

# Développements de fibres optiques fonctionnalisées par le procédé « powder in tube »

Dr. Georges HUMBERT, Dr. Jean-Louis Auguste

---

2<sup>EME</sup> JOURNÉE THÉMATIQUE DU CLUB  
FIBRES OPTIQUES ET RÉSEAUX  
DE LA SFO

---

LES CAPTEURS ET L'INSTRUMENTATION À FIBRES OPTIQUES

---

Introduction du procédé « powder in tube »

Fibres optiques fonctionnalisées pour la détection d'hydrogène

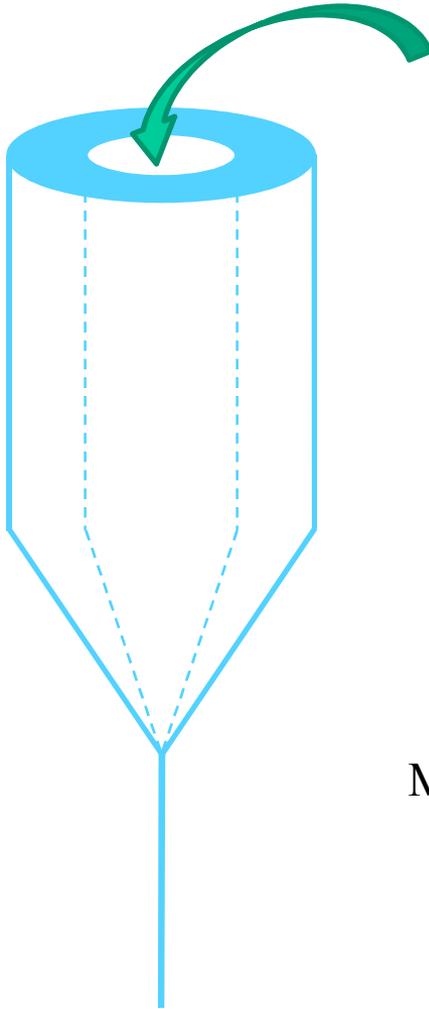
Développement d'une plateforme pour réaliser des fibres optiques fonctionnalisées à maintien de polarisation

## Procédé "Powder in tube"

L. G. Van Uitert, *et al.*, Mat.Res. Bull. (1973)

### Matériaux sous forme de poudre

(ex. Semiconductor powder Ballato *et. al*; AO 1995)



- ◆ **Large pertes optiques (scattering)**
- ◆ Procédé « flexible »
- ◆ Faible cout de fabrication
- ◆ Procédé « facile » à réaliser

Moins de contraintes sur les propriétés thermo-mécaniques  
du matériau du cœur (poudre) / tube (silice)

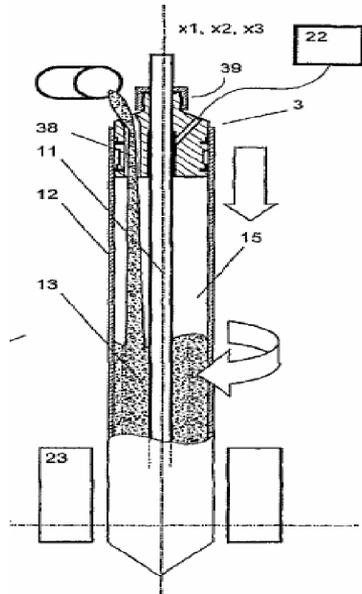
$$(Tg_{\text{poudre}} \leq Tg_{\text{tube}})$$

# Amélioration du procédé « Powder in tube »

Université de Bern et la société Silitec Fibers SA Company

Core: MCVD preform

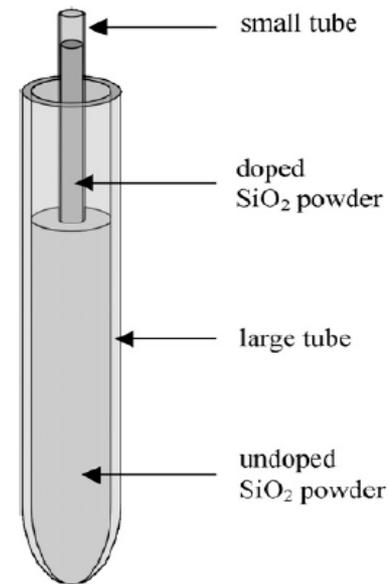
Cladding: SiO<sub>2</sub> powder



*Pedrido et al, Brevet WO102947, 2005*

Core: doped SiO<sub>2</sub> powder

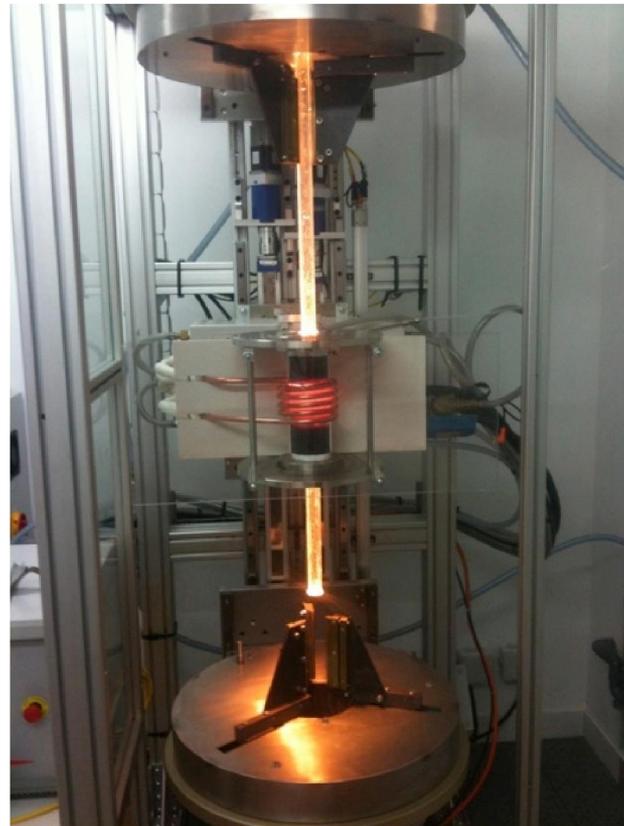
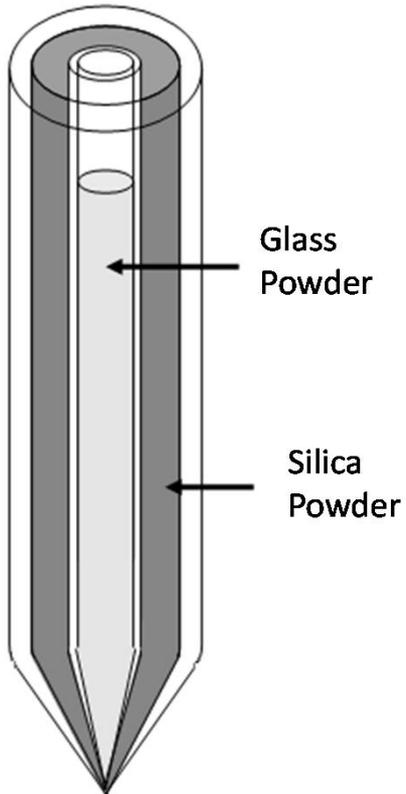
Cladding: undoped SiO<sub>2</sub> powder



*Optical Materials, 2007, Vol.29, p919-p922.*

# Procédé « Powder in tube » à XLIM

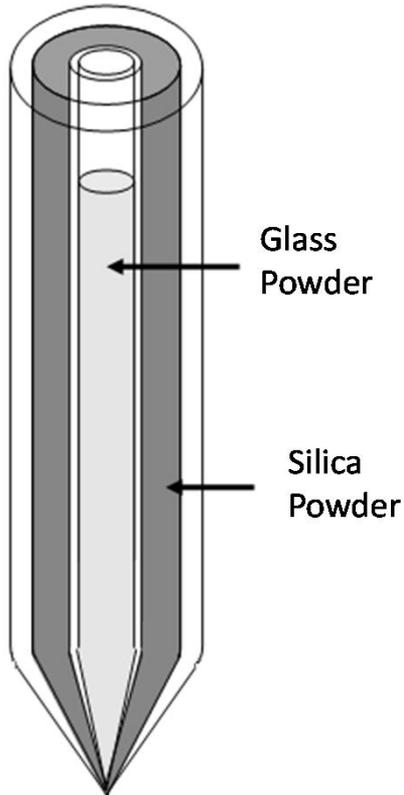
Procédé développé à XLIM depuis 2007  
par Jean-Louis Auguste  
Collaboration avec Silitec Fibers SA Company



Banc de consolidation



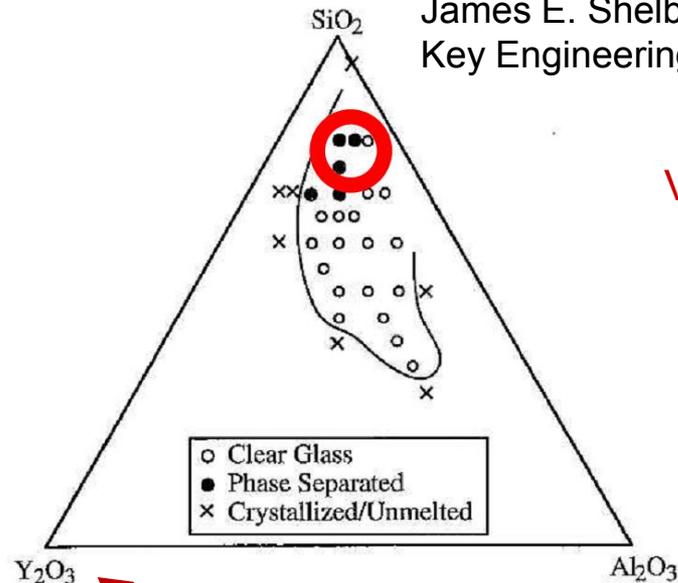
Procédé qui offre plus de « flexibilités »



- ◆ **Utilisation de différents verres**
- ◆ **Compatible avec d'autres procédés (stack and draw)**
- ◆ **Utilisation de métaux**

# Verre Silice Alumine Lanthane (SAL)

James E. Shelby „Rare Elements in Glasses“  
Key Engineering Materials, Vol. 94-95 (1994)



Yttrium ( $Y_2O_3$ ) remplacé par  
**Lanthanum** ( $La_2O_3$ )

Verre SAL élaboré :

**70 %  $SiO_2$  – 20 %  $Al_2O_3$  – 10 %  $La_2O_3$**

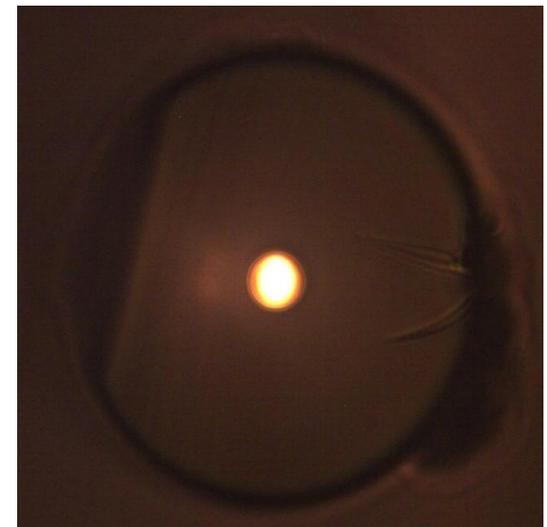
$T_g \sim 869 \text{ } ^\circ\text{C}$  /  $1150 \text{ } ^\circ\text{C}$  Silice  
 $\alpha \sim 4.5 \cdot 10^{-6} / \text{K}^{-1}$   $\sim 9 \times \alpha_{\text{silice}}$

indice de réfraction > silice

Indice de réfraction non-linéaire x 2 / silice

## Fabrication de fibres optiques à saut d'indice SAL/silice

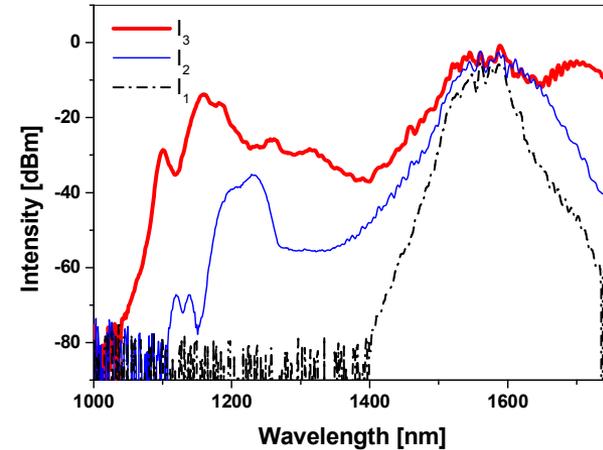
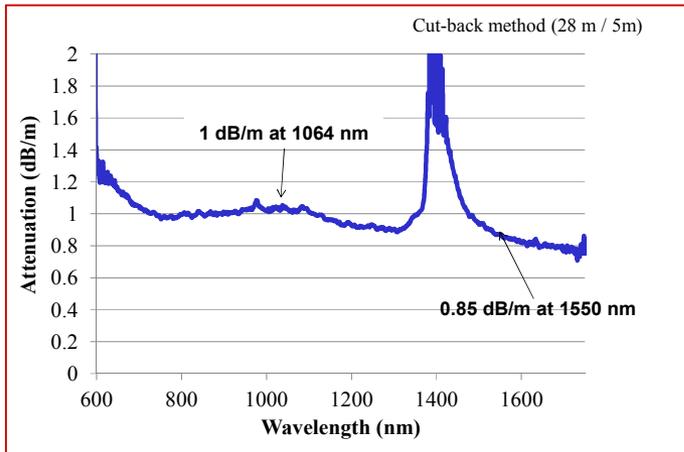
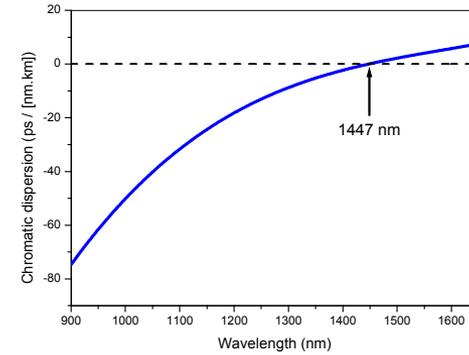
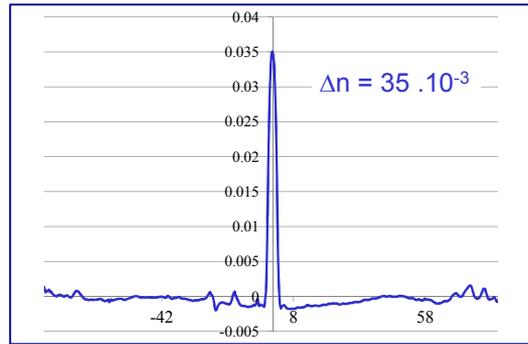
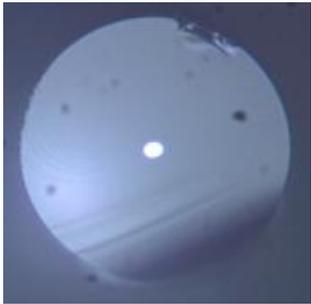
- Diamètre du cœur de 2.6  $\mu\text{m}$  à 50  $\mu\text{m}$
- Longueur de fibres > centaines de mètres



# Fibre à saut d'indice SAL $\Rightarrow$ effets non-linéaires

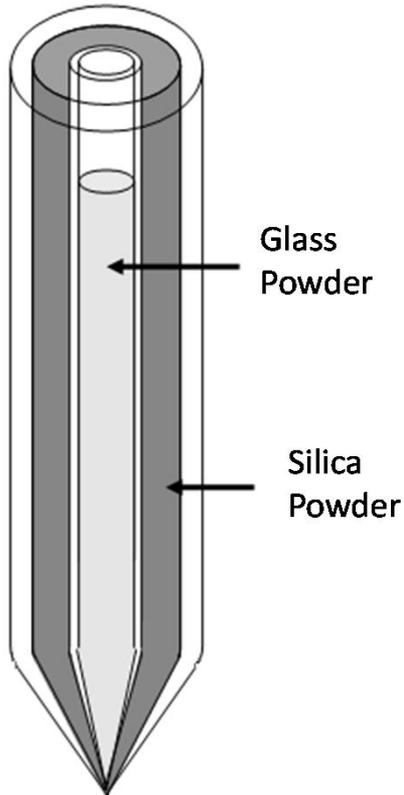
Fabrication d'une fibre à saut d'indice (SAL-silice)

Cœur de diamètre  $\sim 4 \mu\text{m}$   $\rightarrow$  zéro dispersion chromatique  $< 1.5 \mu\text{m}$



Spectres d'impulsions femtoseconde centrées à 1550 nm dans une fibre optique SAL/silice

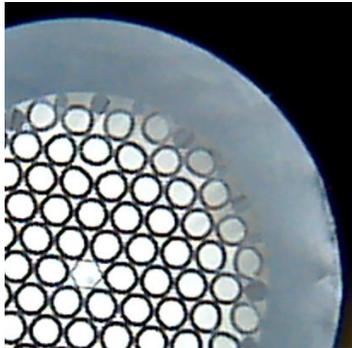
Procédé qui offre plus de « flexibilités »



- ◆ Utilisation de différents verres
- ◆ **Compatible avec d'autres procédés (stack and draw)**
- ◆ Utilisation de métaux

## Fabrication d'une fibre PCF avec un cœur SAL

*Stack-and-Draw*

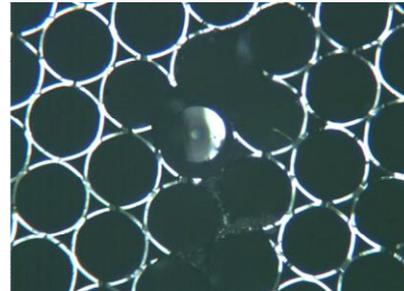
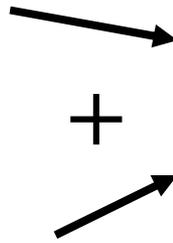


Canne PCF  
sans cœur solide  
(D ~ mm)

Fibre saut d'indice  
large cœur (SAL)

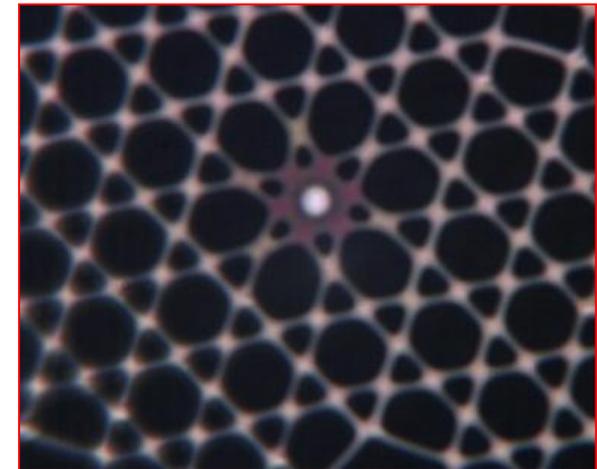
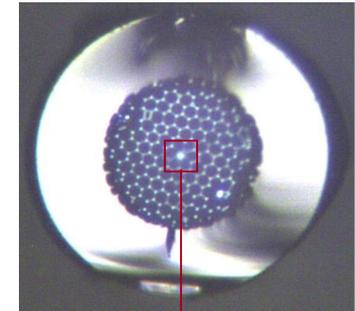


*Powder in tube*



Fibre SAL insérée  
dans la canne PCF

+ Jacket tube (silica)

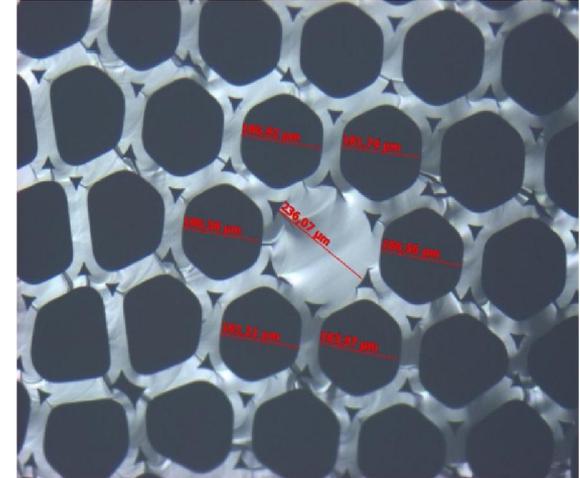




Fabrication d'une fibre SAL/silice

Fibre insérée dans les  
trous d'une canne PCF  
avec un cœur solide

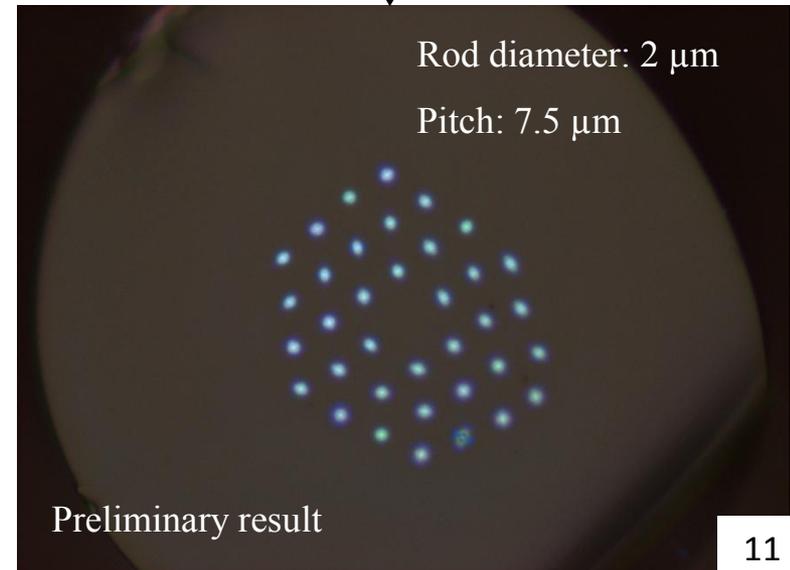
Canne PCF avec un cœur solide



→ Fibre « bandgap » cœur solide avec  
des inclusions de SAL

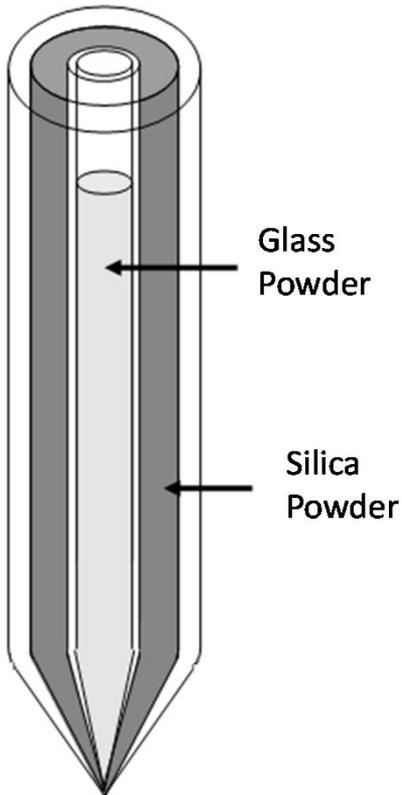
Intérêts?

- ⇒ Pas de procédé MCVD
- ⇒ Inclusions avec différents matériaux



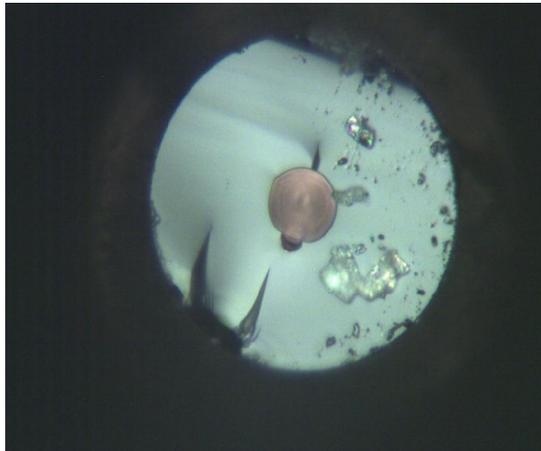
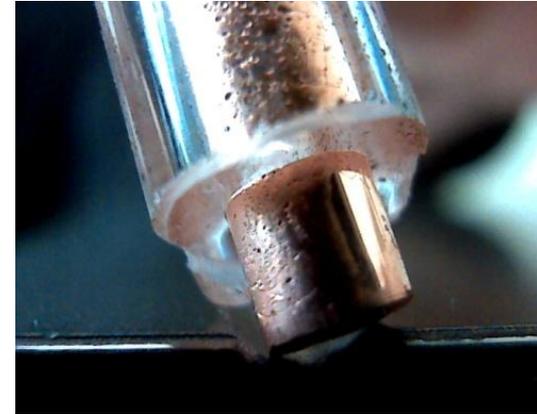
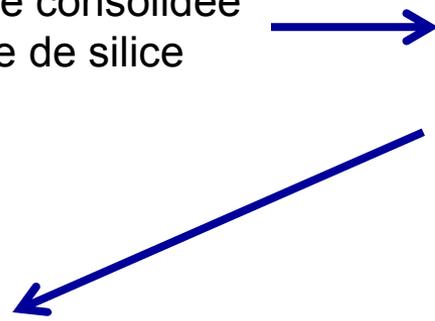
Procédé qui offre plus de « flexibilités »

- ◆ Utilisation de différents verres
- ◆ Compatible avec d'autres procédés (stack and draw)
- ◆ Utilisation de métaux



# Fibre "électrique" cuivre / silice

Poudre de cuivre consolidée dans un tube de silice



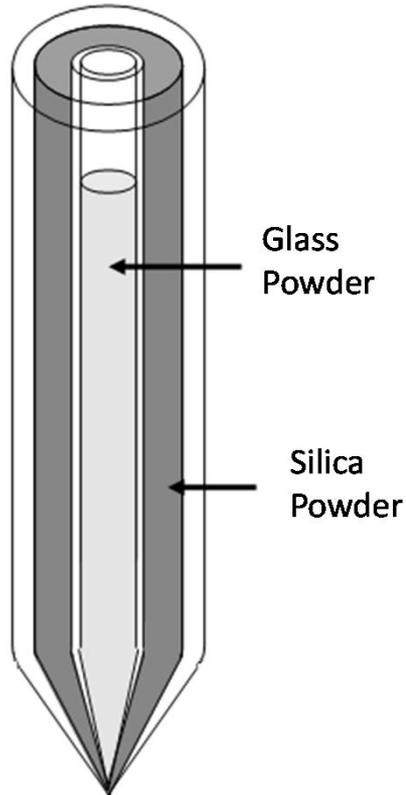
Résistivité (L = 2 m)  
 $\rho \sim 1.7 \cdot 10^{-8} \Omega \cdot m$

Cuivre (théorique)  
 $\rho = 1.68 \cdot 10^{-8} \Omega \cdot m$

➔ Fil électrique micro-métrique

**Fibre cuivre / silice** (diamètre 200  $\mu m$ )  
Diamètre du cœur en cuivre  $\sim 50 \mu m$

Procédé qui offre plus de « flexibilités »



- ◆ **Utilisation de différents verres**
- ◆ **Compatible avec d'autres procédés (stack and draw)**
- ◆ **Utilisation de métaux**

➔ Exploiter le procédé « Powder in tube » pour réaliser des fibres optique multi-matériaux :

- ⇒ Fibres actives, lasers (ex. vitro-céramiques)
- ⇒ **Fibres pour les capteurs**

Introduction du procédé « powder in tube »

Fibres optiques fonctionnalisées pour la détection d'hydrogène

Développement d'une plateforme pour réaliser des fibres optiques fonctionnalisées à maintien de polarisation

# Capteur distribué à fibre optique pour la détection d'hydrogène dédié au stockage de déchets radioactifs ⇒ Détection d'une fuite « lente »

**S. Leparmentier, J-L. Auguste, G. Humbert,**  
*XLIM Research Institute, LIMOGES, France*

**G. Delaizir,**  
*SPCTS, LIMOGES, France*

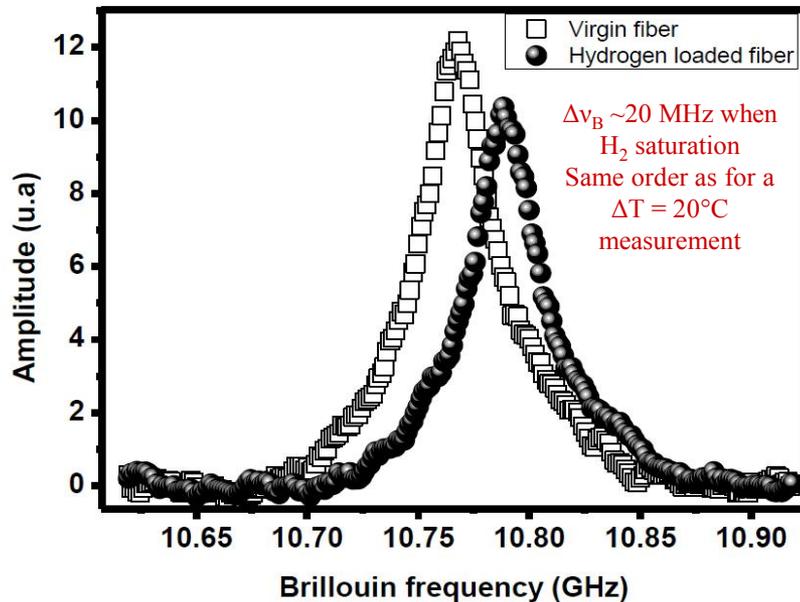
**S. Lesoille, J. Bertrand, S. Buschaert**  
*ANDRA, CHATENAY MALABRY, France*

**Jocelyn Perisse, Jean-Reynald Macé**  
*AREVA, PARIS LA DEFENSE, France*

S. LESOILLE *et al*, IEEE Phot Tech Lett 24, (2012)



CORNING SMF28®  
G652



Spectres Brillouin normalisés, mesurés dans une fibre optique standard (G652), avant et après exposition à l'hydrogène (330 h, 150 bars, 25°C)

↪ Mesure Brillouin distribuée d'une fuite lente d'hydrogène (330h, 150 bars, 25°C)

➔ Développer une fibre optique plus sensible (pour des mesures Brillouin)

Palladium (Pd) réagit à l'hydrogène pour former du palladium hydride (PdHx)  
 ⇒ variation de l'indice de réfraction  
 ⇒ augmentation volumique

➔ Nombreux capteurs à fibres optiques : couche de Pd déposée sur une fibre

APPLIED PHYSICS LETTERS 100, 191105 (2012)

### Distributed hydrogen sensing using in-fiber Rayleigh scattering

Tong Chen,<sup>1</sup> Qingqing Wang,<sup>1</sup> Rongzhang Chen,<sup>1</sup> Botao Zhang,<sup>1</sup> Kevin P. Chen,<sup>1</sup> Mokhar Maklad,<sup>2</sup> and Philip R. Swinehart<sup>2</sup>

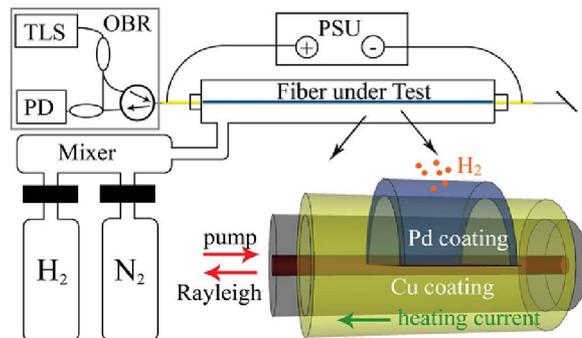


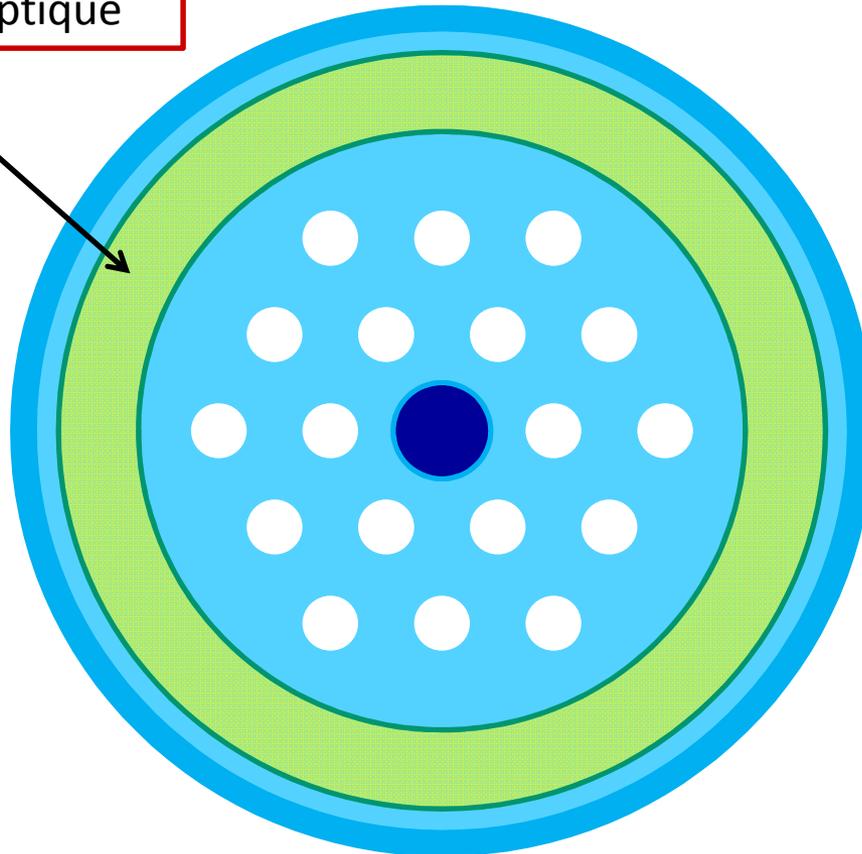
FIG. 1. Schematic of the distributed hydrogen sensing system using electrically heated optical fiber. OBR: optical backscatter reflectometer; TLS: tunable laser source; PD: photodiode; and PSU: power supply.

## Couche de Pd déposée sur une fibre:

- ☺ Sensibilité
- ☺ Temps de réponse (rapide)
- ☺ Résolution
- ☹ Dégradation de la couche Pd
- ☹ Capteurs distribués

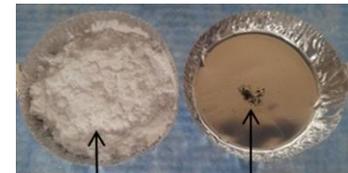
➔ Particules de Pd dans une fibre optique

Insérer des particules de Pd (métallique) dans la gaine d'une fibre optique



## Procédé « Powder in tube »

Mélange de poudres de  $\text{SiO}_2$  et de **PdO**



$\text{SiO}_2$

PdO

→ Réduire le PdO en Pd

# Réduction du palladium dans la fibre optique

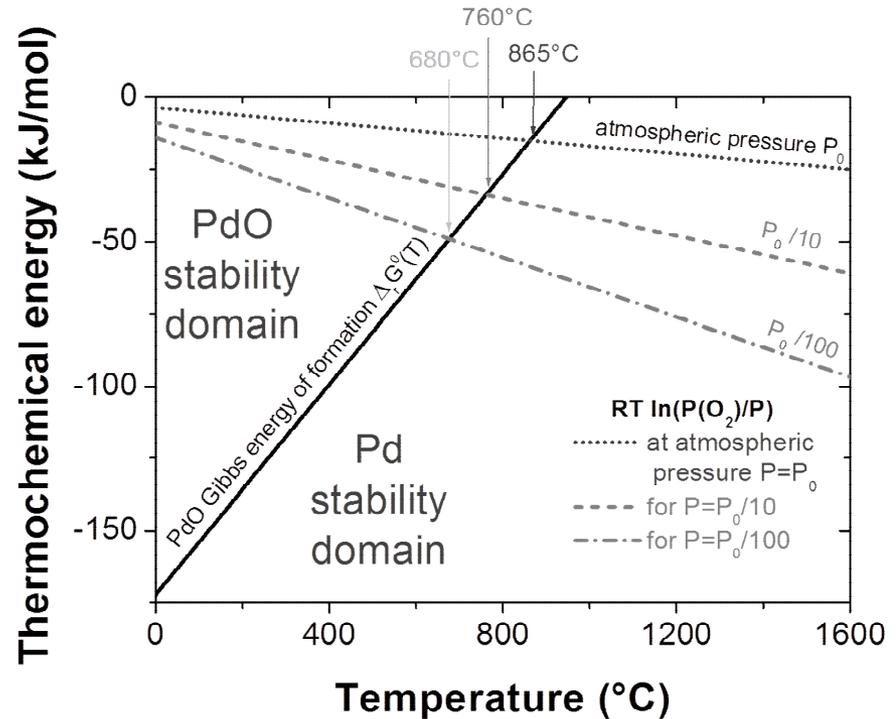
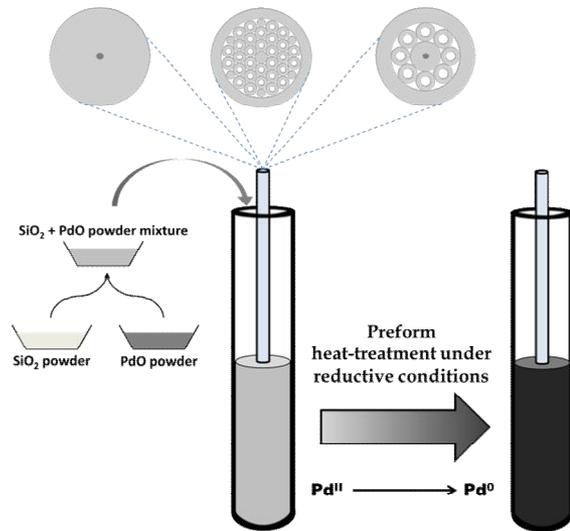
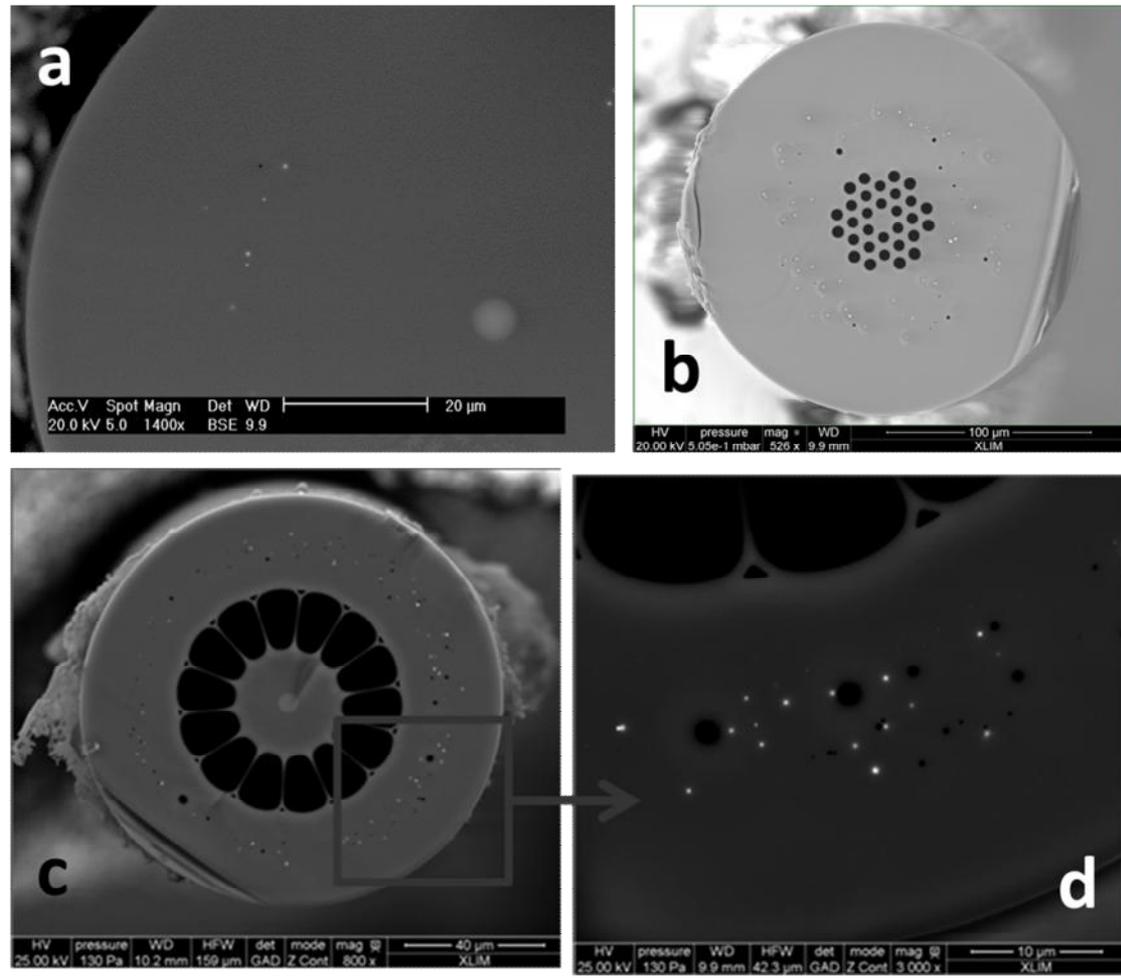


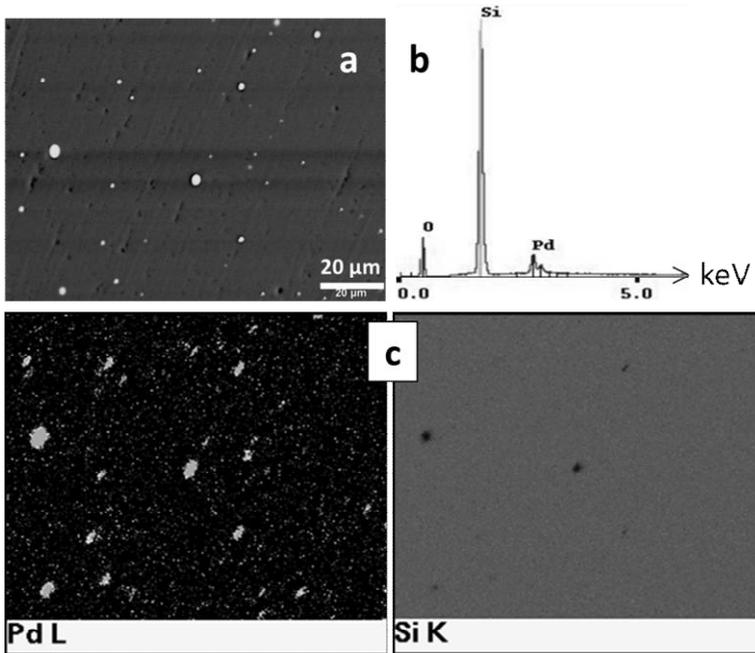
Diagramme d'Ellingham du couple redox Pd/PdO

⇒ Réduction du PdO en Pd (métallique) par traitement thermique lors du fibrage

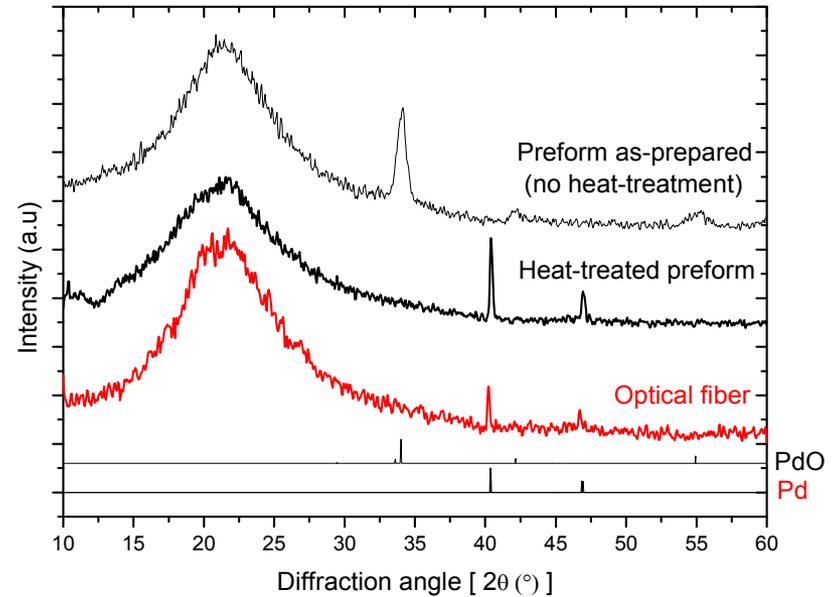
# Fabrications de fibres avec des inclusions de Pd



Exemples de fibres optiques fabriquées (avec inclusions de particules de Pd)



- (a) Image MEB (en réflexion)
- (b) Analyse par EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)
- (c) Carte EDS du Palladium
- (d) Carte EDS du Silicium

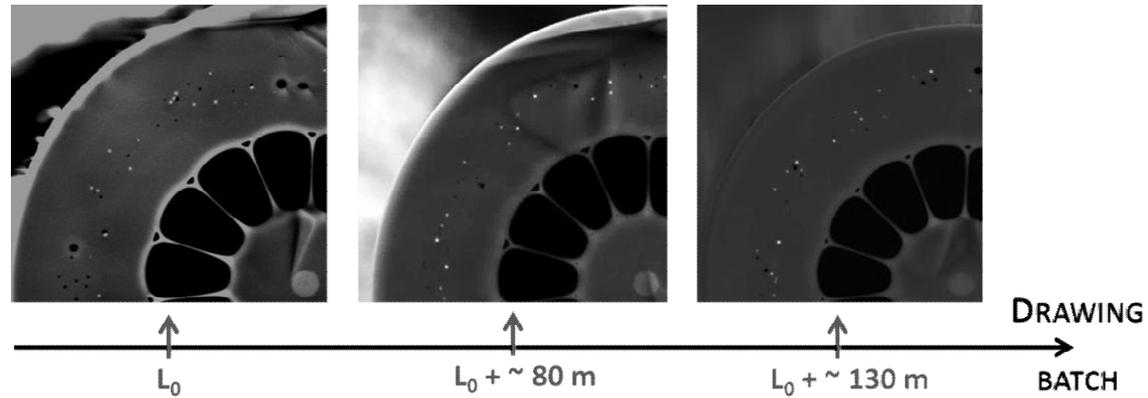


Diagrammes XRD (X-Ray Diffraction) avant et après traitement thermiques.

(Silice amorphe  $\Leftrightarrow$  pic centré à  $2\theta \sim 22^\circ$ )

**$\Rightarrow$  Fabrication de fibres optiques avec des inclusions de Pd métalliques**

# Répartition du Pd dans la gaine de la fibre



⇒ Particules de Palladium réparties sur toute la longueur de la fibre optique (> 130 m)

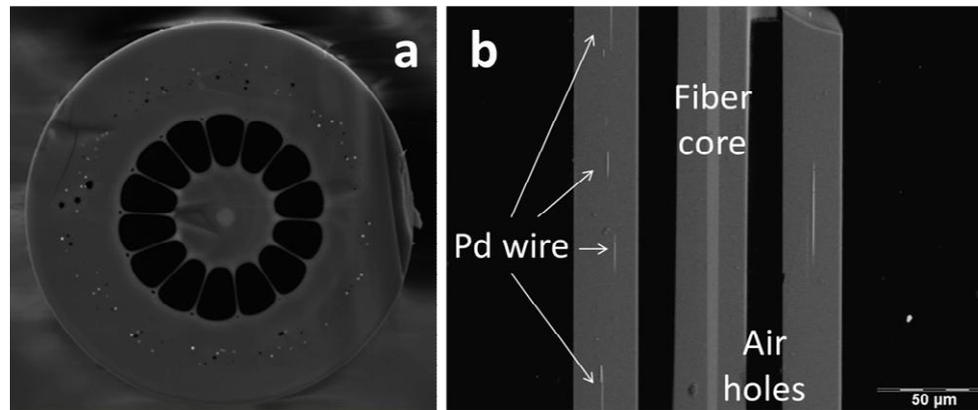
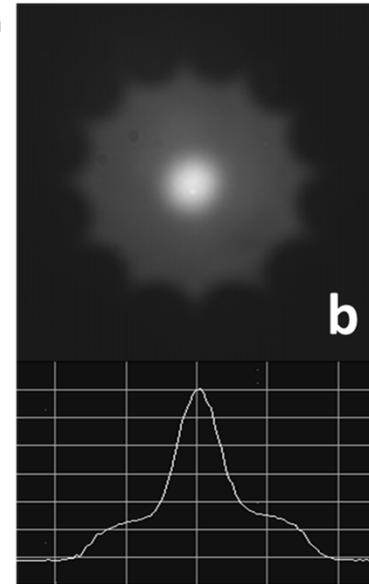
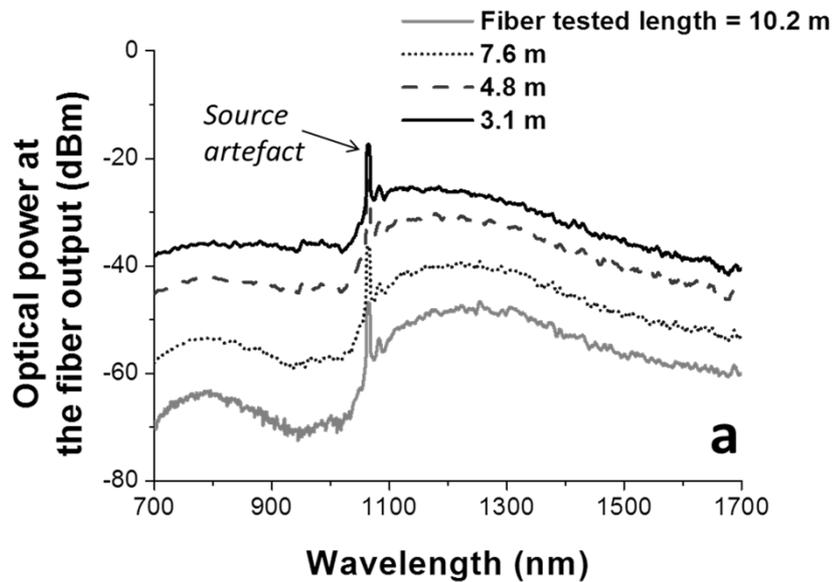


Photo MEB d'une coupe transverse de la fibre optique

Lors du fibrage => forme allongée des particules de Palladium



- ⇒ Pas de bande d'absorption
- ⇒ Coefficient d'atténuation linéique  $\sim 1$  dB/m (important)
  - Diamètre du cœur trop petit ( $D = 5.7 \mu\text{m}$ )
  - Diffusion du palladium dans le cœur

Capteur d'hydrogène ? Tests en cours, premier résultat encourageant

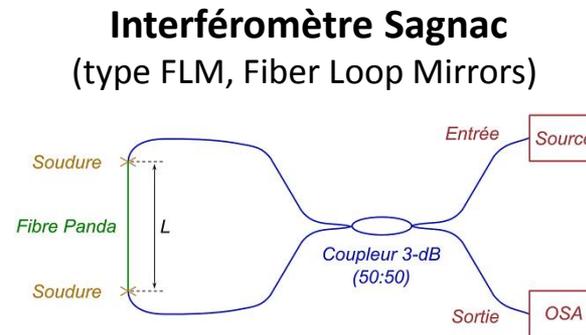
Introduction du procédé « powder in tube »

Fibres optiques fonctionnalisées pour la détection d'hydrogène

Développement d'une plateforme pour réaliser des fibres optiques fonctionnalisées à maintien de polarisation

Thèse de Maryna Kudinova

« Développement de nouvelles matrices vitreuses pour la fonctionnalisation de fibres optiques par l'exploitation de la technologie Poudre »



## Capteurs :

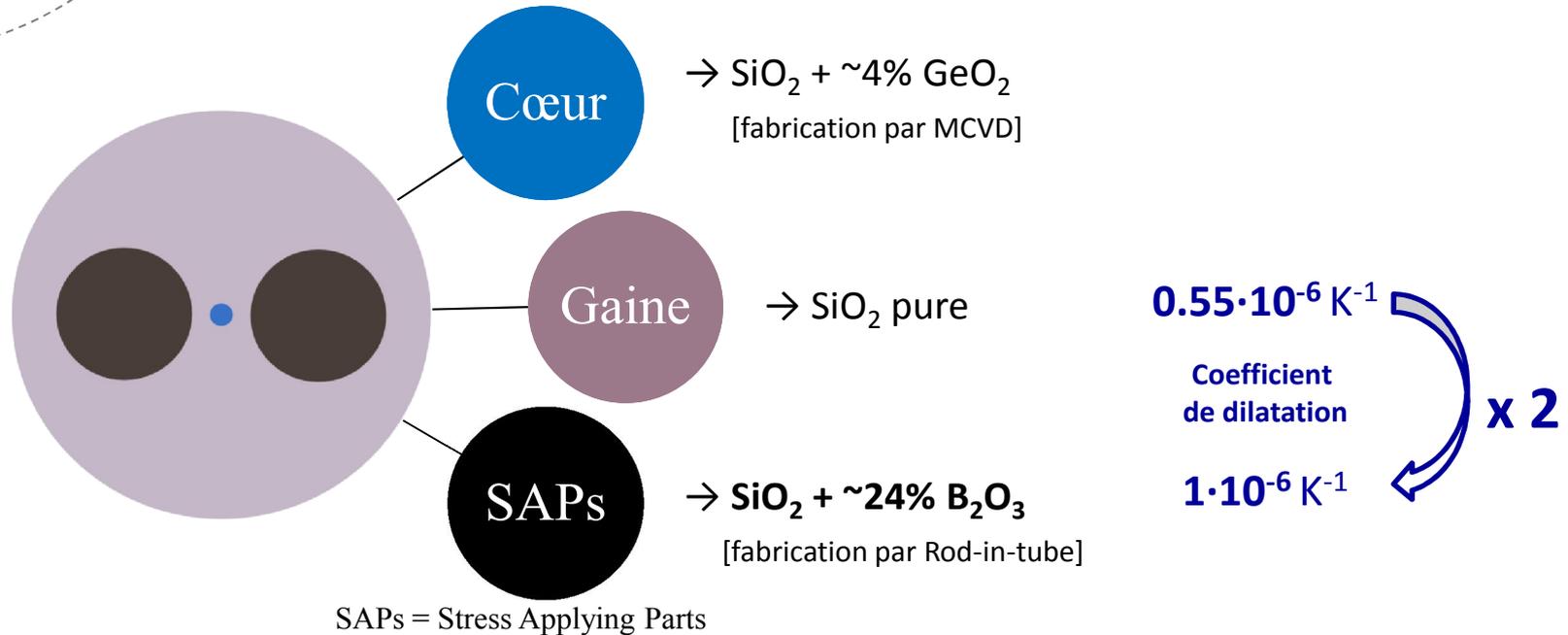
- Température
- Pression
- Allongement
- Courbure
- ...

Sensibilité croit avec la longueur de la fibre PM

## Développer des fibres PM multi-matériaux

- ➔ accroître la sensibilité à une grandeur physique
- ➔ mesurer d'autres grandeurs physiques

## Contexte de l'étude



Capteur  $\Rightarrow$  mesure de la variation de la biréfringence induite par la différences des propriétés entre le matériau des SAPs et la gaine (silice)

Peut-on **améliorer les propriétés** de la fibre en utilisant un « autre verre » dans les SAPs?

## Démonstration de principe :



Coefficient de dilatation thermique       $1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$        $5.32 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$       **x 5**

Saut d'indice / silice       $- 1.2 \cdot 10^{-2}$       **+ 4.75 .10<sup>-2</sup>**      

↳ Verre SAL dans les SAPs  $\Rightarrow$  guides d'ondes parasites

➔ Modifier la topologie de la fibre pour éviter les couplages optiques cœur - SAPs

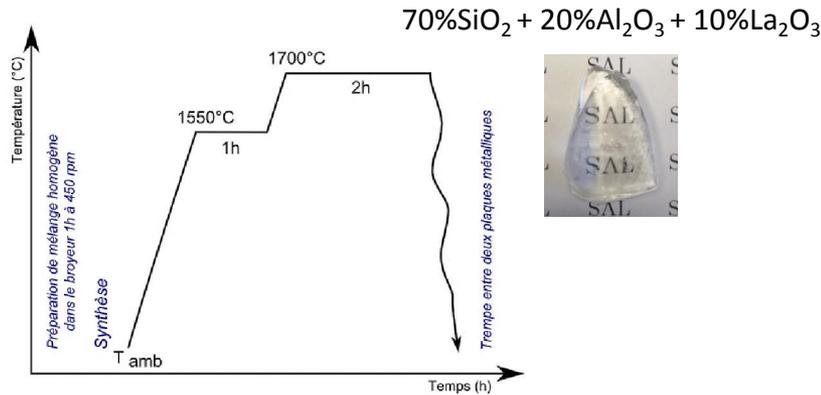
➔ Eloigner les SAPs / au cœur  $\Rightarrow$  SAPs isolées « optiquement » du cœur

↳ MAIS, diminution de l'effet des SAPs sur la biréfringence

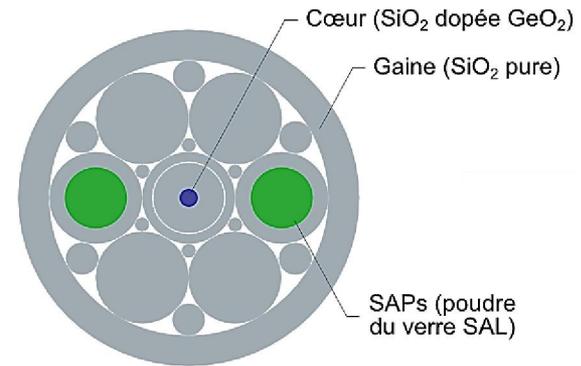
Le verre SAL a été développé en 2007 à l'IPHT en Jena, Allemagne

[K. Shuster et al., Opt. Quant. Electron, vol.39, no.12, 2007]

## Synthèse du verre SAL par Melt-Quenching

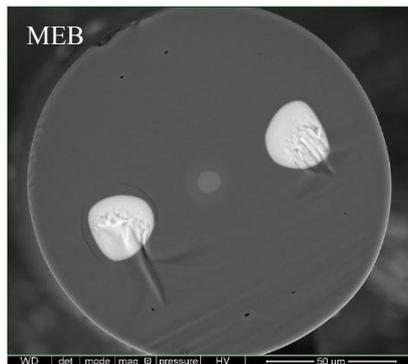


## Fabrication de la préforme par Powder in Tube, MCVD et Stack-and-Draw

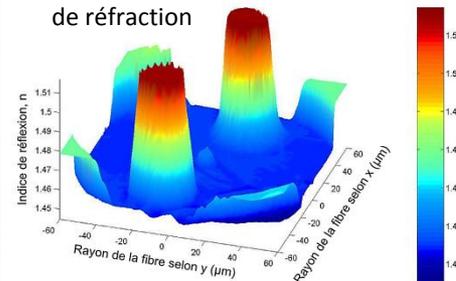


## Fibres Panda-SAL

L<sub>fibre</sub> > 100m

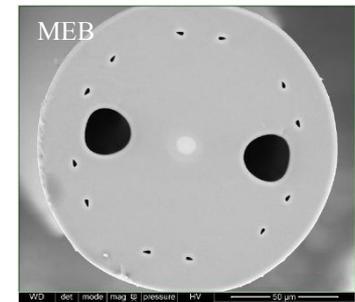


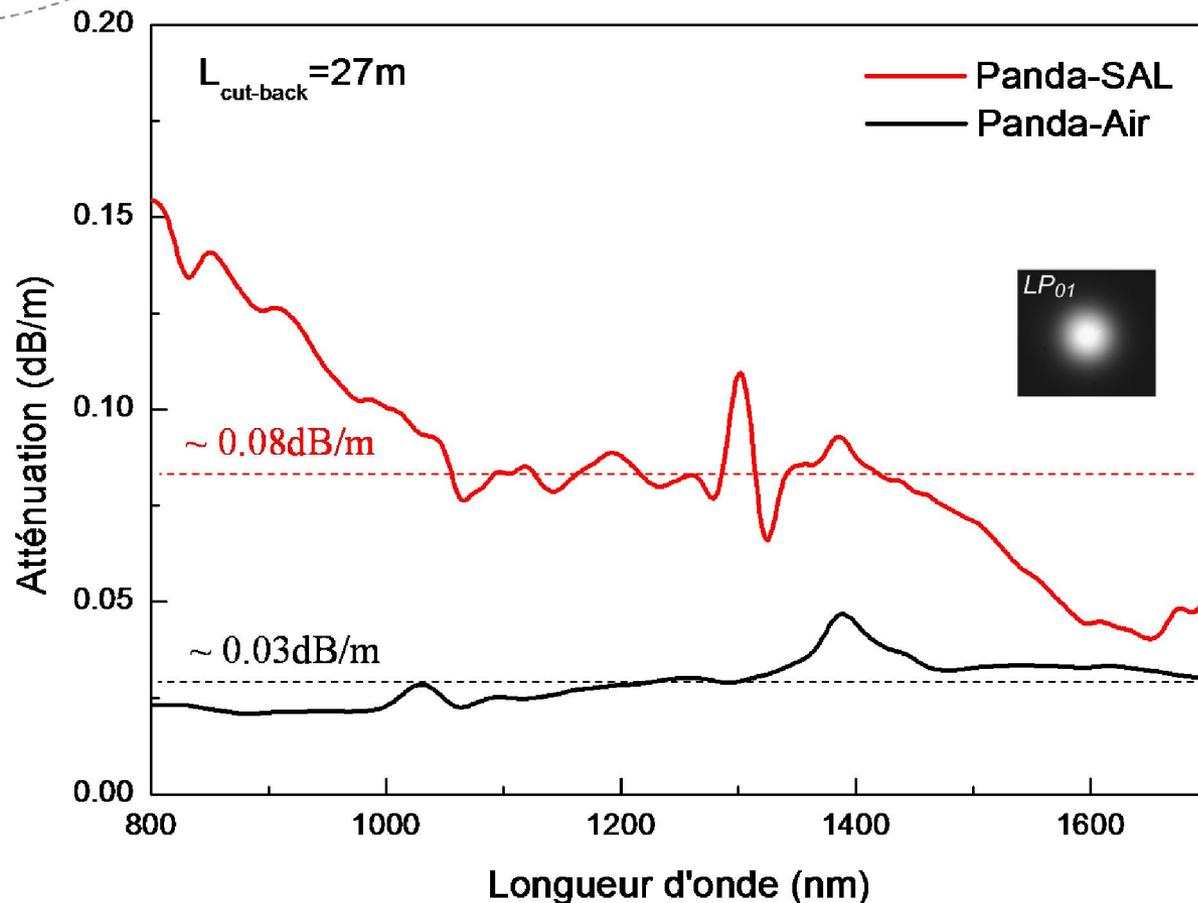
## Profil d'indice de réfraction



## Panda-Air

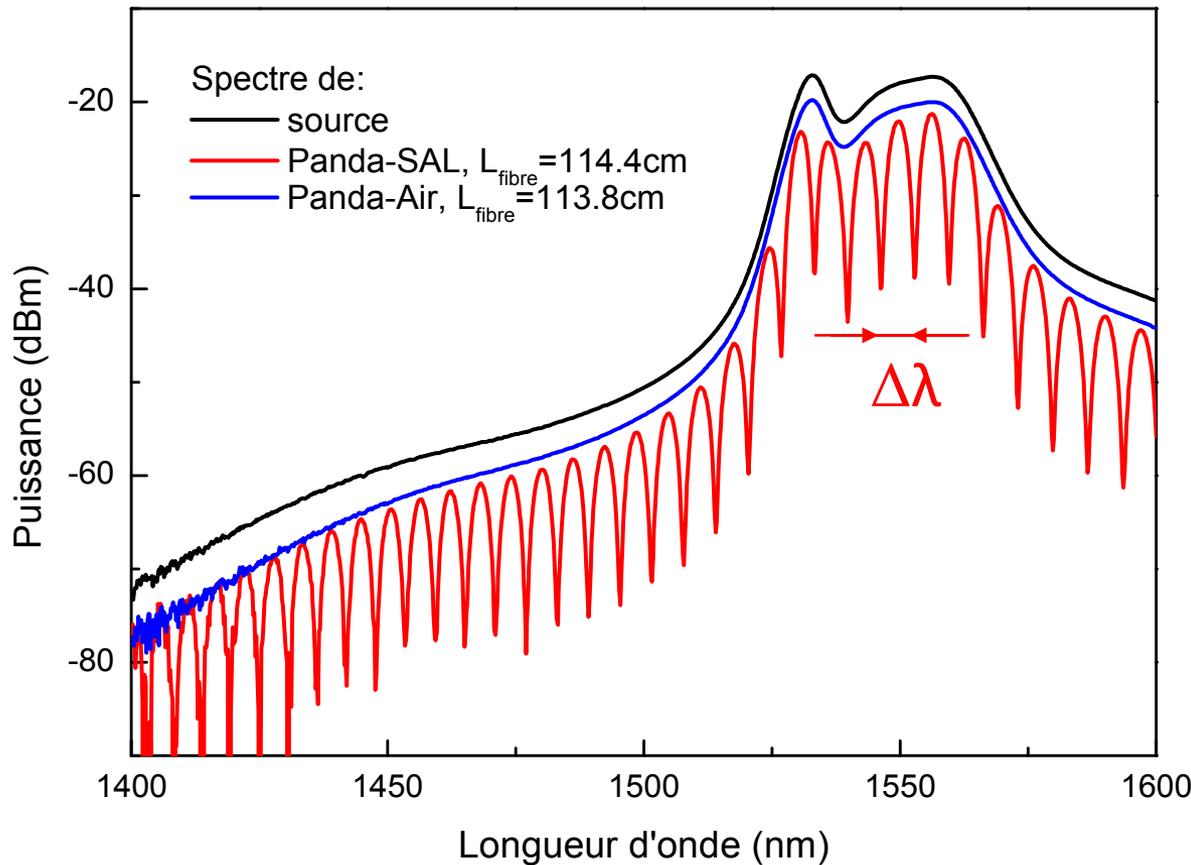
L<sub>fibre</sub> > 100m



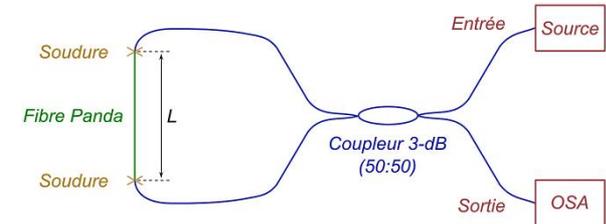


**Faible effet**  
de la présence  
du verre SAL  
dans la gaine

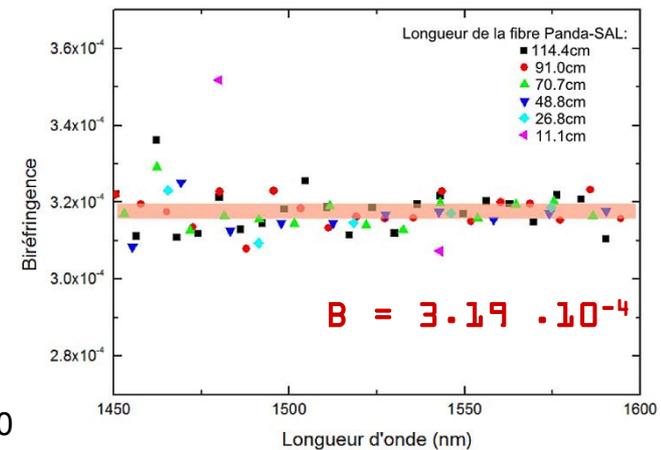
Remarque: Procédé de fabrication des fibres optiques non optimisé pour réduire les pertes optiques



## Interféromètre Sagnac (type FLM, Fiber Loop Mirrors)



$$B = \frac{\lambda^2}{\Delta\lambda \cdot L}$$



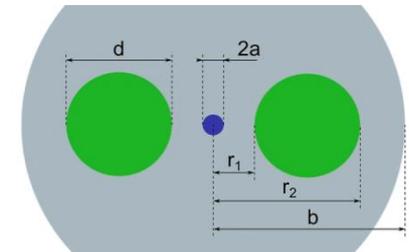
Biréfringence est induite uniquement par la présence du verre SAL

Paramètre	Panda-SAL		Panda-Commerciale
<b>B</b>	<b><math>3.19 \cdot 10^{-4}</math></b>	$\approx$	<b><math>4.17 \cdot 10^{-4}</math></b>

Thorlabs  
PM-1550-XP

**Performance :** La biréfringence est du même ordre de grandeur

$2a, \mu\text{m}$	8.47	$\approx$	8.31
$2b, \mu\text{m}$	140.03	$\approx$	126.16
$d, \mu\text{m}$	24.15	$\times 1.51 \rightarrow$	36.50
<b><math>S_{\text{efficace}}, \%</math></b>	<b>5.9</b>	<b><math>\times 2.83 \rightarrow</math></b>	<b>16.7</b>
<b><math>r_1 - a, \mu\text{m}</math></b>	<b>22.05</b>	<b><math>/ 4.90 \rightarrow</math></b>	<b>4.50</b>



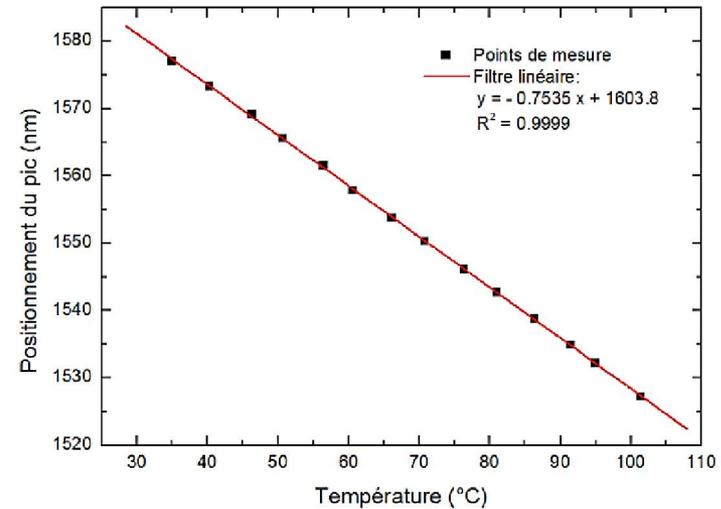
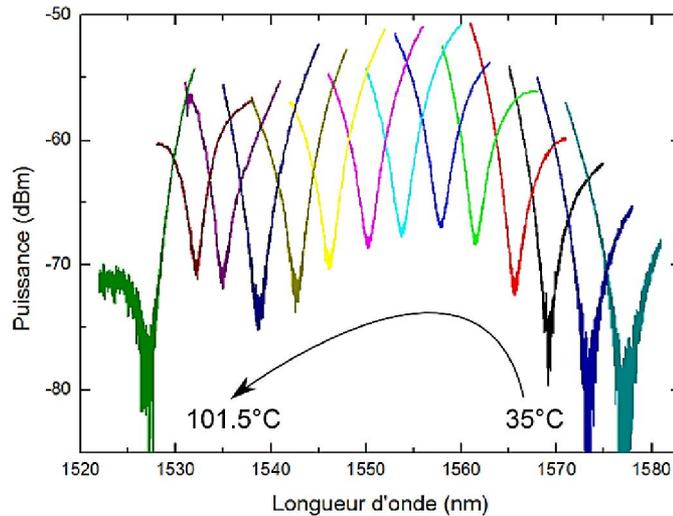
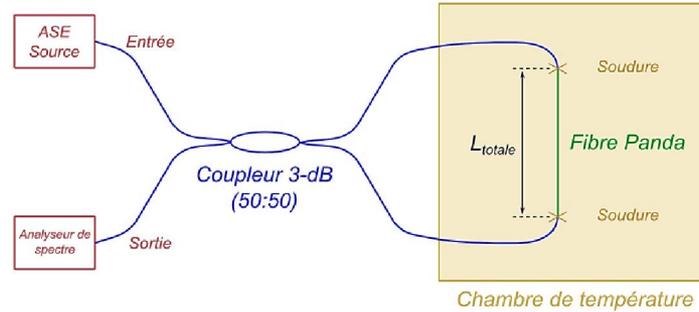
$$S_{\text{efficace}} = \frac{2 \cdot S_{\text{SAP}}}{S_{\text{fibre}}} \cdot 100\%$$

**Topologie :** SAPs (SAL) :  **$\sim 3$  fois plus petits**  
 **$\sim 5$  fois plus loin du cœur**

**Simulations:** Surfaces SAPs égales  $\rightarrow$  Biréfringence  **$\times 3$**

**Démonstration de principe  $\rightarrow$  Fibre PM à base de verre SAL  
dans les SAPs, potentiellement beaucoup plus efficace  
que la silice dopée bore**

# Caractérisations : capteur de température

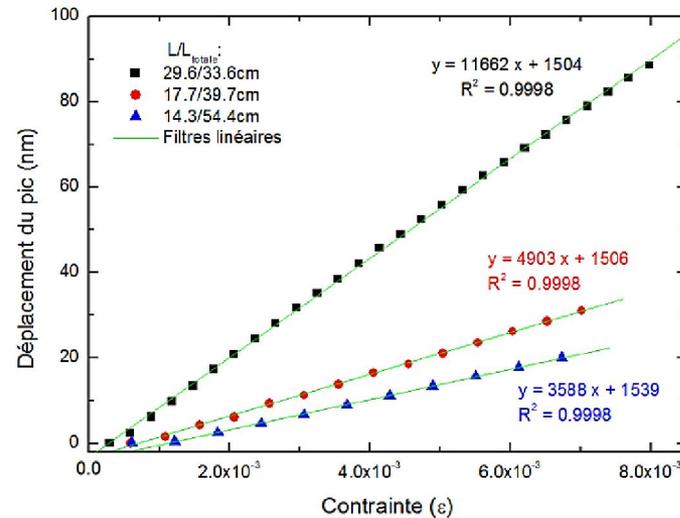
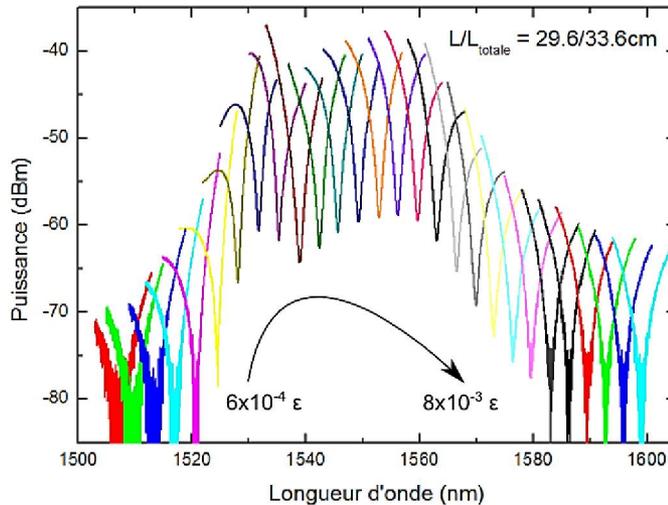
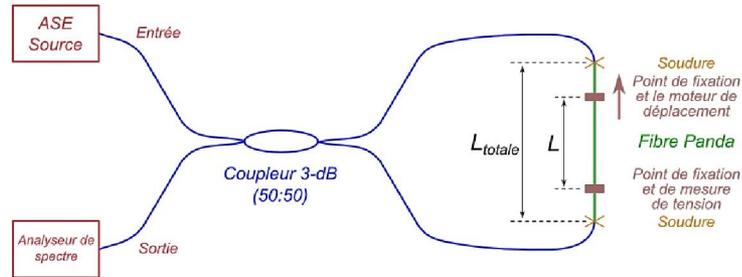


Sensibilité thermique (normalisée):

Panda-SAL: -753 pm/°C

Panda-commerciale: -1771 pm/°C (x 2.3)

# Caractérisations : capteur de contraintes



Sensibilité à l'allongement (normalisée): Panda-SAL: 13.1 nm/με  
 Panda-commerciale: 33.5 nm/με (x 2.56)

## Démonstration de principe :



Coefficient de dilatation thermique

$1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

$5.32 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

**x 5**

Saut d'indice / silice

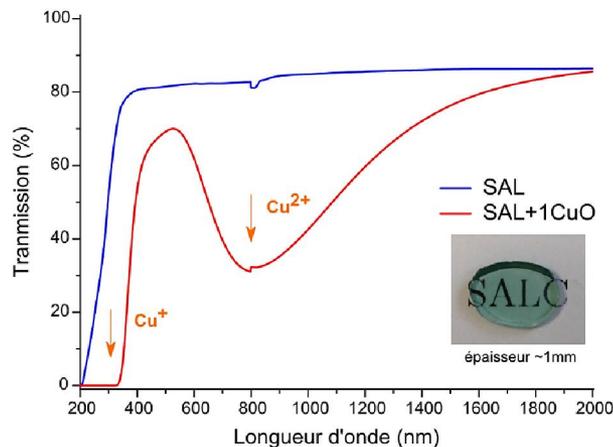
$- 1.2 \cdot 10^{-2}$

**+  $4.75 \cdot 10^{-2}$**



**↳ Verre différent du bore → Intérêt pour réaliser des fibres PM et des capteurs**

**⇒ Etendre le concept à l'utilisation de matériaux absorbant?**

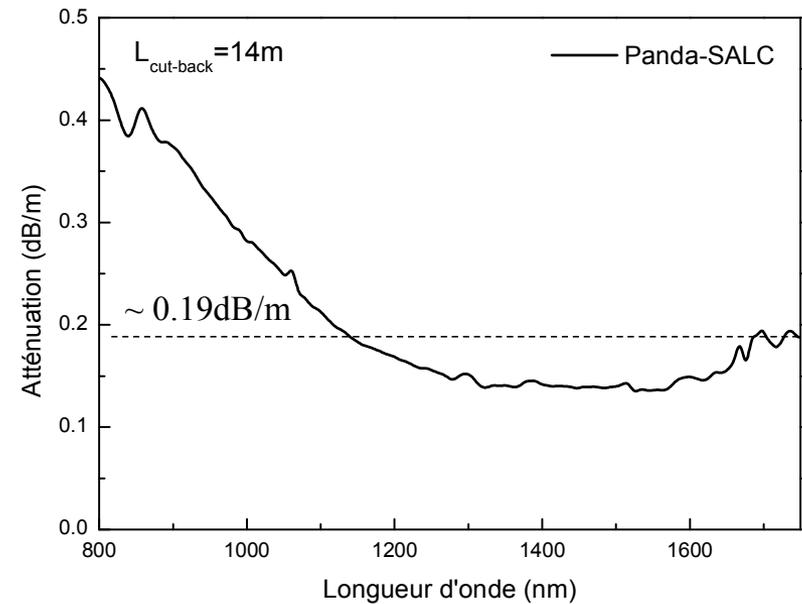
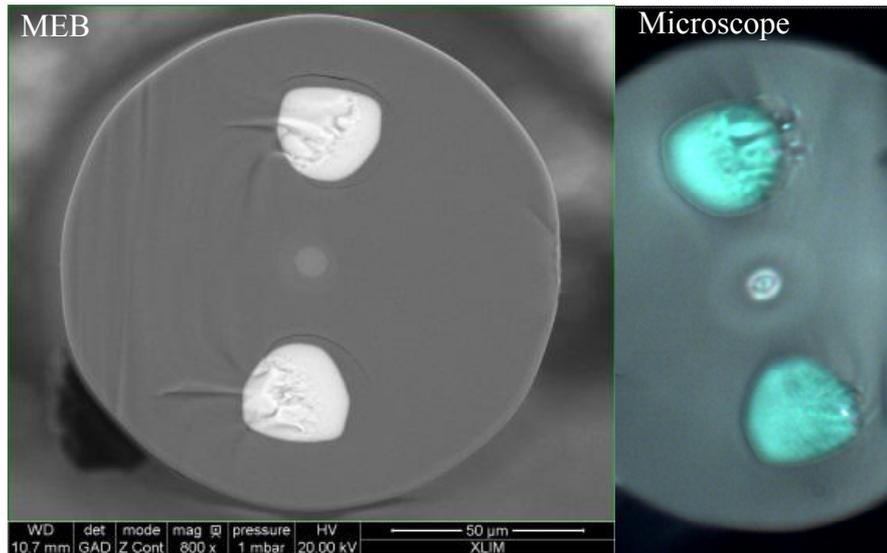


Elaboration d'un verre SAL dopé CuO (1%)

⇒ Verre absorbant

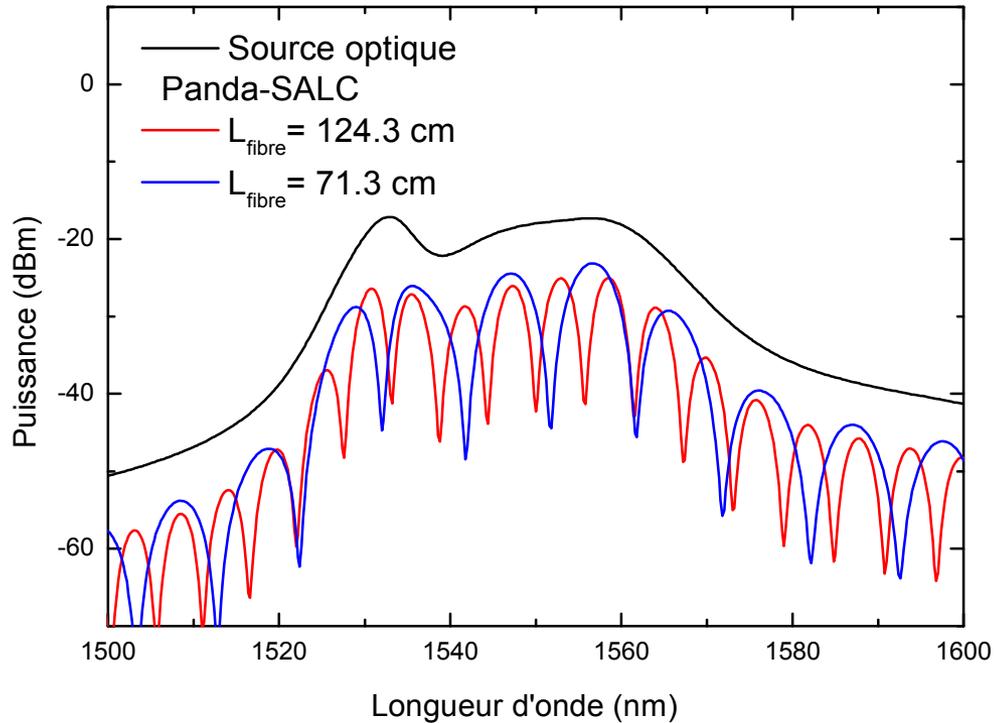
⇒ Saut d'indice / silice +  $9.14 \cdot 10^{-2}$

# Fabrication d'une fibre Panda SAL dopée CuO

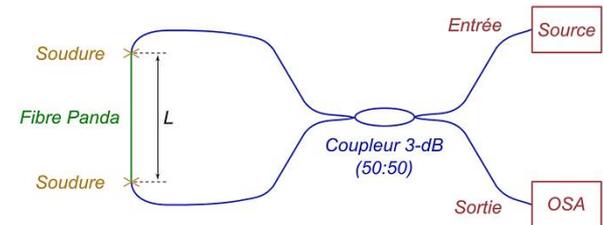


Légère augmentation du niveau de pertes, induit par la diffusion du cuivre dans le cœur de la fibre

*Procédé de fabrication des fibres optiques non optimisé pour réduire les pertes optiques*



## Interféromètre Sagnac (type FLM, Fiber Loop Mirrors)



$$B = \frac{\lambda^2}{\Delta\lambda \cdot L}$$

**Biréfringence mesurée:**  
 $B = 3.4 \cdot 10^{-4}$

**Biréfringence similaire à la fibre Panda SAL ( $3.2 \cdot 10^{-4}$ )**

**→ Possible d'utiliser un matériau absorbant**

### **Exploiter les flexibilités du procédé « Powder in tube »**

- utilisation de matériaux très différents (verres, métal, ...)
- topologies originales (associations avec d'autres procédés)

### **→ Fibres optiques fonctionnalisées pour la détection d'hydrogène**

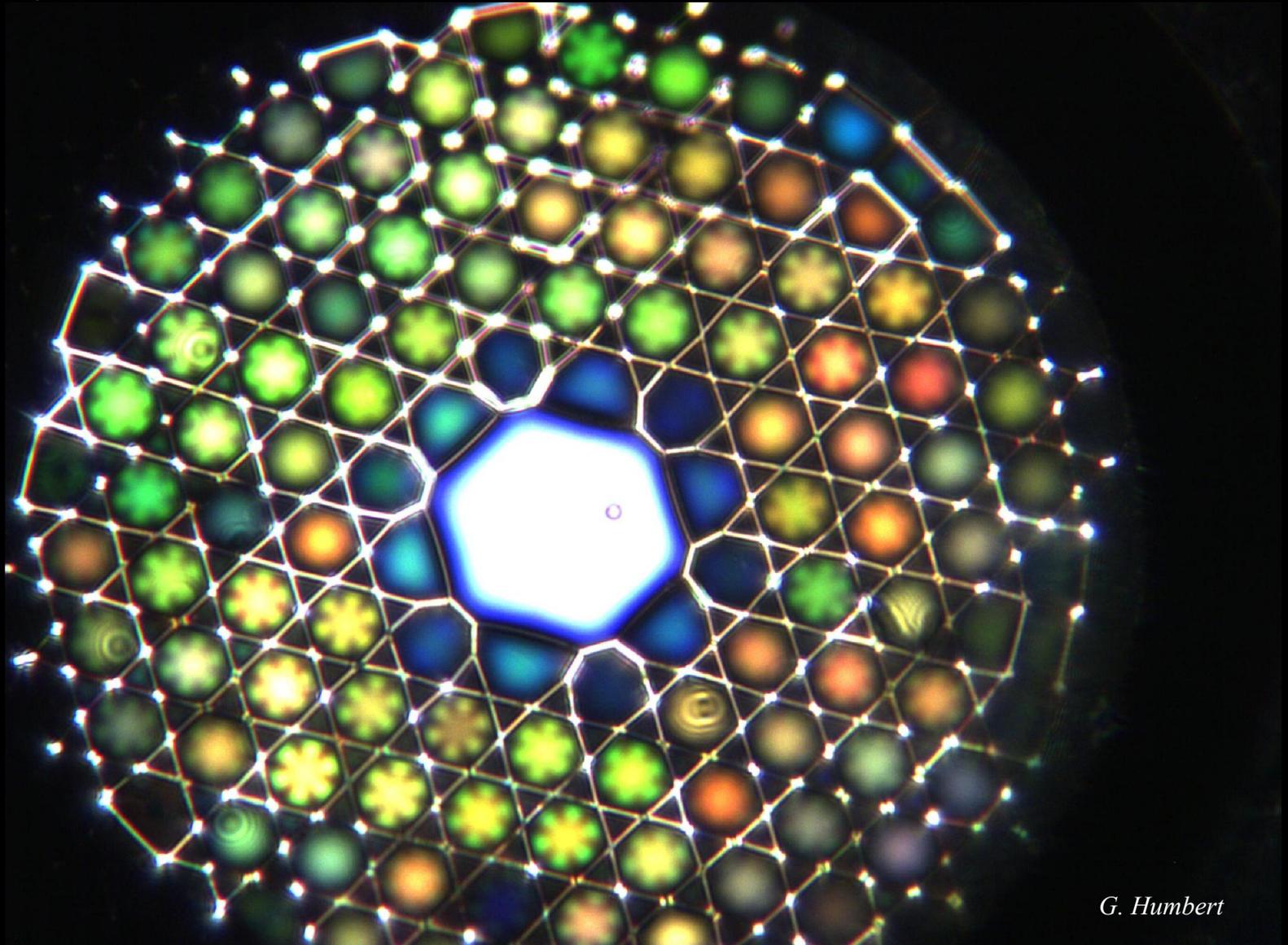
- insertion de particules d'oxyde de Palladium dans la gaine
- réduction en Palladium métallique
- tests sous hydrogène, en cours

### **→ Plateforme pour la réalisation de fibres optiques fonctionnalisées**

Fibre à maintien de polarisation (architecture interféromètre Sagnac)

- Matériau « transducteur » avec un indice de réfraction  $>$  silice
- Matériau « transducteur » absorbant

*Merci !*



*G. Humbert*