



**HAL**  
open science

# Fibres optiques microstructurées chalcogénures fortement non linéaires à base AS<sub>2</sub>S<sub>3</sub> : vers de nouvelles sources supercontinuum infrarouges

Mohammed El Amraoui

► **To cite this version:**

Mohammed El Amraoui. Fibres optiques microstructurées chalcogénures fortement non linéaires à base AS<sub>2</sub>S<sub>3</sub> : vers de nouvelles sources supercontinuum infrarouges. Autre [cond-mat.other]. Université de Bourgogne, 2010. Français. NNT : 2010DIJOS064 . tel-00679941

**HAL Id: tel-00679941**

**<https://theses.hal.science/tel-00679941>**

Submitted on 16 Mar 2012

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

L'UNIVERSITÉ DE BOURGOGNE

ICB – Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne  
Département OMR équipe SLCO  
UMR 5209 CNRS - DIJON - FRANCE

## THÈSE

Pour obtenir le grade de  
Docteur de l'Université de Bourgogne  
Discipline : Physique-Chimie

Par

Mohammed EL AMRAOUI

22 Novembre 2010

# Fibres Optiques Microstructurées Chalcogénures Fortement Non Linéaires à base de $As_2S_3$ : vers de Nouvelles Sources Supercontinuum Infrarouges

Directeur de thèse

Frédéric SMEKTALA

Jury :

FARGIN Evelyne	Professeur, I.C.M.C.B, Université de Bordeaux	Rapporteur
MESSADDEQ Younes	Professeur, C.O.P.L, Université Laval (Canada)	Rapporteur
MILLOT Guy	Professeur, ICB, Université de Bourgogne	Examineur
CHARTIER Thierry	Maître de conférence, LANNION	Examineur
MAILLOTTE Hervé	Directeur de recherche, FEMTO-ST	Examineur
SMEKTALA Frédéric	Professeur, ICB, Université de Bourgogne	Directeur

## **Remerciements.**

Ce travail de thèse a été réalisé en collaboration avec l'Institut de Chimie d'Araraquara au Brésil, 'UNESP', dans le cadre du programme de coopération CNRS/FAPESP. Je remercie vivement le Pr Ribeiro et M. César Polachini, respectivement directeur du laboratoire de chimie et ingénieur de l'équipe, de m'avoir accueilli au sein de leur laboratoire pour le fibrage de mes verres pendant mes multiples séjours brésiliens durant ces trois années.

Je tiens également à remercier l'ensemble des membres du jury. Je suis très reconnaissant envers Mme Fargin et Mr Messaddeq pour avoir accepté d'être les rapporteurs de mon travail. Je tiens à exprimer ma gratitude à Guy Millot, Professeur à l'Institut Carnot de Bourgogne, Hervé Maillotte, Directeur de Recherche à FEMTO-ST et Thierry Chartier, Maître de conférence à LANNION pour avoir accepté d'examiner cette thèse. J'adresse mes sincères remerciements à Frédéric Smektala, Professeur à l'Institut Carnot de Bourgogne pour avoir dirigé ces travaux pendant ces trois années.

J'exprime également ma gratitude à Gilles Renversez, Professeur à l'Institut Fresnel à Marseille pour les différentes simulations qu'il a réalisées pour nous.

Je remercie l'ensemble des collègues physiciens de notre équipe qui ont participé à ce travail pluridisciplinaire, notamment Julien Fatome, Coraline Fortier et Grégory Gadret, qui par leur enthousiasme et leur dynamisme ont contribué à l'aboutissement de ce travail. J'adresse également mes remerciements à Bertrand Kibler, pour ses calculs numériques concernant nos FOM.

J'adresse aussi ma reconnaissance à Jean-Charles Jules qui m'a accompagné depuis le début, pour ses conseils, sa bonne humeur, sa disponibilité et pour tout ce qu'il m'a apporté pendant ces trois ans. Je remercie également le Professeur Igor Skripatchev pour toute l'aide et les conseils qu'il m'a offerts durant mes séjours au Brésil.

Je tiens aussi à remercier le Pr Yasutake Ohishi du Toyota Technological Institute au Japon et Guillaume Canat, Ingénieur de Recherche à l'ONERA pour leurs collaborations concernant le pompage optique de nos FOM.

Je tiens à remercier également Olivier Bidault pour tous ces moments inoubliables passés autour d'un café ou dans le bureau de Jean-Charles. Un grand merci également à notre secrétaire Sandra Klein qui m'a rendu un grand nombre de services. Elle a su garder son sourire à chaque fois que

je la dérangeais. Je remercie également Sophie Salaün, Pierre Mathey, Frédéric Désévéday. Un grand merci à notre technicien Yves Didelot pour ses multiples interventions dans le découpage et le polissage du verre.

Enfin je voudrais particulièrement adresser mes remerciements à toutes les personnes que j'ai côtoyées en France et au Brésil. Honneur aux filles : Sandra, Silvia, Pauline, Emeline, Tamara, Inna et bien d'autres que je ne peux pas malheureusement toutes citées car je réécrirais un manuscrit. Quant aux garçons, il s'agit de mes amis Salah, Danilo, Yanick, El Mahdi, Hernane, Damien, Housseine et tous ceux qui m'ont apporté un soutien de près ou de loin.

Ce travail est une occasion privilégiée pour moi d'exprimer ma tendresse et à mes parents, mes frères, ma sœur qui sont toujours là pour moi.

Ce travail de thèse m'a permis d'acquérir des connaissances scientifiques, notamment grâce à des discussions avec des personnes aussi disponibles que compétentes. Je mets tout particulièrement en avant l'aspect humain des rencontres réalisées dans le cadre de mes activités d'enseignement et de recherche qui sont à l'origine du plaisir que j'ai eu à réaliser ce travail.

Introduction générale .....	1
-----------------------------	---

## **Chapitre I :**

### **Le matériau : des lois de Snell-Descartes aux effets non linéaires optiques**

I. Un peu d'histoire.....	5
II. Polarisation induite par une onde électromagnétique : approximation linéaire .....	8
II.1. Origine de la polarisation d'un matériau .....	8
II.2. Susceptibilité diélectrique.....	10
II.3. Indice de réfraction .....	12
II.4. Dispersion chromatique et absorption .....	13
II.5. Réflexion et réfraction .....	15
III. Les effets optiques non-linéaires .....	17
III.1. Effets non-linéaires d'ordre 2 .....	20
III.2. Effets non linéaires d'ordre 3 .....	21
IV. Conclusion .....	22
V. Références .....	23

## Chapitre II :

# La fibre optique : de la fibre optique conventionnelle à la fibre optique microstructurée

I. Bref historique .....	26
II. Fibres optiques conventionnelles.....	28
II.1. Principe de guidage et mécanisme de réflexion totale interne RTI.....	28
II.2. Mode de propagation d'une fibre optique .....	29
II.3. Profil géométrique d'une fibre optique conventionnelle.....	31
II.4. Dégradation du signal au cours de la propagation.....	33
II.4.1. Pertes dans les fibres optiques .....	34
II.4.1.1. Pertes par absorption .....	34
II.4.1.2. Pertes par diffusion .....	34
II.4.1.2.1. Diffusion Rayleigh .....	35
II.4.1.2.2. Diffusion de Mie.....	35
II.4.1.3. Pertes par rayonnement.....	35
II.4.1.4. Atténuation totale dans une fibre optique.....	36
II.4.1.5. Pertes par couplage .....	37
II.4.2. Dispersion .....	38
II.4.2.1. Dispersion d'une fibre monomode .....	39
II.4.2.2. Dispersion d'une fibre multimode .....	40
III. Fibres optiques microstructurées FOM .....	42
III.1. Présentation .....	42
III.2. Structure des FOM (Fibres Optiques Microstructurées) .....	44
III.2.1. FOM à cœur creux (guidage par Bande Interdite Photonique) .....	45
III.2.2. FOM à cœur plein (guidage par Réflexion Totale Interne).....	48
III.3. Propriétés optiques des FOM .....	49
III.3.1. Longueur d'onde de coupure.....	50
III.3.2. Dispersion chromatique.....	51
III.3.3. Propriétés non linéaires .....	52
III.3.3.1. Effet Kerr optique.....	53
III.3.3.1.1. Auto-modulation de phase .....	53
III.3.3.1.2. Modulation de phase croisée ou Intermodulation de phase .....	55
III.3.3.1.3. Mélange à quatre ondes .....	55
III.3.3.2. Diffusion Raman .....	56
III.3.3.3. Diffusion Brillouin .....	57
III.3.3.4. Le Supercontinuum .....	58
III.3.3.5. Amélioration de la non-linéarité des fibres .....	59
III.3.3.6. Applications des fibres optiques .....	61
III.3.3.6.1. FOM à cœur creux.....	61
III.3.3.6.2. FOM à cœur plein .....	61

IV. Techniques de fabrication des fibres optiques .....	63
IV.1. Réalisation de la préforme destinée à une fibre classique.....	63
IV.2. Réalisation de la préforme destinée à une FOM .....	65
IV.2.1. L'empilement de capillaires .....	65
IV.2.2. L'extrusion des préformes.....	66
IV.2.3. Le perçage des préformes .....	66
IV.3. Fibrage .....	67
V. Conclusion.....	70
VI. Références.....	71

## Chapitre III :

# Le verre $\text{As}_2\text{S}_3$ : du massif à la fibre optique microstructurée

I. L'état vitreux.....	75
II. La non linéarité des verres.....	77
III. Les verres de chalcogénures.....	78
IV. Synthèse du verre $\text{As}_2\text{S}_3$ .....	84
IV.1. Première approche de synthèse à Multiples Distillations du Soufre (MDS).....	84
IV.2. Seconde approche de synthèse : utilisation du composé Intermédiaire $\text{As}_4\text{S}_4$ (IAS).....	88
IV.3. Concentration massique du groupement S-H.....	90
V. Caractérisations du verre $\text{As}_2\text{S}_3$ .....	91
V.1. Propriétés thermiques du verre $\text{As}_2\text{S}_3$ .....	91
V.2. Compositions chimiques du verre $\text{As}_2\text{S}_3$ .....	94
V.3. Propriétés optiques du verre $\text{As}_2\text{S}_3$ .....	95
V.3.1. Transmission UV-VIS-mIR.....	95
V.3.2. Transmission dans l'IR.....	97
VI. Fibres $\text{As}_2\text{S}_3$ monoindices.....	98
VII. Fibres optiques microstructurées en $\text{As}_2\text{S}_3$ .....	100
VII.1. Modélisation.....	101
VII.1.1. Modélisation des FOM traditionnelles.....	102
VII.1.1.1. Zéro de dispersion.....	102
VII.1.1.2. Pertes optiques.....	103
VII.1.1.3. Caractère monomode.....	105
VII.1.2. Modélisation des FOM à cœurs suspendus.....	106
VII.1.2.1. Zéro de dispersion.....	107
VII.1.2.2. Pertes optiques.....	108
VII.1.2.3. Caractère monomode.....	108
VII.2. Elaboration de préformes en verre $\text{As}_2\text{S}_3$ .....	108
VII.2.1. L'usinage mécanique du verre.....	109
VII.2.2. Profils des préformes.....	110
VII.3. L'étude des préformes (profilmètre type Taylor Hobson).....	112
VII.4. Etirage des fibres.....	114
VII.5. Profils des fibres optiques.....	115
VIII. Conclusion.....	118
IX. Références.....	118



## Chapitre IV :

# La FOM $\text{As}_2\text{S}_3$ : des caractérisations linéaires aux caractérisations non linéaires

I. Introduction.....	122
II. Caractérisations linéaires .....	122
II.1. Pertes optiques .....	122
II.1.1. Mesures des pertes optiques à 1,06 et 1,55 $\mu\text{m}$ par cut-back .....	123
II.1.2. Mesure d'atténuations spectrales.....	125
II.2. Caractérisations opto-géométriques .....	125
II.3. Dispersion.....	129
III. Caractérisations optiques non linéaires .....	133
III.1. Auto-modulation de phase (SPM).....	133
III.2. Effet Raman autostimulé.....	138
III.3. Génération de supercontinuum.....	140
III.4. Caractérisation non linéaire de taper .....	147
III.5. Etude théorique d'une FOM en régime anormal à 2 $\mu\text{m}$ .....	148
III.6. Régénérateur de signal .....	150
IV. Conclusion .....	154
V. Références .....	154

## **Annexe :**

# **La fibre monoindice $\text{As}_2\text{S}_3$ : pour une application de thermométrie**

I. Objet de l'étude .....	157
II. Rappels théoriques.....	157
III. Dispositif expérimental .....	160
IV. Mesures .....	161
IV.1. Corps émissif de grande surface .....	161
IV.2. Corps émissif de faible surface .....	164
V. Conclusions .....	167
Conclusion générale.....	168

## INTRODUCTION GENERALE

En vue d'une amélioration des performances techniques et économiques des systèmes de télécommunications actuels, les études concernant les fibres optiques ont connu un essor considérable depuis les années 70. Ces travaux concernent essentiellement les verres d'oxydes (silice), matériaux de choix pour des utilisations aux longueurs d'onde dites « télécom » (1,3 et 1,55 microns). Bien que le principe de la fibre optique ait été développé dans les années 1970 dans les laboratoires de l'entreprise américaine Corning Glass Works (actuelle Corning Incorporated), il s'avère encore aujourd'hui nécessaire d'améliorer leurs performances de propagation. Depuis leur avènement au cours des années 1990, les fibres optiques microstructurées (FOM), constituées de canaux d'air parallèles à la direction de propagation dans une matrice vitreuse, ont suscité un intérêt très vif, notamment pour leur capacité de confinement de la lumière et la possibilité d'adapter leur design pour fournir une dispersion donnée à une longueur d'onde donnée. De plus, leurs fortes non-linéarités optiques permettent la génération efficace d'effets non-linéaires à l'aide d'impulsions dont la puissance crête s'avère bien plus faible que celle requise pour le matériau massif. Des profils d'indice très particuliers, tels que ceux mis en œuvre par l'équipe P. Russell en 1996, leur confèrent des caractéristiques de propagation très originales. Les propriétés de guidage varient avec la géométrie de la FOM et peuvent faire intervenir le guidage par bande interdite photonique ou le guidage par réflexion totale interne « modifiée ». Il a été démontré qu'en choisissant judicieusement le profil d'indice, on peut ajuster l'aire effective du mode guidé. Ces fibres présentent aussi l'avantage de permettre l'obtention de valeurs de dispersion inaccessibles dans une fibre conventionnelle à saut d'indice. Dans le domaine de l'amplification optique, basée sur la photoluminescence des ions de terres rares, les verres de silice sont utilisés en tant que matrices hôtes. Cependant, leur énergie de phonons élevée rend inactive certaines transitions des ions de terres-rares et limite leur fenêtre de transparence au proche infrarouge. L'opacité de ces verres dans l'infrarouge moyen et lointain les rend par ailleurs inutilisables pour certaines applications, comme la détection d'espèces chimiques ou la génération d'un supercontinuum au-delà de 2  $\mu\text{m}$  dans l'infrarouge, le transport de puissance laser ( $\text{CO}_2$ ) pour l'usinage etc....

L'utilisation de matériaux originaux, à forts indices de réfraction linéaires et non-linéaires et à faibles énergies de phonon tels que les verres de chalcogénures, permet de palier à certaines de ces limitations. On peut alors envisager des applications comme l'amplification large bande (1,3-1,5  $\mu\text{m}$ ) ou la régénération et la commutation tout-optique. Parmi les verres de

## Introduction générale

chalcogénures, notre choix s'est porté sur la composition vitreuse  $As_2S_3$  qui présente une bonne résistance à la cristallisation et une relative facilité de mise en forme.

Ce travail de thèse, réalisé au Laboratoire Interdisciplinaire Carnot Bourgogne (UMR 5209 CNRS-Université de Bourgogne), est donc consacré à la synthèse du verre de chalcogénure  $As_2S_3$ , à son étirage en fibres optiques microstructurées et à diverses caractérisations physico-chimiques du verre massif et des fibres. L'objectif principal de ce travail est de maîtriser la fabrication de fibres optiques microstructurées  $As_2S_3$  à petits cœurs et faibles pertes, de contrôler leur dispersion chromatique, et finalement de pomper optiquement ces fibres en régime de dispersion anormale de façon à obtenir la génération d'un supercontinuum dans l'infrarouge, couvrant en particulier la seconde fenêtre de transparence atmosphérique 3-5 $\mu$ m.

Dans le premier chapitre, nous rappellerons les différents effets non linéaires susceptibles de se manifester dans un matériau ou une fibre.

L'étude des fibres optiques, leur classification, leur fabrication, leurs propriétés et leurs avantages, ainsi que les applications qu'elles permettent seront discutés dans le chapitre 2.

Le troisième chapitre de ce manuscrit traitera de la synthèse et de la purification du verre  $As_2S_3$  ainsi que des caractérisations de ses propriétés chimiques, thermiques et optiques. Nous décrirons ensuite le procédé de fabrication de fibres optiques microstructurées à base de ce verre. A cette occasion, nous discuterons d'une nouvelle approche de fabrication des préformes permettant de s'affranchir de l'excès pertes généralement observé dans les fibres lors de l'utilisation des procédés habituels. Deux types de fibres microstructurées seront présentées dans ce travail, les fibres microstructurées traditionnelles à cœur plein et les fibres microstructurées à cœurs suspendus. Nous discuterons de l'élaboration des préformes correspondantes (paramètres géométriques) et des paramètres de fibrage. Suite à des choix que nous expliquerons, la majeure partie de ce travail sera au final dédiée à l'étude des fibres microstructurées à cœur suspendu.

Le chapitre 4 traitera des différentes caractérisations optiques linéaires et non linéaires des fibres fabriquées. Dans la partie consacrée aux caractérisations linéaires, nous discuterons des pertes optiques mesurées à l'aide de sources laser continues émettant à 1,06 et 1,55  $\mu$ m, des pertes spectrales et des caractérisations opto-géométriques à 1,55  $\mu$ m pour plusieurs profils de fibres optiques. Dans la deuxième partie du chapitre 4, nous présenterons les différentes caractérisations non linéaires effectuées sur des fibres à cœur suspendu, i.e. l'auto modulation de phase (SPM), l'effet Raman, la génération de supercontinuum et la

## Introduction générale

régénération de signal optique, accompagnées systématiquement d'une comparaison théorie/expérience. Un peu en marge des objectifs de cette thèse, une application de thermométrie intéressante concernant une fibre monoindice en  $\text{As}_2\text{S}_3$  mise en œuvre *in situ* au CEA de Saclay sera présentée en annexe.

Les travaux présentés ici se sont déroulés en collaboration avec plusieurs laboratoires nationaux et internationaux. En particulier, dans le cadre des ANR Futur et Confian, nous avons travaillé entre autres avec l'Institut Fresnel, l'ONERA et Sciences Chimiques de Rennes. Un programme bilatéral FAPESP-CNRS nous a permis également une interaction étroite et très fructueuse avec l'Institut de Chimie d'Araquara au Brésil. Enfin, des contacts ont été pris avec le Toyota Technological Institute de Nagoya au Japon et ont débouché sur des expériences communes très utiles pour la caractérisation optique de nos fibres.

# Chapitre I :

## Le matériau : des lois de Snell-Descartes aux effets non linéaires optiques

I. Un peu d'histoire.....	5
Polarisation induite par une onde électromagnétique : approximation linéaire .....	8
II.1. Origine de la polarisation d'un matériau .....	8
II.2. Susceptibilité diélectrique.....	10
II.3. Indice de réfraction .....	12
II.4. Dispersion chromatique et absorption .....	13
II.5. Réflexion et réfraction .....	15
III. Les effets optiques non-linéaires .....	17
III.1. Effets non-linéaires d'ordre 2 .....	20
III.2. Effets non linéaires d'ordre 3 .....	21
IV. Conclusion .....	22
V. Références .....	23

## **I. Un peu d'histoire**

Si dès l'antiquité les philosophes-physiciens se sont opposés sur la question de la nature de la lumière et du mécanisme de la vision, le concept de rayon lumineux (émis par l'œil dans la théorie du « feu visuel » ou émis par l'objet dans la théorie du « feu externe ») a très vite été adopté. De cette époque, il nous reste actuellement les traductions des traités *d'optique* et de *catoptrique* d'Euclide. Du traité *d'optique* se dégage clairement le concept de rayon lumineux et de propagation rectiligne de la lumière. La loi de la réflexion de la lumière y est clairement formulée.



Euclide -325—265

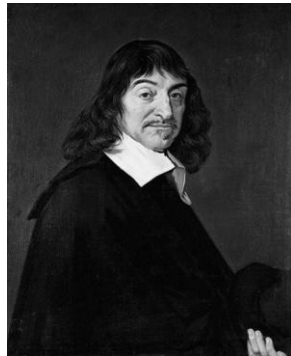
Concernant le passage du rayon lumineux à travers un milieu transparent, même si de nombreuses descriptions du phénomène existent, les choses semblent plus compliquées à expliciter. Au premier siècle, le philosophe latin Sénèque fait remarquer dans *Questions naturelles* que « les couleurs de l'arc en ciel sont les mêmes que celles obtenues par le passage de la lumière du soleil à travers un morceau de verre taillé de manière à comporter 3 angles », « la lumière subit lors de son passage à travers un milieu incolore, une altération profonde dont on ignore la nature ».

A la fin du X<sup>ème</sup> siècle, Ibn Haitham (plus connu sous le nom d'Alhazen) [1] interprète la réfraction comme étant due à un ralentissement de la lumière pénétrant un milieu dense. La loi de la réfraction est analysée de façon approfondie dans *Traité d'optique*, traduit en latin sous le titre *d'Opticae Thesaurus*.



Alhazen 965-1039

Il faut attendre le XVII<sup>ème</sup> siècle pour que la loi de la réfraction soit formalisée par Snell (sans trace écrite) puis Descartes qui la publie en 1637 dans la *Dioptrique* : « le rapport du sinus des angles d'incidence et de réfraction est toujours égal à une constante ».



Descartes 1596-1650

Au fil des siècles, la constante sera explicitée comme étant le rapport de la vitesse de la lumière dans le milieu réfractant à celle dans le milieu incident. En introduisant l'indice de réfraction  $n$ , rapport de la vitesse de la lumière dans le vide et de la vitesse de la lumière dans le milieu optique.

$$n = \frac{c}{v} \quad (c = 3 \cdot 10^8 \text{ m/s}) \quad (\text{I.1})$$

la loi de Snell-Descartes s'écrit :

$$n_1 \sin i = n_2 \sin r \quad (\text{I.2})$$

où ;

$n_1$  est indice du milieu incident

$n_2$  est indice du milieu réfractant

$i$  est angle d'incidence

$r$  est angle de réfraction



Alors que durant 2000 ans, l'optique s'était développée sur le concept du rayon lumineux, la nature même de la lumière relevant du débat philosophique, les physiciens des XVIIIème, XIXème et XXème siècles se sont attachés à décrire la nature de la lumière pour élaborer de nouveaux modèles. L'étude du phénomène de diffraction, c'est à dire la déviation à la loi de propagation rectiligne de la lumière quand celle ci rencontre une obstruction (Grimaldi 1618-1663), l'étude des interférences colorées produites par des lames minces (Hooke 1635-1703), l'étude du phénomène de polarisation (Huygens 1629-1695) amenèrent les physiciens à considérer la lumière comme une onde.

Le XIXème siècle est sans conteste le siècle de la théorie ondulatoire de la lumière (Young 1773-1829, Malus 1775-1812, Fresnel 1788-1827). A la fin du XIXème siècle, Maxwell (1831-1879) condensait et unifiait les résultats expérimentaux obtenus indépendamment en électricité, en magnétisme et en optique sous la forme de quatre équations mathématiques, dites « équations de Maxwell ».

La lumière est une onde électromagnétique et la manière dont elle se propage dans un milieu matériel dépend essentiellement des propriétés électromagnétiques de ce milieu. La vitesse de propagation d'une onde électromagnétique dans un milieu isotrope est reliée à la permittivité diélectrique  $\epsilon$  et à la perméabilité magnétique  $\mu$  par la relation  $\epsilon\mu v^2 = 1$  (en particulier dans le vide  $\epsilon_0\mu_0 c^2 = 1$ ).



Maxwell (1831-1879)

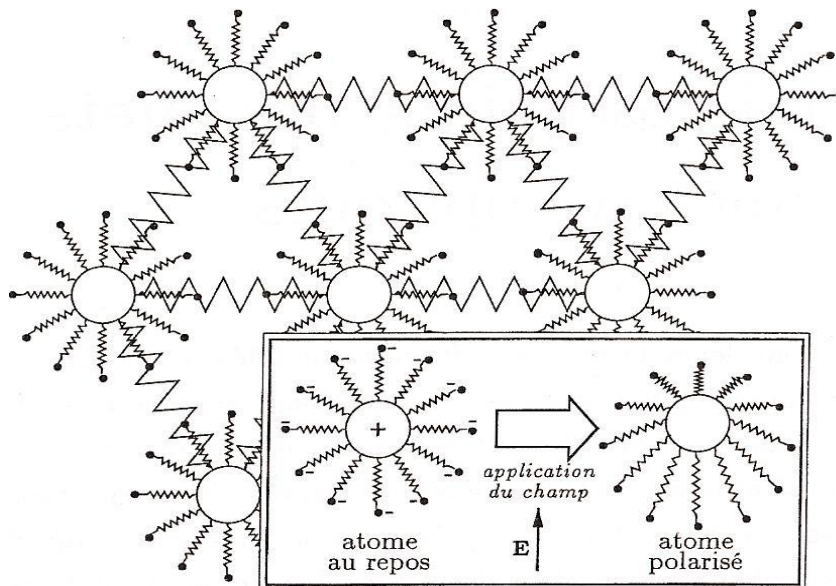
Le début du XXème voit le retour de la théorie corpusculaire de la lumière : la lumière est constituée de 'globules' ou de particules d'énergie, les photons. Pour autant, le modèle ondulatoire n'est pas abandonné, mais plutôt intégré à cette « nouvelle physique » qu'est la mécanique quantique. A ce photon d'énergie  $E$  est associée une onde de fréquence  $\nu$ , ainsi le comportement de l'onde associée à cette particule reste parfaitement décrit par le modèle ondulatoire de la lumière [2].

## **II. Polarisation induite par une onde électromagnétique : approximation linéaire**

### II.1. Origine de la polarisation d'un matériau

A l'échelle microscopique, les matériaux utilisés pour leurs propriétés optiques peuvent être considérés comme un assemblage relativement rigide d'atomes distants de quelques angströms ( $10^{-10}$  m). Ces atomes, liés entre eux de façon élastique par des forces électrostatiques, sont composés de noyaux de charges positives relativement massifs entourés d'un nuage d'électrons plus légers.

Sous l'action d'un champ électrique, les charges positives du matériau diélectrique sont déplacées dans la direction du champ, en sens inverse dans le cas des charges négatives, générant ainsi des dipôles induits. Figure II.1:



*Figure II.1 : Représentation schématique du mouvement oscillant des charges négatives dans un milieu diélectrique soumis à une onde électromagnétique*

On peut également considérer que la liaison « noyaux-électrons » est décrite par le modèle de l'oscillateur. Quand une onde électromagnétique lumineuse arrive sur un tel ensemble, les composantes électrique E et magnétique B de cette onde vont induire des forces sur les charges du milieu :

$$\vec{F} = q\vec{E} + q\vec{v} \wedge \vec{B} \quad (\text{II.1})$$

Dans les milieux diélectriques utilisés en optique (contrairement aux matériaux conducteurs comme les métaux), où toutes les charges électriques sont liées par un ensemble de forces élastiques, l'effet du champ se limite à un infime déplacement des charges autour de leur position d'équilibre, induisant ainsi l'apparition d'un dipôle électrique  $\vec{p} = q\vec{x}$ ,  $q$  étant la charge déplacée et  $x$  la distance entre les charges : c'est le phénomène de polarisation.

Par ailleurs, aux fréquences optique ( $10^{12}$ - $10^{15}$  Hz), l'amplitude du déplacement des charges ne dépasse pas quelques picomètres. La vitesse des particules restant très faible, la composante magnétique  $q\vec{v} \wedge \vec{B}$  de la force à laquelle sont soumises les particules reste négligeable devant la composante électrique  $q\vec{E}$ . A ces fréquences, les propriétés magnétiques des matériaux diélectriques sont donc peu différentes de celles du vide.

Si le champ oscille à la fréquence  $\omega$ , les dipôles oscilleront à la même fréquence rayonnant ainsi une onde électromagnétique à la même fréquence que l'onde incidente. On distingue en générale la *polarisation électronique* due au déplacement du nuage électronique par rapport au noyau, de la *polarisation atomique* due au déplacement relatif des ions positifs et négatifs (Figure II.2) :

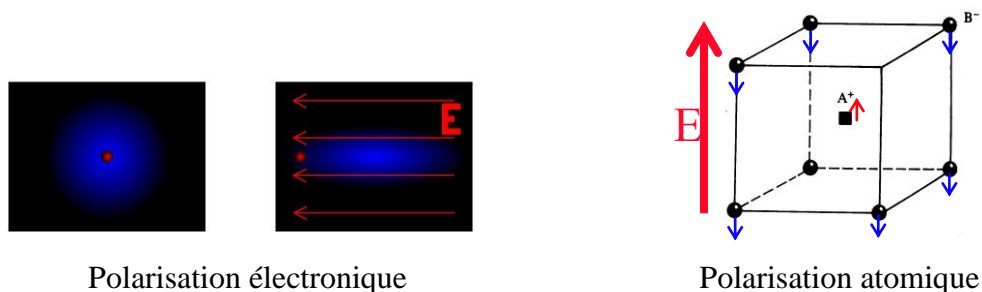

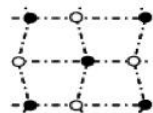
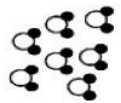



Figure II.2 : Schémas descriptifs de la polarisation électronique et de la polarisation atomique

D'autres phénomènes de polarisation peuvent intervenir, la polarisation d'orientation quand il existe des dipôles permanents dans les matériaux (orientation des dipôles sous l'effet du champ électrique) et la polarisation de charge d'espace dans les matériaux hétérogènes. Toutefois, du fait de la faible mobilité (ou de la grande inertie) de ces dipôles, seule les polarisations électronique et atomique sont observées aux fréquences optiques ( $10^{12}$ - $10^{15}$  Hz), dans l'UV-Vis pour la polarisation électronique et en infrarouge pour les polarisations ionique ou atomique [3]. Le Tableau II.1. rassemble les différents types de polarisation en fonction des fréquences d'oscillations.

Tableau II.1 : Types de polarisations existantes pour les différentes fréquences d'oscillations

Fréquences d'oscillations	Type de Polarisabilité	En l'absence de champ E=0	Sous champ électrique E →	Description
10 <sup>14</sup> Hz à 10 <sup>16</sup> Hz	Electronique	Nuage électronique Noyau		Déplacement du centre d'inertie du nuage électronique par rapport au centre d'inertie du noyau des atomes
10 <sup>10</sup> Hz à 10 <sup>13</sup> Hz	Ionique ou Atomique	Cation Anion		Déplacement relatif d'ions de charges opposées les uns par rapport aux autres créant des dipôles
10 <sup>3</sup> Hz à 10 <sup>9</sup> Hz	Dipolaire	Molécule polaire		Déplacement de dipôles permanents (molécules par exemple) qui s'orientent pour être parallèle au champ (rare dans le cas de matériaux cristallins)
10 <sup>-3</sup> Hz à 10 <sup>5</sup> Hz	Charge d'espace ou Interfaciale	Grain		Déplacement de porteurs libres qui se concentrent aux défauts, lacunes, impuretés, joints de grains, surfaces, etc... créant une polarisation aux interfaces

## II.2. Susceptibilité diélectrique

D'un point de vue microscopique, sous l'effet d'un champ électrique, les déplacements des charges positives dans un sens et négatives dans l'autre créent l'apparition d'un moment dipolaire :

$$\vec{p} = \alpha \epsilon_0 \vec{E}_{\text{local}} = q \vec{x} \quad (\text{II.2})$$

où ;

$\vec{E}_{\text{local}}$  est le champ électrique local qui peut être très différent du champ extérieur appliqué  $\vec{E}_{\text{appl}}$

$\alpha$  est la polarisabilité (électronique  $\alpha_e$  ou atomique  $\alpha_a$ )

$q$  est la charge déplacée

$\vec{x}$  est le déplacement dans le sens du champ  $\vec{E}$ .

On définit la polarisation macroscopique  $\vec{P}$  du diélectrique comme la superposition des moments dipolaires induits localement par le champ macroscopique  $\vec{E}$  sur un volume

contenant un grand nombre  $N$  de dipôles :

$$\vec{P} = N\vec{p} = N\varepsilon_0\alpha\vec{E}_{local} = \varepsilon_0\chi^{(1)}\vec{E}_{appl} = Nq\vec{x} \quad (\text{II.3})$$

où

$\chi^{(1)}$  est la susceptibilité diélectrique d'ordre 1 (ou « linéaire »)

$\varepsilon_0$  est la permittivité diélectrique du vide.

Pour simplifier, dans la suite, on identifiera le champ local  $\vec{E}_{local}$  au champ extérieur appliqué  $\vec{E}_{appl}$  (le calcul de Lorentz permet d'explicitier  $\vec{E}_{local}$ ) ce qui est généralement faux dans un milieu dense. La polarisation est une fonction linéaire du champ : si celui-ci oscille à la fréquence angulaire  $\omega$ , la polarisation induite oscille à la même fréquence. La susceptibilité linéaire du matériau est reliée à la permittivité diélectrique  $\varepsilon$  par :

$$\chi^{(1)} = \varepsilon - 1 \quad (\text{II.4})$$

$\chi^{(1)}$  peut être évaluée à partir du modèle classique où les électrons sont liés élastiquement aux atomes. Considérons un atome soumis à un champ alternatif  $\vec{E}(t) = \vec{E}_0 e^{-i\omega t}$ , dans la direction  $\vec{E}_0$ , de pulsation  $\omega$ . Ce champ va déplacer les électrons, induisant ainsi le dipôle  $\vec{p}(t)$  suivant la même direction. On supposera que la distribution électronique est rigide mais peut osciller 'en bloc' de part et d'autre de sa position d'origine, le noyau restant fixe compte tenu de sa masse. Pour un champ  $\vec{E}_0$  orienté suivant  $\vec{x}$ , on postule ainsi que le déplacement  $\vec{x}(t)$  est décrit par l'équation différentielle d'un oscillateur harmonique amorti, soumis à une force extérieure  $q\vec{E}(t)$ . On se placera dans un milieu dilué (pas d'interactions des atomes entre eux) de telle manière à pouvoir assimiler le champ local vu par les atomes au champ extérieur appliqué ;  $m$  étant la masse du nuage électronique,  $k$  la constante de rappel et  $f$  le coefficient d'amortissement, l'équation différentielle du mouvement peut s'écrire :

$$m \frac{d^2 x}{dt^2} + f \frac{dx}{dt} + kx = qE_0 e^{-i\omega t} \quad (\text{II.5})$$

En posant :  $\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}}$  et  $\gamma = \frac{f}{m}$ , cette équation se réécrit  $\frac{d^2 x}{dt^2} + \gamma \frac{dx}{dt} + \omega_0^2 x = q \frac{E_0}{m} e^{-i\omega t}$

et en multipliant gauche et droite par  $qN$  on obtient :

$$\frac{d^2}{dt^2}(Nqx) + \gamma \frac{d}{dt}(Nqx) + \omega_0^2(Nqx) = \frac{Nq^2}{m} E_0 e^{-i\omega t} \text{ soit } \frac{d^2 P}{dt^2} + \gamma \frac{dP}{dt} + \omega_0^2 P = \frac{Nq^2}{m} E_0 e^{-i\omega t}$$

En prenant  $P$  sous la forme  $P = P_0 e^{-i\omega t}$  on en déduit la permittivité diélectrique du milieu :

$$\varepsilon_{(\omega)} = \varepsilon_0 + \frac{N q^2}{m} \frac{1}{(\omega_0^2 - \omega^2) + i\gamma\omega} = \varepsilon_1 - i\varepsilon_2 \quad (\text{II.6})$$

### II.3. Indice de réfraction

En introduisant la permittivité diélectrique relative  $\varepsilon_r = \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0}$  et la perméabilité magnétique relative  $\mu_r = \frac{\mu}{\mu_0}$  et en remarquant qu'aux fréquences optiques  $\mu_r=1$ , on peut écrire à partir de  $\varepsilon\mu v^2 = 1$  :

$$\varepsilon\mu v^2 = 1 = \varepsilon_0 \varepsilon_r \mu_0 \mu_r v^2 = \varepsilon_r \frac{v^2}{c^2} = 1$$

d'ou  $\varepsilon_r = n^2$  avec  $n = \frac{c}{v}$  l'indice de réfraction et  $\varepsilon_0 \mu_0 c^2 = 1$

$$\text{donc, } n^2 = \frac{\varepsilon(\omega)}{\varepsilon_0} = \varepsilon_r = 1 + \frac{N q^2}{m \varepsilon_0} \frac{1}{(\omega_0^2 - \omega^2) + i\gamma\omega} \quad (\text{II.7})$$

L'indice de réfraction est un nombre complexe  $\bar{n} = n + i\alpha$  : sa partie réelle  $n$  correspond à l'indice de réfraction usuel et gouverne la propagation de la lumière dans un milieu transparent, la partie imaginaire  $\alpha$  traduit l'absorption du milieu.

$\omega_0$  correspond à la fréquence propre de vibration du dipôle considéré, dans le cas envisagé précédemment nuage électronique-noyau. Mais toutes les charges présentes dans le milieu sont sensibles au champ électrique. Dans un milieu contenant plusieurs types de dipôles induits, la formule précédente peut être réécrite sous la forme :

$$n^2 = 1 + \sum_i \frac{N_i q_i^2}{m_i \varepsilon_0} \frac{1}{(\omega_{0i}^2 - \omega^2) + i \gamma_i \omega} \quad (\text{II.8})$$

Où les  $\omega_{0i}$  représentent les fréquences propres des oscillateurs considérés.

Dans un milieu absorbant, l'intensité  $I$  d'un rayonnement électromagnétique de longueur d'onde  $\lambda$  subit une atténuation  $I = I_0 e^{-\alpha \ell}$  ou  $I_0$  est l'intensité de l'onde incidente,  $\alpha$  le coefficient d'absorption linéaire du milieu et  $\ell$  la longueur parcourue dans le milieu. Loin des fréquences  $\omega_{0i}$ ,  $\alpha$  peut être considéré comme négligeable et le matériau est transparent.

#### II.4. Dispersion chromatique et absorption.

Les diélectriques ne sont donc pas transparents sur tout le spectre électromagnétique. Ils présentent des bandes d'absorption centrées sur les résonances des dipôles électroniques (visible-proche UV) ou atomiques (IR). La plage de transparence d'un matériau appelée bande optique utile s'étend ainsi des bandes d'absorption électroniques aux hautes fréquences aux bandes d'absorption de réseau dans l'infrarouge.

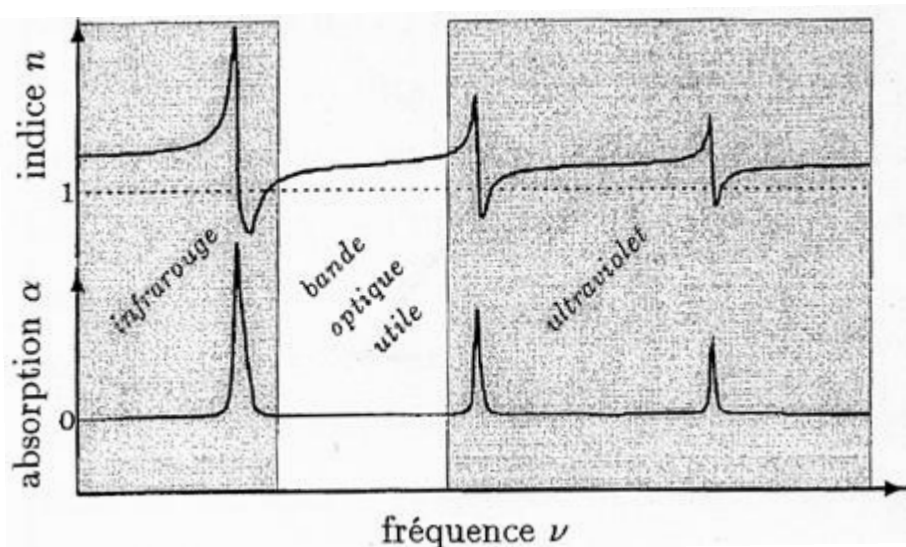


Figure II.3 : Dispersion et bandes d'absorption sélective

Le matériau peut également présenter dans la bande optique utile, des bandes d'absorption 'localisées' dues à la vibration d'impuretés (OH, CO,..). En dehors des bandes d'absorption, l'indice croît de manière monotone avec la fréquence (décroit avec la longueur d'onde) et sa dépendance vis à vis de la fréquence ou de la longueur d'onde peut être évaluée avec une bonne approximation grâce aux équations semi empiriques de Sellmeier [4] par :

$$n^2(\omega) = 1 + \sum_{i=1}^n \frac{B_i \omega_i^2}{\omega_i^2 - \omega^2} = 1 + \sum_{i=1}^n \frac{B_i \lambda^2}{\lambda^2 - \lambda_i^2} \quad (\text{II.9})$$

où  $\omega_i$ ,  $\lambda_i$  et  $B_i$  représentent respectivement la pulsation, la longueur d'onde et l'amplitude de la  $i^{\text{ème}}$  résonance. La somme s'étend sur toutes les fréquences de résonance du matériau considéré.

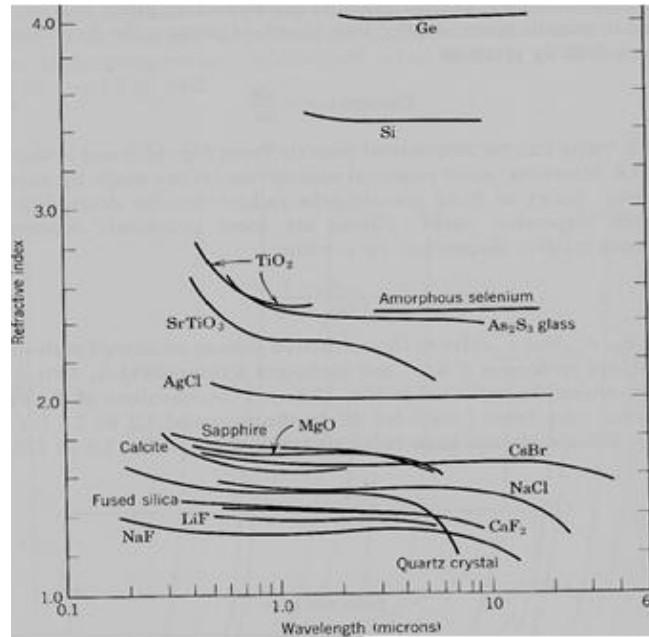


Figure II.4 : Variation de l'indice de réfraction en fonction de la longueur d'onde pour différents types de verres et de cristaux

La Figure II.4. regroupe l'évolution de l'indice de réfraction pour plusieurs milieux diélectriques de natures différents. En effet l'interaction d'une onde électromagnétique avec un milieu diélectrique donne lieu à des réponses différentes selon la longueur d'onde du signal. Le milieu est alors dit « dispersif » car son indice de réfraction dépend de la longueur d'onde  $n = f(\lambda)$  ou  $n = f(\omega)$ .

Considérons un milieu dispersif dans lequel se propage une impulsion électromagnétique. Les différentes composantes spectrales de l'impulsion vont se propager à des vitesses différentes

$$v = \frac{c}{n(\omega)}$$

Dans le cas qui va nous intéresser tout particulièrement, celui d'une fibre optique, ce phénomène peut générer des interférences consécutives à l'élargissement temporel des différentes impulsions, ce qui peut influencer négativement sur la qualité de la transmission.

La dispersion chromatique du guide est définie en développant la constante de propagation



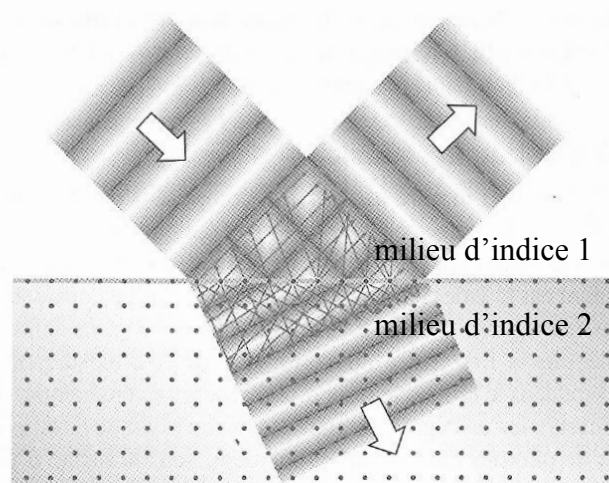
$\beta = n(\omega) \frac{\omega}{c}$  autour de la fréquence centrale  $\omega_0$ , où  $n$  est l'indice de réfraction du matériau,  $\omega$  étant la pulsation de l'onde et  $c$  la vitesse de la lumière dans le vide. Nous reviendrons sur ce point dans le chapitre 2.

## II.5. Réflexion et réfraction

Dans tous les processus de propagation des ondes, quelque soit leur nature (élastiques, électromagnétiques), la vitesse de propagation dépend de certaines propriétés physiques du milieu dans le quel l'onde se propage. Ceci permet d'expliquer les phénomènes de réflexion et de réfraction qui se produisent lorsqu'une onde rencontre la surface séparant deux milieux dans lesquels elle se propage à des vitesses différentes. L'onde réfléchi est une nouvelle onde qui se propage symétriquement dans le milieu où se propageait l'onde initiale. L'onde réfractée est l'onde transmise dans le second milieu. Ceci est décrit par la loi de Snell Descartes (I.2).

D'un point de vue microscopique, on peut considérer que les dipôles induits à l'interface entre les deux milieux rayonnent un champ électrique donnant lieu à des interférences constructives dans la direction de l'onde réfléchi et dans la direction de l'onde réfractée.

Considérons un dioptre entre deux milieux d'indices différents, les phénomènes de réflexion et de réfraction de la lumière sont schématisés dans la Figure II.5.



*Figure II.5 : Une onde plane stimule les atomes d'une interface, ces derniers rayonnent de l'énergie à la même fréquence donnant naissance à des ondes transmises et réfléchies par interférences constructives.*

Les angles étant mesurés par rapport à la normale à la surface du dioptre, la direction du rayon réfléchi est telle que l'angle de réflexion est égale à l'angle d'incidence, la direction du rayon réfracté est donnée par l'équation (I.2).

Le cas du passage d'un milieu plus réfringent à un milieu moins réfringent est intéressant : l'angle de réfraction étant supérieur à l'angle d'incidence, le rayon réfracté s'éloigne de la normale. Il en découle que pour un angle critique  $i_c = \arcsin\left(\frac{n_2}{n_1}\right)$ , on a  $n_1 \sin i_c = n_2$ , où  $r$  est égal à  $\frac{\pi}{2}$ . Au delà de cet angle critique, il n'y a plus de rayon transmis. On dit qu'on est en régime de réflexion totale. C'est sur cet effet qu'est basée la propagation dans une fibre optique.

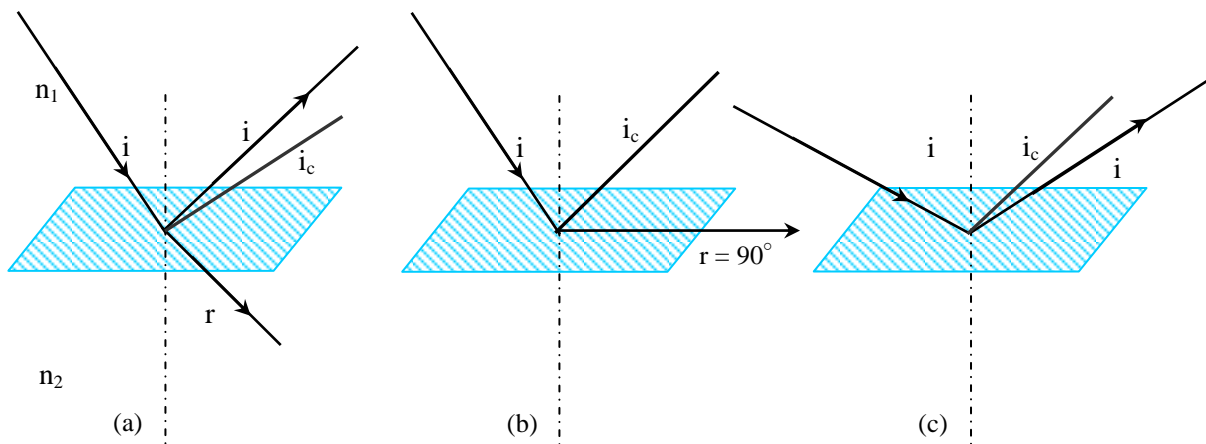


Figure II.6 : Trajets des rayons lumineux au passage d'un dioptre dans le cas où  $n_2 > n_1$   
(a) :  $i < i_c$ , (b) :  $i = i_c$  et (c) :  $i > i_c$

Les lois de la réflexion et de la réfraction nous renseignent sur le chemin pris par les rayons lumineux lors de la traversée d'un dioptre, mais elles ne nous donnent aucune information sur le taux d'énergie électromagnétique réfléchi et transmis. Les formules de Fresnel nous permettent de calculer ces grandeurs « énergétiques » [2].



FRESNEL 1788-1827

Lors de la traversée de deux milieux d'indices différents, l'énergie réfléchi et l'énergie transmise dépendent de l'indice de réfraction de chacun des milieux, de l'angle d'incidence et de réfraction et de la polarisation de l'onde optique (direction du vecteur champ électrique).

En incidence normale ( $i = r = 0^\circ$ ), le coefficient de réflexion en intensité se réduit à :

$$R = \left( \frac{n_2 - n_1}{n_2 + n_1} \right)^2 \quad (\text{II.10})$$

Si les milieux n'absorbent pas, on a aussi  $T=1-R$ , où  $T$  est le coefficient de transmission en intensité.

Lors d'une réfraction depuis l'air vers un matériau de haut indice, l'intensité réfléchi peut être importante. Dans le cas d' $\text{As}_2\text{S}_3$ , verre de chalcogénure sur lequel ont portés ces travaux (voir chapitre 3), d'indice  $n = 2,48$  à  $1,55 \mu\text{m}$ , 18% de l'intensité incidente est réfléchi à l'interface air- $\text{As}_2\text{S}_3$  en incidence normale.

### **III. Les effets optiques non-linéaires**

Précédemment, nous avons décrit la propagation d'une onde lumineuse dans un matériau en termes de polarisation induite par le champ électrique de cette onde. Le champ électrique de l'onde lumineuse se propageant dans le milieu exerce des forces sur les liaisons électrons-noyaux (ou sur les ions). D'ordinaire, ces forces sont assez faibles et dans un milieu isotrope, la polarisation électrique résultante est parallèle et directement proportionnelle au champ électrique. Dans le cas de champs électromagnétiques générés par un faisceau laser, source de forte intensité émettant sur une bande spectrale étroite, la densité de puissance est plusieurs milliards de fois plus importante que celle que l'on peut obtenir en focalisant les plus puissantes sources lumineuses conventionnelles [5]. Ainsi, lorsque le champ électrique

atteint au centre du faisceau laser des valeurs proches de l'attraction coulombienne entre le noyau et les électrons ( $\sim 10^9$  V/m), les électrons sont susceptibles d'être arrachés de leur orbite. Avant d'atteindre ce cas extrême, la polarisation électronique atteint un niveau de saturation car le déplacement des charges ne peut pas augmenter indéfiniment de façon proportionnelle à E.

D'un point de vue microscopique cela revient à considérer dans l'équation du mouvement de l'oscillateur une force de rappel en puissance croissante du déplacement x de la charge (oscillateur anharmonique) :

$$\frac{d^2x}{dt^2} + k \frac{dx}{dt} + \omega_0^2 x + ax^2 + bx^3 = \frac{qE_0}{m} \exp(-i\omega t) \quad (\text{en limitant le développement à l'ordre 3}).$$

La Figure III.1 représente le mouvement du nuage électronique d'un atome sous l'effet d'un champ électrique sinusoïdal polarisé verticalement dans le plan de la figure. Elle illustre le fait que, lorsque le champ appliqué est faible, les électrons oscillent faiblement autour de leur position d'équilibre, de façon sinusoïdale. Il s'agit du régime linéaire de l'optique (cas (a)). Cependant lorsque le champ appliqué est plus intense (cas (b)), les électrons s'écartent davantage de cette position et leur mouvement est de plus en plus affecté par la présence des atomes voisins. Le mouvement périodique des électrons devient non sinusoïdal et le rayonnement des dipôles engendrés donne lieu à des harmoniques [6], composantes de fréquences multiples entiers de la fréquence excitatrice.

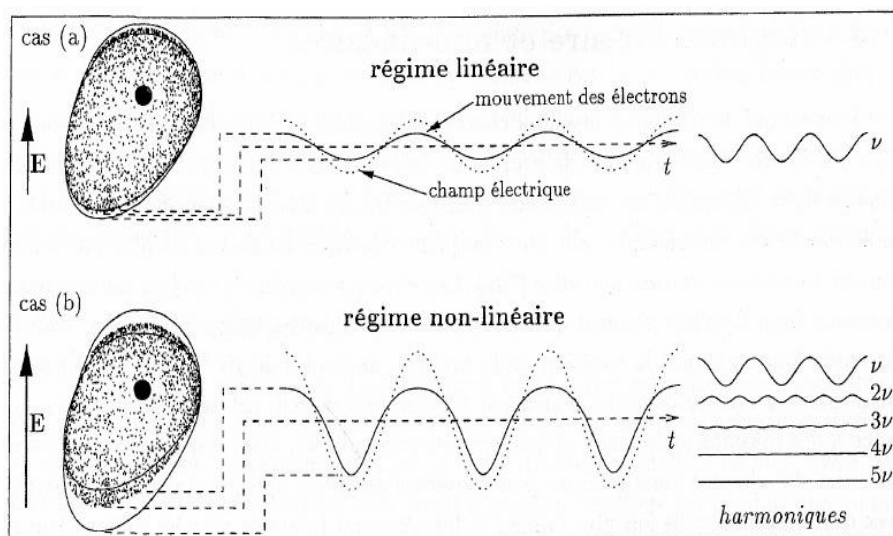


Figure III.1 : Réponse du nuage électronique en fonction de l'intensité du champ électrique sinusoïdal appliqué [7].

Comme dans le cas d'un ressort soumis à une traction élevée pour lequel l'élongation n'est plus proportionnelle à la force appliquée, le mouvement des électrons ne reproduit plus la vibration du champ électrique incident, menant ainsi à une réponse optique non linéaire.

Pour tenir compte du caractère anharmonique de la réponse périodique du milieu, la polarisation macroscopique peut être exprimée en série de puissances croissantes du champ :

$$\begin{aligned} P(t) &= \varepsilon_0(\chi^{(1)} E(t) + \chi^{(2)} E^2(t) + \chi^{(3)} E^3(t) + \dots) & \text{(III.1)} \\ &= \text{polarisation linéaire} + \text{polarisation non linéaire} \\ &= P^{(1)} + P^{(2)} + P^{(3)} \dots \end{aligned}$$

où  $\varepsilon_0$  est la permittivité du vide,  $\chi^{(1)}$ ,  $\chi^{(2)}$ ,  $\chi^{(3)}$  sont respectivement les susceptibilités diélectriques du premier, deuxième et troisième ordre.

Dans les matériaux amorphes tels que les verres ou dans les cristaux possédant un centre de symétrie, seuls les effets non linéaires d'ordre impairs existent, c'est-à-dire principalement ceux d'ordre trois. Dans le cas des cristaux non centrosymétriques, le rayonnement résultant comprend des harmoniques pairs et impairs. Dans ce cas, les effets non linéaire d'ordre deux sont en général majoritaires.

La susceptibilité linéaire  $\chi^{(1)}$  est beaucoup plus grande que les termes nonlinéaires  $\chi^{(2)}$ ,  $\chi^{(3)}$ , ... Ainsi, ces derniers ne contribuent sensiblement que pour des valeurs élevés du champs et n'ont donné lieu à des observations (et des applications) qu'avec l'avènement de sources laser d'intensité suffisamment importante.

On introduit ainsi les susceptibilités non linéaires d'ordre 2, d'ordre 3, d'ordre n.  $\chi^{(n)}$  est un tenseur d'ordre (n+1) caractéristique du milieu matériel. Ce tenseur est invariant par toute opération faisant partie du groupe de symétrie du milieu. Ainsi, si le milieu possède un centre d'inversion,  $\chi^{(2)}$  et tous les  $\chi^{(n)}$  d'ordre pair sont identiquement nuls.  $\chi^{(2)}$  est donc nul dans les fluides et dans les verres.

Cette formulation très générale du vecteur polarisation ne suppose pas que les divers vecteurs  $\vec{E}$  représentent une seule onde. Elle peut également rendre compte de la polarisation née de l'interaction d'ondes de diverses fréquences  $\omega_i$  ou même de champs continus.

On constate que la polarisation induite dans un milieu non linéaire non centrosymétrique, à l'inverse d'un milieu linéaire ou d'un milieu non linéaire

centrosymétrique, n'est pas symétrique et sature en fonction du champ appliqué (Figure III.2)

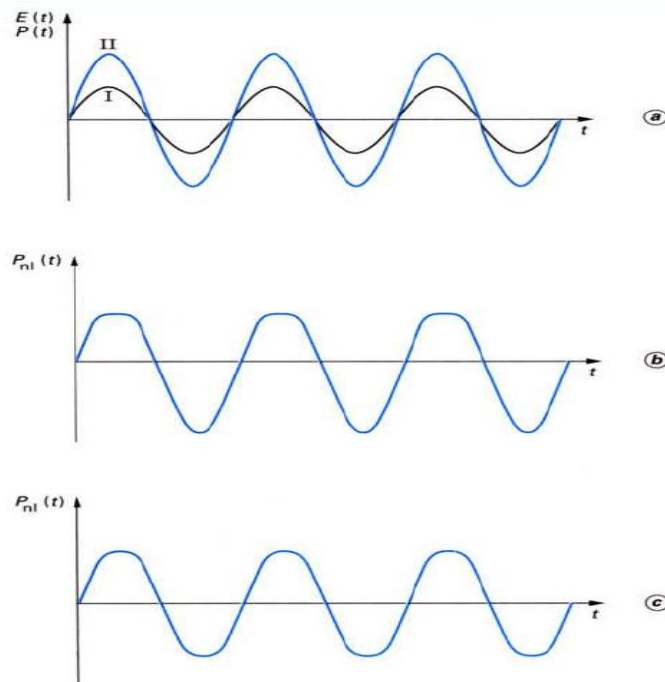


Figure III.2 : Polarisation induites  $P(t)$  par un champ électromagnétique  $E(t)$ , (a) dans un milieu linéaire, (b) dans un milieu non linéaire non centrosymétrique et (c) dans un milieu non linéaire centrosymétrique.

### III.1. Effets non-linéaires d'ordre 2

Les non linéarités d'ordre deux sont décrites par le terme :  $P^{(2)} = \epsilon_0 \chi^{(2)} E.E.$

Prenons le champ incident sous la forme :  $E(t) = E_0 \sin(\omega_1 t) + E_0 \sin(\omega_2 t)$

En reportant dans l'expression de  $P^{(2)}$  et en développant :

$$P^{(2)} = \epsilon_0 \chi^{(2)} (E_0 \sin(\omega_1 t) + E_0 \sin(\omega_2 t))^2$$

$$P^{(2)} = \frac{\chi^{(2)} E_0^2}{2} \left[ \underbrace{2 - \cos(2\omega_1 t) - \cos(2\omega_2 t)}_{\text{Doublage de fréquence}} + \underbrace{2 \cos((\omega_1 - \omega_2)t)}_{\text{Différence de fréquences}} - \underbrace{2 \cos((\omega_1 + \omega_2)t)}_{\text{Somme de fréquences}} \right]$$

On réécrit souvent cette expression sous la forme générale :

$$P^{(2)} = P^{2\omega} + P^{\omega_1 - \omega_2} + P^{\omega_1 + \omega_2} = \varepsilon_0 \chi^{(2)}(-2\omega; \omega, \omega) E^\omega E^\omega + \varepsilon_0 \chi^{(2)}(-\omega_1 + \omega_2; \omega_1, \omega_2) E^{\omega_1} E^{\omega_2} + \varepsilon_0 \chi^{(2)}(-\omega_1 - \omega_2; \omega_1, \omega_2) E^{\omega_1} E^{\omega_2}$$

Conventionnellement, les fréquences entre parenthèses indiquent, dans l'ordre, la fréquence résultante ( $\omega_3$ ) changée de signe, et les deux fréquences incidentes ( $\omega_1, \omega_2$ ). Cette formulation traduit simplement la conservation de l'énergie au cours du processus non linéaire concerné. Les différents termes du développement au deuxième ordre sont regroupés Tableau III.1

Tableau III.1 : Principaux processus non linéaires d'ordre 2 et leurs applications

<b>Fréquence du champ incident</b>	<b>Fréquence de polarisation</b>	<b>Processus</b>
$\omega_1, \omega_2$	$\omega = \omega_1 + \omega_2$	Génération de fréquence : somme (GFS)
$\omega_1, \omega_2$	$\omega = \omega_1 - \omega_2$	Génération de fréquence : différence (GFD)
$\omega_1$	$\omega = 2 \omega_1$	Génération du second harmonique (GSH)
$\omega_1, 0$	$\omega = \omega_1$	Effet Pockels
$\omega_1$	$\omega = 0$	Effet électro-optique inverse

### III.2. Effets non linéaires d'ordre 3

Les non linéarités d'ordre trois sont décrites par le terme  $P^{(3)} = \varepsilon_0 \chi^{(3)} E.E.E$ . En prenant le champ incident sous la forme  $E(t) = E_0 \sin(\omega_1 t) + E_0 \sin(\omega_2 t) + E_0 \sin(\omega_3 t)$ , un calcul analogue au précédent fait apparaître les termes non linéaires d'ordre 3 décrits dans le Tableau III.2.

Tableau III.2 : Principaux processus non linéaires d'ordre 3 et leurs applications

<b>Fréquence du champ incident</b>	<b>Fréquence de polarisation</b>	<b>Processus / Applications</b>
$\omega_1$	$3 \omega_1$	Génération du 3 <sup>ème</sup> harmonique / Spectroscopie
$\omega_1, \omega_2$	$\omega = \omega_1 + \omega_2 - \omega_2$	Effet Raman
$\omega_1$	$\omega = \omega_1 + \omega_1 - \omega_1$	Effet Kerr optique / portes optique ultrarapides
$\omega_1, \omega_2, \omega_3$	$\omega = \omega_1 + \omega_2 + \omega_3$	Addition de trois fréquences
$\omega_1, \omega_2, \omega_3$	$\omega_3 + \omega_1 = \omega_1 + \omega_2$	Mélange quatre ondes / Effet Raman stimulé
$\omega_1, 0$	$\omega = \omega_1$	Effet Kerr

Dans les matériaux massifs, la susceptibilité non linéaire d'ordre trois est essentiellement associée à la génération de troisième harmonique, mais elle intervient aussi, du fait du confinement du champ et du fait de la longueur de milieu traversé, dans l'expression des principaux mécanismes non linéaires générés dans les fibres optiques. Les effets qu'elle contribue à créer, se décomposent en deux familles :

- les effets élastiques où il n'y a aucun échange d'énergie entre le rayonnement et le matériau (effet Kerr optique).
- les effets inélastiques appelés aussi effets de diffusion qui résultent d'un échange d'énergie entre le rayonnement et le milieu de propagation (diffusion Raman et diffusion Brillouin).

Nous décrivons plus précisément les principaux effets non linéaires d'ordre trois rencontrés dans les fibres optiques dans le chapitre suivant.

#### **IV. Conclusion**

Du fait de leur non linéarité élevée [8,9] et de leur bonne transparence dans l'infrarouge spécialement dans les deux fenêtres de transmission atmosphérique (3–5  $\mu\text{m}$  et 8–12  $\mu\text{m}$ ), les verres à base de chalcogénures sont de bons candidats pour la génération de certains des effets non linéaires cités précédemment. Nous verrons en effet dans la suite de ce mémoire comment on peut mettre en œuvre ces effets dans ces matériaux.



## **V. Références**

---

- [1] Planète Sciences, Vol 4, n° 4, 10/12 (2005)
- [2] E. Hecht, Optic, 4ème Edition, (2005)
- [3] Techniques de l'ingénieur – Diélectriques-Bases théoriques, Robert Fournié et Roland Coelho
- [4] Handbook of optics, Volume II, Part 5, chp 38&39 (1995)
- [5] D. G. Bozini, J. P. Hurrell, Physical Review B, 13 7 3109-3120 (1976)
- [6] D. A. Kleinman, Physical Review, 126 1977-1979 (1962)
- [7] Thèse G. Mennerat, Université Louis Pasteur Strasbourg, (2000)
- [8] X. From Feng & al, Journal Lightwave Technol. 23 2046-54 (2005)
- [9] N.L. Boling & al, IEEE J. Quantum Electron. 14 601-8 (1978)

## Chapitre II :

# La fibre optique : de la fibre optique conventionnelle à la fibre optique microstructurée

I. Bref historique .....	26
II. Fibres optiques conventionnelles .....	28
II.1. Principe de guidage et mécanisme de réflexion totale interne RTI.....	28
II.2. Mode de propagation d'une fibre optique .....	29
II.3. Profil géométrique d'une fibre optique conventionnelle.....	31
II.4. Dégradation du signal au cours de la propagation .....	33
II.4.1. Pertes dans les fibres optiques.....	34
II.4.1.1. Pertes par absorption .....	34
II.4.1.2. Pertes par diffusion.....	34
II.4.1.2.1. Diffusion Rayleigh .....	35
II.4.1.2.2. Diffusion de Mie .....	35
II.4.1.3. Pertes par rayonnement .....	35
II.4.1.4. Atténuation totale dans une fibre optique .....	36
II.4.1.5. Pertes par couplage.....	37
II.4.2. Dispersion.....	38
II.4.2.1. Dispersion d'une fibre monomode .....	39
II.4.2.2. Dispersion d'une fibre multimode.....	40
III. Fibres optiques microstructurées FOM.....	42
III.1. Présentation.....	42
III.2. Structure des FOM (Fibres Optiques Microstructurées).....	44
III.2.1. FOM à cœur creux (guidage par Bande Interdite Photonique).....	45
III.2.2. FOM à cœur plein (guidage par Réflexion Totale Interne) .....	48
III.3. Propriétés optiques des FOM.....	49
III.3.1. Longueur d'onde de coupure .....	50
III.3.2. Dispersion chromatique .....	51
III.3.3. Propriétés non linéaires.....	52
III.3.3.1. Effet Kerr optique .....	53
III.3.3.1.1. Auto-modulation de phase .....	53
III.3.3.1.2. Modulation de phase croisée ou Intermodulation de phase.....	54
III.3.3.1.3. Mélange à quatre ondes .....	55
III.3.3.2. Diffusion Raman.....	56
III.3.3.3. Diffusion Brillouin.....	57
III.3.3.4. Le Supercontinuum.....	58
III.3.3.5. Amélioration de la non-linéarité des fibres.....	59
III.3.3.6. Applications des fibres optiques .....	61
III.3.3.6.1. FOM à cœur creux .....	61
III.3.3.6.2. FOM à cœur plein .....	61
IV. Techniques de fabrication des fibres optiques.....	63
IV.1. Réalisation de la préforme destinée à une fibre classique .....	63

IV.2. Réalisation de la préforme destinée à une FOM.....	64
IV.2.1. L'empilement de capillaires .....	65
IV.2.2. L'extrusion des préformes .....	66
IV.2.3. Le perçage des préformes .....	66
IV.3. Fibrage .....	67
V. Conclusion .....	70
VI. Références.....	71

## **I. Bref historique**

L'étude de transmission de la lumière est très ancienne, déjà en 1841, le suisse Colladon montrait que la lumière était guidée dans les filets d'un jet d'eau à Genève (Figure I.1). L'année suivante, en 1842, Jacques Babinet constatait la même chose dans les filets d'eau et des bâtons en verre. En 1880, William Wheeler employait justement des tubes de verre pour éclairer un lieu avec une source lumineuse placée ailleurs : la lumière pouvait être guidée par du verre. En 1888, Roth et Reuss utilisaient des tubes de verre en médecine pour éclairer les cavités et les viscères du corps [1].

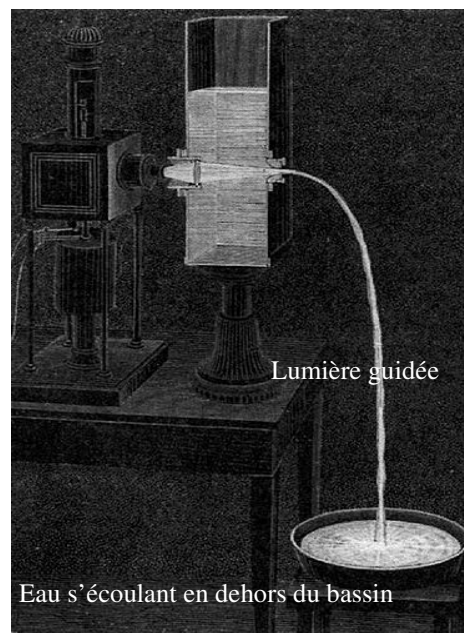


Figure I.1: Schéma descriptif du guidage de la lumière dans un jet d'eau par Colladon [2]

On voit que c'est petit à petit que la fibre optique apparaît. Encore que, jusque là, on ne peut pas vraiment parler de fibres en raison de la dimension des « guides » (bâton, tiges). On ne commence à parler de fibres qu'à partir de 1926. C'est en 1927 que Baird et Hansell eurent l'idée de travailler sur les fibres optiques au sens où nous l'entendons aujourd'hui. Ils tentèrent par la suite de mettre au point un dispositif d'images pour télévision à l'aide de fibres, mais, bien que brevetée, cette réalisation n'eut jamais vraiment d'application. C'est à partir de 1930 que l'on commence à travailler sérieusement pour la réalisation de fibres optiques.

La première application fructueuse de la fibre optique apparue seulement en 1950 avec le fibroscope, créé par Van Heel. Grâce à ce dispositif, on pouvait observer avec

beaucoup plus d'efficacité (et beaucoup moins de traumatisme) l'intérieur du corps humain et les soudures à l'intérieur des réacteurs d'avions. Malheureusement, la qualité optique de la silice ne permettait pas l'utilisation de ce dispositif sur de grandes longueurs de fibres. Dès la fin des années 1960 naît l'idée de fabrication de fibres optiques de silice pur permettant de transporter la lumière sur de grandes distances, tout en ayant une atténuation la plus faible possible

En 1968, Kwen Chi Kao réalise des fibres de silice avec des pertes de quelques dB/km [3] dans le proche infrarouge. Peu de temps après en 1970, trois inventeurs (Robert Maurer, Peter Schultz et Donald Keck de la compagnie Corning Glass Works de New-York) réussirent à mettre au point une fibre optique efficace et rentable en termes de transmission d'informations (20 dB/km à ~1000 nm) [4]. Leur fibre optique était en mesure de transporter 65 000 fois plus d'informations qu'un simple câble de cuivre. En dehors de la société Corning, plusieurs laboratoires de recherche dont Bells Telephone Laboratories montrèrent que des fibres optiques, en silice dopée ou non, pouvaient être fabriquées avec des longueurs de plusieurs kilomètres et avec des pertes de l'ordre de quelques dB/km [5].

Le premier système de communication téléphonique optique fut installé au centre-ville de Chicago en 1977. En 1979, des pertes de l'ordre de 0,2 dB/km ont été mesurées à la longueur d'onde de 1,55  $\mu\text{m}$  [6]. Une telle valeur signifiait qu'il était possible de transporter un signal optique sur une centaine de kilomètres sans utiliser de répéteur.

La liaison optique entre les centraux téléphoniques des Tuileries et Philippe-Auguste, à Paris fut en 1982 la première liaison optique en France [7]. On estime qu'aujourd'hui que plus de 80 % des communications à longues distances sont transportées par plus de 25 millions de kilomètres de câbles à fibres optiques partout dans le monde.

Dans une première phase (entre 1984 et 2000), la fibre optique a surtout été utilisée pour des applications nécessitant de forts débits. Cependant avec la baisse des coûts et les besoins croissants des particuliers pour le haut débit d'information, on envisage depuis 2005 son arrivée même chez les particuliers.

Après ce bref historique, nous allons discuter plus en détail des fibres optiques car elles constituent l'objet de nos travaux. Nous introduirons les différentes grandeurs

caractéristiques ainsi que les propriétés optiques des fibres optiques « classiques » dites fibres conventionnelles. Nous introduirons à la suite une nouvelle génération de fibres optiques : les fibres optiques microstructurées (FOM), principal objet de notre étude.

## **II. Fibres optiques conventionnelles**

### II.1. Principe de guidage et mécanisme de réflexion totale interne RTI

Comme nous l'avons vu au chapitre 1, lors du passage d'un milieu plus réfringent dans un milieu moins réfringent, la lumière est intégralement réfléchi à l'interface si l'angle d'incidence est supérieur à l'angle critique.

C'est cette propriété qui est mise à profit dans les fibres optiques « historiques » dites conventionnelles utilisées couramment ces 20 dernières années. Le principe de guidage par réflexion totale interne dans une fibre optique est schématisé dans la Figure II.1 :

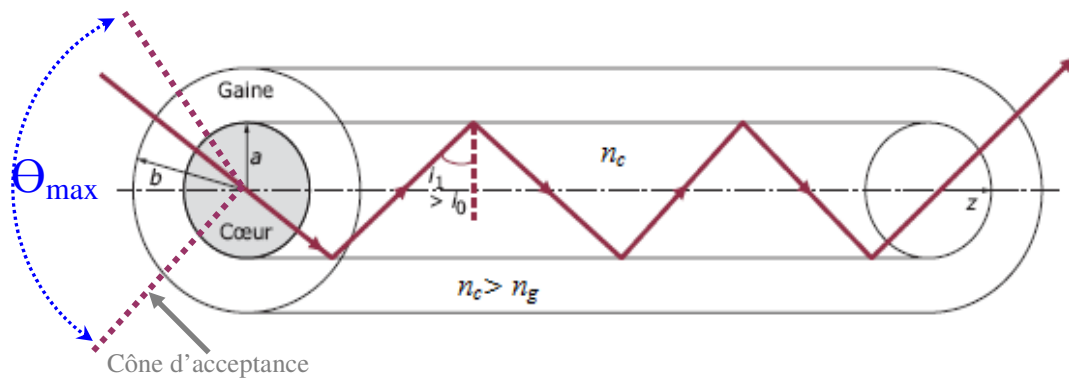


Figure II.1 : Guidage par réflexion totale interne dans une fibre conventionnelle (à saut d'indice).

La condition de réflexion totale à l'interface cœur-gaine impose un angle limite d'injection à l'interface cœur-milieu extérieur :

$$\theta_{max} = \arcsin \frac{\sqrt{n_c^2 - n_g^2}}{n_0} \quad (\text{II.1})$$

ou  $n_c$ ,  $n_g$  et  $n_0$  sont respectivement l'indice du cœur, l'indice de la gaine et l'indice du milieu dans lequel est plongé la fibre. Cet angle détermine le cône d'acceptance de la fibre. Traditionnellement, c'est la valeur du sinus de cet angle, appelé Ouverture

Numérique (ON), que l'on utilise pour caractériser cette aptitude de la fibre à collecter la lumière dans le cœur :

$$ON = \frac{\sqrt{n_c^2 - n_g^2}}{n_0} \quad (\text{II.2})$$

Plus l'ouverture numérique est grande, plus l'angle d'acceptance augmente. Il semble préférable a priori d'avoir des ouvertures numériques les plus élevés possibles.

La force de guidage d'une fibre optique est définie à partir de la valeur de l'indice de la gaine et de l'ouverture numérique par la relation (II.3) :

$$\Delta = \frac{(n_c^2 - n_g^2)}{2n_g^2} = \frac{ON^2}{2n_g^2} \quad (\text{II.3})$$

Dans la plupart des fibres optiques  $\Delta < 0,01$ , indice de cœur et indice de gaine sont donc très peu différents.

## II.2. Mode de propagation d'une fibre optique

Si le raisonnement « optique géométrique » précédent permet de déterminer les conditions d'injection (ouverture numérique) dans une fibre optique, il ne permet pas en revanche de décrire la propagation du rayonnement dans la fibre. En effet, cette approche purement géométrique sous entend implicitement que tous les angles d'incidences  $i$  tels que  $i < \frac{\theta_{max}}{2}$  conviennent, ce qui n'est pas le cas. L'approche ondulatoire devient alors nécessaire pour traiter ce problème.

Compte tenu des conditions aux limites et de la symétrie du problème, la solution à l'équation de propagation dans le guide est de la forme :

$$\left[ \frac{J'_v(u)}{uJ'_v(u)} + \frac{K'_v(v)}{vK'_v(v)} \right] \cdot \left[ \frac{k_c^2 J'_v(u)}{uJ'_v(u)} + \frac{k_g^2 K'_v(v)}{vK'_v(v)} \right] = \beta^2 v^2 \left[ \frac{1}{u^2} + \frac{1}{v^2} \right] \quad (\text{II.4})$$

Dans cette expression, les fonctions  $J'_v(u)$  et  $K'_v(v)$  sont des fonctions de Bessel,  $v$  est un nombre entier (nombre azimutal),  $u$  et  $v$  sont les constantes de propagation définies par les relations :

$$u = \sqrt{k_0^2 n_c^2 - \beta^2} \quad (\text{II.5})$$

$$v = \sqrt{\beta^2 - k_0^2 n_g^2} \quad (\text{II.6})$$

où  $\beta$  est la composante du vecteur d'onde sur l'axe de propagation de la fibre,  $k_0 = \frac{\omega}{c}$  est le nombre d'onde dans le vide ( $k_c = n_c k_0$ ,  $k_g = n_g k_0$ ).

Pour chaque valeur du nombre azimutal  $v$ , il existe un nombre fini de solution à l'équation II.4. Comme  $u$ ,  $v$  et  $\beta$  sont reliés entre eux, il existe un ensemble de solutions discrètes notées  $\beta_{v,\mu}$  pour la constante de propagation. Les ondes planes associées sont appelées modes de propagation de la structure. Du point de vue de l'optique géométrique, tout se passe comme si seul un nombre discrets d'angles (contenus dans le cône d'acceptance) donnait lieu à une propagation sans pertes dans la fibre.

Dans le cas où  $v$  est nul, on obtient les modes transverses électriques TE et magnétiques TM. Dans le cas contraire, ce sont des modes hybrides EH et HE qui sont obtenus suivant le signe de l'équation (II.4.). La fréquence normalisée, définie par  $V^2 = u^2 + v^2$ , peut s'écrire, à une longueur d'onde donnée, sous la forme :

$$V = ka \sqrt{n_c^2 - n_g^2} = \frac{2\pi a}{\lambda} ON \quad (\text{II.7})$$

où  $a$  est le rayon du cœur de la fibre

Pour  $V < 2,405$ , seul le mode fondamental  $LP_{01}$  (ou mode  $HE_{11}$ ) [8] se propage, la fibre est alors qualifiée de monomode. La fibre devient multimode lorsque le mode suivant  $LP_{11}$  ( $TE_{01}$   $TM_{01}$ ) se propage également, soit pour  $V > 2,405$ [9].

Sur la Figure II-2 sont représentés les profils d'intensités du champ électrique pour les trois premiers modes  $LP_{1m}$ .



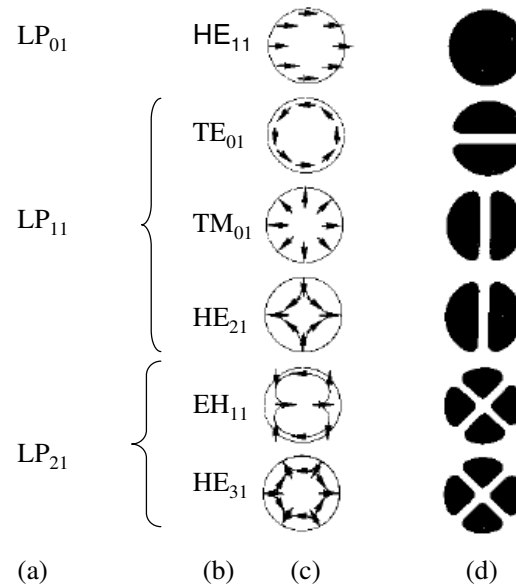


Figure II.2 : Configurations du champ électrique des trois premiers modes LP illustrées par les modes exacts les constituant : (a) notation des modes LP ; (b) notation exacte des modes ; (c) distribution du champ électrique des modes exacts ; (d) distribution de l'intensité  $E_x$  des modes exacts indiquant le profil d'intensité du champ électrique pour les modes LP correspondants.

La fréquence normalisée donne une indication directe du nombre de modes N qu'une fibre multimode peut propager via l'approximation :  $N = V^2/2$ . A la valeur  $V=2,405$  déterminant le passage du régime monomode au régime multimode, on peut associer la longueur d'onde de coupure  $\lambda_c$  :

$$\lambda_c = \frac{2\pi a_0 N}{2,405} \quad (\text{II.8})$$

Pour une longueur d'onde donnée et pour des indices de cœur et de gaine données, la longueur d'onde de coupure permet de calculer le rayon maximal du cœur pour avoir une fibre monomode :

$$a_{\max} = \frac{2,405 \cdot \lambda}{2\pi \cdot N} \quad (\text{II.9})$$

### II.3. Profil géométrique d'une fibre optique conventionnelle

Les fibres optiques conventionnelles les premières à avoir été utilisées, sont des guides d'onde cylindriques en verre formés d'une partie interne, le cœur d'indice  $n_c$ , entourée d'une enveloppe d'un verre d'indice  $n_g$  légèrement inférieur, l'ensemble étant

protégé par une gaine protectrice en polymère. La Figure II.3. schématise le dispositif (les dimensions ne sont qu'indicatives) :

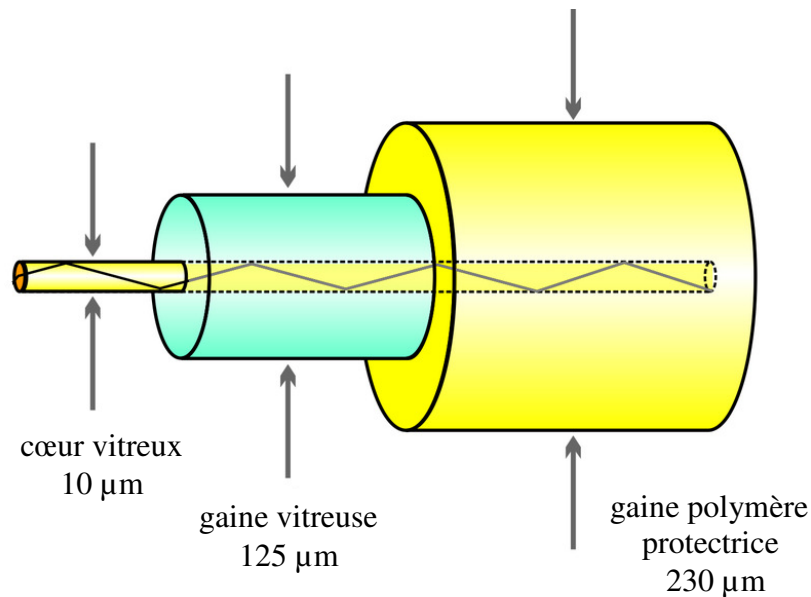


Figure II.3 : Schéma descriptif de la structure d'une fibre optique conventionnelle

En théorie, la gaine n'est pas indispensable puisque les rayons seraient guidés par une fibre nue (fibre monoindice). Elle permet essentiellement de modifier l'ouverture numérique et donc toutes les grandeurs associées (longueur d'onde de coupure, diamètre de la fibre,...). Elle permet également d'insensibiliser le fonctionnement de la fibre à l'indice du milieu extérieur

Bien que cette classification soit discutable (distinction par profil et caractéristique modale), on distingue traditionnellement trois types de fibres : les fibres multimodes à saut d'indices, les fibres à gradient d'indice et les fibres monomodes. Les fibres à saut d'indice présentent une discontinuité de l'indice à l'interface cœur-gaine, alors que pour les fibres à gradient d'indice la variation d'indice est continue de l'indice de cœur à l'indice de gaine. Les fibres monomodes sont généralement des fibres à saut d'indice et à petit cœur. La Figure II.4 est une représentation schématique de ces trois types de fibre.

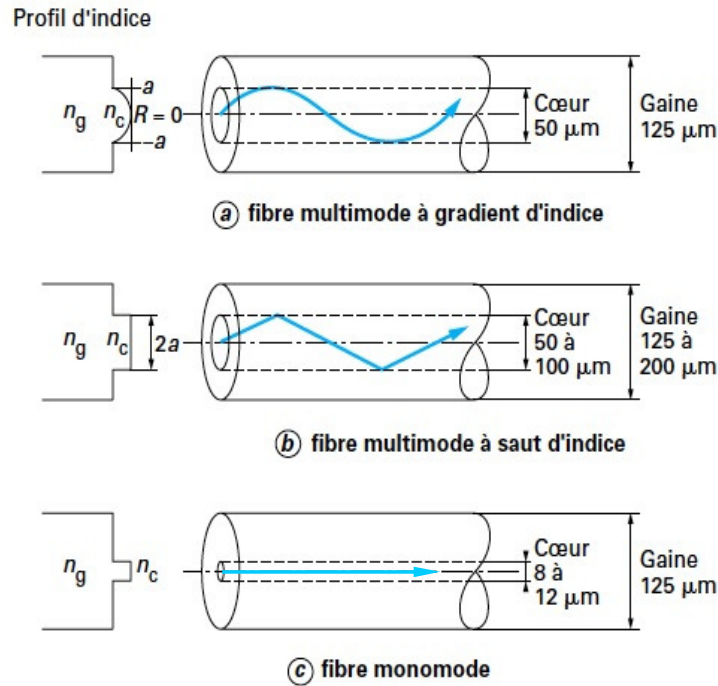


Figure II.4: Profil de l'indice de réfraction pour les trois types de fibres optiques conventionnelles (fibre multimode à saut d'indice, fibre multi-mode à gradient d'indice et fibre monomode à saut d'indice).

#### II.4. Dégradation du signal au cours de la propagation

Deux phénomènes distincts participent à la dégradation d'une impulsion lumineuse lors de sa propagation dans une fibre (Figure II.5). D'une part, son amplitude décroît (pertes), d'autre part, l'impulsion s'étale (dispersion) : au fur et à mesure qu'une impulsion se propage, elle est d'une part atténuée (pertes), d'autre part élargie.

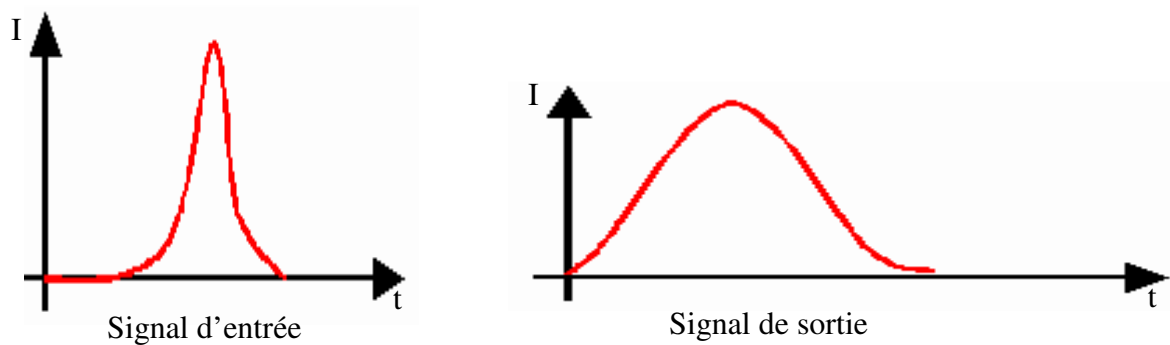


Figure II.5: Illustration schématique de la dégradation du signal

#### II.4.1. Pertes dans les fibres optiques

De nombreux phénomènes participent à l'atténuation du signal lors de sa propagation. Certains sont liés au matériau et à sa « qualité » (absorption, diffusion) d'autres sont liés à des « fuites » du champ électromagnétique hors de la fibre.

##### II.4.1.1. Pertes par absorption

Comme nous l'avons vu au Chapitre 1, la plage de transparence d'un matériau s'étend des bandes d'absorption électronique aux faibles longueurs d'ondes (Band Gap) aux bandes d'absorption de réseau (absorption multiphoton) aux grandes longueurs d'ondes. C'est deux absorption sont intrinsèques. Ces deux bandes déterminent le domaine d'utilisation du matériau (200-2000 nm pour la silice, 600-9000 nm pour un verre de chalcogénure  $As_2S_3$ ). Entre ces deux bandes intrinsèques existent bien souvent des bandes extrinsèques dues à la présence d'impuretés comme le carbone, les métaux de transitions, l'eau. Ces impuretés peuvent provenir des matières premières et peuvent également être intégrées au matériau lors de sa synthèse. Les principaux groupements responsables d'absorptions dans un verre  $As_2S_3$  sont donnés dans le Tableau II.2 :

Tableau II.2 : Position des principales bandes d'absorptions extrinsèques dans un verre  $As_2S_3$   
[ 10]

<i>Impureté</i>	<b>OH</b>	<b>SH</b>	<b>CO<sub>2</sub></b>	<b>CS</b>	<b>CS<sub>2</sub></b>	<b>H<sub>2</sub>O</b>	<b>AsO</b>
<i>Position</i>	2,9	4,03	4,26	4,94	6,62	2,29	7,5
<i><math>\lambda(\mu m)</math></i>	2,92	4,1		7,6		6,3	7,9

##### II.4.1.2. Pertes par diffusion

Il existe essentiellement deux processus de diffusion élastique (sans changement de fréquence du rayonnement) participant aux pertes lors de la propagation dans une fibre optique : la diffusion Rayleigh et la diffusion de Mie.

#### II.4.1.2.1. Diffusion Rayleigh

La Diffusion Rayleigh est observée quand la longueur d'onde du rayonnement qui se propage est beaucoup plus grande que la taille des centres diffusant. Nous avons vu au Chapitre 1 que le champ électrique oscillant crée dans le matériau des dipôles oscillants (moment dipolaire électronique). Ces dipôles rayonnent à leur tour, à la même fréquence que le champ, dans toutes les directions (l'intensité rayonnée dépend de la direction), c'est la diffusion Rayleigh. L'intensité diffusée est inversement proportionnelle à la puissance quatre de la longueur d'onde :  $I \propto \frac{1}{\lambda^4}$ . Cette diffusion dépend de la nature des dipôles atomiques ou moléculaires. Elle est intrinsèque à tout matériau. Les fluctuations local de composition donc de densité et donc d'indice, entraînent également de la diffusion Rayleigh.

#### II.4.1.2.2. Diffusion de Mie

La Diffusion de Mie est observée quand la longueur d'onde du rayonnement qui se propage est de l'ordre de la taille des centres diffusant [11]. Elle est due à la présence d'éléments diffusant discrets, tels que des particules ou des cristallites. Cette diffusion peut également être provoquée par des imperfections « géométriques » de la fibre dues par exemple à la mauvaise qualité de l'interface cœur-gaine. L'intensité diffusée est inversement proportionnelle à la puissance deux de la longueur d'onde  $I \propto \frac{1}{\lambda^2}$ . C'est une diffusion extrinsèque qui dépend de la qualité de la synthèse et de la fabrication de la fibre.

Des défauts macroscopiques de dimensions nettement supérieures à la longueur d'onde peuvent également provoquer une diffusion indépendante de la longueur d'onde.

#### II.4.1.3. Pertes par rayonnement

A partir du moment où on injecte la lumière dans le cône d'acceptance, la condition de réflexion totale à l'interface cœur-gaine est rempli et les modes devraient se propager sans « sortir » du cœur. Toutefois, lorsque la fibre est courbée, les conditions de guidage changent et certains modes peuvent ne plus être en condition de réflexion totale, ils sont alors réfractés dans la gaine [12]. (Figure II.6)

La présence de défauts géométriques à l'interface cœur-gaine (microcourbure et/ou macrocourbures) peut engendrer également « une fuite » des modes dans la gaine. L'étude de la courbure d'une fibre à saut d'indice a été réalisée par C. Vassalo dans [13].

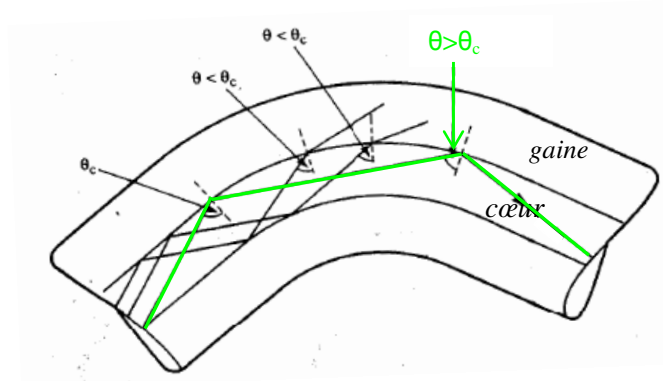


Figure II.6 : Schéma descriptif d'une courbure au niveau d'une fibre conventionnelle, montrant les phénomènes de guidage et de « fuite » de lumière en fonction des angles  $\theta$  et  $\theta_c$  (angle critique).

#### II.4.1.4. Atténuation totale dans une fibre optique

Finalement une fibre optique est caractérisée par son atténuation totale, englobant les différents types de pertes décrits précédemment. L'atténuation d'une fibre est exprimée en décibel par unité de longueur (dB/m ou dB/km) et est donnée par l'expression suivante :

$$\alpha_{\text{dB/m}} = \frac{10}{L} \log \frac{P}{P_0} \quad (\text{II.10})$$

où  $P_0$  est la puissance injectée en entrée,  $P$  la puissance mesurée en sortie et  $L$  la longueur de la fibre optique.

Pratiquement, l'atténuation est mesurée selon la méthode du « cut-back » [14]. On mesure l'intensité transmise par une fibre de longueur  $L_1$ , clivée à ses deux extrémités, après optimisation de l'alignement optique en entrée et en sortie de fibre de telle manière à obtenir une intensité maximale. La fibre est ensuite raccourcie jusqu'à une longueur  $L_2$  du côté détecteur afin ne pas modifier les conditions d'injection. L'intensité maximum  $I_2$  est obtenue en réglant la sortie de fibre. L'atténuation de la fibre exprimée en dB/m est donnée par la relation suivante :

$$\alpha_{\text{dB/m}} = \frac{10}{L_1 - L_2} \log \frac{I_2}{I_1} \quad (\text{II.11})$$

L'atténuation peut être mesurée à une longueur d'onde donnée (la source utilisée est alors un laser) ou sur toute une plage de longueur d'onde (mesure sur un spectromètre UV-Vis-IR), on parle alors d'atténuation spectrale  $A(\lambda)$ .

La Figure II.7. donne l'évolution de l'atténuation spectrale d'une fibre de silice en fonction de la longueur d'onde, les différents phénomènes responsables de l'augmentation des pertes y sont rappelés.

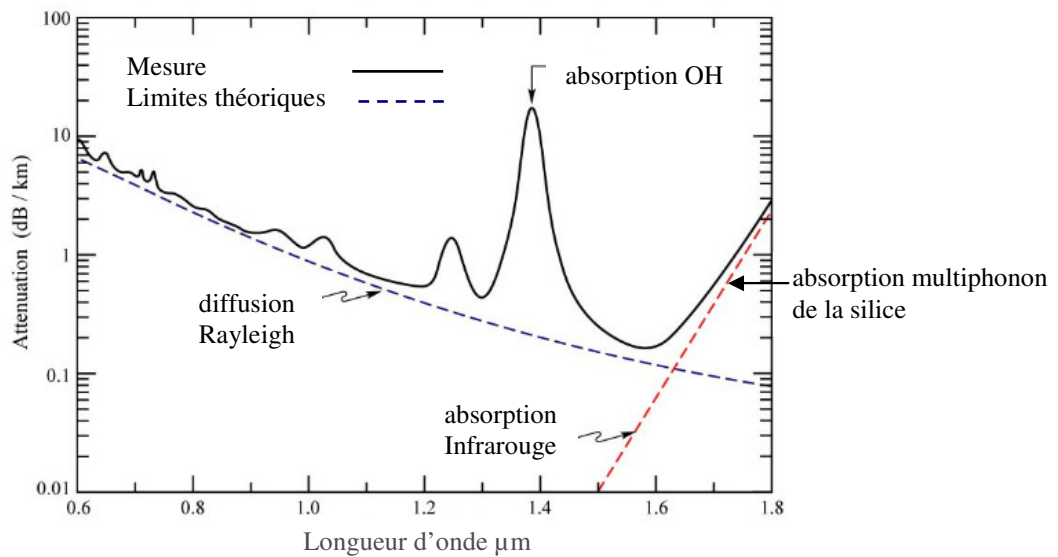


Figure II.7 : Atténuation spectrale d'une fibre de silice

#### II.4.1.5. Pertes par couplage

Lors de l'injection dans la fibre optique l'intégralité du rayonnement incident ne rentre pas dans le cœur ou ne se propage pas dans la fibre. Trois principales raisons à cela :

- comme nous l'avons vu au chapitre 1, dès lors qu'il existe une discontinuité d'indice, une partie de la lumière est réfléchi (réflexion de Fresnel). L'intensité réfléchi est d'autant plus importante que la différence d'indice des deux milieux est grande. Pour des fibres en verre de chalcogénures  $\text{As}_2\text{S}_3$ , 17% de la lumière (en réflexion normale) est réfléchi à la surface du dioptre. Ce pourcentage augmente avec la valeur de l'angle d'incidence. Le même phénomène se reproduit en sortie de fibre lors du passage du cœur à l'espace libre. La qualité du couplage (quantité

de lumière injectée dans la fibre) dépend donc très fortement de la qualité de la surface transverse de la fibre (clivage).

- pour les fibres à petit cœur la dimension de la tache au point de focalisation des optiques de couplage peut être bien supérieure au diamètre du cœur de la fibre optique. Une partie de la lumière est alors injectée dans la gaine où elle peut se propager sur une certaine longueur (mode de gaine).
- pour se propager dans la fibre optique, la lumière doit être injectée dans le cône d'acceptance, les rayons en dehors du cône d'acceptance « fuient » le cœur et sont réfractés dans la gaine. Pour éviter ce problème, il faut adapter l'optique d'injection à l'ouverture numérique de la fibre. Là encore, la quantité de lumière injectée effectivement dans le cœur dépend de la qualité de la surface transverse de la fibre (clivage). Ces pertes ne dépendent pas de la qualité de la fibre, n'interviennent pas dans l'atténuation. Finalement dans une fibre optique, les différents types de pertes qui sont susceptibles d'exister sont représentés par le schéma de la Figure II.8 :

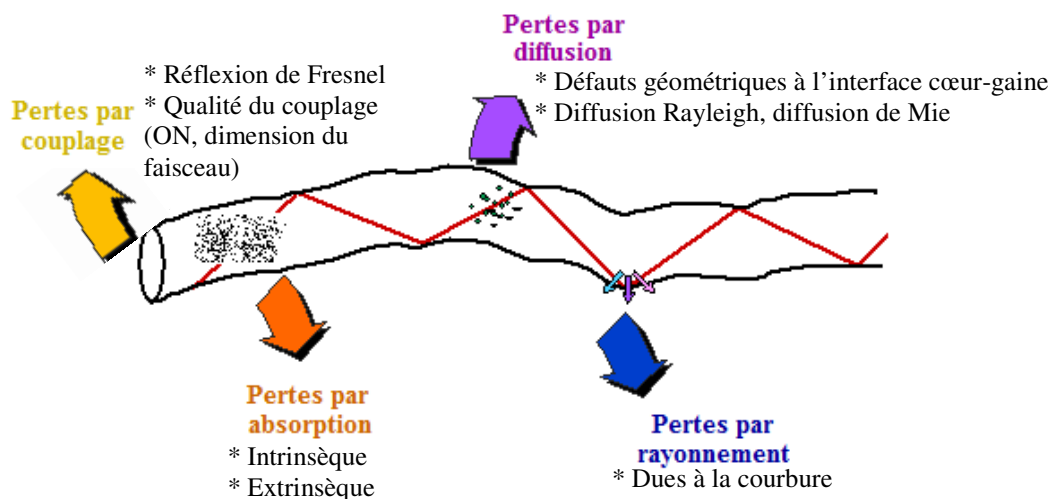


Figure II.8 : Schéma récapitulatif des différents types de pertes dans une fibre optique

#### II.4.2. Dispersion

Outre le phénomène d'atténuation décrit précédemment, on observe systématiquement, lors de la propagation d'une impulsion, un « étalement » de celle-ci.

- la largeur spectrale d'une impulsion n'étant jamais nulle et la vitesse de propagation dépendant de la longueur d'onde, on observe un étalement temporel de l'impulsion de départ au cours de la propagation, on parle de



dispersion chromatique (ou dispersion intra-modale).

- d'autre part, chacun des modes d'une fibre se propage à une vitesse différente (ou ne parcourt pas la même distance, ce qui revient au même), les modes « faiblement » inclinés par rapport à la direction de propagation se propagent plus vite que les modes possédant un angle important par rapport à la direction de propagation, on parle alors de dispersion inter-modale.

#### II.4.2.1. Dispersion d'une fibre monomode

Dans le cas d'une fibre monomode, seule la dispersion chromatique est présente. Celle-ci résulte de la combinaison de deux contributions :

- une contribution due au matériau. Comme nous l'avons vu au chapitre 1, l'indice de réfraction d'un matériau est une fonction de la longueur d'onde (la fonction  $n(\lambda)$  peut être approchée par l'équation de Sellmeier).
- une contribution due au guide (dispersion du guide). Dans les fibres standards, celle-ci est généralement plus faible que la dispersion due au matériau. Cette contribution dépend essentiellement des paramètres opto-géométriques de la fibre (diamètre de cœur, différence d'indice cœur-gaine).

Souvent, la contribution due au guide varie en sens opposé à la contribution due au matériau. Les deux effets peuvent donc se compenser à certaines longueurs d'onde (Figure II.9). En ajustant la dispersion du guide (la dispersion matériau n'étant pas modifiable), on peut minimiser la dispersion totale à la longueur d'onde de travail.

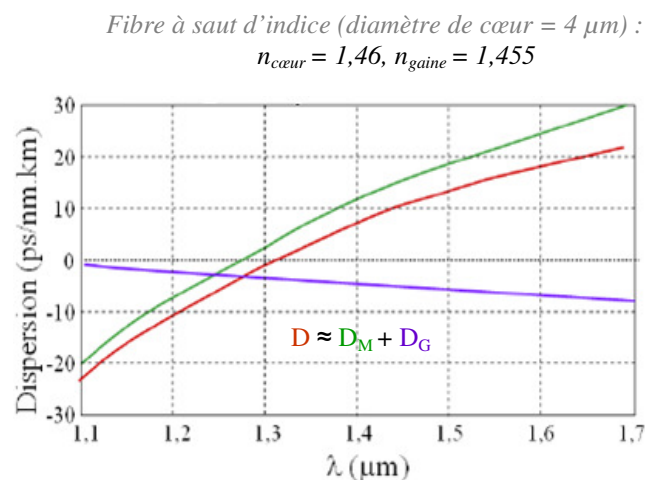


Figure II.9 : Dispersion de guide, du matériau et dispersion chromatique totale d'une fibre silice monomode à saut d'indice

Dans une fibre mono-mode, la dispersion totale est la somme algébrique de la dispersion du matériau et de la dispersion du guide.

Dans la littérature, la dispersion chromatique est souvent caractérisée par l'une des deux grandeurs  $\beta_2$  ou  $D$  [8] avec :

$$\beta_2 = \frac{1}{c} \left( 2 \cdot \frac{dn}{d\omega} + \omega \frac{d^2n}{d\omega^2} \right) \quad (\text{II.12})$$

$$D = -\frac{2\pi c}{\lambda^2} \beta_2 \text{ (ps.nm}^{-1}.\text{km}^{-1}\text{)} \quad (\text{II.13})$$

Suivant le signe de  $D$ , on distingue deux régimes de 'fonctionnement' différents :

- Pour  $D < 0$  ( $\beta_2 > 0$ ) : la fibre présente une dispersion dite normale, les composantes hautes fréquences (décalées vers le bleu) d'une impulsion se déplacent plus lentement que les composantes basses fréquences (décalées vers le rouge).
- Pour  $D > 0$  ( $\beta_2 < 0$ ) : la fibre présente une dispersion dite anormale, les composantes hautes fréquences (décalées vers le bleu) d'une impulsion se déplacent plus vite que les composantes basses fréquences (décalées vers le rouge).

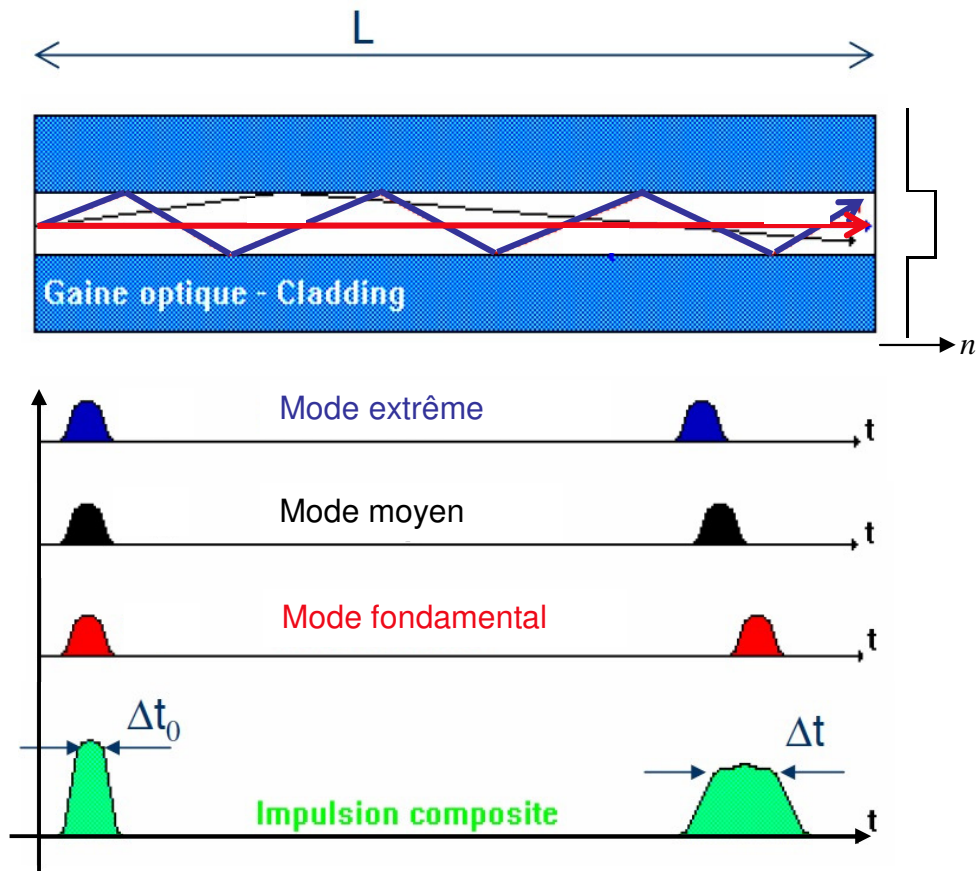
Pour limiter l'étalement temporel d'une impulsion lumineuse se propageant dans une fibre, deux solutions sont possibles

- l'utilisation d'une fibre dont la dispersion est nulle à la longueur d'onde de l'impulsion. Pour la fibre représentée dans la Figure II.9. la dispersion chromatique de la fibre ne peut être annulée qu'à des longueurs d'onde supérieures à 1,27  $\mu\text{m}$ .
- faire transiter l'impulsion allongée dans une fibre présentant une dispersion de signe opposé.

En outre, comme nous le verrons plus loin, le choix du régime de propagation modifie la mise en jeu des phénomènes non linéaires.

#### II.4.2.2. Dispersion d'une fibre multimode

Lorsqu'un faisceau incident excite plusieurs modes, ceux-ci se propagent avec des vitesses différentes, l'impulsion initiale « se décompose » au cours de la propagation, entraînant un élargissement temporel (Figure II.10). On parle de dispersion intermodale.



*Figure II.10 : Illustration du phénomène de dispersion intermodal dans une fibre multimode*

La dispersion des fibres limite leurs utilisations dans le domaine des télécommunications. Pour une fibre silice multimode à saut d'indice l'écart de propagation entre les différents modes limite le débit de transmission à 20 Mbit/s sur 1 km, ce qui est beaucoup trop faible pour envisager des communications à haut débit sur de grandes distances. C'est la raison pour laquelle on utilise des fibres monomodes dans ces applications.

### **III. Fibres optiques microstructurées FOM**

#### III.1. Présentation

L'idée de concevoir des fibres optiques avec des trous d'air est née dans les années 1970 [15]. Cette idée consistait à conserver un matériau à faible pertes (la silice dont les pertes augmentent avec le dopage en germanium) tout en conservant la différence d'indice entre le cœur et la gaine permettant la propagation des faisceaux lumineux. A l'époque, d'un côté les structures proposées n'étaient pas périodiques et d'un autre côté le développement de la technique CVD (pour : Chemical Vapor Deposition) dans la fabrication des fibres (à saut d'indice) a entraîné l'abandon de ces travaux. Il fallu attendre la fin des années 1990, pour qu'à nouveau cette idée soit reprise[16-20].

En 1996, la première fibre optique microstructurée air-silice présentant une structure périodique est élaborée à Bath par Knight [17]. Cette fibre était constituée de 217 capillaires de silice en arrangement hexagonal (Figure III.1). Le succès de cette première tentative entraîna rapidement l'apparition de toute une série de nouvelles fibres. En effet, la présence des microcanaux d'air dans la gaine influence fortement la propagation du champ électromagnétique. La maîtrise des paramètres opto-géométrique permet de modifier les propriétés de propagation de la fibre en «jouant» sur le contraste d'indice et la dispersion chromatique du guide.

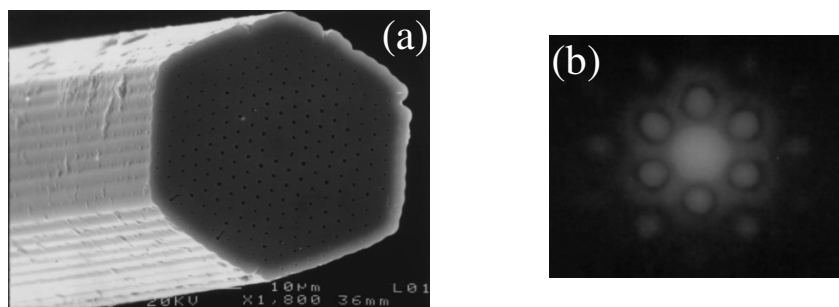


Figure III.1 : Image MEB d'une section de la première FOM cœur plein élaborée par Knight et al en 1996 (a) et profil du champ à 632,8 nm (b).

La Figure III.2. présente quelques exemples de FOM fabriquées aujourd'hui.

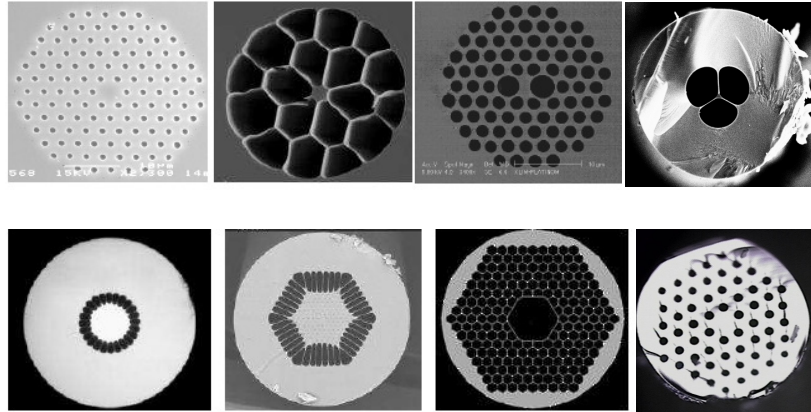


Figure III.2 : Photographie de plusieurs fibres optiques microstructurées

Ainsi toute une série de nouvelles fibres telles que les fibres à large diamètre de mode [21], à dispersion contrôlée [22,23], à cœur creux [24], les fibres biréfringentes [25] et à cœurs multiples [26] sont apparues depuis 1996. Le fort contraste d'indice associé à un fort confinement sur des aires effectives réduites et à une bonne gestion de la dispersion [27,28] exacerbe les propriétés non linéaires du cœur. En ce qui concerne leurs applications, ces fibres sont particulièrement intéressantes dans la génération de nouvelles sources à spectre très étendu (supercontinuum).

La majorité des travaux concernant les fibres optiques microstructurées ont été menés sur des fibres silice. L'utilisation de matériaux transparents dans l'infra rouge (chalcogénures, tellurites) permet d'envisager d'étendre les applications de ce type de fibres au domaine de l'infrarouge. La première FOM à base de verre chalcogénure (GLS : Gallium, Lanthane et Soufre) a été élaborée en 2000 [29]. Toutefois, aucune caractérisation n'a été possible sur cette dernière car elle ne guidait pas la lumière. Figure III.3 :

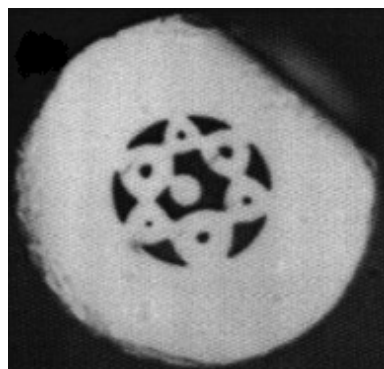


Figure III.3 : Image de la première FOM en GLS, empilement de six capillaires autour d'un cœur formant la microstructure.

### III.2. Structure des FOM (Fibres Optiques Microstructurées)

L'expression « fibre optique microstructurée » (FOM) est un terme générique utilisé pour représenter un guide d'onde fibré constitué d'une maille régulière de canaux d'air autour d'un coeur creux (« hollow core fiber ») ou solide (« holey fiber », « Solide core fiber »). Le terme « Photonic Crystal Fibers » ou fibres à cristaux photoniques est également utilisé de façon imprécise pour décrire ces différentes fibres. Les fibres microstructurées se divisent en deux sous-familles correspondant à deux principes de guidage différents. (Figure III.4).

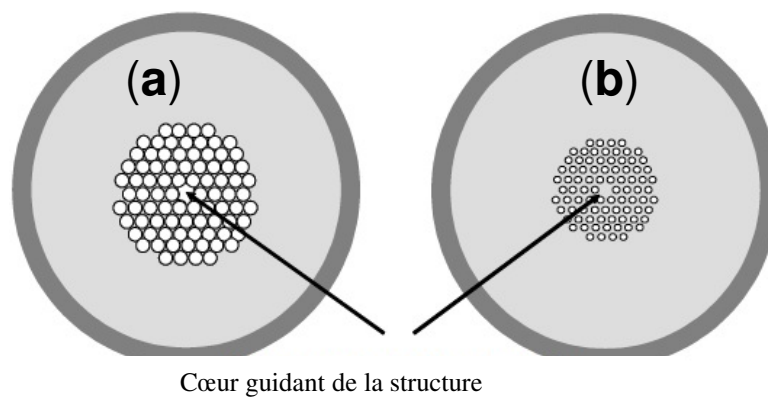


Figure III.4 : Exemple de sections transverses des deux familles de fibres microstructurées : (a) A bande interdite photonique 'cœur creux' et (b) à réflexion totale interne 'cœur plein'[30]

La première famille regroupe les fibres dites à bandes interdites photoniques (« photonic band gap fiber ») pour lesquelles la propagation guidée est basée sur la réflexion cohérente de la lumière dans la gaine périodique entourant le coeur (indice du coeur inférieur à l'indice moyen de la gaine). Le confinement de l'onde dans le coeur peut être obtenu pour tout indice de réfraction. C'est pour cela que la propagation guidée dans un coeur creux est possible. La seconde famille est constituée des fibres dites à guidage par réflexion totale interne modifiée (« modified total internal reflection »), dont le guidage est similaire à celui des fibres optiques conventionnelles à saut d'indice (indice du coeur supérieur à l'indice moyen de la gaine).

Les fibres microstructurées sont constituées d'un arrangement d'inclusions (généralement des trous d'air) sur la section transversale de la fibre [31]. Cette structure est invariante le long de l'axe de la fibre. Les deux paramètres principaux décrivant un tel arrangement sont la distance  $\Lambda$  entre le centre de deux trous adjacents et le diamètre des trous  $d$  qui permettent de définir le rapport  $d/\Lambda$  correspondant à la fraction

d'air présente dans la fibre (Figure III.5). Le nombre de couronnes de trous utilisé pour former la gaine est également un critère important pour la réduction des pertes de guidage.

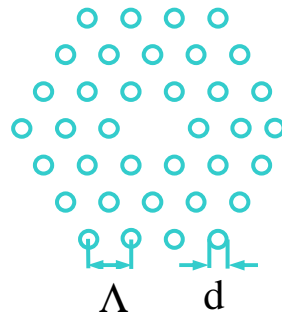


Figure III.5 : Représentation schématique de la microstructure d'une section de fibre faisant apparaître les paramètres  $d$  et  $\Lambda$ .

On jouant sur les valeurs des deux paramètres  $d$  et  $\Lambda$ , on peut obtenir un nombre « illimité » de types de FOM, le choix du « design » étant fonction de l'application recherchée. Par étirage des fibres microstructurées on peut également obtenir des structures de dimension submicronique (appelées Taper) [32].

### III.2.1. FOM à cœur creux (guidage par Bande Interdite Photonique)

Dans les fibres à cœur creux (généralement un cœur « d'air »), la lumière « passant » d'un milieu moins réfringent à un milieu plus réfringent, il ne peut y avoir réflexion totale. La propagation guidée est basée sur la réflexion cohérente de la lumière dans la gaine périodique entourant le cœur : le principe de guidage est celui observé dans les cristaux photoniques.

Les cristaux photoniques sont constitués d'un arrangement périodique de matériaux d'indices de réfraction différents. La périodicité peut être orientée selon un ou plusieurs axes, de telle sorte que l'on pourra parler de cristaux photoniques 1D ou 2D. En raison de la périodicité, il peut exister une bande de longueurs d'onde pour laquelle la propagation de la lumière est interdite. On parle alors de bande interdite photonique (BIP). Si l'on introduit un défaut de périodicité dans le réseau, un faisceau lumineux dont la longueur d'onde appartient à la BIP pourra être piégé et propagé au niveau du défaut (de la même manière qu'un électron peut être piégé sur un niveau d'impureté situé dans la bande interdite d'un semi-conducteur). On peut réaliser des guides d'onde dont l'indice de réfraction du défaut est inférieur à l'indice environnant.

On peut donc concevoir des fibres à cœur d'air à guidage par bande interdite photonique.

Les premières fibres optiques basées sur ce principe furent les fibres de Bragg, fibre à bande interdite photonique 1D (BIP 1D) (Figure III.6). Cette dernière est constituée de couches de haut et bas indices entourant un cœur d'air ou de tout autre matériau (liquide, solide ou gaz quel que soit l'indice).

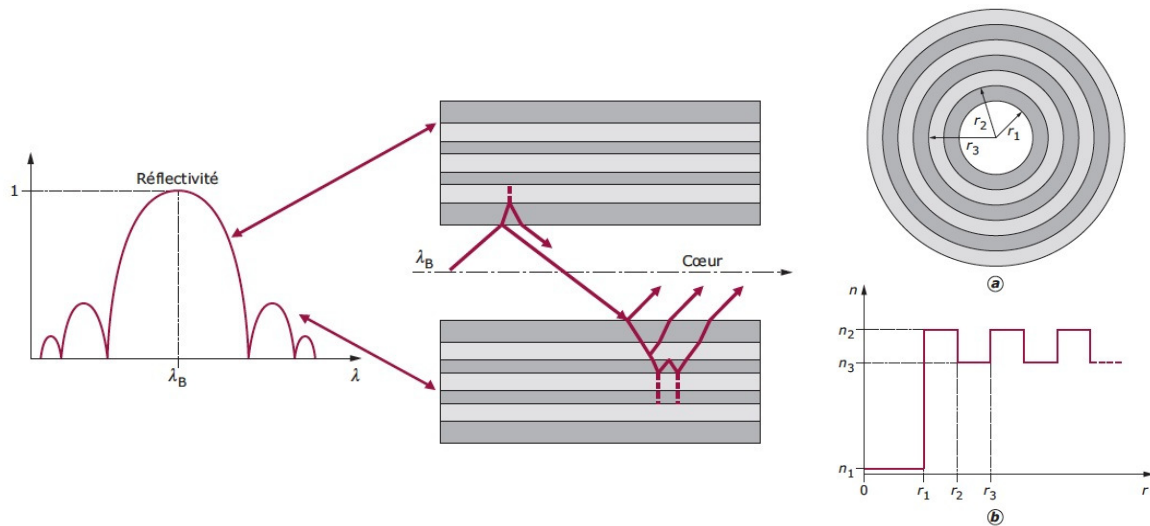


Figure III.6 : Schéma descriptif de propagation de la lumière dans une fibre à bande interdite photonique.

À l'interface cœur/gaine, l'onde incidente est décomposée en une onde réfléchie et une onde réfractée. Il en est de même à chaque interface suivante. La superposition en phase des ondes réfléchies donne une onde guidée dans le cœur. Du fait de la stratification périodique, les ondes réfléchies présentent un déphasage bien défini les unes par rapport aux autres. Elles interfèrent donc, de manière constructive ou destructive selon la valeur du déphasage, qui dépend de la longueur d'onde et de l'angle d'incidence du rayon lumineux. Pour certaines longueurs d'onde et certains angles d'incidence, la structure multicouche se comporte alors comme un miroir. En remplaçant les couches diélectriques par des canaux d'air formant un miroir de Bragg à deux dimensions, on réalise alors une fibre à cristal photonique ou BIP 2D.

La taille et la répartition des trous permettent de déterminer les longueurs d'onde et les angles d'incidence pour lesquels la lumière est réfléchie, offrant une alternative en termes de fabrication à la structure précédente (BIP 1D) ne nécessitant aucun dopage. La qualité de propagation de l'onde lumineuse dépend directement de la



régularité du réseau et nécessite un contrôle accru des paramètres de fabrication.

Ce nouveau concept de guidage de la lumière ouvre la voie à de nouvelles applications et à de nouveaux domaines de longueurs d'ondes accessibles de l'ultraviolet à l'infrarouge moyen. La première fibre microstructurée en polymère à cœur creux guidant par *BIP*, avait un profil très proche d'une fibre de Bragg [33], dont la succession de couches diélectriques de bas et haut indices est remplacée par des rangées de trous d'air entourant le cœur creux (Figure III.7). Selon [34], chaque couronne de trous se comporte comme une couche de bas indice. L'existence de bandes interdites photoniques, est mise en évidence par l'observation de plusieurs fenêtres de transmission. Pour une structure de fibre à plusieurs couronnes, l'ordre de grandeur des pertes est 100 à 1000 fois moins important que les pertes matériaux. Les pertes optiques de ce type de fibres dépendent à la fois de la taille de leur cœur ainsi que du nombre de couronnes. En effet elles augmentent quand la taille du cœur diminue et à taille de cœur fixe elles sont réduites quand le nombre de couronne augmente.

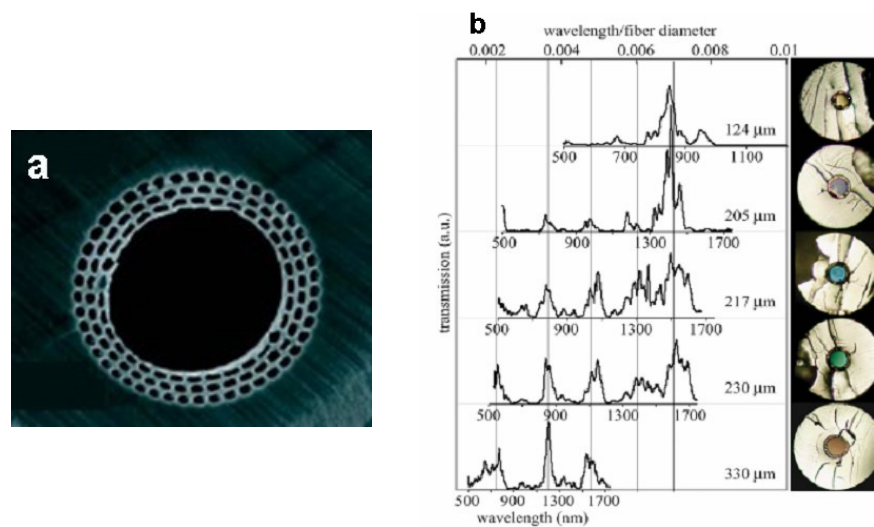


Figure III.7 : (a) Image MEB d'une FOM en polymère guidant par *BIP* à cœur creux [33]. (b) spectres de transmission de la FOM *BIP* à cœur creux en fonction de la longueur d'onde pour différents diamètres de fibre, en médaillon les faces de sorties observées dans le visible

La Figure III.7. illustre différentes fenêtres de transmissions pour différentes *BIP*. Les pertes minimum sont de 31 dB/m à 1.3 μm pour des pertes matériau de 420 dB/m, ce qui correspond à un facteur de réduction des pertes de plus de 10 fois. Un autre exemple de guidage dans ce type de fibres optiques est illustré par la Figure III.8. On remarque qu'il est possible d'avoir des fuites de modes dans la gaine de la fibre, simultanément à la transmission par effet *BIP* au niveau du cœur [35].

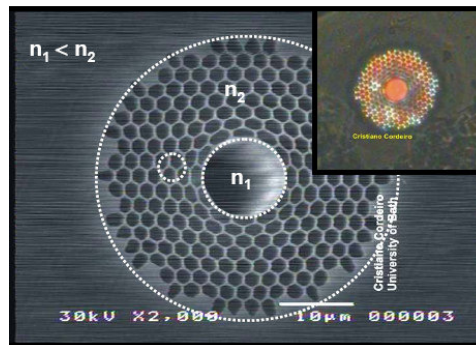


Figure III.8. Image microscopique, illustrant la diffusion de la lumière dans une fibre microstructurée à cœur creux, sous l'effet d'une excitation dans le rouge.

Concernant les FOM à cœur creux, plusieurs ont été réalisées en verre de silice avec un cœur d'air [36] et plus récemment en verre de chalcogénure [37], même si le guidage n'a pas été obtenu dans cette dernière fibre.

### III.2.2. FOM à cœur plein (guidage par **R**éflexion **T**otale **I**nterne)

La Figure III.9. représente un schéma décrivant le principe *RTI* dans une FOM à cœur plein entouré de plusieurs couronnes de trous.

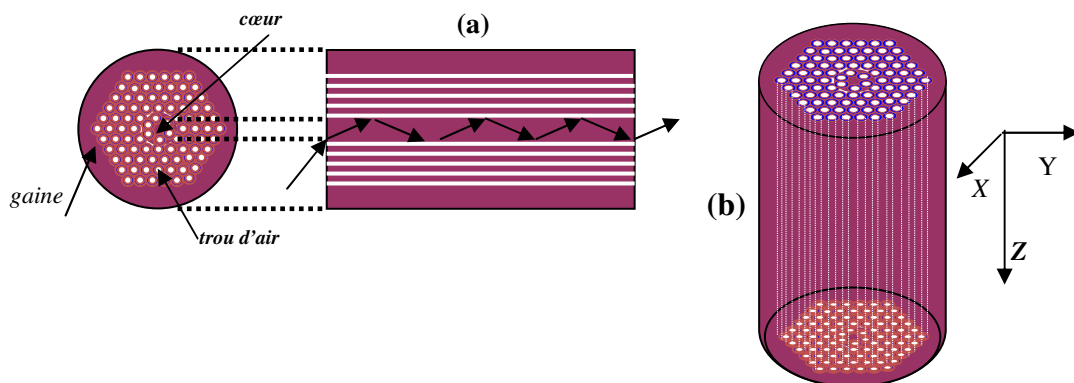


Figure III.9 : Schéma descriptif de la propagation par réflexion totale interne dans une fibre microstructurée cœur plein.

Dans cette Figure :

- (a) est la section transversale d'une fibre microstructurée à cœur plein (entouré de cinq couronnes de trous d'air en arrangement hexagonal) et illustre schématiquement le guidage par réflexion totale interne au niveau du cœur.
- (b) est une représentation schématique de sa section longitudinale.

Ces fibres présentent un cœur d'indice élevé entouré d'une gaine comportant un arrangement périodique de trous d'air. Les trous d'air ont pour effet de diminuer l'indice effectif de la gaine. Le contraste d'indice entre le cœur et la gaine optique assure le guidage du rayonnement par réflexion totale interne. Cependant l'interface cœur-gaine n'est pas clairement définie et la gaine microstructurée ne présente pas un indice de réfraction homogène. En effet, l'indice de réfraction de la gaine microstructurée dépend de sa géométrie, c'est-à-dire de la distance entre les trous d'air  $\Lambda$  et de leur diamètre  $d$ . La propagation du rayonnement relève alors d'une propagation par réflexion totale interne dite « modifiée ».

Ainsi ces fibres peuvent être fabriquées à partir d'un matériau pur, non dopé, avec un nombre et une distribution de trous donnés. Bien que de nouvelles fibres soient, depuis quelques années, fabriquées à partir de verres chalcogénures ou d'oxydes lourds ou de polymères, la silice reste le matériau le plus utilisé, en particulier pour ses faibles pertes en transmission.

### III.3. Propriétés optiques des FOM

Comme pour un matériau homogène transparent dont l'indice est déduit de la vitesse de propagation d'une onde plane dans ce matériau ( $n = c/v$ ), l'indice équivalent du milieu microstructuré est calculé comme l'indice effectif du mode fondamental ( $n_{eff}$  le plus élevé) pouvant se propager dans ce milieu supposé infini. Cet indice est couramment appelé  $n_{FSM}$  (« Fundamental Space Filling Mode »). Dès lors, nous pouvons représenter la propagation guidée par les lois traditionnelles de Snell-Descartes, en remplaçant l'indice de réfraction de la gaine optique par l'indice  $n_{FSM}$ . [38,39].

On peut alors définir une fibre à saut d'indice équivalente à la FOM considérée, ayant comme indice du cœur l'indice du matériau et  $n_{FSM}$  comme indice de gaine. Moyennant les remarques précédentes, on peut reprendre les grandeurs introduites au paragraphe fibres conventionnelles décrivant les propriétés de guidage d'une fibre : fréquence normalisée, fréquence de coupure, dispersion.

### III.3.1. Longueur d'onde de coupure

La fréquence normalisée introduite dans le cadre des fibres conventionnelles peut être réécrite dans le cas d'une fibre microstructurée sous la forme :

$$V_{eff} = \frac{2\pi a_{eq}}{\lambda} \sqrt{n_{coeur}^2 - n_{FSM}^2} \quad (III.1)$$

L'interface cœur-gaine n'étant pas clairement définie, la détermination de  $a_{eq}$  est partiellement arbitraire et la valeur choisie modifie les critères de « monomodicité ». Nous prendrons  $a_{eq} = 0,64\Lambda$  comme valeur de rayon du cœur équivalent [40]. Dans ce cas, la fréquence de coupure du second mode est identique à celle d'une fibre conventionnelle à saut d'indice c'est à dire  $V=2,405$ . D'autres auteurs prennent  $a_{eq} = \Lambda$ , la fréquence de coupure est alors évalué à 4,1. [41]. Dans une fibre à saut d'indice, la fréquence de coupure ne dépend que de  $\lambda$  ( $n_{coeur}$  et  $n_{gaine}$  variant quasiment de la même manière) et la fibre perd son caractère monomode quand la longueur d'onde diminue. Dans une FOM, on conçoit que l'indice de gaine n'évolue plus du tout de la même manière avec la longueur d'onde que l'indice de cœur et que, du fait de la microstructuration, l'indice de gaine dépend très fortement de la longueur d'onde pour des paramètres  $d$  et  $\Lambda$  donnés [42].

Des études théoriques [43-46] du comportement modal d'une fibre microstructurée en fonction de la longueur d'onde et des paramètres géométriques  $d$  et  $\Lambda$  ont montré que, pour une valeur du rapport  $d/\Lambda$  inférieur à 0,4-0,45, la fibre avait un comportement « infiniment monomode » (quelle que soit la longueur d'onde et quel que soit le rayon de cœur). Au dessus de cette valeur, la fibre présente le même comportement qu'une fibre classique, à savoir une dépendance en longueur d'onde des conditions de monomodicité. Ces résultats sont représentés sous forme d'abaques appelés aussi « diagrammes de phase » (Figure III.10).

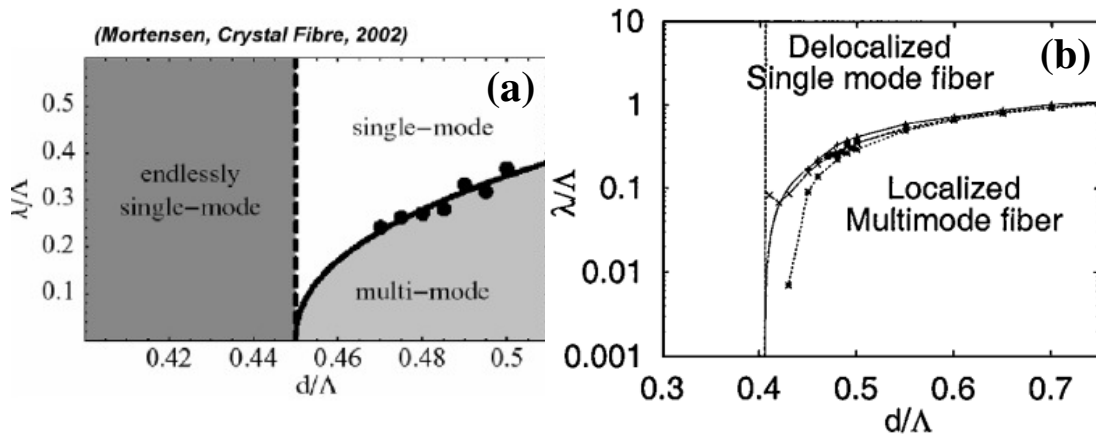


Figure III.10 : Comportement modal d'une FOM, (a) diagramme de phase Mortensen et (b) diagramme de phase Kuhlmeier

Ici encore, différentes approches ont été utilisées. La première développée par Mortensen détermine la limite du guidage infiniment monomode en observant l'évolution de l'aire effective modale du second mode en fonction de la longueur d'onde [44,45]. La seconde, réalisée par Kuhlmeier, s'appuie sur l'étude du second mode dont le comportement subit un changement important lors de la transition du régime monomode et multimode [46]. Cette modification a été étudiée à travers les calculs numériques des pertes et de l'aire effective en fonction de la structure géométrique.

Ces diagrammes de phases permettent de connaître à partir des paramètres géométriques de la FOM ( $d$  et  $\Lambda$ ) et de la longueur d'onde de travail le comportement modal d'une fibre.

### III.3.2. Dispersion chromatique

La dispersion chromatique des FOM est donnée par la même relation (II.12) mais, alors que dans une fibre standard la dispersion du guide est généralement plus faible que la dispersion du matériau, dans une fibre microstructurée, comme nous l'avons dit précédemment, l'indice effectif du mode dépend très fortement de la longueur d'onde. En d'autres termes, la microstructuration introduit une très forte augmentation de l'influence de la dispersion du guide dans l'expression de la dispersion chromatique totale.

En « jouant » sur le « design » de la fibre (valeur de  $d$  et  $\Lambda$ ) il est alors possible d'envisager de nouveaux profils de courbes de dispersion. De nombreuses études

[22,47,48] ont été faites concernant l'influence des paramètres géométriques sur les profils des courbes de dispersion. Les deux Figures III.11.(a) et III.11.(b) montrent respectivement l'influence de ces paramètres sur la dispersion du guide et sur la dispersion chromatique totale.

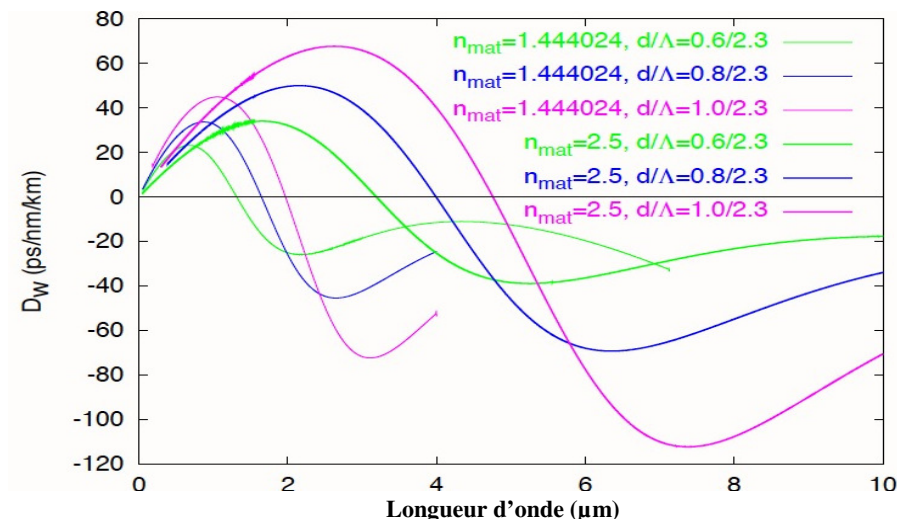


Figure III.11.(a) : Influence des paramètres  $d$  et  $\Lambda$  sur la dispersion du guide pour deux FOM de nature différente à trois couronnes de trous.

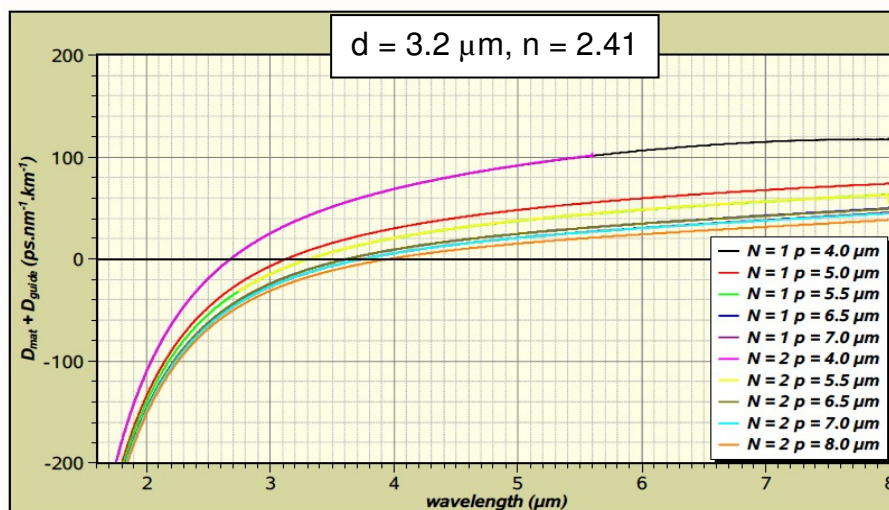


Figure III.11.(b) : Influence des paramètres  $N$  (nombre de couronnes) et  $\Lambda$  sur la dispersion chromatique totale de FOM à base du verre  $As_2S_3$  pour des diamètres de trous égaux à  $3,2 \mu m$

### III.3.3. Propriétés non linéaires

Pour ses applications potentielles, un des effets les plus étudiés dans les fibres optiques est la génération de supercontinuum. Celui-ci résulte d'une combinaison

d'effets non linéaires interagissant les uns avec les autres. Les effets non linéaires découlent de la polarisation du matériau  $P = P_L + P_{NL}$  (voir chapitre 1), comportant à la fois sa réponse linéaire sous l'action d'un champ électromagnétique faible et sa réponse non linéaire associée à l'application d'un champ électromagnétique intense. Dans notre cas (le verre : terme d'ordre 2 nul), les parties linéaire et non linéaire de la polarisation sont liées au champ électrique appliqué selon les relations suivantes :

$$P_L = \epsilon_0 \chi^{(1)} E \quad (\text{III.2})$$

$$P_{NL} = \epsilon_0 \chi^{(3)} .EEE \quad (\text{III.3})$$

L'effet élastique le plus important induit par la susceptibilité d'ordre 3 est l'effet Kerr pour lequel il n'y a aucun échange d'énergie entre le faisceau pompe (champ optique appliqué) et le milieu de propagation. Les effets inélastiques impliquent par contre un échange d'énergie entre l'onde pompe et le matériau, comme c'est le cas pour les diffusions Raman et Brillouin.

#### III.3.3.1. Effet Kerr optique

L'effet Kerr optique se manifeste dans un milieu lorsque l'intensité du champ électromagnétique s'y propageant devient si importante qu'elle peut modifier significativement l'indice de réfraction  $n$  de ce milieu :

$$n(z, t) = n_L(z, t) + n_2 I(z, t) \quad (\text{III.4})$$

où  $I$  représente l'intensité de l'onde se propageant,  $n_L$  est l'indice linéaire du matériau soumis à un champ faible,  $n_2$  est l'indice non linéaire du milieu, compris entre  $2, 2 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2 \cdot \text{W}^{-1}$  et  $3, 2 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2 \cdot \text{W}^{-1}$  pour une fibre en silice [8]. La valeur de l'indice  $n_2$  mesuré à  $1,55 \mu\text{m}$  pour une fibre à base du verre  $\text{As}_2\text{S}_3$  est de l'ordre de  $2,8 \cdot 10^{-18} \text{ m}^2 \cdot \text{W}^{-1}$  [49,50], soit 100 fois plus élevée que celle de la silice.

##### III.3.3.1.1. Auto-modulation de phase

Ce phénomène non-linéaire est une manifestation directe de l'effet Kerr optique, elle se traduit par la modification de la phase (chirp) de l'onde enveloppe par l'onde

elle-même. En revanche le profil temporel de l'impulsion n'est pas modifié. Le chirp induit par auto-modulation augmente avec la distance de propagation ; Autrement dit, de nouvelles fréquences sont générées de façon continue au fur et à mesure que l'impulsion se propage dans le milieu. Il en résulte un élargissement spectral des impulsions ou SPM (Self Phase Modulation). Le déphasage non linéaire s'écrit :

$$\Phi_{NL}(t) = \frac{2\pi n_2}{\lambda_0} LI(t) \quad (III.5)$$

Ce déphasage est dit « auto-induit » car il est induit par l'onde elle-même. Les changements intervenant dans le spectre de l'impulsion sont dus à la dépendance de cette phase non linéaire à l'intensité du signal durant sa propagation dans une fibre. La variation de fréquence instantanée par rapport à la fréquence centrale s'écrit :

$$\delta\omega(t) = -\frac{\partial\Phi_{NL}(t)}{\partial t} \quad (III.6)$$

La Figure III.12. représente la variation de la fréquence instantanée due à l'effet Kerr pour une impulsion gaussienne plus ou moins puissante. Les basses fréquences se retrouvent à l'avant de l'impulsion, tandis que les hautes fréquences se regroupent à l'arrière de l'impulsion. L'élargissement spectral rend l'impulsion plus susceptible vis-à-vis de la dispersion chromatique.

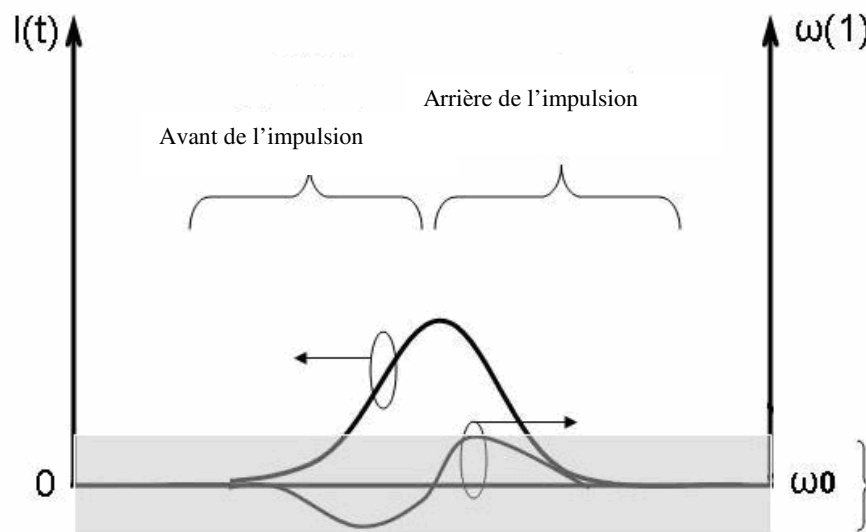


Figure III.12 : Représentation schématique de l'effet d'auto modulation de phase

### III.3.3.1.2. Modulation de phase croisée ou Intermodulation de phase

La modulation de phase croisée (XPM pour Cross Phase Modulation), est



régit par le même principe que l'auto-modulation mais se produit en présence d'au moins deux ondes dans la fibre, de longueurs d'onde identiques ou différentes.

L'indice de réfraction vu par une onde est modulé simultanément par sa propre intensité et par celle des autres ondes. Dans le cas d'un système à deux longueurs d'onde  $\lambda_1$  et  $\lambda_2$ , l'indice de réfraction vu par  $\lambda_1$  est :

$$n = n_0 + n_2 [I(\lambda_1) + 2I(\lambda_2)] \quad (\text{III.7})$$

où le terme dépendant de  $I(\lambda_1)$  correspond à la SPM, et le terme dépendant de  $I(\lambda_2)$ , correspond à la XPM (deux fois plus importante que la SPM). Le déphasage non linéaire correspondant s'écrit :

$$\Delta\Phi_{\text{XPM}}(t) = 2 \frac{2\pi n_2}{\lambda_0} L I_2(t) \quad (\text{III.8})$$

### III.3.3.1.3. Mélange à quatre ondes

Le mélange à quatre ondes (ou FWM pour Four Waves Mixing) est un effet optique non-linéaire qui consiste en l'interaction de trois ondes électromagnétiques menant à la génération/amplification d'une quatrième. En effet lorsque trois ondes de fréquences  $\omega_1$ ,  $\omega_2$  et  $\omega_3$  interagissent dans un milieu non-linéaire, elles peuvent produire les fréquences  $\omega_1 \pm \omega_2 \pm \omega_3$ . Le FWM est à la base de l'amplification paramétrique. La Figure III.13. représente schématiquement le mélange à quatre ondes:

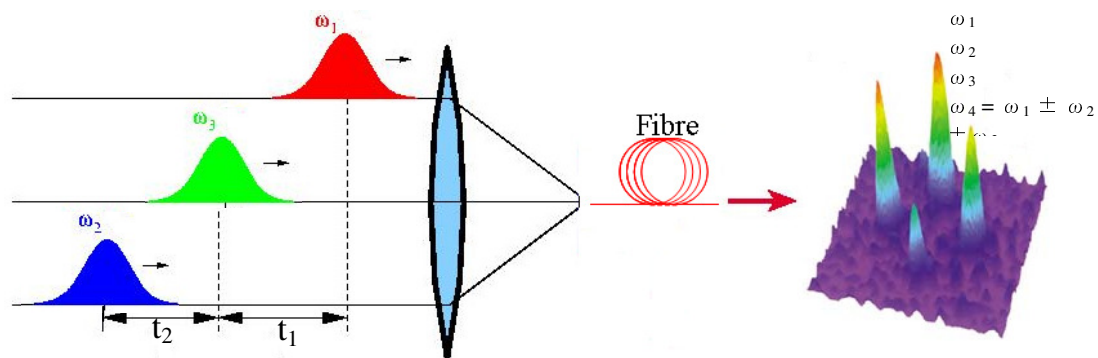


Figure III.13 : Représentation schématique du mélange à quatre ondes.

Le mélange à quatre ondes nécessite le respect de conditions d'accord de phase, qui traduisent la conservation de l'énergie. Nous allons par la suite présenter les effets

non linéaires inélastiques apparaissant dans les fibres optiques. Ces effets sont la diffusion Raman, qui fait intervenir des phonons optiques et la diffusion Brillouin faisant intervenir des phonons acoustiques. Ces effets ne nécessitent pas d'accord de phase et sont donc présents sans restriction dans le milieu diélectrique, alors considéré comme actif.

### III.3.3.2. Diffusion Raman

Contrairement à la diffusion Rayleigh (diffusion élastique sans changement de fréquence de rayonnement voir paragraphe II.4.1.2), l'effet Raman est un processus à trois ondes couplées dans lequel l'onde de pompe génère une onde décalée en fréquence et une onde d'excitation vibrationnelle (du cristal ou de la molécule) dans le milieu. Cet effet consiste en la diffusion inélastique d'un photon, phénomène par lequel un milieu diffuse de la lumière en modifiant légèrement sa fréquence. Lors d'une telle interaction, les molécules acquièrent un état vibratoire, à une fréquence qui leur est propre, avant de retourner à leur état d'équilibre (fondamental). Le temps de relaxation de cet effet dans une fibre  $As_2S_3$  est de 99 fs (10,1 THz) d'où l'apparition d'une onde dite « Stokes » décalée de 10,1 THz vers les basses fréquences et d'une onde anti stokes, traduisant l'échange d'énergie qui a lieu entre le milieu et l'onde lumineuse. Ce phénomène apparaît lorsque la puissance de l'onde de pompe dépasse un certain seuil  $P_{SR}$  (dit « seuil Raman »). L'effet Raman est également caractérisé par un gain (dit « gain Raman ») assimilable à une efficacité et propre au milieu considéré.

L'effet Raman stimulé (SRS pour Stimulated Raman Scattering) traduit le fait qu'une onde à la fréquence Stokes (générée par exemple par automodulation de phase de la pompe) peut être amplifiée par l'énergie Stokes générée par l'effet Raman issu de l'onde de pompe.

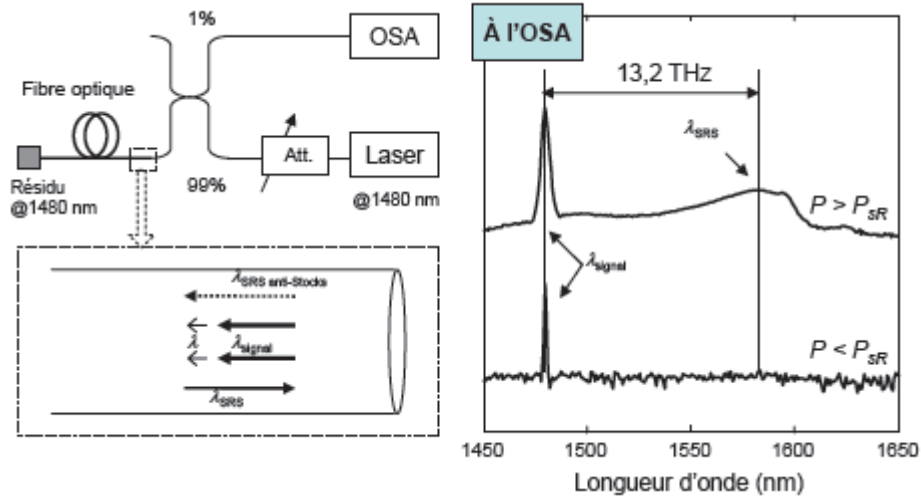


Figure III.14 : Dispositif expérimental pour la diffusion Raman (à gauche) et la mise en évidence expérimentale de cet effet (à droite). Att : Atténuateur optique, OSA : Analyseur de spectre optique [51]

### III.3.3.3. Diffusion Brillouin

Dans ses principes, la diffusion Brillouin est tout à fait semblable à la diffusion Raman. Les deux techniques diffèrent par les ordres de grandeurs des décalages que l'on mesure qui font appel à des technologies de détection différentes.

La diffusion Brillouin stimulée (ou SBS pour Stimulated Brillouin Scattering) a pour origine la diffusion Brillouin, qui doit son nom à Léon Brillouin pour sa prédiction théorique de cet effet en 1914. Il s'agit d'une diffusion de la lumière par les phonons *acoustiques* d'un milieu (l'effet Raman met en jeu les phonons *optiques*). La diffusion Brillouin possède de même un seuil et se produit dans la direction opposée à celle de l'onde incidente. Le décalage correspondant s'écrit :

$$\Delta\nu_B = \frac{2\pi\nu_A}{\lambda_p} \quad (\text{III.9})$$

où  $\nu_A$  est la vitesse de l'onde acoustique, qui est de 2,58 10<sup>3</sup> m/s pour le verre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> [52],  $\lambda_p$  est la longueur d'onde optique.

La Figure III.15, illustre l'effet Brillouin pour une longueur d'onde de 1570 nm, dans une fibre de silice :

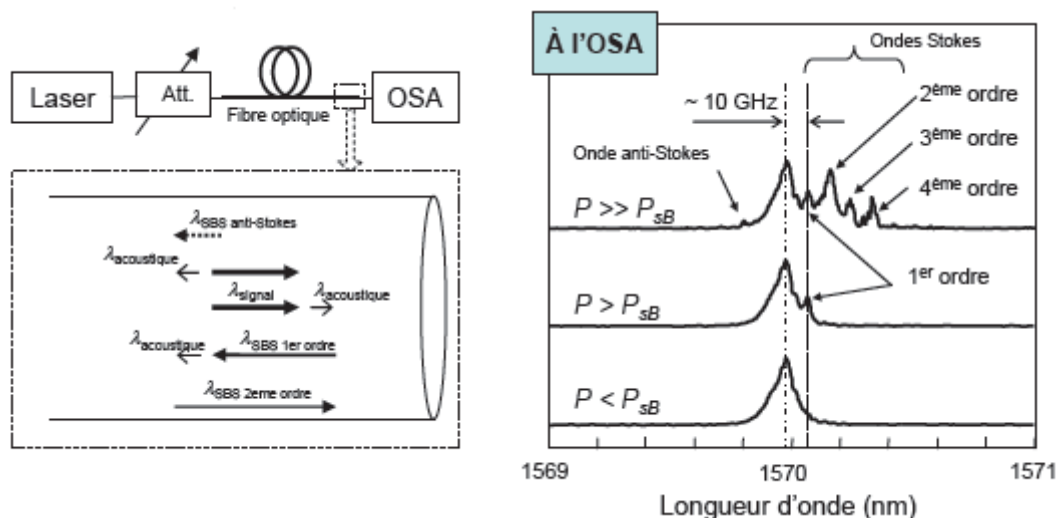


Figure III.15 : Dispositif expérimental pour la diffusion Brillouin (à gauche) et la mise en évidence expérimentale de cet effet (à droite) [51]

### III.3.3.4. Le Supercontinuum

Un supercontinuum est un phénomène optique non-linéaire correspondant à l'élargissement conséquent du spectre d'une onde optique au cours de sa propagation dans un milieu. La mise en œuvre de ce phénomène nécessite un matériau très non-linéaire. La complexité des phénomènes non linéaires intervenant dans cet élargissement spectral est l'une des raisons principales des nombreuses études réalisées sur le sujet [53]. En dépit des nombreux travaux publiés, il est à noter cependant que les régimes dynamiques non linéaires mis en jeu dans la génération de supercontinuum ne sont encore pas tous élucidés. Il est important de souligner que la mise en jeu des mécanismes non linéaires dans un supercontinuum dépend du régime temporel employé comme source d'excitation. En effet, ces effets non linéaires se manifestent en fonction de l'intensité appliquée, qui dépend de la puissance crête de la source, celle-ci étant modulée par la fréquence de répétition ( $f_{rep}$ ) et largeur temporelle ( $\Delta t$ ) des impulsions émises par la source.

$$P_{crête} = \frac{P_{moy}}{f_{rep} \cdot \Delta t} \quad (\text{III.10})$$

Ceci confère à chaque régime temporel de génération de supercontinuum, une combinaison de phénomènes non linéaires propres. Par exemple, on dénombre pour le régime femtoseconde, les effets solitoniques associés parfois au mélange à quatre

ondes, l'effet de modulation de phase croisée pour l'élargissement spectral vers les courtes longueurs d'onde, l'automodulation de phase et la diffusion Raman qui sont souvent présentes en début de propagation mais annihilées par les effets solitoniques.

Le régime picoseconde quant à lui offre une solution intermédiaire entre impulsion courte (femtoseconde) et impulsion longue (nanoseconde) limitant ainsi les effets de dispersion inévitables aux impulsions brèves. Dans ce régime, l'automodulation de phase, la diffusion Raman et la modulation de phase croisée sont prioritairement observées. En fonction du milieu non linéaire utilisé, le mélange à quatre ondes peut aussi intervenir. Dans le régime anormal de dispersion, le mécanisme de génération de supercontinuum est similaire à celui des impulsions femtosecondes, avec la prédominance des effets solitoniques. En régime picoseconde, premier régime exploité pour la génération d'un supercontinuum [54] en 1970 par Alfano et Shapiro dans un verre BK7 (borosilicate), un spectre dix fois plus large que celui des impulsions picosecondes (5 mJ à 530 nm) a été obtenu. En 1976, Lin et Stolen [55] ont également obtenu un supercontinuum en utilisant des impulsions picosecondes issues d'un laser à colorant de quelques kilowatts de puissance crête.

Au cours des années 90, les fibres microstructurées ont suscité un intérêt très vif pour la génération de supercontinuum, grâce à leur capacité de confinement de la lumière et la possibilité de modifier leur dispersion en jouant sur la géométrie de la gaine. Le premier supercontinuum généré dans des fibres optiques microstructurées fut observé expérimentalement en 2000. Ranka *et al* [56] injectèrent des impulsions de 100 fs, d'énergie de quelques nano-joules, à 770 nm, dans une fibre à cristal photonique de 75 cm de longueur, conçue de façon à ce que sa dispersion s'annule autour de 770 nm. Ils obtinrent un supercontinuum s'étendant de 400 à 1500 nm.

### III.3.3.5. Amélioration de la non-linéarité des fibres

Les effets non-linéaires dans une fibre optique ne se manifestent qu'à partir d'une certaine puissance crête et d'une certaine longueur d'interaction avec le milieu. L'« amélioration » de la non-linéarité d'une fibre consiste à diminuer la puissance optique et/ou la longueur nécessaire pour régénérer les effets non-linéaires de manière efficace, le but étant de rendre les dispositifs moins coûteux et plus facilement intégrables. Améliorer les effets non-linéaires consiste donc à augmenter la valeur du coefficient non-linéaire :

$$\gamma = \frac{2\pi n_2}{(\lambda A_{eff})} \quad (III.11)$$

D'après (III.11), les deux voies possibles pour augmenter la valeur du coefficient non-linéaire sont les suivants :

- en diminuant au maximum la taille du cœur de la fibre, on arrive à confiner la lumière dans des modes de très petits diamètres, ce qui permet ainsi d'avoir une petite aire effective  $A_{eff}$ . Cette approche concerne essentiellement les fibres microstructurées [17], dont le diamètre de cœur peut être comparable à la longueur d'onde. Le coefficient non-linéaire d'une fibre conventionnelle en silice a pu être augmenté d'un facteur 50 grâce à cette approche [57].

- en utilisant des matériaux présentant des indices non-linéaires  $n_2$  élevés. La Figure III.16. représente les valeurs d'indices non-linéaires pour plusieurs familles de verres [58]. Plusieurs types de verres possèdent un coefficient non-linéaire plus important que celui de la silice, par exemple des verres à base d'oxyde de bismuth ( $n_2$  100 fois plus grand) [59]. Cependant, les verres de chalcogénures sont les plus performants en terme de non-linéarité (de l'ordre de 100-1000 fois plus que la silice) [60,61] et présentent l'avantage d'une transparence infrarouge par rapport aux verres d'oxydes en général.

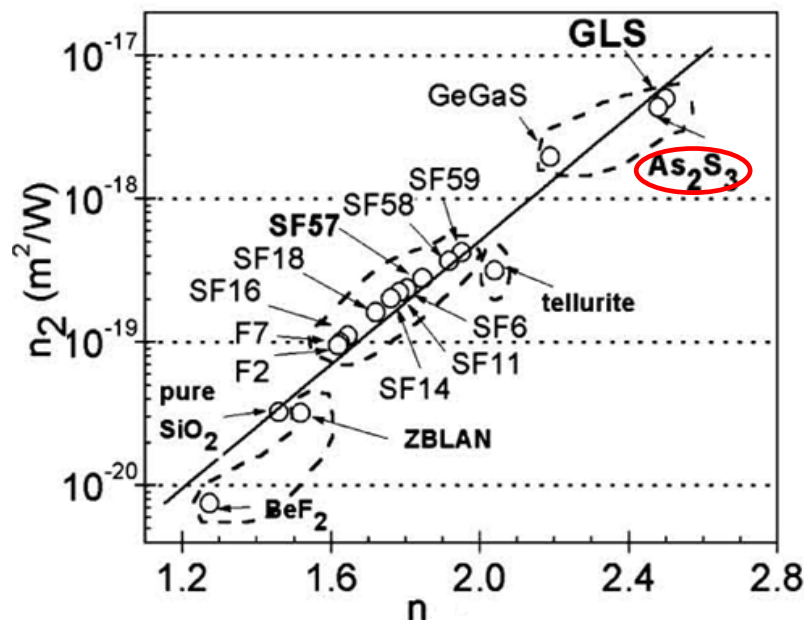


Figure III.16 : Indice de réfraction et indice non-linéaire de différents types de verre à 1,06µm [58]

### III.3.3.6. Applications des fibres optiques

Les fibres optiques microstructurées autorisent, de par leur géométrie, le contrôle de la dispersion chromatique et du confinement des modes. Nous allons, dans ce paragraphe, citer les avantages et inconvénients de deux types de fibres optiques microstructurées (cœur plein et cœur creux) et les applications qui en découlent.

#### III.3.3.6.1. FOM à cœur creux

Une de leurs particularités réside dans la possibilité d'adapter leurs propriétés de guidage à une application visée par ajustement des paramètres opto-géométriques de leur profil d'indice [62]. Cette configuration permet en effet le guidage de la lumière dans un cœur de bas indice, limitant ainsi les pertes intrinsèques dues à l'interaction lumière/matière [63,64]. De très grandes densités de puissance peuvent être injectées dans le cœur sans endommager le matériau.

La largeur spectrale des bandes photoniques interdites dépend fortement de la différence d'indice entre les milieux qui composent la fibre [65]. Plus cette différence d'indice est grande, plus les bandes interdites sont larges et donc, plus la bande de transparence des (FOM) est grande.

Pour certaines applications, l'air des trous peut-être remplacé par un autre gaz ou par un liquide. La fibre peut alors être utilisée comme capteur en tirant profit de l'interaction lumière/matière dans le cœur (capteur de gaz, capteur de pollutions dans des milieux aqueux) [62-66]. En outre la sensibilité aux courbures peut être exploitée pour réaliser des capteurs de contrainte.

La durée de vie des états excités dans un matériau actif constituant le cœur (par exemple un verre dopé terres rares) se retrouve allongée, autorisant un contrôle de l'émission spontanée permettant d'envisager la réalisation de lasers à fibres à faible seuil de déclenchement [67,68], ou d'amplificateurs optiques.

#### III.3.3.6.2. FOM à cœur plein

Lors de la conception d'une fibre standard à saut d'indice, on ne peut faire varier que la dimension du cœur et les indices de réfraction des matériaux constituant le cœur et la gaine. De plus le diamètre du cœur doit rester inférieur à une valeur limite au

delà de laquelle le caractère monomode de la fibre sera perdu pour la longueur d'onde d'utilisation.

Par contre, les FOM à cœur plein offrent un grand nombre de degrés de liberté dans la conception du profil d'indice. On peut en effet choisir la position et la dimension de chacun des trous. Contrairement aux FOM à cœur creux, les paramètres géométriques des fibres à trous à cœurs pleins peuvent être choisis dans un large domaine de valeurs tout en conservant les propriétés de monomodicité de la fibre.

Le large domaine spectral monomode des FOM RTI constitue une de leurs propriétés les plus intéressantes. Ce domaine est limité par les pertes dues au matériau aux hautes et basses longueurs d'ondes. D'autre part, la largeur de ce domaine spectral est indépendante de la taille du cœur [69] de la fibre, et ne dépend que du rapport  $d/\Lambda$  (diamètre des trous / distance entre les centres de deux trous adjacents). Par exemple, la réalisation d'une fibre microstructurée monomode à une longueur d'onde aussi basse que 458 nm et possédant un cœur de 22  $\mu\text{m}$  de diamètre a été rapportée [70]. Le mode qu'elle guide est 10 fois plus large que celui qui se propage à cette longueur d'onde dans une fibre monomode conventionnelle. L'avantage d'utiliser une fibre monomode à grand cœur est de pouvoir relever le seuil d'apparition des effets non linéaires liés à la densité de puissance transportée par la fibre. Des fibres monomodes dopées terres rares à gros cœur ont d'ailleurs été étudiées en vue de réaliser des lasers à fibre [77]. D'autre part, un cœur de très petite dimension permet d'abaisser le seuil d'apparition des effets non linéaires [68-70], favorisant les applications telles que l'amplification Raman ou la réalisation de sources spécifiques (lasers à impulsion ultra brèves, sources de lumière blanche basées sur la génération d'un supercontinuum...) [71,72]. D'où l'intérêt de son utilisation pour la réalisation de lasers à impulsions courtes.

La conception de FOM à cœur plein et de faible dispersion pour les longueurs d'onde « télécom » est possible et souhaitable pour les transmissions haut débit [73,74]. La grande variété des profils d'indice réalisables fait de ces fibres de bons candidats pour le maintien de polarisation [75,76] ou les coupleurs [77]. Comme pour les FOM à cœur creux, la présence des trous d'air et la sensibilité aux courbures peuvent être exploitées pour des capteurs de contrainte [78].



#### **IV. Techniques de fabrication des fibres optiques**

Nous discuterons dans ce paragraphe des différentes techniques de fabrication des fibres classiques, puis des fibres microstructurées. Tout d'abord le matériau utilisé doit satisfaire à des exigences fondamentales telles que :

- une bonne transparence aux longueurs d'onde de travail ;
- des propriétés thermiques et mécaniques comparables pour les matériaux constituant le cœur et la gaine, et des indices de réfraction légèrement différents (concernant les fibres doubles indices) ;
- la possibilité technique d'obtenir des fibres longues, minces et flexibles.

Deux catégories de matériaux répondent à ces contraintes, les verres et les polymères. Les fibres en polymères sont plus simples de réalisation et moins chères que les fibres en verre. Pour autant, compte tenu des exigences en termes de pertes, les fibres utilisées pour les applications télécom et l'optique non linéaire sont des fibres à base de silice. Au-delà de deux microns, celle-ci n'étant plus transparente, on peut utiliser des verres à base d'oxydes lourds (tellurites) ou à base de chalcogénures.

Pour les fibres de verre, les méthodes de fabrication les plus utilisées sont: l'empilement de capillaires (en anglais Stack and Draw) pour les fibres microstructurées. Pour les fibres de polymère, on retrouve deux autres techniques de fabrication, le perçage et l'extrusion, et pour les fibres doubles indices on retrouve la technique du double creusé (Double Crucible en anglais) et la technique MCVD.

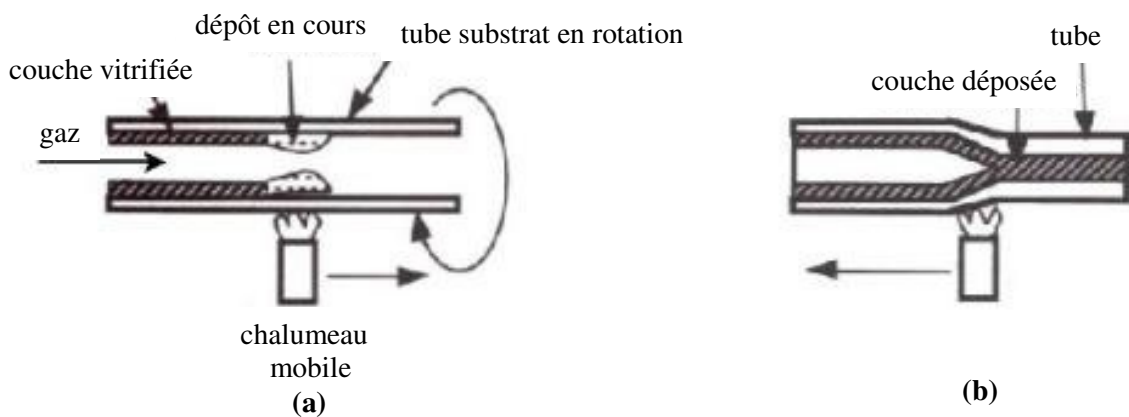
##### IV.1. Réalisation de la préforme destinée à une fibre classique en silice

La préforme est un barreau (en silice) de plusieurs dizaines de centimètres de longueur et quelques centimètres de diamètre. Elle est introduite dans un four à une température supérieure à la température de transition vitreuse (environ 2000°C). Quand le verre est complètement ramolli, une goutte se forme, constituant le début de la fibre. Le diamètre de la fibre dépend de la vitesse de descente de la préforme dans le four et de la vitesse d'enroulement, toutes deux contrôlées par ordinateur. L'utilisation d'un mesureur de diamètre permet de contrôler le diamètre de la fibre.

La technique d'élaboration de préformes la plus répandue pour ce type de fibres est le procédé MCVD. Ce processus de fabrication de préforme se fait en deux

étapes distinctes qui sont le dépôt puis le rétreint. La réalisation d'une préforme s'effectue à partir d'un tube de silice de haute pureté. Celui-ci est monté sur un tour verrier, puis mis en rotation. Ce tube constituera la gaine de la fibre. A l'une des extrémités du tube (Figure IV.1.(a)), on injecte un mélange gazeux constitué d'halogénures et d'oxygène et on chauffe à haute température (1400°C à 1600°C) au moyen d'un chalumeau oxyhydrique qui se déplace le long du tube, à la vitesse de quelques dizaines de centimètres à la minute, permettant d'activer la réaction d'oxydation des halogénures. L'opération donne lieu à la formation et au dépôt de suie de silice par couches successives de 5 à 10 µm d'épaisseur. Au passage du chalumeau sur les suies, le dépôt est vitrifié.

Une fois le dépôt terminé, on stoppe l'injection de gaz (Figure IV.1.(b)). Cependant, un trou central subsiste à l'intérieur de la préforme. On augmente donc la température de chauffage jusqu'à atteindre la température de 1800°C, ce qui provoque un ramollissement de la silice suffisant pour permettre un rétreint homogène, grâce aux forces dues aux tensions superficielles.



Typiquement, si on veut réaliser une fibre standard, on dépose des couches de silice pure qui constitueront la gaine optique « déposée » et des couches de silice dopée au germanium qui formeront le cœur. Le rapport entre les rayons de ces couches dans la préforme ainsi que leur indice de réfraction sont les mêmes que ceux de la future fibre.

#### IV.2. Réalisation de la préforme destinée à une FOM

La technique d'élaboration des préformes destinées à la fabrication de FOM la

plus utilisée actuellement est l'empilement de capillaires (Stack and Draw en anglais). La majorité des travaux concernant ces FOM traite des FOM à base de silice. Cependant, l'utilisation de matériaux à température de transition vitreuse plus basse comme par exemple les oxydes lourds et les polymères permet l'utilisation de l'extrusion ainsi que du perçage.

#### IV.2.1. L'empilement de capillaires

La technique d'empilement de capillaires (Stack and Draw) est la plus répandue. Elle consiste à fibrer un tube de verre en capillaires puis à manchonner ces derniers dans un autre tube, suivant un arrangement hexagonal (le plus souvent), autour du cœur (plein ou creux). La Figure IV.2. illustre les étapes de ce procédé :

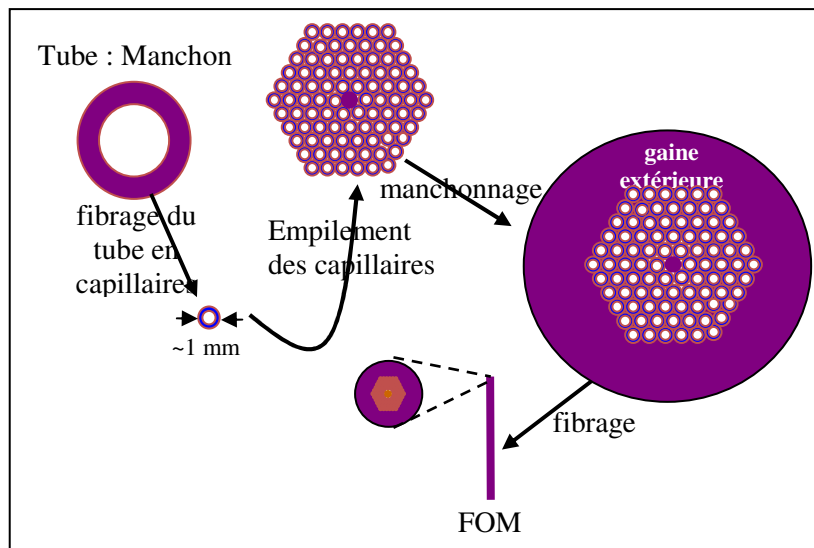


Figure IV.2 : Illustration du procédé de Stack and Draw

Les étapes successives sont :

- la fabrication d'un tube à partir du verre massif
- le fibrage du tube en capillaires
- l'empilement des capillaires suivant un arrangement hexagonal
- le manchonnage des capillaires dans un autre tube de même composition constituant la gaine
- fibrage de la préforme ainsi obtenue en FOM (tout en appliquant une légère pression pour conserver l'ouverture des capillaires au niveau de la fibre)

#### IV.2.2. L'extrusion des préformes

L'extrusion est une technique réservée aux matériaux à basse  $T_g$  ou aux verres qui ont une forte tendance à cristalliser. L'extrusion se fait à plus basse température que le fibrage, la température d'extrusion correspondant à une viscosité comprise entre  $10^9$  et  $10^7$  poises. Ce procédé est spécialement adapté à la réalisation de FOM à petit cœur et permet l'accès à des structures non réalisables par empilement de capillaires. Il s'agit d'un procédé par lequel le verre, porté au dessus de sa température de ramollissement, est mis sous pression et contraint de traverser un masque possédant la géométrie voulue. Des FOM ont déjà été préparées par extrusion, notamment en verres d'oxydes lourds. La Figure IV.3. illustre ce procédé [35] :

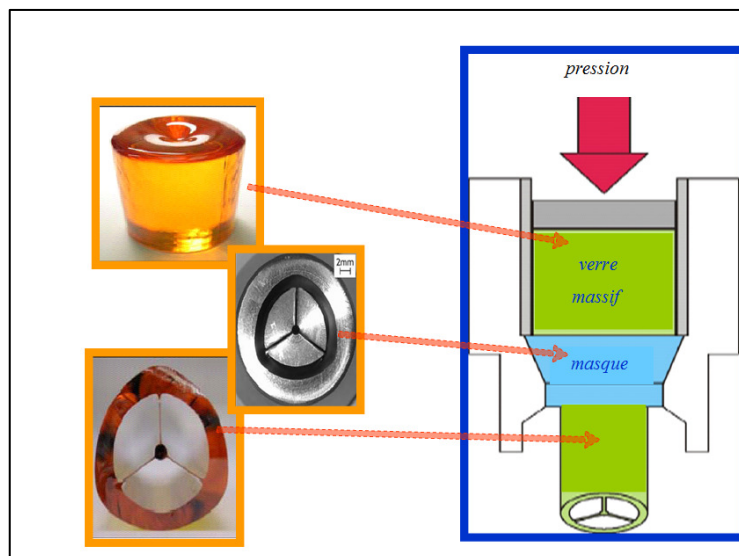


Figure IV.3 : Illustration du procédé d'extrusion

L'inconvénient de ce procédé est que le moule offre peu d'options géométriques pour la structure de la fibre.

#### IV.2.3. Le perçage des préformes

L'intérêt du perçage des préformes réside dans le contrôle de la géométrie de la microstructure, mais cette technique est limitée aux matériaux relativement mous, comme les polymères. Le processus de perçage est piloté par ordinateur, pour avoir une excellente précision de position des trous, et un fluide de refroidissement est utilisé

pour éviter l'éventuelle fusion du matériau causée par les frottements forêt-matériau (Figure IV.4) [35]. Le perçage est généralement suivi par un polissage des trous :

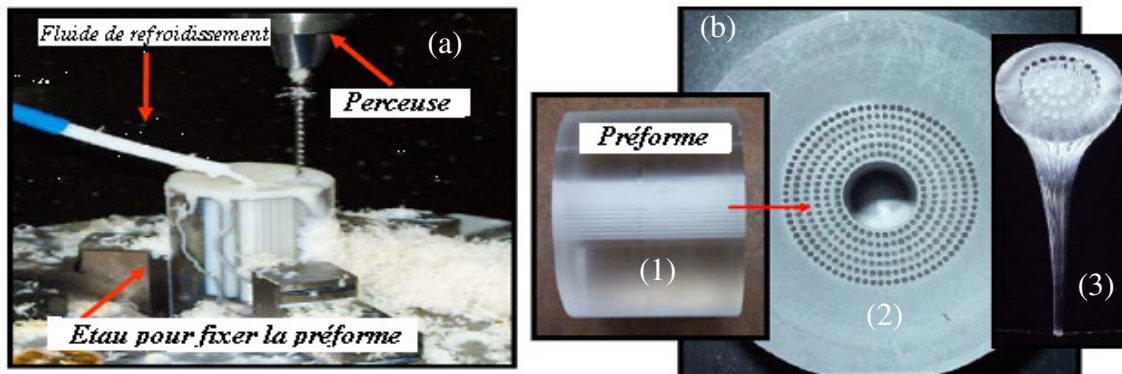


Figure IV.4 : Images d'une préforme en plastique élaborée par perçage (a) processus de perçage de la préforme en plastique ou en polymère, (b) la préforme, (1) et (2) deux vues des trous percés et (3) le reste de la préforme après fibrage (partie restant dans le four)

La particularité qu'offre cette méthode est la diversité des géométries réalisables vis-à-vis de ce que permettent les techniques décrites précédemment. Des ultrasons peuvent être utilisés pour diminuer les contraintes en pression et en friction générées entre la perceuse et le matériau. Le perçage des trous dans un verre devient alors possible et cela de façon régulière, avec de fins ponts de matières séparant les trous (jusqu'à 400  $\mu\text{m}$  d'épaisseur entre deux trous [58]). On note que les pertes des fibres dépendent de la qualité intérieure des trous. Par conséquent, un traitement chimique de polissage et/ou l'utilisation de liquide de refroidissement peut nuire à leur qualité.

### IV.3. Fibrage

L'étirage de fibres de verre est régi par l'action de la gravité ou par une tension mécanique sur un barreau de verre suspendu verticalement et suffisamment ramolli pour pouvoir s'étirer. D'où la nécessité d'avoir une source de chaleur pour déformer suffisamment le verre et de disposer d'assez de hauteur pour faire varier les vitesses de fabrication, ce qui est faisable à l'aide d'une tour de fibrage. La Figure IV.5. représente les différents éléments constituant une tour de fibrage :

- Le système de translation de la préforme permettant un déplacement vertical contrôlé de la préforme.
- Un flux de gaz neutre, pour empêcher toute interaction du verre chaud avec l'air.

- Un four à résistance chauffante, spécialement conçu pour créer une zone de chauffe très localisée.
- Le mesureur de diamètre permettant l'observation instantanée de l'évolution du diamètre de la fibre.
- Le tensiomètre indiquant la tension exercée par la fibre sur la poulie, soit la tension mécanique subie par la fibre.
- Un système de pressurisation de la préforme pour gonfler les trous dans le cas des FOM.
- Un tambour permettant l'étirage de la fibre et le stockage.

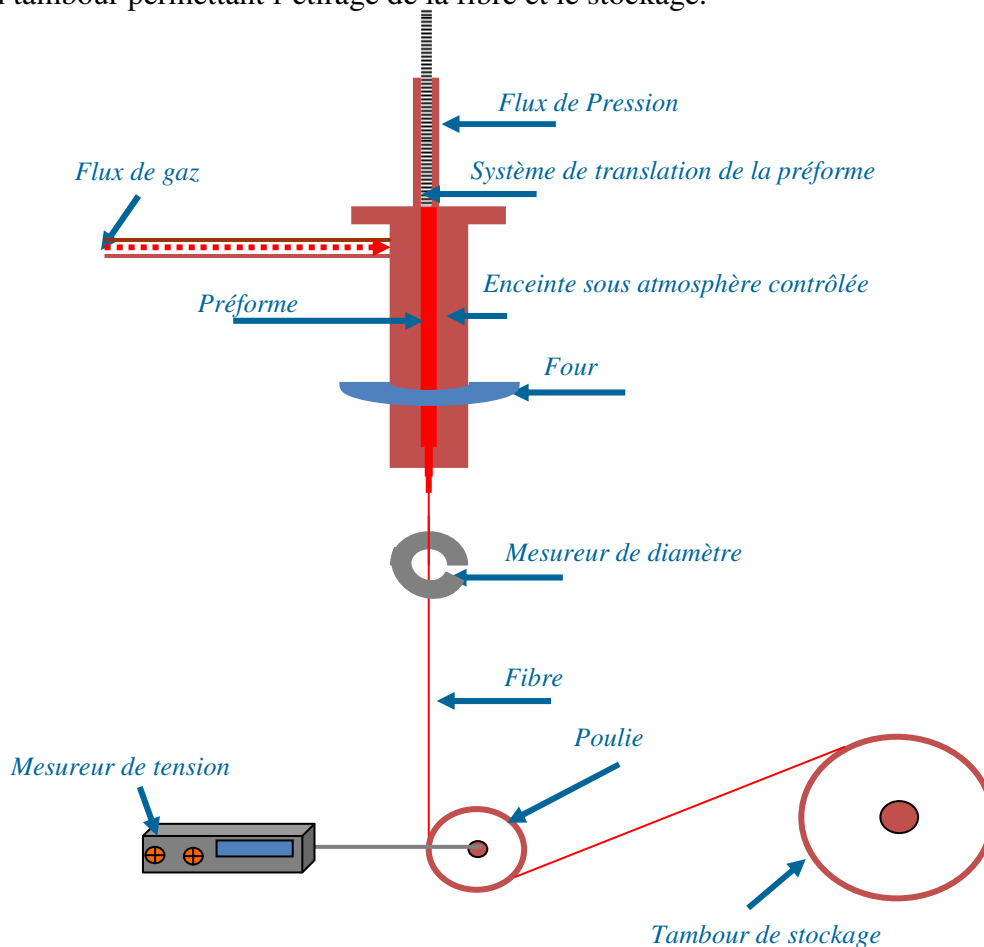


Figure IV.5 : Schéma descriptif d'une tour de fibrage

La préforme est maintenue verticalement dans l'enceinte de fibrage à l'aide d'une pince. Sa position est ajustée de manière à ce que son extrémité inférieure se trouve au centre du four annulaire. L'enceinte de fibrage est balayée pendant plusieurs heures avant le chauffage, par un flux d'azote (ou hélium) afin d'éliminer les traces

d'humidité présentes dans l'enceinte et sur la préforme. Ce flux est maintenu tout au long de la procédure de fibrage, pour éviter d'éventuelles oxydations ou des réactions avec l'eau atmosphérique, au niveau de la surface du barreau. Un autre rôle du flux de gaz est la conservation d'une température homogène autour de la préforme.

Les paramètres ont été déterminées avant la réalisation du fibrage, à l'aide des dimensions de la préforme et de la future fibre. Durant le fibrage, les volumes de verre sont conservés. Le volume de préforme consommée est égal au volume de fibre fabriquée. Le débit de verre consommé est égal au débit de fibre étirée :

$$\Phi_p^2 \cdot V_p = \Phi_f^2 \cdot V_f \quad (\text{IV.1})$$

où  $\Phi_p$  et  $\Phi_f$  sont respectivement le diamètre de la préforme et de la fibre et  $V_p$  et  $V_f$  les vitesses de translation de la préforme et de l'étirage de la fibre.

Un chauffage de  $10^\circ \text{C/mn}$  maintenu jusqu'à la température de ramollissement du verre ( $T > T_g$ ) provoque la formation d'une goutte de verre à l'extrémité de la préforme. Sous l'effet de la gravité, la goutte tombe et amorce le fibrage en entraînant avec elle une fibre de verre, fixée par la suite sur le tambour d'enroulement.

Le diamètre de la fibre sera contrôlé par deux paramètres :

- la vitesse de descente de la préforme : en augmentant la vitesse de la descente dans le four, on augmente l'apport de matière dans le four et donc le diamètre de la fibre et vice-versa.
- la vitesse d'enroulement du tambour : en augmentant la vitesse de rotation du tambour, on diminue le diamètre de la fibre et vice-versa.

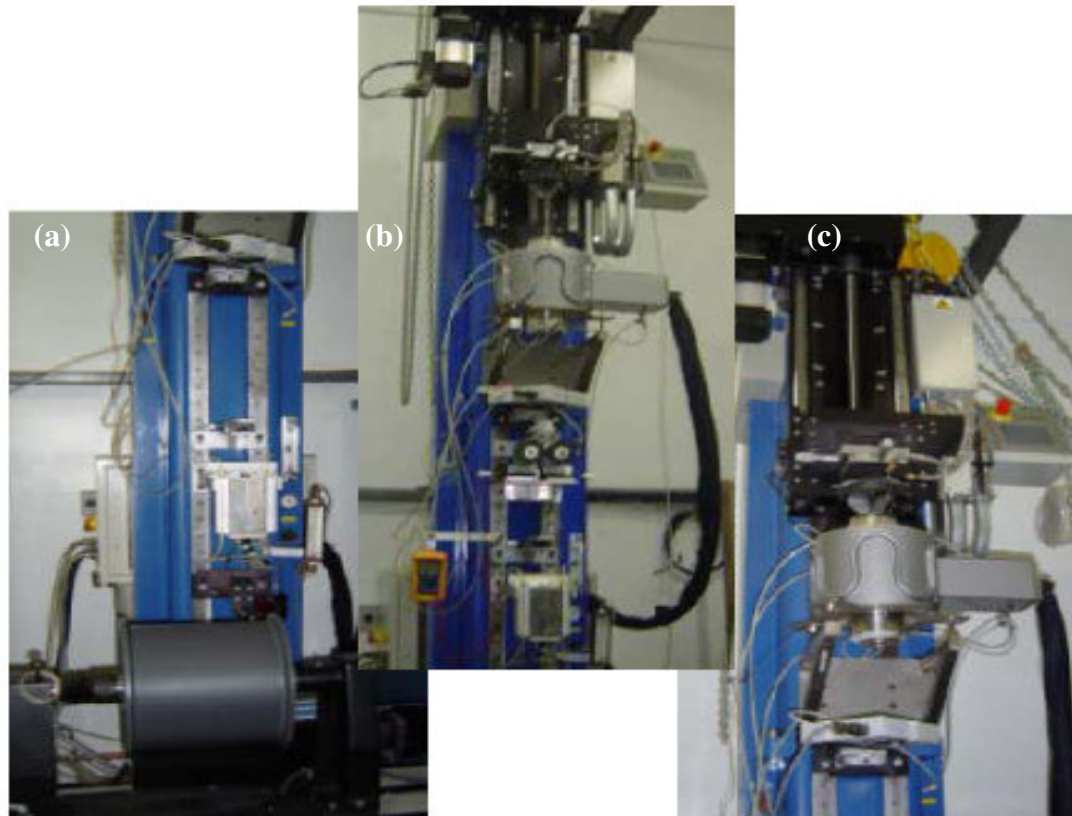


Figure IV.6 : Photographies d'une tour de fibrage, (a) le système d'enroulement des fibres sur tambour, (b) vue générale et (c) système de descente de préforme et four de fibrage[35]

## V. Conclusion

Dans ce chapitre dédié aux fibres optiques, nous avons parlé de leur classification en termes de guidage de la lumière, de leur classification en fonction de leur géométries, des effets non linéaires susceptibles d'y être générés, de leur différentes applications et des différentes techniques de fabrications utilisable selon le type de matériaux.

Comme nous l'avons souligné dans ce chapitre, les verres les plus utilisés actuellement sont à base de silice. Cependant, ces verres connaissent certaines limites : ils sont caractérisés par des énergies de phonons élevées et absorbent dans l'infrarouge moyen et lointain. De par leur transparence dans l'infrarouge, leur facilité de mise en forme et leurs faibles énergies de phonons, les verres de chalcogénures sont des matériaux alternatifs très prometteurs. Ils possèdent outre une grande non linéarité, offrant la perspective d'applications dans le domaine des télécommunications, pour la régénération tout optique par exemple, mais aussi pour la conception de sources larges



émettant dans le moyen IR.

Dans le chapitre suivant nous justifions le choix, parmi d'autres verres, du verre chalcogénure  $As_2S_3$ , que nous avons étudié depuis sa synthèse jusqu'au fibrage de FOM. Nous présentons les fibres optiques microstructurées obtenues, avec un niveau de qualité optique qui n'avait pas été atteint jusqu'à présent, élaborées par une technique peu utilisée actuellement « l'usinage mécanique », que nous avons développée durant ces trois années de thèse.

## **VI. Références**

- [1] Burgami reacherch (burgami.com)
- [2] J. D. Colladon La nature magazine (1884)
- [3] C. K. Kao, G. A. Dielectric, Proc. IEEE, 1151 (1966)
- [4] Corning.com
- [5] R. Maurer, D. Beck, P. Schultz, US Patent No. 3711262 (1970)
- [6] K.L. Walker, AT&T Technical Journal, 69, 6, 92-100 (1990)
- [7] R. Bouillie; J. Moalic. Fiber and Integrated Optics, 4, 2 , 213–223 (1982)
- [8] G. P. Agrawal, Nonlinear Fiber Optics, 4th ed. (Optics and Photonics, 2007)
- [9] C. Yeh, Handbook of fiber optics, Academic Press, Inc. San Diego, (1990)
- [10] V. F. Kokorina, Glass for Infrared Optics, CRC Press, Inc (1996)
- [11] H.C. Van de Hulst, Light scattering by small particles, Wiley, New York, (1957)
- [12] School of Electronic and Communications Engineering, “Bending Loss and Reliability in Optical Fibres”, (2002)
- [13] C. Vassalo, Tome 2, Eyrolles, 29 (1985)
- [14] R.D. Driver, G.M. Leskowitz, LE. Curtiss, D.E. Moynihan, L.B. Vacha, Mater. Res. Soc. Symp. Proc., 172, 169 (1990)
- [15] P. Kaiser, E. A. J. Marcatili, et S. Miller, The Bell System Technical Journal 52(2), 265–269 (1973)
- [16] J. C. Knight, T. A. Birks, P. S. Russell, et D. M. Atkin, in *Conf. Optical Fiber Commun.* (San Jose, CA, 1996)
- [17] J. C. Knight, T. A. Birks, P. S. J. Russell, et D. M. Atkin, Opt. Lett. 21(19), 1547–1549 (1996).
- [18] T.M. Monro, D.J. Richardson, C.R. Phys.4, 175-186, (2003)
- [19] J.C. Knight, Nature 424, 847-851, (2003)
- [20] P. Russell, Science 299, 358-362, (2003)
- [21] J. Knight, T. Birks, R. Cregan, P. S. J. Russel, et J.-P. de Sandro, Electron. Lett. 34(13), 1347–1348 (1998)
- [22] D. Mogilevtsev, T. A. Birks, et P. S. J. Russell, Opt. Lett. 23(21), 1662–1664 (1998)
- [23] J. C. Knight, J. Arriaga, T. Birks, A. Ortigosa-Blanch, W. Wadsworth, et P. S. J. Russel, IEEE Photon. Technol. Lett. 12, 807–809 (2000).
- [24] R. Cregan, B. Mangan, J. Knight, T. Birks, P. S. J. . Russel, P. Roberts, et D. Allan, Science Magazine 285(5433), 1537–1539 (1999)
- [25] A. Ortigosa-Blanch, J. C. Knight, W. J. Wadsworth, J. Arriaga, B. J. Mangan, T. A. Birks, et P. S. J. Russell, Opt. Lett. 25(18), 1325–1327 (2000)
- [26] B. Mangan, J. Knight, T. Birks, P. S. J. Russel, et A. Greenaway, Electron. Lett. 36(16), 1358–1359 (2000)
- [27] T. M. Monro, K. M. Kiang, J. H. Lee, K. Frampton, Z. Yusoff, R. Moore, J. Tucknott, D. W. Hewak, H. N. Rutt, and D. J. Richardson, Optical Fiber Communication Conference and Exhibit, 2002. OFC 2002 (2002).

- [28] J. M. Dudley, G. Genty, and S. Coen, *Reviews of Modern Physics* 78, 1135-1184 (2006)
- [29] T. M. Monro, Y. D. West, D. W. Hewak, N. G. R. Broderick, and D. J. Richardson, *Electronics Letters* 36 1998-2000 (2000)
- [30] Thèse, A. Roy, Université de Limoges (2008)
- [31] J.C Knight, T.A Birks, P.S.J Russell, D.M. Atkin, *Opt. Lett.* 21, 484-485 (1996), 22 484 (1997)
- [32] S. Leon-Saval, T. Birks, W. Wadsworth, P. S. J. Russell, et M. Mason, *Opt. Exp.* 12(13), 2864–2869 (2004).
- [33] A. Argyros, M. A. van Eijkelenborg, M. C. Large, and I. M. Bassett, *Opt. Lett.* 31, 172-174 (2006)
- [34] A. Argyros, I. Bassett, M. van Eijkelenborg, M. Large, J. Zagari, N. A. Nicorovici, R. McPhedran, and C. M. de Sterke, *Opt. Express* 9, 813-820 (2001)
- [35] Thèse Eliane Moira Dos Santos, Universidade Estadual de Campinas-UNICAMP (2007)
- [36] R. F. Cregan, B. J. Mangan, J. C. Knight, T. A. Birks, P. St. J. Russell, P. J. Roberts, and D. C. Allan, *Science*, 285 1537–1539 (1999)
- [37] Thèse F. Désévédavy, Université de Rennes1 (2008)
- [38] M. Midrio, *et al*, *J.L.T.* 18, 1031 (2000).
- [39] Z. Zhu, *et al.*, *Opt. Exp.* 8, p. 548 (2001).
- [40] F. Brechet, J. Marcou, D. Pagnoux, and P. Roy, *Optical Fiber Technology* 6, 181-191 (2000)
- [41] T. A. Birks, J. C. Knight, and P. S. Russell, *Optics Letters* 22, 961-963 (1997)
- [42] J. C. Knight, T. A. Birks, P. S. J. Russell, & J. P. de Sandro, *Journal of the Optical Society of America a-Optics Image Science and Vision*, 15, 748-752 (1998)
- [43] N. A. Mortensen, J. R. Folkenberg, M. D. Nielsen, and K. P. Hansen, *Optics Letters* 28, 1879-1881 (2003)
- [44] N.A Mortensen, *Opt. Exp.* 10, 341, (2002)
- [45] N.A. Mortensen, J.R. Folkenberg, M.D. Nielsen & K.P. Hansen, *Optics Letters*, 28, 1879-1881 (2003)
- [46] B.T. Kuhlmeij, R. C. McPhedran, & C. Martijn de Sterke, *Opt. Lett.*, 27, 1684-1686 (2002)
- [47] K.M. Hilligsoe, *et al*, *Opt. Exp.* 12 1045 (2004)
- [48] A. Kudlinski, *et al*, *Opt. Exp.* 14 5715 (2006)
- [49] G. Vienne, A. Coillet, P. Grelu, M. El Amraoui, J.C. Jules, F. Smektala, L. Tong, *Optics Express* 17 (8) 6224-9 (2009)
- [50] G. Boudebs, F. Sanchez, J. Troles, F. Smektala, *Opt. Commun.* 199 425-33 (2001)
- [51] Thèse, T. N. Nguyen, Université de RennesI, (2008)
- [52] O. I. Shpotyuk, A. O. Matkovskii, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 176 1 45-50 (1994)
- [53] R. R. Alfano, *The Supercontinuum Laser Source*, 2nd ed. (Birkhäuser, 2006).
- [54] Alfano, R.R. et S.L. Shapiro, *Phys. Rev. Lett.* 24, 584-587 (1970)
- [55] C. Lin, R.H. Stolen, *Appl. Phys. Lett.* 28, 216-218 (1976)
- [56] J. K. Ranka, R. S. Windeler & A. J. Stentz, *Optics Letters*, 25, 25-27 (2000)
- [57] P. Domachuk, N. A. Wolchover, M. Cronin-Golomb, A. Wang, A. K. George, C. M. B. Cordeiro, J. C. Knight, and F. G. Omenetto, *Opt. Express* 16, 7161-7168 (2008).
- [58] X. Feng & al, *Journal Lightwave Technol.* 23, 2046-5 (2005)
- [59] K. Kikuchi, K. Taira, and N. Sugimoto, *Electron. Lett.*, vol. 38, no. 4, 166–167 (2002)
- [60] M. El-Amraoui, J. Fatome, J. C. Jules, *et al. OPTICS EXPRESS*, 18(5):4547–4556, MAR 1 (2010)
- [61] C. Quémard, F. Smektala, V. Couderc, A. Barthélémy, and J. Lucas, *J. Phys. Chem. Solids*, vol. 62, 1435–1440, (2001)
- [62] S. E. Barkou, J. Broeng, , A. Bjarklev *et al.*, *Optics Letters*, 24 1 46-48 (1999)
- [63] R. F. Cregan, B. J. Mangan, J. C. Knight *et al*, *Science*, 285 1537-1539 (1999)
- [64] J. Broeng, S. E. Barkou, T. Sondergaard, *et al*, *Optics Letters*, 25 2 96-98 (2000)
- [65] P. Russell, *Optical Fiber Communication Conference, OSA Technical Digest Series (Optical Society of America, Washington DC, 2001) (Californie, Etats Unis) (2001)*
- [66] T. A. Birks, P. J. Roberts, P. Russell *et al*, *Electronics Letters*, 31 22 1941-1943 (1995)
- [67] P. J. Roberts, T. A. Birks, P. Russell *et al*, *Optics Letters*, 21 7 507-509 (1996)

- [68] J. C. Knight, T. A. Birks, P. Russell et al, Conference on Lasers and Electro-Optics, OSA Technical Digest Series (Optical Society of America, Washington DC) (1997)
- [69] J. C. Knight, T.A. Birks, R. F. Cregan, P. Russell, J. P. De-Sandro, Electronics Letters, 34 13 1347-1348 (1998)
- [70] J. H. Lee, Z. Yussof, W. Belardi, M. Ibsen, T. M. Monro, D. J. Richardson, Optics Letters, 27 11 927-929 (2002)
- [71] H. V. Pricej, W. Belardi, T. M. Monro, A. Malonowski, A. Piper, D. J. Richardson, Optics Express, 10 8 382-387 (2002)
- [72] B. R. Washburn, S. E. Ralph, R. S. Windeler, Optics Express, 10 13 575-580 (2002)
- [73] A. Ferrando, E. Silverstre, J. J. Miret et al, Optics Letters, 25 11 790-792 (2000)
- [74] A. Ferrando, E. Silverstre, P. Andres et al, Optics Express, 9 13 687-697 (2001)
- [75] K. Suzuki, H. Kubota, S. Kawanishi, Optics Express, 9 13 676-680 (2001)
- [76] C. Kerbage, B. J. Eggleton, Optics Express, 10 5 246-255 (2002)
- [77] B.H. Lee, J. B. Eom, J. Kim, Optics Letters, 27 10 812-814 (2002)
- [78] T. M Monro, W. Belardi, K. Furusawa, J. C. Baggett, N. G. R. Broderick, D. J. Richardson, *Meas. Sci. Technol.*, 12, 854-858 (2001)

## Chapitre III :

### Le verre $\text{As}_2\text{S}_3$ : du massif à la fibre optique microstructurée

I. L'état vitreux.....	75
II. La non linéarité des verres .....	77
III. Les verres de chalcogénures.....	78
IV. Synthèse du verre $\text{As}_2\text{S}_3$ .....	84
IV.1. Première approche de synthèse à Multiples Distillations du Soufre (MDS).....	84
IV.2. Seconde approche de synthèse : utilisation du composé Intermédiaire $\text{As}_4\text{S}_4$ (IAS) .....	88
IV.3. Concentration massique du groupement S-H .....	90
V. Caractérisations du verre $\text{As}_2\text{S}_3$ .....	91
V.1. Propriétés thermiques du verre $\text{As}_2\text{S}_3$ .....	91
V.2. Compositions chimiques du verre $\text{As}_2\text{S}_3$ .....	94
V.3. Propriétés optiques du verre $\text{As}_2\text{S}_3$ .....	95
V.3.1. Transmission UV-VIS-mIR .....	95
V.3.2. Transmission dans l'IR.....	97
VI. Fibres $\text{As}_2\text{S}_3$ monoindices .....	98
VII. Fibres optiques microstructurées en $\text{As}_2\text{S}_3$ .....	100
VII.1. Modélisation .....	101
VII.1.1. Modélisation des FOM traditionnelles .....	102
VII.1.1.1. Zéro de dispersion.....	102
VII.1.1.2. Pertes optiques .....	103
VII.1.1.3. Caractère monomode .....	105
VII.1.2. Modélisation des FOM à cœurs suspendus .....	106
VII.1.2.1. Zéro de dispersion.....	107
VII.1.2.2. Pertes optiques .....	108
VII.1.2.3. Caractère monomode .....	108
VII.2. Elaboration de préformes en verre $\text{As}_2\text{S}_3$ .....	108
VII.2.1. L'usinage mécanique du verre.....	109
VII.2.2. Profils des préformes .....	110
VII.3. L'étude des préformes (profilmètre type Taylor Hobson).....	112
VII.4. Etirage des fibres .....	114
VII.5. Profils des fibres optiques.....	115
VIII. Conclusion.....	118
IX. Références .....	118

## **I. L'état vitreux**

Le verre est un solide non-cristallin présentant le phénomène de transition vitreuse, selon Zarzycki [1]. Ce solide non cristallin est obtenu par figeage d'un liquide surfondu. De ce fait, le verre est désordonné à longue distance et ordonné à courte distance. Il est ainsi vu comme un réseau, semblable à celui d'un cristal ayant perdu son ordre à longue distance. D'un point de vue thermodynamique, le verre est un solide hors équilibre pouvant tendre vers un état d'équilibre stable par cristallisation, et cela seulement si suffisamment d'énergie lui est fournie. Ce changement d'état se produit généralement lorsqu'on élève la température et s'accompagne toujours d'une variation importante des propriétés physiques (volume, enthalpie, indice de réfraction ou encore conductivités thermique et électrique).

L'élaboration classique d'un verre consiste donc à refroidir très rapidement un liquide pour que la cristallisation n'ait pas le temps de se produire. Au cours de ce refroidissement, la viscosité du liquide s'accroît progressivement jusqu'à sa solidification totale. Pour comprendre ce processus et définir le phénomène de transition vitreuse, nous pouvons suivre l'évolution du volume spécifique d'un liquide avec la diminution de température (Figure I.1).

Pour des températures inférieures à la température de fusion  $T_f$ , l'état thermodynamique le plus stable est l'état cristallisé (enthalpie libre la plus faible possible). Au refroidissement, à  $T_f$  (ou  $T_c$  = température de cristallisation avec  $T_f = T_c$ ) le liquide cristallise. On observe alors une variation brutale du volume  $V$  et un changement de pente  $\frac{dV}{dT}$  puisque la capacité thermique du solide est plus faible que celle du liquide.

Pour un refroidissement très rapide du liquide, la cristallisation n'a pas le temps de se produire et on obtient un liquide surfondu pour  $T < T_f$ . En dessous de  $T_f$ , la viscosité du liquide augmente alors rapidement et lorsqu'elle atteint  $10^{13}$  poises, on observe une diminution significative de la pente  $\frac{dV}{dT}$  (elle devient proche de celle du solide cristallisé). Il s'agit de la zone de transition vitreuse et la température à laquelle se produit ce changement correspond à la température de transition vitreuse,  $T_g$ . Cette température de transition, pour un liquide donné, varie selon la vitesse de refroidissement (ou de chauffage) dans le domaine de température qu'on appelle "zone de transition vitreuse". Ce phénomène de transition vitreuse

est extrêmement important sur le plan pratique du fait qu'au-dessus de  $T_g$  le verre se ramollit et que sa mise en forme devient possible. Mais, en dessous de  $T_g$ , la mobilité des atomes est telle que l'apport d'énergie peut alors entraîner la formation d'un réseau ordonné : le verre cristallise. Plus l'écart entre les températures de transition vitreuse  $T_g$  et de cristallisation  $T_c$  est élevé, plus on considère le verre stable face à la cristallisation.

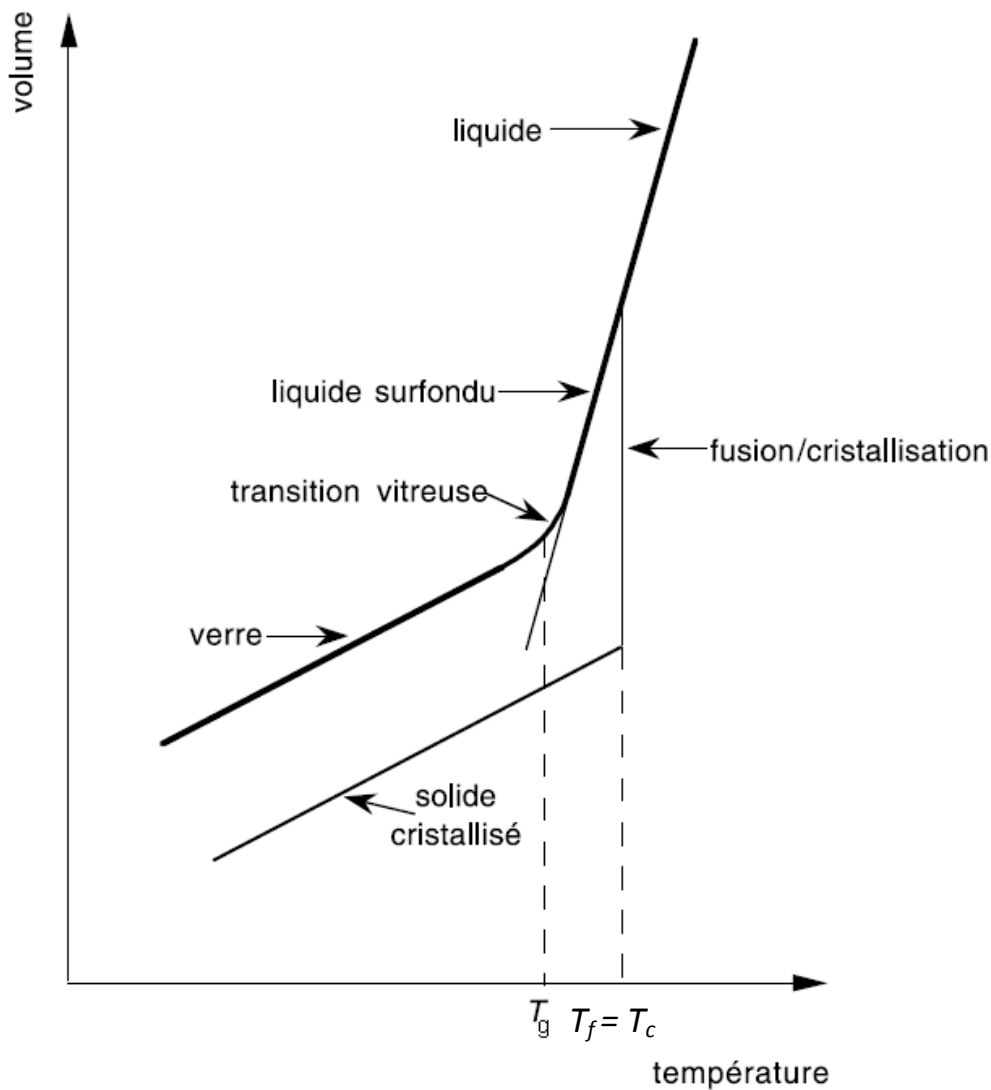


Figure 1.1 : Variations thermiques du volume  $V$  lors du passage de l'état liquide à l'état solide [2]

## II. La non linéarité des verres

Une des propriétés importantes des verres qui nous intéresse dans ces travaux est leur non linéarité. En effet nous cherchons à fabriquer des guides d'ondes très non linéaires [3].

Nous avons donc tout d'abord considéré plusieurs compositions de verres appartenant à la même famille que la silice ou à des familles différentes. Les principales propriétés optiques de ces verres ont été comparées avec celles du verre de silice, en particulier l'indice de réfraction linéaire  $n_0$ , l'indice de réfraction non linéaire  $n_2$  ainsi que la position de la longueur d'onde du zéro de dispersion (ZDW). L'indice de réfraction  $n_0$  ainsi que l'indice non linéaire  $n_2$  sont liés à la polarisabilité du matériau. Or l'ajout d'oxydes modificateurs dans une matrice silice conduit à des oxygènes non pontants, plus polarisables que les oxygènes pontants, menant à une augmentation de  $n_0$  et  $n_2$ . L'utilisation d'oxydes lourds renforce encore cet effet. En effet l'emploi d'anions lourds comme les chalcogènes au lieu de l'oxygène conduit aux verres de chalcogénures qui sont parmi les verres les plus non linéaires en raison de la très grande polarisabilité de  $S^{2-}$ ,  $Se^{2-}$  et  $Te^{2-}$  par rapport à  $O^{2-}$  [4]. Effectivement, comme on peut le voir dans le Tableau II.1. les verres à bases d'oxydes lourds ont un indice linéaire de réfraction compris entre 1,8 et 2,0 et un indice non linéaire 10 fois supérieur à celui de la silice. Les verres de chalcogénures ont un indice compris entre 2 et 3 et des indices non linéaires entre 100 et 1000 fois supérieurs à celui de la silice selon la composition Figure II.1 :

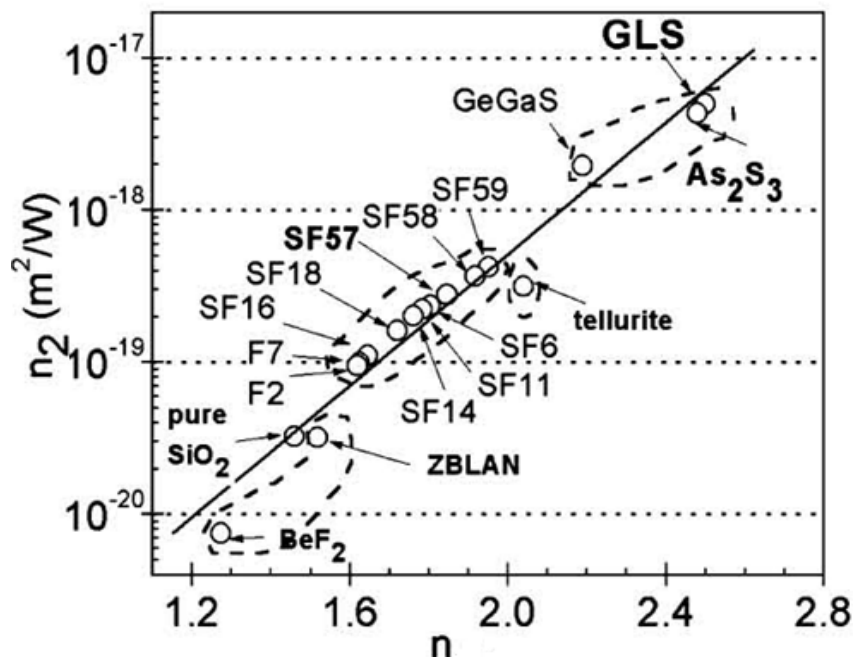


Figure II.1 : Indice de réfraction et indice non-linéaire de différents types de verre à  $1,06\mu m$  [3]

Tableau II.1 : Indices linéaires  $n_0$  et non linéaires  $n_2$  de différents verres [5]

Type de verre	Composant principal	$n_0$	$n_2 \cdot 10^{20}$ (m <sup>2</sup> W <sup>-1</sup> )	ZDW (μm)
<b>Oxydes</b>				
Silice (SiO <sub>2</sub> )	SiO <sub>2</sub>	1,45 à 1,06 μm	2,7 à 1,06 μm	1,26
Silicate de plomb (SF57)	PbO-SiO <sub>2</sub>	1,81 à 1,06 μm	41 à 1,06 μm	2,00
Oxyde de bismuth	Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,02 à 1,55 μm	32 à 1,5 μm	2,29
Tellurite	ZnO-TeO <sub>2</sub>	2,03 à 1,06 μm	51 à 1,06 μm	2,24
<b>Chalcogénures</b>				
GLS	Ga <sub>2</sub> S <sub>3</sub> -La <sub>2</sub> S <sub>3</sub>	2,41 à 1,55 μm	216 à 1,55 μm	
GLSO	Ga <sub>2</sub> S <sub>3</sub> -La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,25 à 1,55 μm	177 à 1,55 μm	4,64
As <sub>2</sub> S <sub>3</sub>	As <sub>2</sub> S <sub>3</sub>	2,44 à 1,55 μm	Entre 200 [6] et 594 [5] à 1,55 μm	4,81
As <sub>2</sub> Se <sub>3</sub>	As <sub>2</sub> Se <sub>3</sub>	2,81 à 1,55 μm [7]	Entre 1100 et 2400 à 1,55 μm [8]	Environ 6 μm

Ce tour d'horizon des différentes familles de verres montre clairement que les verres de chalcogénures présentent des non linéarités importantes. En raison de leurs non linéarités élevées par rapport à la silice et aux verres d'oxydes en général, notre choix s'est donc porté sur l'étude des verres à base de chalcogénures. Cependant leurs propriétés dispersives ne sont pas des plus favorables.

Le Tableau II.1. montre par exemple que le verre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> présente un zéro de dispersion (dispersion matériau) loin dans l'infrarouge (4,81 μm), ce qui présente un inconvénient pour son utilisation en tant que fibre. En effet, dans la perspective de la réalisation de sources supercontinuum fibrées, il est nécessaire de pouvoir pomper efficacement les fibres à proximité de la longueur d'onde du zéro de dispersion. Or à une telle longueur d'onde (4,81 μm), il n'existe pas de sources fibrées ayant des puissances crêtes suffisantes.

Dans le but de pouvoir utiliser des fibres chalcogénures pour la génération d'effets non-linéaires efficaces, il faut déplacer la valeur de leur zéro de dispersion vers les petites longueurs d'ondes, qui correspondent aux domaines de travail de sources laser pulsées de puissance suffisante. L'idée est donc de concevoir des fibres optiques avec des géométries bien particulières, dans lesquelles la haute dispersion matériau sera compensée par la dispersion du guide. C'est le cas des fibres optiques microstructurées (FOM) (voir chapitre 2). Nous discuterons plus loin dans ce chapitre des paramètres géométriques des FOM d'un point de vue théorique, et de la réalisation de ces fibres microstructurées, pour deux types de FOM à cœurs pleins, les fibres microstructurées avec un arrangement hexagonal de trous d'air (FOM traditionnelles) et les fibres microstructurées à cœurs suspendus.



### **III. Les verres de chalcogénures**

Les verres de chalcogénures sont des matériaux vitreux dont la composition contient un ou plusieurs éléments chalcogènes S, Se ou Te, ainsi que des éléments des groupes IVA et VA de la classification périodique. Un grand nombre de systèmes vitreux à base d'éléments chalcogènes sont connus aujourd'hui, parmi lesquels nous pouvons citer : As-S, Ge-S, As-Se, Ge-Se, Ge-As-Se, Ge-P-S, La-Ga-Ge-Se, Ge-Sb-Se, Ge-Se-Te, As-Ge-Se-Te, As-Se-Te [9]. Ces matériaux présentent des liaisons plus faibles que celles existant dans les oxydes et des liaisons homopolaires et hétéropolaires peuvent coexister. Contenant des éléments plus lourds (S, Se, Te), ces verres sont aussi plus denses que les verres d'oxydes. Le nombre de coordination, les forces de liaison et les angles de liaison montrent une structure ordonnée à courte distance (jusqu'au second plus proche voisin), proche du cristal correspondant. En revanche, la structure à moyenne distance est encore controversée pour certaines compositions [10]: une structure quasi cristalline distordue ou un réseau continu aléatoire (Continuous Random Network structure) peuvent être envisagés.

La stabilité thermique de ces verres dépend de leur composition. Si  $As_2S_3$  ne présente, au chauffage, qu'une transition vitreuse, les verres à base de sélénium peuvent montrer un pic de cristallisation, tandis que les verres à base de tellure ont une forte tendance à la cristallisation. Les verres de chalcogénures sont, pour la plupart, opaques dans le domaine visible mais présentent une bonne transmission dans l'infrarouge. La coupure vers les faibles longueurs d'ondes est due à l'excitation électronique, tandis que vers les longueurs d'onde élevées, elle est due aux vibrations atomiques. Cette coupure est repoussée vers les grandes longueurs d'onde lorsque la masse atomique des éléments formant le verre augmente (10  $\mu\text{m}$  pour les verres à base de soufre, 15  $\mu\text{m}$ , pour ceux à base de sélénium, 20  $\mu\text{m}$  ou plus pour certains verres de tellure) Figure III.1.(a)

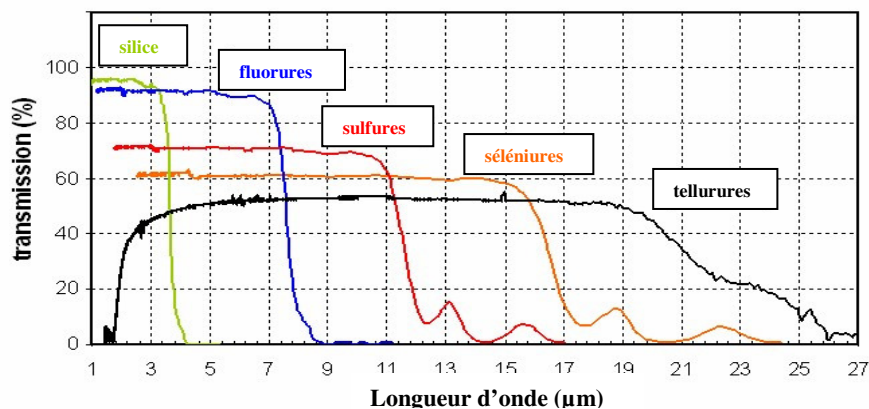


Figure III.1.(a) : Transmission des différents verres de chalcogénures comparés à la silice et aux verres de fluorures.

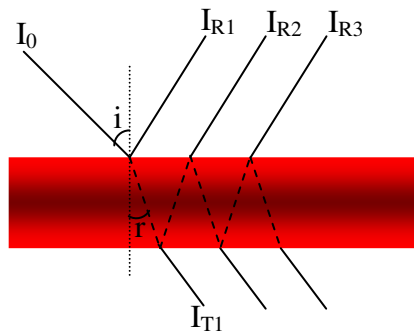


Figure III.1.(b) : Les trois premiers rayons réfléchis et transmis pour une incidence  $i$  sur une lame à faces parallèles.

Tableau III.1 : Pourcentage des trois premiers rayons réfléchis et transmis par une lame du verre  $As_2S_3$  (calculé en incidence normale pour  $n = 2,4$ )

Rayon	1	2	3
% $I_R$	16,9	11	0,33
% $I_T$	69	1,9	0,05

La Figure III.1.(b), représente les trois premiers rayons réfléchis et les trois premiers rayons transmis par un échantillon à faces parallèle du verre chalcogénure  $As_2S_3$ . A partir de la troisième réflexion le pourcentage de réflexion devient négligeable, d'où une transmission de l'ordre de 70 % pour les verres sulfures (Figure III.1.(a)). Compte tenu de l'épaisseur de la lame (5 mm) et de la faible cohérence de la source du spectromètre, aucun phénomène d'interférences en transmission n'a été observé.

Ces matériaux à caractère semi-conducteur présentent des indices de réfraction élevés. Ils sont photosensibles : la photosensibilité est définie par la variation permanente de l'indice de réfraction que le matériau acquiert lorsqu'il est insolé par un rayonnement dont la longueur d'onde est convenablement choisie. Ils présentent des propriétés non linéaires très intéressantes. Leur indice de réfraction non linéaire peut être de 100 à 1000 fois plus élevé que celui de la silice [11,12].

La forte non linéarité de ces verres associée à leur transparence dans l'infra rouge en fait donc de bons candidats pour la réalisation de dispositifs intégrés fortement non linéaires [13,14]. La réalisation de fibres microstructurées, dispositifs permettant d'exacerber la non linéarité intrinsèque de ces matériaux, laisse entrevoir de nouvelles applications dans le domaine des télécommunications [15] ou dans le développement de nouvelles sources fibrées infrarouges (supercontinuum).

En vue d'une amélioration des performances techniques et économiques des systèmes de télécommunications actuels, les travaux en optique active et passive ont connu un essor considérable depuis les années 70. Ces travaux concernent essentiellement les verres d'oxydes, matériaux de choix pour des utilisations aux longueurs d'ondes des télécommunications (1,3 et 1,55 microns). On s'aperçoit toutefois que ces verres connaissent certaines limites : ils sont caractérisés par des énergies de phonons élevées et absorbent dans l'infrarouge moyen et lointain. Dans le domaine de l'amplification optique, basée sur la

photoluminescence des ions de terres rares, les verres d'oxydes sont utilisés en tant que matrices hôtes. Mais leur énergie de phonons élevée entraîne une atténuation du rendement de photoluminescence. Leur opacité dans l'infrarouge moyen et lointain les rend par ailleurs inutilisables pour certaines applications comme la métrologie de l'environnement, la détection des gaz polluants dans l'atmosphère, ou l'interférométrie spatiale pour l'observation des planètes extrasolaires, par exemple.

De par leurs propriétés de transparence dans l'infrarouge et leur facilité de mise en forme, les verres de chalcogénures sont donc des matériaux très prometteurs pour des applications dans le proche et moyen infrarouge.

La Figure III.2. met en évidence l'intérêt des verres de chalcogénures. La transmission de ces verres dans les bandes de transparence atmosphérique permet d'envisager des applications telles que l'imagerie thermique par caméra infrarouge, les systèmes de contre mesures optoélectroniques, les lidars, la spectroscopie IR etc....

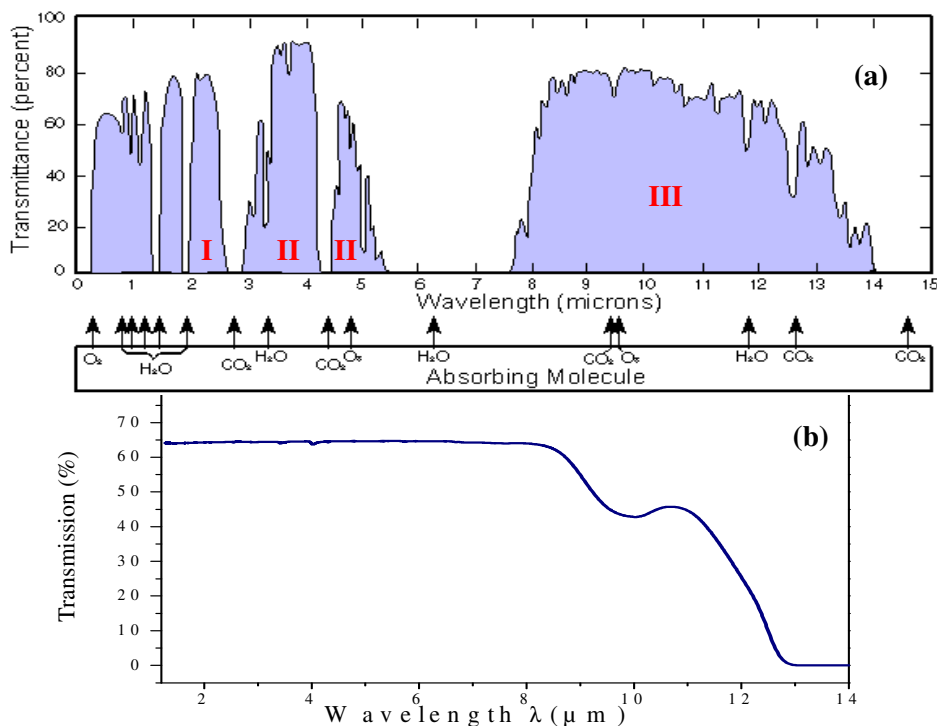


Figure III.2 : Fenêtres de transparence : (a) atmosphérique, (b) du verre de chalcogénure  $As_2S_3$

Une application intéressante des verres de chalcogénures est l'imagerie thermique. Celle-ci tire parti du fait que tout corps émet un rayonnement infrarouge dont le spectre dépend de sa température (Figure III.3), selon les lois classiques du rayonnement du corps

noir. L'utilisation de caméras infrarouges couvre de nombreux domaines : civil, militaire, médical...etc. L'intérêt des verres infrarouges tels que les verres de chalcogénures réside dans leur utilisation en tant qu'objectif de ces caméras infrarouges, par exemple.

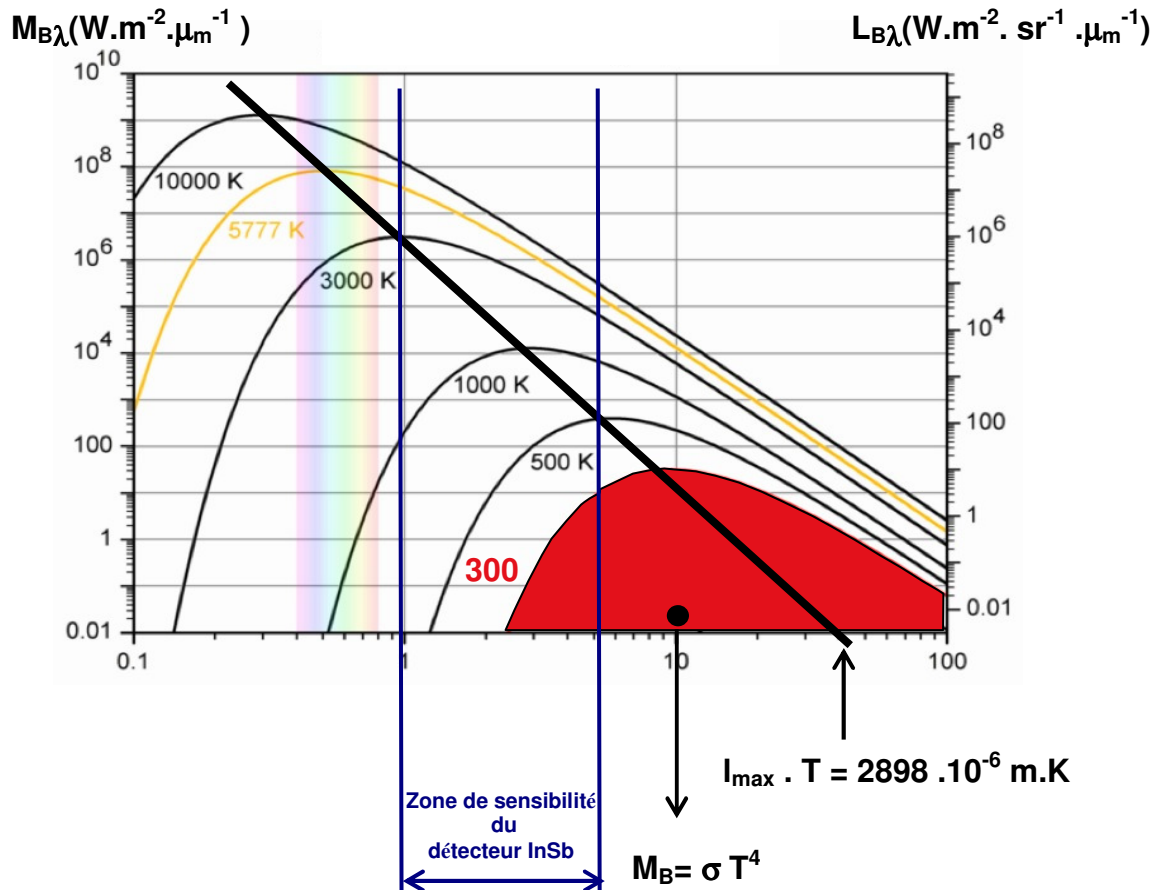
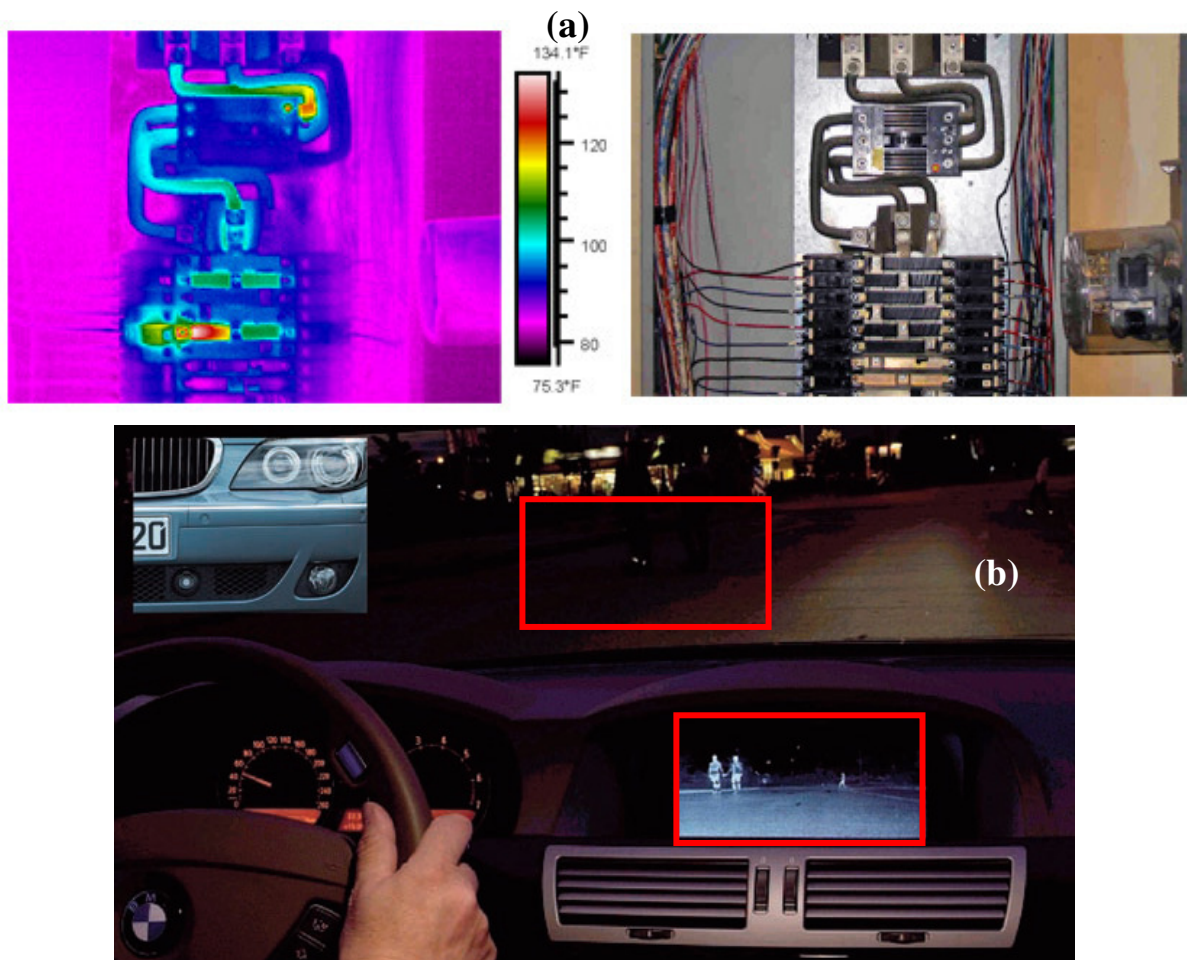


Figure III.3 : Schéma descriptif des lois de rayonnement d'un corps noir

Les caméras infrarouges peuvent être utilisées en mécanique, électricité ou en électronique, pour détecter la surchauffe dans les installations électriques (Figure III.4) ou dans les lignes de transfert de puissance et par les pompiers pour inspecter et vérifier la présence de vies dans des lieux difficilement accessibles à cause de la fumée. Une autre application importante est l'imagerie médicale ; dans ce cas, la caméra thermique est utilisée comme un « thermomètre infrarouge » pour détecter une hausse de température qui pourrait signifier des problèmes vasculaires, une infection ou une tumeur. En fin, une application récente concerne la conduite nocturne assistée des véhicules (Figure III.4.b).



*Figure III.4 : Exemples d'applications civiles de cameras thermiques, (a) diagnostic électrique et (b) assistance à la conduite[16]*

Nous avons fait le choix dans cette thèse d'étudier plus particulièrement parmi les verres de chalcogénures, le verre  $As_2S_3$ . En effet ce verre est particulièrement stable vis-à-vis de la cristallisation. Cette propriété est importante pour tous les aspects liés à la synthèse et à la mise en forme. Il est transparent dans l'infrarouge jusqu'à  $10\ \mu\text{m}$  sur bulk et au moins  $6\ \mu\text{m}$  sur fibre, ce qui inclue la 2<sup>ème</sup> fenêtre de transparence atmosphérique.

Il est en outre très non linéaire, tout en présentant une transparence dans la partie visible du spectre électromagnétique, ce qui n'est pas le cas des autres verres de chalcogénures (séléniures, tellurures). Ses propriétés dispersives, bien que défavorables, le sont moins que celles des autres verres chalcogénures.

Notre objectif sera donc de maîtriser la fabrication de fibres optiques à base de ce verre, fibres monomodales que nous valoriserons dans une application en thermométrie et des fibres microstructurées non linéaire pour la génération du supercontinuum.

La suite de ce chapitre sera consacrée à la fabrication du verre  $As_2S_3$ . Nous allons montrer l'intérêt de la purification des précurseurs vis-à-vis de la qualité optique du verre massif et de la fibre monindice. Nous traiterons des propriétés thermiques, chimiques et optiques, avant de discuter le passage du massif à la fibre *via* l'élaboration des préformes.

#### **IV. Synthèse du verre $As_2S_3$**

Comme pour tous les verres de chalcogénures, la synthèse d' $As_2S_3$  se fait sous vide secondaire pour éviter les contaminations par l'air [17]. En effet, il est nécessaire, au cours de ce processus, d'éviter une pollution par l'oxygène et l'eau contenus dans l'atmosphère. Nous avons utilisé deux approches différentes pour élaborer ce verre, la première à partir de la purification des deux précurseurs S et As, et la seconde en partant du monosulfure d'arsenic  $As_4S_4$  que nous avons préalablement synthétisé et auquel, après lui avoir fait subir plusieurs distillations dynamiques, nous avons additionné du soufre, nécessaire pour former  $As_2S_3$ .

##### IV.1. Première approche de synthèse à Multiples Distillations du Soufre (MDS)

Le dispositif expérimental conçu dans ce cadre est décrit dans la Figure IV.1. Il est composé d'un groupe de pompage primaire/secondaire pouvant atteindre  $10^{-6}$  mbar, d'un piège à azote liquide et de verrerie en silice. Il est très important de souligner que la verrerie utilisée lors de la synthèse doit être nettoyée à l'acide fluorhydrique puis rincée plusieurs fois abondamment à l'eau distillée, pour éliminer les particules de silice (poudre de silice) inévitablement créées lors de la fabrication du montage en silice, et qui peuvent provoquer dans les fibres de la diffusion aux petites longueurs d'onde, responsable d'une forte atténuation de la transmission, particulièrement sur les fibres où la longueur utilisée est de plusieurs mètres.

Nous avons utilisé de la verrerie en silice de haute pureté connue sous le nom de Ilmasil, avec un taux de OH inférieur à 5 ppm. L'utilisation du piège à azote permet de protéger la pompe et les opérateurs en piégeant toute espèce volatile provenant des précurseurs.

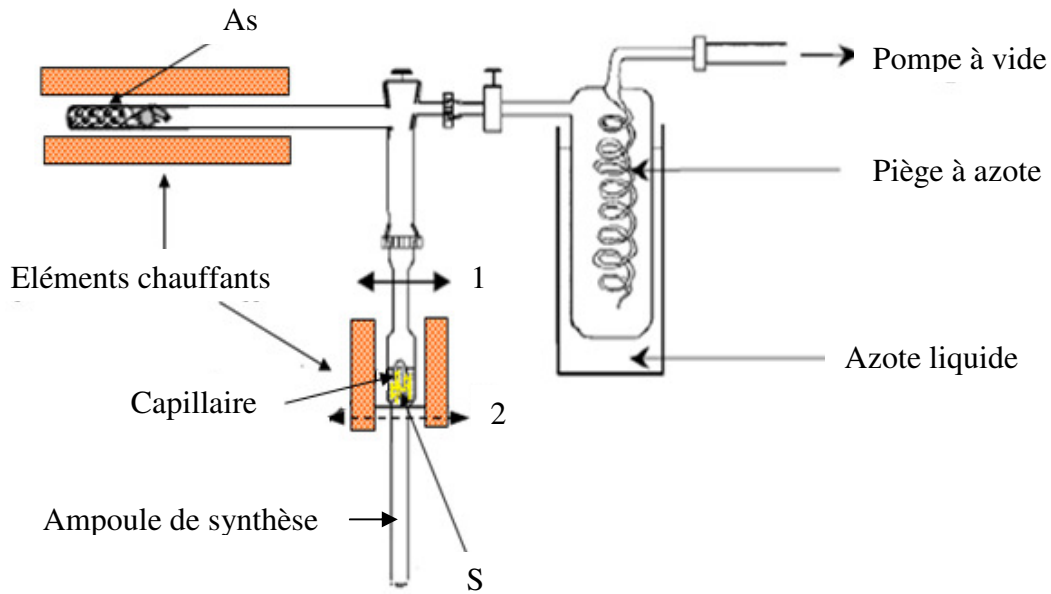


Figure IV.1 : Dispositif de synthèse du verre  $As_2S_3$  selon l'approche MDS

Le soufre est introduit dans un réservoir comprenant un petit capillaire et l'arsenic est placé dans la seconde ampoule du montage (Figure IV.1).

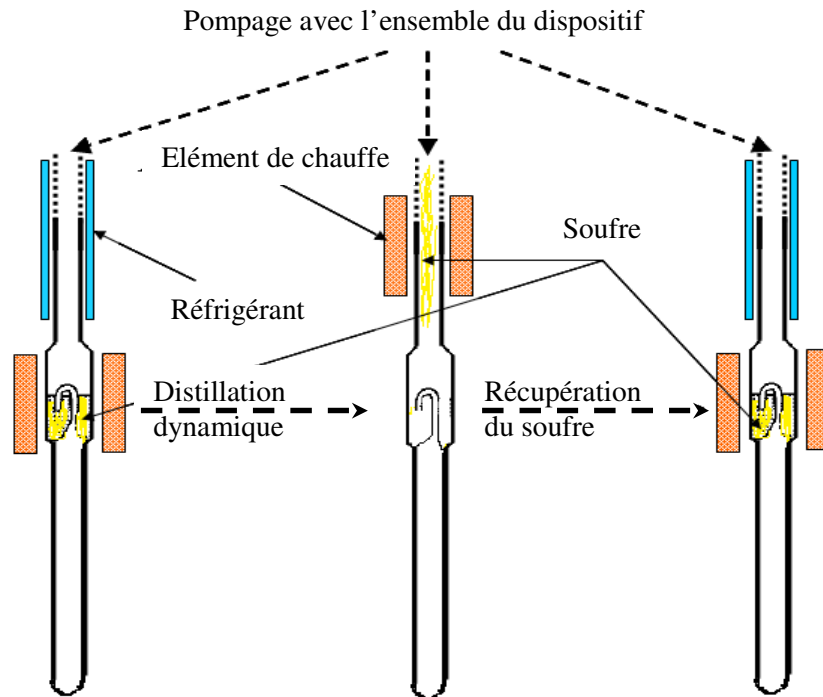
Pour cette première approche, nous avons réalisé deux types de synthèse, l'une sans aucune purification des précurseurs As et S, l'autre en purifiant As et S. L'objectif est ici d'évaluer l'impact des étapes de purification sur la qualité du verre. En effet, de nombreuses absorptions parasites peuvent être présentes dans le verre  $As_2S_3$ . Le Tableau IV.1 rassemble tous les groupements chimiques susceptibles d'être présent dans le verre  $As_2S_3$ .

Tableau IV.1 : Position des principales bandes d'absorptions parasites dans le verre  $As_2S_3$

Impureté	OH	SH	CO <sub>2</sub>	CS	CS <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O	AsO
Position	2,9	4	4,26	7,6	6,62	2,29	7,5
$\lambda(\mu m)$	2,92	4,1				6,3	7,9
Références	[18,19,20] [26]	[19-21]	[22,23]	[24]	[27]	[18,19,22]	[25]

La purification de l'arsenic consiste en un simple chauffage sous vide à environ 290 °C pendant quelques heures, en vue d'éliminer les couches d'oxydes présentes à sa surface. En effet, à cette température la tension de vapeur de l'oxyde  $As_2O_3$  est environ 1000 fois supérieure à celle de l'arsenic métallique [28]. La purification du soufre consiste à le chauffer sous vide dynamique à sa température de fusion (~120 °C). Sous l'effet du vide

dynamique il s'évapore puis se condense sur les parois de l'ampoule refroidie localement à l'aide d'un réfrigérant, alors que les impuretés plus volatiles comme l'eau sont évacuées par le système de pompage. La Figure IV.2. schématise les étapes successives d'une distillation dynamique du soufre.



*Figure IV.2 : Schéma descriptif des différentes étapes (de gauche à droite) d'une distillation dynamique du soufre*

Une fois que tout le soufre s'est condensé dans la partie supérieure de l'ampoule de synthèse, il est fondu pour être récupéré à nouveau dans son réservoir initial. Ceci correspond à un cycle de distillation du soufre. Nous pouvons alors continuer à faire des distillations multiples, dans le but d'éliminer à chaque fois les impuretés résiduelles plus volatiles que le soufre, en particulier l'eau. Cette technique de purification du soufre pour améliorer la qualité optique du verre  $As_2S_3$  fut utilisée pour la première fois par Frerichs [29].

Après purification des précurseurs, on transvase l'arsenic dans le réservoir contenant le soufre et on scelle l'ampoule au niveau de la double flèche n°1 (Figure IV.1). L'ampoule contenant le soufre et l'arsenic est ensuite introduite dans un four incliné possédant un fort gradient de température. On chauffe l'ampoule aux environs de  $520^{\circ}C$  pendant quelques heures pour distiller le mélange 'As + S' se trouvant sous un vide statique, dans la partie froide de l'ampoule qui constituera l'ampoule de synthèse. Cette distillation statique du



mélange permet en particulier l'élimination des impuretés moins volatiles que le soufre, comme le carbone. Les impuretés restent piégées dans la partie supérieure de l'ampoule (zone chaude du four : Figure IV.3) sans passer l'ampoule de synthèse. Les étapes de la distillation statique du verre sont illustrées sur la Figure IV.3:

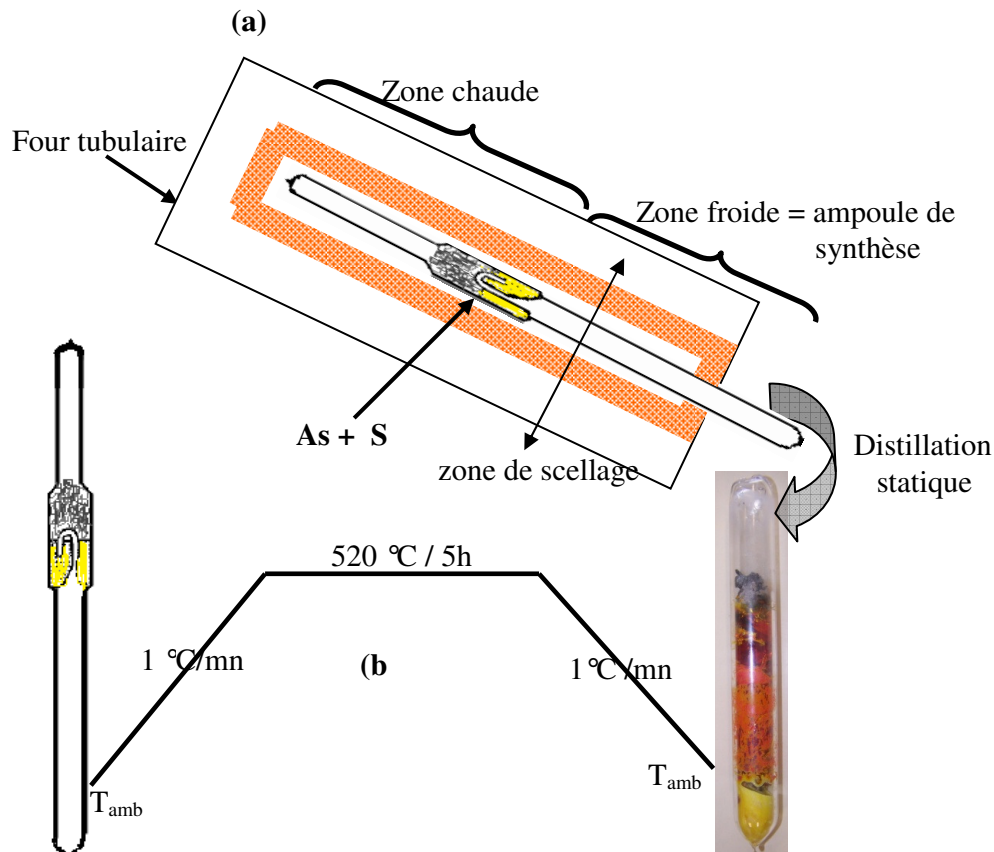


Figure IV.3 : (a) Schéma descriptif d'une distillation statique du mélange soufre et arsenic et (b) les différentes étapes de cette distillation

Lors de la distillation statique les éléments se condensent dans l'ampoule de synthèse. Ce tube est alors scellé au niveau de la double flèche n°2 (Figure IV.1) et placé dans un four basculant préalablement chauffé aux environs de  $150\text{ °C}$ . Il subit ensuite un traitement thermique à  $700\text{ °C}$  pendant  $12\text{ h}$  pour l'homogénéisation de la masse fondue. Le four est ensuite placé en position verticale à  $525\text{ °C}$  pour augmenter la viscosité du verre et limiter la formation de vapeur au-dessus du bain fondu. Puis le tube est trempé dans de l'eau à température ambiante pendant quelques secondes pour figer rapidement le liquide dans l'état vitreux. La Figure IV.4. illustre les étapes du traitement thermique que subit le tube réactionnel.

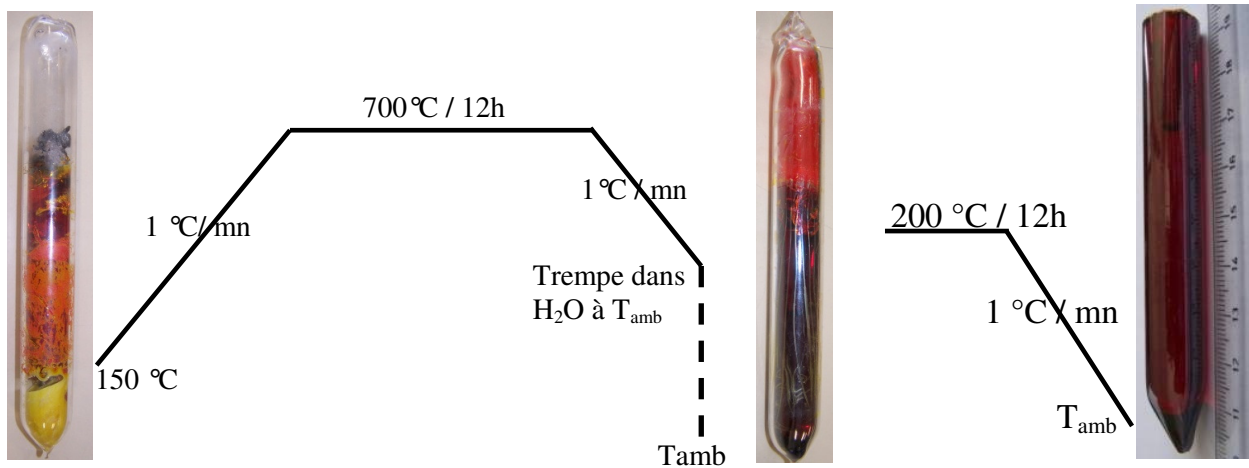


Figure IV.4 : Schéma descriptif des différentes étapes du traitement thermique du verre

Finalement le barreau de verre ainsi obtenu est recuit à une température ( $200^{\circ}C/12h$ ) proche de sa température de transition vitreuse  $T_g$  qui est de l'ordre de  $216^{\circ}C$  (voir Paragraphe V.1)

#### IV.2. Seconde approche de synthèse : utilisation du composé Intermédiaire $As_4S_4$ (IAS)

La particularité de cette technique réside dans le fait qu'elle nécessite le passage par une composition intermédiaire, le monosulfure d'arsenic ( $As_4S_4$ ), préalablement synthétisé.

L'arsenic commercial contient plusieurs impuretés sous formes d'oxydes ou d'hydroxydes. La technique classiquement utilisée pour sa purification, qui consiste en des traitements thermiques permettant de sublimer ces oxydes, n'est pas en mesure d'éliminer toutes les impuretés, qui vont potentiellement contribuer au phénomène d'absorption optique dans le verre. Le monosulfure d'arsenic  $As_4S_4$  est un composé plus approprié à une purification par distillation sous vide. C'est un liquide de basse viscosité, proche de celle de l'eau. Cette faible viscosité constitue une prédisposition favorable à une purification efficace par distillation.

La purification de  $As_4S_4$  est réalisée dans une ampoule sous vide préalablement à la synthèse du verre  $As_2S_3$  (Figure IV.5). Une quantité définie de  $As_4S_4$  est introduite dans un tube de silice préalablement nettoyé, puis le composé subit plusieurs distillations dynamiques.

Une fois la purification du composé intermédiaire  $As_4S_4$  réalisée, nous introduisons la quantité nécessaire de soufre purifié pour obtenir la composition  $As_xS_y$  voulue (eq : IV.1) :



En changeant la quantité de soufre ajoutée au système  $As_4S_4$ , on peut élaborer toutes les compositions de verre au voisinage du verre  $As_2S_3$ . Cette technique d'élaboration de verres de haute pureté a été proposée en 1999 par Devyatikh *et al* [30] et s'est montrée efficace pour l'obtention de pertes de guidage sur fibre d'environ 23 dB/km à  $\lambda = 2,4 \mu\text{m}$ . Une amélioration de cette technique a permis récemment d'obtenir des pertes encore plus faibles (12 dB/km) [31] à la même longueur d'onde.

Après une première distillation d' $As_4S_4$  sous vide secondaire, on scelle le dispositif au niveau de la double flèche n°1 (Figure IV.5), puis on réalise à nouveau deux fois de suite la même procédure, en scellant au niveau des flèches n°2 puis n°3. Une fois que le monosulfure d'arsenic purifié est recueilli dans le tube de synthèse, on déplace, à l'aide d'une tige métallique, l'aimant isolé dans une capsule en verre, pour casser le petit capillaire séparant le tube contenant le soufre du tube réactionnel. On procède alors à l'addition de soufre (préalablement purifié par multiples distillations), de façon à obtenir la composition  $As_2S_3$ . Lorsque tout le soufre est passé dans le tube de synthèse, on scelle une dernière fois au niveau de la double flèche n°4. A partir de ce point, les dernières étapes de la synthèse sont les mêmes que celles utilisées dans l'approche MDS.

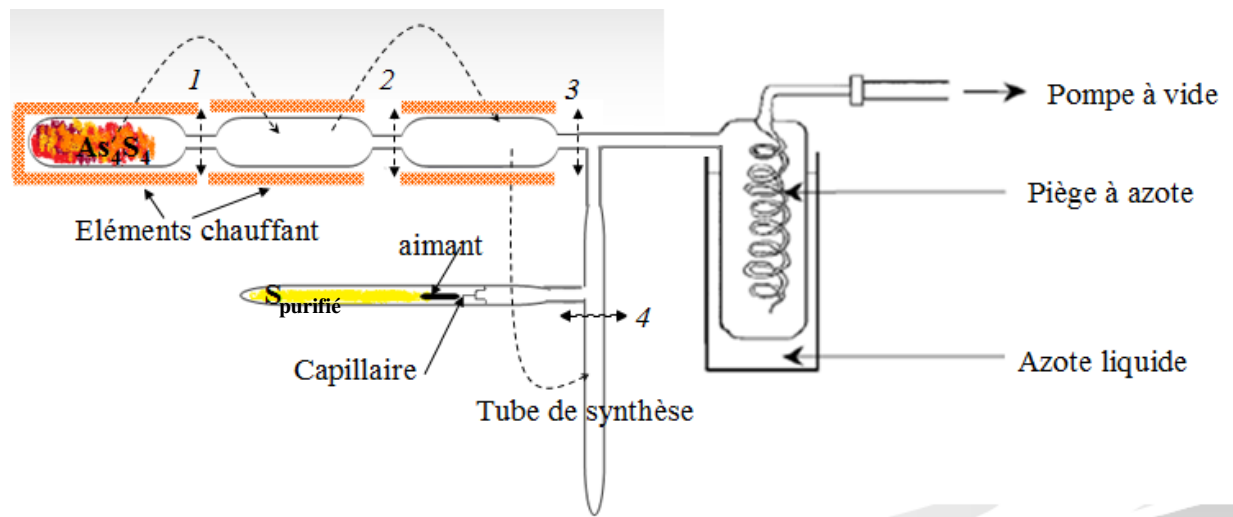


Figure IV.5 : Dispositif de synthèse du verre  $As_2S_3$  selon l'approche IAS

Il est important de noter que cette technique présente un inconvénient relatif à la stœchiométrie du verre final. En effet, la purification de  $As_4S_4$  se déroule sous vide secondaire

pendant plusieurs jours. Il en résulte une perte de soufre, qui se condense au niveau du piège à azote. Pour remédier à cela on part d'une quantité supérieure en soufre pour compenser cette perte. Néanmoins la déviation à la composition stœchiométrique est de l'ordre de 1-3% atomique.

### IV.3. Concentration massique du groupement S-H

La qualité optique d'un verre  $As_2S_3$  peut être évaluée en déterminant son taux d'hydrogène à partir de l'intensité de l'absorption du groupement SH. La concentration massique du groupement [S-H] est en effet liée au coefficient d'absorption  $\alpha$  ( $m^{-1}$  ou dB/m) par la loi de Beer-Lambert. On mesure donc le spectre de transmission d'une pièce en verre de quelques millimètres d'épaisseur ( $\ell$ ) puis on détermine le coefficient d'absorption à l'aide des expressions suivantes :

$$\alpha_{m^{-1}}(\lambda) = \frac{1}{\ell} \ln \frac{I_0}{I} \quad (IV.2)$$

$$\alpha_{dB/m}(\lambda) = \alpha_{m^{-1}} \times \frac{10}{\ln(10)} \quad (IV.3)$$

Où  $I_0$  représente l'intensité du faisceau lumineux incident et  $I$  l'intensité transmise.

La concentration massique en groupement S-H est ensuite calculée à partir de la relation suivante:

$$[S-H] = \frac{\alpha_{dB/m}(\lambda)}{\varepsilon_{dB/m/ppm}(\lambda)} \quad (IV.4)$$

où  $\varepsilon_{dB/m/ppm}(\lambda)$  correspond au coefficient d'extinction de la bande d'absorption du groupement S-H à la longueur d'onde  $\lambda$ . Ce coefficient, déterminé par Devyatykh *et al* [32], vaut 2,3 dB/m/ppm à 4,01  $\mu m$ .

Les concentrations massiques en groupements S-H de trois verres  $As_2S_3$  issus de trois types de synthèses différentes ont été calculées en utilisant les relations (IV.2-IV.4). La Figure IV.6. représente une partie des spectres de transmission infrarouge autour de la bande SH, relative à chacune des trois synthèses.

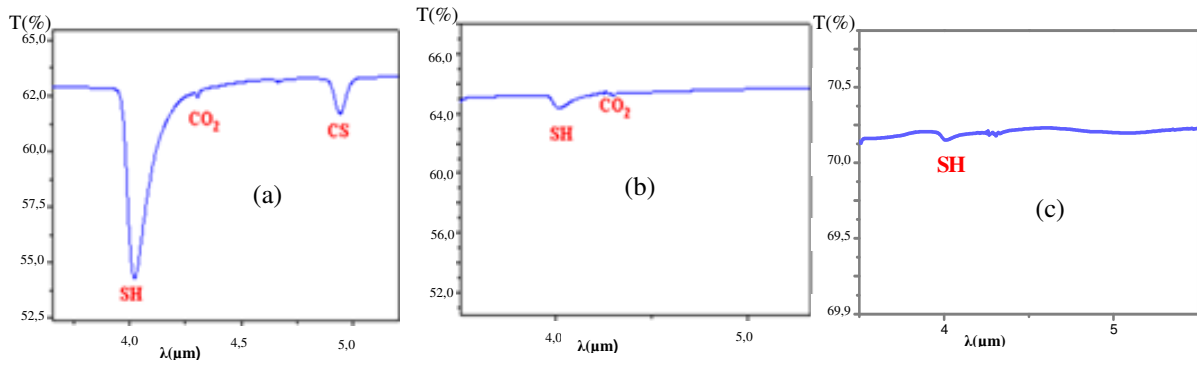


Figure IV.6 : Spectres de transmission autour de la bande SH de trois verres As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> : (a) synthèse sans aucune purification de précurseurs, (b) synthèse par l'approche MDS avec cinq distillations dynamiques successives du soufre et (c) synthèse par l'approche IAS

Le Tableau IV.2. rassemble les concentrations en groupement SH correspondant aux trois spectres précédents (Figure IV.6) :

Tableau IV.2 : Concentrations massiques du groupement SH dans des échantillons As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> de 5 mm d'épaisseur

Type de synthèse	aucune distillation du S	MDS (5 distillations du S)	Approche IAS
[SH] (ppm)	61,20	5,14	0,7

On constate que la concentration massique du groupement S-H est la plus faible lorsqu'on synthétise le verre à partir du composé intermédiaire As<sub>4</sub>S<sub>4</sub>. Dans l'approche MDS, plusieurs distillations dynamiques du soufre sont indispensables pour améliorer la qualité optique du verre obtenu.

## V. Caractérisations du verre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>

Nous avons réalisé plusieurs caractérisations physiques du verre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> massif dans le but de déterminer sa qualité optique (spectroscopie UV-VIS et IR) et ses propriétés thermiques (DSC), nécessaires pour définir la température de fibrage et connaître le comportement du verre vis-à-vis de la cristallisation.

### V.1. Propriétés thermiques du verre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>

Nous avons déterminé les caractéristiques thermiques du verre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> par calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Cette technique met en évidence les transformations

endothermiques et exothermiques que subit un verre, sous atmosphère contrôlée et en fonction de la température. La DSC permet la définition de deux grandeurs thermiques essentielles pour un verre, les températures de transition vitreuse  $T_g$  et de cristallisation  $T_c$  qui traduisent des transformations physico-chimiques importantes.

La température de transition vitreuse est définie comme étant la température à laquelle la viscosité du matériau est égale  $10^{13}$  poises. En-dessous de  $T_g$ , le verre est considéré comme un solide. Au-dessus de cette température, la viscosité du matériau diminue progressivement. Cette diminution progressive de la viscosité permet la mise en forme du verre [33].

La cristallisation du verre se traduit par un pic exothermique sur le thermogramme. Elle correspond à la transformation de l'ordre à courte distance (typique des liquides et des gaz) en un ordre à longue distance (caractéristique des cristaux). A cette température, la faible viscosité permet une mobilité importante des atomes et par conséquent leur réarrangement en réseau ordonné, ce qui se traduit entre autres par un changement des propriétés mécaniques du matériau.

La stabilité thermique est définie par l'écart entre la température de transition vitreuse et la température de cristallisation :  $\Delta T = T_c - T_g$ . Plus cet écart est grand, plus le verre est thermiquement stable et présente un large domaine de travail pour sa mise en forme.

Une des raisons pour lesquelles nous avons choisi le verre  $As_2S_3$  est sa résistance à la cristallisation. En effet, ce matériau ne présente pas de pic de cristallisation lors de l'enregistrement d'un thermogramme. Cette propriété est très importante car déterminante pour le fibrage. En effet, au moment du fibrage, le risque de dévitrification lors de la montée en température est important pour un verre qui présente un pic de cristallisation, ce qui n'est pas le cas pour  $As_2S_3$ .

Nous avons effectué cette analyse DSC à l'aide d'un appareil de type INSTRUMENTS STD 29-60, en utilisant environ 20 mg d' $As_2S_3$  que nous avons pressé entre deux feuilles d'aluminium. La capsule ainsi obtenue a subi plusieurs cycles de chauffage/refroidissement successifs entre la température ambiante et une température maximale de 400 °C. Un second échantillon appelé référence, se trouvant dans une seconde capsule a subi simultanément les mêmes cycles. Les variations de quantités de chaleur entre ce dernier et l'échantillon à analyser, pour des vitesses de chauffage et de refroidissement identiques et égales à 10 °C par minute, sont relevées. La Figure V.1. présente un thermogramme typique obtenu lors d'un cycle et demi de DSC.

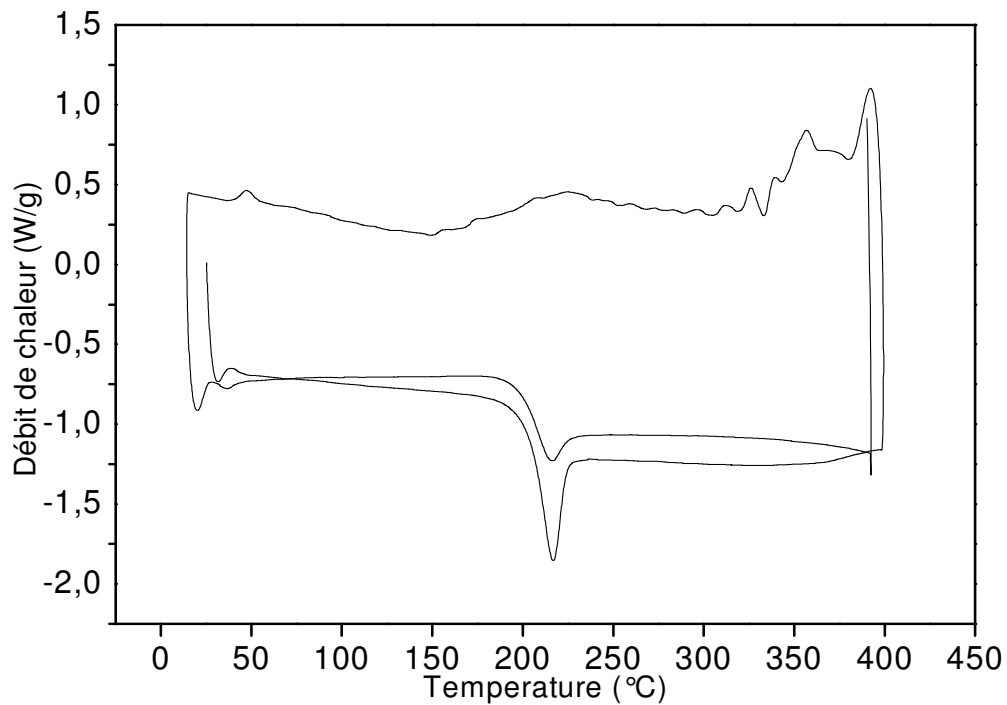


Figure V.1 : Courbe d'analyse thermique différentielle du verre  $As_2S_3$

La valeur de la température de transition vitreuse déduite à partir de la courbe d'analyse thermique différentielle obtenue est d'environ 208 °C. Elle est déterminée au point d'inflexion du phénomène endothermique. La température de transition vitreuse pour plusieurs compositions du système soufre/arsenic, a été étudié par [34,35]. La Figure V.2. illustre la variation de la  $T_g$  en fonction du pourcentage atomique en arsenic. La connaissance de cette courbe est nécessaire pour le fibrage en particulier des fibres à saut d'indices en  $As_2S_3$ , dans le but de trouver un compromis de température pour le fibrage simultané du cœur et de la gaine, leurs compositions étant différentes.

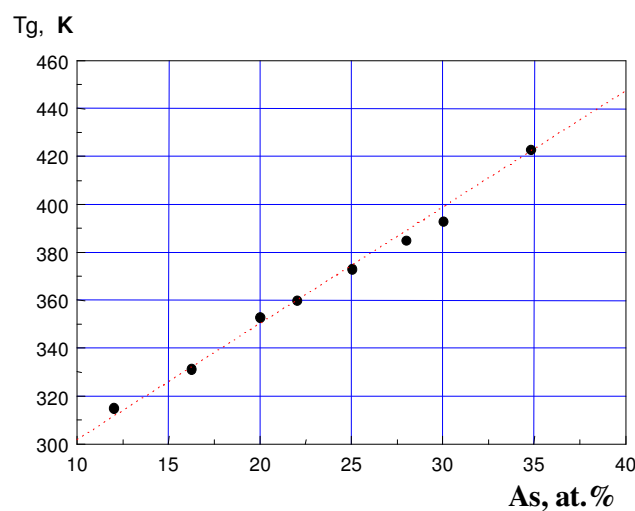


Figure V.2 : Influence de la composition des verres As-S sur leur  $T_g$  [34,35]

L'écart observé entre la T<sub>g</sub> mesurée sur nos verres et la T<sub>g</sub> présenté sur la Figure V.2. est dû classiquement au fait que ce paramètre dépend de l'histoire thermique du verre.

Un autre paramètre très important pour le fibrage est la variation de la viscosité  $\eta$  du verre avec la température. Généralement, la température de fibrage se situe entre la température de travail ( $\eta = 10^3$  poises, température à laquelle le verre peut être mis en forme par cueillage ou moulage) et la température de ramollissement ( $\eta = 10^{6,65}$  poises), température à laquelle le verre peut être soufflé [33,36,37].

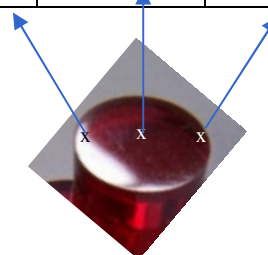
## V.2. Compositions chimiques du verre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>

Lorsque l'on bombarde de la matière avec des électrons, celle-ci réémet de l'énergie sous la forme, entre autres, de rayons X (émission secondaire de rayons X). Le spectre des rayons X émis est caractéristique de la composition de l'échantillon, et son analyse permet de déduire la composition élémentaire, c'est-à-dire les concentrations massiques en éléments chimiques. L'analyse de la composition a été réalisée à l'aide d'une microsonde EDX de type OXFORD, équipant un microscope électronique à balayage du service commun de microscopie du laboratoire ICB.

Nous avons déterminé par cette méthode la composition des échantillons issus de différentes synthèses. Pour cela nous avons exploré trois zones de chaque échantillon (disques de 5 mm d'épaisseur): le centre et deux extrémités diamétralement opposées. Le Tableau V.1. rassemble les valeurs des compositions (en pourcentage molaire) pour un échantillon du verre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> synthétiser selon l'approche IAS. La précision de ces mesures est de 1%. Les résultats obtenus sont très proches de la composition théorique et démontrent une maîtrise satisfaisante de la stœchiométrie.

Tableau V.1 : Compositions en éléments S et As en trois zones d' un disque de 5mm d'épaisseur en verre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, et valeurs moyennes.

<b>Eléments/Composition (% m)</b>	<b>bord 1</b>	<b>milieu</b>	<b>bord 2</b>	<b>moyenne</b>
<b>S</b>	60,09	60,6	60,53	60,41
<b>As</b>	39,91	39,41	39,47	39,59





### V.3. Propriétés optiques du verre $As_2S_3$

La fenêtre de transmission du verre  $As_2S_3$  s'étend de 0,6 à 9  $\mu m$ . On tire d'ailleurs parti de sa transmission partielle dans le visible pour l'alignement des faisceaux préalable aux caractérisations dans infrarouge. Nous étudierons dans ce paragraphe la transmission du verre  $As_2S_3$  depuis le visible jusqu'à l'infrarouge ainsi que son indice de réfraction. Nous déterminerons sa longueur d'onde de band-gap aux petites longueurs d'ondes  $\lambda_{gap}$  et la longueur d'onde de coupure multi-phonons aux grandes longueurs d'ondes.

Nous avons utilisé à cet effet un spectromètre Perkin-Elmer Spectrum One. Les mesures ont été faites sur des échantillons polis à faces parallèles de 5mm d'épaisseur (Figure V.3).



Figure V.3 : Échantillons en  $As_2S_3$  polis, à faces parallèles.

#### V.3.1. Transmission UV-VIS-mIR

La Figure V.4. présente le spectre de transmission du verre  $As_2S_3$  aux courtes longueurs d'ondes.

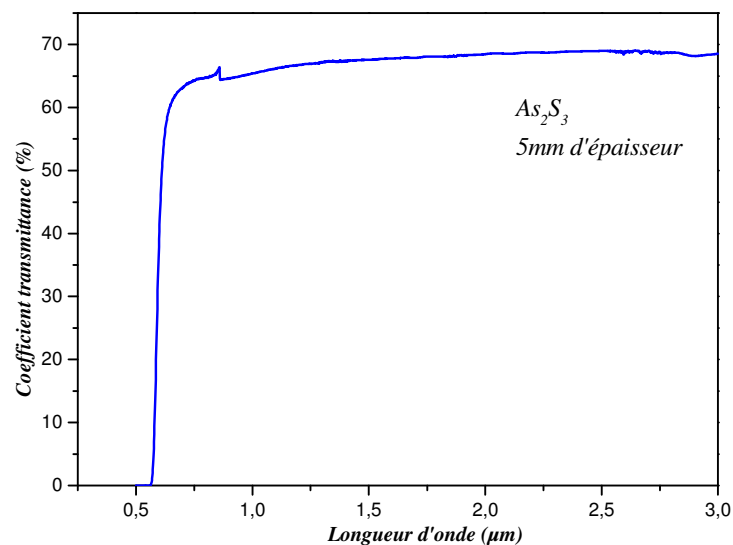


Figure V.4 : Spectre de transmission dans le visible et le proche infrarouge du verre  $As_2S_3$

La limite de transmission aux courtes longueurs d'ondes  $\lambda_{\text{gap}}$ , appelée « longueur d'onde de gap », est de l'ordre de 590 nm, d'où la couleur rouge du verre sous la lumière blanche.

Le maximum de transmission est inférieur à 100 %, ce qui est dû aux pertes par réflexion de Fresnel qui interviennent systématiquement à l'interface entre deux milieux d'indice de réfraction différents. Ces pertes dépendent de l'indice de réfraction du matériau et s'expriment, à l'incidence normale, selon la relation (V.1) :

$$R = \frac{(n-1)^2}{(n+1)^2} \quad (\text{V.1})$$

où

R : est le coefficient de réflexion en intensité à l'interface air (n=1)/ matériau (n)

n : est l'indice de réfraction du verre à une longueur d'onde donnée

Lorsque l'indice de réfraction augmente les pertes par réflexions augmentent. Or les indices de réfraction linéaires des verres de chalcogénures sont élevés : 2,44 pour As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> à 1,55  $\mu\text{m}$  [38,41]. Le Tableau V.2. rassemble quelques valeurs d'indices caractéristiques pour le verre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, mesurées par la méthode du prisme qui suppose que le corps dont on mesure l'indice est taillé sous la forme d'un prisme.

Tableau V.2 : Indice de réfraction du verre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> en fonction de la longueur d'onde [34,35]

<b>longueur d'onde (<math>\lambda</math>)</b>	<b>Indice de réfraction de As<sub>2</sub>S<sub>3</sub></b>
0,6 $\mu\text{m}$	2,6364
1,0	2,4777
1,55 $\mu\text{m}$	2,405
3,0 $\mu\text{m}$	2,4160
5,0 $\mu\text{m}$	2,4072
6,6 $\mu\text{m}$	2,4007

Pour une même longueur d'onde, l'indice de réfraction varie significativement avec la composition du matériau. La Figure V.5. illustre les valeurs que prend l'indice de réfraction en fonction de la concentration atomique en arsenic [34,35].

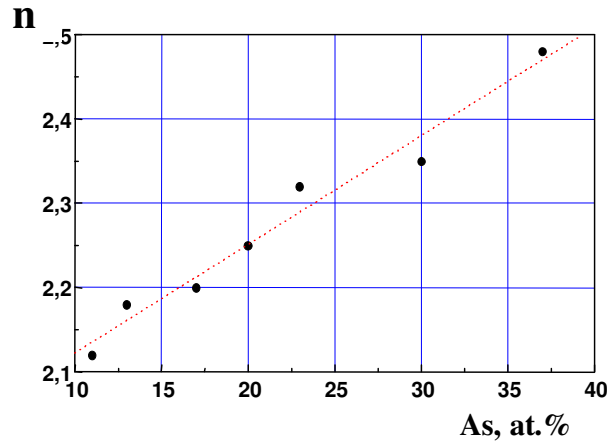


Figure V.5 : Influence de la composition des verres du système As-S sur l'indice de réfraction  $n$  à  $1,06\mu\text{m}$  [34,35].

On constate que l'indice de réfraction augmente avec la concentration en arsenic du verre. Ceci traduit l'augmentation du nombre de paires électroniques libres de l'arsenic, hautes en énergies et très polarisables, donc l'augmentation de la polarisabilité du verre  $As_2S_3$ .

### V.3.2. Transmission dans l'IR

La Figure V.6. représente le spectre de transmission du verre  $As_2S_3$  dans l'infrarouge. La limitation de la transmission infrarouge du verre massif vers les grandes longueurs d'onde est due à l'absorption multiphonons, qui correspond aux vibrations des liaisons chimiques du réseau. Elle est située autour de  $9\mu\text{m}$ .

Dans le cas du verre  $As_2S_3$ , la vibration de phonon fondamental de la liaison As-S correspond à une énergie de phonon d'environ  $350\text{ cm}^{-1}$  [42] soit une longueur d'onde de l'ordre de  $28\mu\text{m}$ . Le pic d'absorption vers  $9,5\mu\text{m}$  correspond au troisième harmonique de la vibration fondamentale.

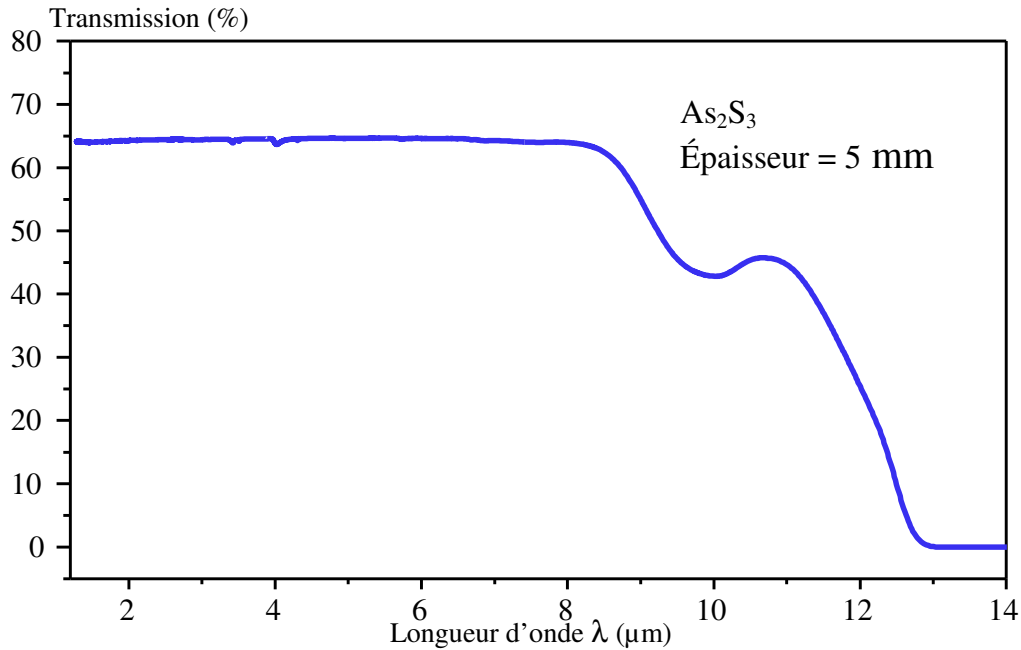
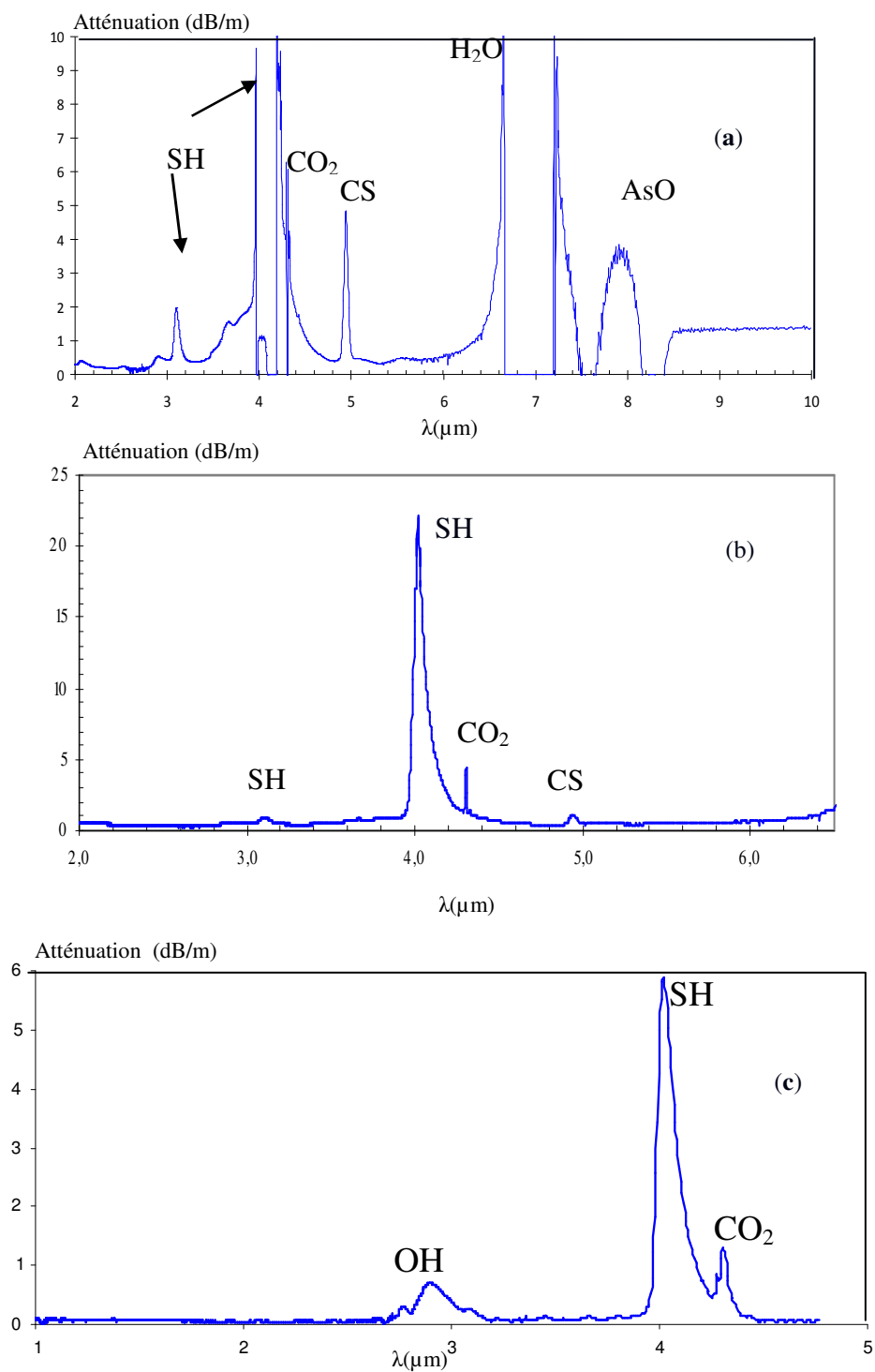


Figure V.6 : Spectre de transmission dans l'infrarouge du verre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>

Pour le verre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> étudié, la transmission maximale, due aux pertes de Fresnel, est de l'ordre de 65%.

## VI. Fibres As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> monoindices

Afin de valider notre procédé de synthèse, nous avons fibré des fibres monoindices de 400  $\mu\text{m}$  de diamètre, puis leurs atténuations ont été mesurées par la technique du « Cut-Back ». L'appareil utilisé est un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (NICOLET 6700). La mesure d'atténuation sur une fibre de 1 à 2 mètres de long permet de mettre en évidence de faibles traces (de l'ordre du ppm) d'impuretés absorbantes par la détection des bandes d'absorption correspondantes, avec une sensibilité très supérieure à celle offerte par une mesure classique effectuée sur un échantillon massif de quelques millimètres d'épaisseur seulement. La connaissance des coefficients d'extinction des bandes d'absorptions S-H ou COS, par exemple, permet de remonter aux concentrations d'impuretés correspondantes. Le fond continu des courbes d'atténuation spectrale fournit en outre des informations sur les effets de diffusion optique. Les courbes d'atténuations de fibres monoindices issues de différentes synthèses sont représentées dans la Figure VI.1 :



*Figure VI.1 : Atténuation spectrale de trois fibres mono-indices de 400  $\mu\text{m}$  de diamètre en verre  $As_2S_3$ , (a) fibre issue d'une synthèse sans purification, (b) fibre issue d'une synthèse MDS et (c) fibre issue d'une synthèse IAS.*

On observe une ligne de base très inférieure à 1 dB/m, et le spectre d'atténuation est essentiellement marqué par la présence de la bande d'absorption liée à la vibration de la

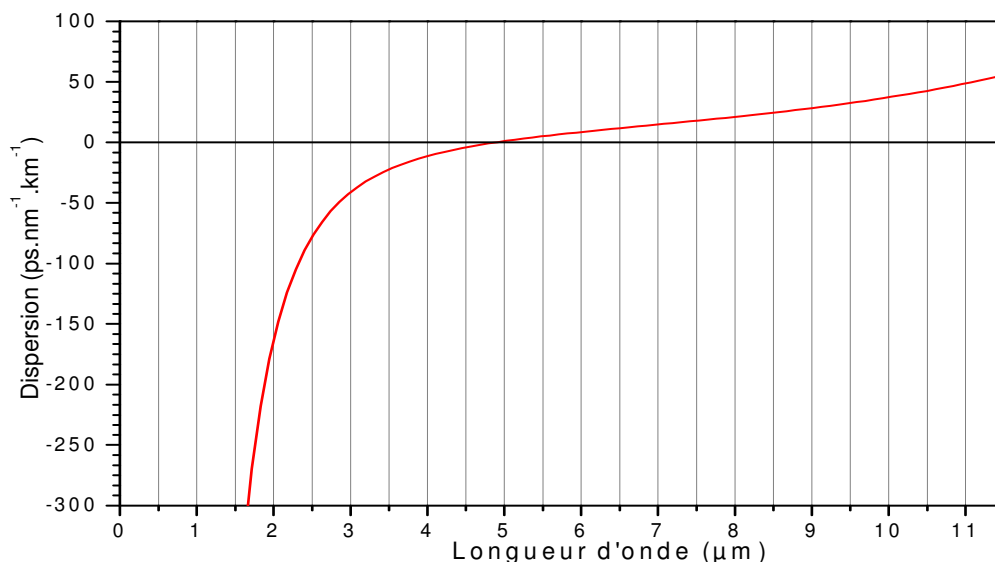
liaison S-H à 4,03  $\mu\text{m}$ , d'amplitude 6 dB/m ( $\sim 2,5$  ppm: Fig.VI.1.(c)). La présence de carbone dans la fibre, vraisemblablement une pollution du soufre commercial, explique la présence d'une bande d'absorption parasite à 4,3  $\mu\text{m}$ , associée à la vibration de la liaison CO<sub>2</sub>.

Ces résultats mettent en évidence l'intérêt de la purification des précurseurs par le biais des deux techniques utilisées. On observe un fond continu très inférieur à 1 dB/m, et quelques absorptions résiduelles parasites.

La voie de synthèse type IAS conduit aux meilleurs résultats, avec un fond continu de l'ordre de 0,05dB/m et une concentration de groupement S-H de l'ordre de 2,60 ppm. Ceci confirme les allures des spectres d'absorption des échantillons des verres massifs et nous permet de sélectionner cette technique d'élaboration du verre comme étant la plus appropriée. Nous l'avons donc utilisée pour toutes les synthèses suivantes.

## **VII. Fibres optiques microstructurées en As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>**

A ce stade de nos travaux, la technique d'élaboration du verre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> est acquise. L'utilisation de fibres mono-indices s'est avérée intéressante pour les contrôles de qualité optique mais ne permettra pas la génération d'effets non linéaires du fait, entre autre, de la dispersion du matériau.



*Figure VII.1: Courbe de dispersion du matériau As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> en fonction de longueur d'onde [42]*

En effet, comme le montre la courbe de la Figure VII.1. la longueur d'onde correspondant au zéro de dispersion du verre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> massif est située à 4,8  $\mu\text{m}$ . Un problème technologique se pose donc: les sources laser fibrées pulsées (pico ou femtoseconde)

capables, de par leur forte puissance crête, de générer des effets non linéaires de type supercontinuum à cette longueur d'onde ne sont pas disponibles.

Il est donc impérativement nécessaire de décaler la valeur du zéro de dispersion vers les courtes longueurs d'ondes pour pouvoir pomper efficacement ce matériau. Pour y parvenir, deux solutions se présentent : soit l'utilisation de FOMs traditionnelles présentant un arrangement hexagonal de trous d'air, soit l'utilisation de FOMs à cœurs suspendus de faibles diamètres.

### VII.1. Modélisation

Les outils de modélisation de la propagation dans les fibres sont très importants pour déterminer le ou les types de profils qui sont en adéquation avec le type d'application visée. Non seulement la modélisation de la dispersion est cruciale mais il est également possible de modéliser, en fonction du profil choisi, les pertes de guidage associées au guide d'onde. La modélisation permet également d'étudier le comportement modal de la FOM. La simulation permet au final la détermination des différents paramètres pouvant mener à la génération des effets non linéaires dans une fibre donnée. Nous avons établi une collaboration avec Gilles Renversez, Professeur à l'Institut Fresnel de Marseille (UMR CNRS 6133). Les chercheurs de ce laboratoire ont développé un modèle numérique, appelé « méthode multipolaire », permettant de modéliser les fibres optiques microstructurées à guidage par l'indice (réflexion totale interne RTI) ou par résonance transverse [43,44,45]. Cette méthode permet entre autre de connaître l'influence de l'augmentation du nombre de couronnes de trous sur les pertes de confinement de chaque mode dans le cas des FOM 'conventionnelles'.

Cette méthode permet de traiter des structures comportant un très grand nombre de trous. Elle peut également traiter des FOM dont les trous ne sont pas circulaires, avec toutefois un temps de calcul plus important pour ce type de fibres.

Elle permet également de réaliser une étude détaillée du comportement propagatif dans les FOM (aire effective, dispersion chromatique, biréfringence, pertes de confinement...).

La méthode des éléments finis a également été utilisée [43-45]. Contrairement à la méthode multipolaire qui est particulièrement adaptée aux structures à inclusion circulaires, la méthode des éléments finis s'applique à tous types de géométries, l'inconvénient majeur étant bien sûr un temps de calcul plus long. Néanmoins les moyens informatiques se développant

constamment rendent cette méthode intéressante. C'est la technique que nous avons utilisé pour simuler les FOM à cœurs suspendus.

Le principe de cette méthode est basé sur la transformation d'un système continu d'équations en un système d'équations discrètes. Cette méthode de modélisation nécessite en tout premier lieu de découper le domaine d'étude en sous-espaces élémentaires et de définir des conditions aux limites de ce domaine, pour conduire à l'unicité des solutions. Cette première étape est celle de la réalisation du maillage de la structure étudiée. Les sous-espaces générés sont appelés les éléments du maillage. L'approximation de la solution sur tout le domaine étudié est assurée par la somme, correctement pondérée, des fonctions d'approximation définies par morceaux [43-45].

### VII.1.1. Modélisation des FOM traditionnelles

Les propriétés modales des FOM ont déjà été étudiées, particulièrement pour des matrices vitreuses en silice avec des inclusions circulaires d'air [46,47]. Les propriétés linéaires des structures géométriques mais avec une matrice vitreuse de haut indice de réfraction telle que les verres de chalcogénures sont globalement les mêmes [48,49]. Il existe cependant quelques différences qu'il est bon de préciser afin de faciliter la réalisation de FOM en verres de chalcogénures possédant les propriétés souhaitées.

#### VII.1.1.1. Zéro de dispersion

La connaissance des valeurs de dispersion en fonction de la longueur d'onde est un préalable indispensable au choix de la géométrie d'une FOM. On peut en effet optimiser les effets non linéaires en pompant avec un laser de longueur d'onde proche à celle correspondant au « zéro dispersion » de la fibre. Les calculs du zéro de dispersion des FOM traditionnelles à plusieurs couronnes de trous sont représentés dans la Figure VII.2 :



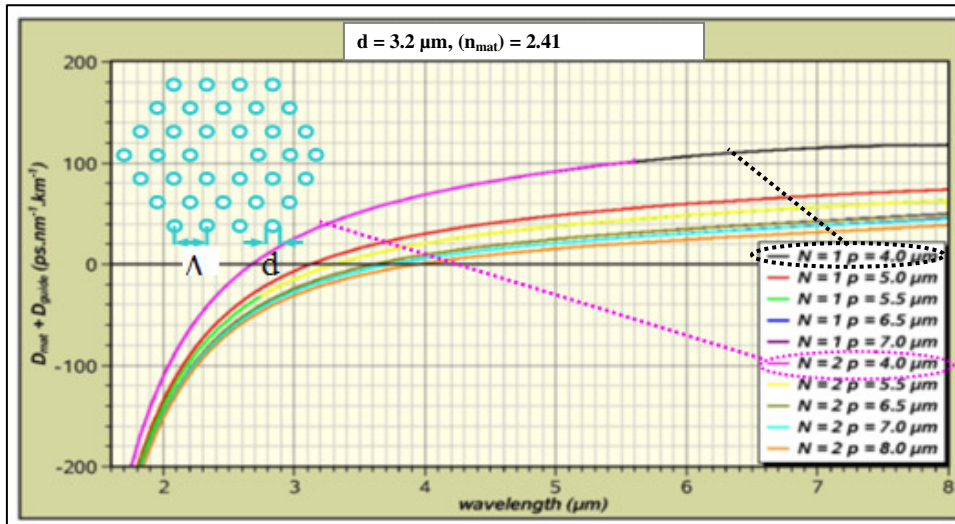


Figure VII.2 : Dispersion chromatique totale d'une FOM en  $As_2S_3$  en fonction du pas du réseau de trou ( $p$ ) et du nombre de couronnes de trous d'air ( $N$ ). Le diamètre des trous ( $d$ ) est fixé à  $3,2 \mu\text{m}$ .

Ces courbes montrent qu'avec deux couronnes de trous circulaires et un rapport  $d/\Lambda = 0,8$  où  $\Lambda$  est la distance séparant les centres de deux trous adjacents et  $d$  est le diamètre des trous, le « zéro de dispersion » est décalé à  $2,7 \mu\text{m}$  dans le guide contre presque  $5 \mu\text{m}$  dans le verre massif. Le même résultat du ZDW est obtenu par une seule couronne de trous, la courbe noire : donc le paramètre le plus important pour décaler le zéro de dispersion est la taille du cœur, car plus le pas du réseau est petit plus la taille du cœur de la fibre correspondante est petite. L'utilisation d'un laser émettant à  $1,55 \mu\text{m}$  serait donc moins défavorable que dans une fibre conventionnelle à saut d'indice, mais à cette longueur d'onde la dispersion chromatique totale reste néanmoins importante ( $\sim -400 \text{ ps.nm}^{-1}.\text{km}^{-1}$ ) ce qui ne favorise pas l'apparition des effets non-linéaires. En revanche l'utilisation d'un OPO fs fonctionnant à  $2 \mu\text{m}$  devient possible.

#### VII.1.1.2. Pertes optiques

Une autre caractéristique à étudier est l'évolution des pertes de guidage en fonction des paramètres géométriques décrivant la structure et en fonction de la longueur d'onde. Les modes d'une FOM à cœur solide composée d'un nombre fini d'inclusions (trous) de bas indice au sein d'une matrice haut indice infinie sont des modes à pertes [46]. Cela signifie que les indices effectifs des modes guidés ont une partie imaginaire non nulle. Or les pertes des modes guidés y sont directement reliées.

Lorsque le mode fondamental est confiné dans le cœur (autrement dit quand la longueur d'onde n'est pas trop importante par rapport au pas  $\Lambda$ ) les pertes de guidage diminuent exponentiellement avec l'augmentation du nombre de couronnes de trous [43,46].

Sur la Figure VII.3 sont représentées les pertes du mode fondamental d'une FOM RTI en fonction du rapport  $\frac{d}{\Lambda}$  pour un nombre variable de couronnes de trous  $N_r$  à  $\lambda = 1.55 \mu\text{m}$ . D'après cette figure, lorsque le rapport  $d/\Lambda$  est supérieur à 0.3, il suffit de 4 couronnes de trous pour que les pertes de guidage soit inférieure à 1 dB/m et deviennent comparables ou inférieures aux pertes matériaux.

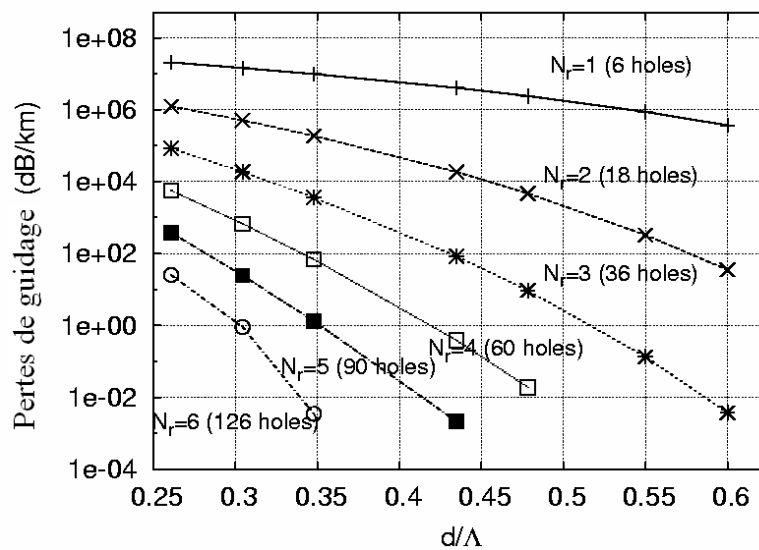


Figure VII.3 : Pertes du mode fondamental (en dB/km) en fonction du nombre de couronne de trous ( $N_r$ ) et du rapport  $d/\Lambda$ , pour  $n_{matrice} = 2,5$ ,  $\Lambda = 2,3 \mu\text{m}$  à  $\lambda = 1,55 \mu\text{m}$ .

L'indice de réfraction élevé des verres de chalcogénures est un avantage pour l'obtention de faibles pertes de guidage et la démonstration en est faite via la modélisation [50]. Les pertes de guidage du mode fondamental  $L(m+1)$  pour une FOM possédant  $N_r = m+1$  couronnes de trous sont comparées aux pertes de guidage du mode fondamental  $L(m)$  d'une FOM possédant  $N_r = m$  couronnes de trous. La comparaison est faite via le rapport  $L(m+1)/L(m)$ . Pour rester proche des configurations réelles des FOM en verres de chalcogénures, le rapport est calculé pour des valeurs de  $m$  comprises entre 1 et 4. La Figure VII.4. montre ce rapport en fonction de  $d/\Lambda$  pour deux matrices vitreuses :  $n = 2,25$  correspondant à un verre de chalcogénure et  $n = 1,444$  correspondant à la silice. Un rapport des pertes inférieur indique un confinement plus fort. Comme on peut le voir sur la Figure VII.4. un indice de réfraction de la matrice de 2,25 garantit un confinement plus fort que lorsque  $n = 1,444024$ . Puisque les pertes matériaux sont de l'ordre du dB/m, l'important

indice de réfraction des verres de chalcogénures permet alors d'envisager des FOM avec seulement 3 ou 4 couronnes de trous garantissant des pertes de guidage inférieures à celles du matériau et ce dans une large gamme de ratios  $d/\Lambda$  et donc de géométries possibles de fibres. Ce n'est pas le cas pour les FOM en silice, car du fait des pertes matériaux extrêmement basses et du faible indice de réfraction (comparé au chalcogénures), une importante valeur de  $Nr$  est nécessaire pour s'assurer que les pertes de guidage soient bien inférieures à celles du matériau.

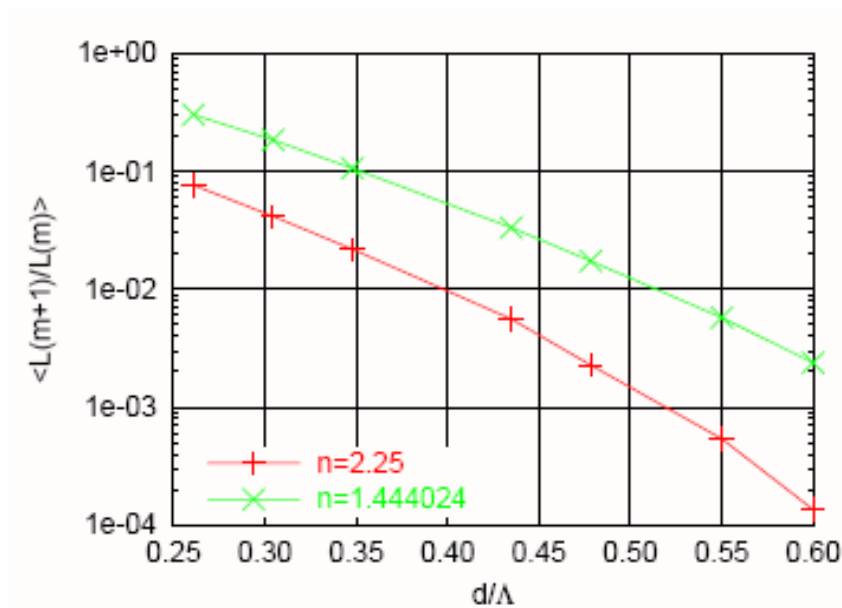


Figure VII.4 : Rapport des pertes du mode fondamental entre une FOM pour laquelle  $Nr = m+1$  et une FOM pour laquelle  $Nr = m$ , en fonction de  $d/\Lambda$  pour des matrices dont l'indice de réfraction  $n = 2,25$  et  $n = 1,444024$ . Le pas ( $\Lambda$ ) vaut  $2,3 \mu\text{m}$  et  $\lambda = 1,55 \mu\text{m}$ .

### VII.1.1.3. Caractère monomode

Une autre propriété importante à étudier en vue d'applications basées sur des FOM RTI est le comportement monomode. Dans le cas de FOM RTI en silice les résultats de simulations numériques ont été obtenus il y a quelques années [46,51,52]. Des résultats de modélisations concernant les matrices à haut indice de réfraction et qui tiennent compte des effets de taille finis ont été également obtenus [53].

Dans les structures pour lesquelles  $Nr$  est fini, les modes présentent tous des pertes de guidage. Pour ces fibres la coupure du mode d'ordre 2 (cut off) est une transition entre deux états de ce mode, l'un étant localisé dans le cœur et l'autre dans la gaine microstructurée. Cette transition a été étudiée selon deux points de vue équivalents : l'un concerne la soudaine augmentation de l'aire effective du mode d'ordre deux et l'autre s'intéresse au changement de

comportement des pertes en fonction de la longueur d'onde (changement de pente) [52]. Cette étude montre qu'avec des structures comprenant un nombre important de couronnes de trous (>8), le rapport  $\frac{d}{\Lambda}$  critique pour lequel la transition a lieu se situe dans l'intervalle [0,42–0,425] pour une matrice vitreuse en silice ou en verre de chalcogénures. La Figure VII.5. représente le diagramme de phase du second mode c'est-à-dire l'évolution du paramètre  $(\frac{\lambda}{\Lambda})_{\text{monomode}}$  en fonction du rapport  $d/\Lambda$  pour des matrices à haut et bas indices de réfractions.

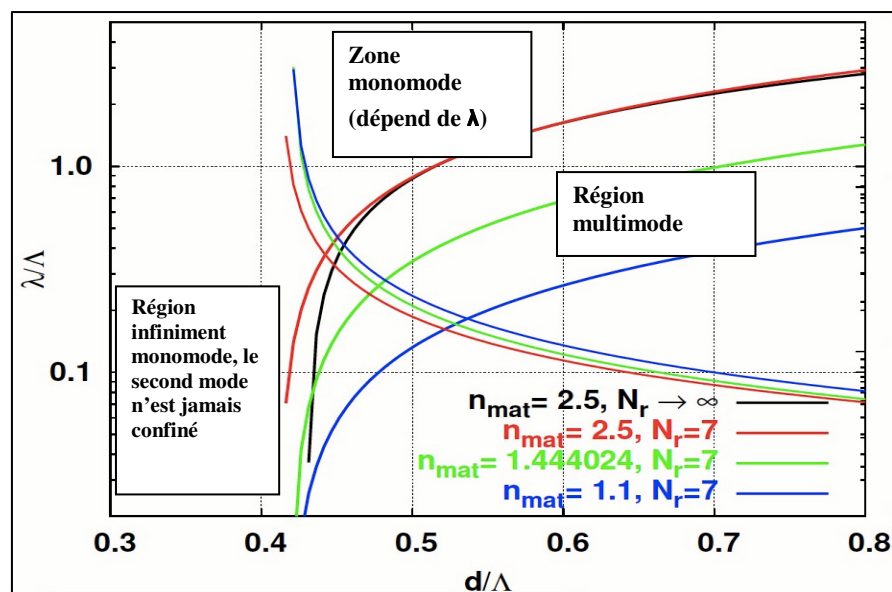


Figure VII.5 : Diagramme de phase pour le mode d'ordre 2

Pour des raisons pratiques, les FOM en verre de chalcogénures présentées dans cette thèse sont constituées de 1 à 4 couronnes maximum. Cette contrainte implique une modification du rapport limitant le domaine infiniment monomode. La frontière se trouve en effet déplacée vers les faibles rapports  $d/\Lambda$ , pour une FOM dont l'indice de réfraction de la matrice vitreuse vaut 2,5 avec  $d/\Lambda = 0,35$  et un pas  $\Lambda = 8 \mu\text{m}$ , 6 couronnes de trous ( $N_r = 6$ ) sont nécessaires pour garantir un comportement monomode à  $1,55 \mu\text{m}$ .

### VII.1.2. Modélisation des FOM à cœurs suspendus

Nous avons réalisé pour les FOM à cœurs suspendu comme pour les FOM traditionnelles, des modélisations concernant leurs zéro de dispersion, leurs pertes optiques et leurs caractères monomodes.

### VII.1.2.1. Zéro de dispersion

Les modélisations faites pour les FOM à cœur suspendu à l'aide de la méthode des éléments finis ont donné des résultats comparables indépendamment du nombre de trous (trois, quatre et six trous). En effet, un paramètre est prédominant dans le comportement dispersif de ce type de fibres : la taille du cœur de la fibre, que nous représenterons par le diamètre du cercle inscrit dans le cœur. Nous présentons dans la Figure VII.6. les résultats relatifs à une fibre à cœur suspendu à trois trous d'air.

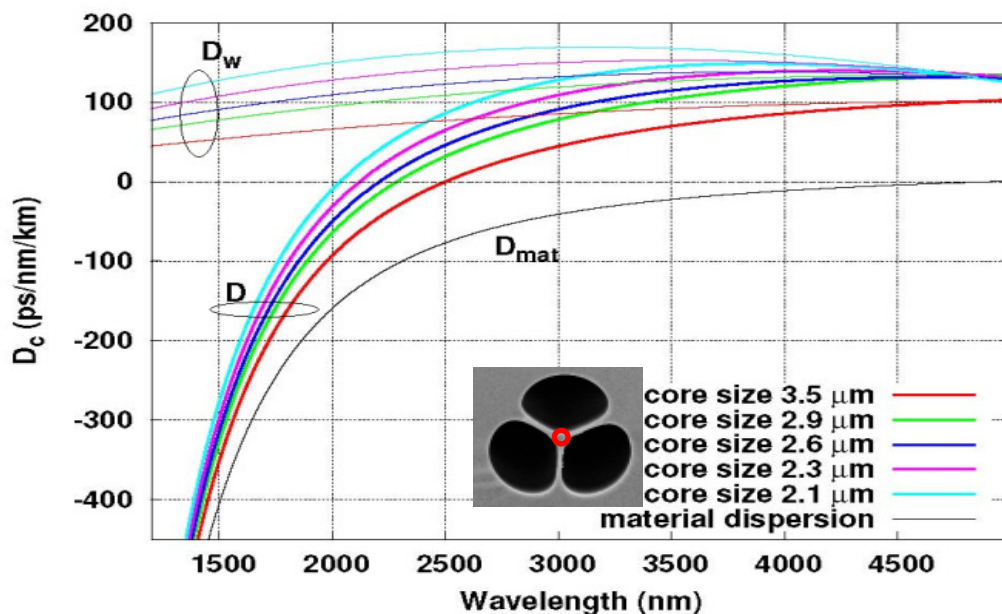


Figure VII.6 : Dispersion (matériau ' $D_{mat}$ ', guide ' $D_w$ ' et dispersion totale ' $D$ ') pour plusieurs FOM à cœurs suspendus en  $As_2S_3$  avec des tailles de cœurs différentes [54]

On remarque effectivement dans la Figure VII.6. que la dispersion dépend fortement de la taille du cœur de la fibre. En effet le passage d'un cœur de 3,5  $\mu\text{m}$  à un cœur de 2,1  $\mu\text{m}$  décale le zéro de dispersion de 2,5  $\mu\text{m}$  à 2  $\mu\text{m}$ , pour un zéro de dispersion matériau situé vers 5  $\mu\text{m}$ . La dispersion chromatique induite par le guide permet de compenser la dispersion matériau fortement négative et conduit à une dispersion totale positive aux environs de deux microns. Ces résultats montrent qu'il est donc possible de définir un profil de FOM à cœur suspendu réaliste avec un régime de dispersion anormale débutant vers 2  $\mu\text{m}$ .

Plus précisément, pour une FOM présentant un cœur de 2,3  $\mu\text{m}$ , le zéro de dispersion se situe à 2,11  $\mu\text{m}$ . Pour une FOM de 2,6  $\mu\text{m}$  de diamètre de cœur, il est à 2,2  $\mu\text{m}$ .

### VII.1.2.2. Pertes optiques

Le calcul numérique des pertes de guidage du mode fondamental pour une FOM à cœur suspendu de  $2,1 \mu\text{m}$  de diamètre de cœur, est inférieur à  $5,0 \cdot 10^{-5}$  dB/m pour des longueurs d'onde  $\lambda < 3 \mu\text{m}$  et inférieur à 0,1 dB/m pour des longueurs d'ondes  $3 < \lambda < 5 \mu\text{m}$ . Ceci montre que dans la deuxième fenêtre de transparence atmosphérique qui nous intéresse (3 à 5  $\mu\text{m}$ ), les pertes du matériau de l'ordre du dB/m sont le facteur limitant l'intérêt de l'utilisation de ce type de FOM.

### VII.1.2.3. Caractère monomode

Pour déterminer le comportement modal de ce genre de FOM, nous avons calculé les pertes de guidage liées au second mode en fonction de la longueur d'onde. Les résultats des calculs sont représentés dans le Tableau VII.1 :

Tableau VII.1. Pertes optiques du second mode en fonction de la longueur d'onde pour une FOM  $As_2S_3$  à cœur suspendu de  $2,1 \mu\text{m}$  de diamètre de cœur :

<b>Pertes du second mode</b>	<b>Longueur d'onde <math>\lambda</math> (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
< 2 dB/m	< 3 $\mu\text{m}$
> 70 dB/m	> 4 $\mu\text{m}$
> $1.0 \cdot 10^{+3}$ dB/m	> 5 $\mu\text{m}$

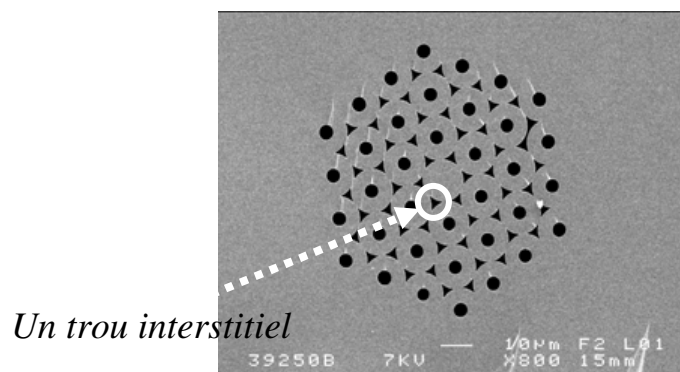
Les valeurs montrent que le second mode s'éteint au-delà de 3  $\mu\text{m}$ , à cause de la valeur conséquente des pertes. En conséquence, une telle FOM ne pourra être considérée monomode qu'à partir de la seconde fenêtre de transparence atmosphérique. Pour les longueurs d'onde inférieures à 3  $\mu\text{m}$ , elle sera multimode.

## VII.2. Elaboration de préformes en verre $As_2S_3$

Nous avons obtenu des verres  $As_2S_3$  de très bonne qualité optique. Les calculs numériques pour des FOM conventionnelles et des FOM à cœurs suspendus (trois trous) nous ont donné des informations intéressantes pour la génération d'effets non linéaires. Le but est maintenant d'élaborer des FOM possédant les mêmes paramètres géométriques.

### VII.2.1. L'usinage mécanique du verre

Les deux méthodes les plus généralement utilisées dans l'élaboration de préformes pour les fibres microstructurées sont : (i) l'empilement de tubes (méthode 'Stack and Draw') [55] et (ii) la préparation par extrusion [56]. Ces deux méthodes présentent toutefois un certain nombre d'inconvénients. Pour les verres à base de chalcogénures, la technique de fabrication la plus répandue est la méthode 'Stack and Draw' [57,58], dans laquelle quatre étapes de chauffage sont nécessaires avant le fibrage : mise en forme du verre sous forme de tube, étirage du tube en capillaires, manchonnage, puis fibrage. Cela entraîne également de nombreuses manipulations manuelles. Finalement on constate une dégradation de la qualité du verre en surface et dans le 'bulk' et une augmentation des pertes optiques lors du guidage de la lumière. Dans les FOM traditionnelles fabriquées à l'aide de cette technique, on est confronté également à d'autres inconvénients, principalement des trous interstitiels venant s'intercaler entre les capillaires [57] (Figure VII.7).



*Figure VII.7 : Illustration des trous interstitiels dans une fibre microstructurée en chalcogénure élaborée par la méthode 'Stack and Draw'[57]*

Une étude des pertes à  $1,55 \mu\text{m}$  a été réalisée sur deux fibres microstructurées chalcogénure en verre de sulfure de germanium, une présentant des trous interstitiels et une seconde sans trous interstitiels, toutes deux issues de la même technique de fabrication Stack and Draw. Les pertes optiques mesurées par la technique de 'Cut Back' (Chapitre 2) ont été moins importantes pour la fibre présentant des interstices (15 dB/m) que pour la seconde fibre (30dB/m) [3]. Ceci peut être expliqué par le fait que la présence des interstices entre les capillaires diminue la surface des interfaces verre-verres, sources de nombreux défauts et donc de pertes importantes. En effet, l'observation à l'aide d'un microscope optique des FOM sans interstices a montré l'existence d'interfaces de mauvaises qualités entre les capillaires (Figure

VII.8). Des bulles de diverses origines, ces dernières étant malheureusement difficilement éliminables et des cristaux sont visibles [59]. (Figure VII.8) :

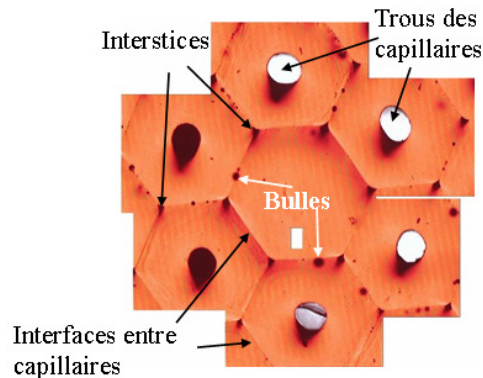


Figure VII.8 : Image d'une fibre microstructurée chalcogénure élaborée par la méthode 'Stack and Draw', présentant des interfaces inter-capillaires contenant des bulles [59].

Concernant l'emplacement des bulles, celles qui sont adjacentes au cœur sont les plus gênantes pour l'atténuation. Pour une fibre élaborée par 'Stack and Draw', il y a toujours formation de bulles essentiellement pendant le manchonnage étape qui consiste à restreindre un tube de verre autour de l'empilement hexagonal de capillaires. Cette étape du processus nécessite l'application d'une dépression entre l'empilement de capillaires et le tube manchon. Les bulles sont de natures différentes, soit des bulles de vide dues à la contraction du verre lors de son refroidissement, soit des bulles gazeuses lié aux dégazage d'éléments chalcogènes S, Se ou Te selon le verre considéré [60].

Dans le but de s'affranchir des différents inconvénients énumérés ci-dessus, nous avons choisi une méthode de préparation de préformes assez peu explorée à ce jour dans le cas des verres chalcogénures : l'usinage mécanique. Cette technique a la particularité d'être relativement plus rapide et surtout, ne nécessite pas de chauffage du verre. De plus, elle n'engendre pas la présence de trous interstitiels. Lors du fibrage, seule une pression positive est appliquée à l'intérieur des trous, ce qui limite également les problèmes de dégazage associés à l'application d'une dépression nécessaire pour le manchonnage mais inutile dans notre cas.

## VII.2.2. Profils des préformes

Nous avons préparé des préformes de différentes géométries à partir du verre  $As_2S_3$ . Les plus simples en terme de réalisation sont les préformes destinées à des fibres monoindices



pour lesquelles la préforme est un simple barreau de verre non usiné. Les préformes destinées à la réalisation de fibres à saut d'indice présentent un seul trou central usiné dans un barreau de  $As_2S_3$ . Ce barreau une fois usiné servira à manchonner une tige préalablement étirée à partir d'un verre d'indice plus élevé (Figure VII.9) :

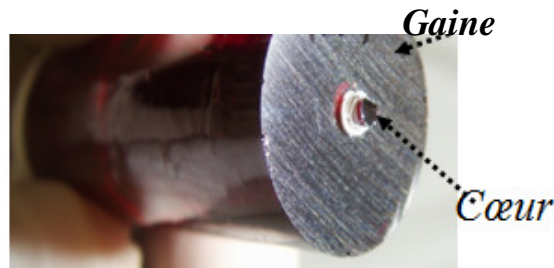


Figure VII.9 : Photo d'une préforme en  $As_2S_3$  présentant un trou central usiné mécaniquement (emplacement du cœur) destinée à la fabrication d'une fibre à saut d'indice.

Le second type correspondant aux préformes présentant un arrangement de trous de type hexagonal autour d'un cœur plein. Les paramètres de cette géométrie sont le diamètre des trous ( $d$ ) et la distance entre deux trous adjacents ( $\Lambda$ ). Le rapport  $d/\Lambda$  ainsi que le nombre de couronnes de trous sont en effet les paramètres critiques pour la qualité du guidage optique (fibres monomodes ou non, avec plus ou moins de pertes). Les valeurs de ces paramètres ainsi que la géométrie des préformes que nous avons fabriquées ont été choisies en fonction des résultats des modélisations du comportement d'une fibre en  $As_2S_3$ . Nous avons usiné des préformes présentant une, deux, trois ou quatre couronnes de trous, comme l'illustrent les photographies présentées sur la Figure VII.10. Toutes ces préformes ont un diamètre de trous de 0,8mm, pour une profondeur de 30 mm et une distance entre deux trous adjacents égale à 2mm, ce qui a conduit à un rapport  $\frac{d}{\Lambda} = 0,4$  .

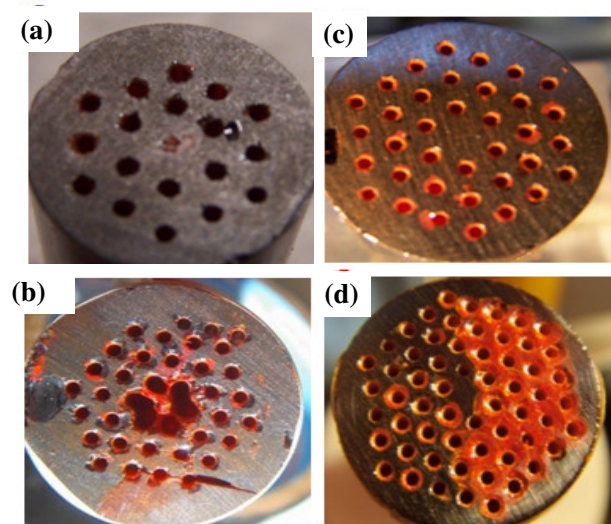


Figure VII.10 : Photos de préformes  $As_2S_3$  usinées mécaniquement : (a) préforme à deux couronnes (18trous), (b) préforme à trois couronnes (34trous), (c) préforme à trois couronnes (36trous) et (d) préforme à quatre couronnes (60trous).

Le troisième type correspondant aux préformes destinées au fibrage des FOM à cœurs suspendus. Dans ce cas, le nombre des trous (trois, quatre et six trous) usinés est moins important que dans le cas des préformes vues précédemment ce qui simplifie leur obtention (Figure VII.11) :

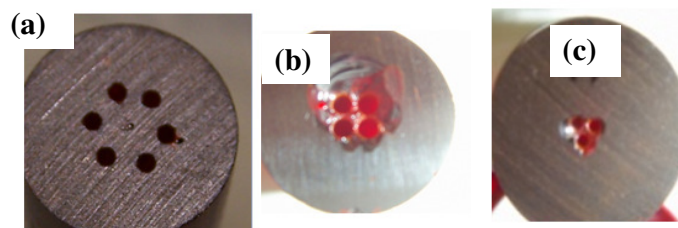
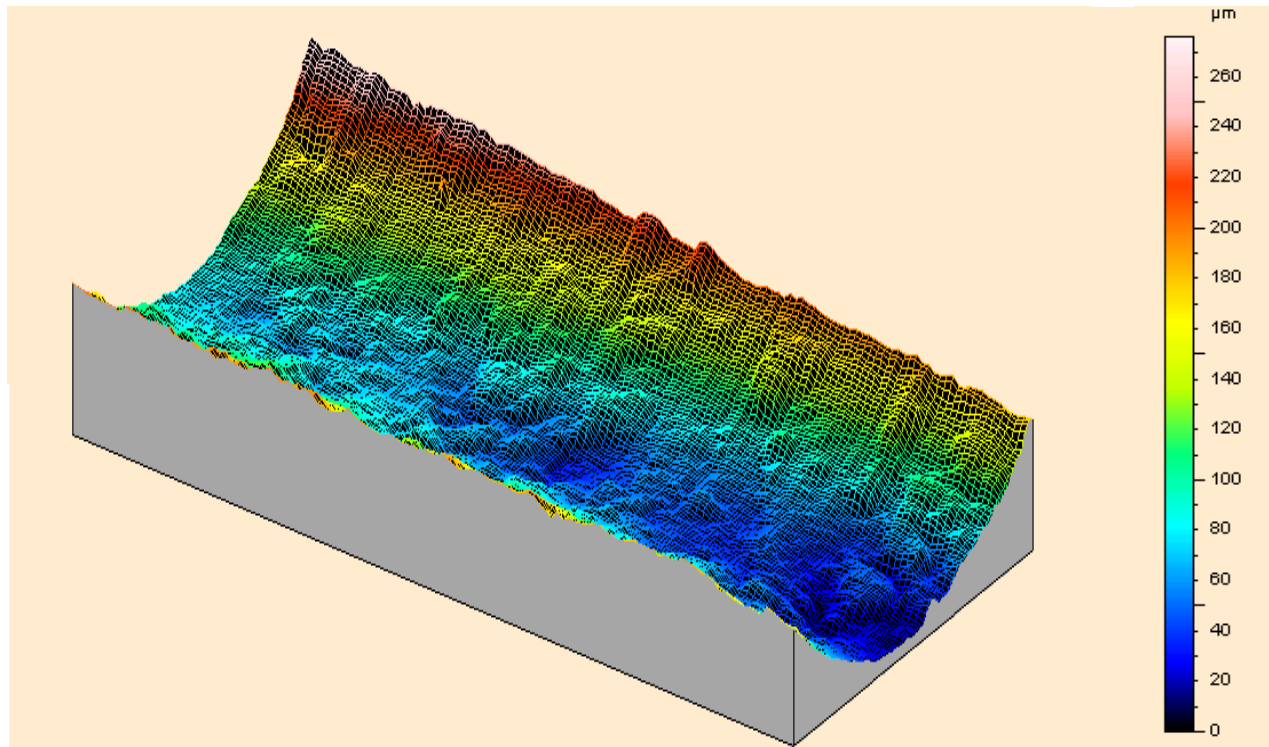


Figure VII.11 : Photos de préformes  $As_2S_3$  usinées mécaniquement, (a) préforme à six trous, (b) préforme à quatre trous et (c) préforme à trois trous destinées à la réalisation de fibres à cœurs suspendus.

### VII.3. L'étude des préformes (profilmètre type Taylor Hobson)

Dans le but de remédier aux inconvénients des techniques d'élaboration de préformes citées précédemment, nous nous sommes dirigés vers cette technique alternative qui est l'usinage mécanique. Cependant, les outils utilisés pour l'usinage ont également un impact sur la qualité de la préforme et donc de la fibre. Nous avons testé plusieurs outils et plusieurs techniques d'usinages. Les procédés étant susceptibles de faire l'objet d'un dépôt de brevet, il

n'est pas possible de les détailler ici. Cependant à titre d'illustration, nous présentons la rugosité des trous usinés par deux outils différents 1 et 2 (Figures VII.12 et VII.13



*Figure VII.12 : Profil de rugosité d'un trou usiné par l'outil 1.*

Le profil de la rugosité du trou causé par l'outil 1 montre une surface accidentée, avec des irrégularités qui atteignent plusieurs dizaines de micromètres de profondeur. Nous avons observé par la suite lors du fibrage que les trous percés par ce type d'outil résistent mal aux pressions de fibrage, ce qui conduit à la rupture de la fibre même à basse pression (quelques millibars). En effet, une surpression de 4 mbar à 320 °C à l'intérieur des trous a été suffisante pour détruire la fibre étirée à partir de ce type de préforme.

Par contre, les profils de rugosité issus de l'utilisation de l'outil 2, montrent que les rugosités maximales atteintes sont beaucoup plus faibles (qqs microns). On constate en outre un profil beaucoup moins accidenté et nettement plus régulier que dans le cas de l'utilisation de l'outil 1. Lors du fibrage, la résistance des fibres à la pression est également nettement supérieure. En effet, pour la même température (320 °C), il a fallu appliquer une surpression de 14 mbar pour rompre la fibre. Les fibres obtenus à partir de préformes usinées de cette façon sont en outre nettement plus résistantes mécaniquement et présentent de meilleurs qualités optiques.

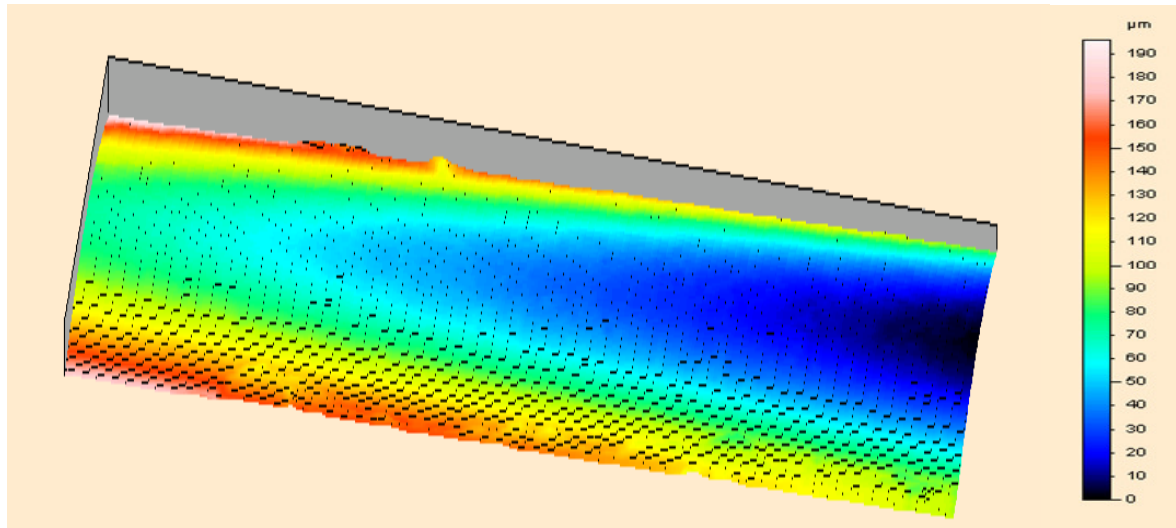


Figure VII.13 : Profil de rugosité d'un trou usiné par l'outil 2.

#### VII.4. Etirage des fibres

A partir des préformes réalisées précédemment nous avons ensuite étiré des fibres. Pour notre étude (fibrage de As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>), nous avons visé des diamètres de fibres de l'ordre de 100-150 µm, afin d'obtenir des diamètres de cœurs les plus petits possibles, nécessaire pour exacerber la non-linéarité (voir Chapitre 2). Les différents paramètres de fibrage sont rassemblés dans le Tableau VII.2 :

Tableau VII.2 : Paramètres de fibrage du verre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>

<b>Paramètre</b>	<b>valeur</b>
Débit du gaz	0,5 l/min
Diamètre de la préforme	16 mm
Longueur de la préforme	50 mm
Diamètre de la fibre	100-150 µm
Température de fibrage	320-330 °C
Tension	15 à 20 g
Vitesse de descente de la préforme	1,5 à 2 mm/min
Pression appliquée pour FOM traditionnelles à plusieurs couronnes de trous	0,5 à 1 mbar
Pression appliquée pour FOM à cœur suspendu	6 à 14 mbar
Vitesse d'étirage	5 à 10 m/min

Les paramètres importants du fibrage des préformes pour fibres monoindices sont la température, la tension mécanique exercée sur la fibre lors de l'étirage et la vitesse d'étirage (qui conditionne le diamètre de la fibre obtenue). Pour ce qui est des préformes destinées aux fibres microstructurées, on ajoute à ces paramètres la pression du gaz injecté dans les trous pour les maintenir ouverts, ou pour les faire gonfler lors du fibrage.

La première fibre que nous avons étudiée est une fibre monoindice en  $As_2S_3$ , étirée directement à partir d'un barreau de verre sans usinage. Cette fibre a été étirée au Laboratoire Sciences Chimiques de Rennes de l'Université de Rennes 1. Par la suite, toutes nos fibres ont été étirées à l'Institut de Chimie de Araraquara, UNESP, Brésil dans le cadre du programme de coopération CNRS/FAPESP Projet N° 22118 : Fibres non silice à cristaux photoniques pour le moyen infra-rouge. Nous nous sommes déplacé au Brésil pour ces expériences.

#### VII.5. Profils des fibres optiques

En jouant sur les paramètres de fibrage, nous avons fibré des fibres double indices, des FOM traditionnelles avec un arrangement hexagonal de trous d'air et des FOM à cœurs suspendus. Les différents profils des fibres que nous avons réalisées sont présentés sur les Figures VII.15 à VII.17:

##### a/ Fibre à saut d'indice

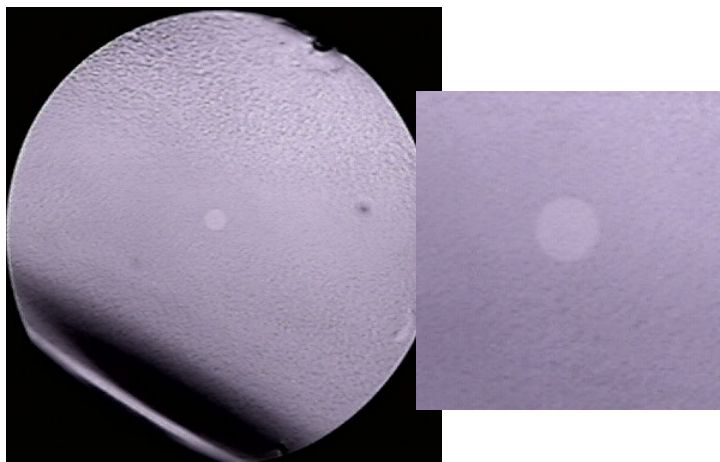
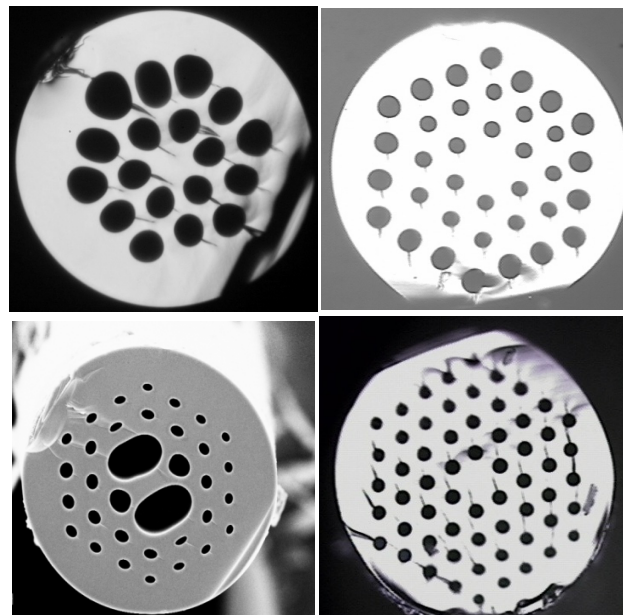


Figure VII.15 : Photographie de la section transversale d'une fibre à saut d'indice

Les paramètres géométriques (diamètre de la tige servant pour le cœur et diamètre de la gaine) de la préforme ont été homothétiquement conservés au niveau de la fibre finale, qui mesure 150  $\mu\text{m}$  de diamètre et dont le cœur a un diamètre de l'ordre de 6,5  $\mu\text{m}$ . On observe sur la Figure VII.15. que l'interface cœur/gaine ne présente pas de défaut, ce qui constitue un avantage pour les pertes optiques de la fibre. Nous avons utilisé comme composé de cœur  $As_{40}S_{60}$ , et pour la gaine le composé  $As_{36}S_{64}$ , qui lui confère un indice de réfraction plus faible que celui du cœur et par conséquent permet un guidage de lumière dans la fibre via la réflexion totale interne RTI. Vu l'interface cœur/gaine (Figure VII.15), on conclut donc que notre technique est favorable pour l'élaboration de préformes destinées pour les fibres à saut d'indice.

b/ FOM traditionnelles (ou conventionnelles)

Pour ce qui concerne les FOM traditionnelles, constituées d'un arrangement hexagonal de trous d'air, nous avons réalisé des FOM avec un nombre de couronnes allant de un à quatre Figure VII.16 :



*Figure VII.16 : Photos de sections de FOM traditionnelles à deux, trois et quatre couronnes de trous en arrangement hexagonal autour du cœur solide (diamètres environ 150 $\mu\text{m}$ ), correspondants aux préformes du verre  $As_2S_3$  Figure VII.10.*

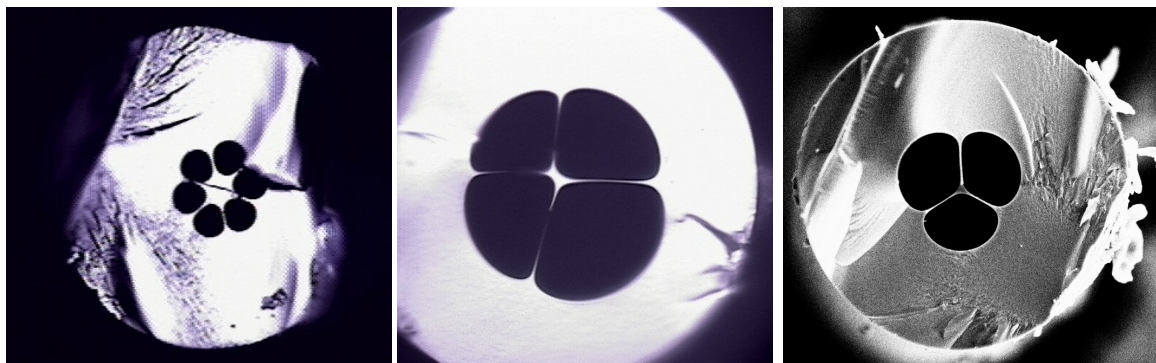
On peut constater la conservation, lors du fibrage, de la géométrie de la préforme initiale (cf Figure VII.10). Cependant, dans le cas de ces fibres optiques microstructurées

"traditionnelles" le cœur est, par construction, de taille relativement importante (18  $\mu\text{m}$  au minimum). Cette géométrie permet d'avoir des fibres à grande aire effective et de caractère monomode puisque le rapport  $d/\Lambda = 0,4$ , qui existe sur les préformes, est conservé par le processus de fibrage. Cependant pour avoir un fort coefficient non linéaire, il est important d'avoir une aire effective la plus petite possible [61], ce qui est difficilement faisable par notre technique de fabrication pour cette catégorie de fibre optique.

Une forte non-linéarité est un des principaux objectifs que nous nous sommes fixés. Une des applications prometteuses des fibres microstructurées est le développement de composants fibrés basés sur des effets non-linéaires [62]. Ces effets sont d'un grand intérêt dans une large gamme d'applications, à savoir la régénération optique, la conversion de longueur d'onde et l'amplification Raman. Pour ces diverses applications, nous avons donc par la suite élaboré des FOM à petits diamètres de cœur et par conséquent ayant de faibles aires effectives : les FOM à cœur suspendus.

#### c/ FOM à cœurs suspendus

La Figure VII.17. représente les FOM  $As_2S_3$  à cœurs suspendus que nous avons étirées.



*Figure VII.17 : Photographies de sections de fibres à cœur suspendu avec 6, 4 et 3 trous correspondants aux préformes du verre  $As_2S_3$  Figure VII.11.*

Les FOM à cœurs suspendus, à petits diamètres de cœur et donc à faibles aires effectives [63], permettent un fort confinement de l'onde électromagnétique transmise dans le cœur et donc une interaction maximale avec le matériau. Dans le but de concevoir une FOM possédant la plus petite aire effective possible, nous avons procédé à différents essais ; une fibre à cœur suspendu à trois trous, une à quatre trous et une troisième à six trous. Pour

chacune de ces fibres, les diamètres minimums de cœur réalisables à partir de notre technique de fabrication de préformes (dont le diamètre est 16 mm) sont :

- Pour la fibre cœur suspendu à 6 trous :  $\Phi_{\min} = 7,5 \mu\text{m}$  (cœur 'hexagonal')
- Pour la fibre cœur suspendu à 4 trous :  $L_1 = 2,4 \mu\text{m}$ ,  $L_2 = 4,5 \mu\text{m}$  (cœur 'rectangulaire')
- Pour la fibre cœur suspendu à 3 trous :  $\Phi_{\min} = 2 \mu\text{m}$  (cœur 'triangulaire')

Par la suite, nous nous sommes focalisé sur la génération d'effets non-linéaires dans les fibres à cœurs suspendu « trois trous ». C'est ce que nous allons aborder plus en détails dans le chapitre suivant.

## **VIII. Conclusion**

Pour conclure ce chapitre d'élaboration de verres et de fibres microstructurées  $As_2S_3$ , on note que nous avons acquis la maîtrise de la purification du verre de base ( $As_2S_3$ ). En développant une technique d'élaboration innovante et relativement simple, nous avons pu réaliser deux catégories de FOM en verres de chalcogénures : des fibres microstructurées traditionnelles et des fibres à cœurs suspendus. Nous sommes parvenus à la maîtrise de la géométrie des structures souhaitées, en particulier à la maîtrise de fibres à petits diamètre de cœur.

En effet, le contrôle du paramètre de pression appliqué à l'intérieur des trous des préformes à trois trous nous a permis la réalisation de FOM à cœurs suspendus avec un diamètre de cœur de  $2 \mu\text{m}$ .

Dans le chapitre suivant nous allons présenter les plusieurs caractérisations optiques linéaires et non linéaires de ces fibres.

## **IX. Références**

- 
- [1] J. Zarzycki, Les verres et l'état vitreux, Masson, 1982
  - [2] J. Barton, C. Guillemet, EDP Sciences, 2005
  - [3] X. Feng & al, Journal Lightwave Technol. 23, 2046-5 (2005)
  - [4] N.L. Boling & al, IEEE J. Quantum Electron. 14 601-8 (1978)
  - [5] J. H. V. Price, T. M. Monro, H. Ebendorff-Heidepriem, F. Poletti, P. Horak, V. Finazzi, J. Y. Y. Leong, P. Petropoulos, J. C. Flanagan, G. Brambilla, M. Feng, and D. J. Richardson, Ieee Journal of Selected Topics in Quantum Electronics 13, 738-749 (2007).
  - [6] J. H. V. Price, T. M. Monro, H. Ebendorff-Heidepriem, F. Poletti, V. Finazzi, J. Y. Y. Leong, P. Petropoulos, J. C. Flanagan, G. Brambilla, and X. Feng, Proceedings of SPIE 6102, 61020A (2006).
  - [7] J. S. Sanghera, C. M. Florea, L. B. Shaw, P. Pureza, V. Q. Nguyen, M. Bashkansky, Z. Dutton, and I. D. Aggarwal, Journal of Non-Crystalline Solids 354, 462-467 (2008).



- [8] R. E. Slusher, G. Lenz, J. Hodelin, J. Sanghera, L. B. Shaw, and I. D. Aggarwal, *J. Opt. Soc. Am. B* 21, 1146-1155 (2004).
- [9] M. A. Popescu, *Non-Crystalline Chalcogenides*, Kluwer Academic Publishers, (2000)
- [10] V. Balan, thèse, Université MontpellierII (2003)
- [11] J. Troles, F. Smektala, G. Boudebs, A. Monteil, B. Bureau, and J. Lucas, *Optical Materials* 25, 231-237 (2004)
- [12] F. Smektala, C. Quemard, V. Couderc, and A. Barthelemy, *Journal of Non-Crystalline Solids* 274, 232-237 (2000)
- [13] L. Brilland, F. Smektala, G. Renversez, T. Chartier, J. Troles, T. N. Nguyen, N. Traynor, and A. Monteville, *Optics Express* 14, 1280-1285 (2006)
- [14] F. Smektala, F. Desevedavy, L. Brilland, P. Houizot, J. Troles, and N. Traynor, *Proceedings of SPIE* 6588, 658803 (2007)
- [15] D. Le Coq, C. Boussard-Plédel, G. Fonteneau *et al* 326-32 (2003)
- [16] Y. Guimond, Y. Bellec, *Proceeding of SPIE*, 6206 62062L (2006)
- [17] V. S. Shiryaev, J. Troles, P. Houizot, L. A. Ketkova, M. F. Churbanov, J.-L. Adam, A. A. Sibirkin, *Optical Materials*, 32, 362-367 (2009)
- [18] J. A. Savage, P. Q. Webber, A. H. Pitt, *Infrared Phys.* 20, 313 (1980)
- [19] T. Kanamori, V. Terunuma, S. Takanashi, T. Miyachita, *J. Lightwave Technol.* IT-2 607 (1984)
- [20] T. Kanamori, V. Terunuma, *J. Non-Cryst. Solids*, 69, 231 (1985)
- [21] V. G. Borisechiv, V. G. Plotnichenko, I. V. Skripachev, M. F. Churbanov, *Vysokochist. Vesch.* 4 198 (1990)
- [22] I. V. Skripachev, T. G. Devyatykh, M. F. Churbanov, V. A. Boyko, A. M. Bagrov, *Vysokochist. Vesch.* 1 121 (1987)
- [23] I. V. Skripachev, T. G. Devyatykh, M. F. Churbanov, V. A. Shipunov, *Vysokochist. Vesch.* 2, 91 (1989)
- [24] T. I. Bychkova, G. Z. Vinogradova, V. V. Voytzechovsky, V. G. Plotnichenko, *Vysokochist. Vesch.* 4, 203 (1990)
- [25] C. T. Moynihan, P. B. Macedo, M. S. Maklad, R. K. Mohr, R. E. Howard, *J. Non-Cryst. Solids* 17, 369 (1975)
- [26] V. S. Gerasimenko, D. I. Bletzkan, M. Yu. Sichka, *Ukr. Phys. Zh.* 21, 1481 (1990)
- [27] I. V. Skripashev, V. V. Kuznetsov, V. G. Plotnichenko, A. A. Pushkin, M. F. Churbanov, V. A. Shipunov, *Vysokochist. Vesch.* 6, 208 (1987)
- [28] J. Douady, B. Boulanger, E. Fuchs, F. Smektala, J. Troles, *J. Opt. Soc. Am. B, Opt. Phys.*, 22 7 1486-92 (2005)].
- [29] R. Frerichs, *J. Opt. Soc. America*, 43, 1153-1157 (1953)
- [30] G. G. Devyatykh, M. F. Churbanov, I. V. Scripachev, G. E. Snopatin, E. M. Dianov, V. G. Plotnichenko *Journal Of Non-Crystalline*, 257, 318-322 OCT (1999)
- [31] G. E. Snopatin, M. F. Churbanov, A. A. Pushkin, V. V. Gerasimenko, E. M. Dianov, V. G. Plotnichenko, *Optoelectronics And Advanced Materials-Rapid Communications*, 3, 669-671 (2009)
- [32] G. G. Devyatykh, M. F. Churbanov, I. V. Scripachev, E. M. Dianov, V. G. Plotnichenko, *Int. J. Optoelectron.*, 7, 237 (1992)
- [33] J. Barton, C. Guillemet, *Le verre : Science et Technologie*, EDP Sciences (2005)
- [34] Borisova Z. U. *Chemistry of glass semiconductors*, Edition of the Leningrad university (Russia), 247 (1972).
- [35] Hilton A. R., Jones C. E., Brau M. *Non-oxide IYA-YA-YIA chalcogenide glasses. Part 1. Glass-forming regions and variations in physical properties.* // *Phys. Chem. of Glasses*, 7, 105-112 (1966)
- [36] X. Feng, A. K. Mairaj, D. W. Hewak, T. M. Monro, *J. Lightwave Technol.* 23, 2046 (2005)
- [37] H. Zatzicky, *Les verres et l'état vitreux*, (1982)
- [38] M. J. Laniel, N. Hô, R. Vallée, A. Villeneuve, *JOSA B*, 2 437-445 (2005)
- [39] J. H. V. Price, T. M. Monro, H. Ebendorff-Heidepriem, F. Poletti, V. Finazzi, J. Y. Y. Leong, P. Petropoulos, J. C. Flanagan, G. Brambilla, and X. Feng, *Proceedings of SPIE* 6102, 61020A (2006).
- [40] J. Requejo-Isidro, A. K. Mairaj, V. Pruneri, D. W. Hewak, M. C. Netti, and J. J. Baumberg, *Journal of Non-Crystalline Solids* 317, 241-246 (2003)
- [41] A. Zakery, and S. R. Elliott, *Journal of Non-Crystalline Solids* 330, 1-12 (2003).

- [42] J. A. Savage, *Infrared Optical Materials and their Antirflection Coating* Taylor & Francis; 1 edition (January 1, 1985)
- [43] B. T. Kuhlmeiy, T. P. White, G. Renversez, D. Maystre, L. C. Botten, C. Martijn de Sterke, and R. C. McPhedran, *Journal of the Optical Society of America B: Optical Physics* 19, 2331-2340 (2002).
- [44] T. P. White, B. T. Kuhlmeiy, R. C. McPhedran, D. Maystre, G. Renversez, C. M. De Sterke, and L. C. Botten, *Journal of the Optical Society of America B-Optical Physics* 20, 1581-1581 (2003).
- [45] G. R. Frédéric Zolla, André Nicolet, Boris Kuhlmeiy, Sébastien Guenneau and Didier Felbacq, ed. *Foundations Of Photonic Crystal Fibres* (Imperial College Press,( 2001).
- [46] Frédéric Zolla, Gilles Renversez, André Nicolet, Boris Kuhlmeiy, and S. G. a. D. Felbacq, eds. *Foundations Of Photonic Crystal Fibres* (Imperial College Press, (2001).
- [47] B. Kuhlmeiy, G. Renversez, and D. Maystre, *Appl. Opt.* 42, 634-639 (2003).
- [48] B. Kuhlmeiy, T. P. White, G. Renversez, D. Maystre, L. C. Botten, C. Martijn de Sterke, R. C. McPheda, *J. Opt. Soc. Am. B*, 10 19, 2331-2340 (2002)
- [49] F. Bordas, L. Provino, G. Renversez, *JNOG, Société Française d'Optique, Paris, France* 230-232 (2004)
- [50] L. Brilland, F. Smektala, G. Renversez, T. Chartier, J. Troles, T. N. Nguyen, N. Traynor, and A. Monteville, *Optics Express* 14, 1280-1285 (2006).
- [51] B. Kuhlmeiy, R. McPhedran, C. de Sterke, P. Robinson, G. Renversez, and D. Maystre, *Opt. Express* 10, 1285-1290 (2002).
- [52] B. T. Kuhlmeiy, R. C. McPhedran, and C. Martijn de Sterke, *Opt. Lett.* 27, 1684-1686 (2002).
- [53] G. Renversez, F. Bordas, and B. T. Kuhlmeiy, *Opt. Lett.* 30, 1264-1266 (2005).
- [54] M. El-Amraoui, J. Fatome, J. C Jules et al, *Optics Express*, 18, 4547-455 (2010).
- [55] E. F. Chillce, E. Rodrigez, O. L. Alves, C. L. Cesar, I. O. Mazali, L. C. Barbosa, *Journal of American Ceramic Society* , 93, 456-460 (2010).
- [56] H. Ebendorff-Heidepriem, S. C. Warren-Smith, T. M. Monroe, *Opics Express*, 17 2646-2657 (2009).
- [57] J. Troles, L. Brilland, F. Smektala, P. Houizot, F. Desevedavy, Q. Coulombier, N. Traynor, T. Chartier, T. N. Nguyen, J. L. Adam, G. Renversez, *Journal of Amrican Ceram Soc*, 93 456-460 (2010).
- [58] E. F. Chillce, C. M. B. Cordeiro, L. C. Barbosa, and C. H. Brito Cruz, *Journal of Non-Crystalline Solids* 352, 3423-3428 (2006).
- [59] L. Brilland, J. Troles, P. Huizot, F. Désévéday, Q. Coulombier, G. Renversez, T. Chartier, T. N. Nguyen, J-L. Adam, N. Traynor, *Journal of Ceramic Society of Japan* 116, 1024-1027(2008)
- [60] J. S. Sanghera, B. B. Harbison, and I. D. Aggarwal, *Journal of Non-Crystalline Solids* 140, 146-149 (1992).
- [61] G.P. Agrawal, *Nonlinear Fiber Optics*, Academic Press, New York, (1989)
- [62] N.G.R. Broderick, T.M. Monroe, P.J. Bennett, D. J. Richardson, *Opt Let*, 24, 1395-1397 (1999)
- [63] J. M. Dudley, G. Genty, and S. Coen, *Rev. Mod. Phys.* 78, 1135-1184 (2006)

## Chapitre IV :

# La FOM $\text{As}_2\text{S}_3$ : des caractérisations linéaires aux caractérisations non linéaires

I. Introduction.....	122
II. Caractérisations linéaires.....	122
II.1. Pertes optiques.....	122
II.1.1. Mesures des pertes optiques à 1,06 et 1,55 $\mu\text{m}$ par cut-back.....	123
II.1.2. Mesure d'atténuations spectrales.....	125
II.2. Caractérisations opto-géométriques.....	125
II.3. Dispersion.....	129
III. Caractérisations optiques non linéaires.....	133
III.1. Auto-modulation de phase (SPM).....	133
III.2. Effet Raman.....	138
III.3. Génération de supercontinuum.....	140
III.4. Caractérisation non linéaire de taper.....	147
III.5. Etude théorique d'une FOM en régime anormal à 2 $\mu\text{m}$ . ....	148
III.6. Régénérateur de signal.....	150
IV. Conclusion.....	154
V. Références.....	154

## **I. Introduction**

Dans le chapitre précédent, nous avons détaillé les modes de fabrication du verre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, des préformes et des fibres résultantes. Pour le massif, nous avons présenté quelques caractérisations, optiques, chimiques et thermiques. Nous avons également présenter les atténuations de fibres monoindices.

Les pertes optiques mesurées sur les fibres monoindices (environ 0,05 dB/m à 1,55 μm et 0,2 dB/m à 1,06 μm) permettent d'envisager des applications aux courtes, moyennes et grandes longueurs d'ondes spécialement dans la deuxième fenêtre de transparence atmosphérique 3-5 μm. Ce chapitre concerne plus spécifiquement les caractérisations optiques linéaires et non-linéaires des fibres microstructurées (FOM).

La première partie du chapitre étant dédiée aux caractérisations linéaires des fibres, nous donnerons une description des dispositifs expérimentaux utilisés pour la mesure des pertes optiques à 1,55 et 1,06 μm par la technique 'Cut Back'. Nous présenterons également le profil du mode guidant pour chacune des FOM étudiées.

La seconde partie du chapitre sera consacrée à l'étude des phénomènes optiques non-linéaires générés dans des FOM tels que l'auto modulation de phase (SPM), l'effet Raman, etc...

Nous rappellerons l'intérêt présenté par chacun de ces effets et leurs applications potentielles. Nous étudierons le rôle majeur joué par les paramètres géométriques des fibres dans l'efficacité de génération des effets non linéaires, et en particulier leur influence sur la valeur de la dispersion de la fibre.

## **II. Caractérisations linéaires**

### **II.1. Pertes optiques**

Lors de la propagation d'un signal optique dans une fibre, celui-ci subit différents types de dégradation, dont le cumul constitue les pertes optiques. Ces pertes sont liées d'une part à la qualité du matériau lui-même et proviennent de l'absorption due aux impuretés et de la diffusion, et d'autre part aux imperfections géométriques du cœur (voir chapitre 2, paragraphe II.4), telles que les fluctuations du diamètre, les courbures, ou la qualité du clivage.

### II.1.1. Mesures des pertes optiques à 1,06 et 1,55 μm par cut-back

Les pertes optiques ont été mesurées par la technique du ‘Cut-back’. Cette méthode de mesure est la plus utilisée pour des fibres de longueur moyenne et dans lesquelles l’injection de la lumière est délicate. La Figure II.1. illustre le principe de cette méthode. Pour la même puissance en entrée, on réalise deux mesures de puissance en sortie pour deux longueurs de fibre différentes obtenues en coupant un tronçon de fibre. Les pertes sont calculées conformément à la formule citée Figure II.1. Afin de minimiser, dans la valeur des pertes, la contribution de la qualité du clivage de sortie de fibre, nous avons coupé celle-ci en plusieurs tronçons et relevé les valeurs de puissances correspondantes, ce qui a permis d’obtenir une distribution statistique des valeurs de puissance de sortie en fonction des longueurs coupées afin de réaliser un ajustement linéaire.

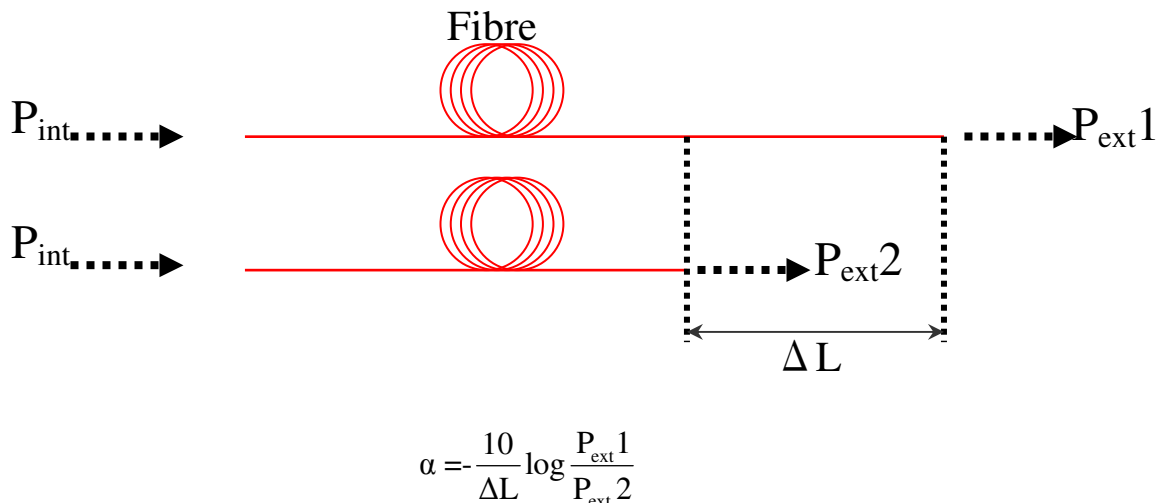
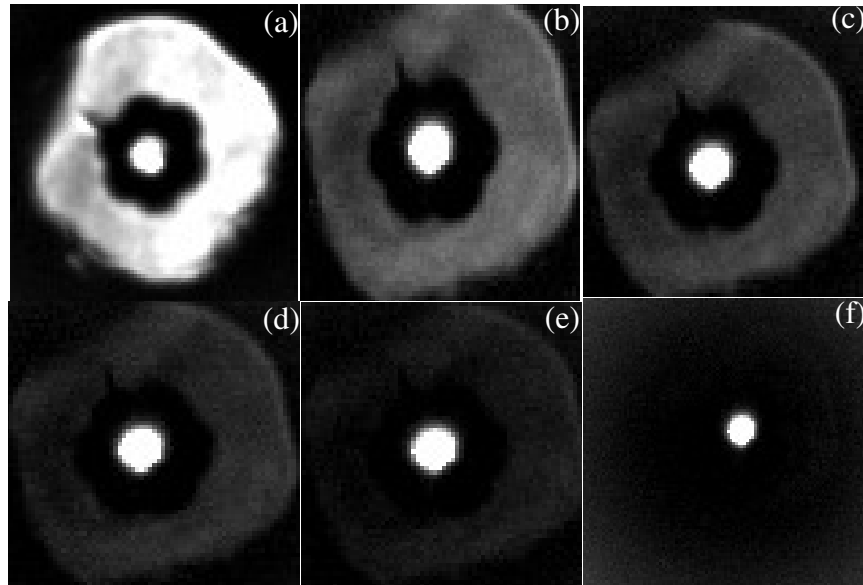


Figure II.1 : Mesure de pertes par la méthode du cut-back

Les pertes mesurées sont corrélées au type de synthèse utilisé pour le verre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>. Pour les verres obtenus suivant l’approche IAS, qui s’avèrent être les meilleurs en terme de qualité optique (Chapitre 2), les fibres monoindices résultantes possèdent les plus faibles pertes mesurées aux longueurs d’onde 1,55μm et 1,06μm.

La mesure des pertes sur des FOM est plus délicate à effectuer que sur les fibres monoindices, car la transmission de la lumière dans les FOM peut avoir lieu à la fois dans le cœur et la gaine, ce qui peut mener à des résultats erronés. Pour être sûr que la condition de propagation exclusive dans le cœur soit respectée, nous étalons systématiquement sur la gaine une couche métallique (alliage In/Ga liquide à température ambiante) dont le rôle est

d'éliminer les modes de gaine par absorption de l'onde évanescente qui leur est associée. Ainsi seuls les modes de cœur se propagent. La Figure II.2. illustre les effets de cette technique de déplétion de la gaine.



*Figures II.2 : Illustration de l'influence de l'alliage liquide In/Ga étalé sur la surface de fibre cœur suspendu six trous en fonction de la longueur étalée : (a) sans In/ga et (b)-(f) longueur étalée de 10 à 50 cm en croissance de 10 cm.*

Le Tableau II.1. présente les pertes mesurées par la technique du cut back sur des fibres à cœurs suspendus trois trous, de diamètre de cœur environs 2  $\mu\text{m}$ , par les deux voies principales de synthèse du verre.

*Tableau II.1 : Pertes de fibres à cœur suspendu trois trous 2,6  $\mu\text{m}$  de diamètre de cœur mesurées par cut-back*

Type de synthèse	Pertes à 1,06 $\mu\text{m}$ (dB/ m)	Pertes à 1,55 $\mu\text{m}$ (dB/m)
Approche MDS	~0,5	0,4
Approche IAS	0,2	0,05

Outre le fait que les fibres obtenues par l'approche de synthèse IAS soient les plus intéressantes en vue d'applications, il apparaît que, en général, les valeurs de pertes optiques mesurées sur nos fibres microstructurées à petit diamètre de cœur en As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> sont à notre connaissance les plus basses jamais décrites.

### II.1.2. Mesure d'atténuations spectrales

De même que pour la mesure discrète des pertes optiques, l'atténuation spectrale est déterminée par cut back à partir de deux mesures spectrales effectuées sur deux longueurs différentes de la même fibre.

Dans un premier temps, le couplage en entrée et le découplage en sortie de fibre sont optimisés pour une intensité maximale de l'onde transmise par la fibre et mesurée par le détecteur. Un spectre infrarouge de transmission de la fibre de longueur initial  $L_1$  est alors enregistré. Ensuite, l'extrémité de sortie de la fibre est coupée, sans toucher à l'extrémité d'entrée afin de conserver les mêmes conditions d'injection, puis le second spectre de transmission correspondant à la longueur  $L_2$  est enregistré. Le spectre d'atténuation d'une fibre est alors obtenu en utilisant la relation de la Figure II.1. Dans le cas des fibres monoindices les spectres ont été présentés dans le chapitre 3.

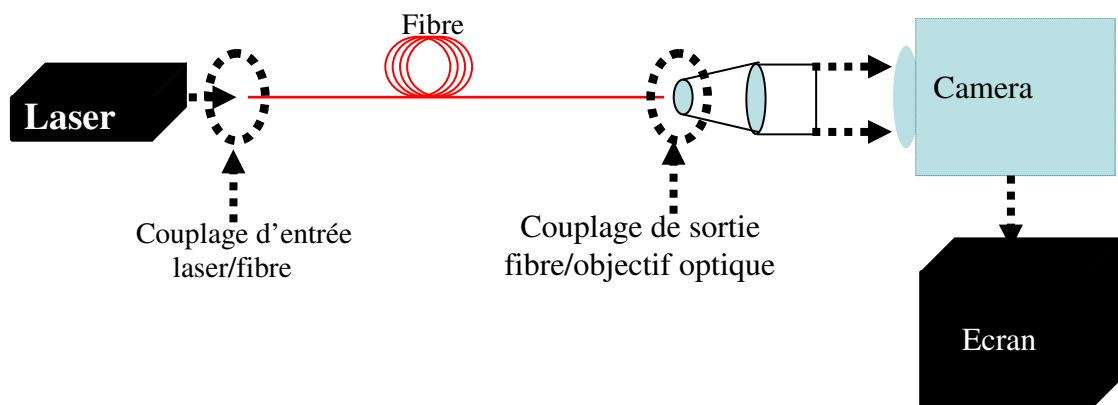
Cependant il est à noter que, à cause de la faible intensité de la source du spectrophotomètre, les spectres de transmission des FOM de petits diamètres de cœurs sont difficilement enregistrables, et dans le meilleur des cas très bruités.

Néanmoins, même si les atténuations spectrales des fibres microstructurées à petit cœur sont difficiles à enregistrer, les mesures de pertes aux longueurs d'onde discrètes 1,06 et 1,55  $\mu\text{m}$  conduisent à des valeurs très voisines de celles obtenues pour les fibres monoindices de gros diamètres. Nous pouvons donc en conclure que notre procédé de fabrication de fibres n'induit pas ou peu d'excès de pertes par rapport aux pertes matériaux, et que la qualité optiques des fibres à cœur suspendus est très proches de celles des fibres monoindices .

## II.2. Caractérisations opto-géométriques

L'efficacité des effets optiques non linéaires dans une fibre est intimement liée à l'efficacité de confinement de la lumière guidée. C'est pourquoi l'aire effective du mode guidé est un paramètre opto-géométriques très important. Nous avons donc imagé les sorties de fibres pour mesurer le diamètre des modes et remonter ainsi à l'aire effective du mode. Bien que cette méthode ne donne que des résultats approximatifs, car il est très difficile de collecter toute la lumière en sortie de la FOM, elle permet d'obtenir des informations intéressantes, en particulier pour ce qui concerne le diamètre modal.

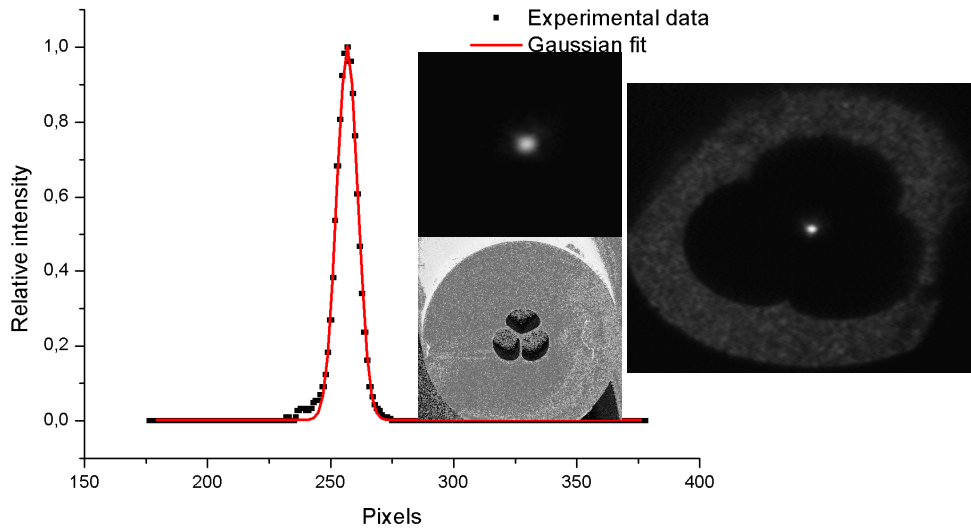
La technique utilisée consiste donc à imager, à l'aide d'un objectif de microscope, l'interface de sortie de la fibre sur le capteur CCD (*InSb*) d'une caméra infrarouge. Il est ainsi possible de vérifier, dans un premier temps, que la propagation se fait dans le cœur uniquement (avec ou sans nécessité de dépléter la gaine, Paragraphe II.1.1.), puis d'enregistrer la répartition de l'énergie dans le cœur en sortie de fibre. Le dispositif expérimental utilisé est schématisé Figure II.3. Les deux extrémités de la fibre sont fixées sur des supports de translations X-Y (plan perpendiculaire à l'axe de la fibre) afin d'optimiser l'injection du faisceau laser dans la fibre et le découplage de la lumière en sortie. Ces mesures ont été effectuées avec deux lasers continus émettant respectivement à 1,55 et 1,06 $\mu\text{m}$ . L'interface de sortie de la fibre est placée à la frontale de l'objectif de façon à limiter les effets d'aberrations optiques. L'image donnée par l'objectif est collectée par le capteur CCD de la caméra thermique et visualisée en direct sur l'écran d'un PC.



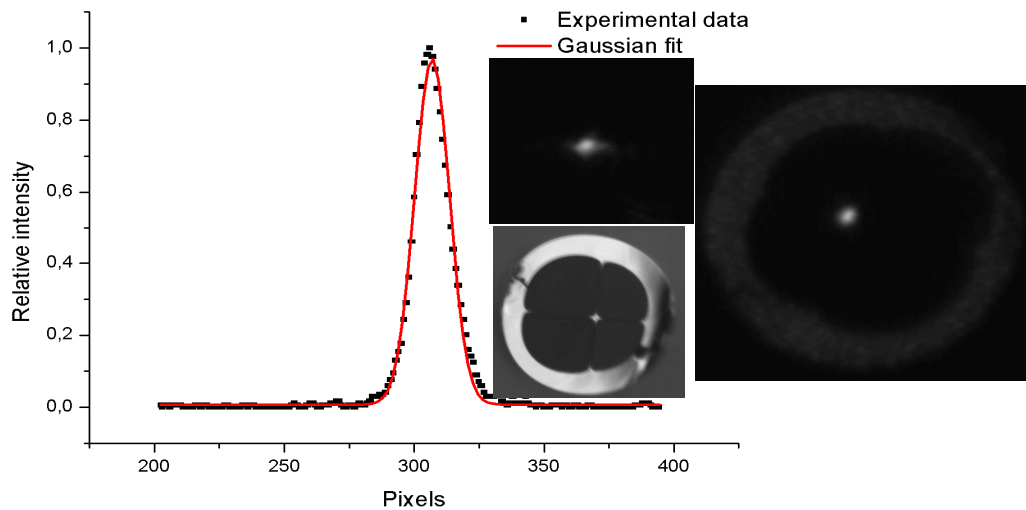
*Figure II.3 : Caractérisation des modes en sortie de fibre*

Le banc de mesure peut être étalonné à l'aide d'une fibre monomode silice (SMF, single mode fiber) dont on connaît le diamètre modal :  $DM = 10 \pm 0,5 \mu\text{m}$ . Il est important que l'ouverture numérique de l'objectif de microscope *travaillant à sa distance frontale* soit supérieure à l'ouverture numérique de la fibre pour limiter au maximum les pertes de lumière. Cependant, comme nous l'avons déjà souligné, les résultats de ces mesures sont indicatifs et autorisent difficilement les conclusions concernant le caractère mono ou multimode de la fibre. Les résultats obtenus par cette mesure pour les différentes FOM que nous avons élaborées, sont représentés Figure II.4.

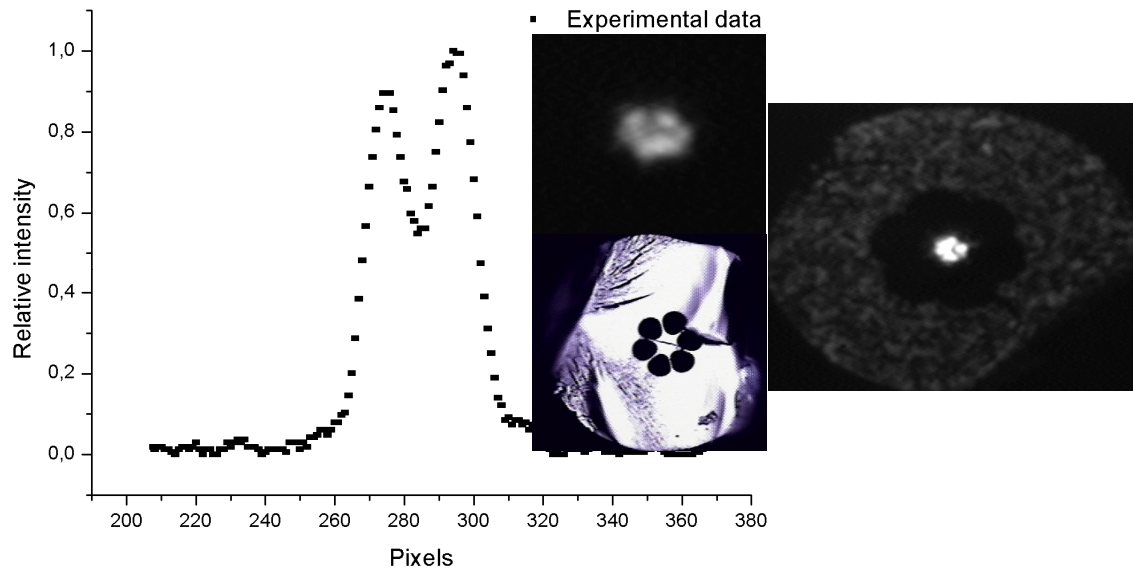




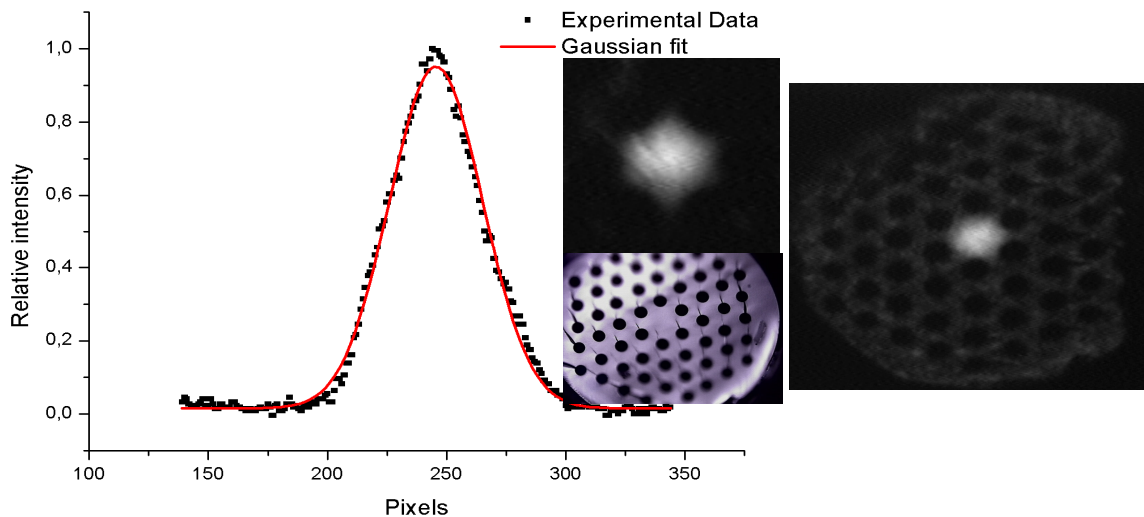
*Figures II.4.(a) : Images de distribution de la lumière collectée en sortie d'une FOM et profil correspondant. La FOM est une fibre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> à cœur suspendu trois trous de 2.5  $\mu\text{m}$  de diamètre de cœur et 120  $\mu\text{m}$  de diamètre externe.*



*Figures II.4.(b) : Images de distribution de la lumière collectée en sortie d'une FOM et profil correspondant. La FOM est une fibre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> à cœur suspendu quatre trous possédant un cœur quasi rectangulaire de dimensions 3,5x4,5  $\mu\text{m}^2$  et un diamètre externe de l'ordre de 150  $\mu\text{m}$ .*



*Figures II.4.(c) : Images de distribution de la lumière collectée en sortie d'une FOM et profil correspondant. La FOM est une fibre en As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> à cœur suspendu six trous, de 7,5 $\mu$ m de diamètre de cœur et d'un diamètre externe de l'ordre de 120 $\mu$ m.*



*Figures II.4.(d) : Images de distribution de la lumière collectée en sortie d'une FOM et profil correspondant. La FOM est une fibre en As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, à arrangement de microstructure hexagonal de 64 trous d'air de 8,5 $\mu$ m de diamètre et un pitch égal à 18,5 $\mu$ m. Le diamètre de cœur de cette fibre est de 18 $\mu$ m pour un diamètre externe de 150 $\mu$ m.*

Il est à noter que le diamètre de mode ainsi que le caractère monomodale pour chacune de ces fibres sont très difficiles à déduire en se basant sur les résultats schématisés dans les Figures II.4. Néanmoins cela nous donne une information intéressante sur le profil du mode guidé dans une fibre donnée. Le profil d'intensité mesuré, très proche d'une forme gaussienne pour les FOM à cœur suspendu 3 et 4 trous et la FOM à 60 trous, tend à indiquer pour ces fibres un caractère très proche du caractère monomodale. Les lignes continues sont les distributions expérimentales de profil d'intensité correspondant aux axes d'enregistrements. Le fait qu'elles soient presque toutes planes (de faible intensité voir nulle) démontre que la distribution de lumière en sortie de chaque fibre est complètement confinée au niveau du cœur, grâce au contraste d'indice due à la géométrie de ces fibres et leurs symétries.

### II.3. Dispersion

Les géométries spéciales des FOM peuvent mener à une très grande gamme de valeurs de dispersion. Pour les FOM à cœur suspendu, la dispersion est fonction du diamètre de cœur. En effet, comme nous l'avons discuté en fin du chapitre 3, le zéro de dispersion des structures cœur suspendu à trois trous peut être localisé à  $2,1 \mu\text{m}$  pour une fibre de diamètre de cœur de  $2,3 \mu\text{m}$  alors qu'il est à  $5,1 \mu\text{m}$  pour le matériau. Concernant les FOM à arrangement hexagonal, nous avons vu que le décalage du zéro de dispersion est fonction du diamètre des trous, du pitch et du nombre de couronnes.

Nous avons mesuré la dispersion chromatique de nos FOM aux alentours de  $1,55 \mu\text{m}$  en utilisant des longueurs de fibres de 50 cm. La configuration de mesure est basée sur la méthode interférométrique, qui a la particularité de rester utilisable pour de courts segments de fibres optiques [ 1 ]. Le dispositif expérimental (Figure II.5) est constitué d'un interféromètre de Mach-Zehnder en configuration fibré, dont le bras de référence est une fibre à retard linéaire raccordée à deux coupleurs à large bande 50:50. Les FOM ont été couplées en entrée comme en sortie *via* des fibres micro-lentillées en silice pour minimiser les pertes dues au couplage verre chalcogénure/verre silice. Nous avons utilisé pour ce faire deux soudeuses dotées d'un déplacement micrométrique autorisant une injection et un découplage maximal du signal. Les profils d'interférences donnés par chacune des fibres testées ont été mesurés dans le domaine fréquentiel grâce à un analyseur de spectre optique (ASO de type YOKOGAWA de  $0,02 \text{ nm}$  de résolution) et la dispersion chromatique a été déduite de l'évolution de la frange centrale par rapport au retard introduit dans le bras de référence [1].

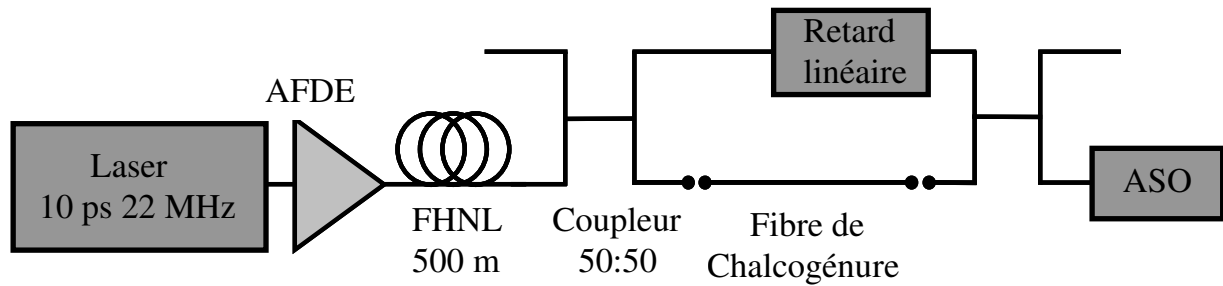


Figure II.5 : Schéma descriptif du dispositif expérimental utilisé pour la mesure de dispersion constitué d'un laser picoseconde à 1,55  $\mu\text{m}$ , AFDE un amplificateur à fibre dopé Erbium, 500 m d'une fibre hautement non linéaire, un coupleur 50:50, (notre fibre chalcogénure, une fibre à retard linéaire et un ASO (analyseur de spectre optique))

Un supercontinuum s'étalant de 0,11 à 1,75  $\mu\text{m}$  est obtenu en pompant à 1,553  $\mu\text{m}$  une fibre hautement non linéaire (Figure II.7) de 500 m de longueur via un amplificateur à fibre dopé Erbium. Ce supercontinuum est ensuite injecté dans l'interféromètre.

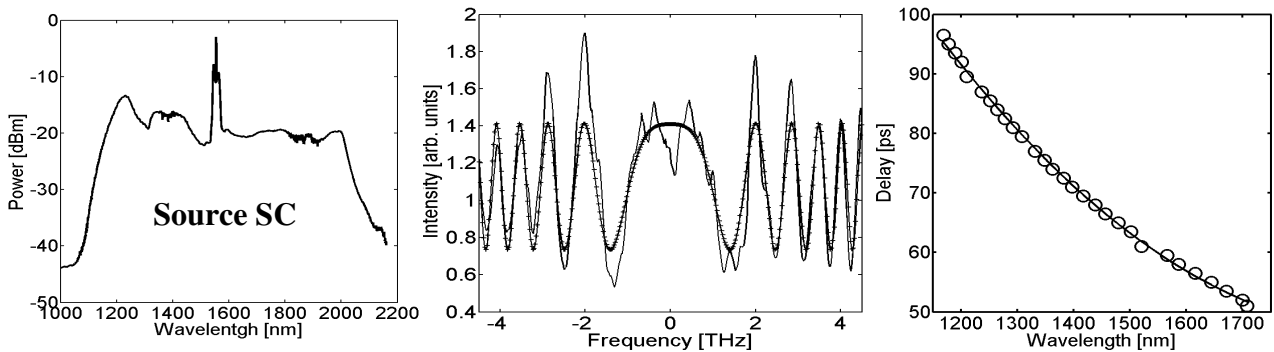


Figure II.6 : De gauche à droite, le supercontinuum injecté dans la fibre, les interférences générées et le retard mesuré.

Nous avons tout d'abord mesuré la dispersion de divers types de FOM. Les résultats obtenus sont présentés Figures II.8.

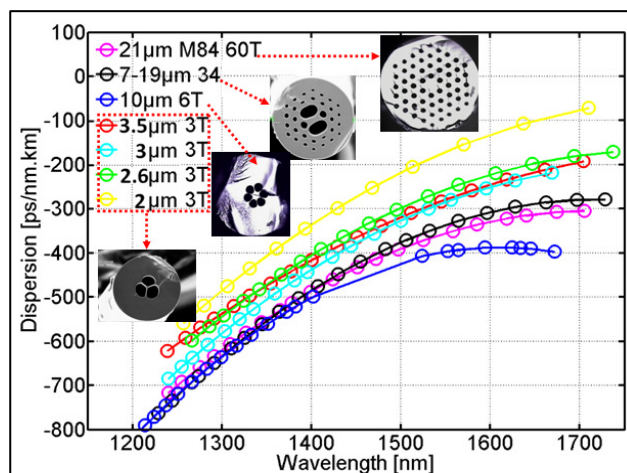


Figure II.7 : Dispersion mesurée en fonction de la longueur d'onde pour plusieurs FOM en  $As_2S_3$ .

Ces courbes mettent en évidence des valeurs de pente plus importantes pour les FOM à cœur suspendu trois trous que pour les autres types de FOM. Ceci se traduit par un décalage plus fort de leur zéro de dispersion vers les faibles longueurs d'onde. Cette constatation a été vérifiée par les simulations de dispersion pour chacune des FOM, les résultats étant illustrés Figures II.8.

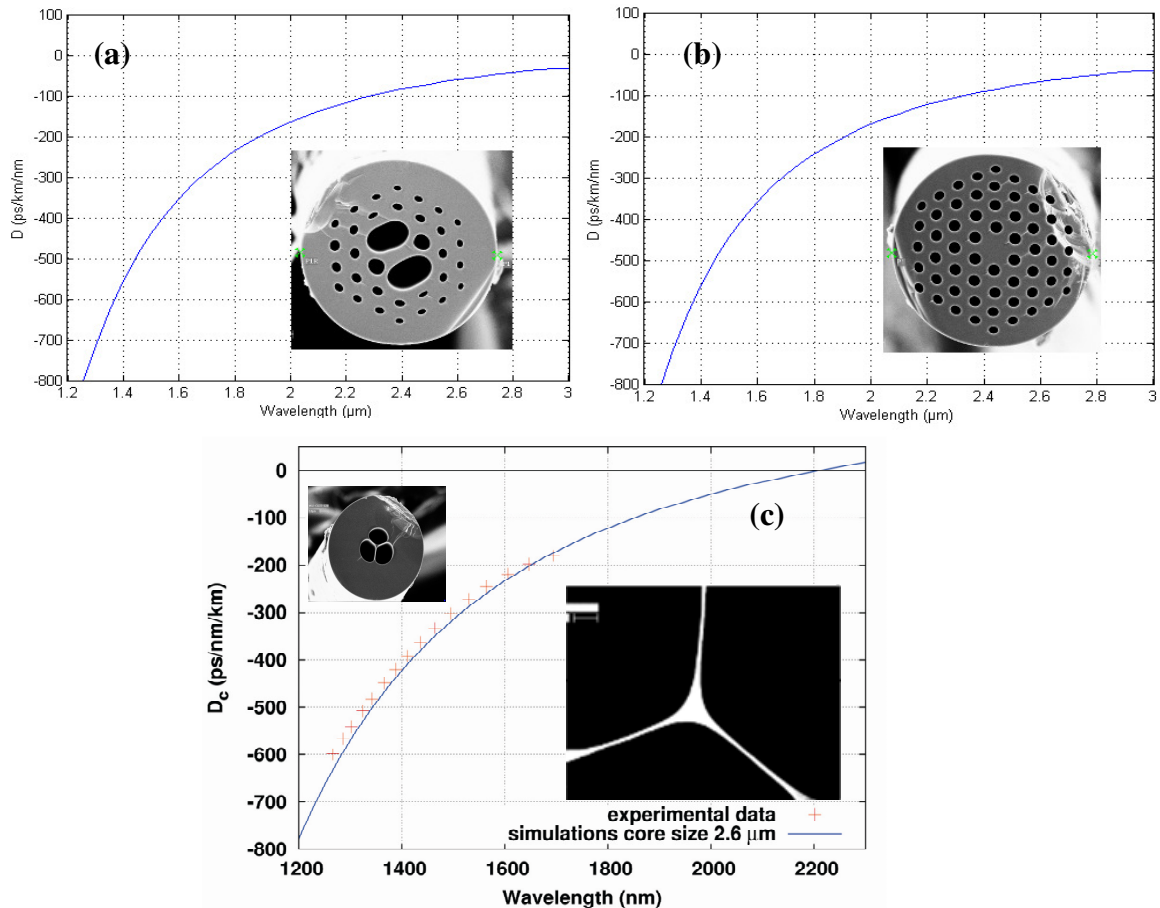


Figure II.8 : Evolution de la dispersion calculée en fonction de la longueur d'onde pour trois FOM, une à 34 trous avec un cœur rectangulaire de  $7 \times 21 \mu\text{m}^2$  (a), une à 64 trous de  $21 \mu\text{m}$  de diamètre de cœur (b) et une à cœur suspendu trois trous (c) de  $2,6 \mu\text{m}$  de diamètre de cœur,  $120 \mu\text{m}$  de diamètre extérieur, sur (c) la dispersion mesurée est également présentée (croix rouges).

Sur les courbes de la Figure II.8. (a) et (b) on voit que le zéro de dispersion est au-delà de  $3 \mu\text{m}$ . Ceci montre que, pour la catégorie des FOM traditionnelles, décaler la valeur du zéro de dispersion vers les petites longueurs d'ondes (autour de  $2 \mu\text{m}$ ) s'avère difficile à cause de leurs paramètres géométriques. Le diamètre de cœur pour ce type de FOM ne peut pas être réduit suffisamment, même grâce à notre technique de fabrication de préformes. En raison de non disponibilité de sources laser fibrées pulsées (aux alentours de leur zéro de dispersion) suffisamment puissantes en termes de puissance crête, nous avons abandonné l'étude de cette catégorie de FOM et nous nous sommes focalisés sur une structure beaucoup

plus favorable de FOM de type cœur suspendu trois trous comme nous l'avons vu (chapitre 3, paragraphe VII.1.2.1.)

Sur la courbe de la Figure II.8.(c) sont présentés les valeurs expérimentales et théorique de la dispersion d'une FOM à cœur suspendu trois trous de diamètre de cœur  $2,6 \mu\text{m}$ . Nous remarquons le bon accord entre les valeurs expérimentales et les valeurs théoriques. La dispersion chromatique est de l'ordre de  $D_c = -280 \text{ ps/nm.km}$  à  $1,55 \mu\text{m}$ , avec une pente de dispersion de  $1 \text{ ps/nm}^2.\text{km}$ . L'extrapolation par la simulation de l'évolution de la dispersion en fonction de la longueur d'onde nous a donné une valeur de longueur d'onde du zéro de dispersion ZDW égale à  $2,2 \mu\text{m}$ . Cette extrapolation est rendue obligatoire par la longueur d'onde de coupure de l'ASO utilisé, qui est de  $1,7 \mu\text{m}$ .

Notre objectif étant la génération d'un supercontinuum couvrant la zone  $3\text{-}5\mu\text{m}$ , nous avons fixé notre choix sur l'élaboration de fibres de diamètre de cœur situé vers  $2 \mu\text{m}$ , que nous pourrions donc espérer pomper dans le régime anormal de dispersion grâce à des sources fibrées émettant aux alentours de  $2 \mu\text{m}$  disponibles dans quelques laboratoire (Onera, TTI Japan).

Nous avons donc élaboré plusieurs FOM à cœurs suspendus trois trous avec des diamètres de cœur différents, pour lesquelles nous avons mesuré la dispersion (Figure II.9) après l'avoir modélisée par la technique des éléments finis à l'aide d'images de microscopie électronique à balayage [2,3,4].

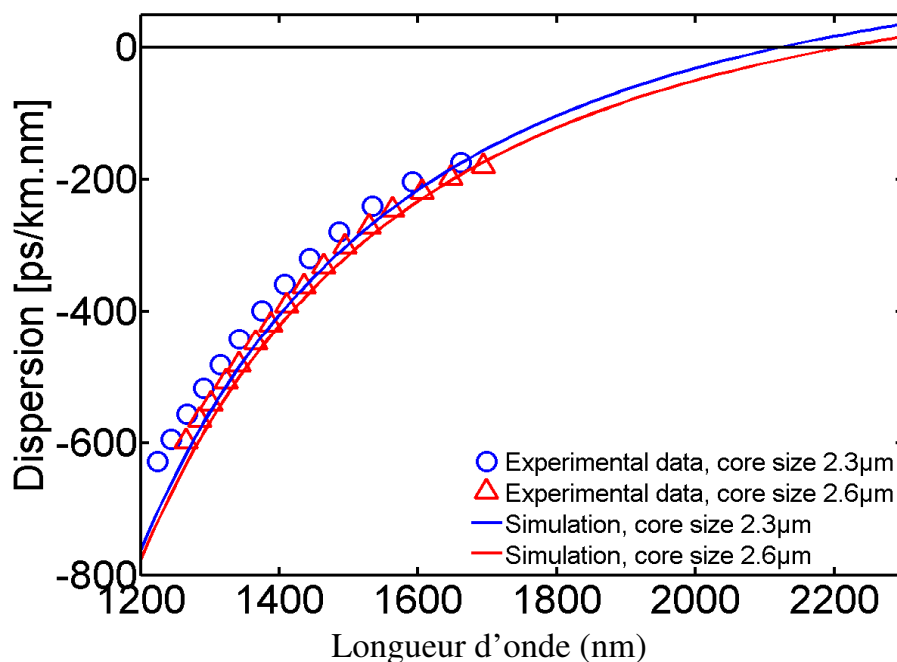


Figure II.9 : Dispersion totale de deux FOM en  $As_2S_3$  à cœurs suspendus trois trous en fonction du diamètre de cœur, résultats expérimentaux (triangles et cercles) et résultats de simulation (lignes continues, bleue et rouge).

Ces courbes mettent en évidence l'influence du diamètre de cœur sur le décalage vers les courtes longueurs d'onde du zéro de dispersion. Nous constatons qu'avec une fibre de 2,3  $\mu\text{m}$  le zéro de dispersion calculé est de 2,11  $\mu\text{m}$ .

L'autre paramètre d'importance pour le contrôle de la génération des effets non-linéaires est la valeur des pertes optiques [5]. Les FOM à cœur suspendu, peuvent être soit monomodes soit multimodes en fonction des paramètres géométriques et de l'indice de réfraction du matériau [6].

Comme nous l'avons déjà vu dans le chapitre 3, concernant la FOM dont le diamètre de cœur est égal à 2,1  $\mu\text{m}$ , les pertes de guidage du mode fondamental en absence de toutes pertes dues au matériau ont été estimées par la simulation à moins de 0,1 dB/m pour les longueurs d'onde inférieures à 5  $\mu\text{m}$  et quasi nulles pour les longueurs d'onde inférieures à 3  $\mu\text{m}$  ( $5,0 \cdot 10^{-5}$  dB/m) [7]. Cela signifie que des pertes matériau vont constituer le facteur limitatif pour la génération du supercontinuum.

Les pertes calculées pour le mode de propagation d'ordre deux sont supérieures à  $10^3$  dB/m au-delà de 5  $\mu\text{m}$  et supérieures à 70 dB/m au-delà de 4  $\mu\text{m}$  [7]. Elles sont inférieures à 2 dB/m en dessous de 3  $\mu\text{m}$ , toujours en supposant l'absence de pertes matériau. Le comportement monomodal, dans cette hypothèse, ne peut donc exister que dans la partie supérieure de la fenêtre de 3-5  $\mu\text{m}$ . Pour des longueurs d'ondes inférieures à 3 microns, la fibre ne peut pas être considérée comme monomode.

### **III. Caractérisations optiques non linéaires**

Comme nous l'avons déjà vu au chapitre 1, tout milieu diélectrique présente une réponse non-linéaire à un champ électromagnétique intense. L'effet Kerr, qui correspond à la modulation de l'indice de réfraction du milieu par l'intensité optique ( $n=n_0 + n_2I$ ), constitue le phénomène prépondérant dans la fibre optique et est à l'origine de plusieurs effets non-linéaires.

Dans ce paragraphe, nous allons présenter différentes propriétés et effets non-linéaires (automodulation de phase, effets Raman) etc... relatifs à nos FOM.

#### **III.1. Auto-modulation de phase (SPM)**

L'utilisation d'une source picoseconde PRITEL émettant à 1,55  $\mu\text{m}$  a permis l'observation de plusieurs effets non-linéaires en fonction de la puissance injectée dans la

FOM et des paramètres géométriques de celle-ci. A faible puissance, le premier effet constaté est l'auto-modulation de phase, correspondant aux changements de phase instantanés de l'impulsion traversant la fibre. Il s'agit d'une conséquence du changement de l'indice de réfraction par effet Kerr optique. Le dispositif expérimental utilisé est schématisé Figures III.1:

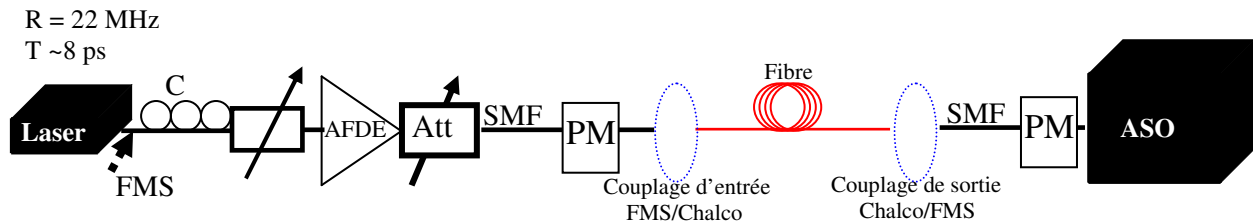


Figure III.1 : Schéma du montage expérimental utilisé pour l'observation de l'automodulation de phase.

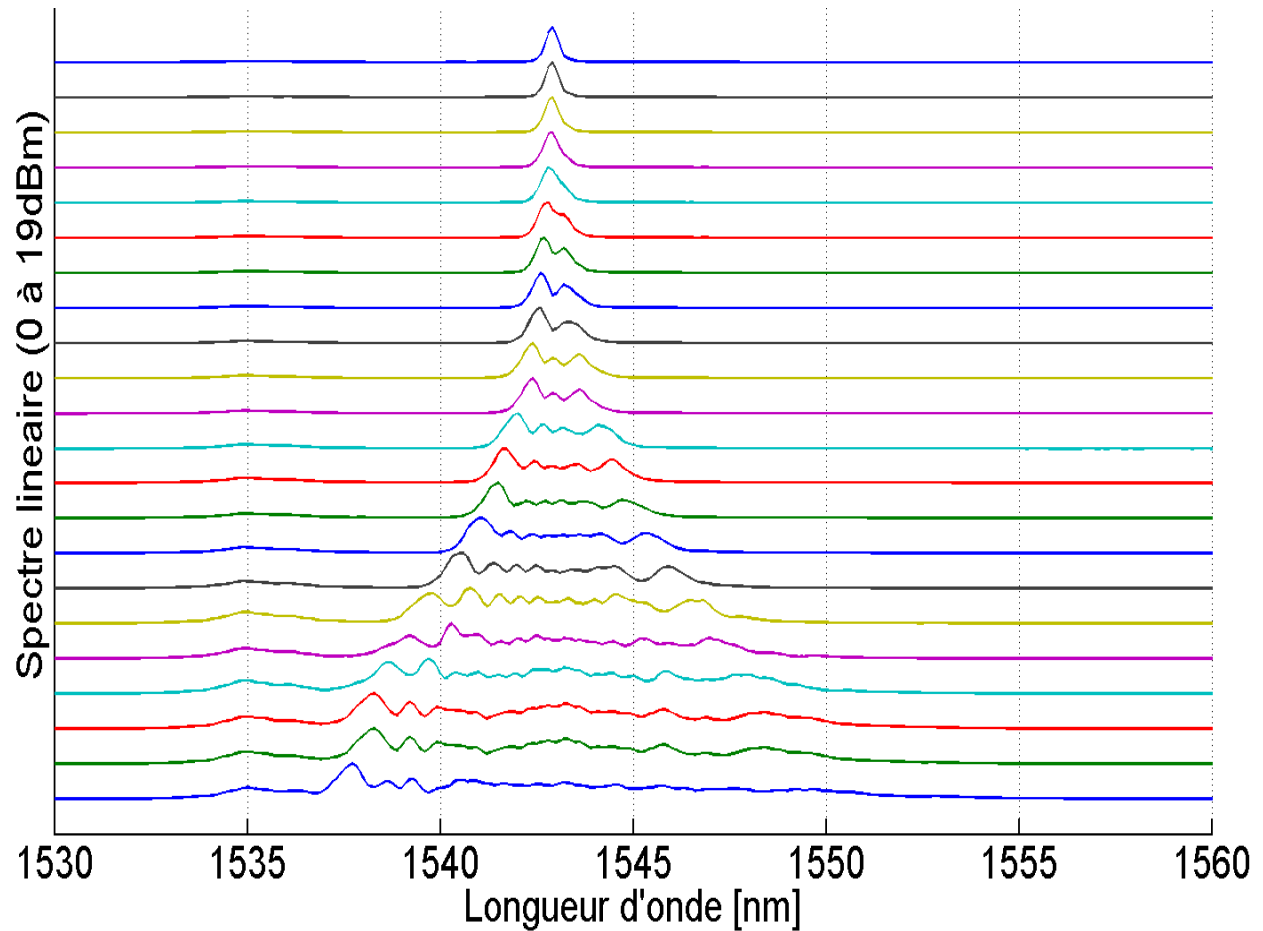
La source amplifiée génère des impulsions de 8,3 ps avec un taux de répétition de 22 MHz autour de 1,55 $\mu$ m. L'injection dans la fibre est réalisée par l'intermédiaire d'une fibre microlentillée en silice de 2,7  $\mu$ m de diamètre. Cette dernière est couplée à la FOM à l'aide d'une soudeuse présentant des pertes de couplage estimées à 4 dB dues au clivage de la fibre testée. Les pertes de couplage en sortie sont de l'ordre de 9 dB. La puissance optique moyenne injectée est contrôlée par un atténuateur couplé à un puissance mètre. Dans le but d'ajuster la puissance du signal en sortie du laser avant l'amplification par un AFDE, nous avons utilisé un atténuateur variable (Att). La puissance crête de la source que nous avons utilisée étant supérieure à 2 kW (63 dBm) pour 28 dBm de puissance moyenne, il est nécessaire de vérifier au préalable l'absence de SPM potentiellement générée dans la fibre silice couplée au boîtier du laser. Pour cela nous avons visualisé le spectre optique à la sortie du laser fibré à l'aide d'un analyseur de spectre optique.

La lumière en sortie de fibre est collectée à l'aide d'une soudeuse, par une fibre monomode en silice SMF (pour Single Mode Fiber), dont la sortie est connectée à un analyseur de spectre optique afin de mesurer la SPM en fonction de la puissance d'entrée et de la polarisation du laser de pompe. En effet, la SPM peut être maximisée à l'aide d'un contrôleur de polarisation placé en sortie de la source PRITEL. La puissance injectée est mesurée à l'aide d'un puissance mètre (PwM1) situé à l'entrée de la fibre chalcogénure. Un second puissance mètre Eigenlight (PwM2) est placé en sortie de la FOM chalcogénure afin d'optimiser le couplage FOM/SMF pour collecter le maximum de signal possible.

Nous avons étudié principalement une FOM à cœur suspendu trois trous avec un diamètre de cœur de 2,5  $\mu$ m. Nous avons dans un premier temps observé l'apparition de la



SPM en fonction de la puissance d'entrée (Figure III.2). Ensuite, nous avons comparé ces résultats expérimentaux avec les simulations dans le but de déterminer le coefficient non linéaire Kerr optique ainsi que l'indice de réfraction non linéaire [8,9].



*Figure III.2 : Evolution de la SPM en fonction de la puissance d'entrée (de 0 à 19 dBm) dans 1,5m de FOM à cœur suspendu de trois trous de 2,5 $\mu$ m de diamètre de cœur.*

On constate dans la Figure III.2. l'apparition des pics de SPM en fonction de l'augmentation de la puissance injectée. Pour plusieurs FOM de tailles de cœurs et/ou des puissances injectées différentes, nous avons obtenu des élargissements spectraux plus ou moins conséquents. Les résultats sont présentés dans les Figure III.3 et III.4 :

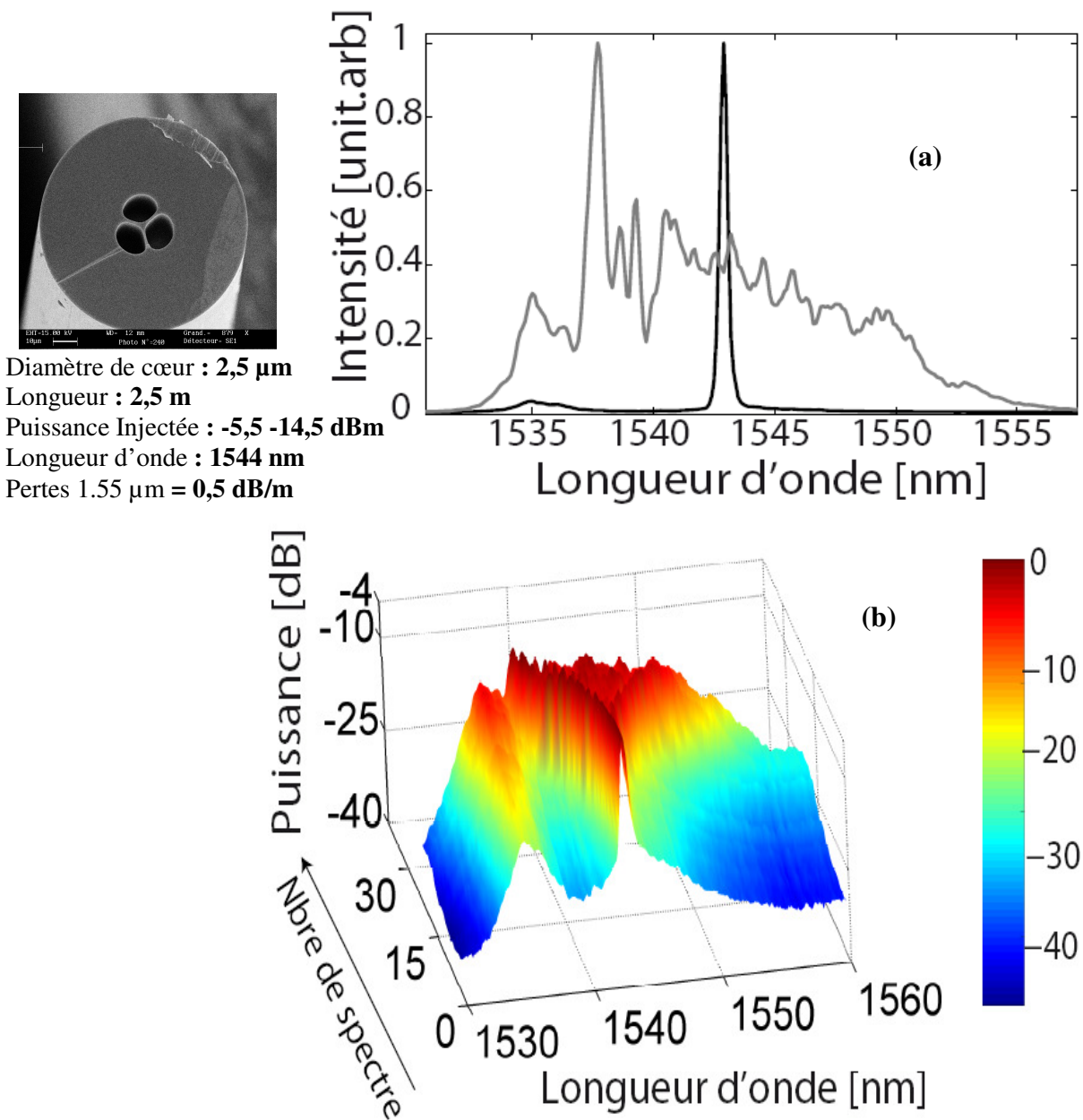


Figure III.3 : Spectre de la SPM en 2D (a) et en 3D (b) s'étalant de 1535 nm à 1560 nm, généré par une pompe à 1544 nm dans 2,5 m de FOM à cœur suspendu de 2,3  $\mu\text{m}$  de diamètre, dont les pertes à 1,55  $\mu\text{m}$  sont égales à 0,35 dB/m.

La Figure III.3.(a) montre les spectres (en linéaire) pour une puissance moyenne injectée de -5,5 dBm (courbe noire) et une puissance moyenne injectée de 14,5 dBm (courbe grise) à 1544 nm. Cette dernière représente l'élargissement spectral le plus large obtenu, présentant l'apparition de nombreuses composantes (oscillations) spectrales avant l'apparition

d'un effet Raman autostimulé dans cette fibre (paragraphe suivant). L'équivalent de ceci est illustré en 3 dimensions dans la figure inférieure (Figure II.3.(b)).

La Figure III.4. présente les spectres de SPM obtenu dans une FOM As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> trois trous de diamètre de cœur 2,6  $\mu\text{m}$ . On constate dans cette fibre un élargissement spectral de l'ordre de 60 nm lors d'un pompage à 1544 nm.

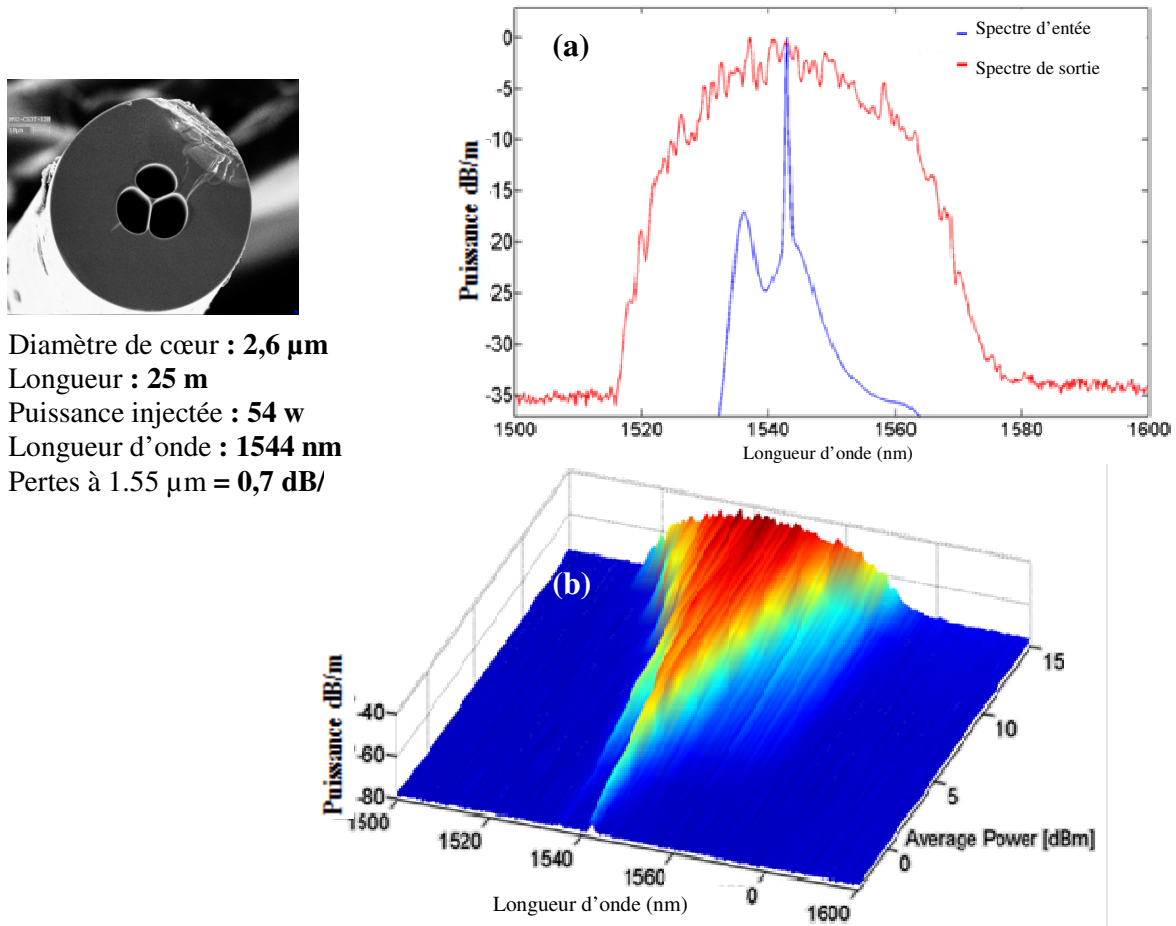


Figure III.4 : Spectre de la SPM en 2D (a) et en 3D (b), s'étalant de 1515 nm à 1575 nm, générés pour une pompe à 1544 nm dans 2 m de FOM à cœur suspendu de 2,6  $\mu\text{m}$  de diamètre dont les pertes à 1,55  $\mu\text{m}$  sont égales à 0,7dB/m.

Dans le but de déterminer le coefficient non-linéaire effectif Kerr de la fibre étudiée dans la Figure III.4, nous avons comparé les simulations numériques aux données obtenues expérimentalement. La Figure III.5. représente les résultats obtenus par l'expérience et par le calcul pour une puissances crête de 54 W. Ces simulations numériques, basées sur la résolution de l'équation de Schrödinger généralisée [5], ont été faites en tenant compte de plusieurs propriétés déterminées expérimentalement, tels que les pertes et la dispersion. Elles

incluent l'effet Kerr et l'effet Raman en se basant sur les études faites antérieurement sur le verre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> [10...13].

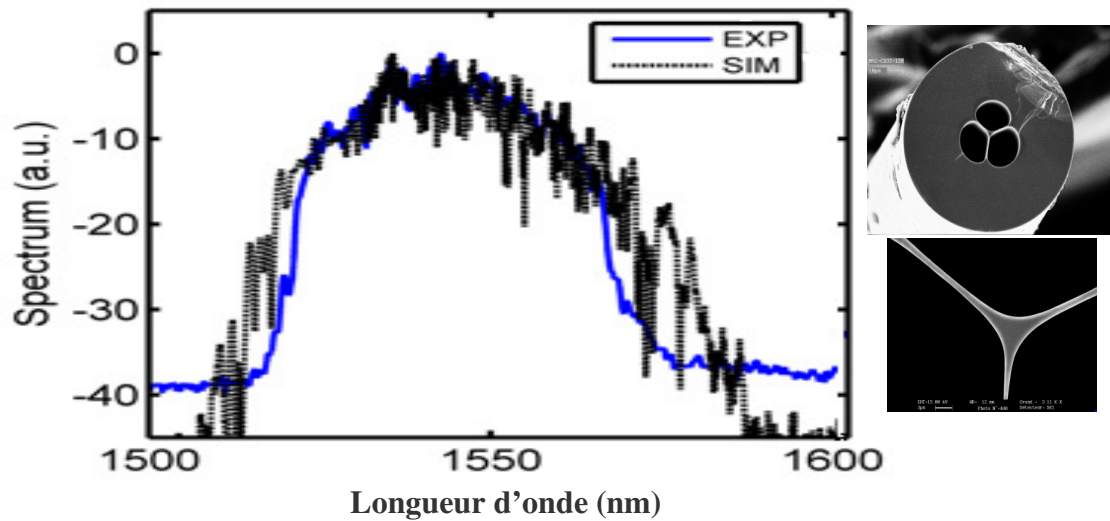


Figure III.5. Spectre de la SPM observée sur une FOM à cœur suspendu 3 trous de 25m de longueur et 2,6µm de diamètre de cœur, en bleu les résultats expérimentaux et en noir les résultats de simulation.

La courbe noire en pointillé représentant le résultat de simulations, est en bon accord avec les résultats expérimentaux (courbes bleue). En se basant sur cette comparaison théorie/expérience, nous avons estimé la valeur du coefficient non linéaire à  $\gamma = 2150 \text{ W}^{-1} \cdot \text{km}^{-1}$ , valeur 1600 fois plus importante que pour une fibre G652.

### III.2. Effet Raman autostimulé

Lors des mesures de SPM, nous avons remarqué qu'avec l'augmentation de la puissance injectée, la largeur du spectre atteint un maximum au-delà duquel l'élargissement se poursuit en se structurant différemment. Nous savons que ce phénomène est dû à l'effet Raman autostimulé, qui est associé à un effet de seuil, mis en évidence sur la Figure III.6 :

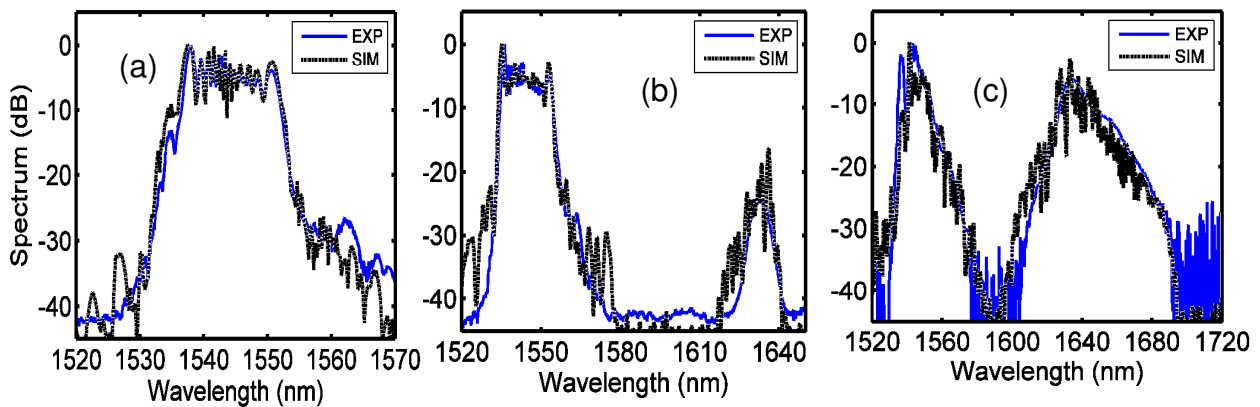
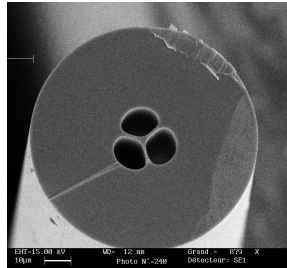


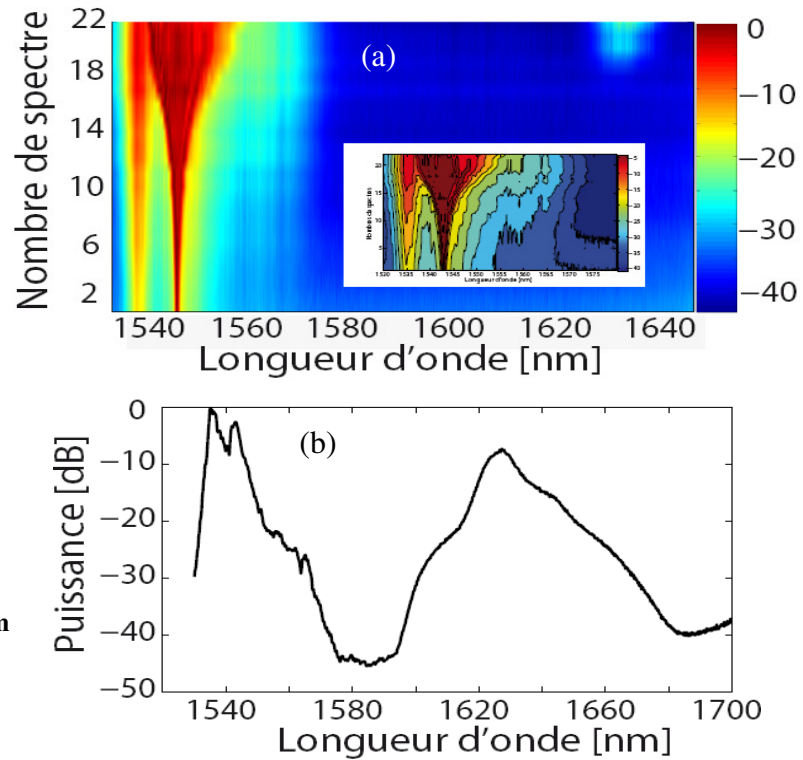
Figure III.6 : Spectres en sortie d'une FOM à cœur suspendu de longueur 1,8m et de diamètre de cœur 2,6 $\mu$ m pour des puissance crêtes d'entrée de 18W (a), 28W (b) et 54W (c) à 1544 nm ( lignes continues bleues). Les simulations numériques correspondant à chacune des expériences figures en lignes pointillées noires.

Pour une puissance d'entrée égale à 18W à 1544 nm, l'impulsion d'entrée subit une évolution caractéristique de l'auto-modulation de phase, i.e. apparition de lobes symétriques et élargissement (Figure III.6.(a)). Dans les Figures III.6.(b) et III.6.(c), on constate la formation d'un pic de diffusion Raman autostimulée centré sur 1630 nm, qui correspond à un décalage Raman de 10,1 THz (85 nm) due à notre FOM en As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, confirmant ainsi cette valeur observée dans une étude antérieure [11]. En prenant pour valeur de l'indice non linéaire  $2,8 \cdot 10^{-18} \text{ m}^2/\text{W}$  à 1,55  $\mu$ m [14], nous pouvons estimer la valeur de l'aire effective de notre fibre : 5,3  $\mu\text{m}^2$ .

Dans une expérience mettant en œuvre une autre FOM de 2,5  $\mu$ m de diamètre de cœur, nous avons constaté l'apparition du Raman autostimulé simultanément à la SPM à partir d'un seuil de puissance moyenne 14,5 dBm à 1544 nm. La Figure III.13.(a) montre l'évolution du spectre en sortie de la FOM en fonction de la puissance, présentant à forte puissance un début de Raman autostimulé autour de 1630 nm et en insertion un zoom sur la partie représentant l'élargissement spectral entre 1530 nm et 1550 nm, qui est d'une largeur de 20 nm. La Figure III.7.(b) montre l'allure prise par le pic Raman après augmentation de la puissance moyenne injectée dans la fibre.



Diamètre de cœur : **2,5  $\mu\text{m}$**   
 Longueur : **2,5 m**  
 Puissance injectée : **- 5,5-16 dBm**  
 Longueur d'onde : **1544 nm**  
 Pertes à 1.55  $\mu\text{m}$  = **0,5 dB/m**



*Figure III.7 : Evolution du spectre de la SPM et du Raman autostimulé dans 2 m de FOM trois trous à cœur suspendu de 2,5  $\mu\text{m}$  de diamètre de pertes à 1,55  $\mu\text{m}$  égales à 0,5 dB/m.(a) représente cette évolution vue de dessus, en insertion, un zoom de la partie comprise entre 1530 nm et 1570 et (b) représente la bosse Raman obtenue pour une puissance moyenne de 16 dBm.*

Dans le but de maximiser l'élargissement spectral, nous avons étudié les effets dus aux deux paramètres réglables que sont la puissance injectée et la polarisation de la pompe. Les résultats obtenus sont discutés dans le paragraphe suivant.

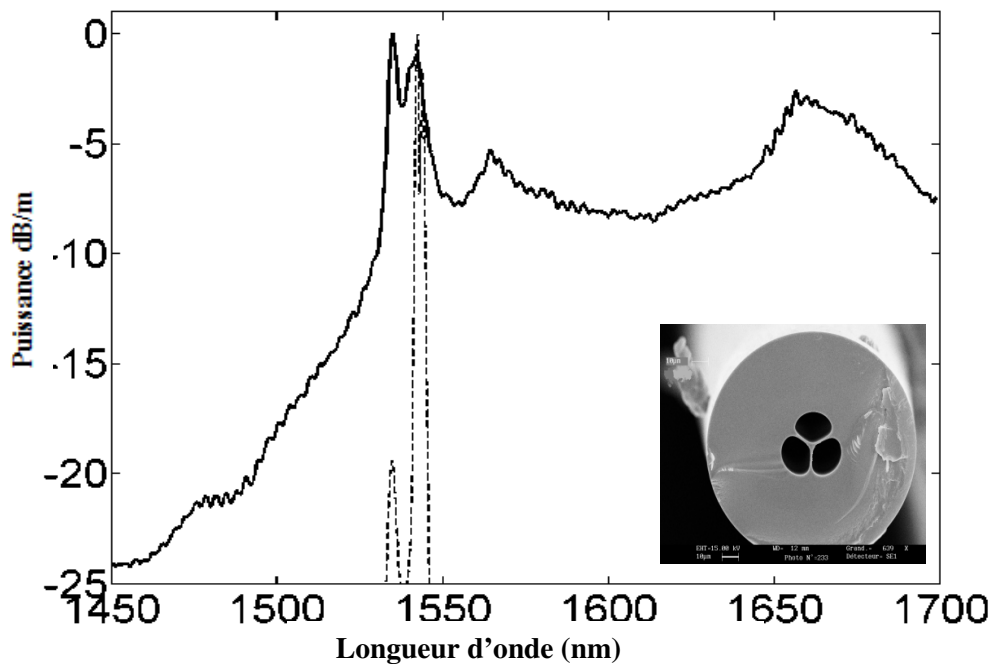
### III.3. Génération de supercontinuum

Précisons tout d'abord que la génération d'un supercontinuum nécessite, en plus du pompage autour du zéro de dispersion, une source laser puissante et rapide. La puissance crête de la source à la longueur d'onde de pompage utile est un paramètre critique vis-à-vis du rendement non linéaire. Plusieurs tentatives de caractérisation de nos FOM ont été effectuées par utilisation d'un OPO femtoseconde (Oscillateur Paramétrique Optique) accordable en longueur d'onde. Malheureusement, la qualité médiocre du faisceau (menant à une injection dans la fibre peu efficace) ainsi que sa puissance crête insuffisante n'ont pas permis

l'observation des effets non-linéaires qui nous intéressent, et ce même par pompage à la longueur d'onde du zéro de dispersion.

Le pompage de nos fibres à l'aide d'un OPO d'impulsions femtosecondes n'ayant pas été concluant, nous avons essayé d'optimiser les conditions de pompage autour de 1,55  $\mu\text{m}$  avec la source PRITEL à notre disposition. En particulier, en ajustant la polarisation de la pompe, il a été possible d'améliorer la continuité du spectre obtenu lors d'un pompage picoseconde à 1543 nm (Figure III.8). La puissance crête injectée est de 54W, pour des durées de 8 ps aux taux de répétition de 22 MHz.

L'élargissement spectral que nous avons relevé dans nos FOM s'étalait alors de 1500 à 1700 nm (limite de détection de l'ASO), tirant parti des deux effets SPM et Raman. Il a été observé sur 45 m de FOM à cœur suspendu de 2,3  $\mu\text{m}$  de diamètre de cœur. L'utilisation d'une telle longueur de FOM est rendue possible grâce aux faibles pertes de celle-ci, de l'ordre de 0,35 dB/m à 1,55  $\mu\text{m}$ . La longueur effective calculé pour 45 m de cette FOM en considérant les pertes égales à 0,35 dB/m à 1,55  $\mu\text{m}$  est 12 m. Cela revient à dire que pour 12 m de la même FOM à pertes nulle, on aurait le même effet non linéaire. Le facteur de mérite pour cette configuration de FOM, défini comme étant le produit du coefficient non linéaire et de la longueur effective, est égal à 33  $\text{W}^{-1}$ , un des plus importants jamais signalés [15,16].



*Figure III.8 : Elargissement spectral dans 45 m de FOM à cœur suspendu de 2,3 $\mu\text{m}$  de diamètre de cœur (ligne continue), obtenu pour une puissance crête de 54 W par pompage à 1543 nm et allure du spectre d'entrée (ligne pointillée).*

L'élargissement spectral est contrôlé et limité par le régime normal de dispersion et est assisté par l'effet Raman autostimulé [5,17]. La bande passante optique de l'analyseur de spectre utilisé ne s'étend pas au-delà de 1,7  $\mu\text{m}$  dans l'infrarouge, ce qui constitue une limitation technique très gênante pour la mesure précise de l'élargissement spectral. Nous avons donc été amenés à calculer numériquement l'élargissement spectral de la FOM en question, en considérant une longueur de 45 m ( $\alpha = 0,35$  dB/m) puis une longueur égale à la longueur effective, 12 m ( $\alpha = 0$  dB/m). Le résultat de ce calcul est représenté Figure III.9.

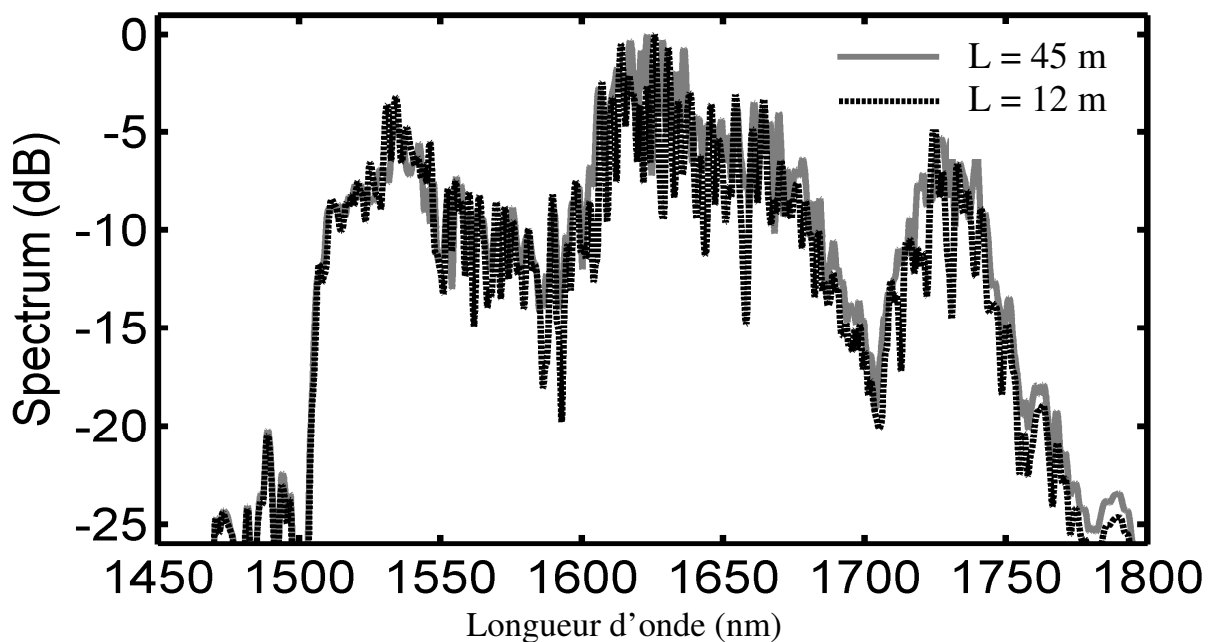


Figure III.9 : Spectres calculés numériquement en sortie de 45 m de longueur de FOM à cœur suspendu de 2,3 $\mu\text{m}$  de diamètre de cœur (ligne pleine) et en sortie d'une même fibre de longueur égale à la longueur effective, 12 m (b). La puissance crête d'entrée est de 54 W à la longueur d'onde 1543 nm.

Cette étude nous a permis d'avoir deux informations importantes. D'une part, la longueur effective de la fibre est de l'ordre de l'ordre de 12 m, car les deux élargissements spectraux pour les longueurs de fibres égales à 45 m et 12 m sont similaires et en bon accord. D'autre part, l'élargissement obtenu est de 250 nm entre 1500 et 1750 nm

Dans le but de maximiser encore l'élargissement, nous avons utilisé une source de dont les caractéristiques sont différentes de celles de la source PRITEL utilisée précédemment. La source laser en question délivre des impulsions de 400 femtoseconde à 1557 nm , avec un taux de répétition de 16,75 MHz (8 picoseconde à 1550 nm à 22 MHz pour la PRITEL). L'injection à été réalisé en espace libre via un objectif de microscope. Ces mesures ont été réalisées en collaboration avec l'équipe du Pr. Ohishi au Toyota Technical Institute, à Nagoya



au Japon. Nous avons enregistré les spectres de sortie de la fibre en fonction de la puissance d'entrée pour deux longueurs de FOM différentes (Figure III.10.(a) et III.10.(b)) :

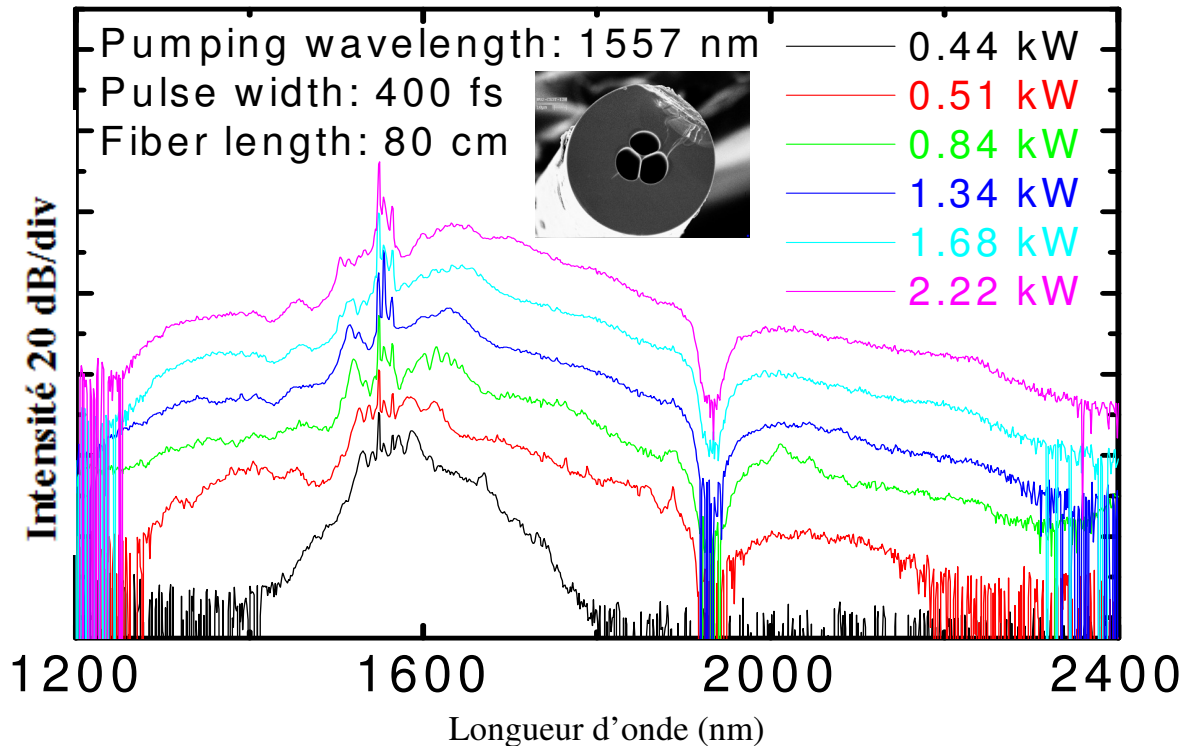


Figure III.10.(a) : Elargissement spectral en fonction de la puissance injectée ( $\lambda = 1557$  nm, largeur temporelle 400 fs) pour 80 cm d'une FOM à cœur suspendu trois trous de diamètre de cœur 2,6  $\mu$ m.

Le pompage d'une FOM de 2,6  $\mu$ m de diamètre de cœur avec une puissance crête croissante de 0,44 kW à 2,22 kW engendre des élargissements spectraux de plus en plus marqués (Figure III.10.(a)). La largeur maximale obtenue est de 1200 nm entre 1200 et 2400 nm (limite de détection de l'ASO Yokogama utilisé par nos collègues japonais). Cependant, la forme du spectre correspondant à une puissance crête de 2,2 kW au voisinage de la limite de détection à 2400 nm suggère que celui-ci s'étende plus loin dans l'infrarouge. Une étude similaire de génération de supercontinuum a été réalisée sur une même FOM de 68 cm de longueur. Cette fois-ci, les mesures ont été possibles jusqu'à 2700 nm grâce à l'utilisation d'un second monochromateur doté d'un réseau blazé à 2  $\mu$ m (Figure III.10.(b)).

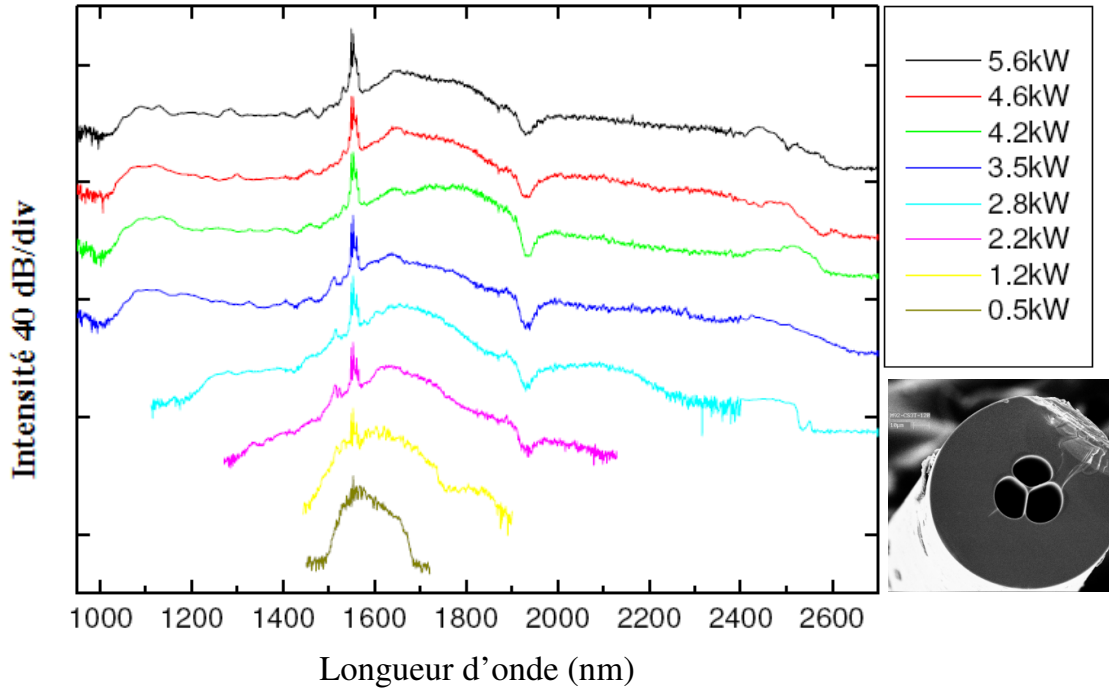


Figure III.10.(b) : Elargissement spectral en fonction de la puissance injectée ( $\lambda = 1557$  nm, largeur temporelle 400 fs), pour 68 cm d'une FOM à cœur suspendu trois trous de diamètre de cœur 2,6  $\mu$ m,

Nous avons pompé cette FOM avec des puissances crêtes allant de 0,5 à 5,6 kW. Les spectres mesurés (Figure III.10.(b)) mettent en évidence la génération du supercontinuum pour les hautes puissances. Nous remarquons ici que l'utilisation d'un second détecteur au-delà de 2400 nm est indispensable pour l'observation de l'effet dans son intégralité, ce qui est nécessaire pour le calcul des propriétés optiques de la fibre et particulièrement du coefficient non linéaire Kerr optique.

Dans le but de se rapprocher du ZDW de cette fibre à cœur suspendu, nous avons procédé, avec l'aide de l'Onera, à des essais de pompage à 1995 nm, en régime nanoseconde. En effet, nos collègues de Palaiseau développent actuellement une source fibrée pulsée, sur la base d'une fibre en verre de silice dopé thulium fonctionnant à 1995 nm délivrant des impulsions de l'ordre de 10 ns, avec pour objectif d'atteindre à terme un régime temporel femtoseconde. Au stade actuel de son développement, la source délivre des impulsions nanosecondes pouvant atteindre une puissance crête de 1 kW. Ce régime d'excitation offre une sensibilité moindre aux effets de dispersion et donc le régime de propagation (normal ou anormal) a une influence plus faible sur la mise en œuvre des effets non linéaires [18]. Dans le but de d'élargir le spectre de sortie de nos fibres, nous avons ainsi pompé 10 m d'une FOM As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> trois trous à cœur suspendu de 2,6  $\mu$ m de diamètre de cœur présentant des pertes de 1,5

dB/m à 1,55  $\mu\text{m}$ , à l'aide de cette source nanoseconde. Un schéma descriptif du dispositif expérimental est illustré dans la Figure III.11.(a). En pompant une fibre laser dopée thulium à 1550 nm on obtient une émission à 1995 nm [19]. L'émission à 1995 nm présente une largeur à mi-hauteur de 2 nm (Figure 11.(b)). L'impulsion générée est ensuite couplée dans la fibre à étudier. La lumière en sortie de la FOM As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> est recueillie à l'aide d'une fibre silice multimode de 100  $\mu\text{m}$  de diamètre et envoyée dans un analyseur de spectre optique. Les modes de gaine ont été supprimés à l'aide d'alliage Gallium Indium déposé le long des premiers centimètres de la fibre.

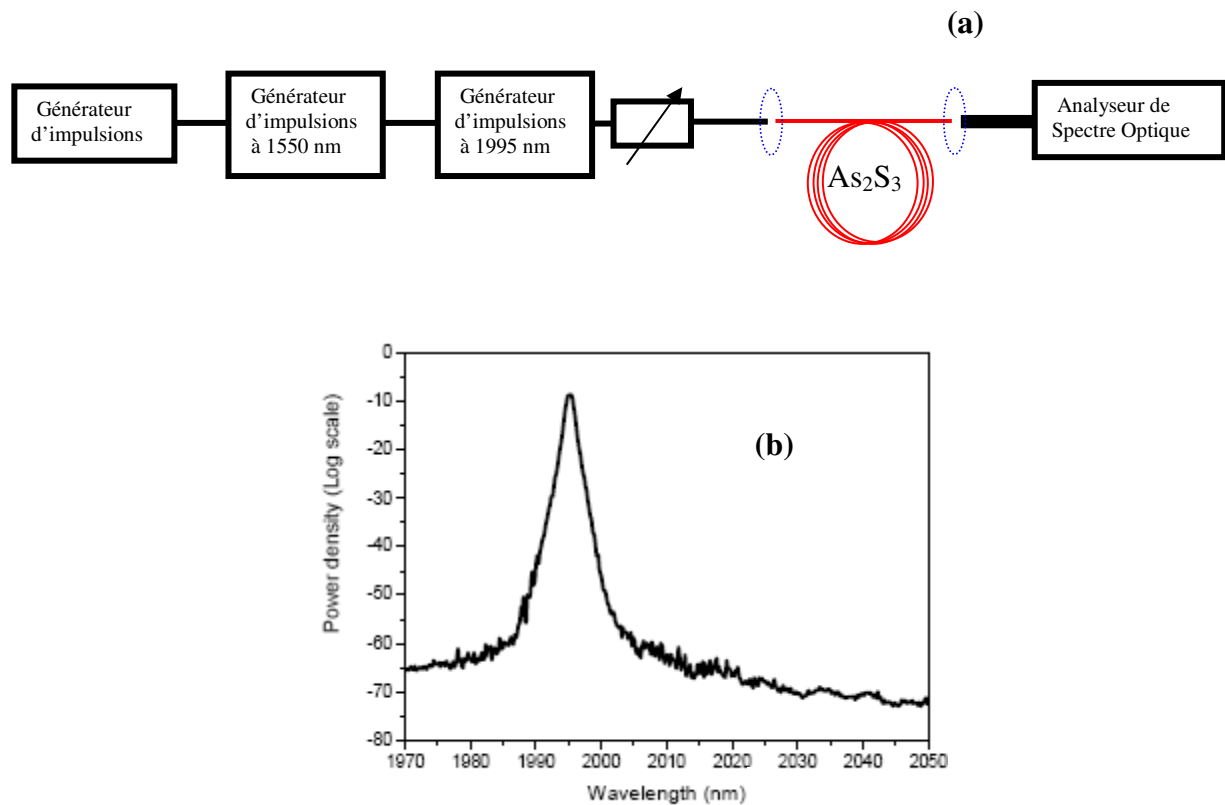


Figure III.11 : Illustration du dispositif de pompage nanoseconde de la FOM As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> trois trous de 2,6  $\mu\text{m}$  de diamètre de cœur à 1995 nm (a) et allure du spectre généré (b).

Les élargissements spectraux générés par la FOM pour des puissances crêtes comprises entre 20 et 521 W sont représentés sur la Figure III.12.

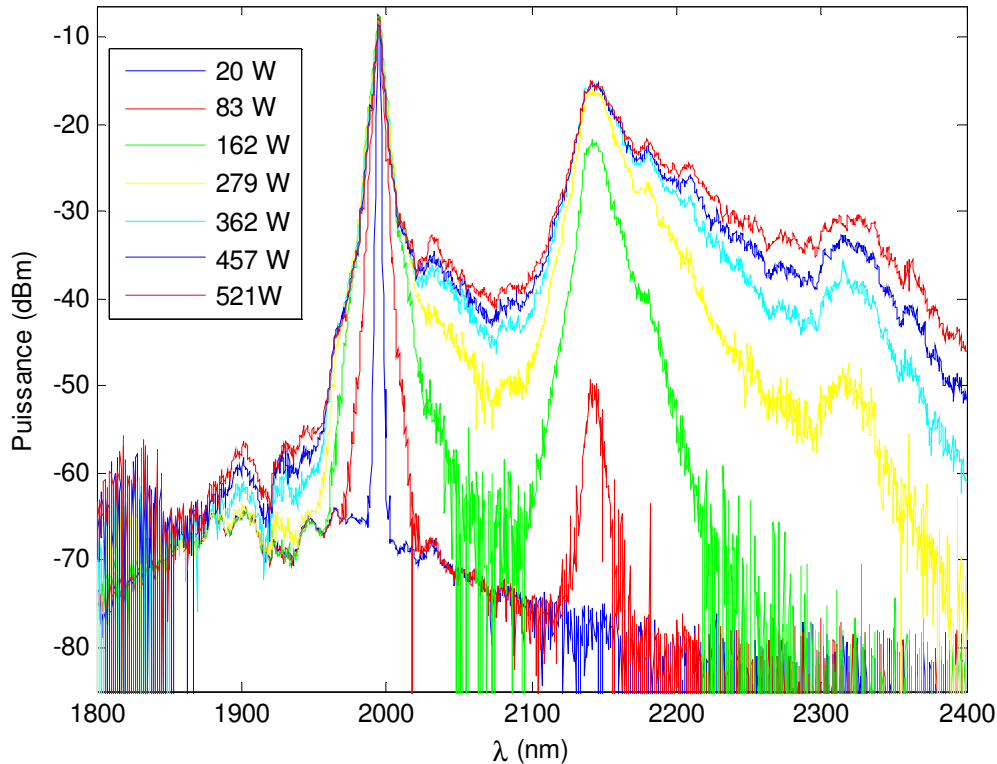


Figure III.12 : Spectres collectés en sortie de 10 m de la FOM As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> à trois trous de 2,6 μm de diamètre de cœur dont les pertes à 1,55 μm sont de l'ordre de 1,5 dB/m.

Nous constatons, pour de faibles puissances crêtes l'apparition d'une émission Raman vers 2150 nm, s'élargissant avec l'augmentation de la puissance injectée. Cependant le décalage spectral observé est plus important que celui obtenu jusqu'à présent dans les fibres As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>. Puis à partir de 280 W injectée, nous constatons l'apparition d'une seconde bosse Raman vers 2300 nm, qui, d'après nos simulations de dispersion nous amène en régime de dispersion anormale. L'allure du spectre observé permet effectivement d'envisager cette hypothèse. Ces résultats très récents demandent à être analysés en détails, avec l'aide de la simulation, sachant que les expérimentations se poursuivent en ce moment.

Comme nous l'avons vu dans le chapitre 3, les conditions optimales pour la génération supercontinuum nécessiteraient un pompage de la FOM dans le régime de dispersion anormal. Compte tenu des longueurs d'onde laser disponibles, ceci veut dire qu'il faut diminuer la taille du cœur de la fibre pour décaler au maximum vers le visible la valeur d'annulation de sa dispersion. Nous avons fait des calculs afin de définir une géométrie de cœur correspondant à ce décalage autour de 2 μm. Cependant, le pompage de nos FOM en régime anormal à 2 μm reste impossible actuellement faute de disponibilité de sources fibrées pulsées de puissance

crête suffisante. C'est la raison pour laquelle nous avons essayé de diminuer encore plus la taille de cœur de nos FOM à trois trous afin de pouvoir utiliser les sources à 1,55  $\mu\text{m}$  dont nous disposons tout en nous trouvant alors dans ce cas en régime anormale.

#### III.4. Caractérisation non linéaire de taper

Pour cela, nous avons essayé de fabriquer des « tapers » c'est-à-dire d'effiler nos FOM de façon à diminuer leur diamètre de cœur [14]. Les étapes de fabrication d'un taper à partir d'une FOM à trois trous sont décrites Figure III.13 :

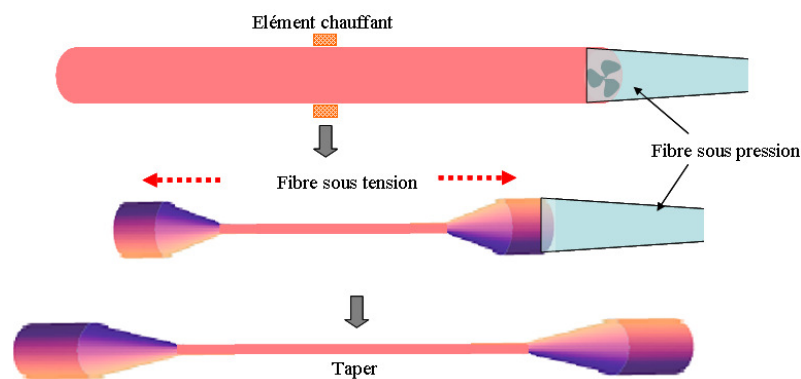


Figure III.13 : Etape de fabrication d'un taper à partir d'une FOM à cœur suspendu de trois trous.

La fabrication d'un taper nécessite de chauffer la zone à amincir à une température d'environ 100 °C au-dessus de la température de transition du verre As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> tout en appliquant une faible tension aux deux extrémités de la fibre. Pour une FOM, à ces deux paramètres s'ajoute l'application d'une pression au niveau des trous de la fibre afin de les garder ouverts durant l'étirement de la fibre. Faute de temps, cette étude n'a pas pu être portée à son terme, mais une première caractérisation a néanmoins été réalisée sur quelques centimètres de taper (Figure III.14).

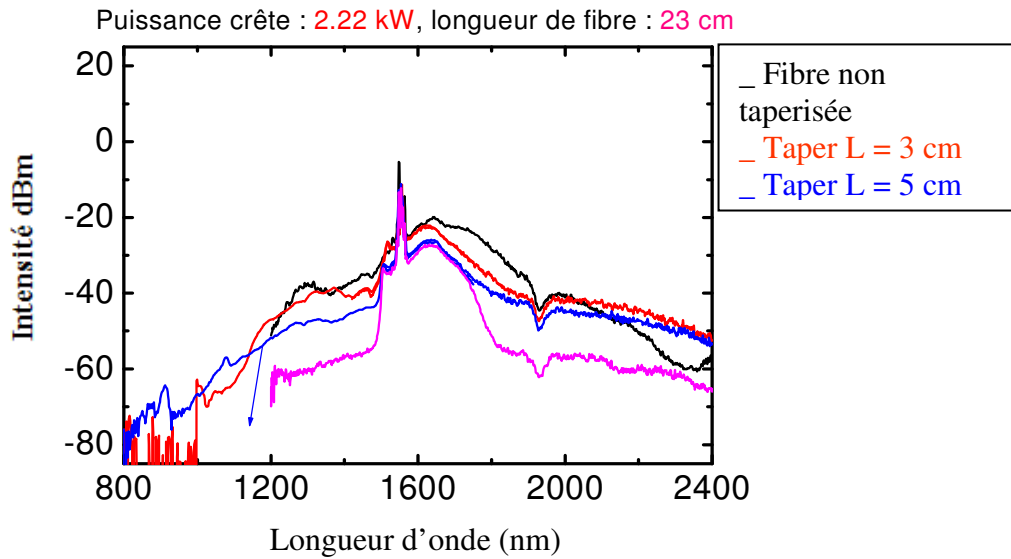


Figure III.14 : Spectres en sortie d'une FOM (de  $2,6 \mu\text{m}$  de diamètre de cœur) taperisée de 23 cm de longueur pour plusieurs longueurs de taper pour une puissance à l'entrée égale à 2,22 kW ( $\lambda = 1557 \text{ nm}$ , largeur 400 fs)

Les résultats obtenus avec une FOM non taperisée (Figure III.10.(a)), restent, à puissance crête équivalente (2,22 kW), plus intéressants que ceux donnés par les tapers (Figure III.14), d'où la nécessité d'une étude plus poussée pour développer cette technique. Entre autre, la qualité des tapers peut être dégradé par le chauffage de la FOM, ce qui peut mener à une dégradation du signal suite à une augmentation des pertes optique par rapport à la FOM initiale (non taperisée).

### III.5. Etude théorique d'une FOM en régime anormal à $2 \mu\text{m}$ .

Comme nous l'avons souligné précédemment, l'intérêt principal de nos fibres réside dans la génération d'effets non linéaires dans l'infrarouge et nous visons plus particulièrement l'obtention d'un supercontinuum couvrant la seconde fenêtre de transparence atmosphérique 3-5  $\mu\text{m}$ . Certes, au cours de nos travaux, nous avons pu obtenir un supercontinuum dans nos FOM à cœur suspendu à trois trous et à petit diamètre de cœur, en les pompant à 1,55  $\mu\text{m}$ , en régime ps ou fs. Néanmoins cet effet serait plus efficace si la longueur d'onde de pompe était supérieure au zéro de dispersion de la fibre étudiée, donc dans le régime de dispersion anormale. Les travaux se poursuivent actuellement en ce sens. En effet d'une part, nous essayons de réduire les diamètres de cœur de nos fibres pour espérer pouvoir utiliser les

sources existantes, d'autre part nos collègues de l'Onera à Palaiseau travaillent à la réalisation d'une source fibrée femtoseconde fonctionnant à 2  $\mu\text{m}$ .

Bien que nous n'ayons donc pas pu pomper pour l'instant nos fibres en régime de dispersion anormale, nous avons cependant essayé de prédire l'allure spectrale que pourrait avoir un supercontinuum susceptible de se manifester dans une FOM trois trous en As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> à cœur suspendu de diamètre 2,6  $\mu\text{m}$ . Pour cela, nous avons simulé l'élargissement spectral obtenu lors du pompage de cette fibre à deux longueurs d'onde pompes proches de son zéro de dispersion, 2,1  $\mu\text{m}$  et 2,3  $\mu\text{m}$ . En effet le ZDW de cette fibre se trouve situé à 2,21  $\mu\text{m}$  (voir Chapitre 3). Les résultats obtenus sont illustrés sur les Figures III.15.(a) et III.15.(b) :

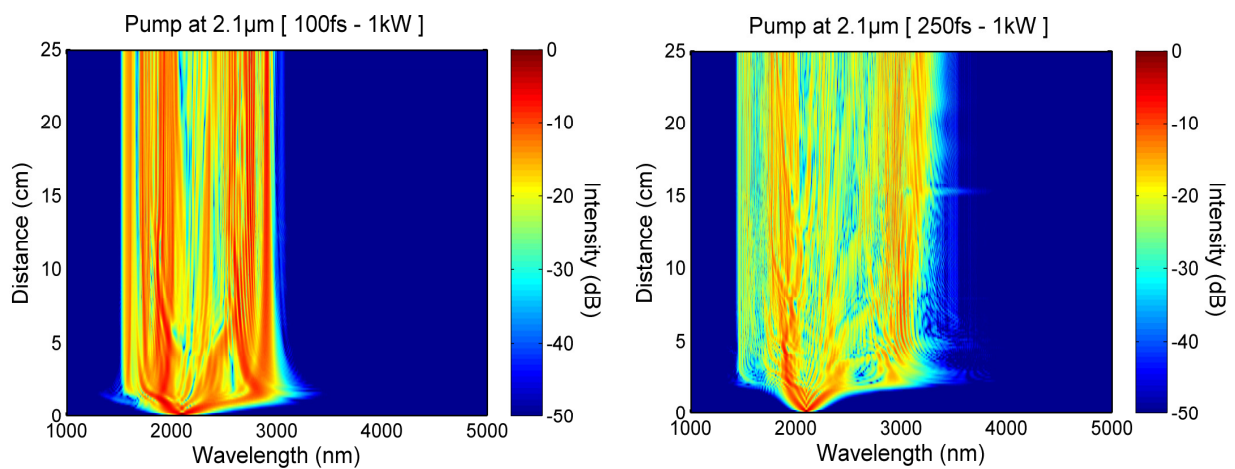


Figure III.15.(a) : Allures de l'élargissement spectral obtenu par un pompage en régime de dispersion normale d'une FOM As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> (fibre à cœur suspendu à trois trous de 2,6  $\mu\text{m}$  de diamètre de cœur) à 2,1  $\mu\text{m}$ , pour deux impulsions temporellement différentes, correspondant à 1 kW crête de puissance injectée.

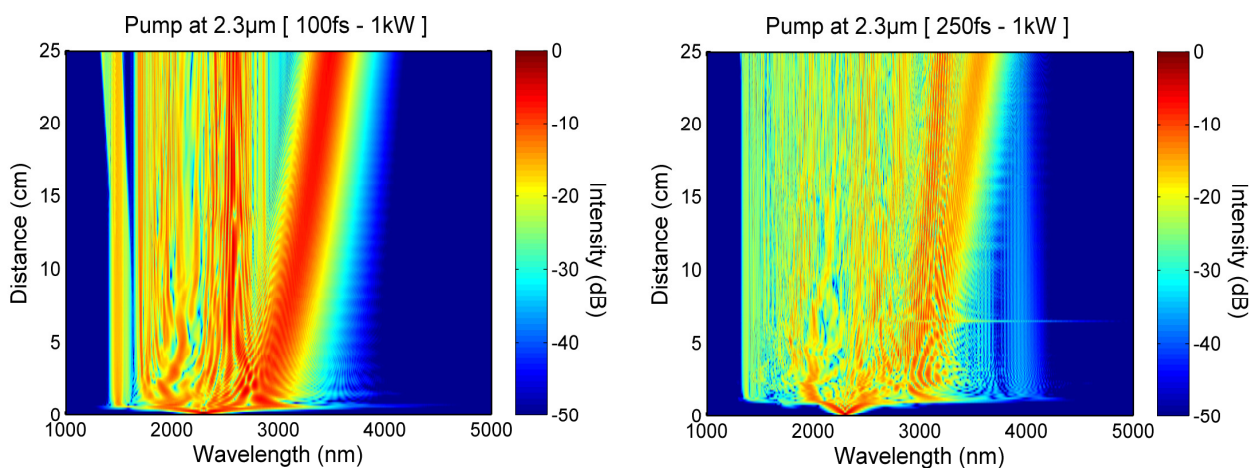


Figure III.15.(b) : Allures de l'élargissement spectral obtenu par un pompage en régime de dispersion anormale d'une FOM As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> (fibre à cœur suspendu à trois trous de 2,6  $\mu\text{m}$  de diamètre de cœur) à 2,3  $\mu\text{m}$  pour deux impulsions temporellement différentes, correspondant à 1 kW crête de puissance injectée.

On constate à partir des résultats de simulations présentés Figures III.15.(a) et III.15.(b), que l'élargissement spectral obtenu s'étend davantage dans l'infrarouge lors d'un pompage de la fibre aux alentours du zéro de dispersion en régime de dispersion anormale, ceci pour une puissance injectée réaliste au regard des expériences déjà réalisées en pompage fs à 1,55 $\mu$ m. On atteint 4  $\mu$ m après 25 cm de propagation. Jusqu'à présent, toutes les simulations faites sur nos fibres (pour les différents effets non linéaires), sont en bon accord avec les résultats expérimentaux. On peut donc raisonnablement envisager que notre objectif de générer un supercontinuum couvrant la fenêtre de transparence atmosphérique (3-5  $\mu$ m) est tout à fait réalisable si une source femtoseconde pouvait être utilisée dans le régime de dispersion anormale.

En régime de dispersion légèrement normale, on atteint un élargissement spectral maximal après environ 2 cm de longueur de propagation (Figure III.15.(a)), donc dans ce régime, même très proche du zéro de dispersion la largeur du supercontinuum se trouve limitée. Par contre en régime de dispersion légèrement anormale, l'élargissement spectral obtenu ne cesse de croître en fonction de la longueur de la fibre. En effet, pour une longueur de fibre égale à 25 cm la largeur maximum de l'effet supercontinuum n'est pas encore atteinte (Figure III.15.(b)), ce qui très encourageant pour les futures études sur ces fibres.

### III.6. Régénérateur de signal

Nous avons évalué la faisabilité de la régénération de signaux optiques dans nos FOM chalcogénures pour les applications télécoms.

Lorsqu'une impulsion lumineuse se propage dans une fibre optique, les effets non linéaires discutés auparavant entrent en jeu à des degrés variables et engendrent des distorsions dans le profil et la phase de l'impulsion. En d'autres termes, et dans le cadre de la propagation d'impulsion « télécom », après une certaine distance de propagation dans le système, les signaux optiques doivent être régénérés en vue de conserver l'information. La procédure standard de régénération optique des signaux comporte trois étapes : la Ré-amplification, la Remise en forme et la Re-synchronisation (Régénérateur 3R).

Dans la première étape (Ré-amplification), on compense les effets d'absorption dans la fibre, mais sans supprimer ni le bruit, ni les fluctuations d'amplitude (ou gigue d'amplitude), ni la gigue temporelle (qui correspond aux petits décalages temporels des impulsions par rapport au pic temporel). Dans la deuxième étape (Remise en forme), on supprime le bruit et la gigue d'amplitude, alors que la troisième étape est consacrée à la suppression de la gigue



temporelle (Re-synchronisation). Cependant, à l'heure actuelle, cette troisième étape est encore mal maîtrisée. De fait, les dispositifs fonctionnant de manière fiable sont les régénérateurs de type 2R (Ré-amplification, Remise en forme).

C'est sur ce type de régénérateurs que nous avons porté notre attention. Pour réaliser toutes ces opérations optiques, différentes méthodes ont été proposées. Celles-ci, différentes fondamentalement par les principes physiques mis en jeu, sont classées en deux grandes catégories, la première étant la méthode à boucle miroir non linéaire (encore appelée NOLM : Nonlinear Optical Loop Mirror) [20,21] et la deuxième la méthode de Mamyshev [22]. Nous avons choisi de mettre en œuvre cette dernière, basée sur l'auto modulation de phase dans le régime normal de dispersion suivie d'un filtrage décalé en longueur d'onde (FPB : Filtre passe bande). Nous avons caractérisé la fonction de transfert de ce système [22].

Grâce à la dépendance entre l'élargissement spectral et la puissance crête initiale de l'impulsion, la position du filtre assure une discrimination entre le niveau des 'zéros' et des 'uns' optiques. Il en résulte que le bruit n'est pas ou peu élargi par SPM et il est éliminé par le filtre passe bande qui est décalé par rapport à la fréquence  $\nu_0$  du signal incident. Par contre les impulsions, autrement dit les '1' par opposition à l'intervalle entre les impulsions (le bruit) qui représente les '0', sont élargies par SPM et sont en partie transmises par le filtre. Cette opération est illustré Figure III.16 :

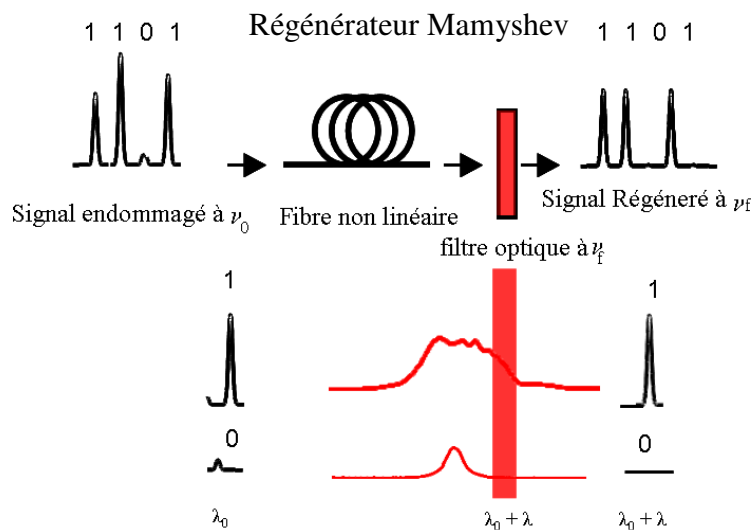


Figure III.16 : Illustration de la régénération du signal par la méthode de Mamyshev [22]

On comprend alors qu'une non linéarité élevée ( $n_2$ ), une faible aire effective et des pertes basses sont des facteurs favorables au bon fonctionnement d'un tel système, notamment vis-à-vis de la compacité du dispositif.

Afin d'obtenir une fonction de transfert de puissance, nous avons combiné 2 mètres de notre FOM à cœur suspendu (3 trous et 2,6  $\mu\text{m}$  de diamètre de cœur) avec une fibre à réseau de Bragg (filtre) [23,24].

La Figure III.17. montre le dispositif expérimental utilisé pour cette étude. Un laser émettant des pulses de 8 ps avec un taux de répétition de 22 MHz à 1545,7 nm est amplifié à la puissance moyenne de 17 dBm par un amplificateur à fibre dopé Erbium (AFDE). Un contrôleur de polarisation (CP) permet de maximiser l'effet d'automodulation de phase dans notre FOM. La puissance du signal est ajustée par le biais de l'atténuateur (Att) et mesurée à l'aide du puissance mètre (PM) avant l'injection dans la FOM. Afin d'optimiser l'injection depuis la fibre silice microlentillée vers la fibre chalcogénure, nous avons utilisé une soudeuse induisant 3 dB de pertes de couplage.

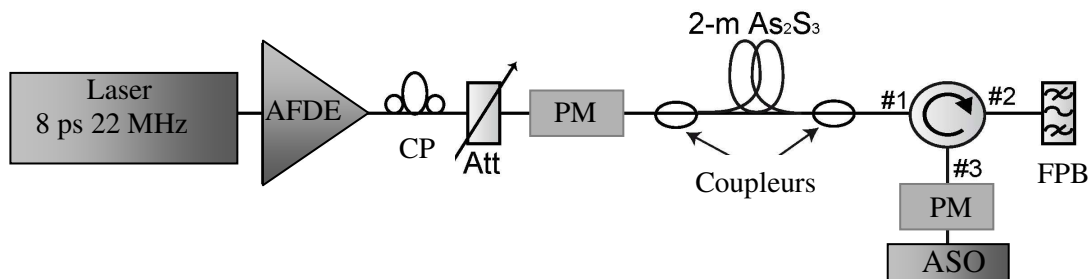


Figure III.17: Les différents éléments constituant un régénérateur type Mamyshev[23]

Le signal de sortie est injecté dans le port # 1 du calculateur. Le filtre passe bande (FPB) constitué par la fibre à réseau de Bragg à une bande passante dont la largeur à mi-hauteur est de 0,64 nm (80 GHz) et est décalée de 3 nm par rapport au centre de la fréquence du signal d'entrée. Le signal de sortie est ensuite collecté dans le port # 3 et analysé par un puissance mètre (PM) et un analyseur de spectre optique (ASO). La Figure III.18. illustre la puissance mesurée en sortie en fonction de la puissance d'entrée, comparée aux résultats de simulation.

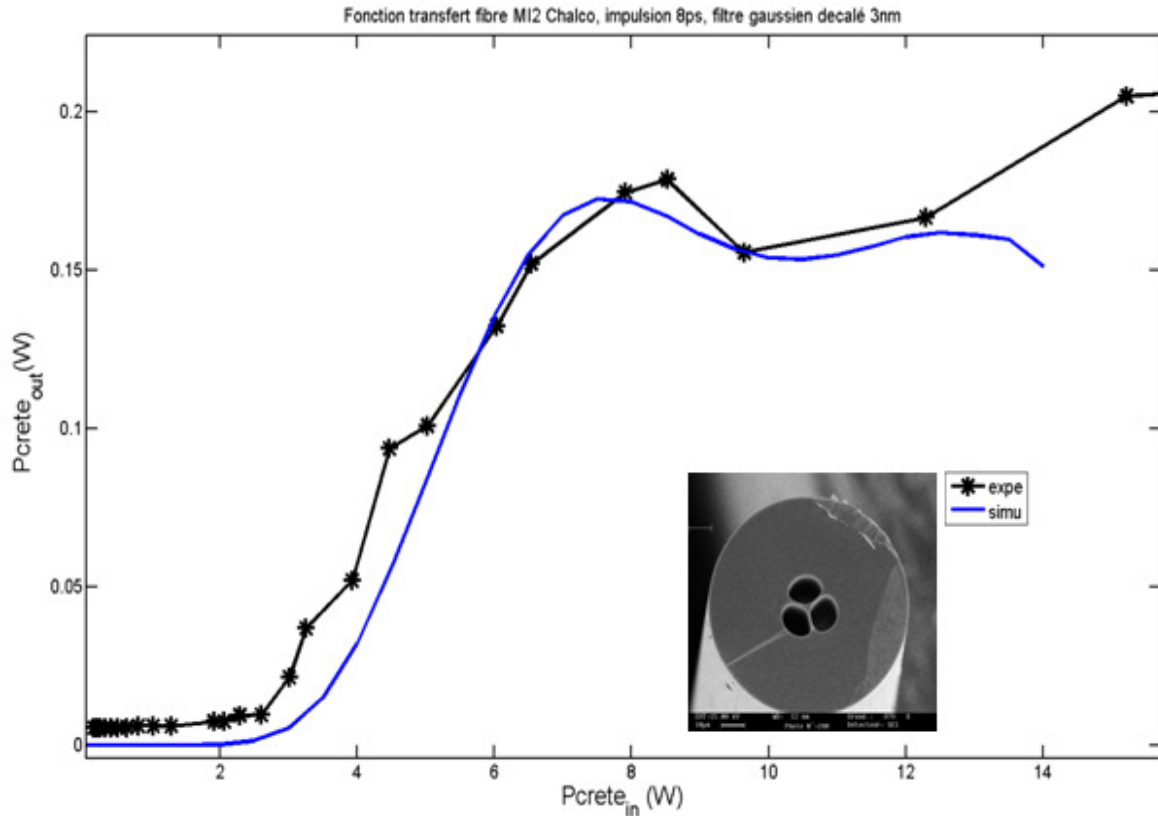


Figure III.18: Fonction de transfert du régénérateur Mamyshev (croix : résultats expérimentaux; ligne bleu : résultats de simulation).

Les calculs numériques sont basés sur la résolution de l'équation de Schrödinger non linéaire généralisée prenant en compte les pertes optiques mesurées et les effets non linéaires comme la diffusion Raman et le troisième ordre de dispersion chromatique [25]. La Figure III.18. montre un bon accord entre les valeurs mesurées et la simulation. Cette fonction de transfert non linéaire est bien de type Mamyshev, avec une zone de plateau adaptée à un processus de régénération efficace (pour une puissance injectée de l'ordre de 10 W) et une capacité d'égaliser impulsion par impulsion les fluctuations de la puissance crête [26]. En effet, la partie basse puissance de cette fonction de transfert contribue à éliminer l'énergie contenue dans les niveaux « zéros » tandis que la partie au-dessus du seuil mène à l'aplanissement des fluctuations de puissance crête localisées sur les niveaux « un ». Pour les applications 40 Gbit/s, la puissance moyenne appropriée est d'environ 1,4 W, et donc au-dessus du seuil d'endommagement de la fibre (environ 50 mW). Ceci montre que ces fibres microstructurées ne sont pas encore prêtes pour les applications de la régénération de signal à très haut débit, à cause de leur seuil de dommage relativement bas.

#### **IV. Conclusion**

Grâce à notre méthode d'usinage mécanique plusieurs fibres optiques microstructurées avec des profils géométriques différents ont été réalisées. Leur qualité optique remarquable (pertes optiques très inférieures à 0,2 dB/m) à deux longueurs d'ondes (à 1,55  $\mu\text{m}$  et 1,06  $\mu\text{m}$ ) ainsi que leur profil modal à 1,55  $\mu\text{m}$  ont été vérifiés dans la première partie de ce chapitre consacrée aux caractérisations linéaires. Ces résultats obtenus ont été encourageants pour les caractérisations non linéaires. En effet, dans la seconde partie du chapitre consacrée aux effets non linéaires dans nos fibres, nous avons obtenu plusieurs effets en étudiant principalement deux FOM As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> à cœurs suspendus de 2,3 et 2,6  $\mu\text{m}$  de diamètre de cœur, en régime de dispersion normale. Le premier effet qui se manifeste en augmentant la puissance injectée dans la fibre est l'automodulation de phase qui traduit l'effet Kerr et après un certain seuil de puissance nous avons pu observer la génération d'une bosse Raman autostimulée décalée vers les basses fréquences (avec un décalage de 10,1 THz). Au final par la modification de la polarisation de l'onde incidente tout en augmentant au maximum la puissance injectée nous avons généré des élargissements spectraux conséquents ce qui a conféré à notre fibre une valeur du coefficient non linéaire Kerr ( $2750 \text{ W}^{-1}\text{km}^{-1}$ ) 2000 fois plus importante que celle de la silice. L'obtention d'un supercontinuum dans la fenêtre de transparence atmosphérique 3-5  $\mu\text{m}$  n'a cependant pas encore été atteint, du fait de la difficulté à pomper nos fibres en régime de dispersion anormale. En effet, des sources laser fibrées femtoseconde fonctionnant à des longueurs d'ondes supérieures aux zéros de dispersion de nos FOM aux alentours de 2,1-2,2  $\mu\text{m}$  n'existent pas encore sur le marché.

Nous avons présenté en fin du chapitre un résultat préliminaire d'une alternative à ce problème. En effet, l'utilisation d'une fibre effilée («taper») pourrait décaler le zéro de dispersion de celle-ci vers la longueur d'onde de travail de notre laser 1,55  $\mu\text{m}$ . Le résultat obtenu bien que préliminaire, est très encourageant pour la poursuite des recherches sur les taper.

#### **V. Références**

- 
- [1] J. Fatome, C. Fortier, T. N. Nguyen, T. Chartier, F. Smektala, K. Messaad, B. Kibler, S. Pitois, G. Gadret, C. Finot, J. Troles, F. Désévéday, P. Houizot, G. Renversez, L. Brilland, N. Traynor, *J. Lightwave Technol.* 27, 1707-1715 (2009).
  - [2] F. Zolla, G. Renversez, A. Nicolet, B. Kuhlmeiy, S. Guenneau, and D. Felbacq, Imperial College Press, London, ISBN: 1-86094-507-4, (2005).
  - [3] M. Szpulak, W. Urbanczyk, E. Serebryannikov, A. Zheltikov, A. Hochman, Y. Leviatan, R. Kotynski, and K. Panajotov, *Optics Express* 14 (12) 5699-5714 (2006).

- [4] Szpulak, S. Février, IEEE Phot. Technol. Lett. 21 (13) 884-6 (2009).
- [5] M. Dudley, G. Genty and S. Coen, Review of Modern Physics 78 1135-1184 (2006)
- [6] Renversez, F. Bordas, and B. T. Kuhlmeier, Optics Letters 30 (11) 1264-1266 (2005).
- [7] M. El-Amraoui, J. Fatome, J. C. Jules, et al. Optics Express, 18(5):4547–4556, MAR 1 (2010)
- [8] K.Y. Song, K. S. Abedin, K. Hotate, M. González Herráez, and M. Thévenaz. Opt. Express, 14(13) :5860–5865, (2006).
- [9] L. Fu, M. Rochette, V. Ta'eed, D. Moss, and B. Eggleton. Opt. Express, 13(19) :7637–7644 (2005)
- [10] M. R. E. Lamont, B. Luther-Davies, D.Y. Choi, S. Madden, B.J. Eggleton, Opt. Express 16 (19), 14938-44 (2008).
- [11] C. Fortier, J. Fatome, S. Pitois, F. Smektala, G. Millot, J. Troles, F. Désévéday, P. Houizot, L. Brilland, and N. Traynor, Opt. Express 16, 9398-9404 (2008).
- [12] W. Li, S. Seal, C. Rivero, C. Lopez, K. Richardson, A. Pope, A. Schulte, S. Myneni, H. Jain, K. Antoine, A. C. Miller, J. Appl. Phys. 98, 053503 (2005).
- [13] R. Stegeman, G. Stegeman, P. Delfyett Jr., L. Petit, N. Carlie, K. Richardson, M. Couzi, Opt. Express 14, 11702-11708 (2006).
- [14] G. Vienne, A. Coillet, P. Grelu, M. El Amraoui, J.C. Jules, F. Smektala, L. Tong, Opt. Express 17 (8), 6224-9 (2009).
- [15] M. Liao, C. Chaudhari, G. Qin, X. Yan, C. Kito, T. Suzuki, Y. Ohishi, M. Matsumoto, and T. Misumi, Opt. Express 17, 21608-21614 (2009).
- [16] H. Ebendorff-Heidepriem, P. Petropoulos, S. Asimakis, V. Finazzi, R. Moore, K. Frampton, F. Koizumi, D. Richardson, and T. Monro, Opt. Express 12, 5082-5087 (2004)..
- [17] C. Finot, B. Kibler, L. Provost, and S. Wabnitz, J. Opt. Soc. Am. B 25, 1938-1948 (2008).
- [18] W. J. Wadsworth, *et al.*, Opt. Exp. 12, p. 299 (2004)
- [19] M. Jiang, and P. Tayebati, Opt. Lett. 32, 1797-1799 (2007)
- [20] N. J. Doran and D. Wood, Opt. Lett. 13, 56-58 (1988)
- [21] M. D. Pelusi, Y. Matsui, and A. Suzuki, IEEE J. Quantum Electron. 35, 867-874 (1999).,
- [22] P. V. Mamyshev, in Proceedings of European Conference on Optical Communications, 475-476 (1998).
- [23] L. Fu, M. Rochette, V. Ta'eed. Moss and B. Eggleton, Opt. Express 13, 7637-44 (2005).
- [24] L. Provost, C. Finot, K. Mukasa, P. Petropoulos, and D. J. Richardson, Opt. Express 15, 5100-13 (2007)
- [25] G.P. Agrawal, Academic Press, Boston 2001]
- [26] C. Finot, T. N. Nguyen, J. Fatome, T. Chartier, L. Bramerie, M. Gay, S. Pitois and J. C. Simon, Opt. Commun. 281, 2252-64 (2008).

## **Annexe :**

# **La fibre monoindice $\text{As}_2\text{S}_3$ : pour une application de thermométrie**

I. Objet de l'étude .....	157
II. Rappels théoriques.....	157
III. Dispositif expérimental .....	160
IV. Mesures .....	161
IV.1. Corps émissif de grande surface .....	161
IV.2. Corps émissif de faible surface .....	164
V. Conclusions .....	167

## **I. Objet de l'étude**

Actuellement, des mesures de diffusivité thermiques sont réalisées au CEA Saclay (Laboratoire du comportement mécanique des matériaux irradiés) sur des échantillons radioactifs thermalisés entre 20°C et 2000°C, à l'intérieur d'une enceinte de confinement. Un flash laser irradiant la face avant de l'échantillon provoque une élévation de température de quelques degrés, mesurée en face arrière de l'échantillon à l'aide d'un détecteur infrarouge (InSb). Dans la configuration actuelle, le détecteur est soumis aux radiations de hautes énergies émises par l'échantillon. L'objet de cette étude consiste à étudier la possibilité de déplacer le détecteur InSb à l'extérieur de l'enceinte. La solution proposée consiste à collecter le rayonnement thermique émis en face arrière de l'échantillon à l'aide d'une fibre optique puis à l'acheminer à l'aide de cette fibre jusqu'au détecteur, placé quelques mètres plus loin.

Dans cette première phase il s'agit donc de valider au laboratoire la faisabilité de la solution proposée par des mesures thermiques réalisées en couplant une fibre infrarouge à un détecteur InSb.

## **II. Rappels théoriques**

Tout corps chauffé émet un rayonnement électromagnétique. Quatre lois décrivent cette émission :

- La loi de Planck décrit l'allure du spectre d'émission (excitance ou émittance spectrale  $M_{B\lambda}$ ) pour un corps idéal (corps noir, B pour black body) à différentes températures (isothermes du corps noir) :

$$M_{B\lambda} = \frac{2\pi hc^2}{\lambda^5} \frac{1}{\exp\left(\frac{hc}{\lambda kT}\right) - 1} \quad (\text{W.m}^{-2}.\mu\text{m}^{-1})$$

- La loi de Stefan-Boltzmann donne l'excitance  $M_B$  d'un corps noir à la température T :

$$M_B = \sigma T^4 \quad (\text{W.m}^{-2})$$

avec  $\sigma$  constante de Stefan-Boltzmann  $\sigma = 5,668 \cdot 10^{-8} \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}$ .

- La loi de Wien donne la longueur d'onde du maximum d'émission ( $\lambda_{\max}$ ) pour un corps noir à la température T :

$$\lambda_{\max} \cdot T = 2898 \cdot 10^{-6} \text{ (m.K).}$$

- La loi de Kirchhoff relie l'émission du corps noir (idéal) à l'émission d'un corps réel : "Pour tous les corps, indépendamment de leur nature, la luminance spectrale (monochromatique) d'émission ( $L_\lambda$ ) est proportionnelle à la luminance spectrale d'émission du corps noir ( $L_{B\lambda}$ ) à la même température et à la même longueur d'onde":

$$L_\lambda = \alpha_\lambda L_{B\lambda}$$

et la relation entre la luminance spectrale ( $L_\lambda$ ) et l'émittance spectrale ( $M_\lambda$ ) du corps réel est la suivante (pour une surface infinie) :

$$M_\lambda = \pi L_\lambda$$

Le coefficient  $\alpha_\lambda$  appelé émissivité est toujours inférieure à 1 pour un corps réel. L'énergie rayonnée par un corps réel est donc toujours inférieur à celle émise par le corps noir à la même température.

On retrouve résumées sur la Figure II.1. les différentes notions précédentes :

- Les isothermes du corps noir pour différentes températures (loi de Planck, émittance spectrale  $M_{B\lambda}$ ).
- L'émittance du corps noir ( $M_B$ ) : surface rouge sous l'isotherme considérée (loi de Stefan-Boltzmann).

C'est une partie de cette grandeur physique qui est collectée par le détecteur InSb et qui permet de remonter à la mesure de la variation de température.

- La longueur d'onde du maximum d'émission (loi de Wien, droite en noir).

La gamme spectrale de sensibilité d'un détecteur InSb est également indiquée.



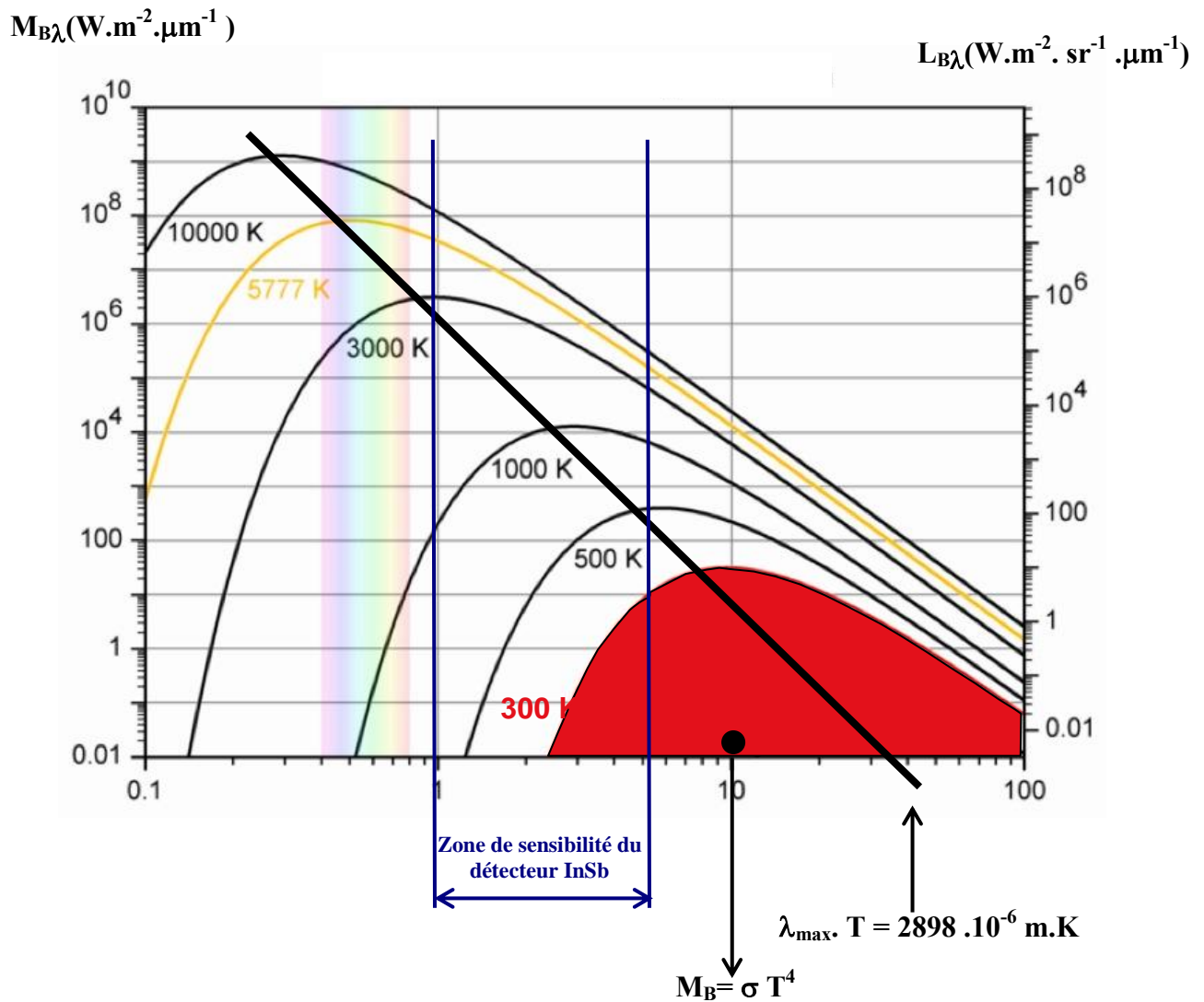


Figure II.1 : Les lois d'émission du corps noir.

Quelques remarques concernant les mesures de températures à partir de l'émission thermique :

- Pour un corps à température ambiante, la puissance émise reste faible et le maximum d'émission est très décalé vers l'infrarouge. En outre, les détecteurs *InSb* classiques coupent au-delà de 5  $\mu\text{m}$ . Pour un corps à 300K, seule la partie du rayonnement située entre la limite d'émission de ce corps à 2,5  $\mu\text{m}$  et la coupure du détecteur à 5  $\mu\text{m}$  peut être collectée. Plus la température augmente, plus une fraction importante de l'énergie émise peut être collectée. La mesure sera donc d'autant plus aisée et précise que la température sera importante.
- Le détecteur déterminant la bande spectrale analysée, la fibre utilisée doit transmettre dans toute cette bande pour s'approcher au maximum de la configuration d'origine

(détecteur non déporté). Notre choix s'est porté sur une fibre chalcogénure en verre  $As_2S_3$ , transmettant dans cet intervalle spectral (Chapitre 3 : Figure II .1).

- Le signal détecté résultera au final de l'émission thermique du corps (dépendant de sa température et de son émissivité), de la transmission de la fibre et de la réponse du détecteur.
- La température mesurée est la température de la surface émissive.
- La mesure d'une température absolue nécessitera une recalibration du dispositif.

### III. Dispositif expérimental

La fibre utilisée pour les mesures est une fibre chalcogénure en verre  $As_2S_3$  monoindice de diamètre 400  $\mu m$  et de deux mètres de longueur . Les pertes spectrales, inférieures au dB/m sont données sur la Figure III.1. et superposées à l'excitance spectrale du corps noir à 300K et 2273 K ainsi qu'à la gamme de sensibilité du détecteur  $InSb$ .

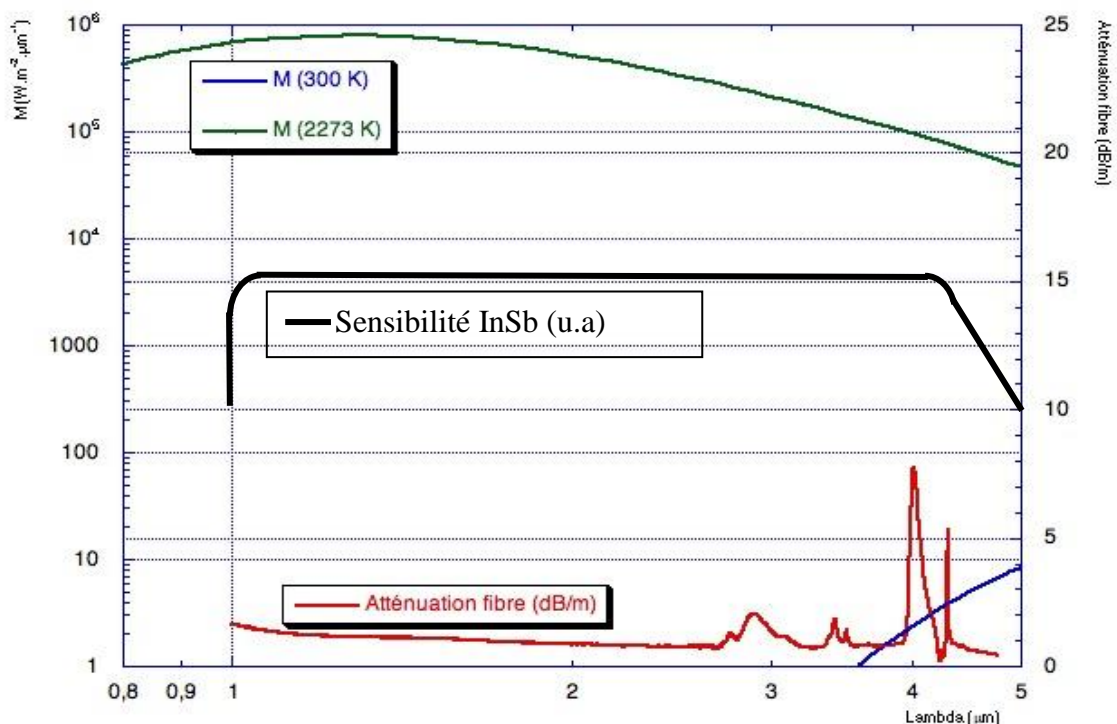


Figure III.1 : Excitance du corps noir et atténuation de la fibre chalcogénure dans la gamme spectrale de réponse du détecteur  $InSb$ .

Une lentille convergente en  $BaF_2$  ( focale +25 mm, diamètre 12 mm, transmission 0,2-10  $\mu m$ ) collecte le rayonnement émis pour injection dans la fibre. Une lentille en verre de

chalcogénure (AMTIR-1, focale +26 mm, diamètre 25,4 mm, transmission 0,8-16  $\mu\text{m}$ ) placée en sortie de fibre focalise le rayonnement sur le capteur InSb (surface  $0.2 \times 0.2 \text{ mm}^2$ ). Les tensions de sortie du préampli courant/tension associé au détecteur InSb, mesurée par un multimètre Keithley 2000, et du thermocouple de contrôle de la température du four, mesurée par un Keithley 197, sont acquises via un programme Labview.

#### IV. Mesures

##### IV.1. Corps émissif de grande surface

Un premier essai a consisté à vérifier qu'il était possible de collecter le rayonnement thermique d'un four (four tubulaire Pekly  $1000^\circ\text{C}$ ), de l'injecter dans la fibre et de découpler le signal en le focalisant sur le détecteur InSb. Un thermocouple type K a été introduit dans une masse de graphite disposée au centre du four afin de suivre sa température interne. L'essentiel du rayonnement collecté provient ici du tube d'alumine du four (Figures IV.1-IV.3).

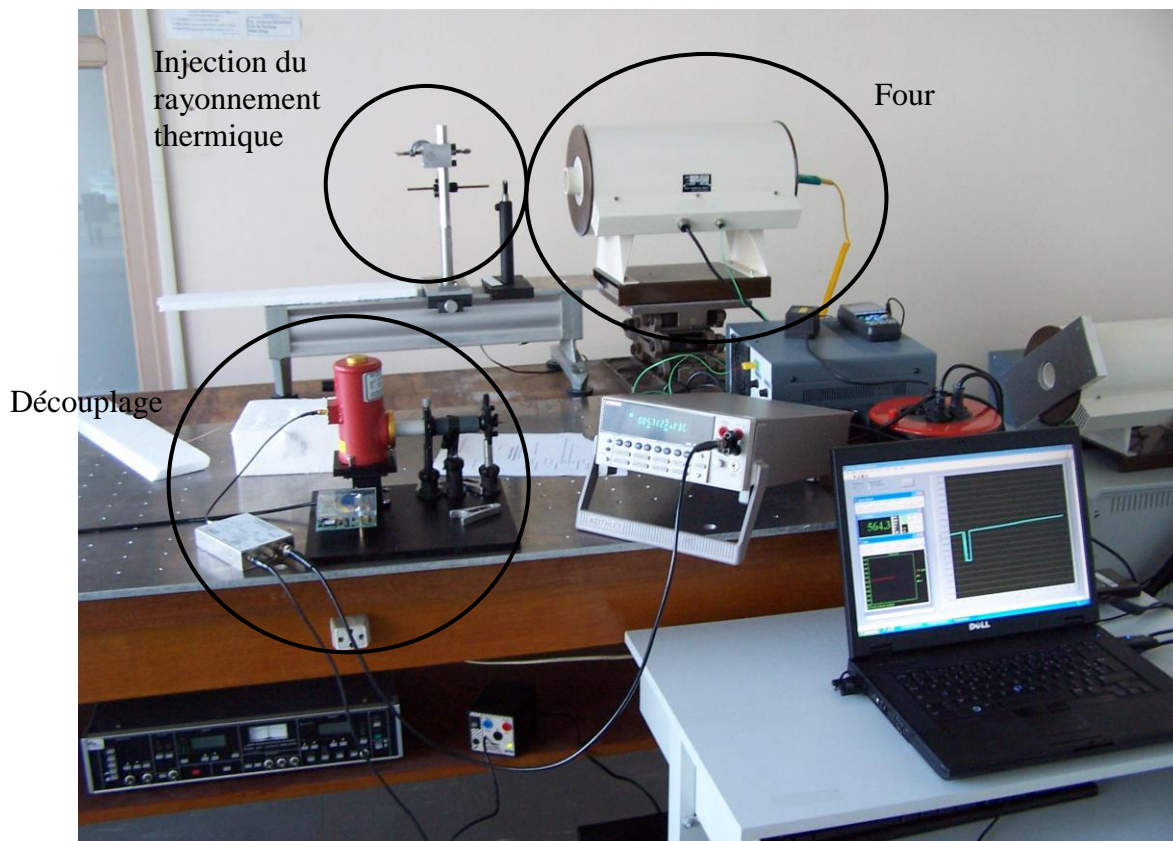


Figure IV.1 : Dispositif expérimental, source étendue.

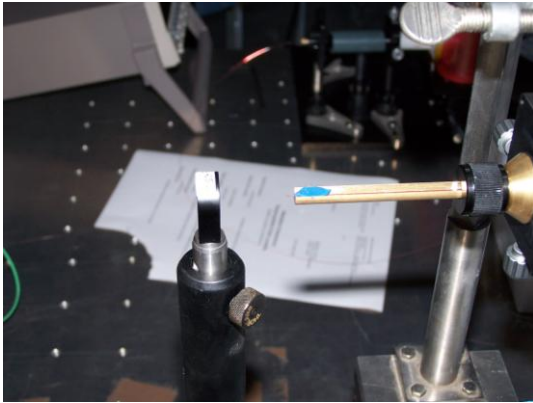


Figure IV.2 : Injection dans la fibre

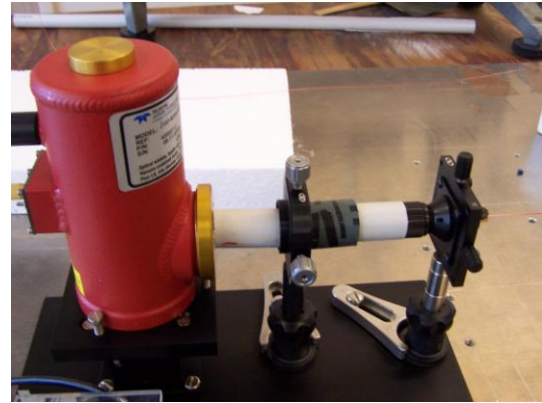
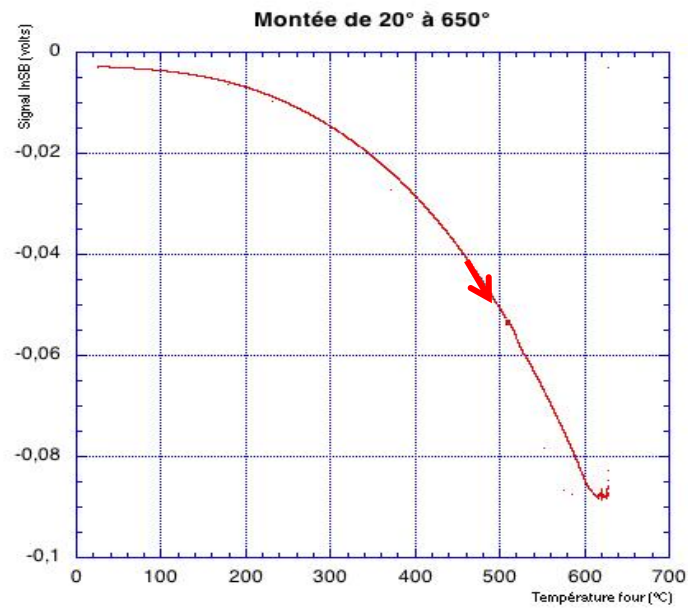


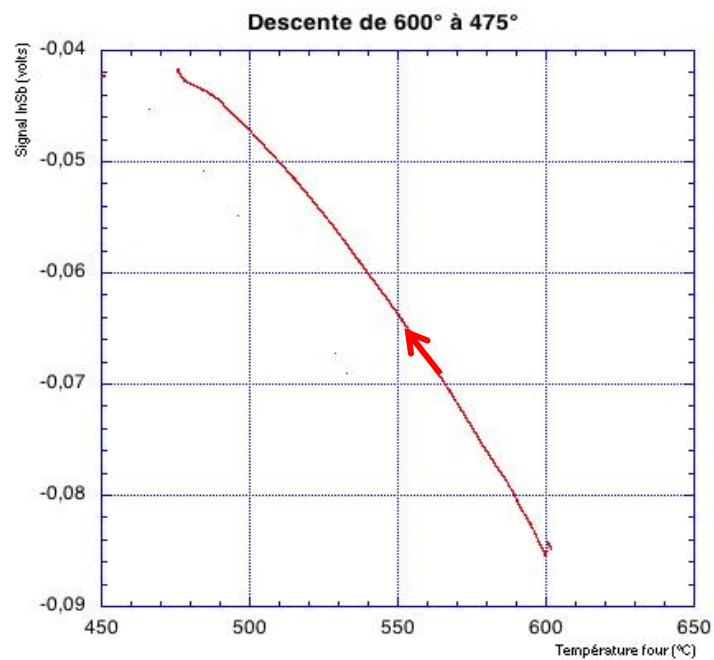
Figure IV.3 : Découplage vers le détecteur InSb

L'expérience valide le montage, dans la mesure où il apparaît possible de détecter les variations de rayonnement thermique du four lors d'une augmentation et d'une diminution de température (Figures IV.4, IV.5). Cependant, dans cette configuration, le signal associé au rayonnement thermique traduit la température de surface de l'élément émissif, qui est de grande dimension. Il est donc difficile d'établir une corrélation directe entre rayonnement et température mesurée par le thermocouple au centre du four. En effet, la réponse à une variation de consigne sur la régulation du four se traduit par une réponse immédiate de l'émission thermique détectée par le système optique, alors que la variation de la température mesurée par le thermocouple n'est détectée qu'avec retard (Figure IV.6), à cause de la forte inertie thermique de l'ensemble.

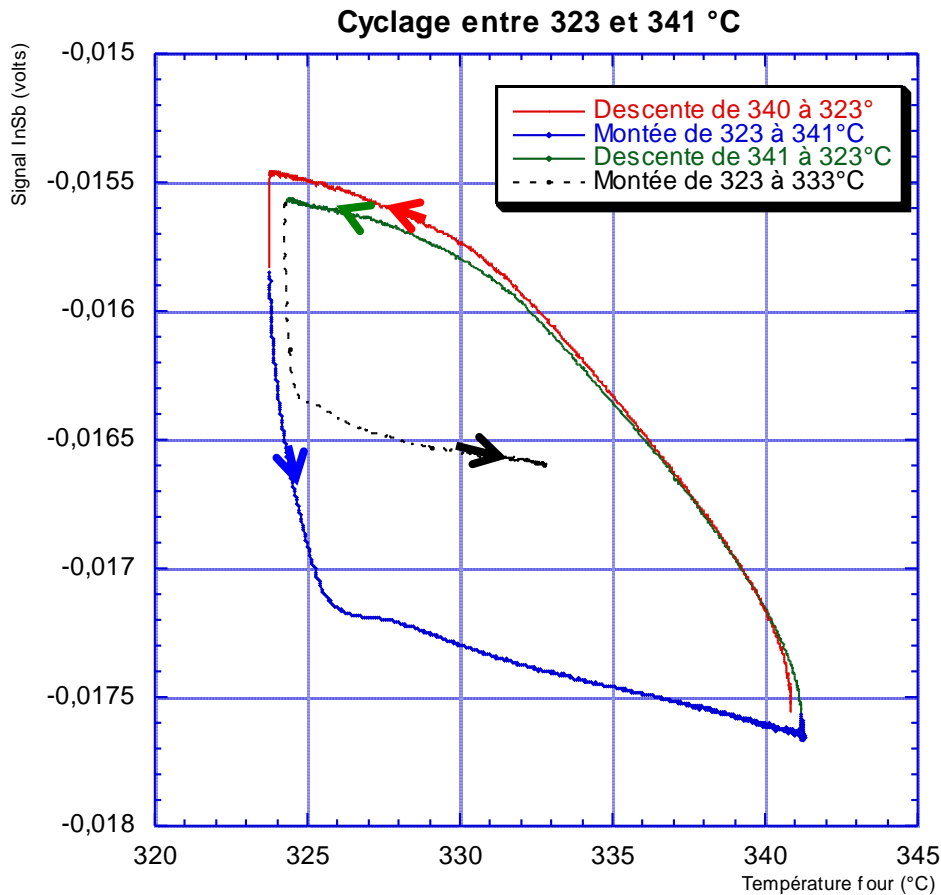
Par ailleurs, comme prévu, la sensibilité est d'autant plus grande que la température est importante. En effet, la pente de la courbe **rayonnement(V) = f(température thermocouple)** augmente rapidement avec la température. Pour autant, il est très difficile de donner une sensibilité en V/K compte tenu de la remarque précédente sur la différence d'inertie des deux mesures.



*Figure IV.4 : Signal mesuré par le détecteur InSb lors de la montée en température du four de 20°C à 630°C*



*Figure IV.5 : Signal mesuré par le détecteur InSb lors de la descente en température du four de 600°C à 475°C.*



*Figure IV.6 : Signal mesuré par le détecteur InSb lors d'un cycle en température entre 320°C et 340°C avec un four tubulaire*

En conclusion, pour une surface émissive étendue, les mesures de variation de températures par analyse du rayonnement thermique propagé par la fibre sont tout à fait possibles. Sans chiffrer précisément la sensibilité (fonctions de la gamme de température, de l'inertie du thermocouple, de la détectivité du système d'acquisition), des variations de l'ordre du degré sont clairement accessibles.

#### IV.2. Corps émissif de faible surface

Dans une deuxième série de mesures, nous avons remplacé le four par un fer à souder d'électronicien afin de diminuer la surface de l'élément émissif et de nous rapprocher des conditions réelles de mesures dans le diffusimètre. Un petit thermocouple K a été collé en bout de pane du fer à souder afin de réduire l'inertie de la mesure de température par le thermocouple. La partie optique n'a pas été modifiée (Figure IV.7). Compte tenu du

dispositif, nous n'avons pas pu travailler au-delà de  $280^{\circ}C$ , donc dans des conditions a priori peu favorables.

A nouveau, il est possible de détecter le rayonnement thermique émis par le fer à souder lors d'une augmentation et d'une diminution de température (Figures IV.8, IV.9). De faibles variations de température autour de l'ambiante sont détectables. Les courbes ne sont pas bruitées et les mesures sont reproductibles. L'inertie dans la mesure de température par le thermocouple est ici réduite (Figure IV.8).

On peut estimer la sensibilité du dispositif. Le calcul entre  $250^{\circ}C$  et  $279^{\circ}C$  donne  $52 \mu v/^{\circ}C$  (Figure IV.8), sensibilité supérieure à celle d'un thermocouple de type K. On peut remarquer également qu'à basse température (en-dessous de  $150^{\circ}C$ ) cette sensibilité diminue nettement.

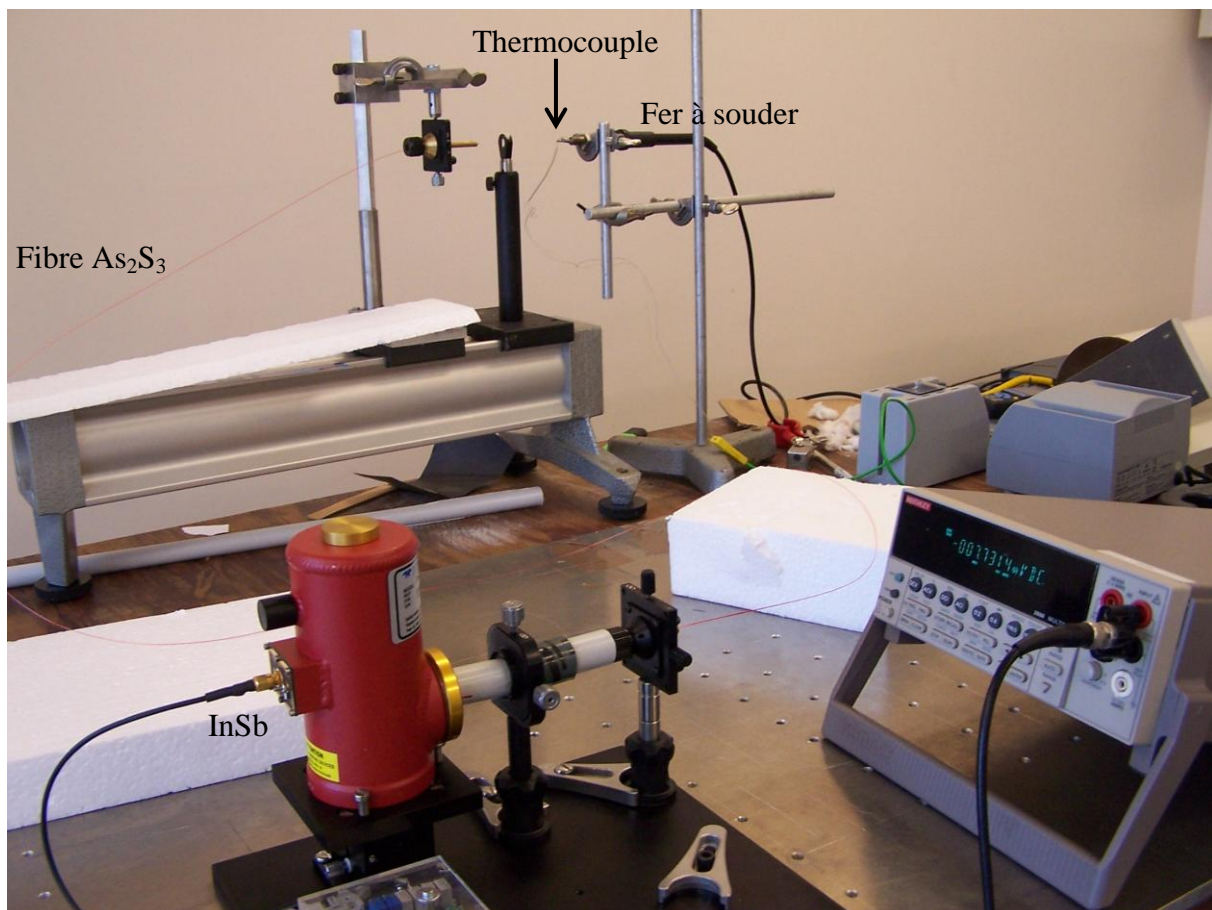
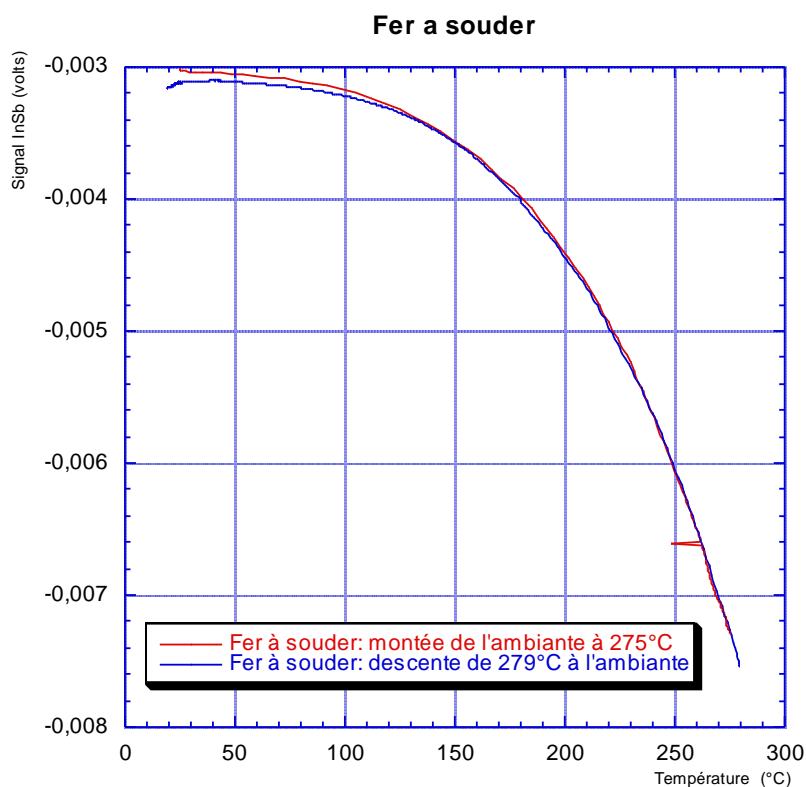
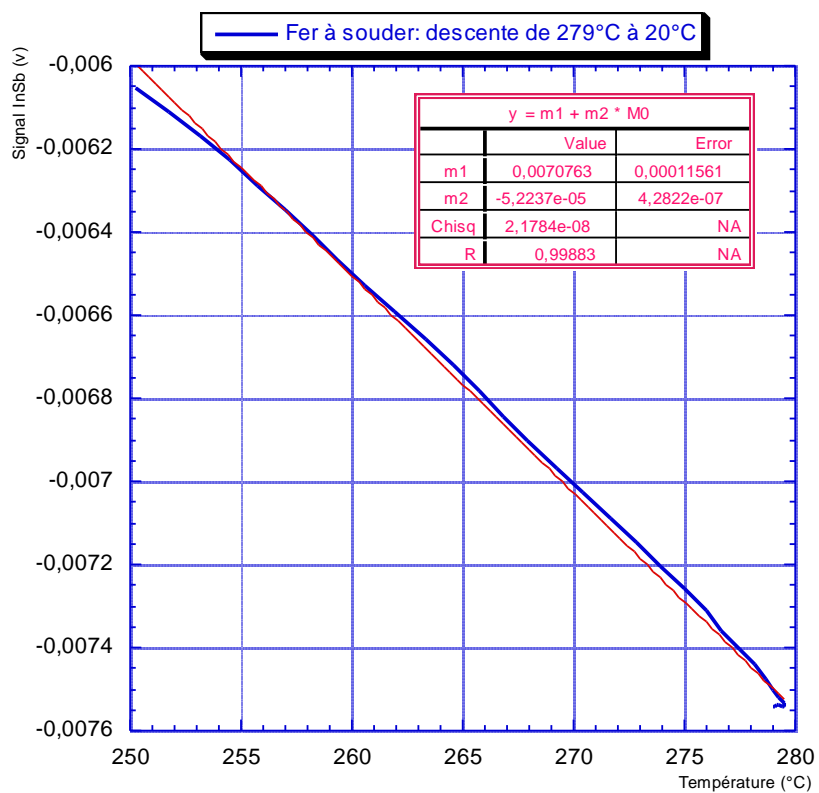


Figure IV.7 : Dispositif expérimental, source de faible surface.



*Figure IV.8 : Signal mesuré par le détecteur InSb lors d'un cycle en température entre la température ambiante et 280 °C avec un fer à souder.*



*Figure IV.9 : Calcul de la sensibilité entre 250°C et 279°C.*



En conclusion de cette deuxième série de mesures, même avec une faible surface émissive et à température peu élevée, des variations de température de l'ordre du dixième de degré sont mesurables à distance.

## **V. Conclusions**

Cette étude démontre qu'il est possible d'utiliser des fibres chalcogénures en verre  $As_2S_3$  pour déporter sur plusieurs mètres le rayonnement thermique issu d'un objet chauffé, même faiblement (autour de l'ambiante). La puissance émise par la source augmentant en  $T^4$ , la sensibilité sera d'autant plus élevée qu'on travaillera à haute température.

Même avec un émetteur thermique de faible surface, la mesure de variations de température de faibles amplitudes est accessible.

Le déport du détecteur infrarouge (*InSb*) du diffusivimètre apparaît donc tout à fait réaliste compte tenu des résultats obtenus lors de cette étude.

Cette étude se poursuit, des tests in situ étant actuellement réalisés au CEA.

## Conclusion générale

Nous avons dans ce travail étudié tout particulièrement les propriétés de fibres optiques microstructurées (FOM) à cœur suspendus en verre de chalcogénure  $As_2S_3$ . Nous avons fait ce choix au vu de leur non linéarité élevée, de leur bonne transparence dans l'infrarouge, en particulier dans la fenêtre atmosphérique 3-5  $\mu m$ , et de leur dispersion chromatique.

Pour cela, nous avons tout d'abord rappelé les principes généraux relatifs aux propriétés optiques linéaires et non linéaires des matériaux.

Puis, après avoir présenté les principes de la propagation guidée dans une fibre conventionnelle et avoir fait le point sur les FOM et leur classification en termes de géométrie et de propriétés de guidage de la lumière, nous avons décrits les effets non linéaires susceptibles d'y être générés. Nous avons montré que les propriétés optiques des verres de chalcogénure associées à celles des FOM permettent d'envisager de nombreuses applications.

Nous avons alors synthétisé le verre  $As_2S_3$  suivant deux approches différentes afin d'obtenir un matériau de haute pureté. En effet, les gammes de longueurs d'ondes mises en jeu pour les applications potentielles sont inaccessibles sans purification des précurseurs chimiques. La méthode IAS faisant intervenir le monosulfure d'arsenic comme précurseur s'est avérée la plus efficace. Elle nous a en effet permis d'obtenir des pertes par propagation d'environ 0,2 dB/m à 1,06  $\mu m$  et très inférieures à 0,1 dB/m entre 1 à 5  $\mu m$ , excepté au passage de quelques bandes d'absorption extrinsèques. Ce niveau de qualité au meilleur niveau international, permet dorénavant de mettre en œuvre ces fibres dans des applications optiques. Une fois acquise la maîtrise de la purification du verre  $As_2S_3$ , des modélisations préliminaires ont été réalisées dans le cadre d'une collaboration avec d'autres groupes de recherche. Elles ont permis de fixer certains paramètres géométriques avant la fabrication des FOM, tels que la nécessité d'un minimum de trois couronnes de trous pour garantir des pertes de guidage inférieures aux pertes matériaux dans les FOM traditionnelles, et d'un diamètre de cœur d'environ 2  $\mu m$  pour les FOM à cœur suspendu. La littérature montre que toutes les FOM en verres de chalcogénures étudiées avant le début de nos travaux ont été fabriquées par la technique d'empilement de capillaires inspirée de la technologie silice. Cependant, cette technique demeure clairement inadaptée à ce type de verres, la qualité optique des fibres obtenues restant très moyenne à cause des différents traitements thermiques nécessaires et de la présence d'interstices entre les capillaires. Nous avons donc développé une nouvelle technique d'usinage mécanique des préformes, qui nous a permis une bonne maîtrise de la géométrie des structures.

## Conclusion générale

Finalement, nous avons présenté les caractérisations linéaires et non linéaires des fibres microstructurées en verre  $\text{As}_2\text{S}_3$  que nous avons fabriquées. Les résultats des caractérisations linéaires nous ont fourni une information essentielle sur la qualité optique de nos fibres. Nous avons en particulier mesuré des valeurs de pertes avec des fonds continus très inférieurs à 0,1 dB/m entre 1 et 5  $\mu\text{m}$ , ce qui correspond au meilleur niveau international à l'heure actuelle pour ce type de fibres. Ces mesures ont validé notre procédé de fabrication de préformes et de fibres optiques, n'induisant pas d'excès de pertes décelables par rapport au verre de base. Nous avons donc pu fabriquer des fibres optiques microstructurées  $\text{As}_2\text{S}_3$  à cœur suspendu, présentant de petits diamètres de cœur de l'ordre de 2  $\mu\text{m}$  associés à de très faibles pertes très inférieures à 0,1 dB/m.

La qualité des fibres obtenues nous a alors permis de mettre en œuvre et d'étudier leurs propriétés optiques non linéaires par pompage dans différents régimes temporels, nanoseconde, picoseconde et femtoseconde. Nous avons obtenu des effets d'auto-modulation de phase, d'émission Raman, et de génération de supercontinuum. Nous pouvons à ce propos préciser que c'est la première fois qu'un supercontinuum est obtenu dans une fibre  $\text{As}_2\text{S}_3$  à cœur suspendu. En particulier, le pompage femtoseconde vers 1.5  $\mu\text{m}$  a permis d'obtenir un élargissement spectral s'étendant entre 1 et 2,6  $\mu\text{m}$ . Notre objectif n'est ici cependant pas totalement atteint. En effet, toutes les caractérisations non linéaires présentées ont été réalisées par pompage entre 1,4 et 2  $\mu\text{m}$ , c'est-à-dire en régime de dispersion normale. Le pompage en régime de dispersion anormale permettrait, comme le montre les simulations, d'atteindre vraiment la fenêtre de transparence atmosphérique 3-5  $\mu\text{m}$ . Pourtant, à la fin de cette thèse, les premiers pompages vers 2  $\mu\text{m}$  montrent que cet objectif semble réellement à portée de main. Des pistes sont également dégagées en particulier par la fabrication de fibres optiques étirées, qui permettraient d'abaisser la valeur de la longueur d'onde du zéro de dispersion.

En conclusion, nous pouvons dire que par rapport à l'état de l'art dans le domaine au début de cette thèse, des progrès considérables ont été réalisés. Un verrou technologique a clairement été levé en terme de qualité optiques des FOM  $\text{As}_2\text{S}_3$ , et les nombreuses caractérisations non linéaires que nous avons réalisées montrent que, même si du travail reste à faire, la génération de supercontinuum dans l'infrarouge moyen à l'aide de ces fibres est devenu un objectif très réaliste.