

# MESURES REPARTIES DE TEMPERATURE A 800 °C PAR REFLECTOMETRIE FREQUENTIELLE RAYLEIGH SUR UNE FIBRE OPTIQUE DOPEE PAR DES NANOPARTICULES DE ZIRCON

**Patrick Bulot<sup>1,2</sup>, Rémy Bernard<sup>2</sup>, Monika Bouet<sup>2</sup>, Laurent Bigot<sup>2</sup>, Géraud Bouwmans<sup>2</sup>, Stéphane Plus<sup>2</sup>, Rémi Habert<sup>2</sup>, Guillaume Laffont<sup>1</sup>, Marc Douay<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> CEA, LIST, Laboratoires Capteurs Fibres Optiques, Gif-sur-Yvette, F-91191, France

<sup>2</sup> Univ. Lille, CNRS, UMR 8523 - PhLAM - Physique des Lasers Atomes et Molécules, F-59000 Lille, France

patrick.bulot.etu@univ-lille.fr

## RESUME

Par rapport à la fibre SMF-28, une fibre dopée par des nanoparticules de zircon a un signal rétrodiffusé Rayleigh d'intensité plus élevée (40,6 dB). Cette fibre permet des mesures de température par réflectométrie fréquentielle Rayleigh plus stables à 800 °C sur une longueur de 40 cm, sans y inscrire des nanoréseaux par insolation laser.

**MOTS-CLEFS :** *Capteurs à fibre optique, Réflectométrie fréquentielle Rayleigh, Nanoparticules de zircon, Hautes températures*

## 1. INTRODUCTION

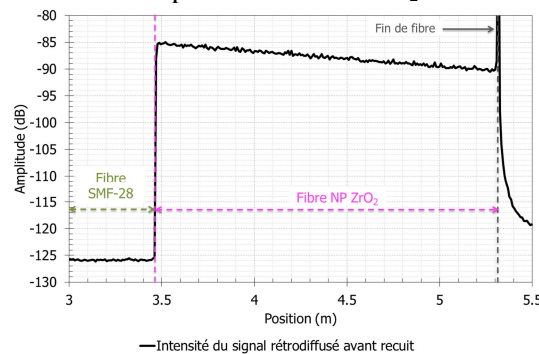
Les capteurs à fibre optique s'appuyant sur la réflectométrie fréquentielle Rayleigh sont employés pour leur compacité et leurs performances de mesure de température dans des environnements exposés à des hautes températures [1]. La mesure de température se calcule par corrélation croisée de deux mesures de signal rétrodiffusé Rayleigh, obtenues par réflectométrie fréquentielle Rayleigh, le long de la même fibre optique : l'une mesurée à une température connue (référence) et l'autre mesurée à la température à déterminer [2]. La température maximale d'emploi de cette technique est de 775 °C sur les fibres optiques initialement dédiées aux télécommunications (Corning SMF-28e), à cause des erreurs de corrélation par rapport à la référence [1]. Ces erreurs s'expliqueraient par la faible intensité du signal rétrodiffusé Rayleigh et par l'évolution de ce signal lors de l'utilisation de la fibre SMF-28e à des hautes températures [1]. Buric et al. inscrivent des nanoréseaux dans le cœur d'une fibre optique avec un laser femtoseconde pour y induire une augmentation stable du signal rétrodiffusé Rayleigh (~40 dB) permettant d'effectuer des mesures de température stables à 800 °C [1, 3]. Cependant l'inscription de ces nanoréseaux entraînent des pertes optiques élevées sur le signal rétrodiffusé Rayleigh le long de la fibre insolée (10 dB/m) [3]. Dans le but de mesurer l'indice de réfraction d'un milieu à température ambiante, Sypabekova et al. emploie une fibre (dont le cœur est mis à nu) avec un signal rétrodiffusé plus intense (32,3 dB) induit par des nanoparticules d'oxyde de magnésium dopant le cœur de la fibre [4]. Les travaux présentés dans cet article montrent les performances de mesures de température à 800 °C d'une fibre dopée par des nanoparticules de zircon (fibre NP ZrO<sub>2</sub>). La fibre NP ZrO<sub>2</sub> présente aussi une augmentation d'intensité du signal rétrodiffusé et permet des mesures réparties de température à 800 °C plus stables qu'en employant une fibre SMF-28, sans avoir recours à une insolation laser.

## 2. FABRICATION ET CARACTERISATION DE LA FIBRE DOPEE PAR DES NANOPARTICULES

La fibre NP ZrO<sub>2</sub> utilisée dans cette étude est obtenue à partir d'une préforme fabriquée dans la centrale FiberTech Lille. Cette préforme est réalisée par imprégnation d'un poreux de silice amorphe dopée en germanium et en phosphore, déposé par dépôt chimique en phase vapeur dans un tube de verre de silice. La solution d'imprégnation est un sol de zircon, préparé selon la méthode présentée par Le Rouge et al. [5]. L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) du cœur de la préforme indique que les traitements thermiques employés pour rétreindre le tube entraînent la

cristallisation de la zircone amorphe (déposée dans le poreux lors de l'imprégnation) sous la forme quadratique. Le cœur de la fibre NP ZrO<sub>2</sub> a un diamètre de 4 μm, avec une variation d'indice de réfraction cœur/gaine en moyenne égale à  $8,1 \times 10^{-3}$ . Un diamètre plus important induit un comportement multimode à la place du comportement monomode nécessaire pour la réflectométrie fréquentielle Rayleigh.

Un tronçon de 1,85 m de la fibre NP ZrO<sub>2</sub> est soudé à une fibre SMF-28 pour être caractérisé par réflectométrie fréquentielle Rayleigh avec l'interrogateur LUNA OBR-4600. L'intervalle spectral de mesure est centré à 1573 nm avec une largeur spectrale de 86 nm. Dans la **Fig. 1**, la fibre NP ZrO<sub>2</sub> présente une augmentation d'amplitude du signal rétrodiffusé de 40,6 dB par rapport à la fibre SMF-28. Les pertes sur le signal rétrodiffusé de la fibre NP ZrO<sub>2</sub> atteignent 2,8 dB/m. Ces pertes sont plus faibles que lors de l'inscription de nanoréseaux (où les pertes sont de 10 dB/m [3]). La longueur de fibre présentant un signal amélioré est alors de 14,5 m. Ces propriétés du signal rétrodiffusé sont attribuées à la présence de NP ZrO<sub>2</sub> dans le cœur de la fibre.

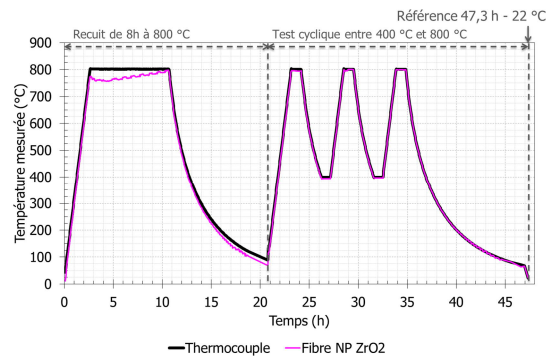


**Fig. 1 :** Amplitude de la mesure de réflectométrie fréquentielle Rayleigh sur la fibre NP ZrO<sub>2</sub> avant recuit.

### 3. MESURES DE TEMPERATURE PAR REFLECTOMETRIE FREQUENTIELLE RAYLEIGH A 800 °C

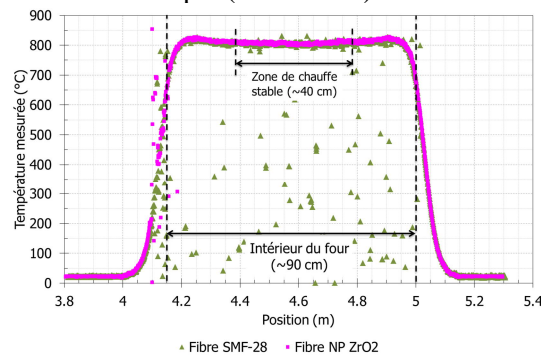
La fibre NP ZrO<sub>2</sub> est testée dans un four tubulaire trois zones de 90 cm de long pour évaluer ses performances de mesure de température à 800 °C par réflectométrie fréquentielle Rayleigh. Un thermocouple de type N mesure la température au centre du four. Avant l'essai, la fibre est dénudée mécaniquement sur une longueur d'un mètre, puis est introduite dans un capillaire en acier. Le capillaire est ensuite placé dans le four tubulaire. Une étape de recuit est réalisée à 800 °C pendant 8 heures pour stabiliser en partie les propriétés physico-chimiques de la fibre. Après refroidissement du four, la fibre subit une étape appelée « test cyclique » et constituée de cinq paliers entre 400 °C et 800 °C selon le cycle suivant : 1h à 800 °C, 1h à 400 °C, 1h à 800 °C, 1h à 400 °C, 1h à 800 °C. Lors de cet essai, une mesure de réflectométrie fréquentielle Rayleigh est effectuée toutes les deux minutes avec l'interrogateur OBR-4600. Le déplacement spectral de chaque mesure par rapport à la référence (fixée à la fin de l'essai à 47,3 h, à 22 °C) est calculé par corrélation croisée, selon des jauges de 1 cm de longueur et espacées de 0,06 cm le long de la fibre. Les valeurs de déplacement spectral sont converties en température en exploitant la température mesurée par le thermocouple lors du dernier refroidissement du test cyclique entre 22 °C et 800 °C (entre 34,8 h et 47,3 h).

La **Fig. 2** affiche les températures mesurées par réflectométrie fréquentielle Rayleigh sur la fibre NP ZrO<sub>2</sub> au centre du four lors de l'essai. Le recuit est marqué par une variation négative (entre 2,6 h et 3,2 h), puis positive de la température mesurée. Ce recuit est utile pour provoquer cette déviation, afin d'avoir des variations moins importantes à la suite de l'essai. Ces variations s'expliquent par le changement du signal rétrodiffusé suite aux modifications physico-chimiques du verre et des nanoparticules de zircone aux hautes températures. Lors des paliers à 800 °C du test cyclique, l'écart entre la mesure du thermocouple et celle de la fibre NP ZrO<sub>2</sub> diminue au cours du temps : au premier palier (à 23,2 h), cet écart est au plus de 9,3 °C ; tandis qu'au dernier palier (à 33,9 h), l'écart est au plus de 3,8 °C. Cette diminution s'explique par le choix que la référence soit à la fin de l'essai, alors que les propriétés de la fibre continue d'évoluer à 800 °C lors du test cyclique. La définition d'une autre étape de recuit optimiserait la stabilité du signal rétrodiffusé à 800 °C.



**Fig. 2 :** Températures mesurées avec le thermocouple et températures mesurées par réflectométrie fréquentielle Rayleigh au centre du four avec la fibre NP ZrO<sub>2</sub> lors de l'essai thermique.

La **Fig. 3** correspond à la mesure de température lors du dernier palier à 800 °C (à 34,8 h) le long de la fibre NP ZrO<sub>2</sub> et le long de la fibre SMF-28 testée dans les mêmes conditions. La mesure sur la fibre NP ZrO<sub>2</sub> ne montre pas d'erreurs de corrélation croisée dans la zone de chauffe stable (~40 cm), à l'inverse de la mesure sur la fibre SMF-28. La moyenne des mesures sur la fibre NP ZrO<sub>2</sub> dans la zone de chauffe stable est égale à  $807 \pm 4$  °C. Cette moyenne est correcte par rapport à la température mesurée avec le thermocouple ( $800 \pm 6$  °C).



**Fig. 3 :** Mesures de température par réflectométrie fréquentielle Rayleigh le long de la fibre NP ZrO<sub>2</sub> et le long de la fibre SMF-28 lors du dernier palier à 800 °C du test cyclique (à 34,8 h), après recuit.

## CONCLUSION

La fibre NP ZrO<sub>2</sub> présente un signal rétrodiffusé Rayleigh amélioré de 40,6 dB par rapport à la fibre SMF-28. Ce signal est accompagné de pertes de 2,8 dB/m, inférieures à celles dans le cas de fibres avec des nanoréseaux. Après recuit de 8 h à 800 °C, la réflectométrie fréquentielle Rayleigh est employée sur la fibre NP ZrO<sub>2</sub> pour effectuer des mesures réparties de température à 800 °C sur une longueur de 40 cm, selon des jauges de 1 cm de long. La meilleure stabilité des mesures à 800 °C sur la fibre NP ZrO<sub>2</sub> par rapport à la fibre SMF-28 s'expliquerait par l'intensité du signal rétrodiffusé plus élevée ou par la faible évolution physico-chimique des nanoparticules de zircone.

Ce travail est supporté par l'institut IRCICA (USR CNRS 3380 de l'Université de Lille), par le laboratoire LCFO (CEA LIST), par l'Agence Nationale de la Recherche (bourse ANR JCJC SIMI 9-AMPEROR, 2014-2017). Ce travail est financé partiellement par l'Equipex FLUX avec le « Programme Investissements d'Avenir » et par le CPER « Photonics for Society P4S ».

## RÉFÉRENCES

- [1] Buric, M., Ohodnicki, P., Yan, A., et al., in *SPIE Optical Engineering + Applications*, (SPIE, 2016), 11.
- [2] Gifford, D. K., Soller, B. J., Wolfe, M. S., et al., in *ECOC 2005*, (IET, 2005), 511-512 vol.513.
- [3] Yan, A. D., Huang, S., Li, S., et al., *Sci Rep* **7**, (2017).
- [4] Sypabekova, M., Korganbayev, S., Blanc, W., et al., *Opt. Lett.* **43**, 5945-5948 (2018).
- [5] Le Rouge, A., El Hamzaoui, H., Capoen, B., et al., *Mater. Res. Express* **2**, 055009 (2015).