

# Les fibres optiques dopées erbium en environnement ionisant et les principaux défauts de la silice

I.1. INTRODUCTION .....	21
I.2. PROPRIÉTÉS DES FIBRES OPTIQUES DOPÉES ERBIUM ET APPLICATIONS .....	22
I.2.1. Spectroscopie de l'ion : transitions et durée de vie .....	23
I.2.2. Principe de l'amplificateur optique .....	25
I.3. LES FIBRES OPTIQUES DOPÉES ERBIUM SOUS ENVIRONNEMENTS IONISANTS : ÉTAT DE L'ART ET OBJECTIFS DE LA THÈSE.....	27
I.3.1. Les fibres dopées erbium soumises à des radiations gamma .....	27
I.3.2. Les EDFAs soumis à des radiations gamma .....	30
I.3.3. Les EDFLs soumis à des radiations gamma.....	33
I.3.4. Objectifs de la thèse.....	33
I.4. LES PRINCIPAUX DÉFAUTS DE LA SILICE PURE OU DOPÉE .....	34
I.4.1. Défauts présents dans la silice pure.....	34
I.4.1.A. Les centres $SiE'$ .....	35
I.4.1.B. Les centres NBOHC (Non-Bridging Oxygen Hole Center).....	36
I.4.1.C. Les radicaux peroxy (POR).....	38
I.4.1.D. Les centres STH (Self Trapped Holes).....	39
I.4.1.E. Les centres $Si-ODC$ .....	39
I.4.2. Les défauts liés à la présence de germanium.....	40
I.4.2.A. Les défauts $Ge(1)$ et $Ge(2)$ .....	40
I.4.2.B. Le défaut $GeE'$ .....	41
I.4.2.C. Le centre $Ge-NBOHC$ .....	41
I.4.2.D. Le centre $GeNOV$ .....	41
I.4.2.E. Le centre $GLPC$ ou $Ge-ODC$ .....	42
I.4.3. Les défauts liés à la présence de phosphore.....	42
I.4.4. Les défauts liés à la présence d'aluminium .....	43
I.5. RÉSUMÉ.....	44



## I.1. Introduction

C'est dans les années 70 que les fibres optiques ont fait leur apparition dans le domaine des télécommunications en tant que support de transmission d'information. La technologie des fibres optiques, ainsi que celle des émetteurs et récepteurs, a permis de réaliser des liaisons optiques fiables et performantes [Desurvire 2004]. Même si au début des années 60, des solides dopés aux Terres-Rares ont permis de réaliser les premiers lasers optiquement excités dans le visible, c'est seulement dans les années 85-90 que les premières fibres optiques dopées Terres-Rares ont pu être fabriquées de façon fiable [Poole 1985]. L'intérêt évident que constituent ces nouvelles fibres actives pour les télécommunications optiques a provoqué un très fort engouement de la part des industriels et des équipes de chercheurs. En particulier, l'amplificateur à fibre optique dopée erbium (EDFA, Erbium Doped Fiber Amplifier), fonctionnant dans la fenêtre des transmissions vers 1550 nm a révolutionné le domaine des télécommunications (cette fenêtre spectrale correspond au minimum d'atténuation de la silice qui est d'environ  $0.15 \text{ dB}\cdot\text{km}^{-1}$  à 1550 nm). Les fibres optiques dopées erbium sont également utilisées pour fabriquer des lasers à fibre émettant autour de 1550 nm [Mears 1986]. Des liaisons tout optique (émission des signaux porteurs d'information par une diode laser, transport des signaux par fibres optiques et amplification en ligne des signaux par des EDFAs) sont aujourd'hui possibles sur de très grandes distances (liaisons transocéaniques par exemple) et avec de hauts débits. Le débit véhiculé par une fibre optique ne cesse d'augmenter grâce aux multiplexage optique et aux progrès de l'électronique, des sources, des amplificateurs... En 1995, les premiers systèmes de multiplexage en longueur d'onde (W.D.M., Wavelength Division Multiplexing), ont permis de transporter  $10 \text{ Gbit}\cdot\text{s}^{-1}$  ( $4 \times 2,5 \text{ Gbit}\cdot\text{s}^{-1}$ ) sur une seule fibre optique. En 2001, la capacité totale était de  $400 \text{ Gbit}\cdot\text{s}^{-1}$  ( $40 \times 10 \text{ Gbit}\cdot\text{s}^{-1}$ ) sur une fibre et actuellement elle dépasse les  $10 \text{ Tbits}\cdot\text{s}^{-1}$  [Abas 2007].

Les systèmes de transmission optique possèdent des avantages indéniables qui les rendent attractifs dans d'autres domaines que les télécommunications. Les EDFAs sont largement employés dans des applications terrestres et sous-marines en tant que répéteurs pour les transmissions longues distances et dans les réseaux de télécommunications fortement distribués [Desurvire 1994]. On les trouve ainsi utilisés dans des centrales nucléaires, des installations de production et de retraitement du combustible nucléaire, des sites de stockage de déchets radiatifs. L'ensemble de la chaîne du nucléaire civil se trouve impliqué. Dans ce domaine les fibres optiques sont rendues attractives par leur faible poids, leur taille réduite ainsi que leur grande capacité de transmission qui permettent une réduction considérable du câblage et donc une réduction du volume potentiel de déchets radioactifs. Leur immunité aux interférences électromagnétiques les rend aptes à véhiculer de l'information dans des environnements très perturbés comme le voisinage des réacteurs à fusion ou celui d'accélérateur de particules.

Par ailleurs, tout objet envoyé dans l'espace est soumis à des contraintes et plus particulièrement à la contrainte radiative due au rayonnement ionisant. En effet, un grand nombre de particules, de types et d'énergie divers, se trouvent dans l'espace et sont à l'origine de dégradations des

composants et de l'instrumentation au bord des véhicules spatiaux pour les raisons similaires à celles citées pour l'environnement nucléaire civil. Avec l'accroissement de l'utilisation d'Internet et de la télévision par satellite il est nécessaire que les équipements des nouveaux satellites soient de taille réduite, qu'ils consomment un minimum d'énergie et possèdent une grande bande passante [Taylor 1998]. De plus, les systèmes photoniques ont émergé comme une technologie clé pour les futurs satellites et véhicule spatiaux [Caussanel 2005]. Par ailleurs, les gyroscopes à fibres optiques ont montré leur très bonne compétitivité par rapport à des gyroscopes mécaniques de part leur légèreté, leur faible volume et leur grande précision. La source superluminescente employée dans les gyroscopes à fibre optique utilise les fibres dopées erbium [Boucher 1996, Guillaumond 2000]. Les dispositifs optiques à fibre, amplificateur optique et laser à fibre, sont alors de bons candidats pour les missions spatiales. Il s'avère ainsi nécessaire d'étudier les comportements et l'origine des dégradations subies par de tels dispositifs optiques avant de les utiliser dans un environnement ionisant.

## I.2. Propriétés des fibres optiques dopées erbium et applications

Les fibres optiques dopées erbium sont utilisées dans les amplificateurs optiques ou des sources super-luminescentes. Du point de vue de la fabrication et des caractéristiques opto-géométriques, ces fibres ressemblent aux fibres optiques classiques utilisées dans le domaine des télécommunications. La principale différence réside dans l'ajout de co-dopants dans le cœur des fibres optiques. La matrice hôte des fibres optiques dopées Terres-Rares est fabriquée à partir des mêmes verres que ceux utilisés pour la fabrication des fibres optiques. La préforme est en général fabriquée par la méthode MCVD (Modified Chemical Vapor Deposition).

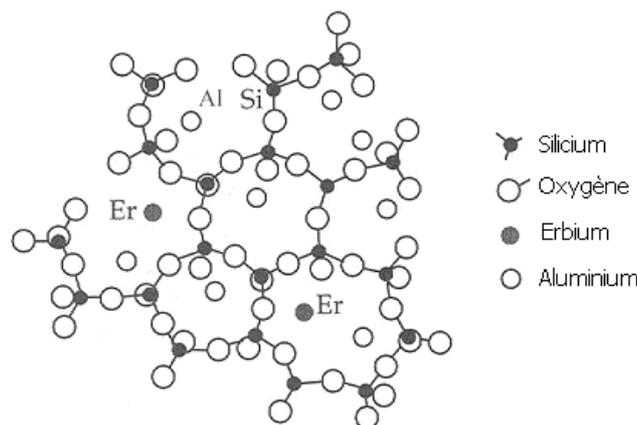


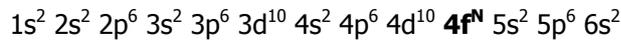
Figure I-1 : Répartition des ions  $Al^{3+}$  et  $Er^{3+}$  dans une matrice silice [Becker 1999]

En plus des dopants classiques, comme le germanium, le phosphore, on ajoute de l'aluminium pour la réalisation de la préforme de la fibre destinée à contenir des Terres-Rares. L'ajout de cet élément permet de modifier le réseau de la matrice hôte, et créer ainsi des sites pour accueillir les ions erbium (Figure I-1). Ces derniers sont incorporés à la fin du dépôt permettant la réalisation du cœur de la préforme. L'absence d'aluminium dans la composition du cœur entraîne une précipitation

de la Terre-Rare sous forme d'agrégats, entraînant une extinction de la luminescence (quenching) préjudiciable au bon fonctionnement de la source fibrée [Digonnet 1994, Davis 1995]. L'augmentation de la concentration de l'aluminium entraîne également l'élargissement de la bande de luminescence autour de 1550 nm de l'erbium utilisée pour l'amplification dans le domaine des télécommunications [Berneschi 2005].

### I.2.1. Spectroscopie de l'ion : transitions et durée de vie

L'élément erbium fait partie de la famille des Terres-Rares, appelée également les Lanthanides. Dans le tableau de Mendeleïev (Figure I-2), les Lanthanides portent les numéros atomiques allant du 58 au 71, l'erbium a le numéro 68. La configuration électronique des Terres-Rares est de la forme suivante :



où N est le nombre d'électrons de la couche 4f et varie entre 1 et 14 selon la Terre Rare. Seuls trois Terres-Rares (le cérium, le gadolinium et le lutécium) ont en plus un électron dans la sous-couche 5d. La particularité de cette famille réside dans le fait que les sous-couches 5s<sup>2</sup> et 5p<sup>6</sup> sont complètes et c'est la couche électronique profonde 4f qui est incomplète. Cette répartition électronique écarte les électrons de la sous-couche 4f optiquement actifs et les transitions électroniques entre les sous-niveaux de cette couche ne sont ainsi que modérément affectées par l'introduction de l'atome dans une matrice hôte. Autrement dit, les spectres d'émission et d'absorption d'une Terre-Rare incorporée dans une matrice hôte gardent les principales caractéristiques de la Terre-Rare libre et ne sont que peu affectés par l'environnement.

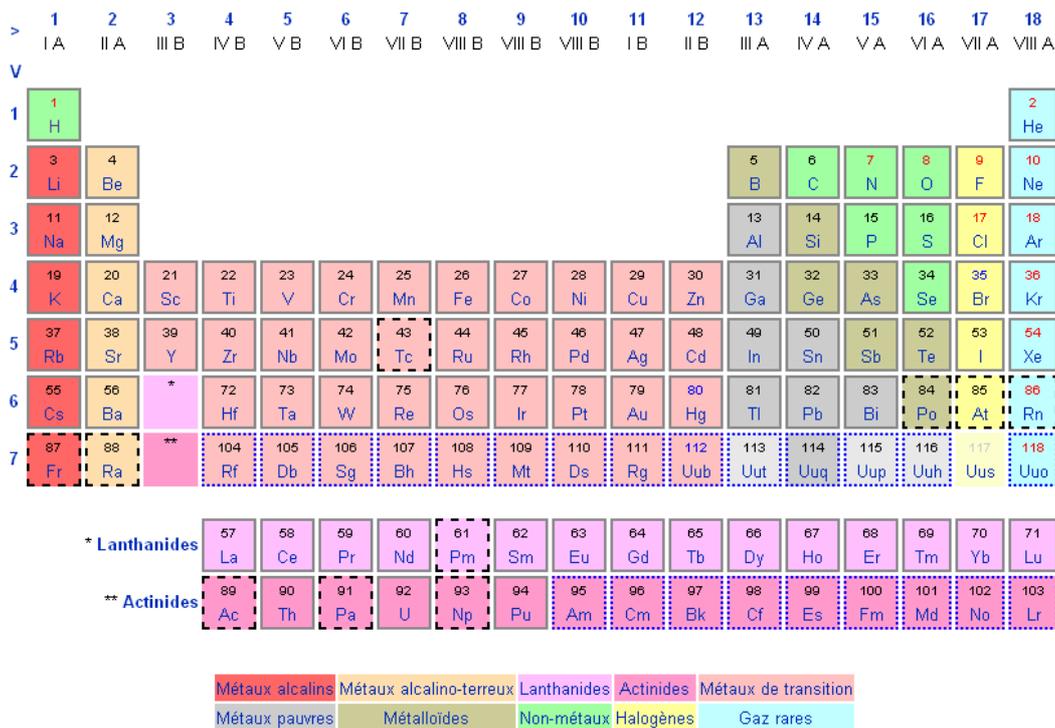


Figure I-2 : Tableau périodique des éléments.

Sous sa forme trivalente, l'ion erbium perd les deux électrons de la couche 6s et un de la couche 4f [Becker 1999, Digonnet 2001]. Par contre, les électrons des couches 5s<sup>2</sup> et 5p<sup>6</sup> demeurent et servent d'écran à ceux de la couche 4f siège des transitions intraconfigurationnelles. Dans cette configuration électronique, l'état fondamental est caractérisé par un moment cinétique de spin  $S = 3/2$  et le moment cinétique orbital  $L = 6$  correspondant au niveau d'énergie le plus bas  $^4I_{15/2}$ . Lorsqu'un ion Terre-Rare est placé dans une matrice hôte, il subit différents champs électriques dus à la présence des atomes voisins. La résultante de ces champs électriques est le champ cristallin subi par l'ion Terre-Rare. Le champ cristallin provoque la levée partielle de la dégénérescence des niveaux énergétiques  $^{2S+1}L_J$  en sous-niveaux Stark. Les niveaux énergétiques se décomposent en  $J+1/2$  sous-niveaux Stark ( $J$  est un  $1/2$  entier). La matrice hôte, via le champ cristallin, conditionne l'écart énergétique des sous-niveaux. La Figure I-3 représente schématiquement des levées de dégénérescence successives pour un niveau énergétique donné.

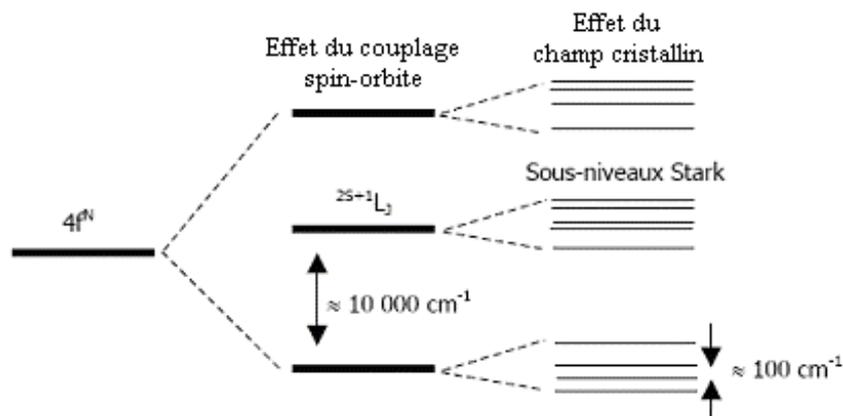


Figure I-3 : Représentation schématique des levées de dégénérescence successives du niveau énergétique  $4f^n$ .

La Figure I-4 présente les premiers niveaux énergétiques de l'ion erbium [Desurvire 1994]. Sur cette figure sont également reportées les longueurs d'onde d'absorption entre certains niveaux énergétiques de l'erbium.

Chaque niveau énergétique de l'erbium peut être excité et possède une durée de vie qui lui est propre. La durée de vie d'un même niveau peut varier en fonction de la matrice hôte de l'ion. Le niveau de l'erbium présentant la plus grande durée de vie est le niveau métastable  $^4I_{13/2}$  ; sa durée de vie est de l'ordre de quelques ms. Dans la Table I-1 sont reportées différentes valeurs de durées de vie de ce niveau pour différentes matrices vitreuses [Berker 1999, et références incluses] et on constate que selon le type de matrice hôte, les durées de vie peuvent avoir de grandes différences. Le passage d'une matrice tellurite à une matrice silicate peut passer la durée de vie respectivement de 4 ms à plus de 14 ms.

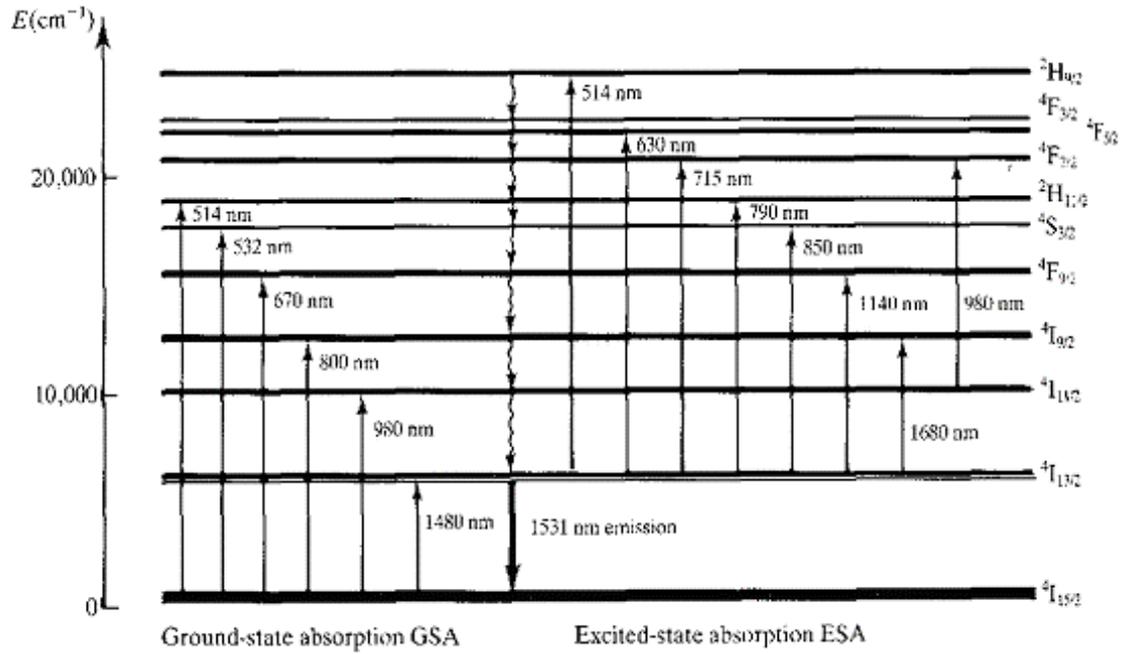


Figure I-4 : Diagramme d'énergie de l'ion  $Er^{3+}$ , avec les longueurs d'ondes d'absorption depuis l'état fondamental (GSA, ground state absorption) et depuis l'état excité ou métastable  $^4I_{13/2}$  (ESA, excited state absorption) [Desurvire 1994]

Matrice hôte	Durée de vie (ms)
Na-K-Ba-silicate	14
ED-2 (silicate)	12
Silicate	14.7
Silicate L-22	14.5
Al-P silica	10.8
Al-Ge silica	9.5 - 10
Na-MG-phosphate	8.2
LGS-E (phosphate)	7.7
LGS-E7 (phosphate)	7.9
Phosphate	8.5 - 10.7
Fluorophosphate	8.0
Fluorophosphate (L11)	8.25
Fluorophosphate (L14)	9.5
Ba-La-borate	8.0
Na-K-Ba-Al-germanate	6.5
Fluoride	10.3
Fluorozirconate F88	9.4
Tellurite	4

Table I-1 : Durée de vie du niveau  $^4I_{13/2}$  de l'ion erbium dans différentes matrices vitreuses [Becker 1999]

## I.2.2. Principe de l'amplificateur optique

Les fibres optiques dopées erbium sont utilisées dans les amplificateurs optiques et les lasers à fibres optiques comme milieu actif propice à une inversion de population. En effet, le niveau métastable  $^4I_{13/2}$  de l'erbium possède une durée de vie relativement longue. En pompant la fibre à 980 nm, les ions erbium sont excités dans le niveau  $^4I_{11/2}$ . Depuis ce niveau, une partie des ions se désexcite de façon non radiative sur le niveau  $^4I_{13/2}$  (Figure I-5) permettant, sous pompage adéquat,

de réaliser une inversion de population correspondant à une population du niveau  ${}^4I_{13/2}$  supérieure à celle du niveau  ${}^4I_{15/2}$ .

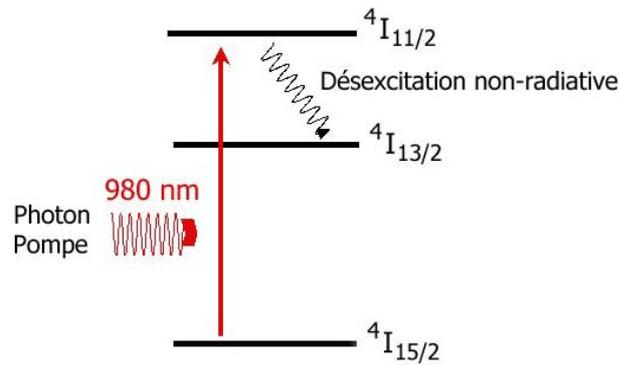


Figure I-5 : Mécanisme d'inversion de population d'un ion  $Er^{3+}$  sous pompage à 980 nm

Cette inversion de population est à la base du principe de l'amplificateur optique. Une fois cette inversion réalisée, le signal injecté dans la fibre autour de 1550 nm stimule la transition  ${}^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$  (Figure I-6) et se trouve de cette manière amplifié.

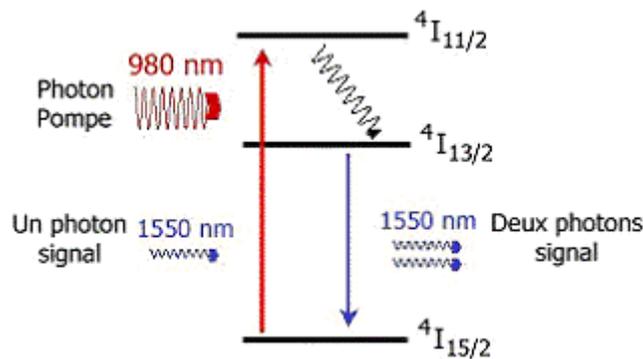


Figure I-6 : Processus de désexcitation dans un laser à fibre erbium, (a) désexcitation spontanée, (b) désexcitation stimulée

Un amplificateur optique est constitué de différents éléments (Figure I-7) : on utilise un multiplexeur pour injecter à la fois la pompe et le signal dans la fibre dopée erbium, les isolateurs imposent à la lumière un seul sens de passage et ont pour rôle de protéger les émetteurs. Des coupleurs permettent de prélever le signal pour contrôler le gain de l'amplificateur en réglant la puissance de pompe.

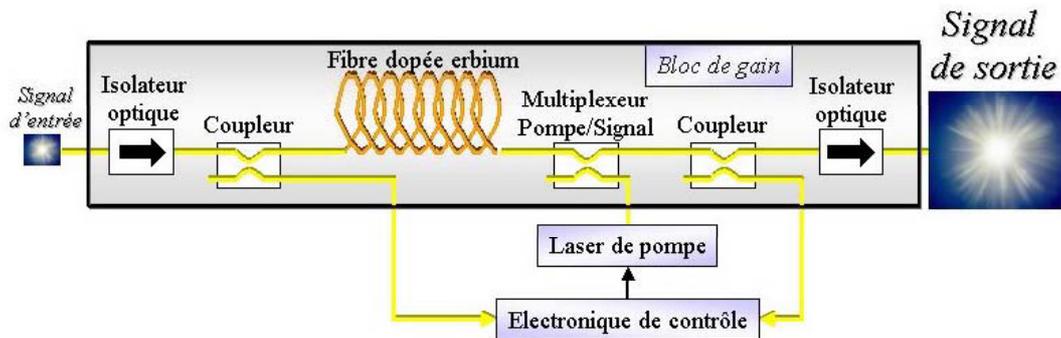


Figure I-7 : Structure d'un EDFA

### I.3. Les fibres optiques dopées erbium sous environnements ionisants : Etat de l'art et objectifs de la thèse

Les fibres optiques conventionnelles, utilisées pour les télécommunications, ont fait l'objet de plusieurs études [Griscom 1993, Griscom 1994, Nagasawa 1984, Dianov 1995, Girard 2003...] afin de tester leur comportement dans divers environnements radiatifs : Gamma, flash X, UV, Neutron, Proton. La tenue à ces rayonnements a été mesurée pendant et après l'irradiation. L'atténuation linéique de ces fibres est altérée et présente une dépendance aussi bien en fonction de la dose déposée<sup>1</sup> que du débit de dose<sup>2</sup>.

Griscom *et al.* [Griscom 1993, Griscom 1994] ont proposé un modèle empirique pour ajuster la dépendance des pertes induites permanentes A dans des fibres optiques par rapport à la dose déposée D. Ce modèle est une loi en puissance :

$$A(D) = c.D^f \quad (\text{Eq.I-1})$$

où c et f sont les paramètres d'ajustement. Ce modèle a été repris et amélioré dans de très nombreuses études sur la tenue des fibres aux radiations. Une partie de ces études traite de l'origine microscopique de l'atténuation induite<sup>3</sup> par les différents types de radiations [Girard 2003]. Ainsi plusieurs centres optiquement actifs présentant des bandes d'absorption aussi bien dans le visible que dans l'UV et l'infrarouge ont été identifiés et leurs mécanismes de formation et de transformation déterminés [Skuja 1998, Girard 2003] ; les principaux centres seront présentés par la suite.

Pour les fibres optiques dopées Terres-Rares, très peu d'études traitent des effets de l'ultraviolet. L'ensemble de la littérature disponible sur ce sujet a montré la présence d'une atténuation induite plus élevée dans les fibres dopées Erbium que dans celles non-dopées.

#### I.3.1. Les fibres dopées erbium soumises à des radiations gamma

Lewis *et al.* [Lewis 1992] ont soumis différentes fibres dopées erbium à un rayonnement gamma. Les fibres testées présentent des niveaux de dopage en erbium similaires mais sont différemment co-dopées : aluminium (0 – 5 mol%), germanium (10 – 25 mol%) et phosphore (0 – 1 mol%). Suite aux irradiations, ces auteurs ont confirmé le rôle de l'aluminium dans l'augmentation des pertes induites. La présence de ce dopant est le principal facteur de l'augmentation de l'atténuation induite par irradiation dans les fibres dopées erbium. Les pertes induites de l'EDFA sont de l'ordre du dB pour une dose déposée de 40 à 50 Gy<sup>4</sup>. Pour des liaisons sous-marines, la dose reçue par an est de l'ordre de 5 mGy, le niveau de pertes induites reste donc marginal.

<sup>1</sup> Quantité d'énergie déposée dans le matériau

<sup>2</sup> Flux de l'énergie déposée

<sup>3</sup> Atténuation additionnelle due aux radiations

<sup>4</sup> Le gray (symbole Gy) est la dose d'énergie absorbée par un milieu homogène d'une masse d'un kilogramme lorsqu'il est exposé à un rayonnement ionisant apportant une énergie d'un joule, 1 Gy = 1 J·kg<sup>-1</sup>. On précise entre parenthèse le matériau utilisé, Gy(Si) est l'unité de dose de radiation absorbée par 1 kg de silicium.

Fukuda *et al.* [Fukuda 1994] ont consacré une étude à la mesure de pertes induites par irradiation gamma en fonction du débit de dose ( $0.15 \text{ Gy}\cdot\text{h}^{-1}$ ,  $1 \text{ Gy}\cdot\text{h}^{-1}$ ,  $10 \text{ Gy}\cdot\text{h}^{-1}$ ), dans des fibres différemment dopées aluminium (0 – 3 wt%). Les mesures d'absorption pré- et post-irradiation montrent que les changements liés directement à l'erbium sont négligeables. Les pertes dues à la présence de l'aluminium sont très importantes dans l'UV et le visible et présentent une queue d'absorption qui s'étend jusqu'au proche infrarouge. Ces pertes  $A_{\text{post-irr}}$  présentent une guérison suivant la loi :

$$A_{\text{post-irr}}(t) = \sum_i a_i \exp\left(\frac{-t}{\tau_i}\right) + B \quad (\text{Eq.I-2})$$

où  $t$  est le temps écoulé après la fin de l'irradiation,  $\tau_i$  la constante de temps caractérisant le déclin de la  $i^{\text{ème}}$  composante,  $a_i$  des constantes caractérisant la contribution de la composante  $i$  et  $B$  la constante traduisant les pertes permanentes. Le premier terme correspond aux composantes des pertes transitoires et  $B$  représente les pertes permanentes. Le suivi des pertes permanentes en fonction de la dose totale montre une différence significative entre les fibres contenant de l'aluminium et celles qui n'en contiennent pas. Les fibres dopées Al présentent des pertes permanentes plus importantes. La prédiction des pertes d'EDFA opérant en environnement sous-marin, à faible débit de dose ( $5 \text{ mGy}\cdot\text{an}^{-1}$ ) reste rassurante ; après 25 ans les pertes induites seraient de 0.3 dB. De plus les spectres de gain d'un EDFA après irradiation ne montrent pas de changement aux longueurs d'onde autour de 1550 nm, ce qui est avantageux pour les applications multi-longueurs d'onde.

Williams *et al.* [Williams 1996] ont étudié les effets de radiations typiques du domaine spatial sur deux fibres commerciales dopées erbium. Les fibres utilisées dans un tel environnement sont exposées à une dose totale d'électrons et de protons équivalente à 2 kGy sur une période de 10 ans, soit en débit de dose  $23 \text{ mGy}\cdot\text{h}^{-1}$ . Pour leur étude, les auteurs ont soumis différents échantillons, provenant de deux fibres dopées erbium ayant des concentrations d'erbium différentes, à des protons et à des rayons gamma. Ils ont utilisé le même débit de dose pour les deux types de radiations ( $660 \text{ Gy}\cdot\text{h}^{-1}$ ) et déposé une dose totale de 2 kGy. Pour les rayons gamma ils ont également utilisé un débit de dose plus faible ( $30 \text{ Gy}\cdot\text{h}^{-1}$ ) que le premier. Pour chaque irradiation, ils ont mesuré l'atténuation induite des fibres à trois longueurs d'ondes différentes : 980 nm la longueur d'onde de pompe pour un amplificateur, 1300 nm qui représente la réponse de la matrice hôte puisque l'erbium ne présente pas d'absorption à cette longueur d'onde, et enfin 1550 nm la longueur d'onde du signal dans un amplificateur. En comparant les résultats de ces deux fibres, ils ont constaté que la réponse sous irradiation n'évolue pas en fonction de la concentration en erbium mais en fonction de la concentration d'autres constituants présents dans le cœur de la fibre. Par ailleurs la comparaison entre l'irradiation aux protons et l'irradiation gamma ne laisse pas apparaître de différence de pertes induites pour une même longueur d'onde et une même fibre ; les protons et les rayons gamma ont les mêmes effets sur les fibres dopées erbium, offrant ainsi la possibilité de simuler les effets des protons par une irradiation gamma. Ils ont également modélisé les réponses sous irradiation et les guérisons

des fibres avec des modèles déjà existants. L'étude de ces fibres en fonction de la dose déposée  $D$  montre que l'atténuation induite obéit à une loi en puissance décrite par l'équation I-1. L'ensemble des résultats obtenus conduit à une valeur de l'exposant  $f$  égale à 0.8. Ce paramètre est donc indépendant du type de radiation, de la longueur d'onde de mesure, du débit de dose et de la concentration en erbium montrant une fois de plus que l'atténuation induite n'est pas due à des défauts liés à l'erbium. Pour les mesures de guérison, le modèle qui a donné un bon accord avec les mesures expérimentales est une somme de trois exponentielles décroissantes (Eq.1-2). Ce genre de modèle surestime les valeurs des pertes lors de la guérison pour les faibles débits de dose. Les auteurs ont remarqué que l'atténuation induite mesurée est plus faible lorsque la fibre est active, autrement dit quand l'amplificateur est en fonctionnement pendant l'irradiation.

Henschel *et al.* [Henschel 1998] ont étudié le comportement sous irradiation gamma de dix-huit fibres optiques avec différentes Terres-Rares (Nd, Ho, Yb, Pr, Gd, Sm, Er, La) et différentes concentrations de Terres-Rares et autres dopants présents dans les fibres (Al, Ge, P). Les pertes induites ont été mesurées avec un OTDR<sup>5</sup> aux deux longueurs d'onde suivantes : 830 nm et 1312 nm. Une des difficultés de cette étude vient du fait que les fibres n'ont pas été fabriquées spécialement pour ces expériences mais venaient d'un reste de stock de deux fabricants de fibres optiques. Les fibres ont été fabriquées avec des paramètres différents (température, vitesse de fibrage), ce qui influe sur la sensibilité<sup>6</sup> des fibres vis à vis des radiations [Hanafusa 1986, Hanafusa 1987, Lyons 1989, Girard 2006]. De plus les fibres ont des concentrations différentes en Aluminium, Germanium et Phosphore, ce qui engendre une difficulté supplémentaire pour tirer des conclusions des résultats expérimentaux. Dans leur étude, Henschel *et al.* confirment que la concentration en Terres-Rares a une influence négligeable sur les pertes induites sous irradiation gamma, et que la concentration en Al a une plus grande influence ; les pertes augmenteraient avec la concentration en Al. Ils ont également ajusté leurs résultats moyennant le modèle proposé par Griscom [Griscom 1993] (Eq.I-1) où l'atténuation induite  $A$  est décrite en fonction de la dose totale  $D$  reçue par la fibre

Ahrens *et al.* [Ahrens 1999] ont étudié les pertes d'une fibre optique co-dopée erbium et ytterbium utilisée dans un système de communication laser. Ils ont tout d'abord observé l'existence d'une relation linéaire entre les pertes induites et la dose totale reçue par la fibre. Ils ont observé la croissance de deux bandes d'absorption : l'une dans l'ultraviolet due aux défauts liés au silicium et l'autre centrée à 1600 nm liée au phosphore. Ils ont observé un effet de débit de dose sur des pertes induites. Leurs résultats suggèrent l'existence d'un seuil à partir duquel les pertes induites augmenteraient avec le débit de dose. La guérison  $G$  des pertes induites a été mesurée à différentes températures, elle peut être ajustée par la fonction suivante :

$$G(t) = k.T.\ln(\beta t) \quad (\text{Eq.I-3})$$

<sup>5</sup> Optical Time Domain Reflectometer

<sup>6</sup> C'est l'atténuation induite ramenée à l'unité de dose, en  $\text{dB}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{Gy}^{-1}$

où  $k$  est la constante de Boltzmann,  $T$  la température en Kelvin,  $t$  le temps et  $\beta$  un paramètre d'ajustement. Ils ont également montré que l'effet du débit de dose sur les pertes peut être analysé avec la technique de « Courbe maîtresse », développée à l'origine pour l'analyse des réseaux de Bragg [Kannan 1999].

Brichard *et al.* [Brichard 2003] ont irradié sous rayons gamma trois fibres optiques : deux contenant de l'erbium, la première avec une faible concentration d'Er et un co-dopage avec de l'azote, la deuxième possédant une plus forte concentration d'Er, d'azote et de fluor en co-dopants, la troisième ne contenant pas d'erbium mais seulement de l'aluminium. L'accroissement de la sensibilité des deux fibres erbium est similaire sur tout le domaine spectral étudié (800 – 1700 nm), ce qui indique que la concentration d'erbium affecte uniformément les longueurs d'ondes de signal (1550 nm) et de pompe (980 nm). La sensibilité induite par les radiations n'est pas directement proportionnelle à la concentration d'erbium. De plus pour les longueurs d'ondes supérieures à 900 nm, la fibre non dopée Er montre une sensibilité induite plus faible que les fibres dopées erbium. Ils ont conclu que l'ajout de l'aluminium, comme co-dopant, ne contribue pas significativement à l'atténuation dans la région de la longueur d'onde de pompe (980 nm). En général l'atténuation induite par radiations est 5 à 10 fois plus petite dans le domaine 1400 – 1600 nm, le pompage à 1480 nm au lieu de 980 nm semble préférable dans un amplificateur à fibre optique utilisé pour des applications spatiales. Par ailleurs l'irradiation des fibres à 60°C au lieu de 30°C contribue à augmenter la durée de vie de 10% au maximum. Cela est dû à un effet de température lors d'irradiation : l'augmentation de la température permet une guérison d'une partie des défauts induits par l'irradiation.

Van Uffelen *et al.* [Van Uffelen 2003] ont mesuré spectralement les pertes induites d'une fibre optique dopée Erbium commercialisée par Corning (Er1550C<sup>®</sup>) sous plusieurs débits de dose. Leurs résultats montrent un très faible effet de débit de dose et une croissance pratiquement linéaire de l'atténuation induite en fonction de la dose. Comme déjà mentionnée dans d'autres publications, l'atténuation induite peut être ajustée par la loi en puissance donnée par l'équation I-1, où l'exposant  $f$  est très proche de 1. Les auteurs ont également réalisé des mesures de luminescence post-irradiation afin de déterminer l'origine de ces pertes induites : ils en ont conclu que les ions erbium ne sont pas affectés par les irradiations gamma mais que des modifications au sien de la matrice hôte seraient responsables de ces pertes induites.

### I.3.2. Les EDFAs soumis à des radiations gamma

Williams *et al.* [Williams 1992, Williams 1992 bis] ont étudié les variations de l'absorption induite par l'irradiation en fonction de la composition de la fibre et modélisé les performances d'un EDFA. Ils ont montré que les pertes induites deviennent plus importantes lorsqu'on introduit de l'aluminium dans la composition de la fibre.

Simpson *et al.* [Simpson 1993] ont étudié l'impact des irradiations sur les performances des amplificateurs en fonction de la longueur d'onde de pompage optique. Ils ont ainsi montré que pour les trois pompages à 514 nm, 980 nm et 1480 nm, seules les performances du dernier restent peu affectées par l'irradiation ; les plus fortes pertes induites apparaissant pour le pompage à 514 nm et pour les hautes doses d'irradiation gamma. Les travaux de Williams et al. [Williams 1992, Williams 1992 bis] donnent le même résultat : les pertes induites dans un EDFA sont moins importantes s'il est pompé à 1480 nm plutôt qu'à une longueur d'onde moins grande (980 nm ou 800 nm).

Williams et Friebele [Williams 1998] ont étudié les performances d'un EDFA en fonctionnement sous irradiation gamma et comparé les résultats à ceux obtenus pour une fibre dopée erbium. L'atténuation induite a été ajustée moyennement la loi :

$$A(\dot{D}, D) \propto \dot{D}^{(1-f)} D^f \quad (\text{Eq.I-4})$$

où  $\dot{D}$  est le débit de dose,  $D$  la dose totale et  $f = 1 - \frac{kT}{E_0}$ ,  $k$  la constante de Boltzmann,  $T$  la température en Kelvin et  $E_0$  une énergie caractéristique du système (paramètre du modèle à ajuster). Les auteurs ont un bon accord entre des données expérimentales et les ajustements, ce modèle peut donc être utilisé pour prédire les pertes induites d'un EDFA utilisé dans un environnement spatial.

Taylor *et al.* [Taylor 1998] ont irradié quatre EDFAs en utilisant deux débits de doses et en déposant deux doses différentes (seuls les blocs d'amplification ont été irradiés, alors que l'électronique et les sources de pompage étaient placées en zone non irradiée). Ils ont ainsi pu évaluer les pertes permanentes induites par l'irradiation en fonction des paramètres d'irradiation. Ils ont conclu que les dommages induits à l'EDFA sont dépendants du débit de dose et attribuent l'atténuation induite à la création de centres colorés<sup>7</sup>. Les défauts ainsi générés affectent l'EDFA de deux façons différentes :

- Les photons de pompe sont en partie absorbés par les centres colorés conduisant à la réduction de la densité effective de l'énergie du pompage optique.
- Les photons du signal amplifié peuvent également être absorbés par les centres colorés réduisant par là-même le gain de l'amplificateur.

Rose *et al.* [Rose 2001] ont effectué des mesures de gain et de facteur de bruit d'EDFAs soumis à des radiations gamma et protons en mode actif (en configuration d'amplificateur) et des mesures de transmission en mode passif (mesures faites périodiquement pendant l'irradiation). Ils ont comparé ces deux types de radiations pour confirmer l'équivalence entre les rayons gamma (rayonnement couramment utilisé pour tester des composants) et les protons (rencontrés en particulier par des composants fonctionnant dans l'espace). D'après leurs mesures, à doses équivalentes, les rayons

<sup>7</sup> Modifications ponctuelles du réseau conduisant à la formation d'un défaut optiquement actif

gamma et les protons créent une quantité comparable de centres colorés dans les fibres irradiées. Leurs tests montrent que l'utilisation des rayons gamma pour simuler des protons énergétiques présents dans un environnement spatial est correcte. Ils ont également remarqué que la sensibilité des fibres co-dopées erbium et aluminium est inversement proportionnelle au niveau de dopage en germanium de celles-ci. Quant à la fibre dopée au lanthane, elle présente les plus grandes pertes induites parmi les six fibres testées. Les mesures réalisées de façon passive ont montré un plus haut niveau de pertes que les mesures réalisées de façon active. Ces résultats suggèrent que pour les fibres fonctionnant comme amplificateur, les effets des radiations sont réduits par une guérison optique : le photoblanchiment. De plus, les dégradations de la performance d'un EDFA sont attribuées en premier lieu à l'absorption induite par radiation à la longueur d'onde de pompe (980 nm).

Caussanel [Caussanel 2004] a tout d'abord discuté dans une brève analyse les effets des rayonnements qui règnent dans l'espace au voisinage de la Terre sur les composants optoélectroniques qu'il avait à tester (EDFA, Fibre à réseaux de Bragg, connecteurs à lentilles, ...). Il en conclut que ces effets se traduisent par une ionisation due aux photons gamma. Son étude a montré que l'élément le plus sensible d'un EDFA lors d'une irradiation reste la fibre optique dopée erbium. Ses pertes induites sont environ 40 fois plus importantes que celles d'une fibre non-amplificatrice. Il a noté de surcroît que la dégradation de la fibre est proportionnelle à la quantité d'aluminium présente dans la fibre. Dans un EDFA, l'Emission Spontanée Amplifiée (ASE) est plus affectée que le gain. En effet, la puissance de ces deux signaux se répartit différemment le long de la bobine amplificatrice et la majeure partie de la puissance de l'ASE croit dans les derniers mètres de la fibre erbium alors que la puissance de pompage est majoritairement absorbée sur les premiers mètres de fibre. La première partie de la fibre est alors davantage protégée par le photoblanchiment apporté par le pompage optique. Il en a conclu que la configuration la plus robuste pour un amplificateur destiné à fonctionner en environnement radiatif est celle d'un pompage bidirectionnel à 980 nm, c'est-à-dire à la fois co- et contra-propagatif<sup>8</sup>.

Dans leur étude publiée en 2005, Caussanel *et al.* [Caussanel 2005] ont repris le modèle de Williams et Friebele [Williams 1998] qu'ils ont adapté pour la prédiction des pertes induites du gain d'un EDFA en environnement spatial. Ils ont ainsi proposé la loi ci-dessous (Eq.I-5) permettant de déterminer l'atténuation induite par extrapolation pour des doses cinq fois plus grandes que celles réellement reçues par la fibre lors des tests.

$$A(\lambda) = \frac{(1310 - \lambda_0)^2}{(\lambda - \lambda_0)^2} \times c \dot{D}^{1-f} D^f \quad (\text{Eq.I-5})$$

où A est l'atténuation induite en dB,  $\dot{D}$  le débit de dose, D la dose totale et  $\lambda$  la longueur d'onde utile à l'amplification (980 nm et 1550 nm). c, f et  $\lambda_0$  sont des paramètres dont les valeurs sont extraites des données expérimentales. Ce même modèle permet aussi d'estimer les pertes induites à faibles

<sup>8</sup> Co-propagatif : dans le même sens que le signal à amplifier et Contra-propagatif : dans le sens inverse.

débites de dose ( $5 \text{ mGy}\cdot\text{h}^{-1}$  et  $1.5 \text{ Gy}\cdot\text{h}^{-1}$ ). En revanche, un débit de dose de test 10 fois plus grand que le débit de dose final surestime l'atténuation induite. Pour un environnement spatial ( $\dot{D} = 5 \text{ mGy}\cdot\text{h}^{-1}$ ), les dégradations d'un EDFA ont été estimées à 0.2 dB de perte pour une dose totale de 140 Gy. Sachant que cette valeur est légèrement surestimée, cela garantit que ce genre d'équipement peut faire face à l'environnement radiatif spatial, durant une mission de 10 ans.

### I.3.3. Les EDFLs soumis à des radiations gamma

Bussjager *et al.* [Bussjager 2001] ont étudié le comportement d'un laser à fibre optique dopée erbium (EDFL) exposé à une dose totale de rayon gamma de 10 kGy. La caractérisation du laser a été effectuée avant et après l'irradiation. Leur étude a porté sur tous les composants du laser : la diode de pompe, les lentilles, le multiplexeur de longueur d'onde (WDM) 980/1550 nm, l'absorbeur saturable monté sur un miroir en or, la fibre optique dopée erbium et les fibres contenant des réseaux de Bragg. Comme cela a déjà été rapporté dans des publications antérieures, Bussjager a constaté que la fibre optique dopée erbium constitue l'élément le plus sensible aux radiations et que les pertes sont dues aux mêmes causes que dans l'amplificateur optique.

### I.3.4. Objectifs de la thèse

De manière générale, tous ces travaux vont dans le même sens : l'élément le plus sensible d'un amplificateur ou d'un laser à fibre dopée erbium sous environnement gamma est la fibre dopée erbium elle-même. Les tests de la tenue aux radiations de ces fibres ont été réalisés en mode passif et actif et ont montré des niveaux de pertes induites non-négligeables pour des applications civiles et spatiales. L'étude détaillée des fibres dopées erbium est donc un point clé pour un bon fonctionnement d'un EDFA ou d'un laser à fibre en environnement ionisant. En revanche la littérature disponible sur le sujet ne traite pas de la nature des défauts formés ou transformés lors de l'irradiation comme c'est le cas pour les fibres sans erbium. Par exemple, pour ces dernières fibres les mécanismes de formation de défauts liés aux phosphores ont été déterminés par les travaux de D.L. Griscom *et al.* [Griscom 1983] et de S. Girard [Girard 2003]. Des phénomènes de conversion entre des centres colorés liés à la silice ont été mis en évidence par D.L. Griscom et M. Mizuguchi à partir de l'évolution de l'absorption optique [Griscom 1998]. Atkins *et al.* [Atkins 1993] ont proposé un modèle donneur-accepteur pour expliquer l'influence de différents co-dopants sur une luminescence bleue générée par des défauts lors de l'insolation UV d'une fibre germanosilicate. De façon certaine, nous pouvons dire que les centres colorés sont aussi responsables des dégradations des performances des fibres optiques dopées erbium en environnement radiatif. En revanche, il reste à déterminer la nature des défauts générés lors de l'irradiation et les mécanismes de leur formation. L'un des objectifs de cette thèse est donc de caractériser le comportement des fibres optiques dopées erbium en cherchant à répondre à ces deux points pour des fibres optiques dopées erbium soumises à différents

types de radiations ionisantes (rayonnement gamma, rayonnement X pulsés, protons, rayonnement UV).

De plus, la qualité et la fabrication des fibres commerciales ont évolué depuis les premières études et leurs tenues aux radiations nécessitent d'être d'examiner à nouveau. Plus particulièrement nous étudierons l'évolution, avant et après irradiation, des propriétés optiques de l'ensemble matrice hôte – luminophore que constitue la fibre.

#### I.4. Les principaux défauts de la silice pure ou dopée

L'atténuation induite par irradiation observée au sein des fibres optiques est due à la création de défauts absorbants, appelés également centres colorés. Dans ce paragraphe nous présentons les principaux défauts ponctuels rencontrés dans la silice amorphe pure ou dopée (germanium, phosphore, aluminium). Ces défauts ponctuels ont été largement étudiés dans le passé et les différentes études menées ont permis l'attribution d'une grande partie des bandes d'absorption ou de luminescence à différents centres colorés [Skuja 1998]. Malgré une littérature abondante dans le domaine, certaines questions ne sont pas encore totalement élucidées. La présentation des défauts faite ici n'est pas exhaustive et se limite aux principaux défauts rencontrés. Elle se base sur des bilans bibliographiques déjà réalisés [Stoneham 1975, Deparis 1997, Goutaland 1998, Van Uffelen 2001, Borgermans 2001, Girard 2003, Médjahdi 2005].

##### I.4.1. Défauts présents dans la silice pure

La silice constituant les fibres optiques ne présente un ordre qu'à faible distance : environ quelques liaisons atomiques. A plus grande échelle la silice amorphe ne présente pas de symétrie de translation et peut être assimilée à une structure aléatoire, à la différence par exemple du quartz qui est la forme cristalline la plus répandue de  $\text{SiO}_2$ . La structure de base de la silice est constituée d'un atome de silicium Si et de quatre atomes d'oxygène O (Figure I-8). Ces quatre atomes d'oxygène forment un tétraèdre et l'atome de silicium se situe au centre de ce tétraèdre.

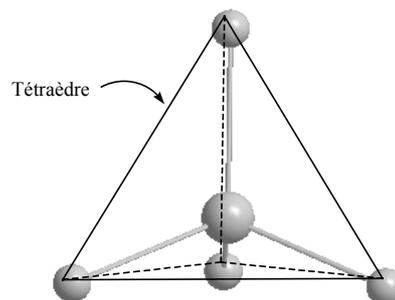


Figure I-8 : Tétraèdre de base de la structure de la silice, 4 atomes d'oxygène aux sommets et 1 atome de silicium au centre

#### I.4.1.A. Les centres SiE'

Le centre SiE' fait partie de la famille des centres déficitaires en oxygène. Ce centre est caractérisé par un trou piégé sur un site d'oxygène vacant, donnant lieu à un électron non apparié dans une orbitale hybride de type  $sp^3$  d'un atome de silicium lié à trois atomes d'oxygène (Figure I-9).

Une bande d'absorption lui est attribuée dans l'ultraviolet, elle se situe autour de 212 nm (5.85 eV) [Griscom 1991]. Nishikawa *et al.* [Nishikawa 1990] ont corrélié l'intensité de cette bande d'absorption avec le signal RPE (Résonance Paramagnétique Electronique) associé.

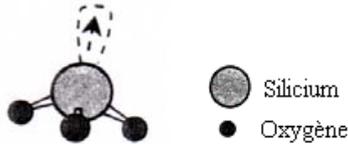


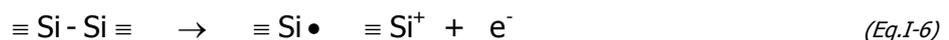
Figure I-9 : Représentation du centre SiE'

Ce centre est symboliquement représenté par  $\equiv\text{Si}\bullet$  où  $\equiv$  représente les trois liaisons Si-O et  $\bullet$  marque la présence de l'électron non apparié. Lors de la formation de ce défaut, la structure autour de l'atome de silicium passe d'une configuration tétraédrique à une configuration planaire.

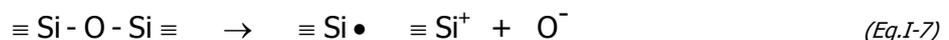
Ce défaut peut apparaître lors du fibrage de la préforme de la fibre optique. Les différences de viscosité entre le cœur de la fibre et la gaine optique et les fortes tensions sont à l'origine de la formation de ce défaut.

Plusieurs mécanismes de formation du centre SiE' ont été proposés [Griscom 1991] :

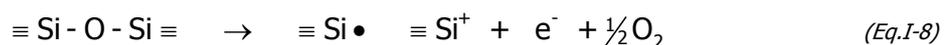
- Il peut provenir du piégeage d'un trou par une lacune d'oxygène. Dans ce schéma le SiE' résulte de la transformation d'un autre défaut ponctuel  $\equiv\text{Si-Si}\equiv$  jouant le rôle de précurseur et dû à la présence d'une lacune neutre d'oxygène.



- Le SiE' peut également provenir du déplacement d'un ion oxygène par élimination d'une liaison pontante normale :



- Il peut y avoir formation de centres SiE' par évaporation d'oxygène lors de l'étirage de la fibre. L'efficacité de ce mécanisme de formation dépend des paramètres de fibrage :



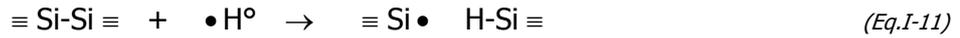
- Il peut aussi résulter de la rupture d'une liaison pontante normale sous contrainte mécanique (défaut ponctuel préexistant et symbolisé par \* dans l'équation ci-dessous) avec la formation simultanée d'un autre centre coloré, un NBOHC (cf. plus loin) :



- Les impuretés présentes dans la silice sous forme de radicaux libres liés à un atome de silicium (-Cl, -H, -OH) peuvent conduire à la formation de centre SiE' par libération radiolytique de radical (exemple avec le Chlore Cl) :



- Enfin, la diffusion d'atome d'hydrogène radiolytique peut entraîner la formation de ces centres SiE' selon la réaction chimique :



Il est à noter qu'il existe différentes variétés de défaut SiE' noté E'<sub>α</sub>, E'<sub>β</sub> et E'<sub>γ</sub> représentées sur la Figure I-10 [Griscom 1985, Skuja 1998]. Les centres E'<sub>α</sub> et E'<sub>β</sub> sont très instables à température ambiante mais peuvent être mis en évidence après une irradiation gamma à faible niveau de dose (< 10<sup>3</sup> Gy). Les centres E'<sub>γ</sub> sont quant à eux très stables à température ambiante.

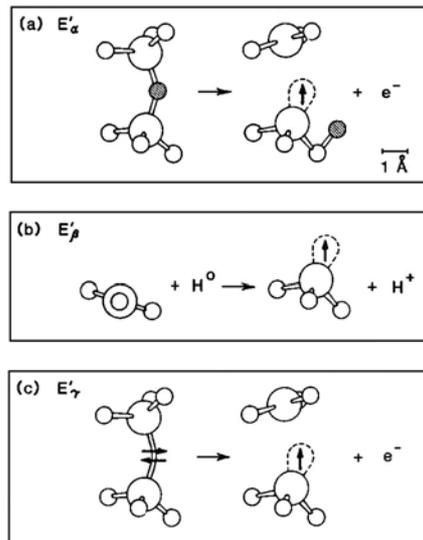


Figure I-10 : Modèles proposés pour la formation des trois variantes du centre E' d'après [Griscom 1985]

#### I.4.1.B. Les centres NBOHC (Non-Bridging Oxygen Hole Center)

Le centre NBOHC consiste en un trou piégé par un atome d'oxygène ne possédant qu'une seule liaison avec un atome de silicium (Figure I-11). Le trou piégé se trouve sur une orbitale de type 2p [Griscom 1991, Skuja 1998]. Il est représenté schématiquement, en utilisant les mêmes notations que dans le paragraphe précédent, par :  $\equiv \text{Si} - \text{O} \bullet$ .

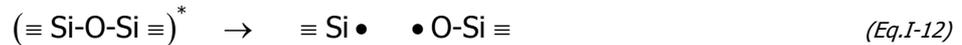


Figure I-11 : Représentation du centre NBOHC

L'identification des bandes d'absorption de ce défaut reste controversée ; le plus souvent lui est attribuée une bande d'absorption autour de 620 nm (2 eV) [Nagasawa 1986, Griscom 1991]. La position du maximum de cette bande varie selon le mécanisme à l'origine de formation de ces centres. Elle est comprise selon les cas entre 590 nm et 630 nm. Silin *et al.* [Silin 1978] et Neustruev [Neustruev 1991] attribuent aussi aux NBOHC une bande d'absorption dans l'ultraviolet. Pour Silin *et al.*, elle se situe autour de 260 nm (4.77 eV) et pour Neustruev autour de 275 nm (4.51 eV). Néanmoins, une bande de luminescence autour de 650 nm dans la silice irradiée est attribuée de façon unanime à ce défaut [Griscom 1991, Suzuki 2003].

On relève trois mécanismes de formation des NBOHC dans la littérature :

- Le premier est basé sur la rupture d'une liaison pontante Si-O-Si par l'application d'une contrainte mécanique [Griscom 1991, Munekuni 1991] tel que le fibrage de la préforme par exemple. Comme déjà mentionné précédemment, un centre SiE' se crée en même temps. La position du maximum d'absorption pour le NBOHC ainsi généré est estimée à 619 nm (2.004 eV) [Munekuni 1990].



- Le deuxième mécanisme de formation met en jeu la radiolyse d'un groupement OH [Munekuni 1990, Griscom 1991]. Ce mécanisme est fortement privilégié dans les fibres optiques dites « mouillées », c'est à dire les fibres optiques ayant une forte concentration de radicaux hydroxyles OH. Lorsque les centres NBOHC sont créés par ce processus, la bande d'absorption associée est centrée autour de 590 nm (2.102 eV) [Munekuni 1990].



- Le troisième mécanisme de création de ces défauts se rencontre dans les fibres optiques riches en oxygène et est basé sur la rupture d'une liaison peroxyde ( $\equiv \text{Si-O-O-Si} \equiv$ ) sous irradiation [Munekuni 1990]. Dans ce cas, le centre de la bande d'absorption est localisé autour de 628 nm (1.975 eV) [Munekuni 1990].



I.4.1.C. Les radicaux peroxy (POR)

Le radical peroxy peut être considéré comme un atome de silicium associé à une molécule d'oxygène. Un spin non apparié est délocalisé sur les deux atomes d'oxygène (Figure I-12). Les deux atomes d'oxygène ne sont équivalents ni d'un point de vue chimique ni d'un point de vue physique. L'électron passe 75% de son temps sur l'atome d'oxygène le plus éloigné de l'atome de silicium et 25% sur l'autre atome d'oxygène. Sa représentation symbolique est la suivante, toujours avec les mêmes notations que précédemment :  $\equiv\text{Si}-\text{O}-\text{O}\cdot$ .

Aucune bande d'absorption n'a pu être affectée aux POR de façon certaine. Shelby [Shelby 1980] a corrélé l'évolution thermique des POR avec une bande d'absorption autour de 163 nm (7.6 eV), alors que Hosono et Weeks [Hosono 1990] ont attribué aux POR une bande d'absorption centrée autour de 260 nm (4.77 eV). Griscom et Mizuguchi [Griscom 1998] lui ont dernièrement assigné une bande centrée vers 620 nm dans la silice irradiée. Le fait que plusieurs bandes d'absorption coexistent autour de 260 nm et 620 nm complique leur affectation à un seul type de défaut.

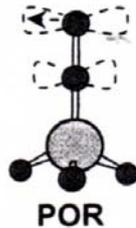
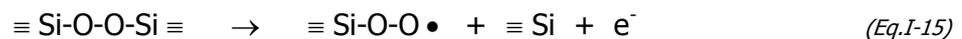


Figure I-12 : Représentation du radical peroxy

Plusieurs mécanismes de formation pour les POR ont été proposés dans la littérature.

- Comme pour les centres SiE' et les centres NBOHC, des radicaux peroxy apparaissent lors de l'étirage de la fibre optique. Leur présence est mise en évidence par des mesures de RPE [Griscom 1985 bis, Hanafusa 1987] et ils seraient créés selon le schéma :



Ce mécanisme de formation serait également à l'origine de l'apparition des POR lors d'une irradiation gamma [Griscom 1991, Griscom 1998].

- D'autres études [Griscom 1991, Neustruev 1991] ont mis en évidence la génération possible des POR par une réaction entre une molécule d'oxygène interstitielle et un défaut SiE' selon la réaction suivante :



- Griscom et Mizuguchi [Griscom 1998] ont mené des études thermiques qui ont montré que la disparition des centres NBOHC est corrélée à l'augmentation de la concentration des POR. L'un des mécanismes proposés est une recombinaison d'un centre NBOHC avec un atome d'oxygène interstitielle, comme suit :



#### I.4.1.D. Les centres STH (Self Trapped Holes)

Les centres STH ont pour caractéristique de posséder un atome d'oxygène lié à deux atomes de silicium et autour duquel gravite un trou capturé sur une orbitale 2p (Figure I-13). On distingue deux formes de STH :

- Soit le trou est localisé sur un atome d'oxygène pontant, il est nommé STH<sub>1</sub> et sa notation symbolique est :  $\equiv \text{Si} - \ddot{\text{O}} - \text{Si} \equiv$
- Soit le trou est délocalisé sur deux atomes d'oxygène appartenant au même tétraèdre SiO<sub>4</sub>, il est nommé STH<sub>2</sub> et sa représentation symbolique est :  $\equiv \text{Si} - \text{O} \cdot - \text{O} - \text{Si} \equiv$

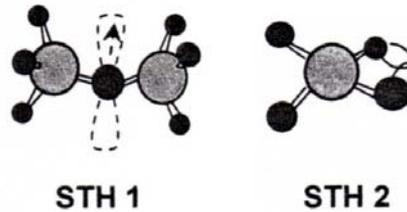


Figure I-13 : Représentation des centres STH

Ces centres sont instables à température ambiante. Par contre le centre STH<sub>1</sub> est stable en dessous de 180 K et le centre STH<sub>2</sub> est stable en dessous de 140 K. Plusieurs bandes d'absorption leur sont attribuées : 520 nm [Sasajima 2003], 660 nm, 760 nm [Griscom 1997, Griscom 2004] et 1800 nm [Chernov 1989].

#### I.4.1.E. Les centres Si-ODC

La notation ODC (Oxygen Deficient Center) est utilisée pour parler des défauts déficitaires en oxygène. On place devant cette abréviation l'atome qui porte la déficience en oxygène, ici c'est un atome de silicium. On distingue deux types de Si-ODC.

- *Les centres Si-ODC(I) ou SiNOV*

Les centres Si-ODC(I) ou SiNOV (Si Neutral Oxygen Vacancy) consistent en une liaison covalente entre deux atomes de silicium chacun lié à trois atomes d'oxygène (Figure I-14). Sa représentation symbolique est la suivante (toujours avec les mêmes notations que précédemment) :  $\equiv \text{Si} - \text{Si} \equiv$ .

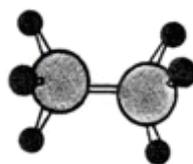


Figure I-14 : Représentation des centres Si-ODC(I)

Une bande d'absorption leur est attribuée : elle est localisée à 163 nm (7.6 eV) [Tohmon 1989].

- *Les centres Si-ODC(II) ou SLPC*

Les centres Si-ODC(II) ou SLPC (Si Lone Pair Center) sont constitués d'un atome de silicium lié seulement à deux atomes d'oxygène (Figure I-15). Sa représentation symbolique est la suivante, toujours avec les mêmes notations que précédemment : =Si••. Le symbole •• représente une paire d'électrons non appariés et localisés sur la même orbitale.

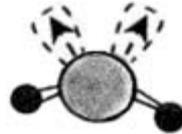


Figure I-15 : Représentation des centres Si-ODC(II)

Une bande d'absorption vers 248 nm (5 eV) est attribuée à ces centres. Deux bandes de luminescence sont également attribuées à ces centres : l'une vers 290 nm (4.3 eV) et l'autre 460 nm (2.7 eV) [Skuja 1992].

## I.4.2. Les défauts liés à la présence de germanium

### I.4.2.A. Les défauts Ge(1) et Ge(2)

Les centres Ge(1) et Ge(2) ont des structures peu différentes l'une de l'autre. Le centre Ge(1), également appelé GEC (Germanium Electron Center), est constitué d'un atome de germanium, ayant capturé un électron, lié à quatre atomes d'oxygène. Dans sa deuxième sphère de coordination, cet atome de germanium possède quatre atomes de silicium. Le centre Ge(2) est identique au Ge(1) sauf que cette sphère de coordination contient trois atomes de silicium et un atome de germanium. Ces deux centres sont représentés dans la Figure I-16. Cependant, la structure du Ge(2) ne fait pas l'unanimité dans la littérature. Un autre modèle est proposé par Fujimaki *et al.* [Fujimaki 1998] : il correspondrait à un GLPC (Ge Long Pair Center) ionisé (cf. I.4.2.E).

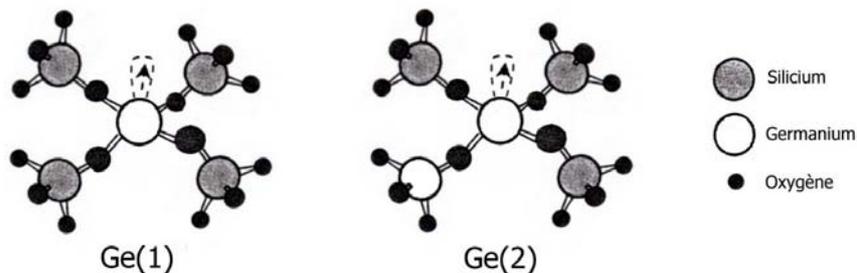


Figure I-16 : Représentation des défauts Ge(1) et Ge(2)

Deux bandes d'absorption ont été attribuées à ces centres : l'une au Ge(1) autour de 282 nm et l'autre au Ge(2) centrée autour de 214 nm [Friebele 1986, Fujimaki 1998].

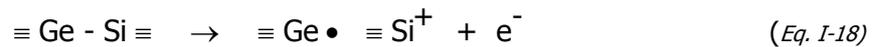
#### I.4.2.B. Le défaut GeE'

Ce défaut a une structure similaire au centre SiE'. Le centre GeE', ou Ge(3), est constitué d'un atome de germanium lié à trois atomes d'oxygène et d'un trou piégé sur le site d'un oxygène vacant (Figure I-17). Ce centre présente une bande d'absorption à 197 nm (6.3 eV) [Hosono 1996].



Figure I-17 : Représentation du centre GeE'

La principale réaction chimique créant ce type de défaut est analogue à celle de l'équation I-6, mais en mettant en jeu un atome de germanium et un atome de silicium au lieu de deux atomes de silicium [Friebele 1986]:



#### I.4.2.C. Le centre Ge-NBOHC

Le centre Ge-NBOHC (Germanium Non-Bridging Oxygen Hole Center) est similaire au centre NBOHC et consiste en un trou piégé par un atome d'oxygène ne possédant qu'une seule liaison avec un atome de germanium au lieu d'un atome de silicium (Figure I-18). Une bande de luminescence centrée à 674 nm (1.84 eV) est attribuée à ce centre [Skuja 1996]. Ces mêmes auteurs prédisent l'existence d'une bande d'absorption centrée à 620 nm (2 eV).



Figure I-18 : Représentation du centre Ge-NBOHC

#### I.4.2.D. Le centre GeNOV

Le centre GeNOV (Ge Neutral Oxygen Vacancy) présente une déficience en oxygène entre un atome de silicium et un atome de germanium (Figure I-19). Il est noté :  $\equiv \text{Si} - \text{Ge} \equiv$ . Une bande d'absorption centrée vers 245 nm a été attribuée à ce défaut par H. Hosono et al. [Hosono 1992].

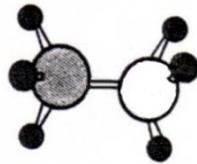


Figure I-19 : Représentation du centre GeNOV

#### I.4.2.E. Le centre GLPC ou Ge-ODC

Le centre GLPC (Ge Long Pair Center) ou Ge-ODC (Ge Oxygen Deficient Center) consiste en un atome de germanium lié à seulement deux atomes d'oxygène (Figure I-20). Il est noté de la façon suivante : =Ge••.

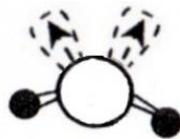


Figure I-20 : Représentation de centre GLPC

Ses premiers états excités sont donnés par le diagramme énergétique ci-dessous (Figure I-21). Les premières transitions  $S_1 \rightarrow S_0$  et  $T_1 \rightarrow S_0$  de ce défaut sont à l'origine de deux bandes de luminescence : l'une à 290 nm et l'autre à 400 nm respectivement [Skuja 1992].



Figure I-21 : Représentation des niveaux énergétiques des GLPC

#### I.4.3. Les défauts liés à la présence de phosphore

L'introduction de phosphore, même en très faible quantité (< 1%) dans une fibre optique peut générer plusieurs types de défauts. Griscom *et al.* [Griscom 1983] ont identifié quatre défauts distincts associés au phosphore : le centre  $P_1$  qui correspond à la structure  $PO_3^{2-}$ , le centre  $P_2$  qui est associé à la structure  $PO_4^{4-}$ , le centre  $P_3$  (également appelé POHC, Phosphorus Oxygen Hole Center) qui est associé à  $PO_4^{2-}$ , et le centre  $P_4$  qui correspond au radical  $PO_2^{\cdot -}$ . La Figure I-22 montre les différents mécanismes de formation de ces quatre défauts, ainsi que leur représentation symbolique.

On constate que le centre  $P_1$  possède une structure analogue aux centres  $SiE'$  (I.4.1.A) et  $GeE'$  (I.4.2.B). Son influence est importante dans les fibres optiques destinées aux applications télécoms puisqu'il présente une bande d'absorption centrée à 1600 nm, c'est à dire dans la fenêtre de transmission des télécommunications. Il existe également deux types de centres POHC selon que le spin non apparié est localisé sur un seul ou sur les deux atomes d'oxygène. La première variante est cependant beaucoup moins stable que la seconde. Les centres POHC sont responsables de plusieurs bandes d'absorption dans l'ultraviolet et le visible : 240 nm, 400 nm, 510 nm et 570 nm [Griscom 1983]. Les centres  $P_2$  et  $P_4$  absorbent quant à eux dans l'ultraviolet, autour de 260 nm et 270 nm [Griscom 1983].

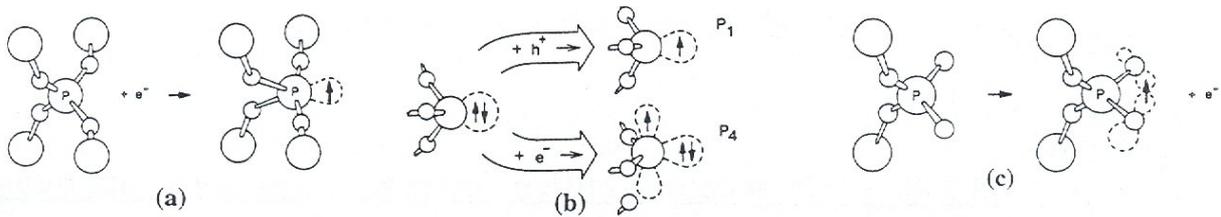


Figure I-22 : Mécanismes de formation de défauts associés au phosphore, (a) le centre  $P_2$ , (b) les centres  $P_1$  et  $P_4$ , (c) le centre  $P_3$  [Griscom 1983]

#### I.4.4. Les défauts liés à la présence d'aluminium

Trois types de défauts induits par irradiation et liés à la présence de l'aluminium dans une matrice vitreuse de silice ont été identifiés [Amosov 1982]. Ces auteurs ont répertorié de la façon suivante les centres colorés induits par irradiation :

- Al(I) : ce centre coloré consiste au remplacement d'un atome Si par un atome de Al avec une compensation ionique<sup>9</sup> dans une région où la matrice a une structure de type quartz cristallin. Deux bandes d'absorption sont attribuées à ce défaut, l'une centrée à 400 nm et la seconde centrée à 600 nm. Sous traitement thermique, les maximums de ces deux bandes d'absorption se décalent vers 450 nm et 700 nm respectivement avant de disparaître.
- Al(II) : dans ce centre, un atome de Al remplace également un atome de Si avec une compensation ionique mais dans une région où la matrice vitreuse est un réseau similaire à celui des verres alcalisilicate. Une bande d'absorption est attribuée à ce centre avec un maximum autour de 550 nm. Pour ce centre également, le traitement thermique est à l'origine d'un déplacement du maximum mais cette fois vers les courtes longueurs d'onde pour se retrouver à 520 nm.

<sup>9</sup> La compensation ionique correspond à l'addition d'une charge pour maintenir la neutralité électrique du milieu. En effet dans le cas du remplacement de l'atome de Si par un atome de Al, de valence de +3, qui nécessite une compensation de charge [Leyderman 1999].

- Al(III) : pour ce centre également, un atome de Si est remplacé par un atome de Al, par contre dans ce cas il n'y a pas de compensation ionique. Il serait possible que ce centre présente une bande d'absorption avec un maximum autour de 520 nm.

## **I.5. Résumé**

Les fibres optiques dopées erbium sont des composants clés pour les télécommunications optiques. Il est nécessaire de connaître leur comportement dans des environnements radiatifs tels que l'espace ou certains domaines du nucléaire du civil (réacteur, accélérateur de particules ...). Comme le montre l'état de l'art de ce chapitre (§ I.3), plusieurs travaux ont été consacrés à la mesure de l'atténuation induite par radiation dans ce type de fibre, mais ils ne traitent pas de la nature des défauts responsables de ces pertes induites. Dans les fibres non dopées aux Terres-Rares, plusieurs défauts et leurs mécanismes de formation et de transformation ont été identifiés. Ces défauts sont soit intrinsèques comme les SiE', le NBOHC, soit extrinsèques et liés à un dopant en cœur ou en gaine, comme le POHC ou le GeE'. Ces différents défauts sont également créés par une irradiation de la silice dopée ou non. Fort de la connaissance de ces défauts dans la silice sans erbium, l'un des objectifs de cette thèse est d'identifier leur contribution à la dégradation lors de l'irradiation des fibres dopées erbium. Dans ce chapitre nous avons répertorié certaines propriétés de l'erbium et donné le fonctionnement de l'amplificateur optique à fibre dopée (EDFA). Les chapitres suivants de ce travail de thèse traitent de l'impact de l'irradiation sur des fibres dopées erbium à travers la formation et la transformation de certains de ces défauts.