser, A.R. Tynes, H.W. Astle, A.D. Pearson, W.G. French, R.E. Jaeger and A.H. Cherin, , *J. Opt. Soc. Am.* **63**, 1141 (1973).
- [100] H. Hosono and H. Kawazoe, Defects formation in Ge-doped silica glasses studies by irradiation with excimer laser light, *Phys. Rev. B* **53**(18), 921–923 (1996).
- [101] M. Fujimaki, T. Watanabe, T. Katoh, T. Kasahara, N. Miyazaki, Y. Ohki and H. Nishikawa, Structures and generation mechanisms of paramagnetic centers and absorption bands responsible for Ge-doped silica optical-fiber gratings, *Phys. Rev. B* **57**(7), 3920–3926 (1998).
- [102] M. Fujimaki, T. Kasahara, S. Shimoto, N. Miyazaki, S. Tokuhira, K. Soo Seol and Y. Ohki, Structural changes induced by KrF excimer laser photons in Hydrogen-loaded Ge-doped silica glass, *Phys. Rev. B* **60**(7), 4682–4687 (1999).
- [103] L.N. Skuja, Optically active oxygen-deficiency-related-centers in amorphous silicon dioxide, *J. Non Cryst. Solids* **239**, 16–48 (1998).
- [104] Y. Morimoto, S. Nozawa and H. Hosono, Effect of Xe<sub>2</sub> light (7,2 eV) on the infrared and vacuum ultraviolet absorption properties of hydroxyl groups in silica glass, *Phys. Rev. B* **59**(6), 4066–4073 (1999).
- [105] M. M. F.M. Araujo, E. Joanni and O. Okhotnikov, Dynamics of infrared absorption caused by hydroxyl groups and its effect on refractive index evolution in ultraviolet exposed hydrogen loaded Ge-doped fibers, *Appl. Phys. Lett.* **72**(24), 3109–3111 (1998).

- [106] H. Hosono, K. Kawamura, H. Kawazoe and J. Nishii, Nanometer scale heterogeneity in Ge-doped silica glass preforms and fibers prepared by vapor axial deposition method, *J. Appl. Phys.* **80**, 3115–3117 (1996).
- [107] K. Nagasawa and Y. Ohki, Structure inhomogeneity in Ge-doped silica core of optical fibers made by VAD method, *Jpn. J. Appl. Phys.* **25**, L682–L683 (1986).
- [108] T.E. Tsai, G.M. Williams and E.J. Friebele, Index structure of fiber Bragg gratings in Ge-doped silica fibers, *Opt. Lett.* **22**(4), 224–226 (1997).
- [109] T.E. Tsai, G.M. Williams and E.J. Friebele, Uniform component of index induced in Ge-doped silica fibers by spatially modulated ultraviolet light, *Appl. Phys. Lett.* **72**, 3243 (1998).
- [110] B. Poumellec, Links between writing and erasure (or stability) of Bragg gratings in disordered media, *J. Non Cryst. Solids* **239**, 108–115 (1998).
- [111] L.B. Jeunhomme, *Single mode fiber optics : principles and applications*, Marcel Dekker, New York (1993).
- [112] D.K.W. Lam and B.K. Garside, Characterization of single mode optical fiber filter, *Appl. Opt.* **20**, 440–445 (1981).
- [113] P.E. Dyer, R.J. Farley and R. Giedl, Incoherent scattering losses in optical fiber Bragg gratings, *Opt. Lett.* **21**(22), 1827–1829 (1996).
- [114] J.E. Roman and K.A. Winick, Photowritten Gratings in Ion-Exchanged Glass Waveguides, *Opt. Lett.* **18**, 808–810 (1993).
- [115] P.St.J. Russel, L.J. Poyntz-Wright and D.P. Hand, Frequency doubling, absorption and grating formation in glass fibres. Effective defects or defective effects?, *Proceed. SPIE* **1373**, 126–139 (1990).

