

## Fabrication de fibres à saut d'indice dopées thulium par la méthode poudre

---

La montée en puissance dans les sources laser à fibres dopées thulium se heurte à plusieurs obstacles parmi lesquels une efficacité laser limitée du fait de la position spectrale des bandes d'absorption et d'émission de l'ion thulium. Par exemple, lorsqu'une diode de pompage à 790nm est utilisée, le fort défaut quantique limite l'efficacité à moins de 40%, c'est-à-dire que près de 60% de la puissance de pompe absorbée va être transformée en chaleur (émission non-radiative). Des schémas de pompage plus complexes peuvent être mis en œuvre pour réduire l'échauffement de la fibre mais ils s'avèrent rapidement moins séduisants qu'un pompage direct par diode. Dans ce chapitre, la spectroscopie des ions thulium est d'abord détaillée afin de démontrer que certaines compositions du matériau hôte (utilisation de co-dopants) peuvent conduire à l'amélioration des rendements laser. Ensuite, différentes méthodes de fabrication de fibres optiques sont présentées parmi lesquelles la synthèse par voie poudre qui a été retenue au laboratoire XLIM. La fabrication et la caractérisation de fibres dopées thulium produites par la méthode poudre sont ensuite détaillées et discutées. La composition chimique du milieu à gain dans ces fibres a été choisie de manière à favoriser la mise en place du phénomène de relaxation croisée afin de dépasser le seuil des 40% d'efficacité laser.

### IV.1. Spectroscopie des ions thulium

Les sections efficaces d'absorption et d'émission des ions thulium (i.e. la capacité à absorber ou à émettre des photons selon la longueur d'onde) varient d'une fibre à une autre en fonction de la nature du dopage et de la matrice vitreuse d'accueil. La figure 53.a représente les niveaux énergétiques impliqués dans les phénomènes d'absorption et d'émission d'une fibre en silice dopée thulium. Dans la silice, chaque niveau énergétique se décompose en sous-niveaux Stark sous l'effet du champ cristallin local du matériau hôte qui lève partiellement la dégénérescence de ces niveaux énergétiques [Faure05]. De plus, chaque ion dans le milieu à gain possède ses propres sous-niveaux d'énergie. Enfin, comme chaque site d'accueil présente des caractéristiques différentes, le champ cristallin est différent d'un site à l'autre et il résulte une dispersion des effets appelée élargissement inhomogène. A l'échelle macroscopique, la combinaison de ces effets crée alors des bandes d'absorption/émission très larges (plusieurs dizaines de nm). Les sections efficaces d'absorption et d'émission des fibres de silice dopées thulium sont montrées dans la figure 53.b [Peterka04, Peterka12].

D'après la figure 53, plusieurs schémas de pompage sont possibles dans ces fibres pour accéder à des longueurs d'onde autour de 2 $\mu$ m correspondant à la transition énergétique entre les niveaux  $^3F_4$  et  $^3H_6$ . Il existe deux moyens pour exciter l'état  $^3F_4$ . Le premier est l'excitation directe de ce niveau en utilisant une longueur d'onde autour de 1550nm. Dans cette configuration, la valeur du défaut quantique est de l'ordre de 20%. Des lasers à fibres dopées erbium peuvent être utilisés comme sources de pompe, cependant leur faible efficacité (autour de 50%) limite la puissance pouvant être extraite à 2 $\mu$ m. Le deuxième moyen est l'excitation indirecte du niveau  $^3F_4$  en utilisant une diode de pompe émettant à 790nm. Ce schéma de pompage est le choix le plus efficace pour réaliser des sources de haute puissance. En effet, d'une part, des diodes très puissantes émettant à 790nm sont déjà commercialisées et d'autre part, en regardant la section efficace





Malgré les avantages mentionnés ci-dessus, l'excitation du niveau  $^3H_4$  conduit à une perte d'énergie conséquente du fait du défaut quantique (à cause de la grande différence entre les longueurs d'onde absorbée et émise). Autrement dit la quantité de chaleur émise au sein du matériau est grande devant la part d'énergie convertie dans le rayonnement laser. Théoriquement, l'efficacité quantique  $\eta_s$  des ions thulium est de 40% ( $1 - \lambda_p/\lambda_s$ ), le reste étant libéré sous la forme d'une énergie calorifique. On comprend aisément l'intérêt d'augmenter l'efficacité quantique de ces ions. Une solution très efficace a été proposée par [Jackson03] pour diminuer le défaut quantique dans les fibres dopées thulium. Cette solution repose sur la mise en place du phénomène de relaxation croisée (CR pour l'anglicisme « cross-relaxation process », cf. figure 54). En Supposant que dans un milieu à gain on ait deux ions thulium voisins identifiés Tm1 et Tm2. Quand l'ion Tm1 absorbe un photon à 790nm, son énergie devient celle du niveau excité  $^3H_4$ . Lorsqu'il se désexcite ensuite rapidement vers le niveau  $^3F_4$ , l'énergie libérée est alors transférée à l'ion voisin Tm2 l'excitant ainsi à son tour sur le niveau  $^3F_4$ . Autrement dit l'absorption d'un photon de pompe conduit ainsi deux ions actifs sur l'état énergétique métastable, chacun d'eux induisant la création d'un photon signal via le processus d'émission stimulée. Donc le processus de relaxation croisée permet d'augmenter la valeur d'efficacité quantique théorique des ions thulium jusqu'à 80%.

Pour favoriser la mise en place du phénomène de relaxation croisée, les ions thulium doivent être suffisamment proches sans pour autant formés des agrégats car dans ce cas l'efficacité des transitions radiatives est dégradée. Donc, pour augmenter l'efficacité d'une fibre dopée  $Tm^{3+}$  il faut augmenter la concentration des ions terres rares en ajoutant des co-dopants afin d'assurer la bonne solubilité des ions actifs au sein du matériau. Ces co-dopants vont être présentés et discutés dans le prochain paragraphe.

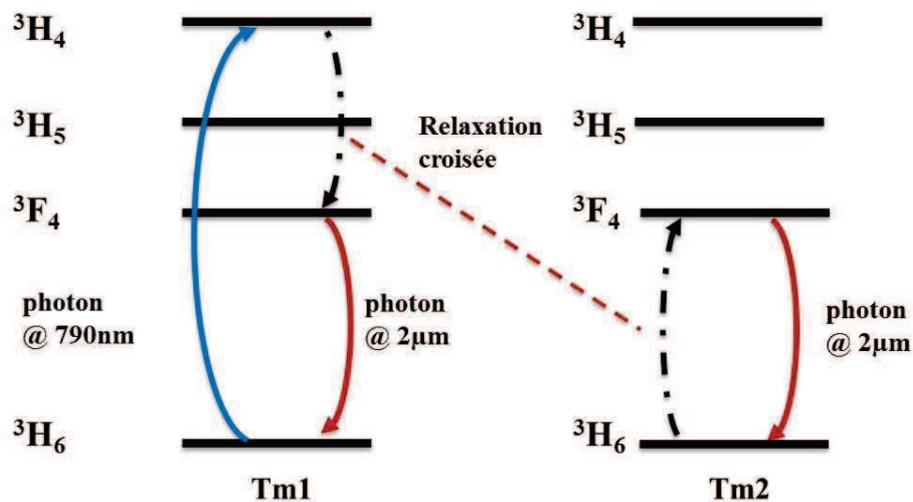


Figure 54: Phénomène de relaxation croisée recherché dans une fibre en silice dopée thulium, avec Tm1 et Tm2 deux ions thulium voisins.

Dans le but d'augmenter la probabilité de mise en place du phénomène de relaxation croisée dans la fibre, l'utilisation d'une concentration élevée en ions  $Tm^{3+}$  est indispensable. Par contre, si le co-dopage en ions  $Al^{3+}$  n'est pas suffisant (cf. paragraphe suivant), un dopage fort en ions  $Tm^{3+}$  peut amener à des phénomènes d'absorption parasites vers les états excités (ETU pour l'anglicisme « Energy Transfer Upconversion ») basés sur un transfert d'énergie entre une paire d'ions  $Tm^{3+}$ , réduisant ainsi l'efficacité laser de la fibre via

un dépeuplement du niveau  ${}^3F_4$ . Ces phénomènes d'absorption parasites peuvent être classés selon deux catégories notées ETU1 et ETU2 (cf. figure 55) [Jackson04, Jackson09].

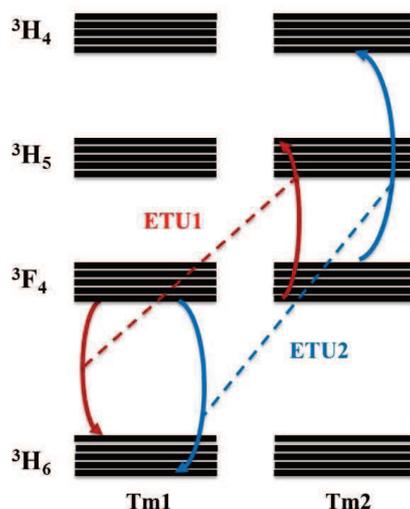


Figure 55: Phénomène d'absorption vers les états excités (ETU pour l'anglicisme « energy transfer upconversion ») entre deux ions  $Tm^{3+}$  voisins.

Pour la première catégorie, un photon émis par l'ion Tm1 lors de sa désexcitation du niveau  ${}^3F_4$  est absorbé par l'ion voisin Tm2 qui se trouve initialement dans l'état excité  ${}^3F_4$  et qui passe ainsi dans un état excité plus élevé ( ${}^3H_5$ ). Pour la seconde catégorie, le processus est similaire à la différence près que l'état énergétique final atteint par l'ion Tm2 est le niveau  ${}^3H_4$ . De plus, en regardant la différence énergétique,  $\Delta E = E(\text{initial}) - E(\text{final})$  pour chaque phénomène, on peut constater que le ETU1 est exothermique (fournie de chaleur) et le ETU2 est endothermique (absorbe de chaleur). D'où l'intérêt de refroidir la fibre pour réduire la génération du ETU2. De plus, certains phénomènes d'absorption supplémentaires vers des états excités permettent de générer des photons dans le bleu caractéristiques d'un pompage d'ions thulium [Firth10] mais synonymes de pertes de rendement du point de vue de l'émission laser recherchée à  $2\mu m$ .

## IV.2. Co-dopage du milieu à gain

Dans les fibres optiques, des dopants comme le germanium, le fluor, l'aluminium sont utilisés pour augmenter ou diminuer l'indice de réfraction du matériau hôte (fait de silice en général). Un deuxième rôle peut être joué par ces éléments surtout dans les fibres optiques fortement dopées par des ions de terres rares (un dopage fort permet d'avoir un gain important, donc de réduire la longueur de la fibre et repousser le seuil d'apparition des effets non linéaires). Certains de ces ions assurent en effet la solubilité du matériau actif et réduisent la formation d'agrégats [Arai86] qui diminuent l'efficacité laser de la fibre.

Dans le paragraphe précédent, on a vu comment l'efficacité laser des fibres dopées  $Tm^{3+}$  peut être améliorée en augmentant la probabilité de mise en place du phénomène de relaxation croisée dans le milieu à gain. Ce mécanisme dépend notamment de la quantité d'ions  $Tm^{3+}$  et de la distance entre ces ions. Pour cette raison, ajouter des co-dopants ( $Al^{3+}$  en général) peut favoriser la mise en place du processus de CR d'une part, et diminuer l'absorption vers les états excités d'autre part [Jackson04]. Un rapport  $Tm_2O_3 : Al_2O_3$  de 1:10 [Jackson03, Firth06] est généralement utilisé durant la synthèse du matériau actif constituant le cœur afin d'obtenir une bonne efficacité quantique. La première démonstration

expérimentale de CR dans des fibres optiques dopées  $Tm^{3+}$  a été faite par Hayward *et al.* en 2000, avec une efficacité de 46% pour une fibre dopée à hauteur de 2,2wt% en  $Tm_2O_3$  [Hayward00]. Quelques années plus tard, et en utilisant ce principe de co-dopage, l'efficacité de ces mêmes fibres a augmenté progressivement jusqu'à atteindre des valeurs comprises entre 60 et 70% [Moulton09, McComb10, Firth06]. Par contre, ces fibres ne sont pas toutes monomodes. Le fort dopage, en  $Tm_2O_3$  ou en  $Al_2O_3$  augmente en effet l'indice de réfraction du cœur, ce qui rend la fibre multimode pour des grands diamètres de cœur. D'où l'intérêt d'utiliser des architectures comprenant un piédestal afin de diminuer l'ouverture numérique du cœur. Au meilleur de notre connaissance, le dopage efficace le plus élevé en  $Tm_2O_3$  ayant été fabriqué est de 4wt.%.

### IV.3. Fabrication des fibres actives

La fabrication d'une fibre requiert une étape préalable de synthèse de la préforme pour laquelle plusieurs méthodes peuvent être employées. Dans les paragraphes suivants, nous allons présenter et discuter les principales méthodes utilisées pour la production des préformes. Au début, la méthode MCVD utilisée pour fabriquer des fibres passives est présentée. Ensuite, la combinaison de cette dernière avec le dopage en phase liquide afin de produire des préformes actives est montrée. Après, les méthodes de dopage par phase gazeuse et en forme poudre sont expliquées.

#### IV.3.1. Méthode MCVD

Cette méthode (illustrée dans la figure 56) consiste à utiliser les précurseurs des éléments chimiques (Si, Ge, F, B) en état liquide, sous une forme de chlorure,  $SiCl_4$  par exemple pour synthétiser de la silice pure. Ces derniers passent en état gazeux à température ambiante (ou légèrement supérieure). Un tube "support" en silice doit être installé horizontalement en rotation sur un tour à mors synchronisés au-dessus d'une flamme ou d'une source d'énergie (flamme pour MCVD, four pour FCVD, plasma pour PCVD...) elle-même en translation. Le chlorure de silicium est évaporé avec du dioxygène ( $O_2$ ) dans un bulleur, transporté à travers des tubes et injecté dans le tube "support" en silice. L'apport local de chaleur provoque alors la formation et le dépôt sur la face interne du tube de suies de silice. D'autres dopants comme le germanium, le fluor ou le bore peuvent être incorporés pour modifier les propriétés des suies de silice ainsi déposées. La concentration des dopants peut être gérée en contrôlant la vitesse et la quantité des gaz qui traversent les tubes de transport, formant ainsi et au fur et à mesure différentes couches de suies déposées les unes sur les autres, formant les prémices du profil d'indice recherché. Afin d'assurer la consolidation de ces différentes couches de suies, la température est alors progressivement augmentée de 1800 à 1900°C environ, c'est la consolidation des suies appelée également vitrification. Durant le processus, le tube est toujours mis en rotation et la flamme est déplacée tout le long du tube afin d'homogénéiser l'apport de chaleur. On augmente enfin la température progressivement jusqu'à 2000°C en appliquant éventuellement une légère dépression pour assurer le rétreint du tube et obtenir une préforme de silice dopée passivement, solide et homogène. Le reste de la réaction chimique, principalement  $Cl_2$  (produit toxique), est évacué vers un système de neutralisation externe.

Cette méthode est la plus utilisée pour fabriquer des fibres optiques passives. Pour les fibres qui sont utilisées dans le domaine des télécommunications par voie optique avec de très faibles pertes (autour de 0,2dB/km à 1550nm), il est nécessaire de minimiser la

teneur en ions OH, le système de chauffe à la flamme est donc préférentiellement remplacé par un four thermique ou un réacteur plasma selon le fabriquant.

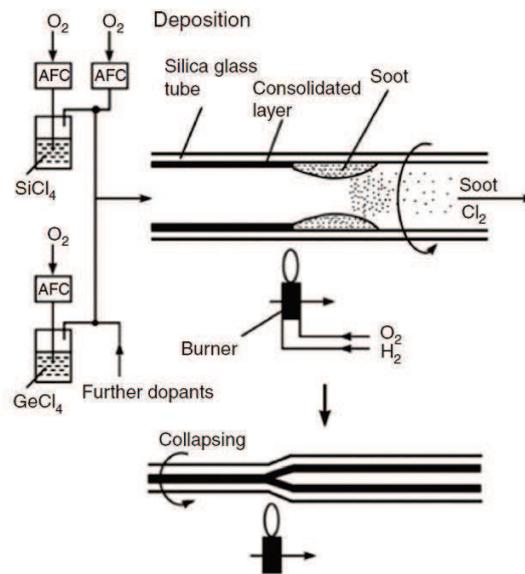


Figure 56 : Représentation schématique de la méthode MCVD, avec les différentes étapes de fabrication d'une préforme dopée passivement. Figure tirée de [Schuster14].

#### IV.3.1.1. Dopage par phase liquide (solutiondoping)

Les ions actifs utilisés pour former le milieu à gain d'une source laser à fibre sont en général les ions de terres rares comme l'ytterbium, l'erbium, le thulium et l'holmium. On ajoute communément un dopant passif tel que l'aluminium au milieu à gain ayant pour but d'éviter l'agrégation du matériau et d'améliorer son efficacité laser. Malheureusement, pour la plupart de ces éléments chimiques, un précurseur chloré qui s'évapore à température ambiante n'existe pas. Pour cela, une étape supplémentaire est ajoutée. On dépose alors des suies de silice pure puis on réalise un dopage des suies en phase liquide (contenant des ions de TR et d' $Al^{3+}$ ). Pour cela, la préforme est retirée du banc MCVD, remplie d'une solution alcoolique ou aqueuse contenant les dopants actifs, séchée puis vitrifiée. Cette opération est éventuellement répétée plusieurs fois pour augmenter les volumes de matière produite si nécessaire. La préforme est enfin rétreinte avant fibrage.

Avec cette méthode, une puissance émise autour de 300W à 2 $\mu$ m a été obtenue en régime continu par [Moulton09] avec une fibre de 25 $\mu$ m de diamètre de cœur (en ajoutant un piédestal afin de réduire l'ouverture numérique du cœur), une efficacité laser de 64% et une valeur de  $M^2$  inférieure à 1,2. La fabrication des fibres à large aire modale demande un contrôle d'indice de réfraction bien maîtrisé (ouverture numérique plus faible que 0,08). De plus, la concentration des ions change la valeur de l'indice de réfraction du milieu, donc le profil de dopage et d'éventuelles diffusions des dopants durant la synthèse de la fibre doivent être bien maîtrisés. Cette méthode possède plusieurs limitations comme la fluctuation de l'indice de réfraction. En particulier pour la méthode de dopage en phase liquide, la concentration de dopant est fortement dépendante de la porosité des suies déposées. Comme la méthode MCVD ne permet pas une bonne maîtrise de ce profil transverse et longitudinal de porosité, le profil d'indice de réfraction dans la préforme finale ne peut donc être maîtrisé qu'à  $10^{-3}$  près. De plus, la fabrication d'une préforme dopée avec un diamètre



supérieur à 2mm n'est pas possible en raison du manque de contrôle déjà évoqué. Ainsi, le niveau de dopage en ions TR est limité à 2mol% (12.3wt%) [Schuster14].

#### IV.3.1.2. Dopage par phase gazeuse

Afin de dépasser les limitations citées ci-dessus, une nouvelle technique de dopage a été proposée. Cette méthode consiste à doper le tube en silice par phase gazeuse en utilisant des précurseurs solides chauffés à une température entre 100 et 200°C (méthode utilisant des chélates) suivant les ions utilisés. Cette partie supplémentaire (cf. le cadre rouge sur la figure 57) est ajoutée à la méthode MCVD expliquée dans le paragraphe IV.3.1. Ensuite, les ions (en état gazeux) vont être transportés par des gaz porteurs à travers des lignes chaudes jusqu'au tube en silice mis sur le banc MCVD.

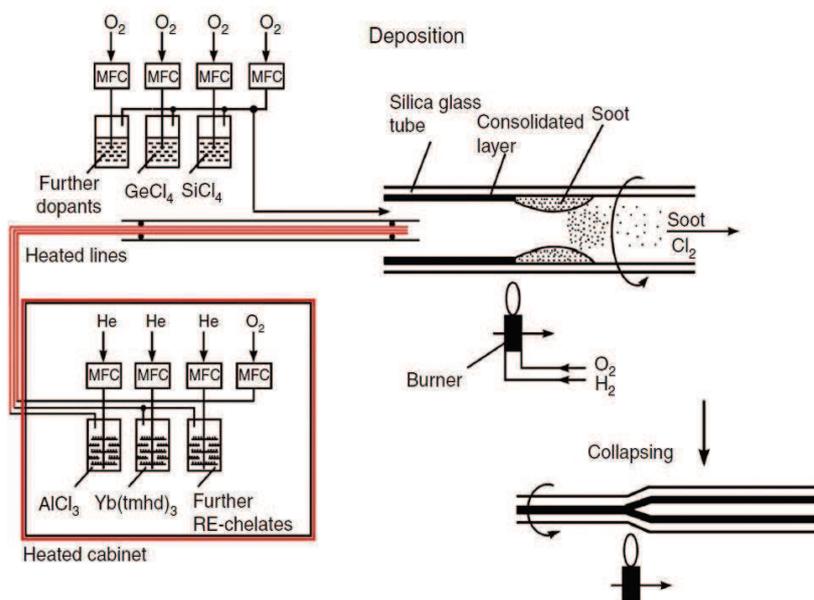


Figure 57 : Représentation schématique de la méthode Chélates, avec les différentes étapes de fabrication d'une préforme dopée activement. Figure tirée de [Schuster14].

Cette technique permet de fabriquer des préformes avec des diamètres plus grands que 3mm [Saha14]. De plus, la quantité de matière obtenue est plus importante (15g au lieu de 2g dans la méthode précédente du dopage en solution). Par contre, ce procédé reste une méthode récente utilisée pour la production des fibres actives et plusieurs paramètres doivent encore être optimisés afin d'en améliorer sa performance. Cette méthode est également compatible avec des procédés de synthèse dits externe (méthode OVD).

#### IV.3.2. Méthode poudre (REPUSIL)

La fabrication d'un matériau dopé en grand volume avec une excellente homogénéité et une maîtrise poussée de son indice de réfraction reste un défi pour la plupart des méthodes de synthèse des fibres dopées terres rares. Un dopage sous forme poudre a été montré en 2008 et en 2011 avec une fibre dopée ytterbium [Devautour09, Leich11]. Cette méthode est maîtrisée et brevetée par l'entreprise Heraeus Quarzglas<sup>3</sup> et l'IPHT<sup>4</sup> et par le groupe Silitec fibre (groupe Nextrum) et Xlim [Pedrido07].

<sup>3</sup> Heraeus Quarzglas : entreprise allemande reconnue internationalement pour la production de silice (pure ou dopée) avec une excellente qualité.

En partant d'une solution aqueuse contenant de l'aluminium et des ions de terres rares, une poudre de silice est dopée. La quantité de dopage finale du matériau est contrôlée en gérant la concentration dans la solution initiale et la quantité initiale de poudre. Ensuite, cette poudre est chauffée dans un four afin d'éliminer l'eau et certaines impuretés. Ensuite, la poudre est placée dans un cylindre inséré dans une presse isostatique. Après compression, la silice dopée est mise en forme par rectification cylindrique, formant ainsi un cylindre rigide. Ce dernier est alors mis à l'intérieur d'un tube en silice installé sur un banc MCVD pour être calciné, purifié, déshydraté, fritté et vitrifié dans le but d'obtenir une préforme en silice (active ou passive), complètement transparente (cf. figure 58). Enfin, il faut rectifier et polir la préforme pour extraire la partie dopée.

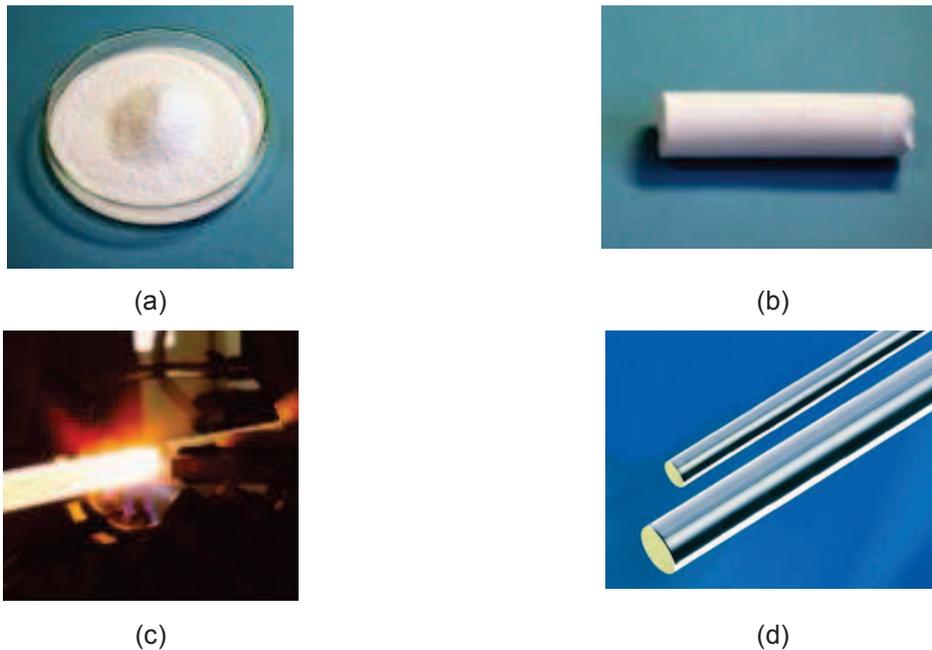


Figure 58 :Différentes étapes de fabrication d'une préforme de silice dopée activement par la méthode REPUSIL. (a) silice dopée sous forme de poudre, (b) compression de la poudre sous la forme d'un cylindre, (c) frittage et vitrification sur un banc MCVD et (d) image d'une préforme de silice dopée avec des ions terres rares fabriquée par cette méthode.

Cette méthode de synthèse offre la possibilité de fabriquer un grand volume de matériau à partir d'une seule fabrication (le diamètre des préformes obtenues peut être compris entre 10 et 30 mm pour une longueur de 10 à 20 cm) et avec une homogénéité d'indice de réfraction inférieure à  $10^{-4}$  [Schuster14]. Ce volume est environ 100 fois le volume de cœur dopé d'une préforme fabriquée par MCVD, et il est absolument indispensable pour prétendre fabriquer à terme de petites séries de fibres laser à très grands cœurs dopés. En utilisant par ailleurs une méthode d'assemblage, il nous permet de contrôler plus facilement l'indice de réfraction, surtout dans les fibres microstructurées.

En 2008, une première fibre dopée ytterbium fabriquée par cette méthode a montré une très bonne efficacité (74%) avec des pertes de fond de 0,8 dB/m [Devautour09]. Ensuite,

<sup>4</sup> IPHT : Institute of Photonic Technology, laboratoire de recherche situé à Jena en Allemagne. Les équipes de recherche de l'IPHT s'intéressent notamment à la fabrication et à la caractérisation des lasers à fibres pour différents domaines d'applications.

ces performances ont été optimisées en 2011, avec une efficacité de 80% et des niveaux de pertes de fond très raisonnables (20dB/km à 1200nm). Cette fibre, utilisée dans une configuration laser, a permis d'extraire une puissance dépassant 200W [Leich11]. Ces derniers résultats concordent très bien avec ceux obtenus avec des fibres fabriquées par les méthodes conventionnelles type CVD.

Nous comptons donc utiliser cette méthode de synthèse pour concevoir nos fibres FA-LPF à très large aire modale dopées thulium. Cependant, avant de concevoir des architectures complexes de fibres, il est utile de valider la composition du matériau actif conduisant à une efficacité optimale via le processus de relaxation croisée. Pour ce faire, nous avons donc commencé par fabriquer des fibres à saut d'indice dopées thulium afin de valider le matériau de cœur. Le bilan de ce travail va être présenté dans les prochains paragraphes. Une première fabrication (en 2012) d'une fibre avec un diamètre de cœur de  $9\mu\text{m}$  avait donné une efficacité de 43% (Fib1). Ensuite, durant ma thèse, j'ai effectué un séjour scientifique à l'IPHT (Jena, Allemagne) dans le cadre d'une STSM (« Short Term Scientific Mission ») financé par le COST MP1401 (intitulé "Advance Fiber Laser and Coherent Source as Tools for Society, Manufacturing and Life science") afin de connaître les avantages et les limitations de la méthode REPUSIL. En comparant avec la Fib1, le but était de fabriquer une nouvelle fibre dopée thulium avec une composition différente pour augmenter l'efficacité laser et avec un cœur plus grand afin d'obtenir un MFA plus large.

#### **IV.3.3. Fabrication d'une TDF par la méthode REPUSIL**

Au début de l'année 2012, une première fibre dopée thulium (TDF pour Thulium Doped Fiber) a été fabriquée en utilisant la méthode poudre. La préforme formant le cœur de cette fibre est composée de 0,3mol% de  $\text{Tm}_2\text{O}_3$  et de 3mol% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Cette composition permet d'avoir un ratio  $\text{Tm}^{3+}/\text{Al}^{3+}$ , avec une unité de concentration en poids% (wt%), conformément aux usages de la communauté scientifique internationale, de 1:2,7. Comme il s'agissait d'une nouvelle méthode de fabrication et que les paramètres de synthèse n'étaient pas encore très bien maîtrisés (surtout dans le cas du thulium), l'idée était de commencer par des niveaux de concentration en ions thulium et aluminium assez modérés pour ne pas rencontrer des problèmes de cristallisation pendant la fabrication, et donc de créer des pertes supplémentaires dans notre fibre (à titre indicatif, au cours des fabrications réalisées pendant ma thèse, des cristaux ont été générés à cause de la séparation de phase d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  quand la concentration a dépassé 6mol%). Cette fibre finale (nommée Fib1) a été tirée avec un diamètre de cœur de  $9\mu\text{m}$  et une gaine en forme de D ( $122\mu\text{m} \times 149\mu\text{m}$ ), afin d'améliorer l'absorption de la pompe. La section transversale de la fibre est montrée dans la figure 59.a. Le profil d'indice de réfraction illustré dans la figure 59.b montre une différence d'indice entre le cœur et la gaine de  $10 \times 10^{-3}$ . Cette fibre a une efficacité de 43% (en calculant la pente de la droite liant la puissance émise à la puissance de pompe absorbée, une fois le seuil laser dépassé). Une valeur légèrement supérieure à la limite théorique de 40%, ce qui montre qu'avec la composition utilisée pour former le milieu à gain, le phénomène de relaxation croisée commence à être présent dans le cœur [Dauliat12].

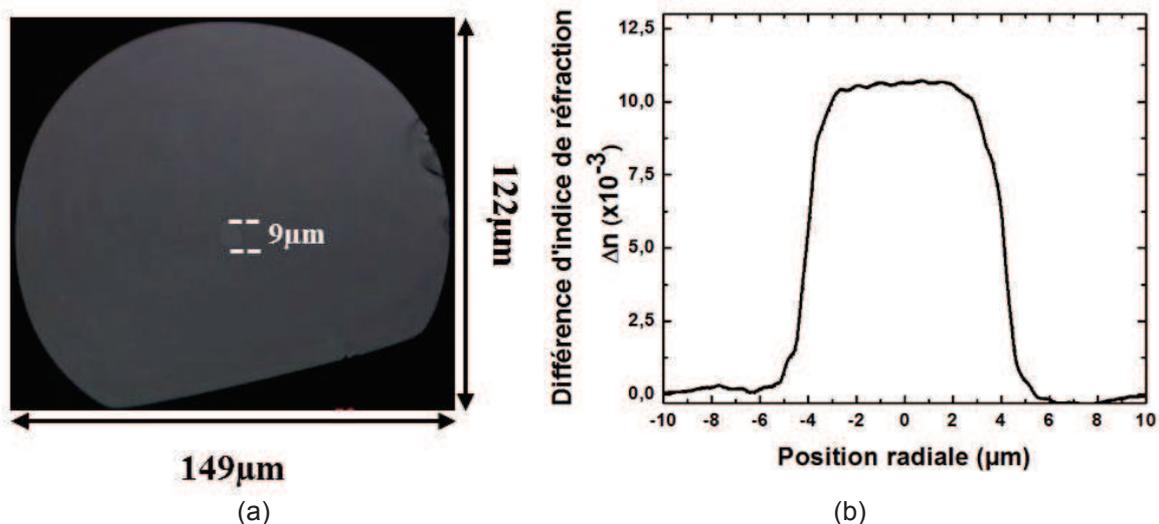


Figure 59 : (a) Image microscopique de la section transverse de la fibre Fib1, et (b) le profil d'indice de réfraction de cette fibre.

#### IV.3.4. Première TDF à grande aire modale fabriquée par la méthode REPUSIL

L'apparition des effets non linéaires limite la montée en puissance dans les lasers à fibre. Une des solutions efficaces pour repousser le seuil d'apparition de ces effets est d'augmenter le diamètre du cœur de la fibre. Pour cette raison, une fibre à large aire modale a été étirée. La préforme formant le milieu à gain de cette fibre a été fabriquée par la méthode REPUSIL avec une concentration de  $Tm_2O_3/Al_2O_3$  de 0,3mol% / 6mol%. Le ratio  $Tm^{3+}:Al^{3+}$  a été augmenté jusqu'à 1:5,2 dans ce cas afin de mettre en évidence l'importance de la concentration des ions aluminium sur l'efficacité laser. De plus, pour fabriquer une fibre à grande aire modale en conservant une émission monomode, un piédestal a été ajouté. Pour cela une préforme passive de silice dopée  $Al^{3+}$  a été fabriquée avec une concentration d'aluminium de 6mol%.

Pour obtenir notre fibre, une canne de la préforme active a été utilisée (canne rouge dans la figure 60.a.). Cette canne a été entourée par sept cannes dopées passivement (représentées en bleu dans la figure 60.a). Ces cannes passives vont former la partie appelée "piédestal" dans la fibre finale, ce qui permettra de diminuer l'ouverture numérique du cœur afin d'obtenir une émission monomode. Ensuite, l'assemblage de ces huit cannes a été placé dans un tube en silice pure en forme de D, afin d'améliorer l'absorption de la pompe. Après, la fibre (nommée Fib2) a été étirée avec un diamètre de cœur de 18μm, un piédestal de diamètre 53,5μm, et une gaine en silice pure dont les dimensions min/max sont 221μm/289μm. De plus, un polymère bas indice a été ajouté autour de la silice pure dans le but de confiner la pompe et protéger mécaniquement la fibre. Ce polymère assure une ouverture numérique de 0,48 à 790nm. L'image microscopique de la section transverse avec les différentes dimensions de la fibre est représentée sur la figure 60.b. Dans la figure 60.b, nous pouvons remarquer que le cœur n'est pas circulaire mais a une forme d'étoile. Ceci est dû à la différence de la température de fusion des matériaux formants le cœur et le piédestal. Cette température étant moins élevée dans le milieu contenant les ions terres rares, il s'avère qu'au cours du fibrage et plus spécifiquement du passage dans le four le matériau de cœur remplit les interstices d'air l'entourant du fait de l'assemblage.

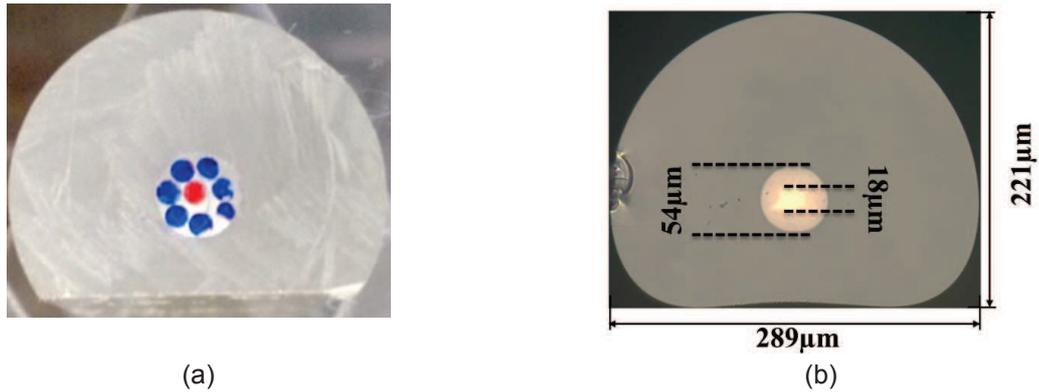


Figure 60 : (a) Assemblage des cannes : en rouge la canne dopée  $Tm^{3+}/Al^{3+}$ , en bleu les cannes dopées  $Al^{3+}$  et en blanc le tube de maintien fait en silice pure. (b) Une image microscopique de la section transverse de la fibre Fib2 étirée. Les différentes dimensions sont précisées. Dans cette image le polymère bas indice n'est pas visible.

Une mesure du profil d'indice de réfraction de cette fibre a été réalisée. Le profil obtenu est montré dans la figure 61. D'après cette figure, la différence d'indice de réfraction entre le cœur et le piédestal est de  $2 \times 10^{-3}$ . Cette valeur est équivalente à une ouverture numérique du cœur de 0,07 à  $2 \mu m$ . En se basant sur cette valeur d'ouverture numérique, la valeur de la fréquence spatiale normalisée calculée pour le cœur entouré de la première gaine constituant le piédestal est de 2,1 à  $2 \mu m$ . Donc théoriquement, notre fibre est monomode.

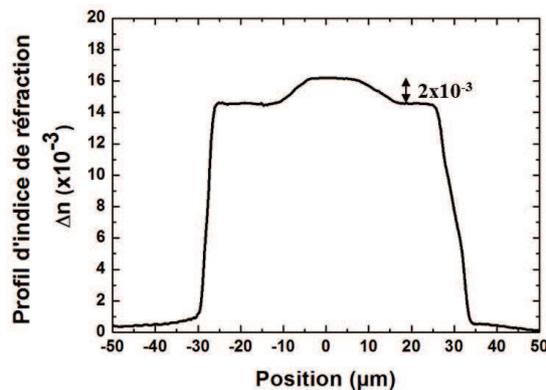


Figure 61 : Profil d'indice de réfraction de la fibre Fib2. Une différence d'indice entre le cœur et le piédestal de  $2 \times 10^{-3}$  est obtenue.

Pour mesurer le spectre d'absorption de cette fibre, la méthode du cut-back a été utilisée. Une source de lumière blanche (lampe halogène) et un analyseur de spectre optique ont été utilisés pour effectuer cette mesure dans une bande de longueurs d'onde comprises entre 450 et 1750nm. La lumière a été injectée dans la gaine externe (entourant le piédestal) afin d'être dans une configuration proche de celle du montage laser. Le résultat est représenté dans la figure 62. Dans cette figure, les niveaux d'énergie correspondants à chaque bande d'absorption sont ajoutés. Les longueurs d'onde d'absorption de cette fibre sont en accord avec la section efficace d'absorption des fibres dopées thulium fabriquées par la méthode MCVD conventionnelle représentée dans la figure 53. Le pic d'absorption le plus fort est localisé à une longueur d'onde autour de 790nm. L'absorption gaine de la fibre à cette longueur d'onde est de 3,3dB/m. Les niveaux de pertes de fond obtenus sont de 15dB/km autour de 930nm et 50dB/km à 1335nm.

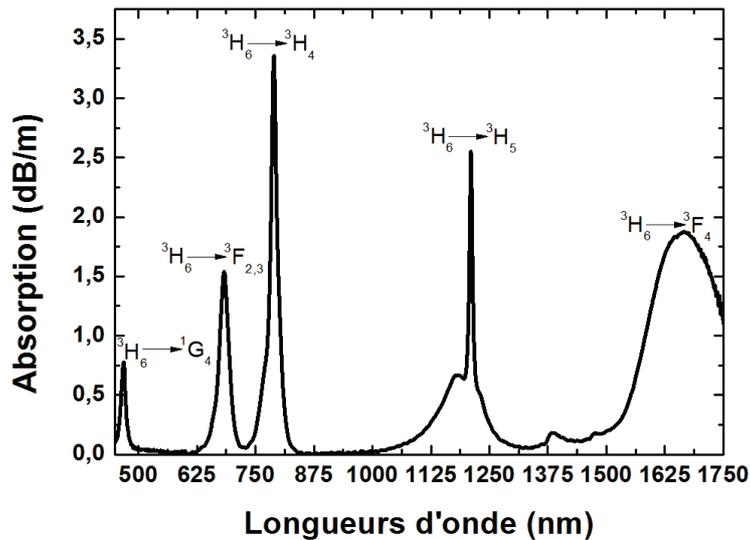


Figure 62: spectre d'absorption de la fibre Fib2.

Pour avoir plus d'informations sur les propriétés spectroscopiques de cette fibre, un banc expérimental a été monté pour mesurer le temps de vie des ions thulium. Dans ce montage expérimental (schématisé dans la figure 63), une diode laser fibrée monomode à 790nm émettant une puissance moyenne maximale de 250mW a été utilisée. La fréquence et la durée du signal délivré par cette diode sont contrôlées par un générateur à basse fréquence (GBF). Ensuite, la sortie fibrée de la diode de pompe a été soudée à un échantillon de la fibre Fib2 ayant une longueur de 4cm. Cette courte longueur a été choisie pour ne pas avoir une émission laser, qui fausserait la mesure. En effet la mesure du temps de vie du niveau  ${}^3F_4$  doit être faite en favorisant les photons émis spontanément car l'émission stimulée provoque la désexcitation très rapide du niveau  ${}^3F_4$  vers l'état fondamental. Après filtrage de la pompe résiduelle, l'émission spontanée à  $2\mu\text{m}$  est envoyée vers une photodiode en utilisant un miroir dichroïque (M) pour séparer la longueur d'onde de pompe (en rose) de la longueur d'onde de signal (en rouge). Le signal optique détecté par la photodiode est envoyé ensuite sous forme d'un signal électrique vers un oscilloscope. La bande passante de la photodiode est de 100Mhz (10ns).

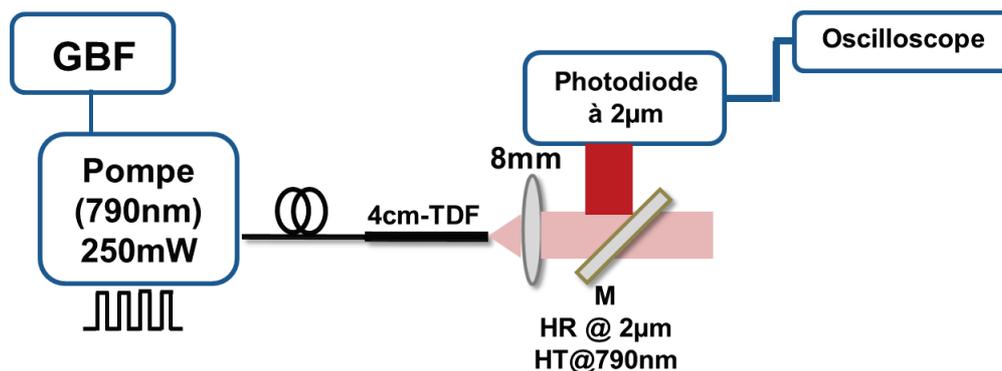


Figure 63: Représentation schématique du montage expérimental de mesure du temps de vie. GBF est un générateur à basse fréquence. TDF est un échantillon de 4cm de la fibre dopée thulium sous test. M est un miroir dichroïque complètement réfléchissant à  $2\mu\text{m}$  et complètement transparent à 790nm. L'émission spontanée, envoyée vers une photodiode et visualisée sur un oscilloscope, est marquée en rouge.

La durée du signal envoyé par le GBF a été fixée à 1ms avec une fréquence de répétition de 80Hz (période de 12,5ms). L'intensité détectée par l'oscilloscope a été normalisée et tracée dans la figure 64. Quand la puissance de pompe est coupée, l'intensité détectée décroît exponentiellement. Théoriquement, le temps qui correspond à une diminution d'intensité de  $1/e$  représente le temps de vie de l'ion thulium du niveau  $^3F_4$ . Dans notre cas, la valeur obtenue est de 530 $\mu$ s. Généralement, les valeurs obtenues dans des fibres dopées  $Tm_2O_3/Al_2O_3$  fabriquées par la méthode MCVD pour une concentration d' $Al_2O_3$  entre 5,4mol% et 9mol% sont entre 447 et 573 $\mu$ s [Simpson08]. La concentration en  $Al_2O_3$  dans notre fibre fabriquée par la méthode REPUSIL est de 6mol%, donc une valeur de temps de vie de 530 $\mu$ s concorde bien avec les résultats obtenus avec la méthode de fabrication conventionnelle.

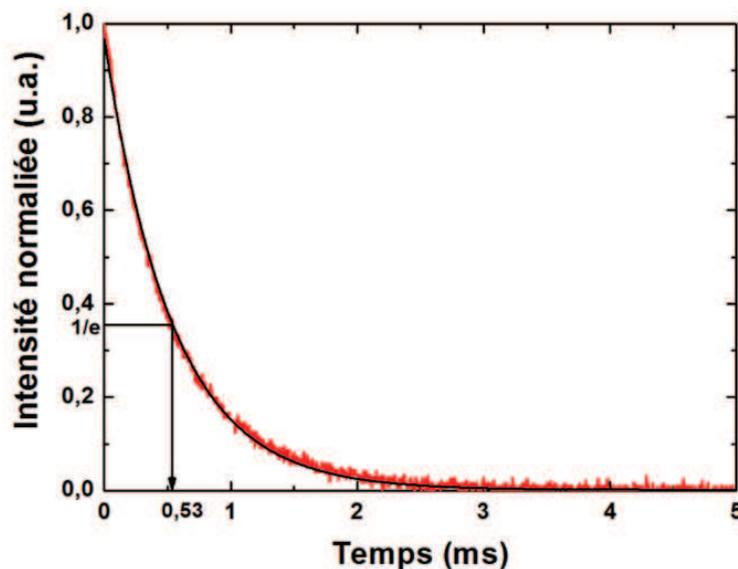


Figure 64 : Mesure du temps de vie des ions thulium sur le niveau  $^3F_4$  dans la fibre Fib2. Les points de mesure sont représentés en rouge, et l'ajustement exponentiel de la courbe est en noir.

Pour caractériser la fibre Fib2 en cavité laser, un tronçon de 4,5m a été utilisé dans une cavité laser simple (figure 65). Les deux faces ont été préparées avec un angle droit ( $0^\circ$ ). Pour réaliser le test, une diode laser fibrée ( $\Phi = 100\mu m$ ,  $ON = 0,22$ ) multimode émettant à 790nm a été utilisée. Ensuite, un couple de lentilles de 8mm de distance focale image a été utilisé pour coupler la pompe dans la gaine en silice pure de la fibre. Deux miroirs dichroïques, M1 et M2, qui sont revêtus de façon à réfléchir complètement la lumière à  $2\mu m$  et à transmettre à les rayonnements à 790nm, sont aussi utilisés. M2 a été mis en quasi-contact avec la face de la fibre (mais sans contact, pour ne pas endommager ni la face de la fibre, ni la face du miroir) en formant un angle de  $0^\circ$  avec l'axe de propagation de la lumière. Par contre, M1 est placé entre le couple de lentilles avec un angle de  $22,5^\circ$  afin de réfléchir la lumière émise à  $2\mu m$  à un angle de  $45^\circ$ . Les puissance-mètres PM1 et PM2 permettent de mesurer la puissance de signal émis (ligne rouge dans la figure 65) et la puissance de pompe résiduelle (partie rouge claire) respectivement. Une lame de verre en forme de coin (wedge) avec un angle de  $10^\circ$  a été ajouté sur le trajet du faisceau laser émis pour séparer le signal laser et l'envoyer également vers une caméra pyroélectrique (Pyrocam III) afin d'observer le faisceau émis et aussi vers un analyseur de spectre optique (Yokogawa AQ6375 1200-2400nm) afin de visualiser le spectre du laser émis. La cavité laser est formée par la réflexion 100% du M2 et le 4% du coefficient de Fresnel sur la face d'entrée de la fibre.

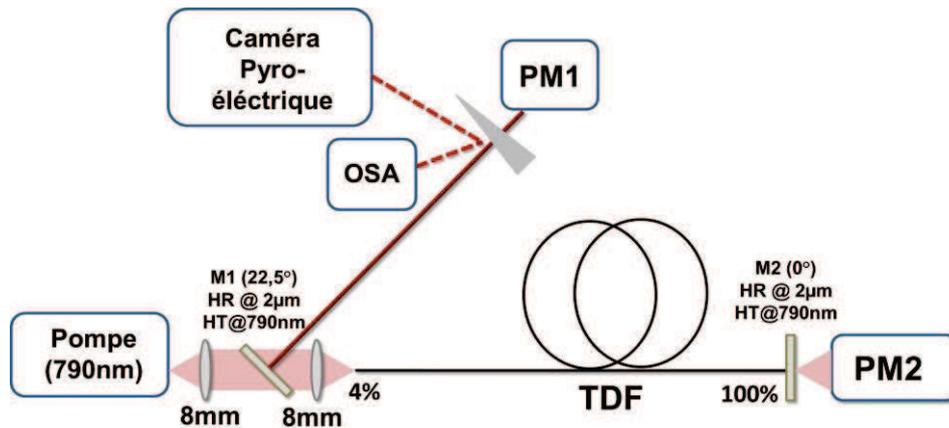


Figure 65 : Représentation schématique du montage expérimental utilisé pour caractériser la fibre Fib2. M1 et M2 sont deux miroirs dichroïques complètement réfléchissants à 2µm et complètement transparents à 790nm. PM1 et PM2 sont deux puissance-mètres, et OSA est un analyseur de spectre optique.

Dans ces conditions de mesure, une puissance maximale de 7,54W est obtenue avec un seuil laser de 4,2W. Avec cette longueur de fibre, la puissance de pompe injectée n'est pas complètement absorbée. Pour une puissance de pompe injectée maximale de 21,7W, une puissance de pompe résiduelle 0,981W a été mesurée par PM2. Pour cette raison, la puissance émise est tracée en fonction de la puissance absorbée. Cette dernière est la différence entre la puissance injectée et la puissance de pompe résiduelle. De plus, la puissance injectée a été mesurée sur un échantillon de 10cm de fibre. La pente d'efficacité de cette fibre est de 47,7% à température ambiante (ligne noire en pointillée dans la figure 66).

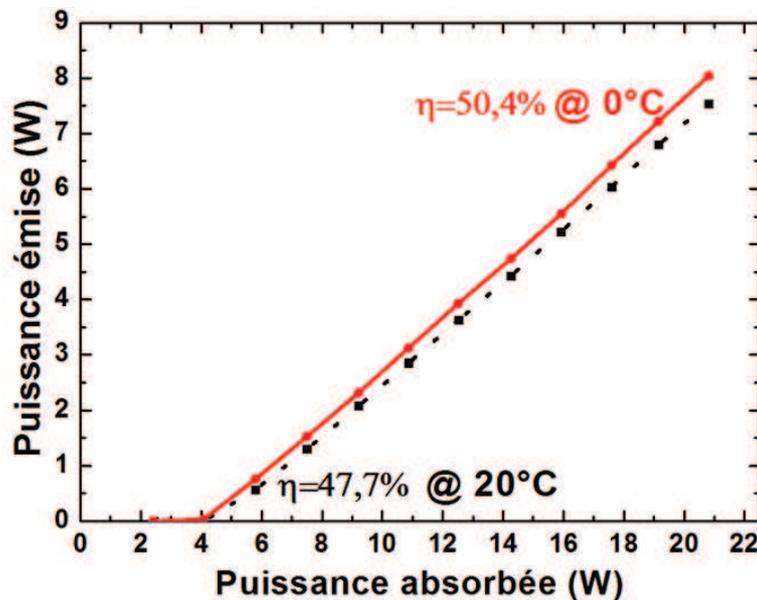


Figure 66 : Evolution de la puissance émise avec la puissance absorbée dans un tronçon de 4,5m de la fibre Fib2. La ligne noire en pointillée représente les résultats obtenus à une température de 20°C, et la ligne rouge en continue représente ceux à 0°C. L'efficacité de la fibre à chaque température est montrée.

Ce résultat montre qu'utiliser un matériau plus concentré en  $Al^{3+}$  favorise la mise en place du phénomène de relaxation croisée dans le milieu à gain, et par conséquent

augmente l'efficacité quantique (et laser) de la fibre. Ensuite, comme la distribution des électrons sur les niveaux énergétiques, et par conséquent les sections efficaces d'absorption et d'émission, dépend de la température du milieu, un système de refroidissement « fait maison » permettant de diminuer la température de 20°C jusqu'à 0°C a été ajouté autour de la fibre. Les valeurs de température affichées ici sont obtenues en utilisant un thermocouple mis en contact avec le polymère bas indice de la fibre. Dans ce cas de la plus basse température mesurée (0°C), la puissance émise a augmenté jusqu'à 8W. La pente d'efficacité a quant à elle augmentée jusqu'à 50,4% (représentée en ligne rouge continue dans la figure 66). Autrement dit une augmentation de la pente d'efficacité de 2,7% a été obtenue en refroidissant la fibre. Cette valeur est aussi en accord avec la valeur obtenue dans d'autres fibres thulium fabriquées par les méthodes conventionnelles CVD [Modsching11].

Des résultats plus détaillés sur la variation de la puissance et de l'efficacité en fonction de la température sont présentés dans la figure 67. Dans ce graphe, les mesures sont réalisées tous les 5°C et montrent une diminution de l'efficacité laser de 0,135%/°C (ligne noire continue). De la même façon, la puissance émise diminue progressivement avec l'augmentation de température de 40mW/°C (ligne bleue en pointillée). L'augmentation en puissance émise en diminuant la température est due, d'une part à l'augmentation de la valeur de section efficace d'émission à la longueur d'onde de pompe lorsque la température diminue et d'autre part, à la diminution de la probabilité du phénomène d'absorption par état excité ETU2.

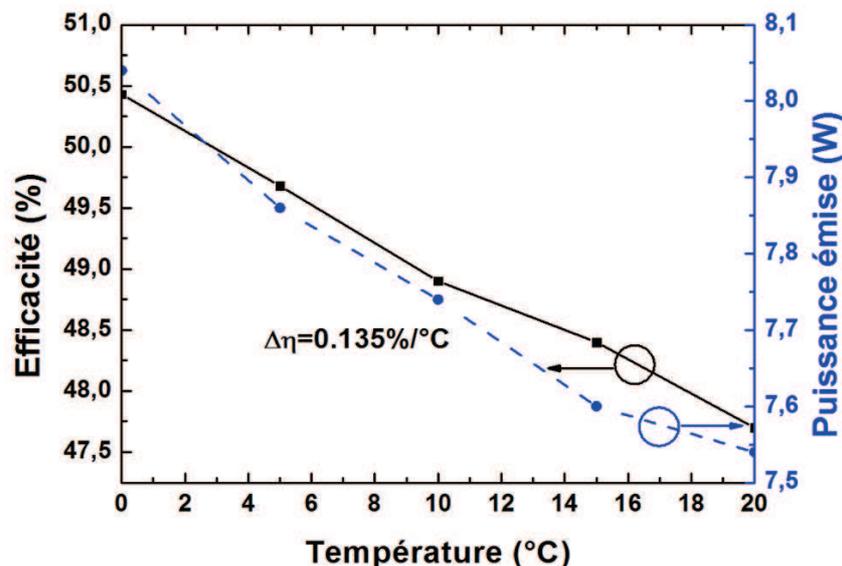


Figure 67 : Variation de l'efficacité (en noir) et de la puissance émise (en bleu) avec la température. La mesure est faite pour un pas de 5°C.

Le spectre émis par cette fibre, représenté dans la figure 68, montre une émission spontanée amplifiée (ASE) qui s'étale de 1800nm jusqu'à 2070nm avec plusieurs pics laser autour de 1975nm. Il faut noter que les différents pics laser obtenus sont dus à l'absence d'un filtrage spectral dans la cavité (via un réseau de Bragg fibré ou volumineux par exemple) qui imposerait l'émission à une seule longueur d'onde. Au contraire, c'est le fort gain de la fibre qui permet d'obtenir cette émission laser multi-pics.

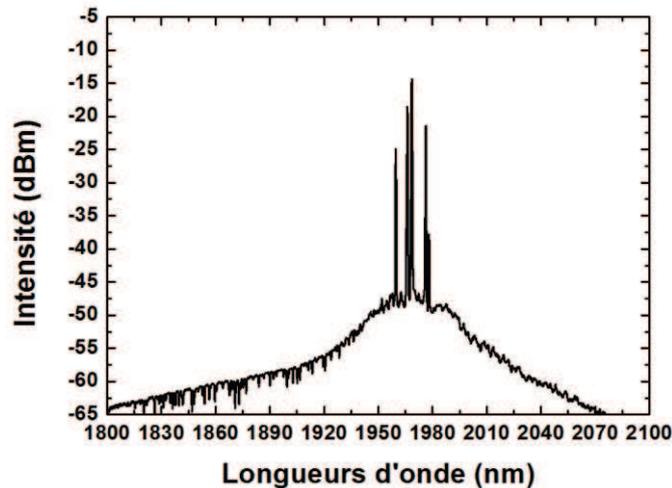


Figure 68 : Spectre mesuré en sortie de la fibre Fib2 sous test. L'émission spontanée amplifiée couvre une bande de longueurs d'onde allant de 1800 jusqu'à 2070nm. L'émission laser est obtenue autour de 1975nm.

La qualité du faisceau émis dépend du nombre de modes guidés dans le cœur de la fibre. Théoriquement, notre fibre doit être monomode à 2 $\mu$ m car elle possède une fréquence spatiale normalisée valant 2,1. Afin de vérifier expérimentalement l'émission unique du mode fondamental, la méthode de mesure  $M^2$  a été utilisée. Cette méthode compare la divergence réelle du faisceau émis ( $\theta$ ) à celle d'un faisceau parfaitement gaussien ( $\theta_0$ ). L'équation 4.1 montre qu'un faisceau parfaitement gaussien possède une valeur de  $M^2$  de 1. Pour un faisceau émis par une fibre optique (la distribution du champ du mode fondamental est une fonction de Bessel), la valeur théorique minimale est 1,08. Du fait des imprécisions de mesure, on considère généralement que le faisceau est monomode quand la valeur de  $M^2$  est comprise entre 1 et 1,2.

$$\theta = M^2 \frac{\lambda}{\pi \omega_0} = M^2 \theta_0 \quad (4.1)$$

Où  $\lambda$  est la longueur d'onde du travail, et  $\omega_0$  est le rayon du faisceau.

Notre fibre possède un MFD (mesuré et calculé en utilisant COMSOL Multiphysics) de 21 $\mu$ m, équivalent à un MFA de 346 $\mu$ m<sup>2</sup> à  $\lambda = 2\mu$ m. Pour étudier la qualité du faisceau émis par la méthode  $M^2$ , une lentille de distance focale image de 150mm a été ajoutée sur le trajet du faisceau laser à 2 $\mu$ m qui est collimaté (largeur de 1mm) et réfléchi par le miroir M1 dans la figure 65. Ce faisceau est représenté en rouge dans la figure 69. Après son passage par la lentille, ce faisceau se focalise puis diverge progressivement en s'éloignant du point focal. La taille du faisceau a été mesurée sur plusieurs points en déplaçant la caméra Pyrocam III avec un pas de 1cm. Les différents points mesurés, à une puissance laser émise de 1W, sont illustrés dans la figure 70. La mesure a été faite sur les deux axes orthogonaux notés x (carrés en noir) et y (cercles en rouge). Sur les deux axes, le rayon du faisceau le plus petit se trouve autour de la distance focale image de la lentille.

Pour calculer la valeur de  $M^2$ , les différents points de mesure sont ajustés en utilisant l'équation 4.2. Dans ce cas, des valeurs de  $M^2$  de 1,06 et 1,08 sont obtenues suivant les axes x (courbe en noire) et y (courbe en rouge) respectivement sachant que l'imprécision de mesure est évaluée à  $\pm 0,05$ . La différence entre les deux courbes peut être due à une imprécision d'alignement ou à la géométrie du cœur qui n'est pas parfaitement circulaire

comme expliquée précédemment. Cette mesure a été faite à 1W mais aucune dégradation du faisceau n'a été remarquée en observant la distribution d'intensité du faisceau émis en champ proche à la plus haute puissance émise (en insertion dans la figure 70). Tous ces résultats montrent que la fibre à grande aire modale, avec un cœur de 18 $\mu\text{m}$ , est monomode.

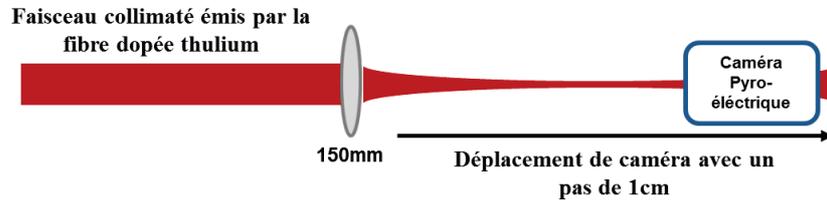


Figure 69 : Schéma représentatif de la méthode de mesure  $M^2$ .

$$\omega(z)^2 = \omega_0^2 + M^4 \left( \frac{\lambda}{\pi \omega_0} \right)^2 (Z - Z_0)^2 \quad (4.2)$$

où  $\omega_0$  est le rayon du faisceau à la distance focale image de la lentille et  $Z_0$  est la distance focale image de la lentille.

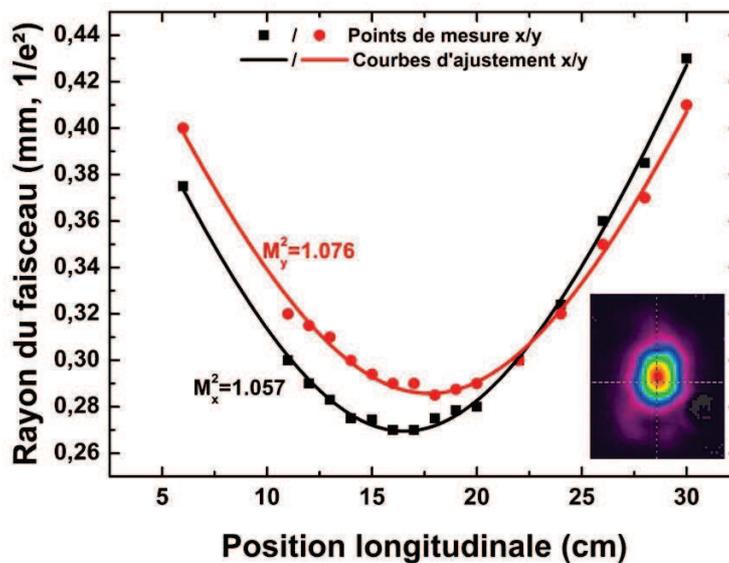


Figure 70 : Points de mesure obtenus du rayon du faisceau laser focalisé suivant les deux axes, x (en noir) et y (en rouge), pour une puissance signal de 1W, en déplaçant la caméra. L'ajustement de ces points est représenté en lignes continues. En insertion, la distribution d'intensité du faisceau émis en champ proche à une puissance émise de 8W.

Il faut noter que d'autres fibres à saut d'indice et à piédestal avec des compositions chimiques différentes pour le milieu à gain ont été fabriquées. Ces fibres étaient plus concentrées en  $\text{Tm}^{3+}$  et/ou en  $\text{Al}^{3+}$  afin d'essayer d'augmenter l'efficacité laser de la fibre. Malheureusement, on a remarqué que la probabilité de création de cristaux (d'où des pertes de fond supplémentaires) augmente avec l'accroissement des concentrations de ces ions. De plus, le contrôle du profil d'indice de réfraction devient de plus en plus difficile quand le niveau de dopage est plus important. Donc on n'a pas réussi à améliorer l'efficacité laser dans ces fibres à cause de ces deux difficultés.

#### IV.4. Conclusion

Dans ce chapitre une fibre à grande aire modale (MFA de  $346\mu\text{m}^2$ ) avec une excellente qualité de faisceau émis ( $M^2 < 1,1$ ) et une bonne efficacité (50% à  $0^\circ\text{C}$ ) a été fabriquée. Le cœur de cette fibre est composé de 0,3mol% de  $\text{Tm}_2\text{O}_3$  et de 6mol% d'  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Par contre, à cause des problèmes (pertes de fond, diffusion des matériaux et du contrôle de l'indice de réfraction) rencontrés en utilisant une concentration plus élevée en  $\text{Al}^{3+}$ , la composition de la fibre Fib1 (0,3mol% de  $\text{Tm}_2\text{O}_3$  et 3mol% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) a été choisie pour former le milieu à gain de la fibre complètement aperiodique, afin de réduire le risque d'obtenir des cristaux et pour contrôler très finement l'indice de réfraction. Donc, il y a une grande chance que cette fibre présente une faible efficacité mais le contrôle de l'indice de réfraction avec cette composition sera plus facile.

