

Université de Montréal

Évolution des défauts dans les fibres optiques irradiées

par
Caroline Laplante

Département de physique de l'Université de Montréal
Faculté des arts et des sciences

Mémoire présenté à la Faculté des études supérieures
en vue de l'obtention du grade de Maître ès sciences (M.Sc.)
en physique

Août, 2017

© Caroline Laplante, 2017.

Université de Montréal
Faculté des études supérieures

Ce mémoire intitulé:

Évolution des défauts dans les fibres optiques irradiées

présenté par:

Caroline Laplante

a été évalué par un jury composé des personnes suivantes:

Richard Leonelli,	président-rapporteur
François Schiettekatte,	directeur de recherche
Sjoerd Roorda,	membre du jury

Mémoire accepté le:

RÉSUMÉ

L'utilisation de fibres optiques à réseaux de Bragg (FBG) comme thermomètres dans des véhicules spatiaux et autres environnements sous rayonnement requiert une caractérisation des défauts créés par les rayons cosmiques, ainsi que leur évolution sous recuit.

Les irradiations des fibres par des protons de 5 MeV ont été faites à des fluences entre 10^9 cm^{-2} et 10^{15} cm^{-2} afin de reproduire les effets des rayons cosmiques à l'orbite géodésique tel que prévu par la littérature et le programme SPENVIS. L'absorption optique des fibres mesurée par spectrométrie met en lumière la présence de nouveaux défauts optiquement actifs à partir d'une fluence de 10^9 cm^{-2} . Les défauts principaux qui modifient la transmission dans les fibres sont E, D_0 , D et POR. À une énergie de 3.5 eV, une bande de photoluminescence est créée à partir d'une fluence de 10^9 cm^{-2} . Grâce à un filtre passe-haut, il a été possible de déterminer que cette bande provenait d'une photoluminescence excitée d'un défaut produisant une bande d'absorption à des longueurs d'onde supérieures à 420 nm.

Les mesures ToF-SIMS ont mis en évidence la présence de chlore dans les fibres, créant une bande d'absorption à 3.8 eV. Ceci confirme la méthode de fabrication de la silice utilisée pour les fibres optiques de cette recherche. La présence de germanium implique aussi la présence d'une bande à 5.14 eV, trop faible pour être observée par nos appareils de mesure.

Les recuits sous atmosphère contrôlée effectués à des températures de 300°C, 500°C, 700°C et 900°C montrent que l'annihilation des défauts n'est pas caractérisée par un processus activé thermiquement avec une seule barrière d'énergie importante. Elle se produit plutôt graduellement, de manière semblable à la relaxation dans les matériaux amorphes. Les défauts de chlore, D_0 et POR sont encore observables à une température de 900°C.

Mots clés: fibres optiques, absorption, annihilation, recuit, bandes d'absorption, défauts optiquement actifs, rayons cosmiques, fibres à réseaux de Bragg, irradiation, implantation, Tof-SIMS, spectrométrie

ABSTRACT

The use of fiber Bragg grating as thermometers in space and radioactive environments requires a characterization of the optical defects created by cosmic rays, as well as their evolution under annealing.

The irradiation of the fibers by protons of 5 MeV have been carried out at different fluences between 10^9 cm^{-2} and 10^{15} cm^{-2} to reproduce the effect of cosmic rays predicted by the SPENVIS program. The fibers absorption measured by spectrometry showed the creation of new optical defects after a fluence of 10^9 cm^{-2} . The main defects modifying the transmission in the fibers are E, D_0 , D and POR. At 3.5 eV, a photoluminescence band is created after a fluence of 10^9 cm^{-2} . With a high-pass filter, it was possible to determine that this band was made by excited photoluminescence by a defect located at wavelengths higher than 420 nm.

Tof-SIMS measurements confirmed the presence of chlorine in fibers, which creates an absorption band at 3.8 eV. This enables us to confirm the silica manufacturing method, which is used to make the optical fibers. The presence of germanium implies that there should be an absorption band at 5.14 eV, but it is too weak to be observed by our measuring methods.

The annealing under nitrogen atmosphere carried out at 300°C, 500°C, 700°C and 900°C shows that the defect annealing is not characterized by a thermally activated process featuring a single activation energy, but occurs gradually over a wide temperature

span, similar to what is observed during the relaxation of amorphous materials. Chlorine, POR and D_0 defects have been observed at 900°C.

Keywords: optical fibers, absorption, annealing, absorption band, defects, cosmic rays, fiber Bragg gratings, irradiation, implantation, Tof-SIMS, spectrometry

TABLE DES MATIÈRES

RÉSUMÉ	iii
ABSTRACT	v
TABLE DES MATIÈRES	vii
Liste des tableaux	xi
Liste des figures	xii
Liste des annexes	xix
Liste des sigles	xx
NOTATION	xxi
DÉDICACE	xxii
REMERCIEMENTS	xxiii
CHAPITRE 1 : INTRODUCTION	1
CHAPITRE 2 : CONCEPTS THÉORIQUES	4
2.1 Généralités sur le projet	4
2.2 Rayons cosmiques	5

2.2.1	Les rayons cosmiques galactiques et extragalactiques	6
2.2.2	Les particules solaires énergétiques	7
2.2.3	Motivations quant à la caractérisation de l'effet des rayons cosmiques	7
2.3	Structure de la silice et fibres optiques	9
2.4	Défauts liés aux types de fabrication	13
2.5	Défauts liés à l'irradiation et théorie des pertes d'énergie	15
2.5.1	Processus de perte d'énergie	15
2.5.2	Défauts optiquement actifs	17
2.5.3	Diffusion thermique et évolution des défauts	32
CHAPITRE 3 : MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE		37
3.1	Simulations numériques SRIM et Spenvis	37
3.1.1	SPENVIS et simulation des caractéristiques des rayons cosmiques	38
3.1.2	Simulation des dommages par SRIM	42
3.2	Implantation et irradiation	44
3.2.1	Fonctionnement de l'accélérateur Tandem Van Der Graaf	46
3.2.2	Méthodologie des irradiations et implantations	47
3.2.3	Variabilité des mesures	49
3.3	Spectromètre et absorption optique	55
3.4	Programme d'analyse des données	58
3.4.1	Ajustement de gaussiennes	61

3.5	Méthodologie pour les recuits	62
3.6	Mesures ToF-SIMS	64

CHAPITRE 4 : EFFET DE L'IRRADIATION SUR L'ABSORPTION OPTIQUE DES FIBRES OPTIQUES 67

4.1	Effet de la fluence sur les défauts optiques créés dans les fibres	67
4.1.1	Défauts présents dans les fibres optiques vierges	68
4.1.2	Fluence de 10^9 cm^{-2}	72
4.1.3	Effet d'une fluence de 10^{10} cm^{-2}	77
4.1.4	Effet d'une fluence de 10^{11} cm^{-2}	80
4.1.5	Effet d'une fluence de 10^{12} cm^{-2}	83
4.1.6	Effet d'une fluence de 10^{13} cm^{-2}	86
4.1.7	Effet d'une fluence de 10^{14} cm^{-2}	89
4.1.8	Effet d'une fluence de 10^{15} cm^{-2}	91
4.2	Défaut de Chlore et mesures de la composition chimique	96
4.3	Récapitulation du chapitre 4	98

CHAPITRE 5 : EFFET DE RECUI T SUR L'ABSORPTION OPTIQUE DES FIBRES OPTIQUES 100

5.1	Évolution des défauts et diffusion thermique	100
5.1.1	Recuit à 300°C	101
5.1.2	Recuit à 500°C	104

5.1.3 Recuit à 700°C	106
5.1.4 Recuit à 900°C	109
5.2 Récapitulation du chapitre 5	112
CHAPITRE 6 : CONCLUSION	115
BIBLIOGRAPHIE	119

LISTE DES TABLEAUX

2.I	Défauts présents dans la silice et leur bande d'absorption	30
3.I	Fluence par intervalle d'énergie totale à l'orbite géodésique pour un voyage de 10 ans dans l'espace, ainsi que le nombre de lacunes créées par ion selon SRIM	40
3.II	Fluence totale sommée à l'orbite géodésique pour un voyage de 10 ans dans l'espace	41
3.III	Effet attendu dans les fibres en fonction de la température de recuit	63
I.I	Table du pouvoir d'arrêt électronique des protons dans le SiO_2 ainsi que leur fluence calculée	xxv
I.II	Table du pouvoir d'arrêt nucléaire des protons dans le SiO_2 ainsi que leur fluence calculée	xxv

LISTE DES FIGURES

2.1	Structure de la silice en tétraèdre, [1]	10
2.2	Structure des centres E'	18
2.3	Structure du précurseur au centre E'_γ	19
2.4	Schématisation du centre E'_γ	19
2.5	Structure du précurseur au centre E'_β	20
2.6	Schématisation du centre E'_β	20
2.7	Schématisation des défauts ODC(II) avec lacune d'oxygène non relaxée	22
2.8	Structure des défauts de germanium	23
2.9	Schématisation des défauts ODC(I) avec lacune d'oxygène relaxée	24
2.10	Schématisation de la structure du défaut NBHOC	26
2.11	Schématisation du défaut POR	29
2.12	Schématisation du défaut POL	30
2.13	Défauts dans la silice retrouvés dans la littérature	31
3.1	Distribution des ions incidents dans la fibre optique pour une énergie incidente de 5 MeV	44
3.2	Distribution des atomes déplacés pour une énergie incidente de 5 MeV	45

3.3	Graphique du coefficient d'absorption en fonction de la longueur d'onde pour une fibre vierge ainsi que deux fibres préparées et non-irradiées	50
3.4	Coefficient d'absorption en fonction de la longueur d'onde pour une fibre vierge (verte) et un bout non-irradié de fibre irradiée . . .	51
3.5	Coefficient d'absorption en fonction de la longueur d'onde pour différentes longueurs d'irradiation à une fluence de 10^{11} cm^{-2} . . .	52
3.6	Coefficient d'absorption en fonction de la longueur d'onde pour deux fibres irradiées à 10^{11} cm^{-2} sur 1 cm^2	53
3.7	Coefficient d'absorption en fonction de la longueur d'onde pour deux fibres irradiées à 10^{12} cm^{-2} sur 1 cm^2	54
3.8	Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour la lampe deutérium de marque Oriol	56
4.1	Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre vierge	69
4.2	Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à 10^9 cm^{-2}	72
4.3	Figure présentant le nombre de comptes (intensité) en fonction de la longueur d'onde incidente pour des fibres irradiées à une fluence de 10^9 cm^{-2} avec ou sans filtre passe-haut	74

4.4	Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à 10^9 cm^{-2} et les défauts associés	75
4.5	Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à 10^{10} cm^{-2}	78
4.6	Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à 10^{10} cm^{-2}	79
4.7	Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à 10^{11} cm^{-2}	81
4.8	Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à 10^{11} cm^{-2}	82
4.9	Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à 10^{12} cm^{-2}	83
4.10	Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{12} cm^{-2} ainsi que les défauts retrouvés dans la littérature	85
4.11	Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à chacune des fluences ci-haut	86
4.12	Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{13} cm^{-2} ainsi que le spectre d'une fibre vierge	87

4.13	Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{13} cm^{-2} ainsi que les défauts associés	88
4.14	Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à 10^{14} cm^{-2}	90
4.15	Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à chacune des fluences ci-haut	91
4.16	Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée et une fibre vierge	92
4.17	Comparaison du spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie de photons pour des fibres irradiées à des fluences de 10^{13} cm^{-2} , 10^{14} cm^{-2} et 10^{15} cm^{-2}	93
4.18	Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à 10^{15} cm^{-2} ainsi que les défauts optiquement actifs observés	94
4.19	Profil de l'intensité des ions retrouvés dans la fibre en nombre de comptes en fonction du temps après une pulvérisation au Cs+ dans le coeur de la fibre implantée	97
4.20	Profil de l'intensité des ions retrouvés dans la fibre en nombre de comptes en fonction du temps après une pulvérisation au Cs+ hors du coeur de la fibre implantée	98

5.1	Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{12}cm^{-2} sans recuit, et une seconde recuite à 300°C	102
5.2	Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{12}cm^{-2} sans recuit, et une seconde recuite à 300°C	103
5.3	Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{12}cm^{-2} sans recuit, et une seconde recuite à 500°C	105
5.4	Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{12}cm^{-2} sans recuit, et une seconde recuite à 500°C	106
5.5	Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{12}cm^{-2} sans recuit, et une seconde recuite à 700°C	107
5.6	Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{12}cm^{-2} sans recuit, et une seconde recuite à 700°C	108
5.7	Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{12}cm^{-2} sans recuit, et une seconde recuite à 900°C	109

5.8	Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{12}cm^{-2} sans recuit, et une seconde recuite à 900°C	110
5.9	Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{12}cm^{-2} sans recuit et à des températures de 300°C , 500°C , 700°C et 900°C . . .	113
5.10	Intensité des pics d'absorption optique de différents défauts en fonction de la température	114
II.1	Porte-fibre avec vis permettant de trouver le point focal de la fibre	xxvi
II.2	Entrée du spectromètre	xxvii
II.3	Entrée du spectromètre avec la partie en métal permettant de soutenir le porte-fibre	xxviii
II.4	Porte-fibre allant dans le détecteur	xxix
III.1	Profil de l'absorption optique d'une fibre irradiée à une fluence de 10^9cm^{-2} en fonction de l'énergie de photons, ainsi que le profil d'une fibre vierge	xxx
III.2	Profil de l'absorption optique d'une fibre irradiée à une fluence de 10^{10}cm^{-2} en fonction de l'énergie de photons, ainsi que le profil d'une fibre vierge	xxxi

III.3	Profil de l'absorption optique d'une fibre irradiée à une fluence de 10^{11} cm^{-2} en fonction de l'énergie de photons, ainsi que le profil d'une fibre vierge	xxxii
III.4	Profil de l'absorption optique d'une fibre irradiée à une fluence de 10^{12} cm^{-2} en fonction de l'énergie de photons, ainsi que le profil d'une fibre vierge	xxxii
III.5	Figure regroupant les 4 derniers graphiques : l'absorption optique en fonction de l'énergie de photons pour différentes fluences de protons	xxxii

LISTE DES ANNEXES

Annexe I : Annexe 1 xxv

Annexe II : Annexe 2 xxvi

Annexe III : Annexe 3 xxx

LISTE DES SIGLES

FBG	Fibres à réseaux de Bragg
PL	Photoluminescence
PM	Photomultiplicateur
RCG	Rayons cosmiques galactiques
UHECR	Rayons cosmiques ultra-énergétiques
ODC	Oxygen deficiency center
POL	Pont peroxyde
POR	Radical peroxyde
NBHOC	Non-bridging oxygen hole center
SPENVIS	Space environment information system
SRIM	The stopping and range of ion in matter program

NOTATION

Réactifs \rightarrow produits Implique une réaction possible dans un seul sens

\equiv Si Si a des liaisons avec trois O

$Si\cdot$ Liaison pendante

$Si\cdot\cdot$ Deux liaisons pendantes

S_1 État singulet excité

S_0 État singulet fondamental

À Père

REMERCIEMENTS

J'aimerais tout d'abord remercier mon directeur de recherche, François Schiettekatte, pour toutes ses bonnes idées et son implication constante dans ma recherche. Je n'y serais pas arrivé sans son soutien.

J'aimerais également remercier les professeurs Sjoerd Roorda et Richard Leonelli qui m'ont donné de nouvelles pistes de solution quand j'étais bloqué.

Guillaume Gélinas et Colin Nadeau-Brosseau ont été indispensables à la confection de mon montage, et au commencement de ma recherche. Je vous remercie de votre apport et de vos réponses rapides à mes questions.

J'aimerais ensuite remercier les deux stagiaires qui ont travaillé sur mon projet, Andréa Gaspert et Maxime Isabelle, qui m'ont donné un bon coup de pouce dans différents aspects de ma recherche.

Merci à Louis Godbout, qui a démarré l'accélérateur 3500 fois pour moi, et qui a été d'une patience incroyable quand je posais les mêmes questions non-stop.

Merci infiniment à tous mes collègues de bureau, qui rendaient les journées enfermées au bunker beaucoup plus ensoleillées. Un merci spécial à Stef qui a sauvé mon dos, et littéralement sauvé ma vie.

Merci à ma gentille famille qui m'a soutenu et encouragé même lorsque je ne voulais que chialer. Je vous aime toutes et tous très fort !

Merci à mes ami-es qui sont définitivement les meilleur-es du monde, et qui m'ont

permis de décrocher lorsque je sortais de l'Université. Merci au Girl Squad qui me fait sentir que j'étais tout capable de faire. Merci à Frank de te battre avec moi dans les cours de boxe pour faire sortir mes frustrations. Merci Steven d'être si divertissant. Merci Flo et Chach pour tous les bons moments et les voyages mémorables !

Et finalement, merci à mon copain Jo, qui a été parfait, et qui m'a aidé à me relaxer et à bien dormir, surtout dans les derniers jours avant la remise de ce mémoire. Je t'aime !

CHAPITRE 1

INTRODUCTION

C'est au milieu du *XIX^e* siècle que l'utilisation du principe de réflexion totale interne pour la communication connaît ses débuts. Bell mit au point un photophone qui transmettait la lumière sur plus de 200 mètres. Ce n'est pourtant qu'au *XX^e* siècle que les télécommunications par fibre optique connaissent un réel avènement grâce au fibroscope, puis dans les systèmes de communication téléphonique. La fibre optique exploite l'absence de réfraction pour transmettre des signaux lumineux sur de très grandes distances, sans perte significative d'intensité.

Les fibres à réseau de Bragg (FBG) sont créées. Les FBG ont permis la mise en oeuvre du multiplexage en longueur d'onde. Pour fabriquer un réseau de Bragg, un faisceau laser incident et la partie du faisceau réfléchi par la fibre interfèrent et créent une modulation périodique de l'indice de réfraction dans le coeur de la fibre. Ces fibres ne transmettent ou réfléchissent que certaines longueurs d'onde, dépendant du réseau inscrit en leur coeur.

Comme la plage des longueurs d'onde peut être extrêmement étroite, les FBG peuvent être utilisées comme thermomètres [2]. Un changement de température engendre une modification de la longueur d'onde réfléchi. N'étant pas affectées par les interférences électromagnétiques, leur utilisation dans différents environnements électroniques bruyants, notamment sur les vaisseaux spatiaux, semble intéressante. Or, les FBG ne sont pas

résistantes à de fortes températures et les radiations, que ce soit celles d'un réacteur nucléaire ou le rayonnement cosmique dans l'espace, pourrait amplifier cet effet.

Malgré l'intérêt lié à l'utilisation des FBG comme capteurs de température, on se questionne encore sur les mécanismes pouvant compromettre les caractéristiques intrinsèques de la silice. L'irradiation provoque la création de bandes d'absorption optique dans les fibres. Les mécanismes de création des défauts, les effets liés au choix du matériel d'origine et l'effet de la fluence incidente sur la génération des défauts nécessitent d'être étudiés. La température peut également mener à une diffusion thermique et à une évolution des défauts optiquement actifs, qui modifiera également la transmission.

Le présent mémoire comporte cinq chapitres. Au prochain chapitre nous présentons une revue de la littérature et quelques concepts de base sur lesquels repose ce mémoire. L'origine et la composition des rayons cosmiques, les méthodes de fabrication de la silice, le fonctionnement d'une fibre optique, les processus de création des défauts optiquement actifs et les effets produits par l'irradiation sur l'absorption optique des fibres sont introduits.

Au chapitre 3, la méthodologie expérimentale et théorique est décrite. Les simulations et les méthodes d'analyse des données y sont également présentés.

Au chapitre 4, nous montrons l'effet de l'irradiation sur l'apparition des défauts telle que mesurée par absorption optique. Les spectres du coefficient d'absorption optique sont comparés au spectre de la fibre vierge. Les spectres des défauts présentés au cha-

pitre 2 sont également ajustés sur les spectres mesurés afin de déterminer lesquels seront créés aux différentes fluences, et selon quels processus. Le résultat des analyses de la composition chimique des fibres y est traité.

Le chapitre 5 se consacre à l'effet de recuit sur l'absorption optique des fibres irradiées. Nous y examinons comment les défauts s'annihilent en fonction de la température.

CHAPITRE 2

CONCEPTS THÉORIQUES

Ce chapitre se propose tout d'abord de passer en revue les généralités concernant le projet, les conditions de radiation dans l'espace, ainsi qu'une brève description des fibres optiques qui seront utilisées tout au long de ce mémoire. Ensuite, les défauts d'implantation des fibres et les processus de perte d'énergie seront détaillés, tout comme les implications des procédés de fabrication sur les défauts d'absorption. Finalement, la diffusion thermique et l'évolution des défauts seront abordés.

2.1 Généralités sur le projet

Les fibres à réseau de Bragg (FBG) peuvent être utilisées comme moniteur optique pour des mesures de température en temps réel. Étant donné cette caractéristique, elles peuvent servir de thermomètre. Leur immunité aux interférences électromagnétiques ainsi que leur flexibilité mécanique en font des candidates très intéressantes pour des thermomètres placés sur des vaisseaux spatiaux, qui seront soumises à de très hautes températures lors de la réentrée dans l'atmosphère et à de la radiation. Malheureusement, les FBG sont peu résistantes et stables lorsque la température dépasse les 800°C. De plus, les défauts d'irradiation peuvent nuire davantage à la stabilité. [3]. Dans le cadre de mon projet de maîtrise, il était question de vérifier l'influence de l'irradiation sur la stabilité des fibres et tenter d'améliorer et prolonger les conditions d'opération et

la vie des FBG pour des applications en technologie aérospatiales. Pour ce faire, il fallait étudier l'évolution des défauts après irradiation, implantation et diffusion thermique dans le coeur des fibres. L'étude de telles fibres permettra de caractériser l'évolution des défauts avant même d'écrire un réseau de Bragg dans ces dernières.

2.2 Rayons cosmiques

Comme mentionné dans le chapitre d'introduction, la motivation de ce projet est l'optimisation de FBG qui seront soumises à des environnements difficiles, principalement à l'espace. En plus des températures extrêmes de ce milieu, les rayons cosmiques sont très dommageables pour presque tout matériel.

Les rayons cosmiques sont composés d'un flux de particules relativistes pouvant provenir du soleil, de la galaxie, ou de sources extragalactiques [4]. La majorité de ces rayons primaires n'atteindront jamais la surface de la Terre, étant donné la protection fournie par le champ magnétique et l'atmosphère terrestres. Les particules qui atteignent la surface sont, pour la plupart, des muons et des rayonnements secondaires, créés par des cascades des rayons primaires. La plus grande partie des rayons cosmiques est composée de protons de différentes énergies. Ceci compose jusqu'à 90% des rayons [5]. Ils peuvent également contenir des particules alpha, des électrons, certains nucléons, des neutrinos et des rayons gammas. Les particules les plus énergétiques proviendraient principalement de l'espace interstellaire et intergalactique [6][7], alors que les ions et les électrons proviendraient du vent solaire[8].

2.2.1 Les rayons cosmiques galactiques et extragalactiques

Comme mentionné ci-haut, les rayons cosmiques peuvent être séparés en deux types selon leur provenance : les rayons cosmiques galactiques et extragalactiques, et les particules solaires énergétiques. Les RCGs (rayons cosmiques galactiques et extragalactiques) peuvent provenir de différentes sources. Les principales seraient les centres actifs de galaxies [9], les supernovas[10] [11] et les étoiles à neutrons[7].

Les galaxies à centres actifs sont caractérisées par une très forte luminosité provenant de leur coeur, dû à un trou noir supermassif. Une grande quantité de rayons gammas est émise de ces galaxies dites actives. Le trou noir sert d'accélérateur de particules : en effet, les trous noirs possèdent une magnétosphère rotative, créant ainsi un effet de centrifugeuse [12]. Les particules chargées sont forcées de suivre les lignes de champ. Des électrons peuvent même être accélérés au-delà de 10^{18} eV [13].

Les rayons cosmiques ultra-énergétiques (UHECRs) de plus de 10^{18} eV sont très rares, mais néanmoins doivent être considérés. Ils peuvent provoquer d'importantes défaillances dans les systèmes de bord. Ces particules proviendraient des étoiles à neutrons ayant une période de rotation inférieure à 10 ms[6]. Comme l'étoile qui s'effondre garde son moment cinétique, la rotation du noyau peut devenir incroyablement rapide. Cette rotation rapide crée un fort champ magnétique qui créera à son tour un vent relativiste pouvant accélérer même des noyaux plus lourds (le fer par exemple) à ces immenses énergies. Le champ magnétique créé permettra aussi à des électrons et neutrons à être accélérés, comme dans le cas des galaxies actives. Cependant, une source de UHECRs fut observée

dans la direction d'Alpha du Centaure, ceci sans explication à ce jour.

Les supernovas, tel que proposé par F. Zwicky en 1934 [14], seraient une seconde source de rayonnements cosmiques. La supernova est définie comme l'explosion en fin de vie d'une étoile massive. Durant ce processus final, l'étoile rejette la majorité de sa matière vers le vide interstellaire. Des protons sont ainsi accélérés par l'onde de choc de la supernova et certains croisent la Terre [11]. Ces protons furent observés par la désintégration de pions π^0 : la collision de deux protons crée ces pions, qui se désintègreront par la suite en rayons gammas. Ces protons composent les rayons cosmiques à plus de 90%[4].

2.2.2 Les particules solaires énergétiques

Ce type de rayonnement cosmique est principalement issu de la couronne solaire. Les principales particules libérées de l'attraction solaire sont les neutrinos, interagissant très faiblement avec l'environnement, les rayons x ainsi que toutes les autres énergies de photons, les protons et certaines particules alpha produites par les réactions nucléaires dans le coeur [8].

2.2.3 Motivations quant à la caractérisation de l'effet des rayons cosmiques

Selon Eric Gloutnay de l'Agence Spatiale Canadienne, [5], l'énergie des protons solaires serait assez basse, soit 10-100 MeV, tandis que les protons galactiques et intergalactiques pourraient avoir une énergie allant jusqu'à 10^6 MeV.

Tous les types de particules mentionnés ci-haut peuvent avoir un effet sur les matériaux, ainsi que sur les êtres vivants. Elles peuvent, par exemple, modifier l'ADN. IBM rapporte plusieurs problèmes électroniques causés par l'irradiation de leur matériel[15]. La compagnie mentionne que les rayons peuvent engendrer une erreur par 256 megabytes par mois, sur la Terre [15].

Également, la sonde Voyager 2 de la NASA a rapporté un dysfonctionnement important de ses appareils électroniques dû aux rayons cosmiques. La NASA rapporte que le plus gros frein au voyage interstellaire est la présence de rayonnement cosmique. Dans le cas qui nous occupe, les rayons cosmiques peuvent induire des défauts qui modifient les fibres et pourraient accélérer ou au moins influencer l'effacement des FBG observé à hautes températures. Il est donc nécessaire de bien caractériser l'effet de l'irradiation des rayons cosmiques sur ces dernières, et de comprendre les processus de formation de défauts dans la silice composant les fibres [16].

De plus, grâce aux simulations effectuées par SPENVIS, *the Space Environment Information System*[17], qui seront présentés à la section 3.1, les dommages principaux proviennent des protons. Les autres types de particules ne produisent pas autant de dégâts dans la structure de la silice et donc, ne sont pas aussi importants à caractériser que l'effet des protons. Comme ils représentent la grande majorité des rayons cosmiques, une simulation de l'effet des protons sur les fibres optiques est assez représentative de l'effet global des rayons cosmiques.

2.3 Structure de la silice et fibres optiques

Les fibres optiques sont fabriquées à partir de silice, soit de SiO_2 . La silice est définie comme étant une structure amorphe ayant une transition vitreuse [18]. Cette transition est propre aux verres. Il s'agit d'un phénomène réversible lors duquel les propriétés thermodynamiques et dynamiques du matériau amorphe sont modifiées. Cette transition est associée à une température fictive T_f . En dessous de cette température, le matériel se déforme plus facilement, et est dans un état plus mou. Lorsque la T_f est dépassée, un état solide et vitreux est atteint, dans lequel la mobilité relative est très basse. [19]

Afin d'expliquer les pics caractéristiques de la silice obtenus lors de la diffraction par rayons X, il faut considérer la silice comme étant constituée de tétraèdes. [20]. Chaque tétraèdre partage un de ses sommets avec son voisin. Le centre de chacun des tétraèdes est occupé par un atome de silicium, et les sommets sont composés d'oxygène [21], tel que présenté à la figure 2.1. Ce modèle est adopté encore de nos jours. Cependant, les procédés de fabrication de la silice introduisent souvent des défauts dans le matériau, et le modèle s'en trouve modifié. Les différents défauts de fabrication seront traités à la section 2.4.

Pour fabriquer les fibres optiques, le procédé le plus utilisé est de créer un lingot de silice, généralement à partir d'une poudre obtenue par oxidation en phase vapeur de $SiCl_4$, pour ensuite l'étirer sous la flamme d'un chalumeau. Afin d'obtenir plusieurs couches dans la silice, le lingot est dopé de GeO_2 en son centre, ce qui modifie l'indice de réfraction. Une couche de protection composée d'une résine est appliquée sur par des-

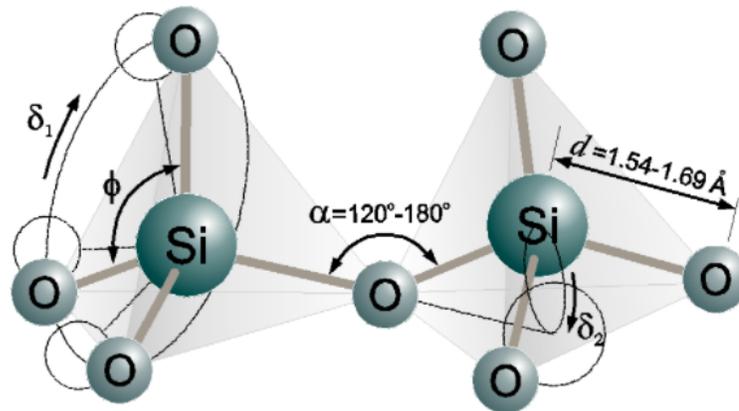


Figure 2.1 : Structure de la silice en tétraèdre, [1]

sus. Les fibres optiques permettent la transmission d'un signal électromagnétique puisqu'elles sont des guides d'onde : elles utilisent les propriétés réfractives de la lumière. En effet, l'indice de réfraction de la couche de coeur est légèrement plus grand que l'indice de la seconde couche, grâce au dopage de germanium dans le coeur. Ce faisant, la lumière se retrouve réfléchi à l'intérieur et est donc piégée par réflexion totale interne. Ceci est régit par la loi de Snell-Descartes :

$$n_1 \sin(\theta_1) = n_2 \sin(\theta_2) \quad (2.1)$$

où les n sont les indices de réfraction des deux milieux et θ , l'angle formée avec la normale dans chacun des milieux. Il y a un angle critique en dessous duquel il ne peut y avoir de réfraction et il y a donc réflexion totale interne.

$$\theta_c = \arcsin\left(\frac{n_2}{n_1}\right) \quad (2.2)$$

Une minime partie de la lumière peut être diffusée ou absorbée. La quantité d'énergie qui est guidée dans la fibre est directement lié à la quantité pouvant pénétrer la fibre. Un cône d'acceptance est situé à l'entrée : si le rayon incident se situe dans ce cône, il est guidé par réflexion le long de la fibre. Sinon, il n'est simplement pas guidé. L'ouverture numérique caractérise ce cône d'acceptance selon la loi suivante :

$$O.N. = \sin(\theta) = \sqrt{n_c^2 - n_g^2} \quad (2.3)$$

L'angle θ est simplement l'angle d'incidence maximal pour que la lumière soit guidée, tandis que n_c et n_g sont, respectivement, l'indice de réfraction du coeur et l'indice de réfraction de la gaine.

Les fibres optiques peuvent être monomodes ou multimodes. Les fibres multimodes peuvent conduire plusieurs modes, comme leur nom l'indique : elles transportent plusieurs trajets lumineux. Les monomodes, quant à elles, ne conduisent qu'un seul mode de propagation, puisque leur coeur est trop fin [22].

Les pertes lumineuses dans les fibres sont minimales, puisqu'il y a moins de réflexions entre la gaine et le coeur. Cette atténuation très faible fait des fibres monomodes des candidates de choix pour le transport d'informations. Puisqu'une proportion égale de lumière est atténuée à chaque unité de distance, l'atténuation dans les fibres peut être exprimée selon une loi de décroissance exponentielle en fonction de la longueur d'onde, appelée la loi de Beer-Lambert :

$$I(\lambda, z) = I_0(\lambda)e^{-\alpha z} \quad (2.4)$$

où I est l'intensité sortante de la fibre, I_0 est l'intensité initiale, z est la longueur de la fibre et α est le coefficient d'absorption en cm^{-1} . Cette loi traduit donc la dépendance de l'intensité lumineuse au matériau qu'elle traverse ainsi qu'à sa longueur. Le coefficient d'absorption α dépend du matériau et de la longueur d'onde de la lumière incidente.

$$\alpha = \frac{4\pi k}{\lambda} \quad (2.5)$$

où k est le coefficient d'extinction représentant la perte d'énergie électromagnétique du faisceau incident. L'absorbance dans la fibre peut également être décrite comme suit : Si

$$T = \frac{I_t}{I_0} \quad (2.6)$$

alors

$$A = 1 - T = \frac{(I_0 - I_t)}{I_0} \quad (2.7)$$

où T est la transmittance. La transmittance est simplement définie comme le rapport entre l'intensité lumineuse transmise et l'intensité lumineuse couplée dans le coeur à l'entrée de la fibre. Pour mesurer ces types de caractéristiques, une lampe ou un laser doit émettre un signal optique d'une certaine longueur d'onde et un récepteur doit mesurer le signal transmis. Dans le cas de cette recherche, une lampe au deutérium a été utilisée ainsi

qu'un photomultiplicateur comme récepteur. Le montage sera discuté plus en détails à la section 3.3.

En somme, les fibres optiques sont composées de silice et d'un coeur de silice et de GeO_2 , afin de modifier l'indice de réfraction de celui-ci. Ce faisant, la réflexion totale interne permet la transmission presque parfaite de signaux lumineux sur des centaines de kilomètres.

2.4 Défauts liés aux types de fabrication

Lors de la fabrication de la silice, plusieurs impuretés peuvent être introduites dans le SiO_2 , créant ainsi des défauts qui pourraient être observés par les mesures d'absorption optique en spectrométrie. Comme expliqué précédemment, la fabrication de la silice et des fibres mènent à des défauts qui sont observables notamment par absorption optique. Deux principaux types de fabrication sont utilisés afin de créer la silice. Les fabricants peuvent se servir du quartz naturel afin de synthétiser du quartz fondu, ou d'un composé d'oxygène et d'un composé de silicium, généralement le $SiCl_4$. Étant donné que la méthode de fabrication a un impact sur les défauts optiquement actifs qui seront présents dans la silice et que chacune des méthodes ne diffèrent que peu, il est important de les passer en revue. Plusieurs éléments de cette section sont décrits de manière semblable dans la thèse de Marc Verhaegen [23]. J'invite fortement le lecteur qui désire en apprendre davantage sur les types de défauts et les processus de synthèse à consulter cette thèse.

Le premier type se sert soit du quartz, soit de la silice amorphe, qui aura une faible concentration de contaminants. Afin de faire fondre le quartz naturel, une fournaise électrique ou une flamme peuvent être utilisées. Pour la première technique, de la poussière métallique présente dans la fournaise, principalement de l'aluminium ou du titane, pourrait contaminer l'échantillon. L'utilisation de la flamme, quant à elle, introduit une forte concentration de groupement OH^- , tel que décrit dans la thèse de M. Verhaegen [23].

Les fabricants peuvent également se servir d'un composé d'un silicium et d'un composé d'oxygène afin de créer la silice grâce à la déposition chimique en phase vapeur sous l'action d'une flamme. Le substrat est introduit dans une chambre. Il est par la suite exposé aux composés de silicium et d'oxygène qui serviront de précurseurs avant de réagir et se déposer sur le substrat initial, créant la silice de haute pureté [24]. Les composés de silicium principalement utilisés sont le $SiCl_4$ ou le SiH_4 . Bien entendu, ces composés risquent d'introduire des impuretés dans la silice. En utilisant le SiH_4 , il est fort probable que la quantité de groupements OH^- augmentera, tandis qu'en se servant du $SiCl_4$, du chlore sera introduit dans le composé. Le chlore introduit une raie d'absorption optique à 3.8 eV. Finalement, en transformant la silice en fibre optique, il est nécessaire d'introduire du germanium dans le coeur afin de modifier l'indice de réfraction. Le germanium introduit une raie d'absorption optique à 5.14 eV [25]. Toutefois, ce pic ne fut pas observé lors des mesures effectuées dans ce mémoire. La présence de germanium a été confirmée, alors la basse sensibilité de nos appareils semble expliquer l'absence de ce pic.

2.5 Défauts liés à l'irradiation et théorie des pertes d'énergie

2.5.1 Processus de perte d'énergie

Afin de reproduire les défauts qui seraient créés par un voyage dans l'espace, il faut simuler les rayons cosmiques. Pour ce faire, les fibres optiques créées à partir de la silice sont irradiées ou implantées. Les ions produisent des changements de structure ou de composition tout en changeant l'indice de réfraction et la photosensibilité des fibres en interagissant avec leur structure. Un ion peut perdre son énergie, et ainsi produire des défauts, via deux processus de perte d'énergie : par processus collisionnel, ou électronique. Ces deux processus ne forment pas le même type de défauts et sont dominants dans des plages d'énergie différentes.

2.5.1.1 Processus collisionnel

Ce processus est dû aux collisions élastiques entre les ions incidents et les atomes de la cible. Dans notre cas il s'agit de la fibre. Une collision élastique est définie par la conservation de l'énergie du système. Selon M. Nastasi[26], les processus nucléaires dominant lorsque l'énergie de l'ion incident est basse, seulement de quelques keV. Deux cas peuvent se produire, selon les caractéristiques intrinsèques du système et de l'ion incident.

Si l'énergie transférée par un atome A en mouvement est plus grande que l'énergie de liaison des atomes B du matériau, l'atome cible B se déplace dans le matériau et occupe

une position interstitielle, créant ainsi une lacune. Il s'agit d'un défaut de Frenkel. Dans le cas contraire, l'atome cible restera sur son site et dissipera l'énergie qui lui a été communiquée sous forme de vibrations atomiques dans le réseau qui l'entoure. Dans le SiO_2 , l'énergie de déplacement du Si est de 9.3 eV et de 18.6 eV pour l'oxygène [23].

2.5.1.2 Processus électroniques

Les interactions électroniques comprennent l'excitation et l'ionisation de la cible ou des électrons des ions incidents, et les collisions électrons-électrons. Dans le cadre de cette recherche, le processus dominant est l'ionisation. Les interactions électroniques peuvent entraîner la brisure de liens chimiques, permettant ainsi un réarrangement de la cible et la production de liaisons pendantes. Les liaisons pendantes sont, de façon schématique, des pièges formés par des liaisons chimiques. En effet, un atome ayant une liaison pendante n'a pas une couche de valence totalement remplie. Il a un radical immobile. Tous ses électrons ne sont pas en paire. Comme l'atome est immobile puisqu'il est dans un solide, il est possible de faire la distinction entre radical libre et liaison pendante. Forcément, ces liaisons sont très réactives et auront tendance à se mettre en pairs le plus rapidement possible. Contrairement aux processus nucléaires, les processus électroniques sont dominants à haute énergie et petit nombre atomique de l'ion incident.

Ces deux processus de perte d'énergie introduisent des défauts dans la silice, en plus de ceux déjà présents étant donné la fabrication des fibres et la synthèse de la silice.

2.5.2 Défauts optiquement actifs

Lors de l'irradiation de la silice, des défauts sont créés à l'intérieur du coeur de la fibre. Afin de caractériser l'effet des rayons cosmiques sur les fibres, il est nécessaire de savoir quels défauts seront créés par l'irradiation ainsi que de suivre leur évolution en fonction de la température. Tous les défauts sont liés à la structure cristalline ou vitreuse de la silice. Les changements de la structure peuvent toucher un seul tétraèdre de la silice, ou agir sur l'interaction de deux tétraèdres ensemble, ce qui est applicable aux verres et aux cristaux.

2.5.2.1 Les centres E'

Les centres E' sont précurseurs pour plusieurs autres défauts. Ils sont formés d'un lien pendant d'une lacune d'oxygène dans la structure tétraédrique de la silice. Il s'agit donc d'un trou piégé associé à un atome de silicium et trois oxygènes plutôt que quatre. Ils font donc partis de la catégorie des ODC, les *oxygen-deficiency centers*. Une schématisation de la structure est présentée à la figure 2.2. Étant donné les brisures de lien et la création de liaisons pendantes, les centres E' sont créés par des processus électroniques.

Quatre variantes de ce défaut peuvent être observées par spectrométrie. Si la lacune d'oxygène migre vers un second atome d'oxygène d'un autre tétraèdre, il s'agit du défaut E'_α . Cette variante du défaut n'est cependant pas observable aux températures dont il est question dans ce mémoire [27]. Un second défaut nommé E'_γ , présenté à la figure 2.3, est semblable à ce dernier. La seule différence est qu'il n'y a pas de lien formé avec un

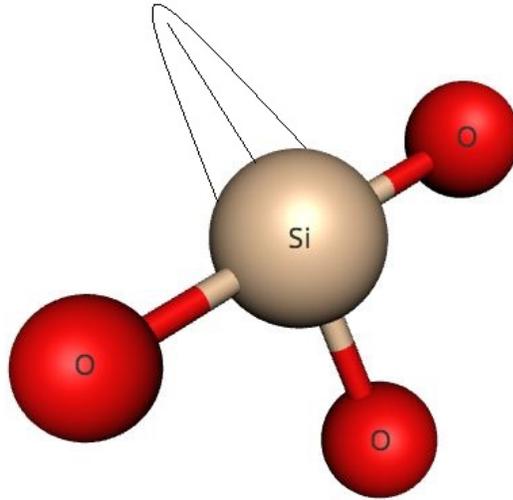
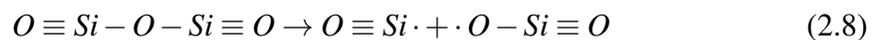


Figure 2.2 : Structure des centres E'

second tétraèdre. Ces derniers sont créés selon la réaction suivante [23] :



Ceci implique la formation d'un défaut NBOHC (*non-bridging oxygen hole center*) et en est donc le précurseur. Le défaut NBOHC est défini comme étant un oxygène non lié ayant piégé un trou. Le déplacement de l'oxygène dans le lien Si-O entraîne la formation de liens Si-Si qui formeront ce défaut par ionisation. La quantité de ce défaut est directement liée à la dose implantée. De plus, les centres E'_γ sont directement liés aux défauts $B_{2\alpha}$: lorsque la quantité de l'un augmente l'autre diminue. En effet, le défaut

$B_{2\alpha}$ provient d'une lacune d'oxygène non relaxée, ce qui sera traité à la section 2.5.2.2.

Or, lorsque la lacune d'oxygène devient relaxée, ceci entraîne la formation des défauts E'_γ . [27]

La réaction se produit s'il y a brisure de liens Si-O, comme expliqué ci-haut. Étant donné la brisure de liens, ce sont des processus électroniques qui entrent principalement en jeu pour la création de ce type de défauts.

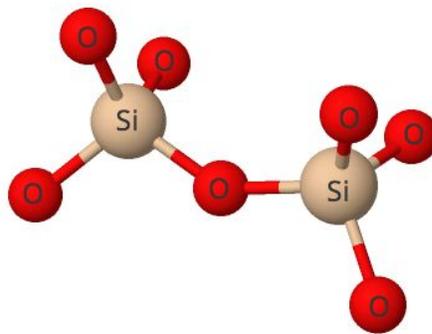


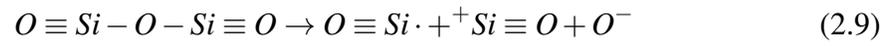
Figure 2.3 : Structure du précurseur au centre E'_γ



Figure 2.4 : Schématisation du centre E'_γ

Un autre type de défaut E'_γ peut être créé par collision élastique, soit processus collisionnel, ou par radiation ionisante. Étant donné que ces processus sont dominants à basse énergie et que nous avons procédé avec des irradiations de hautes énergies, ce défaut ne pourra être observé dans le cadre de cette recherche que s'il est créé par ionisation. La

réaction associée est :



Si la lacune d'oxygène d'un tétraèdre est remplacée par un atome d'hydrogène, il est question d'un centre E'_β .

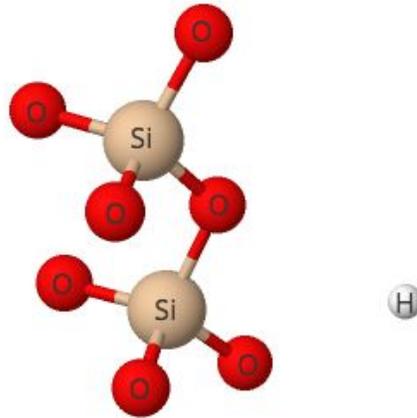


Figure 2.5 : Structure du précurseur au centre E'_β

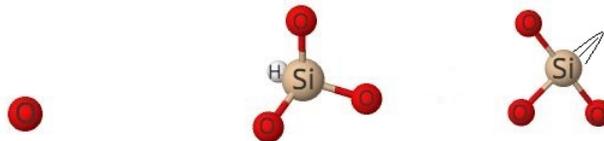
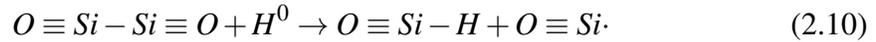


Figure 2.6 : Schématisation du centre E'_β

Le lien pendan de l'autre tétraèdre ne pointe pas vers l'atome d'hydrogène. Ce défaut

est créé selon la relation suivante [23] :



Ce type de défaut doit forcément provenir d'une silice avec une concentration d'ions OH^- non-négligeable.

Un dernier type de centre E' nommé E'_δ peut être observé dans les silices contenant du chlore [28]. La présence de chlore favoriserait la formation d'une structure de quatre tétraèdes liés par un atome de silicium. Cette réaction serait déclenchée selon le mécanisme suivant :



Les défauts E'_γ et E'_β sont les principaux précurseurs à d'autres défauts optiques qui seront observés dans les fibres de silice.

2.5.2.2 $B_{2\alpha}$ (ODC II)

Les défauts $B_{2\alpha}$ font partis des ODC, soit les *oxygen deficiency centers*, qui sont composés d'une lacune d'oxygène, donc de deux sommets de silicium liés ensemble par partage d'un électron chacun. Les Si sont, eux-mêmes, liés à trois oxygènes. Les lacunes d'oxygène dans les défauts ODC(II) sont définies comme étant non relaxées. Une lacune non relaxée voit ses électrons être encore pendants, et non pas recombinaison. Les électrons

des liaisons relaxées des ODC(I) sont recombines.

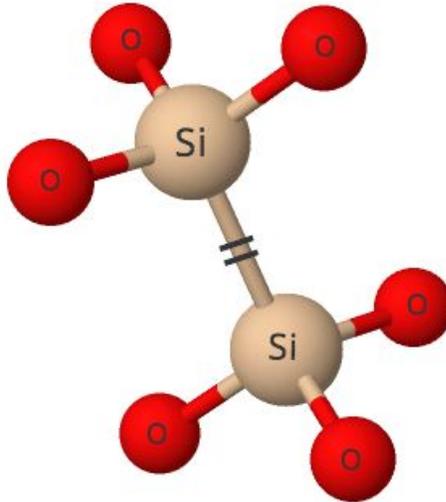


Figure 2.7 : Schématisation des défauts ODC(II) avec lacune d'oxygène non relaxée

Le défaut responsable de l'absorption optique peut être défini comme suit :



Lorsque la lacune est non relaxée, il est question d'un ODC(II). Cette lacune est décrite par un silicium formant deux liens avec deux oxygènes, ainsi que deux électrons non liés.



L'origine de tels défauts n'est pas encore parfaitement établie dans la communauté

scientifique, et trois théories se font compétition. Toutefois, la théorie de la lacune d'oxygène non relaxée proposée par H. Imai est la plus généralement acceptée [29]. Les $B_{2\alpha}$ peuvent être précurseurs aux centres E'. En effet, lorsqu'un photon est absorbé par un silicium relaxé, un ion positif de silicium lié à trois oxygènes ainsi qu'un électron libre sont créés. Ce faisant, il est possible qu'un centre E' soit créé. La bande d'absorption associée est située à 5.02 eV.

2.5.2.3 Défauts de Germanium (ODC(I))

Lorsque le germanium est utilisé afin de changer l'indice de réfraction du coeur de la fibre, il peut être considéré comme une impureté et effectuer des changements dans la constitution des tétraèdres moléculaires décrits ci-haut.

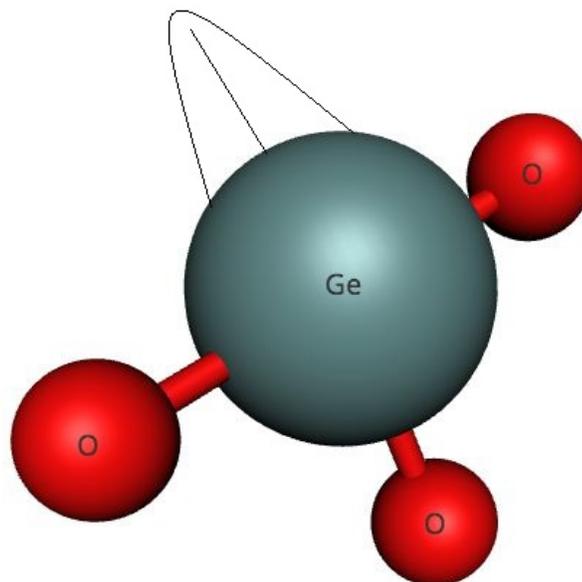


Figure 2.8 : Structure des défauts de germanium

En effet, ces tétraèdes peuvent posséder un centre de germanium lié à trois oxygènes, ainsi qu'une liaison pendante. Étant donné que ce défaut comprend une lacune d'oxygène, il fait parti de la catégorie des ODC. Le germanium cause une bande d'absorption à 241 nm, soit 5.14 eV. La figure 2.8 représente schématiquement ce type de défaut.

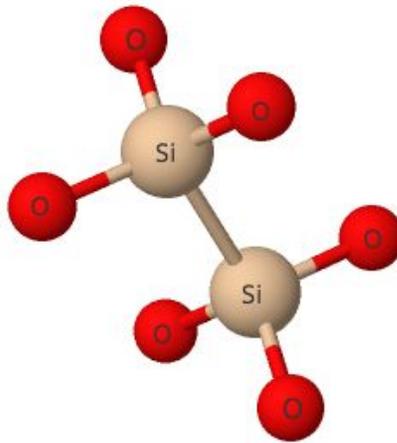


Figure 2.9 : Schématisation des défauts ODC(I) avec lacune d'oxygène relaxée

2.5.2.4 Les défauts E et D

Deux autres défauts peuvent être observés dans la silice, et sont situés sensiblement près l'un de l'autre : les défauts E et D, respectivement à 7.6 eV et 7.1 eV. Ceux-ci sont superposés dans la plupart des spectres, et leur vocation dans la littérature est minimale.

Le défaut E serait lié à un ODC(I) : deux atomes de silicium auraient relaxés vers une lacune d'oxygène. La bande d'absorption de 7.6 eV serait liée à une transition singulet-

singulet. Un état singulet signifie que les électrons excités ont tous des spins opposés deux à deux. La transition vers un état d'énergie plus faible est immédiate puisqu'elle est autorisée par les règles de sélection [30].

Le centre D est habituellement voilé par la bande d'absorption E, et est difficile à observer. Il s'agirait, toutefois, d'un ODC(II) dans lequel une transition singulet-singulet serait effectuée, conduisant à un état plus stable. Ce défaut est principalement présent dans la silice irradiée, entres autres par des protons [31]. La transition produit une bande à 7.1 eV. Puisque ce défaut provient de la relaxation d'un ODC(II), il est lié au défaut $B_{2\alpha}$, tout comme le centre E'_γ .

2.5.2.5 D_0

Une bande à 4.8 eV peut être observée dans la silice de méthode de fabrication par composés. Deux théories proposent une explication pour cette bande. La première théorie est celle assignant ce défaut au NBOHC, présenté à la figure 2.10, un oxygène non-liant ayant piégé un trou. La seconde, la plus universellement acceptée, est celle de la présence d'ozone moléculaire. En effet, dans les silices à faible concentration d' OH^- , des molécules de dioxygène pourraient être précurseures à l'ozone. Selon Marc Verhaegen [23], cette théorie semble être plus fiable puisque l'absorption optique produite par photoluminescence ainsi que la bande de l'ozone se confondent. La simple présence d'ozone moléculaire reproduirait donc cette bande lorsque l'on observe par photoluminescence l'ensemble des défauts de la silice.

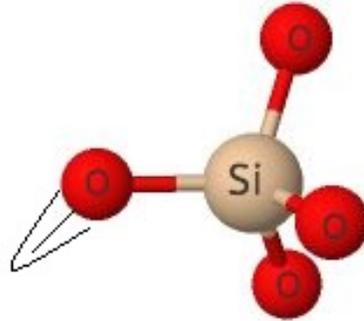


Figure 2.10 : Schématisation de la structure du défaut NBHOC

2.5.2.6 E'_1

Le défaut E'_1 , parfois nommé simplement E_1 , est étroitement lié au centre E'_γ . Il est composé d'un tétraèdre avec un atome de silicium qui est lié à trois oxygènes, avec une liaison pendante. Il s'agit, comme expliqué précédemment, d'un défaut provenant d'un processus électronique. Ce défaut est relié à un pic d'absorption optique situé à 5.85 eV. E.P. O'Reilly [30] propose un modèle expliquant cette bande d'absorption. La bande serait créée grâce à l'excitation de l'électron non-pairé du défaut E'_γ de la bande de valence jusqu'à la bande de conduction. L'état fondamental du centre E' serait situé bien au-dessous de la bande de conduction.

2.5.2.7 α_E

Le défaut α_E crée une bande d'absorption à 4.2 eV [32]. Il provient de la transition d'un état excité singulet vers un état fondamental par fluorescence. Le photon reste ainsi dans un état singulet et la transition se fait très rapidement, comme le suppose la fluorescence. Il est observé dans tous les types de silice, et ne permet donc pas de discriminer la méthode de fabrication. De plus, il est présent sans qu'il y ait une irradiation nécessaire.

L'excitation de l'état fondamental à l'état excité nécessite l'absorption d'un photon d'énergie suffisante selon l'équation suivante :



La désexcitation par fluorescence est décrite par celle-ci :



où $h\nu_{em}$ est l'énergie du photon émis et $h\nu_{ex}$, l'énergie du photon excité. S_1 est l'état singulet excité et S_0 , l'état singulet fondamental [33].

2.5.2.8 Défaut de Chlore

La présence de chlore dans la silice introduit un défaut optiquement actif à 3.8 eV. Les silices créées à partir de composés de silicium ($SiCl_4$) présentent des molécules de chlore interstitielles, comme expliqué à la section 2.4. La présence d'une bande dans

la photoluminescence concordant avec la bande d'absorption centrée autour de 3.8 eV confirme le type de fabrication des fibres optiques [34]. Ceci sera exploré plus loin dans ce mémoire, à la section 4.1.9.

2.5.2.9 Radical peroxyde POR

Les défauts POR sont des radicaux peroxydes. Les peroxydes sont définis comme des composés ayant une liaison oxygène-oxygène. Ce type de défaut met en jeu un seul tétraèdre de la silice. Il est créé dans les silices à faible concentration d'ions OH^- , dans les silices formées à partir de quartz naturel et fondu dans une fournaise électrique, par exemple. Afin d'obtenir un radical peroxyde, par définition, il faut un électron non-pairé entre deux atomes d'oxygène. Comme expliqué précédemment, les liaisons oxygène-oxygène dans la silice sont produites par déplacement d'un atome d'oxygène, et proviennent donc de processus nucléaires. Ce composé est précurseur au centre POR. Par la suite, le déplacement de l'électron non pairé partagé par les deux atomes, est effectué par ionisation. Ce défaut met donc en oeuvre les deux processus de perte d'énergie. Les défauts POR font une bande d'absorption à 7.7 eV[1]. Ces défauts sont difficiles à observer étant donné la présence du gap de la silice se trouvant autour de 9 eV.

Les défauts NBHOC et les défauts POL peuvent également être précurseurs aux radicaux peroxyde [35]. Lorsqu'ils sont créés de cette manière, les défauts POR produiraient une bande d'absorption importante à 7.7 eV, ainsi qu'une faible bande aux alentours de 5.5 eV [36]. Cette énergie d'absorption est associée à la plus faible transition singulet-



Figure 2.11 : Schématisation du défaut POR

singulet [37].

2.5.2.10 Pont peroxyde POL

Les défauts POL sont définis comme étant des ponts peroxydes, et sont les principaux précurseurs aux radicaux peroxydes présentés à la section 2.5.2.9 [1]. Ils proviennent des silices à faible concentration de radicaux OH^- , qui comportent toutefois une bonne quantité d'oxygène. Ce défaut a le plus bas niveau d'énergie pour les atomes d'oxygène interstitiels [30]. Les POL sont définis comme suit :



Ce qui est, une fois transformé en représentation moléculaire, équivalent à la figure 2.12.

Ce défaut génère une bande d'absorption aux alentours de 6.5 eV.

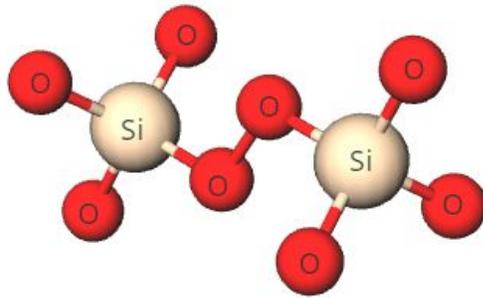


Figure 2.12 : Schématisation du défaut POL

2.5.2.11 Liste des défauts

Les propriétés des défauts présentés dans ce chapitre sont résumés au tableau ci-dessous, en ordre d'énergie d'absorption.

Défaut	Bande d'absorption (eV)	Largeur mi-hauteur (eV)
Chlore	3.8	0.5
α_E	4.6	0.5-0.6
D_0	4.8	0.85-0.95
$B_{2\alpha}$	5.02	0.45
Germanium	5.14	non-répertoriée
POR	5.5	0.8-1
E'_1	5.85	0.6-0.8
POL	6.5	0.9
D	7.1	0.8
E	7.6	0.4-0.65
POR	7.7	0.8-1

Tableau 2.I : Défauts présents dans la silice et leur bande d'absorption

Le graphique 2.13 présente les défauts du tableau 2.I et leur pic d'absorption.

D'autres défauts peuvent être présents dans la silice. Ce répertoire ne tient compte que de ce qui fut observé dans les fibres optiques au cours de cette recherche ainsi que des

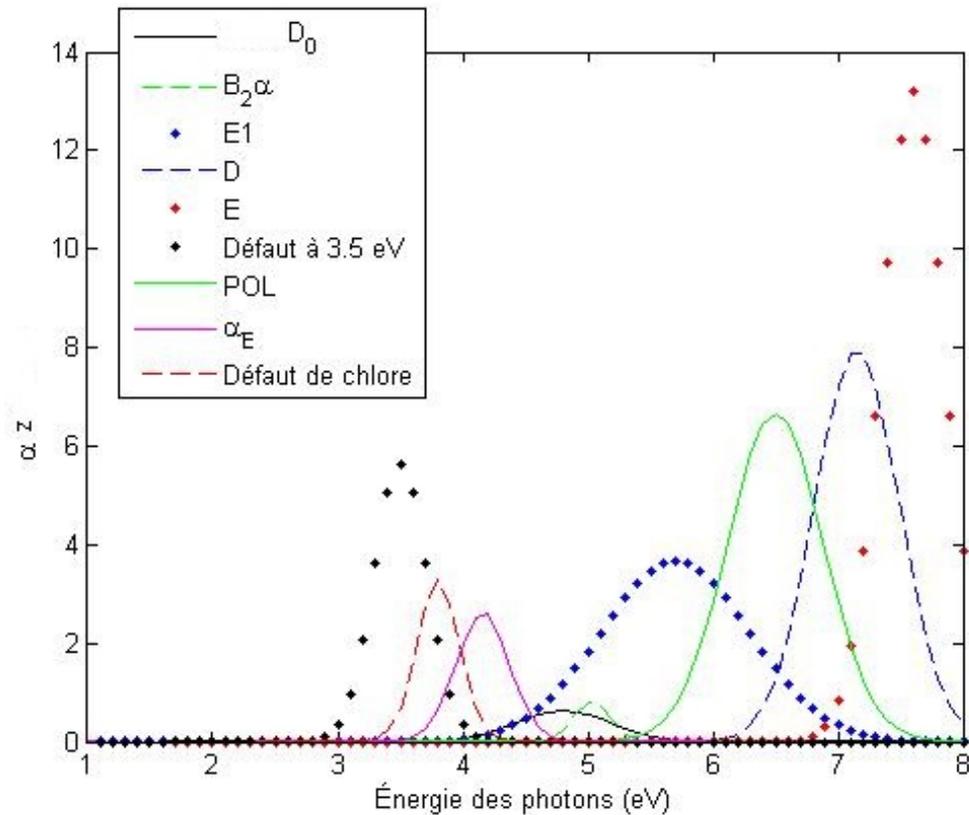


Figure 2.13 : Défauts dans la silice retrouvés dans la littérature

défauts précurseurs à ces derniers, étant donné que les mêmes fibres ont été utilisées tout le long de la recherche. Les autres défauts pouvant être créés dans la silice se trouvent soit dans des plages d'énergie auxquelles notre détecteur n'est pas sensible, soit ils ne sont pas créés par irradiation avec des protons aux fluences pertinentes pour ce projet. Des défauts peuvent également être générés par d'autres types de particules incidentes. Il existe aussi de nombreux défauts liés à d'autres impuretés que celles que nous avons discutées. Les défauts créés par irradiation seront présentés au chapitre 4 en fonction de la fluence utilisée.

2.5.3 Diffusion thermique et évolution des défauts

Les FBG sont utilisées dans un environnement spatial pour mesurer la température de différentes composantes, notamment lors de la ré-entrée dans l'atmosphère. Le but initial de cette recherche était d'examiner si les défauts induits par irradiation favorisent une dégradation plus rapide des FBG. Les réseaux des FBG sont écrits par irradiation aux UV, donc par génération de défauts, et la présence de défauts pourrait avoir une influence, par exemple en accélérant la diffusion ou le processus d'annihilation qui conduit à l'effacement des réseaux de Bragg. Malheureusement, nous n'avons pas pu obtenir de FBG et avons plutôt étudié l'évolution thermique des défauts créés par irradiation dans des fibres optiques vierges.

Chaque défaut ne réagit pas aux mêmes températures, au même taux et selon les mêmes processus de diffusion[38]. Une étude des recuits permet également de confirmer les défauts identifiés par absorption optique. S'il est limité par une seule barrière importante, le taux d'annihilation des défauts suit une loi d'Arrhénius :

$$v = v_0 e^{\frac{-E_A}{kT}} \quad (2.17)$$

où v est le taux d'annihilation, v_0 est le paramètre de l'ordre de la fréquence des phonons, E_A est l'énergie d'annihilation, T est la température et k est la constante de Boltzmann [39]. L'énergie d'activation permet de caractériser l'évolution d'une réaction chimique en fonction de la température d'activation. À certaines températures, certains

défauts disparaissent. Les recuits permettront de confirmer les défauts identifiés par le spectromètre. Chaque défaut peut être activé thermiquement avec une seule énergie d'activation. Des processus limitatifs différents de migration des défauts entrent en jeu. Cependant, la cinématique reste sensiblement la même. Les réactions peuvent être expliquées comme suit[40] :



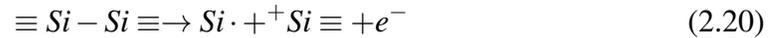
où C représente la concentration de défauts, V la concentration de lacunes, I la concentration d'interstitiels et la flèche représente les taux de réaction. En gros, un défaut réagira à un certain taux créant des lacunes et des interstitiels. Ces lacunes et ces interstitielles pourront se recombiner en migrant dans la structure, créant une annihilation du défaut de départ.

Par exemple, selon M. Sokoloski [40], lorsqu'il y a présence de défauts impliquant du germanium, la diffusion thermique engendrera un mouvement des lacunes et une recombinaison dépendant de la température.

2.5.3.1 Annihilation E'

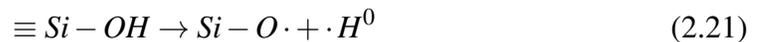
Les centres E', comme expliqué à la section 2.5.2.1, proviennent d'une lacune d'oxygène dans le tétraèdre de silicium et d'oxygène à proximité d'une liaison pendante. La réaction

est définie comme suit [41] :



Le processus d'annihilation de ce défaut varie en fonction de la concentration de OH⁻ dans la silice [42]. La présence de cet ion dépend de la méthode de fabrication de la silice.

Les centres E' sont annihilés selon la réaction suivante lorsqu'il y a une forte présence de OH⁻ dans la silice.



Ce type de défaut atteint sa température d'activation à 700 °C [41]. Avant cette température, l'hydrogène atomique réagirait avec les lacunes d'oxygène, résultant en une augmentation des centres E'. Après cette température d'activation, toutefois, la concentration de ces centres diminuerait rapidement à cause de la diffusion de l'hydrogène atomique. L'équation régissant cette réaction est :



De plus, comme les centres E' sont précurseurs aux défauts NBOHC, leur migration peut créer une nouvelle structure plus stable. Ces défauts peuvent se recombinaer avec les centres E', aidant également à diminuer la concentration de ces défauts. Le défaut

NBOHC est simplement un électron non-pairé sur un atome d'oxygène. Ce défaut est créé selon la réaction présentée à la section 2.5.2.1.

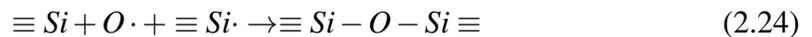
Dans les silices à faible concentration d'OH-, comme dans les silices produites à partir d'un composé de chlore, les centres E' réagiraient avec les molécules d'oxygène interstitielles selon la réaction suivante :



Dans ce type de silice, les défauts E' seraient annihilés aux alentours de 400°C.

2.5.3.2 Annihilation POR et NBOHC

Les NBOHC sont annihilés à la même température que les E', mais ne réagissent pas au même taux. La création de ce défaut par irradiation se produit grâce aux centres E', puisqu'ils en sont les précurseurs [41]. Le processus inverse se produit lors de la diffusion dans les silices à forte concentration de OH-[42] :



Dans les silices à faible concentration d'OH-, la diffusion des NBHOC générerait des radicaux peroxydes ($\equiv Si-O-O \cdot$). Les NBHOC seraient complètement disparus aux alentours de 600°C.

2.5.3.3 Annihilation ODC(I) et ODC(II)

Il y a peu de littérature sur les défauts ODC(I) et ODC(II). La plupart des informations présentes traitent de ces défauts lorsqu'ils sont créés par rayonnement gamma. Les processus de diffusion restent tout de même semblables [42]. La présence du défaut de germanium (ODC(I)) n'est pas lié à l'irradiation de la silice. Les défauts extrinsèques ne diffusent qu'au-delà de 850°C [42], puisqu'ils sont stables. Leur présence n'affecte que très peu la structure de la silice. Selon M.V. Minke[43], le processus de diffusion impliquerait des liaisons pendantes, qui favoriseraient la présence d'atomes de germanium à leur proximité. Le germanium serait diffusé dans la silice à la même énergie d'activation que le silicium.

Le processus de diffusion des ODC(II), les défauts $B_2\alpha$, serait semblable au processus d'annihilation des centres E' [44]. La réaction de ce défaut avec certaines molécules diffusant dans la silice, telles que l'oxygène ou l'hydrogène, serait le principal processus responsable de l'annihilation des ODC(II).

Dans les silices à forte concentration de OH-, l'énergie d'activation se situerait autour de 500°C, étant donné la plus forte concentration des atomes nécessaires à la réaction[45]. Dans les silices à faible concentration de OH-, la température d'activation se situerait plutôt aux alentours de 650°C. Les ODC(II) réagiraient avec des molécules d'oxygène interstitielles plutôt qu'avec l'hydrogène atomique. La diffusion de cet hydrogène atomique est dominant dans les silices à forte concentration de OH-, comme expliqué à la section 2.5.3.1.

CHAPITRE 3

MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

Cette section présente la méthodologie expérimentale utilisée tout au long de la recherche. En traitant premièrement des simulations numériques des rayons cosmiques, on peut ensuite expliquer comment reproduire leur effet avec l'accélérateur de particules, puis mesurer les défauts créés par absorption optique. Ce chapitre expose aussi la méthode utilisée pour les recuits, ainsi que la description du montage de mesures ToF-SIMS. Une brève étude de la variabilité des données et stabilité des mesures est effectuée.

3.1 Simulations numériques SRIM et Spenvis

Afin d'utiliser les fibres optiques à réseau de Bragg comme moniteur optique pour des systèmes de bord en technologies aérospatiales, il est important de bien étudier l'effet de l'environnement sur la performance de ces fibres. L'espace et les conditions de reentrée l'atmosphère constituent des environnements difficiles dans lesquels les radiations et les températures extrêmes peuvent transformer les propriétés optiques de la silice. Pour simuler ces effets, il faut investiguer les conditions dans lesquelles l'irradiation et les recuits se produiront.

Deux programmes ont été utilisés afin de simuler les rayons cosmiques pour bien en reproduire les effets. SRIM, *the stopping and range of ion in matter program*[46], permet

de simuler les pertes d'énergie dans la silice par des protons, la distribution de défauts à une certaine énergie d'irradiation, ainsi que plusieurs autres caractéristiques qui permettront de reproduire les rayons cosmiques dans un laboratoire sur la Terre. SPENVIS, *the space environment information system*[17], permet d'estimer la fluence de protons ou d'électrons pour un voyage d'un certain nombre d'années à une certaine orbite. En étudiant les résultats, il fut décidé qu'afin de considérer tout le temps le pire des cas, il faudrait étudier les rayons cosmiques dans les conditions produisant le plus de dommage, pour un voyage de 10 ans. Les caractéristiques correspondant à ceci sont celles d'un voyage à orbite basse avec une irradiation produite par des protons. Cependant, certains articles provenant de l'astrophysique ont étudié la vraie fluence perçue par des astronautes en orbite basse autour de la Terre, et proposent des valeurs différentes que celles de SPENVIS. En comparant ces données, une grande plage de fluences à étudier fut choisie afin de considérer le plus de possibilités.

3.1.1 SPENVIS et simulation des caractéristiques des rayons cosmiques

Afin de pouvoir simuler les rayons cosmiques, il est nécessaire de déterminer les énergies des protons qui irradieraient les FBG en orbite, ainsi que leur fluence. Il faudra régler l'accélérateur afin d'obtenir une concentration de dommages d'irradiation semblable au coeur d'une fibre. SPENVIS propose une certaine plage d'énergie de protons, ainsi que leur fluence à cette altitude. Selon E.R. Benton, la dose reçue à basse orbite terrestre est de 90 mGy/an. La basse orbite terrestre est définie comme l'orbite centrée

autour de la Terre pouvant effectuer au moins 11.25 périodes par jour. L'excentricité doit être plus basse que 0.25 [47]. Un Gray est équivalent à un joule d'énergie par kilogramme. Il est donc question de reproduire cette dose à partir de l'accélérateur TANDEM de l'Université de Montréal. Plusieurs énergies de protons sont proposées par SPENVIS et ces énergies doivent être modulées par leur fluence afin d'arriver à la même dose présentée ci-haut. La table suivante 3.1 présente quelques énergies typiques de protons proposées par le logiciel. Le nombre de lacunes créées a été calculé par SRIM. Toutes les simulations présentées dans ce chapitre stipulaient que des protons des différentes énergies listées au tableau 3.1 irradiaient sur une fibre optique. La fibre était simulée sans gaine protectrice de plastique. Le faisceau rencontre en premier une épaisseur de 55 μm de SiO_2 , 10 μm de SiO_2 pour le coeur, puis la seconde partie de la gaine, également d'une épaisseur de 55 μm de SiO_2 . Cette configuration permet de simuler la face transversale de la forme cylindrique de la fibre. Le GeO_2 n'étant présent qu'en très petite quantité, il a été négligé dans ces simulations. Afin d'estimer le dommage, toutes les simulations ont été faites de manière détaillée avec une cascade complète des dommages (*detailed calculation and full damage cascades*).

Selon SPENVIS, à basse orbite, les protons de 6 MeV auraient une fluence par intervalle d'énergie si basse que leur effet serait négligeable. Il faut obtenir la concentration de dommages dans le coeur de la fibre suite à une irradiation par ce spectre de rayons cosmiques pendant 10 ans. Pour ce faire, il faut d'abord calculer la fluence sommée à partir des valeurs présentées avec la formule suivante :

Énergie des photons (MeV)	Fluence totale (/cm ² /MeV)	Nombre total de lacunes par ion
0.1	5.01×10^{15}	16.3
0.2	3.03×10^{15}	17.9
0.4	5.95×10^{14}	20
0.6	8.27×10^{13}	21.7
0.8	5.01×10^{13}	23.3
1	1.54×10^{12}	24.8
2	6.45×10^{11}	32.3
4	8.85×10^{09}	7.4
6	1.63×10^{07}	4.6

Tableau 3.I : Fluence par intervalle d'énergie totale à l'orbite géodésique pour un voyage de 10 ans dans l'espace, ainsi que le nombre de lacunes créées par ion selon SRIM

$$\Phi_s = \int_{\varepsilon}^{\text{inf}} \phi_{\varepsilon}(\varepsilon) d\varepsilon' \quad (3.1)$$

où ε représente l'énergie étudiée, Φ la fluence totale sommée et ϕ la fluence totale donnée par SPENVIS. Afin de calculer ceci, la méthode des trapèzes fut utilisée numériquement :

$$\Phi_s = \sum \frac{\phi(\varepsilon_i) + \phi(\varepsilon_{i+1})}{2} \Delta\varepsilon \quad (3.2)$$

Les fluences sommées sont présentées au tableau 3.2.

Notons que, selon les simulations de SRIM, seuls les protons de plus de 3 MeV sont capables d'atteindre ou de traverser le coeur de nos fibres. La fluence serait donc de l'ordre de 10^{11} cm^{-2} pour des protons à une énergie de 4 à 6 MeV, comme présenté au tableau précédent. Les photons de 4 MeV et 6 MeV auront donc un effet sur les défauts dans les fibres étant donné leur fluence non-négligeable. Les protons de plus haute énergie restent toutefois peu importants dans le cadre de cette étude. En effet,

Énergie des photons (MeV)	Fluence totale (/cm2)
0.1	1.48×10^{15}
0.2	8.22×10^{14}
0.4	1.56×10^{14}
0.6	2.86×10^{13}
0.8	1.05×10^{13}
1	6.90×10^{12}
2	1.30×10^{12}
4	2.86×10^{11}
6	2.23×10^{11}

Tableau 3.II : Fluence totale sommée à l'orbite géodésique pour un voyage de 10 ans dans l'espace

les résultats d'irradiation de protons de 5 MeV à une fluence de 10^9 particules par cm^2 présentés au chapitre 4 démontrent qu'à une aussi basse fluence, la modification de l'absorption optique n'est pas détectable avec nos instruments.

Il existe une méthode alternative pour estimer la fluence nécessaire pour produire un certain niveau de dommage. Selon A.H. Sullivan [48], une équation simple lie la fluence, la fluence ϕ des particules incidentes et leur taux de perte d'énergie $\frac{dE}{dX}$.

$$D = 1.602 \times 10^{-10} \Phi \frac{dE}{dX} Sv \times Bq \times g^{-1} \quad (3.3)$$

D est la dose reçue. Elle est calculée pour toutes les énergies de protons avec un pouvoir d'arrêt électronique et est présentée à l'annexe I.I. En observant ces tableaux, il est évident qu'il faut tout d'abord savoir si l'on se situe en régime de pertes d'énergie nucléaires ou électroniques, puisque le $\frac{dE}{dX}$ est différent. Le tableau comportant toutes les énergies de protons avec un pouvoir d'arrêt nucléaire est présentée à l'annexe I.II. Dans

le cas de protons provenant de rayons cosmiques, l'énergie est assez grande, comme présenté à la section 2.5.1.2, et les pertes d'énergie sont électroniques.

Donc, par exemple, si l'énergie des protons est de 5 MeV, le $\frac{dE}{dX}$ est de 6.367×10^{-2} MeV/(mg/cm²) et la dose à basse orbite terrestre est de 90 mGy/an.

$$90 = 1.602 \times 10^{-10} \Phi \times 6.367 * 10^{-2} \quad (3.4)$$

$$\Phi = 8.33 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2} \quad (3.5)$$

Dans ce cas, la fluence reçue à basse orbite pour des protons de 5 MeV est de 8.33×10^{12} particules par cm². À partir de ce calcul simple, il est donc possible de savoir comment reproduire les rayons cosmiques à différentes énergies de protons. Les valeurs de fluences sommées proposées par SPENVIS sont plus de 10 fois plus basses que celles obtenues par cette formule. Plusieurs fluences seront donc étudiées au chapitre 4 de ce mémoire afin de caractériser l'effet des rayons cosmiques prévu par ces deux théories. Cependant, une fluence de 10^{12} cm^{-2} sera priorisée lors des recuits puisqu'il s'agit du scénario milieu.

3.1.2 Simulation des dommages par SRIM

Le programme SRIM *The Stopping and Range of Ions in Matter*[46] permet de calculer les $\frac{dE}{dX}$ nécessaires au calcul de la dose 3.4, ainsi que d'estimer les dommages, la

profondeur d'irradiation ou d'implantation ainsi que la distribution des ions.

Comme précisé ci-haut, les $\frac{dE}{dX}$ sont calculés à partir des tables de profondeur *Stopping and Range*. La table complète pour le SiO_2 est présentée à l'annexe I.I. Les énergies de proton du tableau 3.1 sont présentées avec leur $\frac{dE}{dX}$ dans les fibres au tableau 3.3. Comme les processus dominants à haute énergie sont électroniques, seul le $\frac{dE}{dX}$ associé à ce processus est considéré.

Afin d'estimer le dommage engendré par les rayons cosmiques en termes de concentration de dommages plutôt qu'en Gy, des simulations SRIM à plusieurs énergies ont été effectuées. Premièrement, il était nécessaire de calculer le nombre de lacunes par ion aux différentes énergies de photons proposées par SPENVIS. Comme présenté au tableau 3.1, le maximum de lacunes est créé avec des protons de 2 MeV, avec 32.3 lacunes par ion. Or, comme une énergie de 3 MeV est nécessaire afin d'atteindre le coeur, seulement 7.4 lacunes par ion sont produites.

Si la particule incidente traverse la fibre créant des défauts sur son passage par processus électronique majoritairement, il s'agit d'irradiation. À des fins de comparaison avec plusieurs articles, une énergie de 5 MeV pour les protons incidents a été choisie. Selon SRIM, une telle énergie incidente engendra le type de distribution des ions et des dommages présenté aux figures 3.1 et 3.2. Comme mentionné à la section 2.5, les processus électroniques sont dominants à 5 MeV. 99.95% des pertes d'énergie sont par ionisation, 0.01% proviennent des reculs et 0.04% du mouvement des phonons.

Les fluences pour les protons de 5 MeV ont été choisies entre 10^9 et 10^{15} cm^{-2}

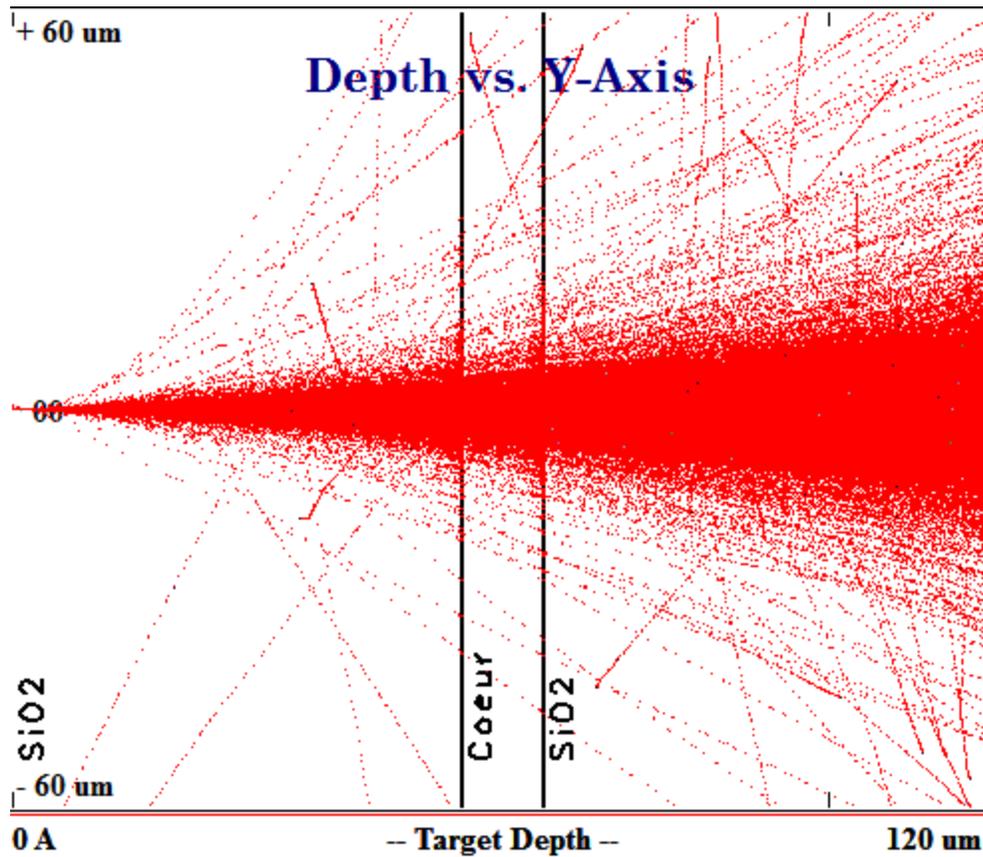


Figure 3.1 : Distribution des ions incidents dans la fibre optique pour une énergie incidente de 5 MeV

afin d'obtenir une assez grande gamme de fluences permettant d'étudier l'évolution des défauts en fonction de l'irradiation. Selon la formule 3.3, la fluence réelle reçue à basse orbite se situant entre 10^{12} et 10^{13} cm^{-2} , les défauts qui seront créés lors du voyage ont été étudiés dans la gamme de fluences choisies.

3.2 Implantation et irradiation

Afin de reproduire les effets des rayons cosmiques sur les fibres optiques, le Tandem de l'Université de Montréal a été utilisé pour générer des radiations semblables à celles

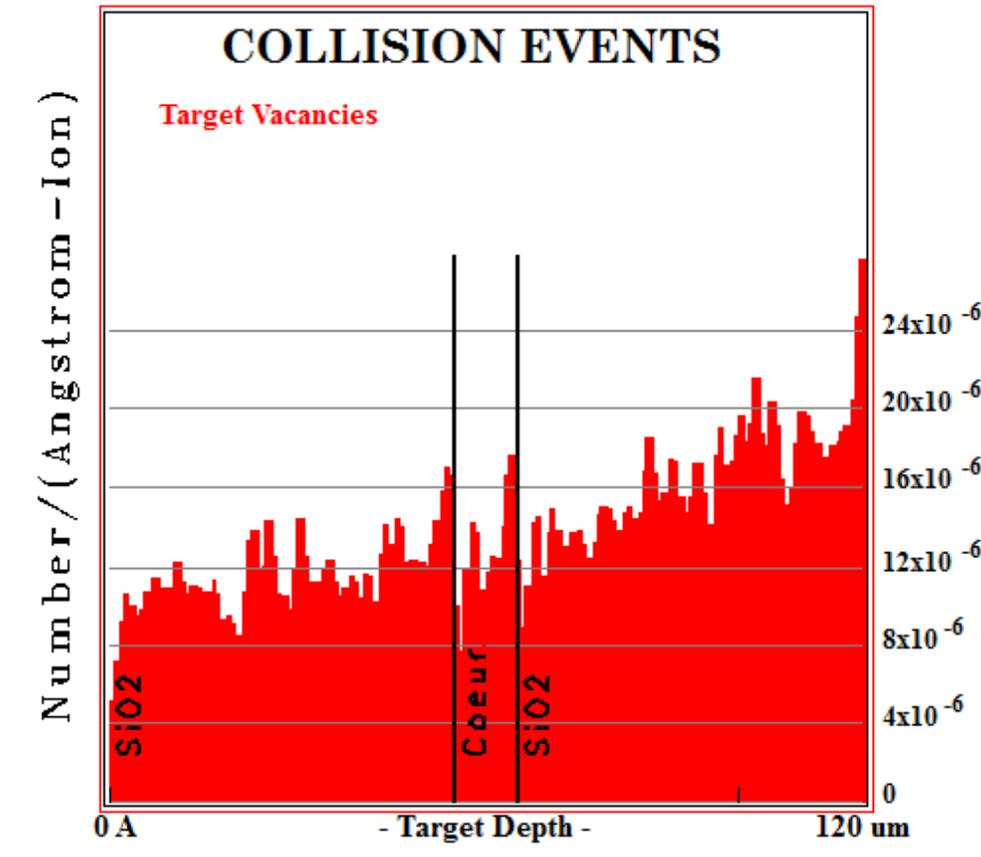


Figure 3.2 : Distribution des atomes déplacés pour une énergie incidente de 5 MeV

calculées dans la section précédente.

Tous les résultats présentés dans ce mémoire ont été obtenus à partir d'un montage effectué avec des fibres de marque Nufern. Il s'agit de fibres monomodes de type 780 HP, de longueur d'onde de fonctionnement se situant entre 780-970 nm. Le seuil se situe à 730 ± 30 nm. Le diamètre de la gaine est de 125 ± 1.0 μm , et le coeur a une grosseur de 4.4 μm .

3.2.1 Fonctionnement de l'accélérateur Tandem Van Der Graaf

Cette sous-section se propose d'expliquer rapidement le fonctionnement de l'accélérateur, étant donné que celui-ci a été un des appareils les plus utilisés dans le cadre de cette maîtrise.

Les rayons cosmiques ayant un effet nocif sur les moniteurs optiques sont principalement composées de protons. Afin de les reproduire selon les énergies et les fluences décrites au chapitre 2, il fallait utiliser l'accélérateur Tandem.

Tout d'abord, une source duoplasmatron permet la production d'ions négatifs. Un gaz d'hydrogène est envoyé dans une chambre où un filament avec une couche de barium est installé. Ce filament est chauffé, et une tension entre l'anode et le filament, jouant le rôle de cathode, est appliquée. Ce faisant, un premier plasma est créé. Un second plasma plus condensé est formé entre l'anode et la fente d'extraction. Le plasma ainsi condensé a une couche extérieure principalement composée d'ions négatifs. Ces ions sont accélérés et focalisés vers le terminal haute-tension de l'accélérateur en passant par une lentille Einzel. Ils passent ensuite dans un aimant d'analyse permettant de sélectionner l'ion ou l'atome à accélérer en fonction de sa masse. Une seconde lentille focalise le faisceau, juste avant son entrée dans la colonne d'accélération.

Un terminal chargé positivement est situé au milieu de cette colonne. Les ions négatifs sont donc attirés par le terminal. Un gaz d'azote est introduit dans le terminal, dépouillant l'ion négatif de ses deux électrons, ne laissant que les protons, dans ce cas-ci. Les protons sont alors repoussés par le terminal positif et accélérés une seconde fois, grâce au

même voltage, dans la seconde moitié de la colonne d'accélération. L'accélérateur porte le nom de Tandem en raison de ce processus d'accélération en deux étapes grâce au même voltage. Les protons de 5 MeV sont ensuite dirigés vers la ligne d'implantation utilisée [49]. L'énergie d'irradiation était toujours de 5 MeV. Cependant, le courant du faisceau allait de 1 nA pour les irradiations aux plus petites fluences (10^9 cm^{-2}) à 500 nA aux plus fortes fluences (10^{15} cm^{-2}).

3.2.2 Méthodologie des irradiations et implantations

Préalablement à l'irradiation ou l'implantation, les fibres optiques étaient toutes préparées de la même manière. Elles étaient coupées en morceaux de 20 cm. La partie centrale de la fibre était grattée sur 2 cm avec une lame de rasoir afin d'enlever la gaine. Elle était par la suite placée dans de l'acétone afin d'éliminer toute résine restante. Chaque fibre était étiquetée. À chaque utilisation de l'accélérateur, un groupe test de fibres étaient également préparé et placé dans la chambre du tandem sans être irradié afin de vérifier la validité des mesures d'absorption optique. L'accélérateur étant souvent en fonction, même si la ligne était isolée, il pouvait y avoir un risque de contamination radioactive par d'autres expériences. En comparant avec le groupe test, cette possibilité était éliminée. Ceci sera traité de façon plus détaillée à la section 3.4.3.

Les fibres étaient par la suite placées sur le porte-échantillon. Une plaque de tantale installée entre les fibres et le porte-échantillon empêchait l'activation radioactive de ce dernier. Il comporte quatre faces. Deux faces étaient utilisées pour l'irradiation des

fibres, une pour le port du groupe test, et la dernière comportait un morceau de plastique sur une plaque de tantale, servant à situer le faisceau. Un masque de tantale avec un trou de 1 cm^2 en son centre était installé devant le porte-échantillon dans la chambre d'implantation. En irradiant le morceau de plastique, ce dernier s'obscurcissait en raison des défauts créés à l'intérieur et il était possible, grâce à une caméra située dans la chambre d'implantation, de dessiner sur un écran d'ordinateur l'emplacement exact du faisceau et de descendre ou monter le porte-échantillon en fonction du carré brûlé pour que les fibres soient bien irradiées. Quatre irradiations de fluences différentes pouvaient être faites par jour : l'irradiation se faisant sur 1 cm de longueur sur chaque fibre, chaque paquet de fibres devait être séparé d'au moins 2 cm, ne laissant que la place pour deux paquets par côté.

Avant de placer le porte-échantillon devant le faisceau, deux courants sont lus à la salle de contrôle : le courant au masque, et le courant à la cage de Faraday, située après le porte-échantillon. Afin d'obtenir la bonne fluence d'irradiation, l'intégrateur de courant doit être ajusté en fonction de ces deux courants selon la règle suivante :

$$\Phi * 1.602 * 10^{-19} * \frac{\text{Rapport}}{\text{Gamme}} * \text{Aire} = \text{Compte} \quad (3.6)$$

où le *rapport* est le rapport des courants entre le masque et la cage de Faraday, la *gamme* est la gamme de mesure au masque et Φ est la fluence désirée. L'aire est l'aire du trou dans le masque utilisé. Les fibres ont été irradiées sur une distance de 1 cm avec un masque d'aire de 1 cm^2 , sauf si indiqué autrement.

Comme le courant dans l'accélérateur peut ne pas être stable, une mesure est prise avant et après chaque mesure, afin de pouvoir connaître l'incertitude sur les irradiations.

3.2.3 Variabilité des mesures

Afin de s'assurer que chacune des manipulations effectuées n'avait pas d'effet sur l'absorption optique des fibres, des tests de variabilité des mesures ont été effectués tout au long de la recherche. Premièrement, il était question de vérifier qu'en préparant une fibre comme présenté à la section 3.2.2 sans irradier la fibre, l'absorption optique résultante serait la même que pour une fibre vierge. Deuxièmement, en coupant un bout non-irradié sur une fibre irradiée, le profil retrouvé devrait également être celui d'une fibre vierge. Troisièmement, les mesures d'absorption optique d'une fibre irradiée devraient tout le temps être semblables. Finalement, une irradiation sur 1.2 mm et sur 3 cm ont été effectuées afin de vérifier l'effet de la longueur d'irradiation sur les défauts optiques.

Pendant plusieurs irradiations, des fibres nommées *Wilson* furent dégainées sur 2 cm et placées dans l'accélérateur sur le porte-échantillon, mais ne furent pas irradiées. La figure 3.3 présente l'absorption optique de deux fibres *Wilson* comparées à une fibre vierge. L'analyse de ces données fut effectuée selon le programme présenté à la section 3.3.

Le spectre de la fibre vierge comporte plusieurs pics d'absorption assez étendus. Étant donné que la lumière passe au travers de la fibre de 20 cm, c'est comme si les

mesures étaient faites au travers d'un échantillon de 20 cm d'épaisseur. Ce faisant, l'atténuation devient très importante et une quantité plutôt faible de défauts peut engendrer des pics considérables. Une hypothèse quant à la provenance de ces pics sera formulée à la section 4.1.1 de ce mémoire.

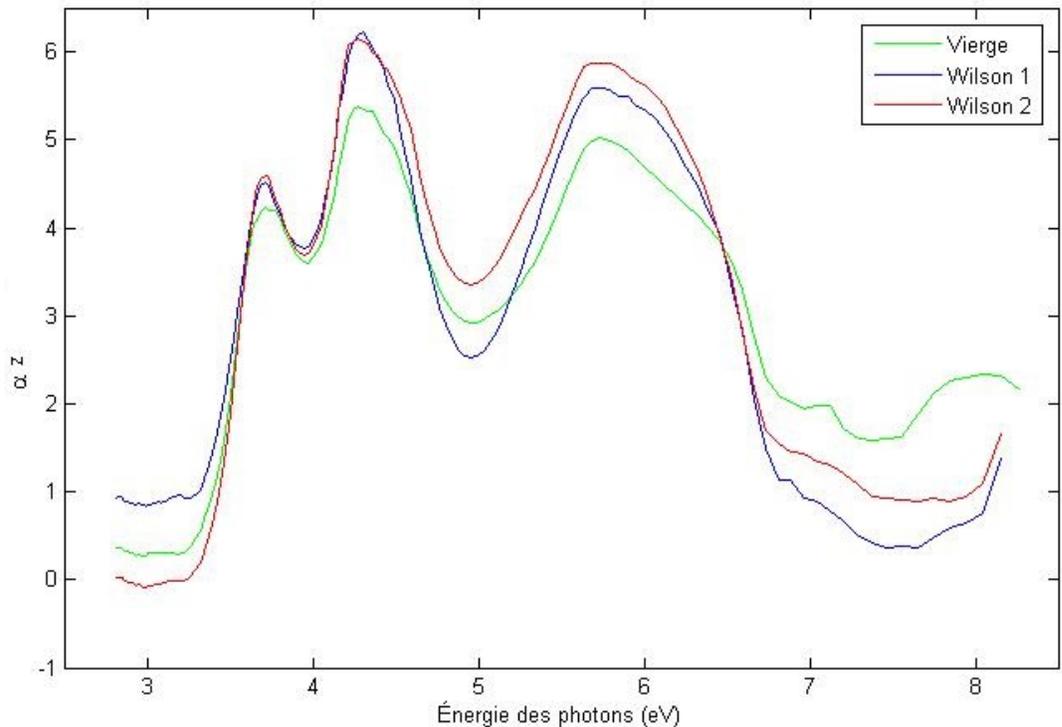


Figure 3.3 : Graphique du coefficient d'absorption en fonction de la longueur d'onde pour une fibre vierge ainsi que deux fibres préparées et non-irradiées

Force est de constater que la préparation des fibres n'a effectivement pas d'impact significatif sur la création de défauts optiques qui seront par la suite visibles par spectrométrie. Les différences d'intensité sont celles attendues en raison de la variabilité des mesures, et les pics sont situés aux mêmes endroits.

Le calcul utilisé afin d'obtenir le coefficient d'absorption optique des fibres irradiées a été présenté à la section 3.3. Or, dans ce calcul, la longueur d'irradiation et le reste de la fibre non-irradiée sont importants et séparés. Il est donc intéressant de savoir si la partie non-irradiée de la fibre irradiée donne le même spectre d'absorption optique qu'une fibre vierge, comme il serait attendu. La figure 3.4 présente les spectres pour une fibre vierge, et pour un bout non-irradié d'une fibre irradiée .

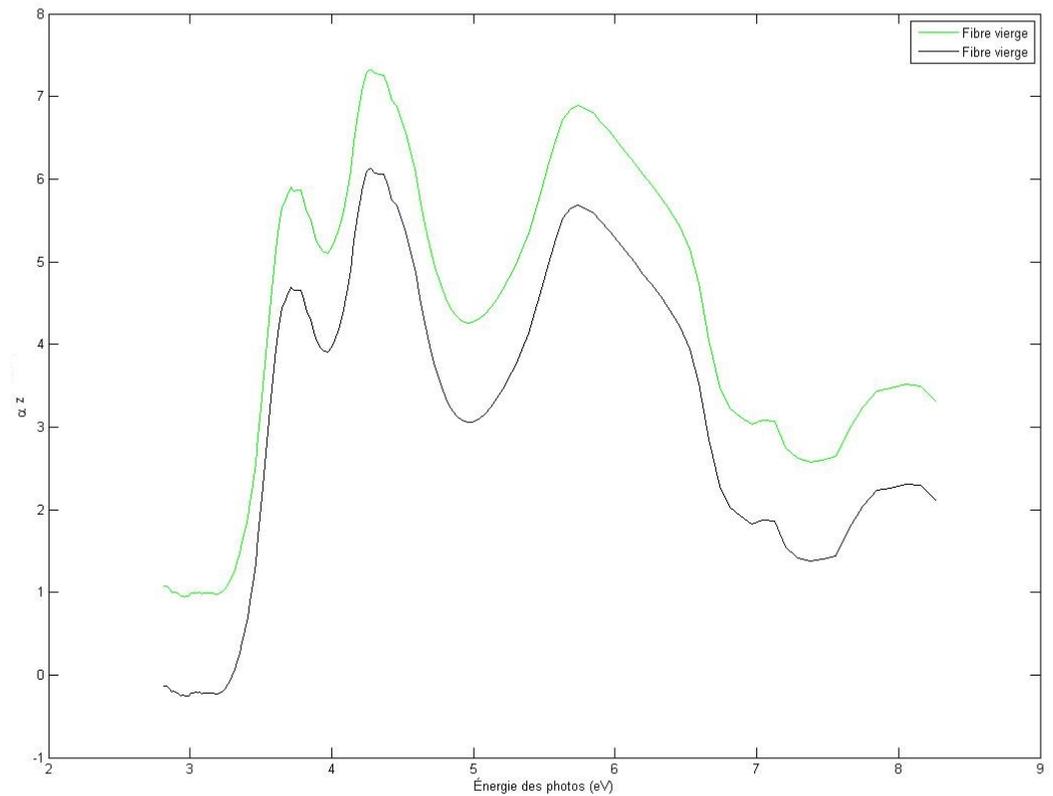


Figure 3.4 : Coefficient d'absorption en fonction de la longueur d'onde pour une fibre vierge (verte) et un bout non-irradié de fibre irradiée

Encore une fois, il y a peu de différence. Les pics de défauts sont les mêmes, et

l'intensité n'étant pas significative, les deux courbes sont donc semblables. Il est donc possible de conclure que, dans les calculs, la partie non-irradiée de la fibre non-vierge est équivalente à une fibre vierge de longueur plus courte, ce qui sera considéré dans les calculs présentés à la section 3.4.

Dans le même esprit, il est intéressant d'étudier l'effet de la longueur d'irradiation sur le spectre d'absorption optique. Pour ce faire, des fibres furent irradiées à 10^{11} cm^{-2} sur soit 1 cm^2 , 8.22 cm^2 ou 0.12 cm^2 . Effectivement, selon l'équation 3.12, la longueur d'irradiation a un impact direct sur le coefficient d'absorption.

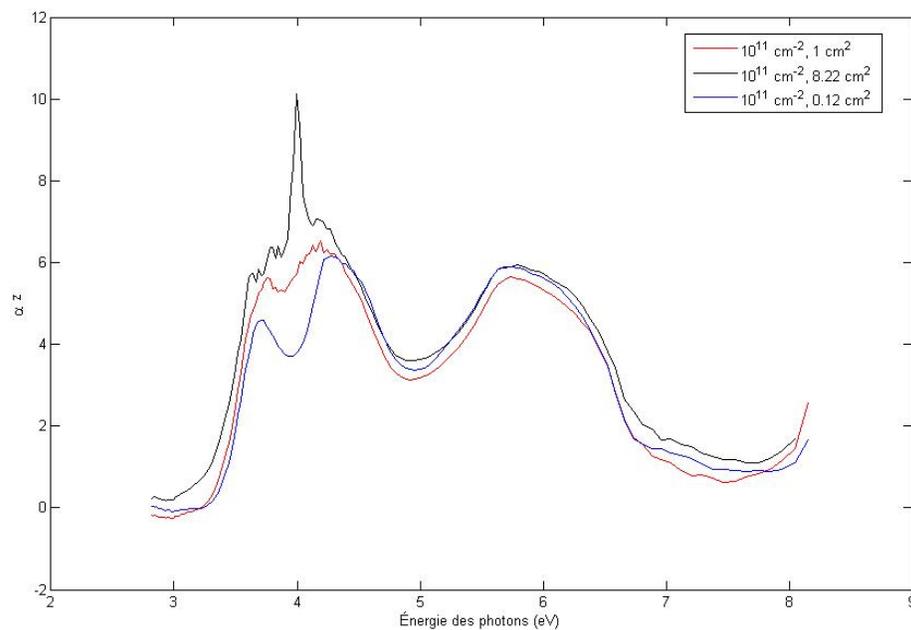


Figure 3.5 : Coefficient d'absorption en fonction de la longueur d'onde pour différentes longueurs d'irradiation à une fluence de 10^{11} cm^{-2}

Comme attendu, lorsque la fibre est irradiée sur une plus grande longueur, les défauts créés sont plus nombreux : le coefficient d'absorption optique est le même, mais le pro-

duit αz est plus grand. Comme l'atténuation devient très grande, peu d'intensité réussit à passer pour produire un faible nombre de comptes au PM. Le bruit masque une partie des éléments du spectre. Le spectre de la fibre vierge est également présenté dans le graphique, pour comparaison. La différence entre le spectre d'absorption pour une fibre irradiée sur 1 cm^2 et 0.12 cm^2 n'est pas détectable avec nos instruments puisqu'elle est trop faible.

Finalement, il est intéressant de s'assurer que les irradiations de même fluence donnent tout le temps le même graphique d'absorption optique. Les deux fibres utilisées provenaient de la même bobine de fibres et étaient irradiées la même journée par la même fluence. Les résultats sont présentés aux figures 3.6 et 3.7.

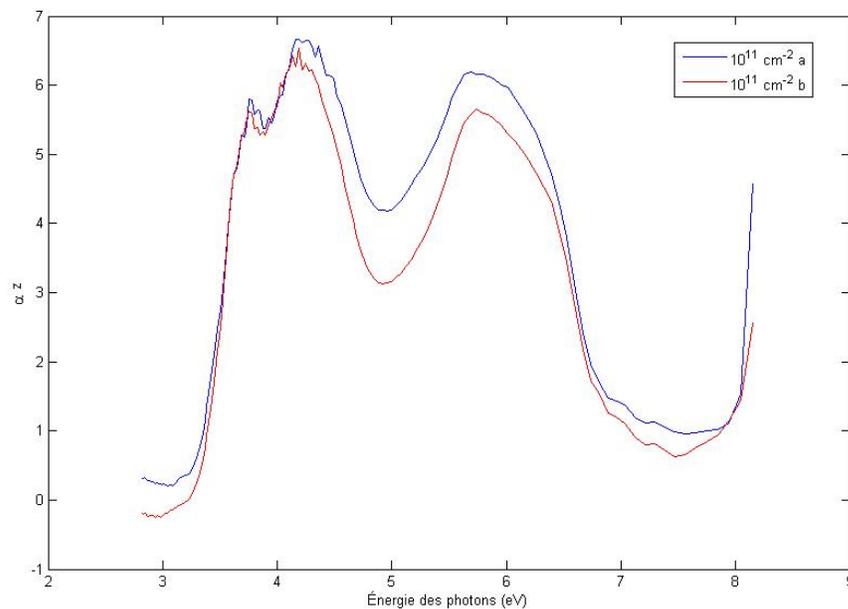


Figure 3.6 : Coefficient d'absorption en fonction de la longueur d'onde pour deux fibres irradiées à 10^{11} cm^{-2} sur 1 cm^2

Dans la figure 3.6, la différence entre les deux spectres des fibres irradiées à 10^{11} cm^{-2} est principalement dans l'intensité du coefficient d'absorption, et non pas dans les pics de défauts qui sont présents. Comme précisé plus haut, cette différence n'est pas significative puisque l'intensité est variable.

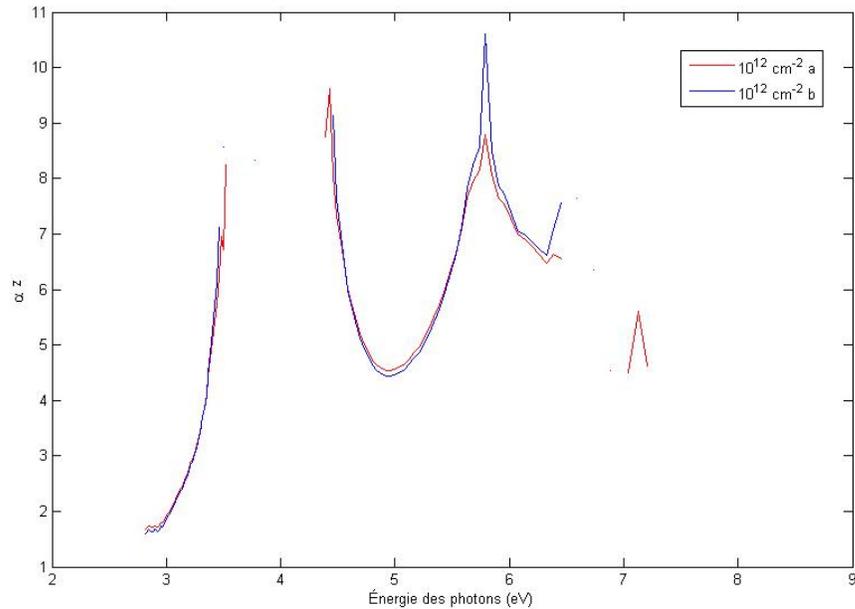


Figure 3.7 : Coefficient d'absorption en fonction de la longueur d'onde pour deux fibres irradiées à 10^{12} cm^{-2} sur 1 cm^2

Dans le graphique 3.7 pour des fibres irradiées à 10^{12} cm^{-2} , la différence dans l'intensité ainsi que dans les pics est très négligeable. Le spectre sature aux alentours de 4 eV, ce qui signifie que l'absorption était très grande. Lors des mesures de ces fibres, il n'y avait que peu de lumière incidente qui se rendait aux fibres, et les mesures ont toutes été effectuées avec un nombre de comptes semblable. Par la suite, pour éviter ce genre de phénomène, un nombre minimal de comptes était nécessaire afin d'effectuer la

mesure. Plusieurs mesures de ce type ont été effectuées. Il fut donc possible de conclure, après que tous aient donné des résultats très semblables pour les mêmes fluences, que le spectromètre donnait des mesures stables et reproductibles à l'intérieur d'une certaine variabilité, telle qu'illustrée à la figure 3.6, par exemple.

3.3 Spectromètre et absorption optique

Cette section résumera les manipulations et la méthodologie des mesures d'absorption optique effectuées lors de cette recherche.

Afin de mesurer l'absorption optique des fibres, un montage a été créé. Ce montage est principalement composé d'un photomultiplicateur de marque Hamamatsu (R943-02), d'une lampe deutérium de marque Oriol, ainsi que d'un spectromètre HR320.

Au départ, la lampe éclairait la fibre, qui se rendait jusque dans le spectromètre, ce dernier transmettant la lumière directement dans le photomultiplicateur. Or, cet arrangement était très peu stable étant donné que la lumière pénétrant dans la fibre variait sans cesse. Le montage fut stabilisé lorsque la lampe fut installée directement devant le spectromètre, celui-ci transmettant la lumière à travers la fibre qui menait jusque dans le photomultiplicateur. La fibre était installée dans le montage grâce à deux porte-fibres situés à ses extrémités. L'extrémité pénétrant dans le photomultiplicateur était installée dans un cylindre en plastique de l'exacte grosseur de l'entrée de l'appareil. En tentant d'obtenir le plus de comptes possibles pour une fibre vierge, le point focal sortant de la fibre par rapport au photomultiplicateur fut caractérisé et le bout de la fibre était,

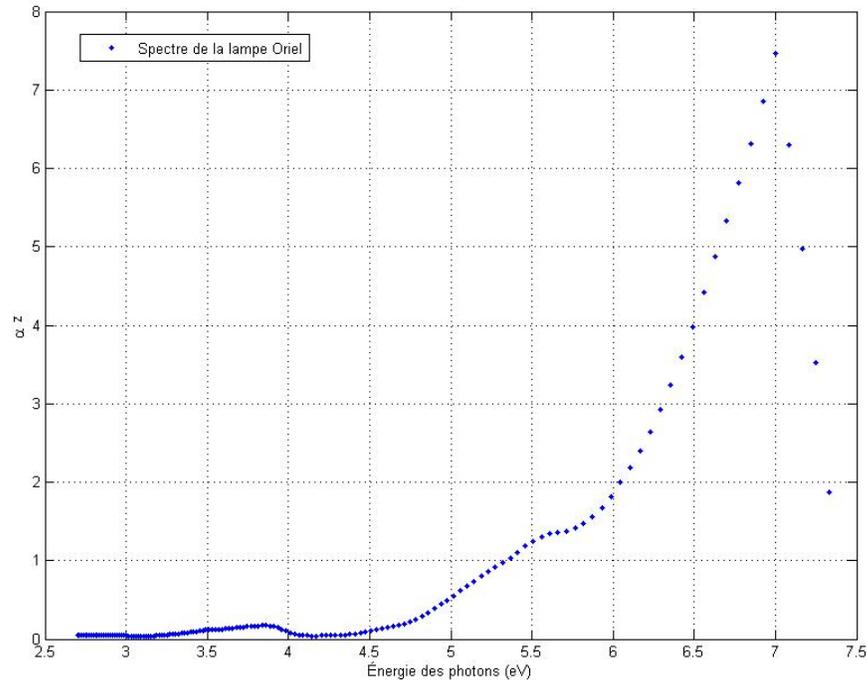


Figure 3.8 : Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour la lampe deutérium de marque Oriel

par la suite, tout le temps placé à 2.8 cm de la sortie du cylindre de plastique. L'autre extrémité, soit le spectromètre, avait un point focal à l'exacte fin d'un carré de plastique de même utilité que le cylindre. La sortie du spectromètre étant une fente d'une largeur de quelques millimètres, une vis millimétrique permettait de déplacer le porte-fibre dans le carré de plastique afin d'optimiser le nombre de comptes obtenus.

Afin que la lumière soit bien transmise par la fibre, celle-ci devait être préparée. Ses bouts devaient être dégainés avec une lame rasoir, puis placés dans l'acétone. Un couperet permettait de cliver ses bouts de manière parfaitement droite. Les bouts de la fibre devaient également être très propres : un morceau de poussière placée au bout de

la fibre était suffisant pour diminuer le nombre de comptes de photons significativement. Ses deux bouts étaient par la suite placés dans les porte-fibres et installés dans les pièces de plastique de transition. Il est donc important de comprendre que la lumière récoltée par le PM peut contenir un signal ré-émis par la fibre à d'autres longueurs d'onde que celle entrant dans la fibre. Des photos de chacune de ces pièces sont à l'annexe 2.

Le spectromètre prend une mesure par pas de 2 nm, sur une plage étendue de 150 à 800 nm en deux séries de mesure : une première de 150 à 440, et la deuxième de 400 à 800 nm. Pour la deuxième série de mesures, un filtre passe-bas était installé entre la lampe et le spectromètre afin de ne pas avoir de réflexion de deuxième ordre. À chaque série, une mesure de bruit de fond était effectuée en plaçant un cahier devant la lampe et en ne mesurant que la lumière provenant de sources extérieures, telle que la lumière du couloir. À chaque fois qu'une fibre était analysée, une mesure d'absorption optique de la lampe blanche était également effectuée afin de pouvoir comparer ses fluctuations avec celles observées dans les fibres.

Trois principaux problèmes ont été rencontrés au cours de la recherche. Premièrement, lors du premier été, la lumière de la salle de mesure a été allumée alors que le photomultiplicateur était en fonction, saturant ce dernier. Depuis, les mesures ont beaucoup plus de bruit. De plus, pendant un moment où moins de mesures de spectrométrie étaient effectuées, des parties du montage ont été prises et n'ont jamais été retrouvées. Certains appareils, comme la lampe, ont dû être changés, et les mesures avant et après ce moment n'ont pu être comparées, puisque les conditions n'étaient pas les mêmes. Chacune

des mesures et analyses présentées dans ce mémoire proviennent d'après le changement des appareils et de l'alignement. Finalement, le spectromètre devrait transmettre la plus grande intensité lumineuse à 0 nm. Or, il y avait un décalage de 19 nm. Son maximum se situait à 19nm. Les mesures ont donc dû être modifiées en tenant compte de ceci, partant de 169 nm plutôt que 150, et se rendant jusqu'à 819 nm.

Le programme informatique permettant de faire fonctionner ce montage a été créé par Colin Nadeau-Brosseau.

3.4 Programme d'analyse des données

L'analyse des graphiques d'absorption optique utilisée dans le cadre de cette recherche nécessite plusieurs ajustements. Les données brutes ne peuvent pas être comparées les unes aux autres puisque plusieurs facteurs diffèrent d'une mesure à l'autre ; la longueur de la fibre, l'intensité lumineuse, le bruit sont tous des exemples de paramètres à uniformiser afin d'obtenir les résultats les plus fiables possibles.

Afin d'analyser la création de défauts par irradiation, il faut forcément étudier les données d'absorption optique de fibres vierges. Une mesure de la longueur de la fibre doit être faite. Comme expliqué dans à l'équation 2.1, la longueur traversée par la lumière modifiera l'intensité résultante.

Il est préférable de lisser les données expérimentales avec le programme *filter* de MatLab. La moyenne des points de la série de mesure de bruit de fond est faite : c'est cette valeur qui sera soustraite des valeurs expérimentales filtrées. On s'assure de don-

ner aux points négatifs, une valeur de zéro. Finalement, les longueurs d'onde sont transformées en énergie de photons, afin de rendre l'analyse des défauts plus simple.

Le même traitement est fait pour les mesures de la lumière sortant directement du spectromètre. Évidemment, aucune longueur de fibre n'est considérée. Les mesures sont simplement filtrées, et la valeur moyenne du bruit de fond est soustraite de ces données. Les points négatifs obtiennent également une valeur nulle. Les longueurs d'onde sont également transformées en électronvolts.

Obtenir le spectre de la lampe blanche permet de trouver le coefficient d'absorption de la fibre vierge, selon les équations 2.4 et 2.5. Notons cependant que nous ne tenons pas compte de la réflectance et de la fraction non-couplée dans la fibre. Il y a un facteur d'intensité qui se traduit par l'ajout d'une constante arbitraire X_i à α . Finalement, le coefficient d'absorption multiplié par la longueur de la fibre sont portés en graphique en fonction de l'énergie des photons, produisant le spectre d'absorption voulu.

Selon la figure 3.5 qui sera présentée à la section 3.4.3, les parties de la fibre non-irradiées donne le même profil d'absorption optique que les fibres vierges. Les fibres irradiées peuvent donc être traitées en fonction d'une partie vierge, et d'une partie irradiée. L'équation de la fibre vierge est définie comme suit :

$$I_v(\lambda, z) = I_0(\lambda) e^{-\alpha_v z_v} \quad (3.7)$$

et :

$$\log \frac{I_v(\lambda, z)}{I_0(\lambda)} = -\alpha_v z_v \quad (3.8)$$

où I_v est l'intensité sortante de la fibre vierge, I_0 l'intensité initiale, et α et z sont simplement les paramètres définis à la section 2, soit le coefficient d'absorption et la longueur de la fibre. Pour la fibre irradiée, l'équation est semblable :

$$I_{irr}(\lambda, z) = I_0(\lambda) e^{-\alpha_{tot} z_{tot}} \quad (3.9)$$

où l'indice *tot* signifie *total*, soit l'addition du coefficient et de la longueur d'onde irradiée et non-irradiée. Ce faisant :

$$-\log \frac{I_{irr}(\lambda, z)}{I_0(\lambda)} = \alpha_{tot} z_{tot} \quad (3.10)$$

$$-\log \frac{I_{irr}(\lambda, z)}{I_0(\lambda)} = \alpha_v z_v + \alpha_{irr} z_{irr} \quad (3.11)$$

Alors α_{irr} est l'atténuation supplémentaire causée par l'irradiation sur la distance z_{irr} .

Afin d'obtenir un spectre d'absorption optique, il est nécessaire de porter en graphique le coefficient d'absorption par rapport à l'énergie des photons en eV. Donc :

$$\frac{-\log \frac{I_{irr}(\lambda, z)}{I_0(\lambda)} - \alpha_v z_v}{z_{irr}} = \alpha_{irr} \quad (3.12)$$

Il y a donc deux différences dans le programme d'analyse entre la fibre vierge et

la fibre irradiée. La première est l'ajout d'une longueur d'irradiation, et la seconde est l'utilisation de l'équation 3.9 pour obtenir le spectre.

3.4.1 Ajustement de gaussiennes

Afin d'effectuer l'analyse et la comparaison avec les défauts attendus dans la sili-
lice présentés à la section 2.5.2, il faut porter en graphique les gaussiennes représentant
chacun des défauts. En sachant leur largeur à mi-hauteur et leur centre, il est possible
d'utiliser la formule de la densité de loi normale et porter en graphique les résultats
obtenus.

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}} \quad (3.13)$$

où μ est la valeur moyenne attendue, soit le centre, et σ est l'écart-type. La largeur à
mi-hauteur vaut :

$$H = 2\sqrt[2]{2\ln(2)}\sigma \quad (3.14)$$

En traçant dans le même graphique les défauts présentés au deuxième chapitre et
le spectre de la fibre irradiée tel que défini ci-haut, il est assez facile de comparer les
défauts présents dans les deux courbes. La figure 2.13 présente un exemple de ce qui
est obtenu à partir de cette méthode. Afin de considérer également l'effet que les gaus-
siennes peut avoir les unes sur les autres, la somme des gaussiennes est faite, et c'est

cette courbe qui est optimisé afin d'avoir le meilleur ajustement possible avec le spectre du coefficient d'absorption. Comme l'intensité sortante lue par le détecteur dépend de beaucoup de facteurs variables, cette caractéristique n'est pas très représentative. Afin de mieux comparer les courbes des fibres vierges et des fibres irradiées, une modification de l'intensité relative du coefficient d'absorption est faite. La relation suivante représente ce changement :

$$\alpha_{zvierge} = -\log\left(\frac{\varepsilon_{vierge}}{\varepsilon_{lampe}}\right) - \log(\chi) \quad (3.15)$$

Dans cette équation, ε représente l'intensité des photons pour les fibres vierges et la lampe blanche : à cette étape, les longueurs d'onde ont déjà été modifiées en énergie. Le χ est un nombre qui diffère pour chaque courbe produite. Il est choisi afin d'obtenir la superposition des courbes irradiées et vierges la plus fiable pour faciliter la visualisation de leurs différences. Comme mentionné plus tôt, il traduit le fait qu'il n'a pas été capable de coupler la lumière sortant du spectromètre dans les fibres toujours exactement de la même manière.

3.5 Méthodologie pour les recuits

Comme présenté à la section 2.5.3, il est possible d'annihiler les défauts optiques créés par irradiation en effectuant un recuit de la silice. Les défauts n'ont pas tous la même énergie d'activation et ne réagissent donc pas à la même température. Ce faisant,

un recuit à différentes températures permet, entre autres, de confirmer la présence de chacun des défauts optiques identifiés par spectrométrie. Pour ce faire, une plage de températures de recuits doit être étudiées. Comme la fluence se rapprochant le plus de l'effet réel des rayons cosmiques selon SPENVIS et l'équation 3.4 est de 10^{12} cm^{-2} , les recuits ont été effectués sur des fibres irradiées à cette fluence.

Température de recuit (Celcius)	Annihilation ou effet attendu
25	Aucun
300	Aucun
500	E'
700	E', NBHOC, ODC(II)
900	ODC(I), ODC(II), E', NBHOC

Tableau 3.III : Effet attendu dans les fibres en fonction de la température de recuit

Afin d'effectuer le recuit, les fibres sont d'abord dégainées grâce à de l'acétone. Si un peu de gaine reste sur une fibre, les températures élevées du four utilisé feront fondre ce polymère et la fibre ne sera plus utilisable par la suite. Le recuit est effectué à l'INRS de Varennes, grâce à un four Lindberg Blue. Le recuit est effectué sous atmosphère inerte de N_2 . L'azote qui sera introduit dans la chambre passe préalablement dans un filtre afin de diminuer les possibles impuretés de pénétrer via cette voie. La chambre qui sera chauffée est en surpression. Ce faisant, l'air extérieur ne peut contaminer l'atmosphère et les fibres. À l'entrée de la chambre, un sas permet de faire le lien entre l'atmosphère extérieure et le four. Le sas est un tube de verre entouré de papier d'aluminium et d'un joint permettant de fermer la chambre. Le papier d'aluminium n'est jamais en contact avec l'intérieur du four. Il sert simplement à empêcher que le joint ne devienne incandescent et qu'il n'y ait pas de contamination. Un tube mène jusqu'à un Erlenmeyer rempli

d'eau. Le N_2 peut sortir par ce tuyau.

Les fibres sont déposées dans un pot de verre. Leur coeur est aligné avec le centre du four, afin d'obtenir la température la plus stable possible. Elles sont recuites pendant une heure.

La diffusion thermique des défauts est mesurée par spectrométrie, sur le même montage que présenté à la section 3.2, selon la même méthodologie afin d'obtenir les mesures les plus fiables possibles.

3.6 Mesures ToF-SIMS

Afin d'évaluer la composition des fibres optiques, des mesures ToF-SIMS ont été effectuées à la Polytechnique de Montréal. Elles ont été faites grâce au travail de Josianne Lefebvre.

La technique ToF-SIMS (*Time of Flight - Secondary Ion Mass Spectrometry*) consiste en l'analyse de surface d'un matériau. Un faisceau d'ions bombarde la surface, pulvérisant une couche de l'échantillon. Certains ions sont accélérés jusqu'à un spectromètre de masse. Le spectromètre sépare les ions en fonction de leur rapport masse/charge, permettant d'identifier la structure et leur composition chimique. Ce rapport peut être mesuré, comme c'est le cas ici, par son temps de vol. Soumis à une certaine tension, l'ion parcourt une distance en un temps, selon son rapport masse/charge. Plus le rapport est petit, plus les ions parcourent la distance rapidement.

Afin d'identifier la composition chimique du coeur et de la gaine des fibres, il fal-

lait tout d'abord irradier ces dernières à une fluence de 10^{12} cm^{-2} . Le centre irradié de chacune des fibres était par la suite isolé et coupé avec un couperet, en morceaux de quelques millimètres. Ces morceaux étaient placés en agrégat comme des billots de bois pour former un plus gros cylindre composés de plusieurs dizaines de parties de fibres. Ils étaient ensuite placés dans le détecteur ToF-SIMS, rendant la localisation et la pulvérisation plus simple. Des parties non irradiées des mêmes fibres étaient également placés en agglomération, et pulvérisées. La présence de germanium dans l'analyse permet de discriminer les mesures effectuées : dans la gaine, il n'y a pas de germanium, contrairement à dans le coeur de la fibre.

Étant donné que plusieurs contaminants trouvés dans l'air ou sur les outils permettant la manipulation des échantillons peuvent se retrouver sur les fibres, il était nécessaire de pulvériser plusieurs fois l'agrégat au césium afin de s'assurer que les atomes identifiés par ToF-SIMS étaient bien présents dans les fibres, et non pas simplement des contaminants extérieurs. Puisque les sections à mesurer de l'agrégat n'étaient pas parfaitement planes, une rotation du porte-échantillon permettait de pulvériser dans plusieurs directions, éliminant le plus de contaminants possibles. Six pulvérisations au Cs^+ ont été effectuées. Pour chaque mesure, un spectre de masse d'ions secondaires en mode faisceau double a été fait avant, pendant et après chaque pulvérisation. Les analyses ont été effectuées sur plusieurs échantillons différents, afin de s'assurer de la validité des résultats de composition chimique obtenus. La section 4.2.1 présente les résultats obtenus ainsi que les conclusions quant au type de fabrication de la silice étant donné les

défauts observés par absorption optique.

Puisqu'une méthodologie rigoureuse et produisant peu de variabilité dans les mesures a été respectée tout au long de la recherche, l'analyse résultante est fiable. Les résultats présentés aux chapitres suivants sont représentatifs et reproductibles grâce aux méthodes de mesure et d'analyse définis dans ce chapitre.

CHAPITRE 4

EFFET DE L'IRRADIATION SUR L'ABSORPTION OPTIQUE DES FIBRES OPTIQUES

Ce chapitre se propose de passer en revue les défauts qui sont créés dans la silice selon la fluence des particules incidentes. L'effet des rayons cosmiques a été reproduit par des protons de 5 MeV, et les défauts obtenus dans les fibres par irradiation ont été observés par spectrométrie. La fluence des protons incidents a affecté la création de défauts et permet de discriminer ce qui aurait un impact plus important sur les capacités de transmission de la lumière. Chaque défaut possède des caractéristiques optiques précises permettant de l'identifier.

4.1 Effet de la fluence sur les défauts optiques créés dans les fibres

La formule 3.3 et SPENVIS impliquent que la fluence à basse orbite pour un voyage de 10 ans est, en moyenne, 10^{12} cm^{-2} . Or, la quantité et la fluence des rayons cosmiques ne sont pas nécessairement uniformes d'année en année. Il est donc intéressant d'étudier l'effet et les défauts qui pourraient être créés par une fluence plus importante. Il est d'autant plus nécessaire d'étudier une grande plage de valeurs étant donné que la formule et le logiciel de calcul de voyages spatiaux ne donnent pas la même valeur de fluence. Il y a un point tournant dans la création de défauts optiques : en dessous d'une certaine fluence, le coefficient d'absorption optique mesuré d'une fibre irradiée est le même que

celui d'une fibre vierge. Il est intéressant de caractériser cette limite où il y aura changement dans la structure des fibres optiques.

4.1.1 Défauts présents dans les fibres optiques vierges

Comme mentionné à la section 3.4.3, le spectre des fibres vierges comporte plusieurs pics d'absorption assez étendus. L'étalement est dû à la longueur de la fibre qui équivaut à l'épaisseur qu'aurait un échantillon, augmentant drastiquement l'atténuation de la lumière. Par contre, les pics en tant que tel sont dû à des défauts qui sont déjà présents dans les fibres. La méthode de fabrication des fibres en est une source. La figure 4.1 présente ces défauts ainsi que le spectre d'absorption de la fibre vierge.

Le spectre de la fibre vierge est très différente des spectres présentés au chapitre 3. Les mesures du chapitre 4 ont été effectuées avec une nouvelle roulette de fibres optiques. Elles ont été commandées du même endroit et ont les mêmes caractéristiques sur papier, mais leurs spectres diffèrent grandement. Chacune des mesures a été refaite afin de pouvoir analyser ces nouvelles fibres. Les anciennes figures se trouvent à l'annexe III.

Le défaut se trouvant à 3.5 eV est surprenant. Dans la littérature, rien ne semble prédire l'existence d'une bande d'absorption à cet endroit. En plaçant un filtre passe-haut de 420 nm entre la lampe et le spectromètre, il n'y a plus de comptes qui sont détectés à 3.5 eV et moins. Le filtre passe-haut laisse passer toutes les longueurs d'onde supérieures à 420 nm. Entre 300 nm et 340 nm, le nombre de comptes reste le même.

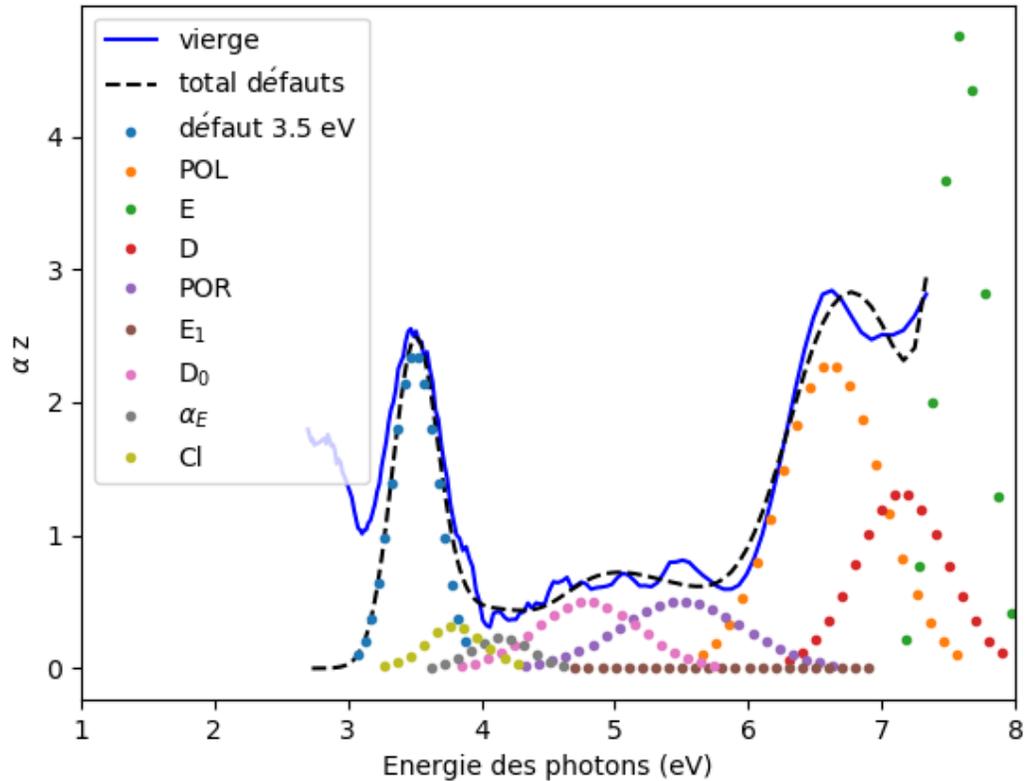


Figure 4.1 : Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre vierge

Ceci implique que la partie du spectre entre 3.4 eV et 4 eV est le résultat d'un défaut provenant de longueurs d'onde plus hautes que 420 nm.

Le défaut à 3.8 eV serait lié à la présence de chlore dans les fibres, ce qui sera traité plus en profondeur à la section 4.2. La présence de chlore implique que la silice aurait été créée selon la troisième méthode de fabrication présentée à la section 2.4. Or, comme il est mentionné ci-haut, la présence d'un filtre passe-haut entre le spectromètre et la lampe qui transmet quand même à cette énergie semble indiquer que les bandes

d'absorption à ces énergies proviennent de défauts qui sont créés à de grandes longueurs d'onde. Le nombre de comptes étant quand même plus bas avec le filtre passe-haut, il est possible qu'une partie de ces bandes d'absorption provienne vraiment de défauts créés à ces longueurs d'onde. La sensibilité de l'appareil de mesure n'est pas assez grande et ne permet pas de bien discriminer ce qui serait dû au défaut de chlore et aux défauts au-delà de 420 nm.

Le défaut POL, situé à 6.5 eV, est présent dans les silices à faible concentration d'ions OH-, ce qui serait le cas de ces fibres si la troisième méthode de fabrication était bel et bien utilisée. Le défaut E, présent à 7.6 eV, se produit autant dans les silices irradiées que non-irradiées, puisqu'il s'agit d'un ODC(I) provenant d'une transition singulet-singulet [1]. Tous ces défauts peuvent se produire sans irradiation.

Le défaut D, produisant un pic à 7.1 eV, est dû à la relaxation d'un ODC(II) par une transition singulet-singulet. Il semblerait que ce genre de transitions est possible sans irradiation, mais serait tout-de-même facilité par cette dernière. Ceci sera observé dans les prochaines sections.

Le défaut POR provient d'un électron non-pairé entre deux atomes d'oxygène. Il crée des bandes d'absorption à 7.7 eV et à 5.5 eV; cette dernière est observé dans la fibre vierge.

Le défaut D_0 , qui produit une bande d'absorption à 4.8 eV, peut être observé grâce à la présence d'ozone moléculaire dans la silice. Ceci se produit, entre autres, sans irradiation nécessaire. Il s'agit simplement d'un défaut lié à la méthode de fabrication de

la silice. Sa présence suggère qu'un composé de chlore ($SiCl_4$) a été utilisé pour former la silice.

Le défaut de chlore situé à 3.8 eV implique également que la silice fut créée à partir de composés de silicium et d'oxygène, soit de $SiCl_4$, provenant du type 4 de formation. Ce défaut n'est pas visible, mais est nécessaire à l'ajustement de courbe. Sa présence est consistante avec les défauts précédents, qui ne peuvent être créés qu'en présence d'une faible concentration de radicaux OH-. Toutefois, la présence du chlore n'étant pas attendue dans les fibres, une seconde étude a été effectuée afin de confirmer le type de formation de silice. Des mesures ToF-SIMS ont été faites à la Polytechnique de Montréal, et comme il sera démontré à la section 4.2, il y a bel et bien présence de chlore dans le coeur des fibres optiques.

Étant donné que du germanium est inséré dans le coeur des fibres optiques afin d'en modifier l'indice de réfraction, on s'attendrait à en observer autant dans la fibre vierge que dans les fibres irradiées. Or, la quantité de germanium étant relativement faible, (voir section 4.2.1), le pic d'absorption peut être très minime. Le germanium produirait un pic à 5.14 eV, ce qui coïncide avec le défaut $B_{2\alpha}$. Il est difficile de discriminer entre ces deux défauts possibles, étant donné que les deux sont au même endroit. Il sera expliqué dans les prochaines sections que les autres défauts plus visibles montrent qu'il y aurait une très faible concentration de défauts $B_{2\alpha}$. De plus, la présence de germanium, indiquée à la section 4.2, indique qu'un défaut à 5.14 eV devrait être présent. Cependant, il est trop faible pour être détecté par nos instruments.

4.1.2 Fluence de 10^9 cm^{-2}

4.1.2.1 Comparaison avec le spectre d'une fibre vierge

La fluence minimale choisie a été de 10^9 cm^{-2} . Ceci est beaucoup plus bas que la fluence moyenne mesurée à basse orbite terrestre. Selon l'équation 3.3, ceci correspond à une dose de 0.03 mGy. Pour un séjour de 10 ans dans l'espace, la dose est de 90 mGy.

À la figure 4.2 se trouve le coefficient d'absorption en fonction de l'énergie des photons incidents. La courbe verte représente le spectre obtenu pour une fibre vierge, et la courbe bleue pour une fibre irradiée.

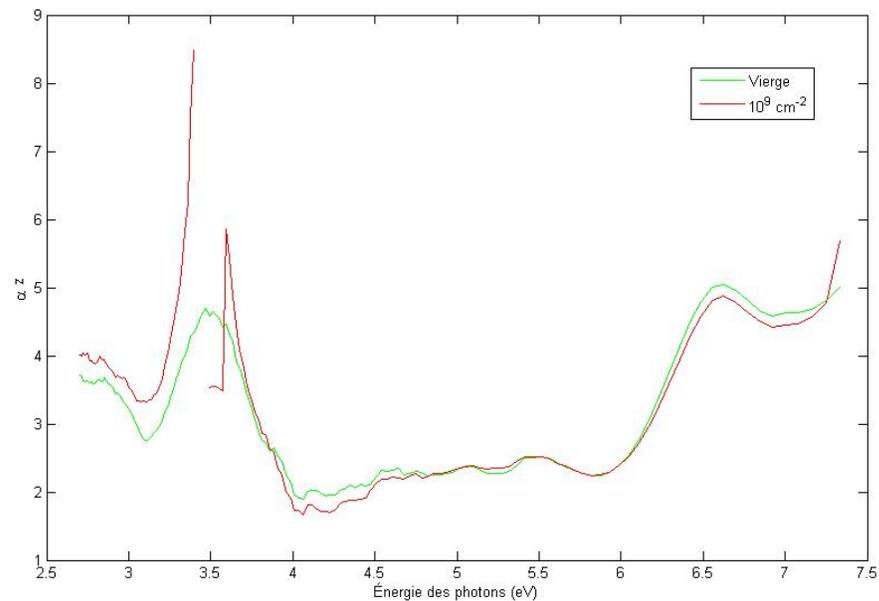


Figure 4.2 : Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à 10^9 cm^{-2}

Comme mentionné à la section 3.4.3, les valeurs sont de moins en moins fiables en dépassant la barre du 7.1 eV, étant donné le gap de la silice. Le fait qu'il semble y

avoir une différence minime entre les deux courbes à ces valeurs n'indique pas qu'il y a création de défauts optiques à une telle fluence. De plus, les deux courbes se superposent et les plages où la lumière n'est pas bien transmise sont les mêmes. Il n'était donc pas possible d'observer de différence dans les courbes avec nos appareils de mesure, hormis à 3.5 eV. Le pic est beaucoup plus important et il y a une discontinuité importante à 3.5 eV, qui semble correspondre à de la photoluminescence. La figure 4.3 présente les données brutes dans la plage de longueur d'onde comportant le pic de photoluminescence. Un filtre passe-haut de 420 nm et plus était installé entre le spectromètre et la lampe. Le fait que le pic de photoluminescence reste présent malgré la présence de ce filtre implique que la lumière réémise lorsque la fibre est excitée à 3.5 eV est à une longueur d'onde plus grande que 420 nm. Il pourrait donc s'agir d'un signal de photoluminescence. Il est possible de mesurer ceci puisque toute la lumière sortant de la fibre est récoltée. La source de la photoluminescence est toujours sous investigation. Pour ce faire, il faudrait faire de la spectroscopie de la lumière sortant de la fibre.

Mis à part le défaut à 3.5 eV, nos appareils de mesure n'ont pas été capable de détecter une différence dans la quantité de défauts optiques d'une fibre subissant un rayonnement cosmique de protons de 5 MeV à une fluence de 10^9 cm^{-2} et d'une fibre vierge. L'intensité des bandes d'absorption optique est plus importante pour la majorité des défauts dans la fibre irradiée.

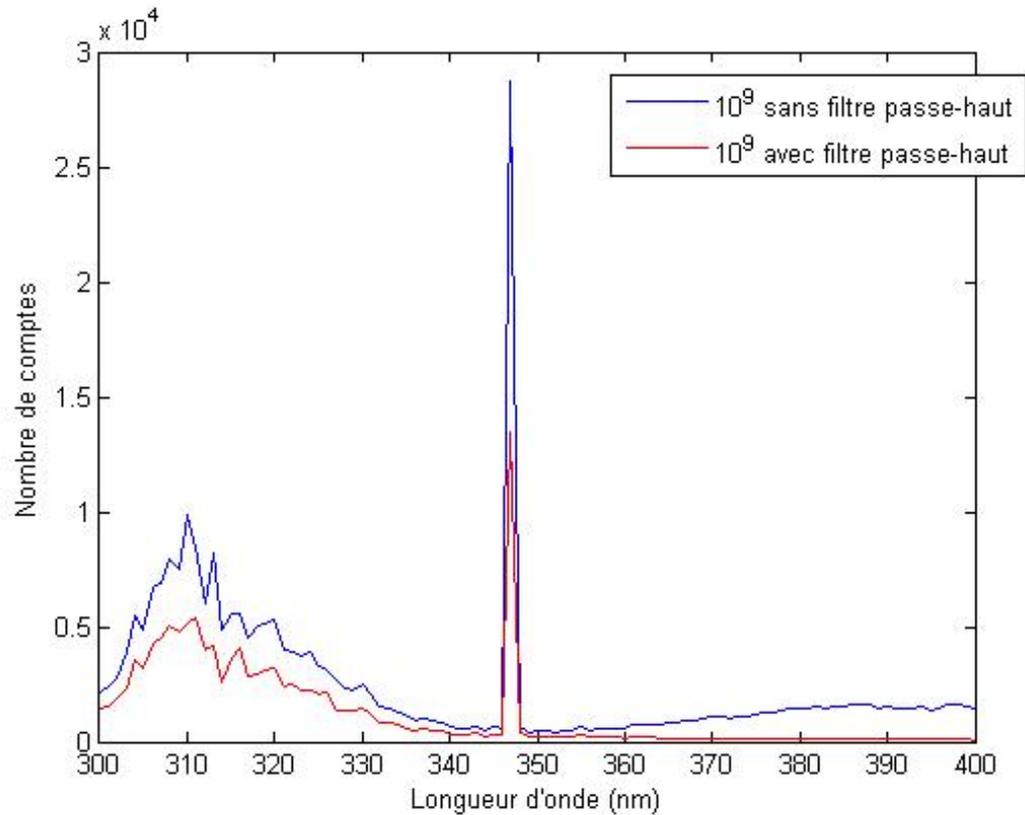


Figure 4.3 : Figure présentant le nombre de comptes (intensité) en fonction de la longueur d'onde incidente pour des fibres irradiées à une fluence de 10^9 cm^{-2} avec ou sans filtre passe-haut

4.1.2.2 Défauts optiques pour une fluence de 10^9 cm^{-2}

Comme expliqué dans le chapitre précédent, la variabilité des spectres pour plusieurs fibres irradiées à la même fluence est très basse. Ce faisant, toutes les courbes sont représentatives de la fluence à laquelle les fibres ont été irradiées. Or, elles le sont par *groupe d'irradiation* : à chaque irradiation, un paquet de 10 fibres étaient, par exemple, irradiées à 10^9 cm^{-2} . Une certaine incertitude survient quant à la fluence exacte. Ce faisant, deux différents paquets de fibres irradiées à 10^9 cm^{-2} peuvent être très semblables,

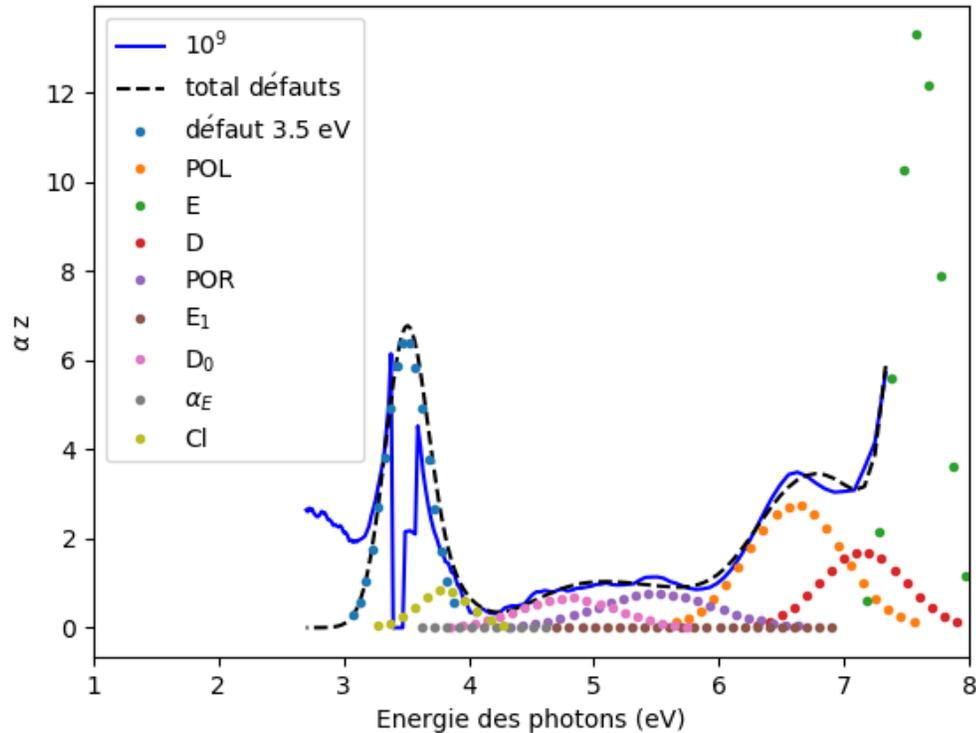


Figure 4.4 : Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à 10^9 cm^{-2} et les défauts associés

mais ne seront probablement pas exactement identiques, si cette fluence implique un changement dans l'absorption optique observée. Lorsque l'irradiation à l'accélérateur est effectuée, des mesures du courant sur le masque et à la cage de Faraday sont prises, avant et après l'irradiation. Cependant, il arrive que le courant n'est pas tout à fait stable, et qu'il ne soit pas le même avant et après. Ceci semble indiquer que la fluence ne sera pas exactement celle prévue au départ. Par exemple, pour obtenir cette fluence de 10^9 cm^{-2} , le courant au masque avant était de $2 \times 10^{-9} \text{ A}$, et de $1.8 \times 10^{-9} \text{ A}$ après. Ceci implique une incertitude de 10% sur le rapport, donc sur la fluence.

Les mêmes défauts sont présents dans la fibre vierge que dans la fibre irradiée à 10^9 cm^{-2} : le centre E, le défaut pont-peroxyde POL, le POR, le défaut α_E , D_0 , le défaut D, le défaut de chlore et le défaut à 3.5 eV.

Le défaut radical peroxyde (POR) a une intensité moyenne : il est beaucoup moins important que le défaut E, mais est plus présent que le défaut α_E . Le POR est défini comme étant un électron non-pairé partagé par deux atomes d'oxygène[23]. En principe, la création des défauts POR implique un processus collisionnel puisqu'il y a déplacement d'un des atomes d'oxygène par rapport au défaut POL. Cependant, il semble que selon nos résultats le simple processus électronique de dépôt d'énergie pourrait suffire à produire ce défaut. Les défauts NBHOC peuvent être précurseurs aux défauts POR. Les NBHOC sont créés par ionisation des liens Si-O[25]. Les défauts POL peuvent également être précurseurs aux défauts POR : lorsque les liaisons d'oxygène du POL sont brisées, un POR peut se former par processus électronique. Il semblerait que les liaisons peroxydes du POL se fassent briser au fur et mesure que de l'irradiation est appliquée, créant le défaut radical peroxyde. Le POR peut avoir deux bandes d'absorption : une à 5.5 eV [36][35], et une seconde à 7.7 eV.

Le défaut D_0 a un pic d'absorption très présent à cette fluence. Le D_0 a un centre à 4,8 eV. Comme mentionné à la section 2.5.2.5, deux théories proposent une explication quant à la formation de ce défaut : soit la présence d'ozone moléculaire, ou de NBOHC. L'ozone moléculaire implique une forte concentration d'oxygène moléculaire, ce qui se produit dans les silices à faible concentration d'ions OH-, comme la présence

de chlore semble indiquer. Toutefois, les NBOHC étant créés à partir des défauts E'_γ observés dans cette silice, il devrait y avoir une très grande quantité de D_0 observés. Le pic d'absorption semble plutôt confirmer la théorie de l'ozone moléculaire. De plus, comme le défaut POL demande une grande quantité d'oxygène pour sa formation, cette théorie semble d'autant plus réaliste. Le défaut D étant présent dans la fibre vierge, il semble d'autant plus improbable qu'il soit créé grâce au défaut NBHOC, dont la concentration est directement lié à la dose implantée.

Le défaut D provient, tout comme le centre E, d'une lacune d'oxygène, non relaxée cette fois-ci. Il est en général difficile à observer, étant donné la très large bande d'absorption produite par son voisin le centre E. Il est produit par processus électronique.

4.1.3 Effet d'une fluence de 10^{10} cm^{-2}

4.1.3.1 Comparaison avec le spectre d'une fibre vierge

À la figure 4.5 se trouve le coefficient d'absorption en fonction de l'énergie des protons incidents pour une fibre vierge et une fibre irradiée par des protons de 5 MeV à une fluence de 10^{10} cm^{-2} . Les courbes de la fibre vierge et de la fibre irradiée se superposent assez bien. Le pic à 3.5 eV est semblable à celui de la fibre irradiée à 10^9 cm^{-2} , tout en étant moins important. Il y a une discontinuité au milieu qui ne se retrouve pas dans le spectre de la fibre vierge. L'atténuation au-delà de 6.4 eV est beaucoup plus importante pour la fibre irradiée.

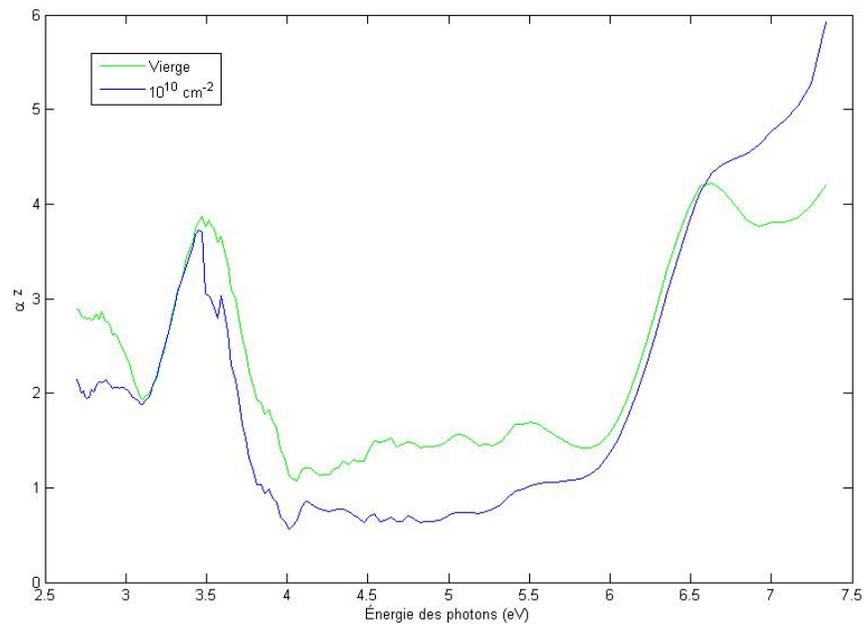


Figure 4.5 : Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à 10^{10} cm^{-2}

4.1.3.2 Défauts optiques pour une fluence de 10^{10} cm^{-2}

Les mêmes défauts se retrouvent dans la fibre irradiée à 10^9 cm^{-2} que dans la fibre irradiée à 10^{10} cm^{-2} . Certains défauts sont toutefois plus importants : E, D et POL. Le POL, provenant des silices à faible concentration d'OH- semble indiquer que de plus en plus de liaisons oxygènes-oxygènes se créent avec l'augmentation de la fluence. Le centre E provient d'une lacune d'oxygène neutre. Si un atome d'oxygène diffuse, il aura tendance à former une liaison avec un autre oxygène, puisqu'il s'agit de la configuration d'énergie la plus basse. Certains atomes de silicium pourraient ainsi avoir plus de lacunes d'oxygène. L'augmentation des défauts POL et des centres E serait alors simultanée. Le

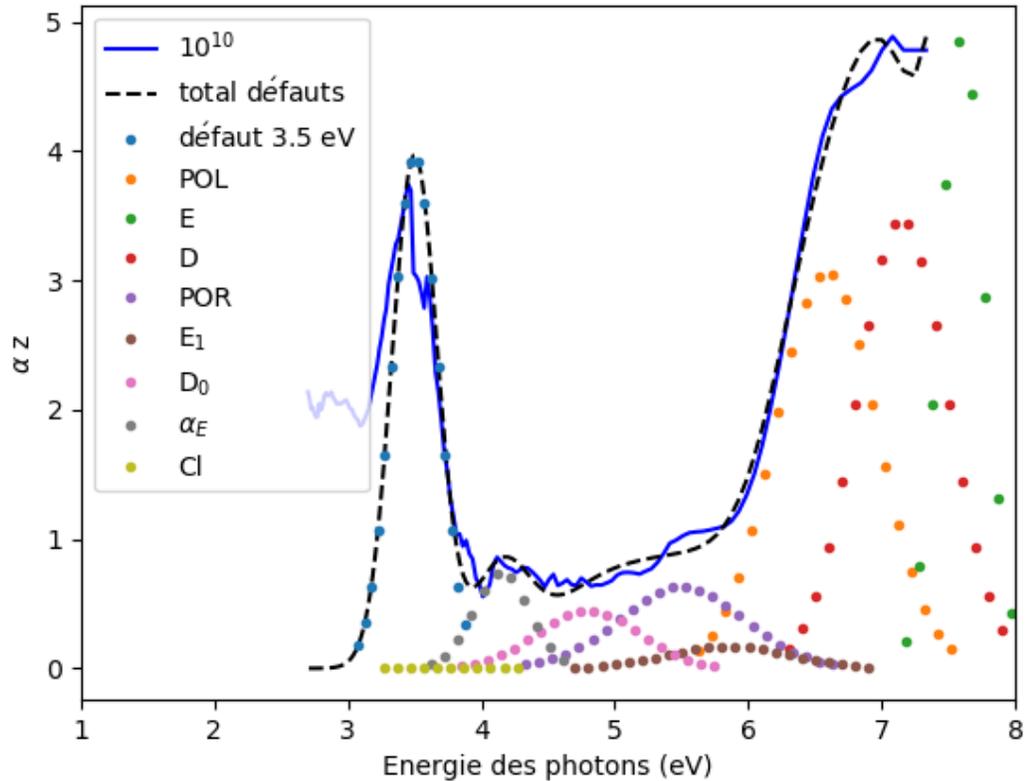


Figure 4.6 : Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à 10^{10} cm^{-2}

POR est encore présent à cette fluence, mais n'a pas vraiment augmenté en intensité. Il semblerait donc que la fluence n'a pas d'impact sur la création de ce défaut. Le défaut α_E également augmenté en intensité : plus de transitions singulet-état fondamental par fluorescence semblent se produire lorsque la fluence augmente.

Comme mentionné ci-haut, l'atténuation étant très faible entre 4.1 eV et 6 eV, il n'est pas possible d'observer de défauts avec la sensibilité des appareils de mesure à notre disposition. En faisant la somme de toutes les gaussiennes des défauts qui peuvent

se retrouver dans la silice à ces énergies, il est toutefois possible d'en observer quelques uns : le défaut α_E et le défaut D_0 . La somme de tous les défauts doit reproduire la courbe obtenue le plus fidèlement possible. Le défaut D_0 semble être stable sous augmentation de la fluence : il a la même intensité pour la fibre irradiée à 10^9 cm^{-2} , que pour celle irradiée à 10^{10} cm^{-2} .

Le défaut de chlore ne semble pas être assez important comparé aux autres défauts pour être détecté par nos détecteurs. Cependant, sa présence est confirmée à la section 4.2. L'incertitude sur la fluence provenant de l'accélérateur sur cette mesure était de 8,1%.

4.1.4 Effet d'une fluence de 10^{11} cm^{-2}

4.1.4.1 Comparaison avec le spectre d'une fibre vierge

À la figure 4.7 se trouve le coefficient d'absorption en fonction de l'énergie des protons incidents pour une fibre vierge et une fibre irradiée par des protons de 5 MeV à une fluence de 10^{11} cm^{-2} . À cette fluence, une plus grande différence entre les deux courbes commence à être notable. La photoluminescence à 3.5 eV continue de prendre de l'ampleur. De plus, l'atténuation dans les hautes énergies a augmentée. Encore une fois, ceci pourrait être significatif, et il était intéressant de vérifier la présence possible de défauts optiques à ces alentours.

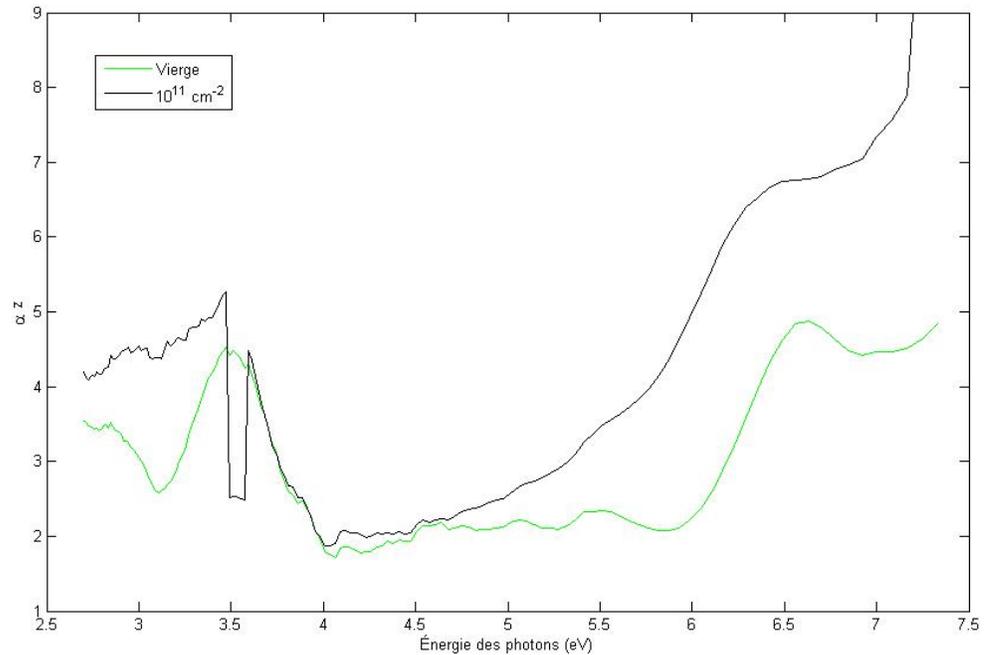


Figure 4.7 : Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à 10^{11} cm^{-2}

4.1.4.2 Défauts optiques pour une fluence de 10^{11} cm^{-2}

Les défauts retrouvés dans la fibre vierge et dans les fibres irradiées à 10^9 et 10^{10} cm^{-2} sont également observables à une plus grande fluence. Le chlore est toujours présent, mais n'est pas vraiment observable avec la sensibilité de nos appareils de mesure. Sa présence est plutôt confirmée grâce à la somme des défauts reproduisant le spectre obtenu. Le défaut à 3.5 eV a augmenté en intensité et le pic de photoluminescence devient plus important. Les défauts POL, D et E ont une intensité plus grande, comme expliqué à la section 4.1.3.2. Le D_0 a environ la même intensité que pour les fluences plus basses, ce qui semble indiquer que la fluence n'a aucun impact sur la concentration

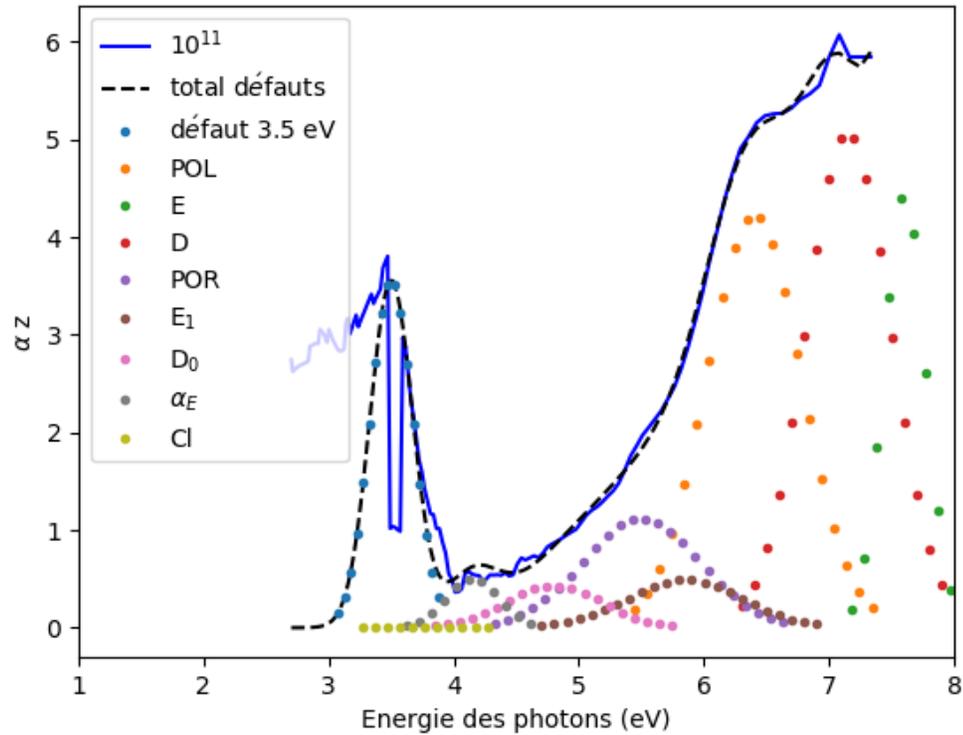


Figure 4.8 : Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à 10^{11} cm^{-2}

de ce défaut. S'il était formé à partir des défauts E'_γ , il serait logique qu'il augmente en fonction de la fluence puisque l'importance des centres E' augmente. Ceci semble également indiquer que le défaut est dû à la présence d'ozone moléculaire dans la silice.

Le POR est toujours présent avec la même intensité.

L'incertitude sur la fluence provenant de l'accélérateur était de 7%.

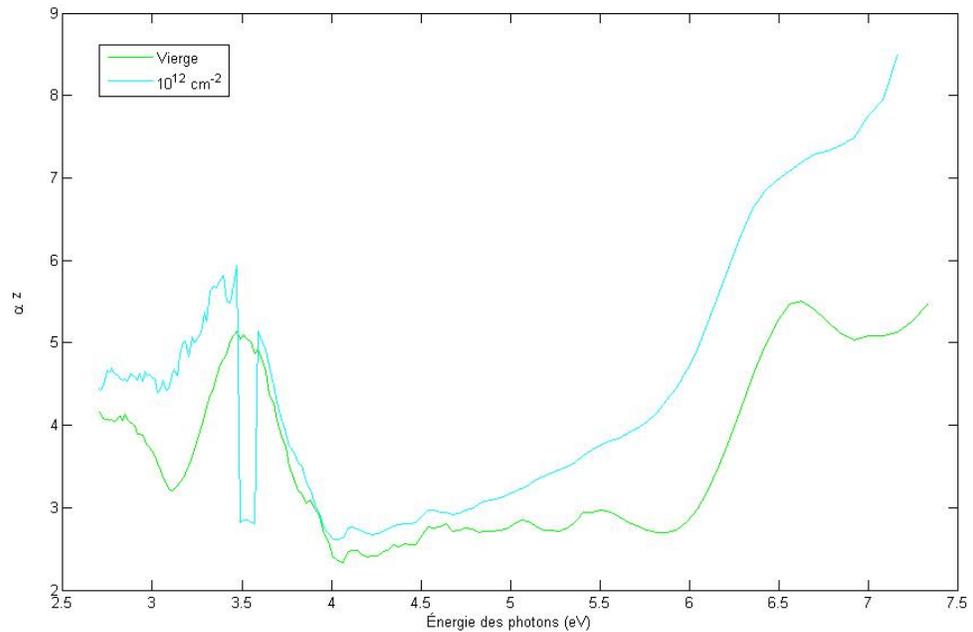


Figure 4.9 : Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à 10^{12} cm^{-2}

4.1.5 Effet d'une fluence de 10^{12} cm^{-2}

4.1.5.1 Comparaison du spectre d'absorption avec une fibre vierge

À la figure 4.9 se trouve le coefficient d'absorption en fonction de l'énergie des photons incidents pour une fibre vierge et une fibre irradiée par des protons de 5 MeV à une fluence de 10^{12} cm^{-2} . La différence, ici, est plus évidente. La discontinuité à 3.5 eV est encore plus importante que pour des fluences plus petites. Il semble y avoir une plus forte atténuation aux alentours de 5.8 eV, puisque l'intensité de l'absorption est plus importante à cet endroit pour cette fluence alors qu'elle était tout le temps plus basse que celle de la fibre vierge. L'intensité du pic à 6.5 eV est beaucoup plus grande pour la fibre

irradiée que pour la fibre vierge, de même que pour les pics à 7.1 eV et 7.6 eV. Étant donné que la fluence ressentie à basse orbite terrestre est aux alentours de 10^{12} cm^{-2} , ce spectre représente l'effet de l'irradiation sur l'absorption optique des fibres pour le voyage dans l'espace étudié dans le cadre de ce mémoire.

4.1.5.2 Défauts optiques pour une fluence de 10^{12} cm^{-2}

La figure 4.10 présente la comparaison entre le spectre d'absorption obtenu pour une fluence de 10^{12} cm^{-2} et les courbes représentatives de certains défauts présentés à la section 2.5.2.

Ici, huit défauts sont visibles. Les défauts E, POL, D et le défaut à 3.5 eV ont tous augmenté en intensité. Le pic de photoluminescence est également plus important. La fluence a donc définitivement un impact sur la génération de ces défauts.

Le POR a augmenté d'intensité. Il semblerait donc que la fluence ait un impact sur la génération de ce défaut. Ceci semble aller dans le sens que les POL peuvent être précurseurs aux POR par bris des liaisons peroxydes. Le D_0 , quant à lui, garde la même intensité. Il est possible d'observer une faible quantité de chlore, ce qui est consistant avec les mesures ToF-SIMS. Le défaut α_E a augmenté en intensité. Tout comme pour le défaut E, il semblerait que la fluence facilite les transitions singulet-singulet et singulet-état fondamental. L'incertitude sur la fluence produite par l'accélérateur était de 6,9 %.

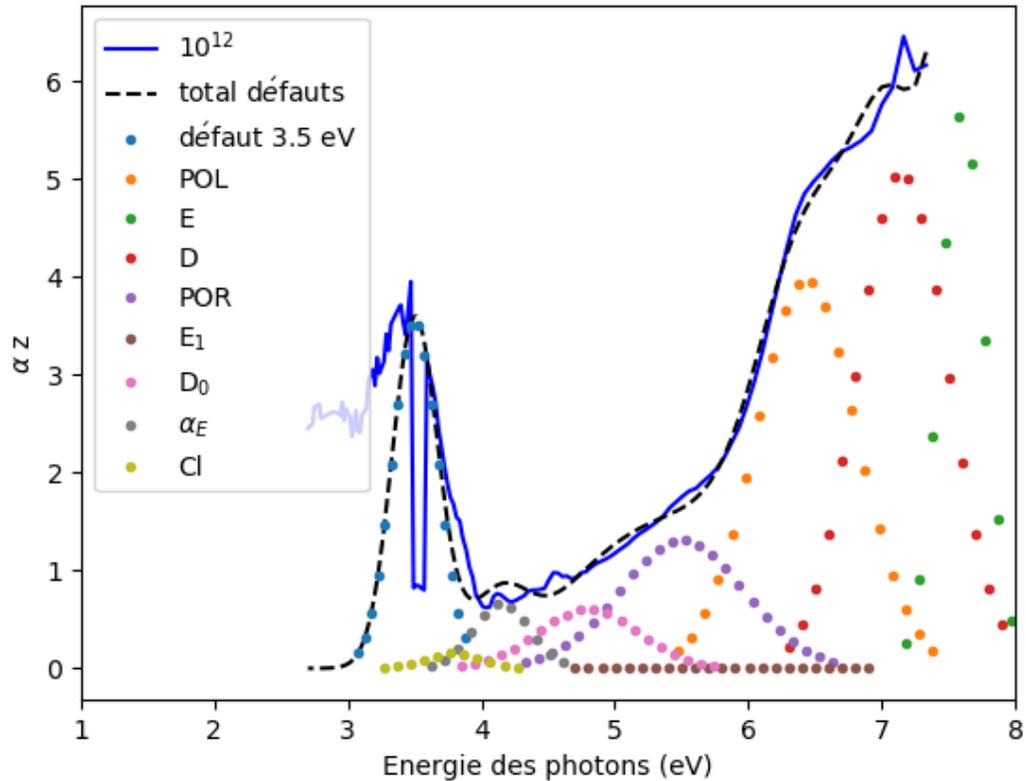


Figure 4.10 : Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{12} cm^{-2} ainsi que les défauts retrouvés dans la littérature

4.1.5.3 Récapitulation des défauts optiques jusqu'au point tournant

La figure 4.11 trace le portrait de l'absorption jusqu'à ce qu'une fluence suffisante permette d'observer une différence entre la fibre vierge et irradiée. Étant donné que la fluence ressentie à basse orbite terrestre un moniteur quelconque se situe entre 10^{12} cm^{-2} et 10^{13} cm^{-2} , l'absorption optique sera toujours modifiée.

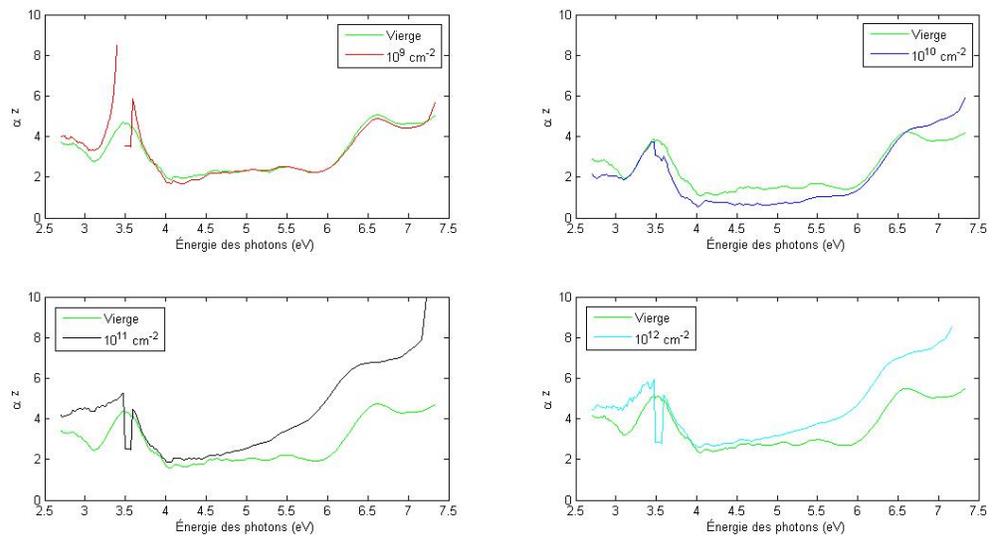


Figure 4.11 : Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à chacune des fluences ci-haut

4.1.6 Effet d'une fluence de 10^{13} cm^{-2}

4.1.6.1 Comparaison du spectre d'absorption avec une fibre vierge

La figure 4.12 présente la comparaison du spectre d'absorption optique entre une fibre vierge et une fibre irradiée à 10^{13} cm^{-2} . La différence entre la fibre irradiée à 10^{13} cm^{-2} et celle à 10^{12} cm^{-2} est assez petite : il ne semble pas y avoir création de nouveaux défauts entre ces deux fluences. La photoluminescence à 3.5 eV est toujours présente, et l'absorption optique de cette fibre est beaucoup plus importante à partir de 6 eV que celle de la fibre vierge.

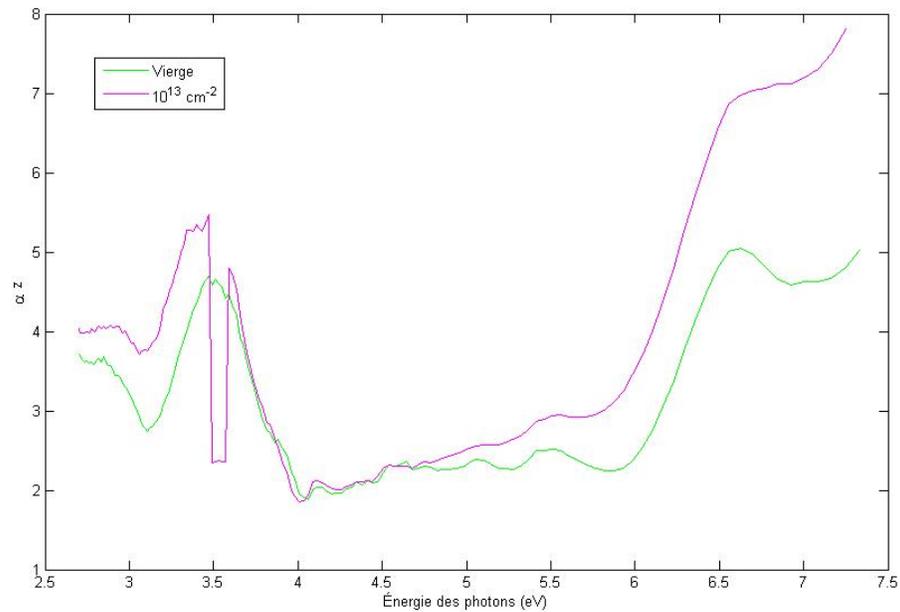


Figure 4.12 : Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{13} cm^{-2} ainsi que le spectre d'une fibre vierge

4.1.6.2 Défauts optiques pour une fluence de 10^{13} cm^{-2}

La figure 4.13 présente le spectre d'absorption optique de la fibre irradiée 10^{13} cm^{-2} ainsi que les gaussiennes représentant certains défauts présentés à la section 2.5.2.

Les mêmes défauts sont observés que pour la fibre irradiée à 10^{12} cm^{-2} . Il n'y a donc pas eu création de nouveaux défauts entre la dernière fluence et celle-ci. Les défauts E, POL, D et le défaut à 3.5 eV ont encore augmenté en intensité, ce qui est consistant avec ce qui a été observé pour toutes les autres fluences.

Les défauts de chlore et α_E ne sont plus observables. Étant donné que leur intensité reste assez basse, ceci peut être dû au bruit extérieur, à la sensibilité de l'appareil ou

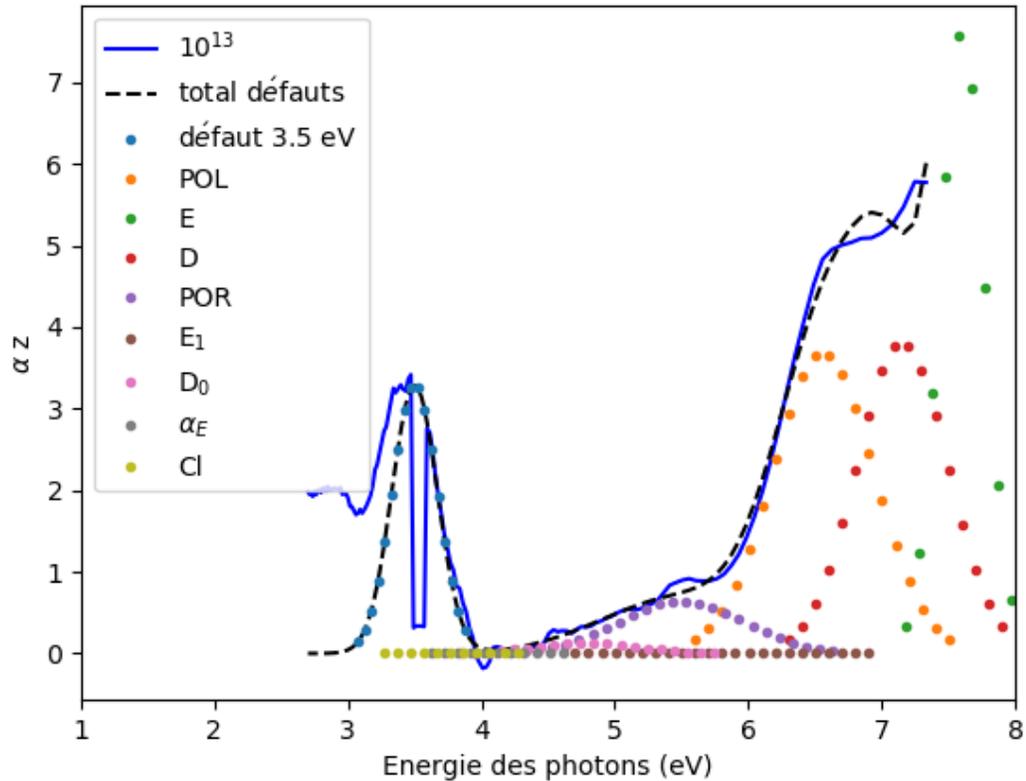


Figure 4.13 : Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{13} cm^{-2} ainsi que les défauts associés

simplement au fait que les autres défauts augmentent en intensité. Encore une fois, la présence de chlore est confirmé par les mesures ToF-SIMS, ce qui semble indiquer qu'il s'agit bel et bien d'un manque de sensibilité de l'appareil et non pas d'une réelle annihilation de ce défaut. Le défaut de germanium devrait également être observé : sa présence est aussi détecté par mesures ToF-SIMS, mais le manque de sensibilité de l'appareil ne permet pas sa mesure.

Le défaut D_0 est encore stable, et le défaut POR n'a pas vraiment augmenté en in-

tensité entre les deux dernières fluences.

L'incertitude sur la fluence était de 4.3%.

4.1.7 Effet d'une fluence de 10^{14} cm^{-2}

4.1.7.1 Comparaison du spectre d'absorption avec une fibre vierge

Le graphique 4.14 présente le spectre du coefficient d'absorption de la fibre vierge en fonction de l'énergie des photons, ainsi que le spectre de la fibre irradiée à une fluence de 10^{14} cm^{-2} . La différence avec la fibre vierge est, encore une fois, significative. Le pic de chlore semble stable, ce qui est logique considérant que ce défaut provient du type de fabrication et non pas de l'irradiation. En dessous de ceci, le défaut à 3.5 eV est encore présent, avec une discontinuité plus profonde que précédemment. L'absorption est plus importante pour la fibre irradiée entre 5 eV et 7.5 eV.

4.1.7.2 Défauts optiques pour une fluence de 10^{14} cm^{-2}

La figure 4.15 présente la forme des défauts ainsi que leur intensité en fonction du spectre de la fibre irradiée. Les mêmes défauts sont observés : E, D, le défaut à 3.5 eV et POL sont très évidents. Ils ont, encore une fois, augmenté en intensité. L'absorption associée à tous les défauts est plus élevée. Une petite bosse semble se situer à 5.14 eV, correspondant au pic du germanium. Cependant, ce pic n'est pas assez élevé comparé aux autres défauts pour conclure quoi que ce soit. De plus, il n'a aucun impact dans la somme des gaussiennes dû à sa faible importance. La sensibilité de nos appareils de

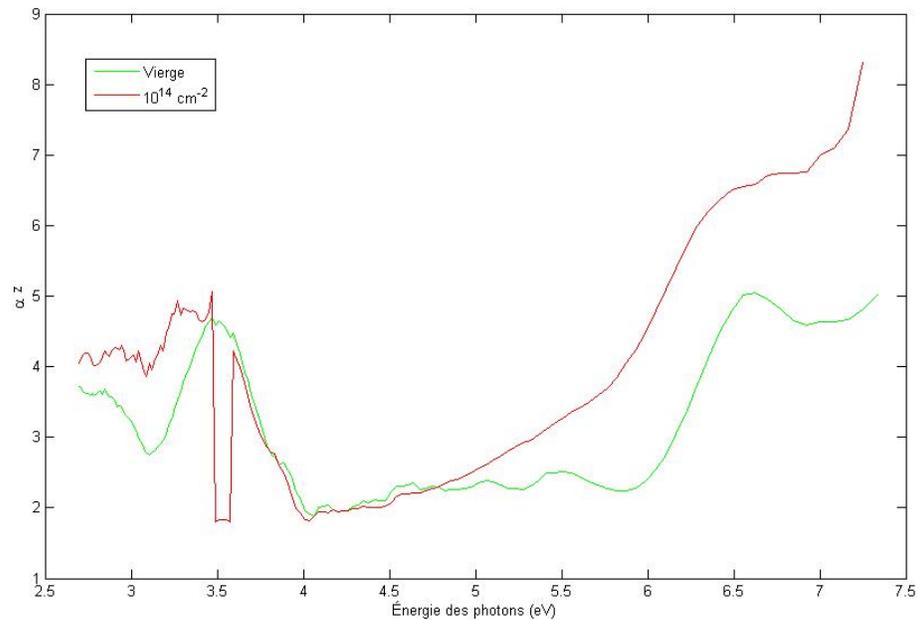


Figure 4.14 : Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à 10^{14} cm^{-2}

mesure ne permet pas de détecter du germanium à cette fluence.

Le défaut α_E est de nouveau mesurable. Il est difficile de conclure si la fluence a un impact sur la génération de ce défaut, étant donné que son intensité générale reste faible comparé aux autres défauts. Puisque le défaut E augmente avec la fluence et que leur processus de création est semblable, il serait logique que sa concentration augmente. Le défaut D_0 et le défaut POR ont la même intensité que pour la fluence précédente.

L'incertitude sur la fluence produite par l'accélérateur était de 4%.

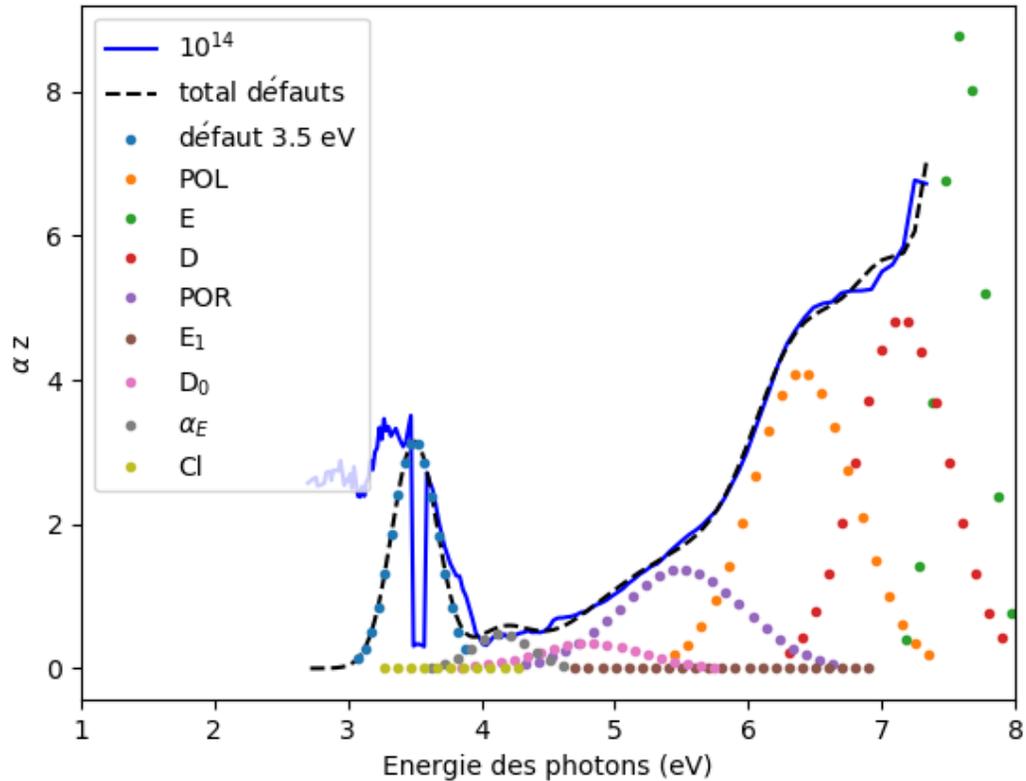


Figure 4.15 : Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à chacune des fluences ci-haut

4.1.8 Effet d'une fluence de 10^{15} cm^{-2}

4.1.8.1 Comparaison avec du spectre d'absorption avec une fibre vierge

La figure 4.16 présente le spectre d'absorption d'une fibre irradiée à une fluence de 10^{15} cm^{-2} , ainsi que le spectre d'une fibre vierge. Le pic de chlore semble toujours présent, ce qui est consistant. Le bruit avant 3.5 eV est plus important pour la fibre irradiée. La photoluminescence a diminué à cette fluence, ce qui est très surprenant. L'absorption est, en moyenne, beaucoup plus grande pour la fibre irradiée. Globalement,

la transmission diminue au fil que la fluence augmente, comme le démontre la figure 4.17. De plus, certains pics deviennent beaucoup plus importants au fur et à mesure. Les défauts seront traités à la prochaine section. Un nouveau défaut semble être créé à cette fluence aux alentours de 5.8 eV.

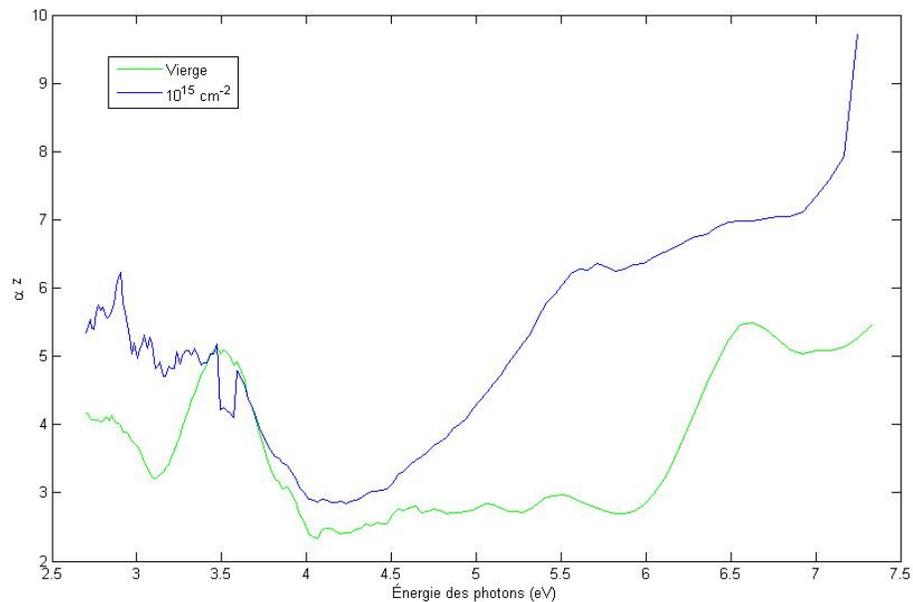


Figure 4.16 : Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée et une fibre vierge

4.1.8.2 Défauts optiques liés à une fluence de 10^{15} cm^{-2}

L'incertitude sur la fluence liée aux mesures du courant de l'accélérateur diminue en importance au fur et mesure que le courant est augmenté : le faisceau devient donc beaucoup plus stable. Lors de cette mesure, l'incertitude sur la mesure de la fluence à l'accélérateur était de 1.1%.

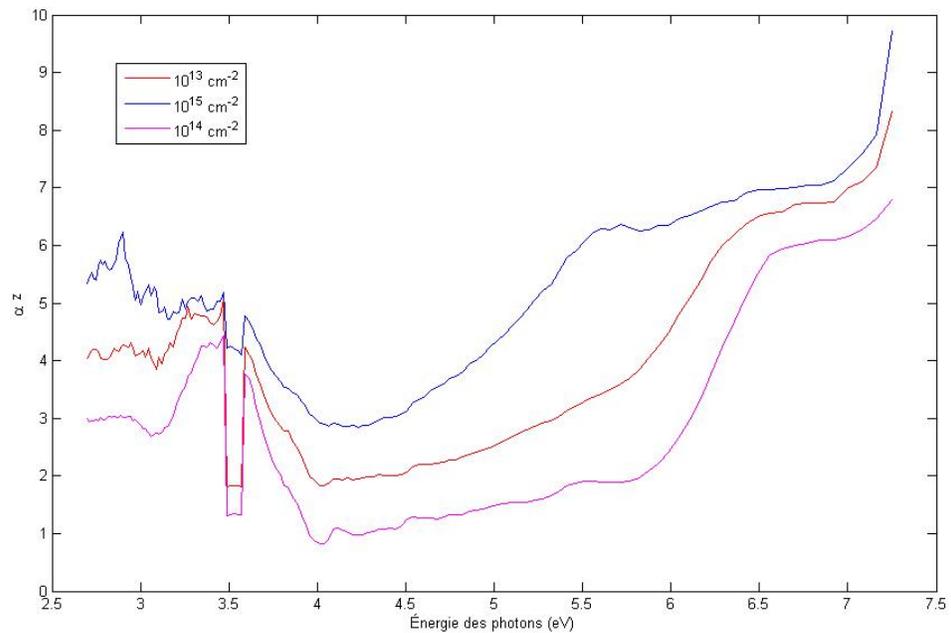


Figure 4.17 : Comparaison du spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie de photons pour des fibres irradiées à des fluences de 10^{13} cm^{-2} , 10^{14} cm^{-2} et 10^{15} cm^{-2}

À la figure 4.18, les mêmes défauts que pour la fluence de 10^{14} cm^{-2} sont observés. De plus, un nouveau défaut est créé : le défaut E'_1 . Sa création nécessitant l'excitation d'un précédent défaut, il est normal de ne le retrouver qu'à hautes fluences.

Le défaut $B_{2\alpha}$ était attendu dans ces fibres : or il ne semble pas être observé. Il semblerait que les lacunes d'oxygène créées dans la silice soient relaxées, ce qui est consistant avec le manque de centres E'_α , E'_β , E'_γ ou E'_δ . Ceci est consistant avec le fait que l'absorption optique associée au défaut D augmente avec chaque fluence. De plus, comme le défaut E'_1 a une bonne bande d'absorption et que l'absorption de ce défaut est inversement proportionnel à celle du défaut $B_{2\alpha}$, il est normal de ne pas vraiment

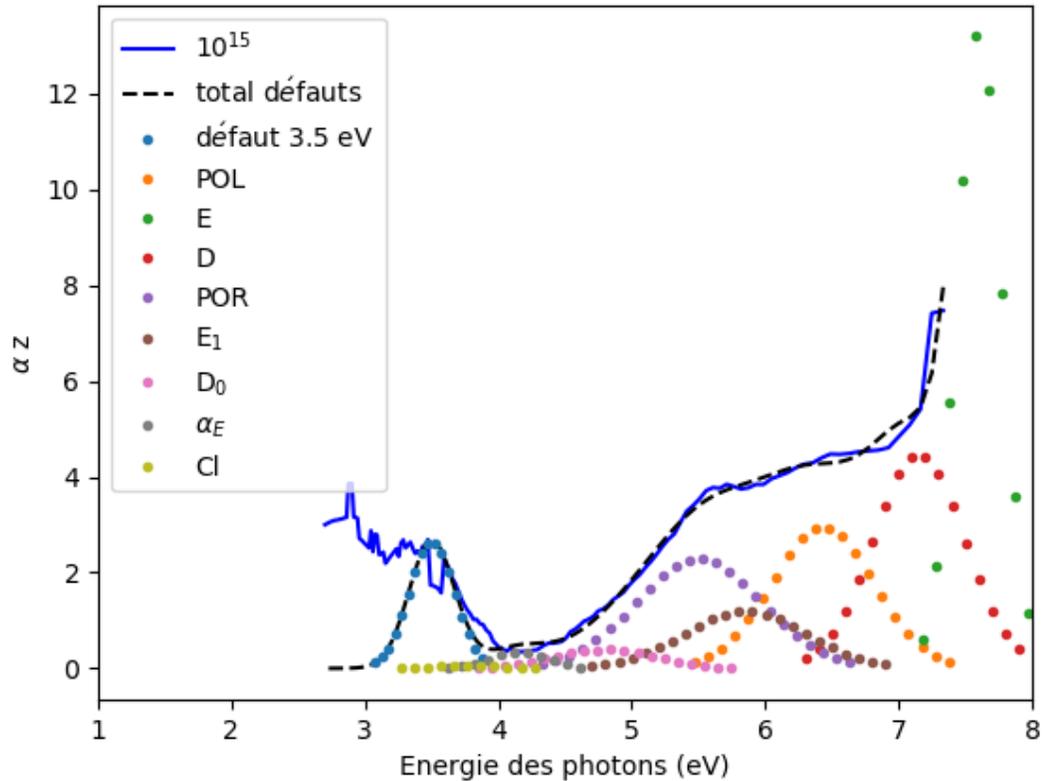


Figure 4.18 : Spectre du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à 10^{15} cm^{-2} ainsi que les défauts optiquement actifs observés

observer ce dernier. À cette fluence, le défaut à 3.5 eV est toujours présent, mais sa photoluminescence est moins importante, comme mentionné ci-haut. Le défaut a diminué en importance au fur et à mesure que la fluence a augmenté. Le défaut qui produit ce pic semble être détruit par la fluence incidente.

Les défauts de chlore et α_E sont de nouveau présents. Il n'est pas possible de conclure si ces défauts sont stables sous irradiation ou s'ils augmentent avec l'irradiation étant donné la sensibilité limitée de nos appareils de mesure.

Le défaut D_0 a la même intensité. Il est possible de conclure que ce défaut est stable avec irradiation : il ne semble pas augmenter en fonction de la fluence. Il est toutefois possible que ce ne soit qu'un effet de la sensibilité de nos appareils. Par contre, comme ce défaut ne proviendrait que de la présence d'ozone moléculaire dans la silice, il est normal qu'il ne soit pas vraiment modifié par l'irradiation. Cet ozone est présent sans irradiation dans les fibres optiques.

Les défauts E, POL et D ont tous augmenté avec la fluence. Il y a donc un lien direct avec la génération de ces défauts et la fluence. Le défaut E, provenant de transitions singulet-singulet. Il semble que ces transitions sont facilitées grâce aux processus électroniques produits dans la silice, proportionnellement à la fluence incidente. Le défaut D provient d'une lacune d'oxygène non relaxée, dont la transition singulet-singulet produit la bande à 7.1 eV. Le même processus pourrait être responsable de l'augmentation de ce défaut et du défaut E. Toutefois, l'augmentation du défaut D est beaucoup plus importante que celle du défaut POL, qui se développe très lentement et a presque la même intensité que tous les autres défauts à une fluence de 10^{15} cm^{-2} . Comme nous l'avons indiqué à la section 2.5.2.4, le défaut D se développe dans la silice avec l'irradiation. Le défaut POL est créé dans les silices à forte concentration d'oxygène, donc faible concentration d'OH-, comme c'est le cas ici. La diffusion des atomes d'oxygène amène à sa création. La fluence incidente semble avoir un impact sur la diffusion de ces atomes interstitiels. Étrangement, le défaut à 3.5 eV a diminué en intensité. Or, comme ce défaut est encore sous investigation afin de comprendre sa source,

il est difficile d'expliquer les mécanismes responsables de cet effet.

La concentration du défaut POR a légèrement augmenté. Après ces fluences, il semble correct de dire que la fluence a un impact sur la génération des défauts POR. Il serait consistant que le POL devienne un défaut POR par ionisation de ses liens peroxydes.

4.2 Défaut de Chlore et mesures de la composition chimique

Suite au questionnement sur la présence de chlore dans les fibres, il a été nécessaire de vérifier la validité de l'hypothèse sur la méthode de fabrication de la silice, puisque cette dernière a un impact sur les défauts optiquement actifs. Les mesures ToF-SIMS ont permis de confirmer la présence de chlore dans les fibres, et ont, par le même fait, éliminé ce défaut comme étant dû à l'irradiation des fibres : peu importe la fluence d'irradiation, ce pic d'absorption sera toujours présent dans ces fibres.

Les deux graphiques présentés dans cette section ont été faits avec l'aide de Josianne Lefebvre de la Polytechnique de Montréal, qui a également conduit l'expérience ToF-SIMS. Ils sont présentés avec sa permission. À la figure 4.19, le profil d'intensité des ions mesurés dans la fibre en fonction du temps est présenté. Le germanium dans le coeur de la fibre, comme présenté dans le graphique, possède une intensité d'environ 10^1 coups dans le coeur de la fibre implantée, tandis qu'il n'y en a que 10^0 dans la gaine. Ce nombre est bas, et semble donc correspondre à du bruit. Ceci est présenté à la figure 4.20. Dans le coeur de la fibre, on observe presque 10^3 comptes de chlore, ce qui est significativement plus grand que la quantité de germanium. Hors du coeur, le nombre de comptes se situe

aux alentours de 10^2 . Dans les deux cas, le nombre est assez élevé pour conclure qu'un composé de $SiCl_4$ a été utilisé pour former la silice. La bande d'absorption identifiée à 3.8 eV démontre donc la présence de molécules de chlore interstitielles dans la silice.

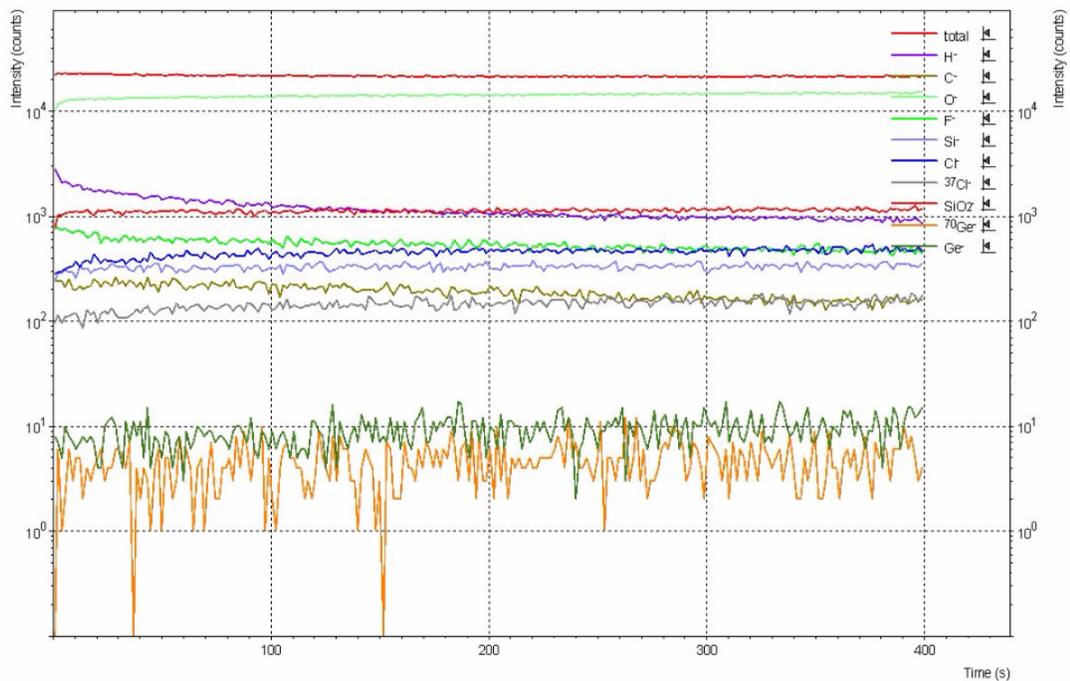


Figure 4.19 : Profil de l'intensité des ions retrouvés dans la fibre en nombre de comptes en fonction du temps après une pulvérisation au Cs+ dans le coeur de la fibre implantée

Tous les autres ions identifiés par la méthode ToF-SIMS étaient attendus. Le fluor est un des contaminants principaux de la chambre d'analyse. Comme cet atome réagit facilement avec presque tous les autres atomes, sa présence est souvent remarquée dans les appareils de mesure. De plus, les mesures ToF-SIMS sont très sensibles au fluor, ce qui implique que la quantité mesurée par l'appareil est probablement exagérée. Le carbone provient évidemment des contaminants organiques. Par exemple, la manipulation

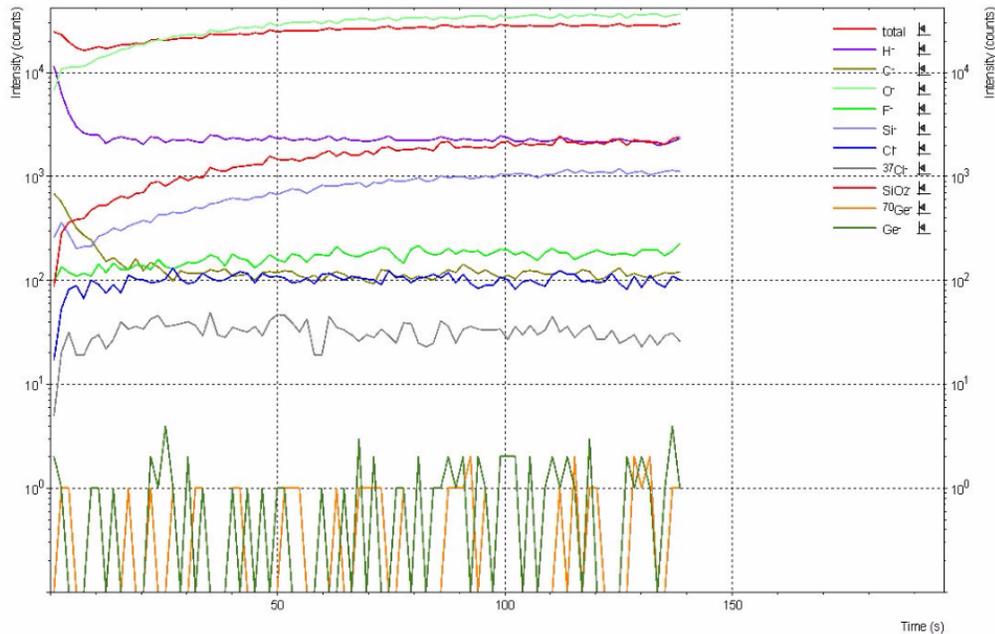


Figure 4.20 : Profil de l'intensité des ions retrouvés dans la fibre en nombre de comptes en fonction du temps après une pulvérisation au Cs+ hors du coeur de la fibre implantée

à mains nues des fibres transmet du carbone. La source principale reste toutefois les hydrocarbures présents dans l'air qui peuvent se déposer sur l'échantillon, ainsi que dans la chambre puisque le vide n'est jamais optimal. Il reste une petite pression partielle dans la chambre malgré le vide poussé.

4.3 Récapitulation du chapitre 4

L'irradiation de fibres optiques avec des protons de 5 MeV à différentes fluences a mis en évidence l'augmentation du nombre et l'importance de bandes d'absorption optique. Plus la fluence était grande, plus la transmission était modifiée. Un point tournant a été identifié à une fluence de 10^{12} cm^{-2} , correspondant au début des modifications

substantielles dans les spectres mesurés par spectrométrie. Les défauts d'absorption optiques correspondant à ceux qui seraient créés par des rayons cosmiques sont représentés par une fluence de 10^{12} cm^{-2} . Les défauts principaux retrouvés sont E, D, POR, α_E , le défaut de chlore et *POL*. Une majorité de ces défauts sont dépendants de la méthode de fabrication des fibres et de la silice. Une bande de photoluminescence présente à 3.5 eV proviendrait d'une excitation à de plus grandes longueurs d'onde, et semblent augmenter avec l'irradiation. Il serait intéressant de vérifier si de différents défauts optiques sont créés à cette fluence lorsque le type de fabrication n'est pas le même. Une étude par ToF-SIMS a mis en évidence la présence de chlore dans les fibres, créant une bande d'absorption optique à 3.8 eV, et a confirmé la présence de germanium, permettant la modification de l'indice de réfraction dans le coeur des fibres.

CHAPITRE 5

EFFET DE RECUIT SUR L'ABSORPTION OPTIQUE DES FIBRES OPTIQUES

Ce chapitre se propose de passer en revue l'énergie d'activation des différents défauts présentés au précédent chapitre. Grâce à un recuit, les défauts diffusent thermiquement à travers la silice, laissant place à une transmission d'information plus efficace qu'après l'irradiation. Les températures d'annihilation sont propres à chacun des défauts et permettent de confirmer la présence de ces derniers dans les fibres optiques.

5.1 Évolution des défauts et diffusion thermique

Suite à l'étude de l'effet des rayons cosmiques sur l'absorption optique des fibres, il est nécessaire de s'intéresser à l'évolution des défauts par diffusion thermique. Lorsque les fibres optiques sont soumises à une température suffisante, les défauts peuvent s'annihiler selon les différents processus présentés au chapitre 2.

Comme présenté au chapitre 3 sur la méthodologie expérimentale, chacune des fibres était préalablement irradiée à une fluence de 10^{12} cm^{-2} et mesurée en spectrométrie afin de s'assurer de la stabilité des mesures. Ces fibres étaient par la suite recuites à différentes températures à l'INRS, et leur transmission était remesurée grâce au spectromètre. L'analyse se faisait de la même manière que décrit précédemment.

Suite aux mesures, il ne fut pas possible de confirmer que l'annihilation des défauts se

fait selon les processus décrits dans la littérature. En effet, en comparant les spectres du coefficient d'absorption en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée avec des protons de 5 MeV à une fluence 10^{12} cm^{-2} puis recuite à différentes températures, il ne fut pas possible de retracer l'annihilation des différents défauts en fonction de la température d'activation. Le tableau 3.III résume les effets attendus aux différentes températures de recuit.

5.1.1 Recuit à 300°C

La première température d'annihilation investiguée est 300°C. À cette température, les profils d'absorption optique d'une fibre irradiée à une fluence de 10^{12} cm^{-2} et d'une fibre irradiée à la même fluence puis recuite à cette température comportent déjà des différences, comme le montre la figure 5.1.

Les principales différences entre les deux spectres commencent aux alentours de 5.5 eV. L'absorption optique est beaucoup moins importante, mais des défauts restent tout-de-même présents. La section entre 4 eV et 5.5 eV est assez stable. La température n'est donc pas suffisamment élevée pour engendrer une diffusion thermique, une migration des défauts ou tout autre processus d'annihilation qui modifierait l'absorption optique des fibres à ces longueurs d'onde. Le défaut à 3.5 eV engendre une absorption légèrement plus faible.

La figure 5.2 montre les défauts qui sont encore présents dans la fibre après un recuit à 300°C, et qui sont détectables avec nos appareils de mesure.

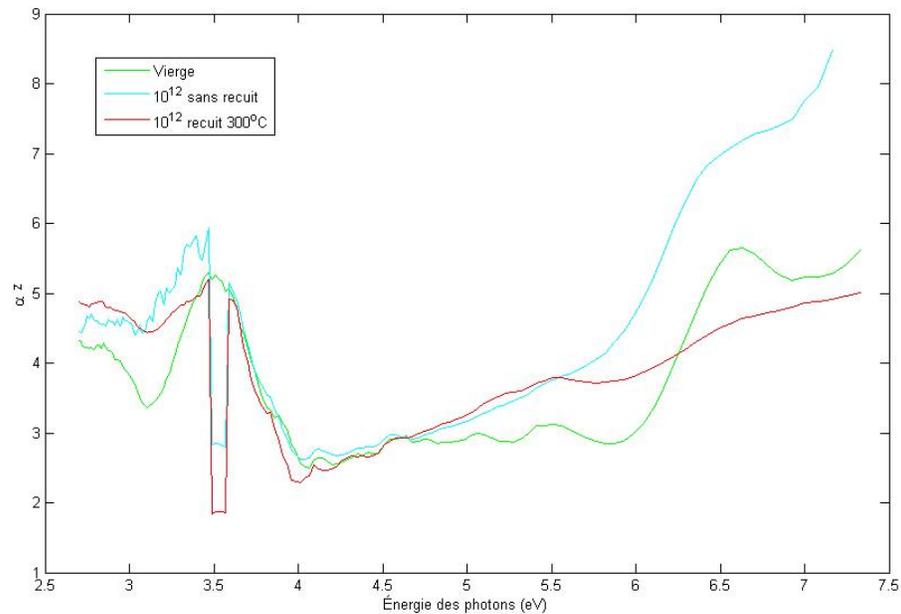


Figure 5.1 : Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{12}cm^{-2} sans recuit, et une seconde recuite à 300°C

Tous les défauts qui se trouvaient dans les fibres irradiées à une fluence de 10^{12}cm^{-2} se retrouvent également dans la fibre qui a été recuite. Le défaut de chlore, D_0 et le défaut POR ont gardé la même intensité avec un recuit de 300°C . Étant donné que les concentrations de tous les autres défauts ont grandement diminuées, le POR semble prendre de l'importance, et il est beaucoup plus visible dans la figure 5.1, même s'il provoque la même bande d'absorption optique qu'à température ambiante.

Un défaut qui n'était pas observé à température ambiante semble être créé aux alentours de 5.8 eV. Il s'agit du défaut E'_1 . Toutefois, il semble être présent dans les fibres, mais ne sert qu'à ajuster le bruit de fond.

La bande d'absorption du défaut E semble avoir beaucoup diminué en intensité. Dans

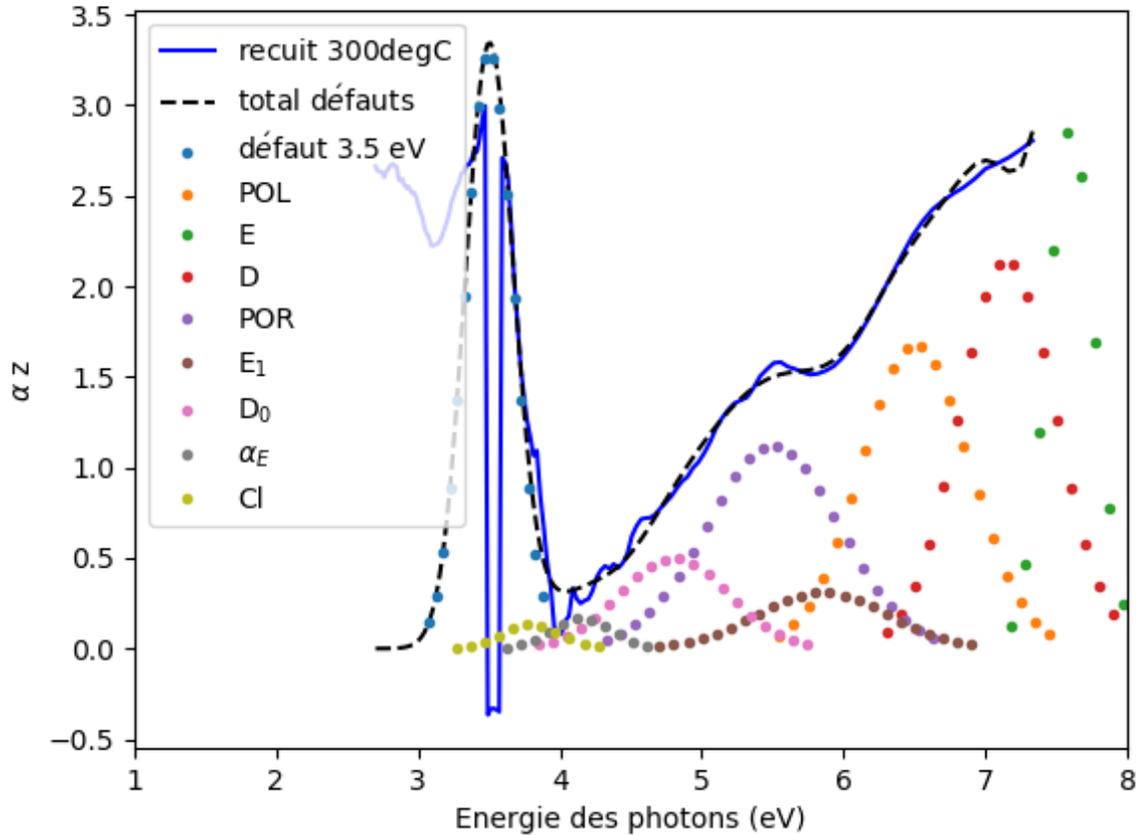


Figure 5.2 : Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{12}cm^{-2} sans recuit, et une seconde recuite à 300°C

la littérature, ce défaut devrait s'annihiler complètement aux alentours de 900°C . On verra cependant dans les figures suivantes que ce défaut reste bien présent même après un recuit à aussi haute température. Sa diminution d'amplitude semble plutôt liée au fait qu'il y a peu de recouvrement entre les mesures expérimentales et donc une très grande incertitude quant à son amplitude. La présente mesure ne montrait pas une très forte remontée à haute énergie, ce qui a significativement influencé l'amplitude ajusté de ce

pic.

Le défaut D, qui fait parti des ODC(II), suit le même processus d'annihilation que les centres E', à une vitesse moins grande. La concentration du défaut D a diminué de moitié, tout comme le défaut E et le défaut POL.

Le défaut à 3.5 eV a diminué en importance. Le pic de photoluminescence a également perdu de son intensité.

Le défaut α_E a drastiquement diminué en importance. Il a perdu plus de la moitié de son intensité.

À une température de 300°C, il n'y a aucune annihilation attendue. Les résultats sont consistants avec ce qui était attendu.

5.1.2 Recuit à 500°C

La seconde température d'annihilation est 500°C. La figure 5.3 montre la différence entre le spectre d'absorption optique de la fibre irradiée sans recuit, et celle avec recuit.

La différence entre les deux spectres est plus importante. L'absorption optique est beaucoup plus faible à partir de 5.4 eV, et le défaut à 3.5 eV perd aussi de son importance. La bande de photoluminescence présente au milieu de ce défaut est moins présente que sans recuit.

Les défauts POL, E et D ne semblent plus avoir une bande d'absorption aussi claire qu'avant. Ils ont presque diminué de moitié par rapport au dernier recuit. Le défaut E fait partie de la catégorie des ODC(I). Il ne devrait s'annihiler qu'aux alentours de 900°C.

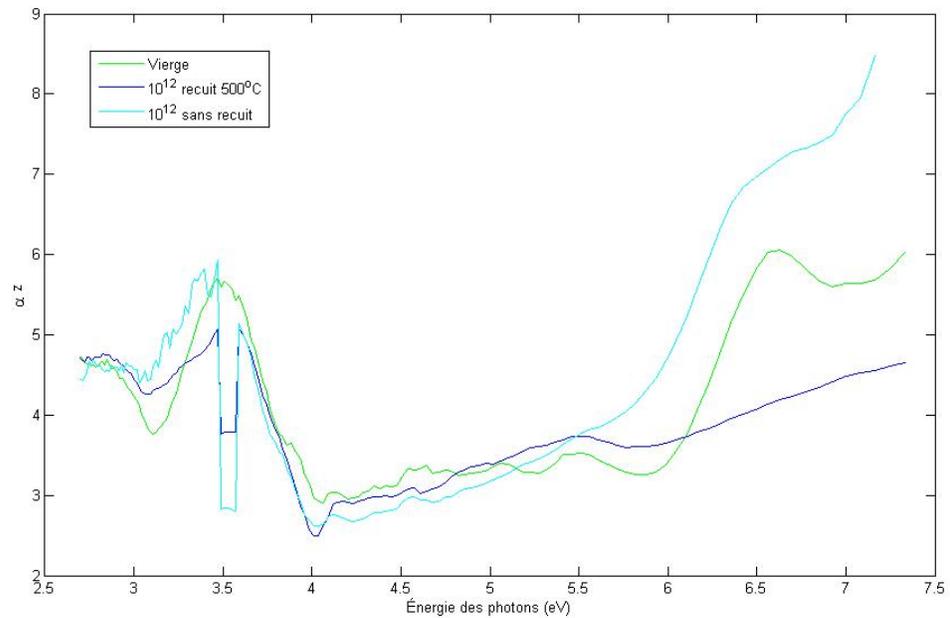


Figure 5.3 : Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{12} cm^{-2} sans recuit, et une seconde recuite à 500°C

Une sous-catégorie de ces défauts, les centres E' , migrent plutôt aux alentours de 500°C .

Le défaut de chlore ne semble pas migrer à cette température. Le défaut à 3.5 eV est moins important, et sa bande de photoluminescence diminue en intensité. Il semblerait donc que le défaut produisant cette bande de photoluminescence a commencé à s'annihiler à cette température.

Les défauts D_0 et POR n'ont pas été modifiés par ce recuit. Ils semblent être stables à cette température. Le défaut α_E n'a pas beaucoup diminué lors de ce recuit : or, comme son intensité était déjà très faible, il est beaucoup moins évident d'observer son évolution.

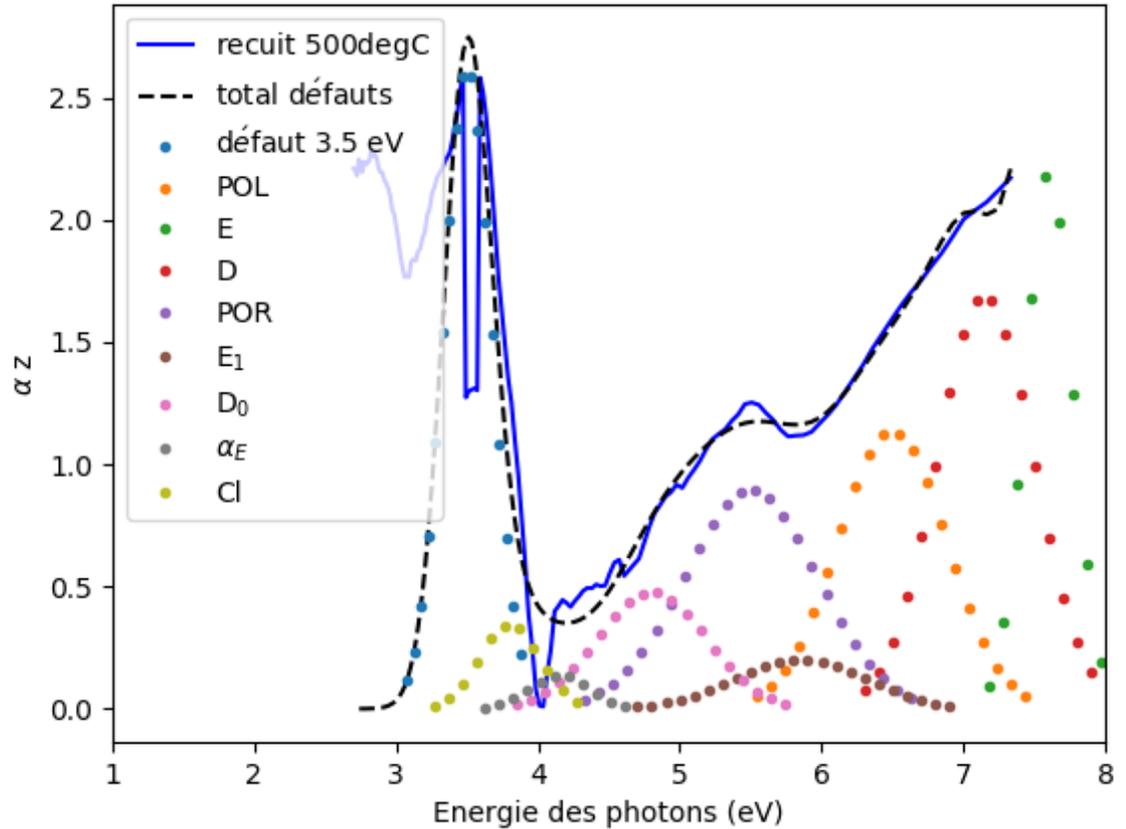


Figure 5.4 : Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{12} cm^{-2} sans recuit, et une seconde recuite à 500°C

5.1.3 Recuit à 700°C

La figure 5.5 présente les spectres d'absorption d'une fibre irradiée à une fluence de 10^{12} cm^{-2} sans recuit, et avec un recuit de 700°C .

La différence entre les deux courbes est beaucoup plus importante : la photoluminescence à 3.5 eV a diminué. La section entre 5.5 eV et 7.5 eV est nettement plus horizontale, impliquant que la majorité des défauts dans cette section ont bien entamé leur

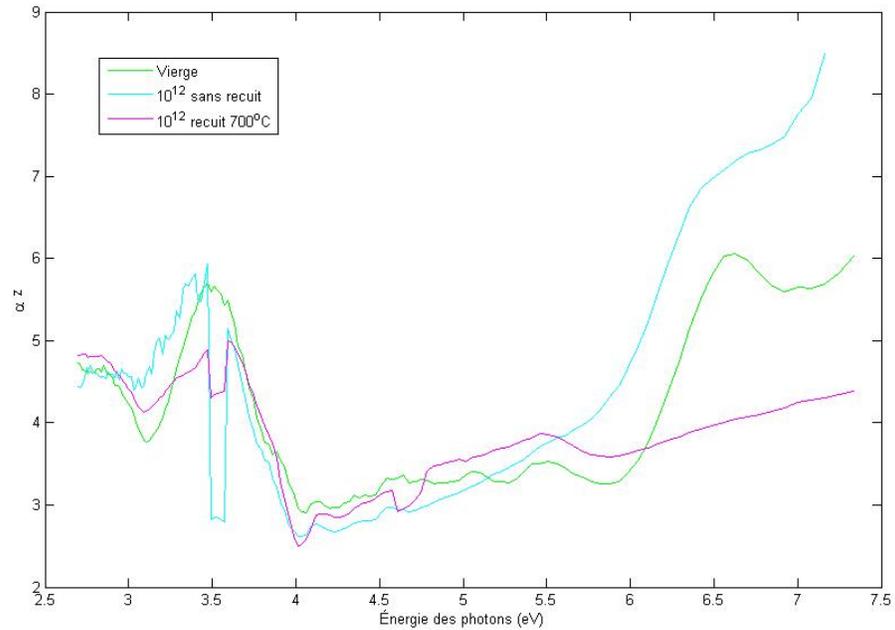


Figure 5.5 : Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{12} cm^{-2} sans recuit, et une seconde recuite à 700°C

annihilation. Il reste une certaine augmentation jusqu'à 7.5 eV, moins importante que pour les recuits de plus basse température.

La figure 5.6 présente les défauts qui sont observables suite à ce recuit. Comme mentionné ci-haut, la photoluminescence à 3.5 eV a grandement diminué. La température de recuit a un impact sur l'intensité de la photoluminescence observée. Le défaut de chlore est encore présent et garde sensiblement la même intensité. Il est donc stable sous recuit de 700°C . Le défaut α_E n'est plus détectable par nos appareils de mesure.

L'intensité du défaut D_0 n'a pas changé. Il est encore stable sous recuit de 700°C . Les bandes d'absorption optique produites par les défauts E et POL ont encore diminué

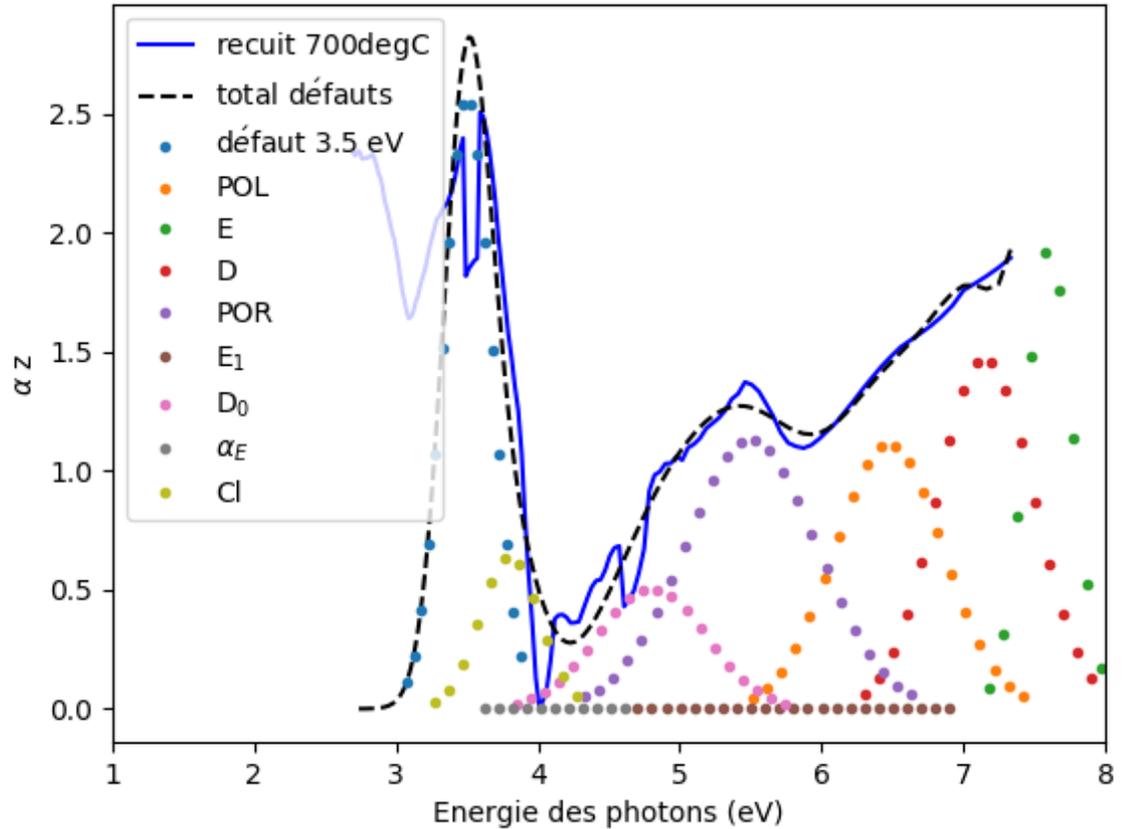


Figure 5.6 : Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{12}cm^{-2} sans recuit, et une seconde recuite à 700°C

en intensité, mais ne sont pas complètement annihilés. Les défauts E faisant partie de la catégorie des ODC(I), il est normal qu'ils soient encore présents à cette température. L'évolution des défauts POL ne semble pas avoir été caractériser dans la littérature, et il n'y a pas de prédiction quant à ce défaut.

Le défaut D faisant partie de la catégorie des ODC(II), il aurait dû être complètement annihilé à cette température. Il est toutefois encore présent, ce qui n'est pas consistant

avec les prédictions de la littérature.

5.1.4 Recuit à 900°C

La figure 5.7 présente les spectres d'une fibre irradiée à une fluence de 10^{12} cm^{-2} qui a subi un recuit de 900°C, et celui d'une fibre irradiée à la même fluence qui n'a subi aucun recuit.

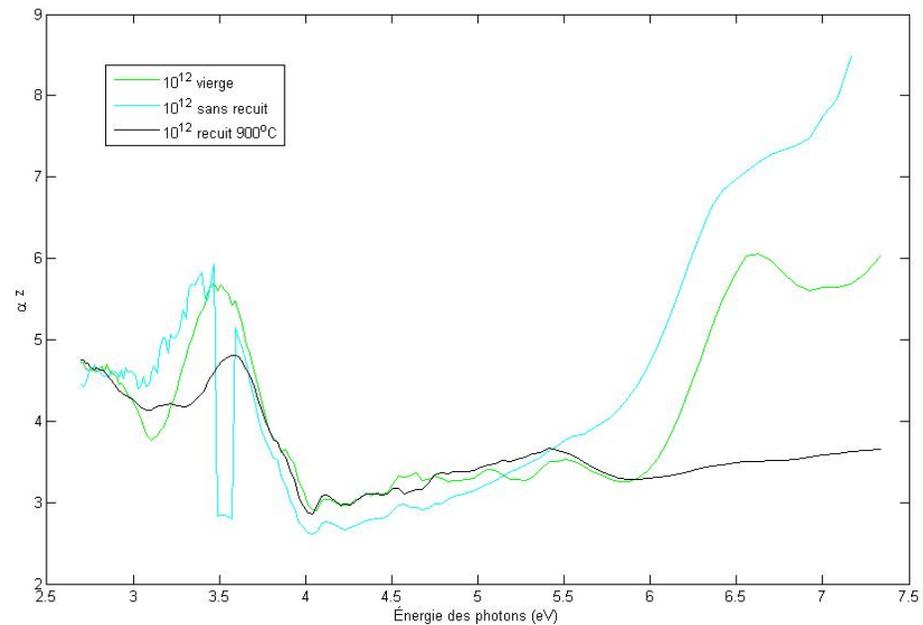


Figure 5.7 : Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{12} cm^{-2} sans recuit, et une seconde recuite à 900°C

Le défaut POR est encore observable, ce qui continue à être consistant avec l'hypothèse selon laquelle ce défaut serait formé à partir des défauts POL.

Le défaut POL semble encore être présent, mais crée une bande d'absorption beau-

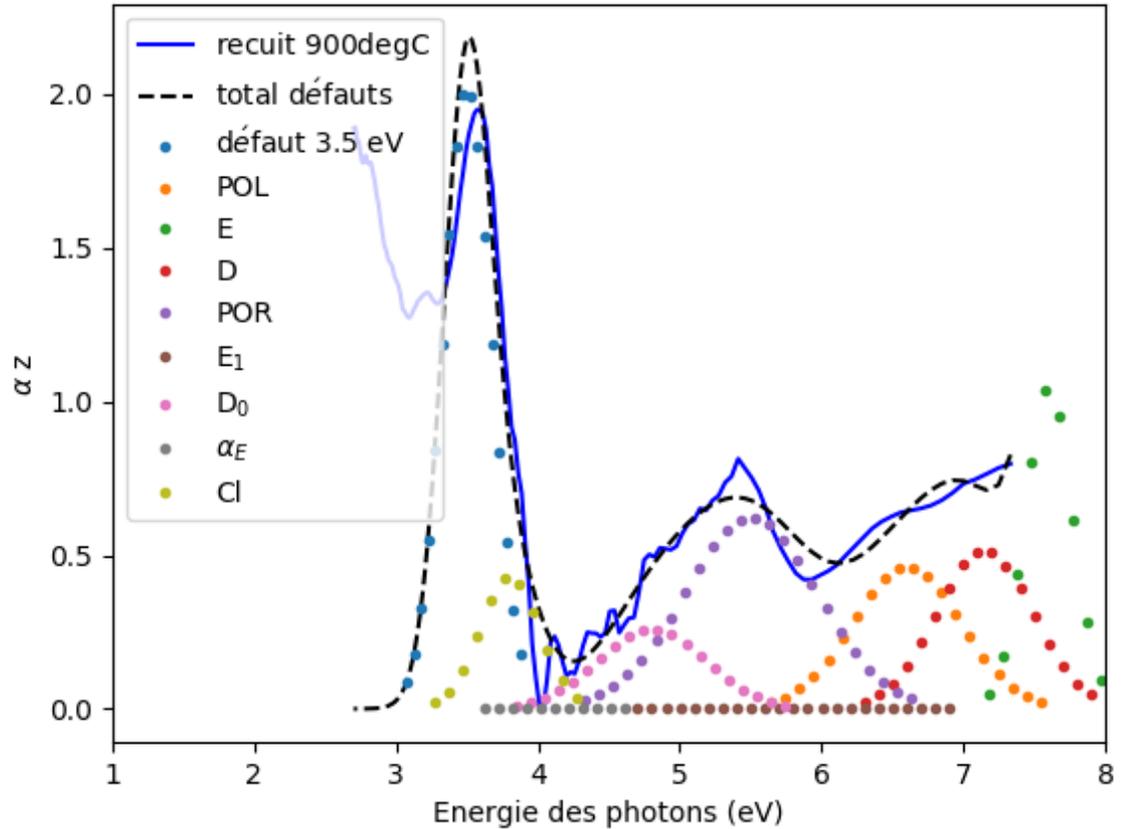


Figure 5.8 : Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{12}cm^{-2} sans recuit, et une seconde recuite à 900°C

coup moins importante qu'avant. Ce défaut semble assez stable, même à une haute température de recuit. Il ne semble pas affecté par la diffusion des molécules d'oxygène interstitielles. Comme il s'agit de la structure comportant le plus bas niveau d'énergie pour les atomes d'oxygène, une modification de sa structure ne semble pas avantageuse. Il faudrait sûrement une température supérieure à 900°C pour observer une migration des atomes et une annihilation complète des ponts peroxydes.

Il est assez surprenant que les défauts qui étaient présents dans la fibre vierge soient sujets à l'annihilation. La fusion de la silice s'apparente à un recuit de très haute température. Les défauts présents dans la fibre vierge ont donc été soumis à une très forte température et sont quand même restés dans la fibre sans être annihilés entièrement.

Les défauts de chlore et D_0 sont stables sous recuit de 900°C. La photoluminescence n'est plus observable. Le défaut responsable de cette bande semble être annihilé à une température de 900°C, ce qui indique qu'il s'agit d'un défaut de type ODC(I). Le défaut de germanium fait partie de cette catégorie. Le défaut à 3.5 eV est resté d'intensité plus ou moins constante à travers les recuits : il ne semble pas affecté par ces derniers. Puisque le défaut diminuait avec la fluence d'irradiation, il serait intéressant de vérifier si, après sa disparition complète avec une forte irradiation, il serait possible de le voir réapparaître après un recuit.

À une température de recuit de 900°C, les défauts de type ODC(I) sont sensés être annihilés. Toutefois, afin d'obtenir un ajustement adéquat de la somme des gaussiennes sur le spectre du coefficient d'absorption de la fibre, il faut que les défauts E (ODC(I)) et D (ODC(II)) soient présents. Cet ajustement est le meilleur que nous avons obtenu, mais il n'est pas optimal. Une bosse à 7 eV dépasse le spectre de la fibre. Il est difficile de conclure quoi que ce soit sur la présence du défaut D par ce fait, et par sa faible intensité comparativement à sa bande d'absorption dans la fibre non recuite. Le défaut E, pour sa part, a un impact important sur l'ajustement et est assurément mesuré à cette température, ce qui n'est pas consistant avec la théorie. Par contre, le défaut E étant

presque entièrement en dehors du spectre et à cause de son chevauchement avec le défaut D, il y a beaucoup de variabilité et d'incertitude quant à son intensité.

5.2 Récapitulation du chapitre 5

L'étude de l'effet de recuits sur l'absorption optique des fibres n'a pas permis de confirmer les défauts identifiés par spectrométrie. Les températures d'annihilation étant propres à chacun des défauts, il était attendu qu'il serait possible d'effectuer une vérification quant aux défauts identifiés au chapitre 4. Plusieurs défauts n'ont pas été annihilés aux températures attendues, et il serait intéressant de refaire les mesures avec plus de recuits afin d'évaluer leur évolution. La figure 5.9 présente les spectres d'absorption optique pour une fibre irradiée à 10^{12} cm^{-2} pour différentes températures de recuit. Plus la température augmente, plus l'atténuation diminue.

Les défauts D_0 , POR et de chlore sont stables sous recuit de 900°C . L'annihilation des défauts NBHOC augmente la concentration de ce type de défauts, ce qui pourrait également expliquer la détection des POR après les recuits. À 900°C , ils sont toujours présents et sont donc stables jusqu'à cette température, minimalement.

L'intensité du défaut POL diminue avec l'augmentation de la température de recuit, mais n'est pas complètement disparu à 900°C . Des recuits de plus hautes températures mettraient probablement en évidence son énergie d'activation. Le pic de photoluminescence à 3.5 eV est complètement annihilé à 900°C , ce qui est conforme avec la catégorie de défauts ODC(I). Le défaut α_E n'est plus observable à 700°C . Ce défaut semble suivre

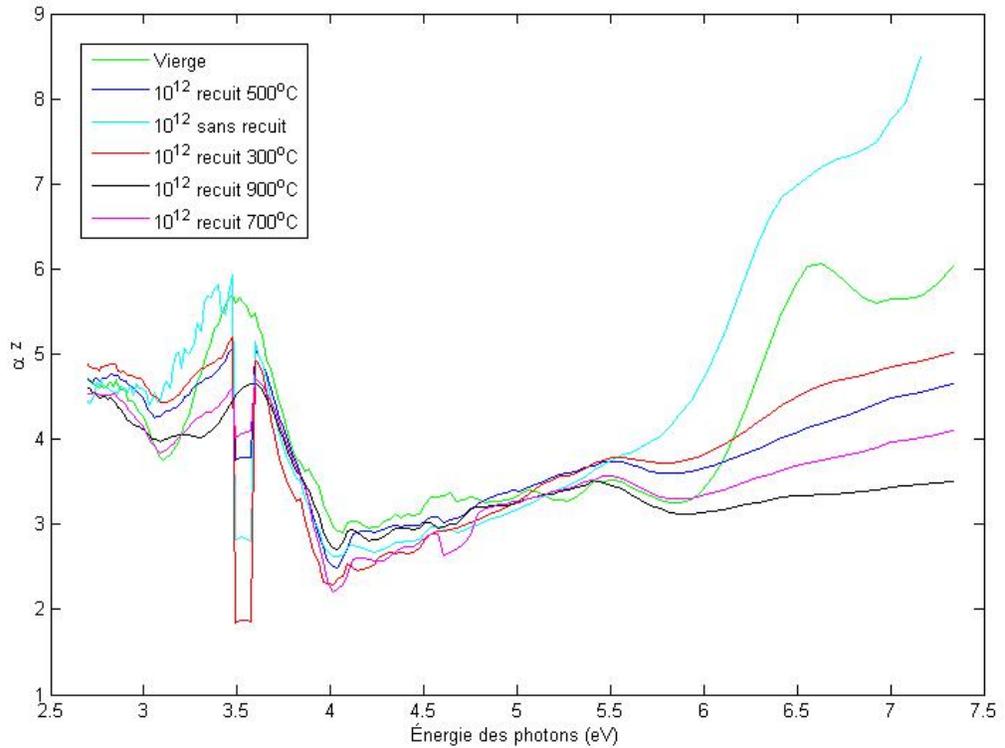


Figure 5.9 : Spectres du coefficient d'absorption optique en fonction de l'énergie des photons pour une fibre irradiée à une fluence de 10^{12}cm^{-2} sans recuit et à des températures de 300°C , 500°C , 700°C et 900°C

la courbe de diffusion des ODC(II). Le défaut D, un ODC(II), aurait également dû disparaître aux alentours de 700°C , mais il est observable à cette température. Il est difficile de conclure quoi que ce soit sur sa présence à plus haute température. Le défaut E, un ODC(I), aurait dû être annihilé à 900°C , mais ce ne fut pas le cas.

On observe néanmoins une réduction graduelle du nombre de défauts, comme le montre la figure 5.10, mais sur une large plage de températures. L'amplitude des pics des défauts diminuent en fonction de la température, sauf le POR qui reste relative-

ment constant. Les défauts POL, D et le défaut à 3.5 eV diminuent tous graduellement en intensité en fonction que la température augmente. Le processus ne semble donc pas compatible avec une loi d'Arrhénius donc avec des processus à une seule barrière d'énergie importante et activés thermiquement. Il est beaucoup plus graduel et partage ainsi beaucoup de similarités avec les processus de relaxation observés dans les matériaux amorphes[50].

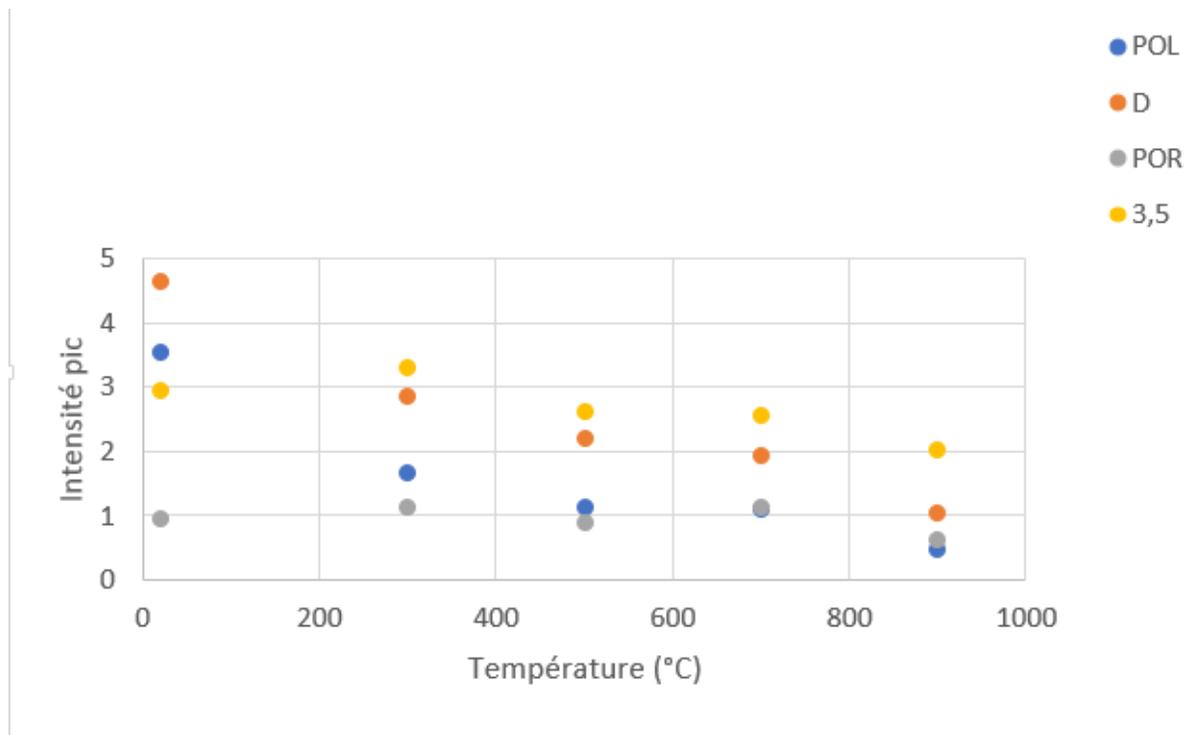


Figure 5.10 : Intensité des pics d'absorption optique de différents défauts en fonction de la température

CHAPITRE 6

CONCLUSION

L'objectif de ce mémoire était de caractériser l'évolution des défauts dans les fibres optiques. Une irradiation de protons d'une énergie de 5 MeV à des fluences allant de 10^9 cm^{-2} à 10^{15} cm^{-2} ont été choisies afin de reproduire l'effet qu'aurait les rayons cosmiques sur l'absorption des fibres après un voyage de 10 ans à basse orbite terrestre. Les bandes d'absorption provenant des défauts optiquement actifs ont été identifiées et leurs processus d'annihilation ont été étudiés grâce aux recuits de différentes températures effectués sur les fibres.

La première étape de cette recherche était de simuler l'effet des rayons cosmiques sur la transmission des fibres optiques. Pour ce faire, des données provenant de SPEN-VIS et de A.H. Sullivan [48] ont été comparées et utilisées pour déterminer l'énergie des protons et la fluence nécessaires à cette simulation. L'accélérateur Tandem de l'Université de Montréal a permis de reproduire ces résultats. Les mesures de transmission des fibres ont été effectuées par spectrométrie grâce à un montage construit dans le cadre de ce mémoire. Le programme d'analyse des résultats a également été créé pour cette recherche.

Après avoir caractérisé l'absorption optique des fibres vierges, des irradiations de

différentes fluences ont été effectuées sur les fibres optiques. Les mesures d'absorption optique entre 2.5 eV et 8 eV ont mis en évidence la croissance de bandes d'absorption en fonction de la fluence d'irradiation. Ces mesures étaient effectuées à l'aide d'un spectromètre, d'une lampe deutérium et d'un photomultiplicateur. À partir d'une fluence de 10^{12} cm^{-2} , de nouvelles bandes sont créées et l'absorption optique est substantiellement modifiée. Les principaux défauts qui sont créés dans la silice sont les ponts peroxyde, les défauts E, D_0 et D et POR. En parallèle, des mesures ToF-SIMS ont permis de confirmer la présence de chlore et de germanium dans les fibres, créant des bandes d'absorption optique à 3.8 eV et 5.14 eV, respectivement. Une bande de photoluminescence détectée à 3.5 eV a été identifiée comme provenant de longueurs d'onde supérieures à 420 nm grâce à la présence d'un filtre passe-haut. Cette bande provient d'une photoluminescence excitée, mais sa source reste à investiguer.

Suite à l'étude de l'effet de l'irradiation sur l'absorption optique des fibres, l'évolution des défauts selon la température a été étudiée. Des recuits de 300°C, 500°C, 700°C et 900°C ont été effectués sur des fibres irradiées à une fluence de 10^{12} cm^{-2} avec des protons de 5 MeV. La température d'activation étant caractéristique à chaque type de défauts, il aurait été intéressant de pouvoir confirmer les défauts identifiés au chapitre 4.

Les défauts ODC(II) n'étaient pas annihilés complètement à 700°C, et les ODC(I) étaient encore détectables à 900°C. Les défauts POR, D_0 et le défaut de chlore sont stables sous recuit à ces températures. L'effacement de la bande de photoluminescence a

été observé à 900°C, ce qui semble indiquer que le défaut responsable de cette bande est un ODC(I), comme les défauts de germanium ou le défaut E. L'effacement des bandes implique que l'absorption optique après un recuit de 900°C est beaucoup plus faible. Le processus d'annihilation des défauts semblent concorder non pas avec une loi d'Arrhénius, mais plutôt avec les processus de relaxation des matériaux amorphes.

Cette recherche aura permis de créer un montage permettant d'étudier les spectres de transmission de fibres optiques. Plusieurs parties du montage ont dues être construites pour cette expérience, et le tout a du être optimisé pour obtenir des données stables, reproductibles et fiables. Le programme d'analyse des résultats créé sur MATLAB a permis de comparer les défauts retrouvés dans la littérature avec les bandes d'absorption observés par spectrométrie dans la silice irradiée.

Ce mémoire aura également mis en lumière les défauts qui sont créés par irradiation, et leur bande d'absorption respective. Il a été possible de déterminer la méthode de fabrication de la silice grâce aux mesures ToF-SIMS, confirmant la présence de chlore qui crée une bande à 3.8 eV. La présence de ces défauts a permis de confirmer que ce que la littérature suggérait pour la silice était aussi vrai pour les fibres optiques.

L'effacement de ces bandes a été étudié grâce aux recuits sous atmosphère contrôlée, ce qui aurait du permettre de confirmer les types de défauts et leur processus de création et d'annihilation. Toutefois, les défauts ne se sont pas comportés comme attendu. La majorité des défauts étaient peu stables thermiquement, mais n'étaient pas encore annihilés

à 900°C, ce qui met en évidence que le processus responsable de leur annihilation ne semble pas suivre une loi d'Arrhénius, comme attendu.

Plusieurs questionnements ont été soulevés au cours de cette recherche, et il serait intéressant de les explorer. La bande de photoluminescence est toujours sous investigation. Il serait intéressant de pouvoir effectuer une mesure de la transmission à de plus hautes longueurs d'onde, et de refaire des mesures ToF-SIMS afin de confirmer ou d'infirmer la présence d'atomes dans les fibres, outre le germanium et le chlore. De plus, comme le défaut à 3.5 eV était détruit avec une augmentation de la fluence d'irradiation, il serait intéressant d'étudier ses mécanismes d'annihilation à haute fluence et sous recuit. Étant donné que les recuits ont été faits jusqu'à une température de 900°C, il n'a pas été possible d'observer l'effacement des bandes d'absorption de tous les défauts. Le POL, le D_0 et le POR étaient encore présents à cette température. Le processus de formation du défaut POR n'est pas complètement clair : sa présence n'étant pas prévue dans la littérature, sa création semble provenir de l'ionisation des liens peroxydes des défauts POL. Il serait important d'étudier cette hypothèse plausible plus en profondeur. Les recuits n'ont pas donné les résultats attendus, et il serait important de refaire les mesures, et d'étudier les processus d'annihilation.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] R. Salh. Defect related luminescence in silicon dioxide network : a review. *Institute of Physics, Faculty of Science and Technology*.
- [2] T. Sun K.T.V. Grattan. Fiber optic sensor technology : an overview. *Sens. Actuators*, 82(1-3) :40–61, 2000.
- [3] K. Tagziria M. Nicklaus E. Haddad F. Rosei A. Ruediger D. Barba, F. Martin. Photoluminescence mapping of oxygen-defect emission for nanoscale spatial characterization of fiber bragg gratings. *Journal of Applied Physics*, 116 :064906, 2014.
- [4] Dr. J. Lochner Dr. B. Mattson. What are cosmic rays? *NASA's Goddard Space Flight Center*, 1997.
- [5] E. Gloutnay. Space radiation hardness assurance. *Présentation du programme CAMAQ Université de Sherbrooke sur le Rayonnement Spatial*, Canadian Space Agency, 2014.
- [6] J. D. Hague. Correlation of the highest energy cosmic rays with nearby extragalactic objects in pierre auger observatory data. *Presentations for the 31st Cosmic Ray Conference, Poland*, Pierre Auger Collaboration :6–9, 2009.
- [7] A. H. Jaffe L. J. watson, D. Mortlock. A bayesian analysis of the 27 highest energy

- cosmic rays detected by the pierre auger observatory. *MNRAS*, Pierre Auger Collaboration :8, 2010.
- [8] Donald V. Reames. The two sources of solar energetic particles. *Space Sci. Rev.*, 175 :53, 2013.
- [9] K. Mannheim F.M. Rieger. Particle acceleration by rotating magnetospheres in active galaxy nuclei. *Astronomy and Astrophysics*, 353 :473–478, 2000.
- [10] C. Bassa A. Bamba J. A. M. Bleeker S. Funk P. Ghavamian K. J. van der Heyden F. Verbunt R. Yamazaki E. Helder, J. Vink. Measuring the cosmic-ray acceleration efficiency of a supernovae remnant. *Journal Of Science*, 325 :719–722, 2009.
- [11] M. Allafort A. Baldini L. Ballet J. Barbiellini... Ackermann, M. Ajello. Detection of the characteristic pion-decay signature in supernovae remnants. *Journal Of Science*, 339 :807–811, 2013.
- [12] G. Bodo Z. Osmanov, A. Rogava. On the efficiency of particle acceleration by rotating magnetospheres in agn. *Astronomy and Astrophysics*, 471 :395–400, 2007.
- [13] G. Machabeli N. Chkheidze Z. Osmanov, S. Mahajan. Millisecond newly born pulsars as efficient accelerators of electrons. *Scientific Reports*, 5 :14443, 2015.
- [14] F. Zwicky W. Baade. Cosmic rays from super-novae. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 20 :259–263, 1934.

- [15] J. Green S. Odenwald. Bracing the satellite infrastructure for a solar superstorm. *Scientific American*, Août 2008, 2008.
- [16] N. Atkinson. Magnetic shielding for spacecraft. *The Space Review*, Janvier 2005, 2005.
- [17] The space environment information system. *Royal Belgium Institute for Space Aeronomy, ESA*.
- [18] C.A. Angell J. Wong. Glasstruktur : Glass structure by spectroscopy. *Nachrichten aus der Chimie*, 25 :250, 1977.
- [19] J.C. Dyre. Colloquium : The glass transition and elastic models of glass-forming liquids. *Rev. Mod. Phys.* 78, 953, 2006.
- [20] F.J. Rotella C.A. Lager, J.D. Jorgensen. Crystal structure and thermal expansion of alpha-quartz silica at low temperatures. *Journal of Applied Physics*, 53 :6751, 2016.
- [21] D.H. Hooloway. The physical properties of glass. *Springer-Verlag*, 1973.
- [22] M. Joindot I. Joindot. Les télécommunications par fibre optique. *Dunod*, 1996.
- [23] M. Verhaegen. Étude de la photosensibilité dans la silice implantée avec des ions de haute énergie. *Thèse de Doctorat*, 2000.
- [24] K.E. Bean W.R. Runyan. Semiconductor integrated circuit processing technology. *Addison-Wesley*, page 140.

- [25] S.A. Payne C.D. Marshall, J.A. Speth. Induced optical absorption in gamma, neutron and ultraviolet irradiated fused quartz and silica. *Journal of non-crystalline solids*, 212 :59–73, 1997.
- [26] J.K. Hirvonen M. Nastasi, J.W. Mayer. Ion-solid interaction. pages 88–114, 1996.
- [27] D.L. Griscom. E' center in glassy sio₂ : Microwave structure properties and confirmation of the primary si hyperfine structure. *Phys. Rev. Letters*, 20 :1823, 1979.
- [28] E.J. Friebele D.L. Griscom. Fundamental radiation-induced defect centers in synthetic fused silicas : Atomic chlorine, delocalized e' centers, and a triplet state. *Phys. Rev. Letters*, 34 :11, 1986.
- [29] H. Imagawa H. Hosono Y. Abe H. Imai, K. Arai. Two types of oxygen-deficient centers in synthetic silica glass. *Phys. Rev.*, B 38 :12772, 1988.
- [30] J. Robertson E.P. O'Reilly. Theory of defects in vitreous silicon dioxide. *Phys. Rev.*, B 27 :3780, 1983.
- [31] L.B. Allard J. Albert M. Verhaegen, J.L. Brebner. Ion implantation-induced strong photosensitivity in high-purity fused silica : correlation of index-changes with vuv color centers. *Applied Physics Letters*, 68 :3084, 1996.
- [32] Marco Cannas. Luminescence properties of point defects in silica. *IOS Press, Arxiv*, 0203284 :20, 2002.

- [33] J.R. Lakowicz. Principles of fluorescence spectroscopy. *Kluwer Academic*, page 954, 1999.
- [34] H. Kawazoe K. Awazu. Gaseous species and their photochemical reaction in SiO_2 . *Journal of Non-crystalline solids*, 179 :214, 1994.
- [35] N. Richard L. Giacomazzi A. Alessi S. Girard A. Boukenter Y. Ouerdane M. Valant B. Winkler, L. Martin-Samos. Correlations between structural and optical properties of peroxy bridges from first principles. *The Journal of Chemical Physics*, 121 :4002–4010, 2017.
- [36] K. Raghavachari B.B. Stefanov. Photoabsorption of the peroxide linkage defect in silicate glasses. *The Journal of Chemical Physics*, 111 :8039, 1999.
- [37] D.L. Griscom G. Pacchioni, L. Skuja. Defects in SiO_2 and related dielectrics : Science and technology. *Nato Science II*, pages 105–106, 2000.
- [38] G.D. Watkins. Lattice vacancies and interstitials in silicon. *Chinese Journal of Physics*, 15 :2, 1977.
- [39] S. Arrhenius. On the reaction velocity of the inversion of cane sugar by acids. *Chemical kinetics*, Selected readings in Chemical Kinetics :31–35, 1967.
- [40] M. Sokoloski. Structure and kinetics of defects in silicon. *NASA's Goddard Space Flight Center*, Technical Note NASA TN D-4154, 1967.

- [41] W. Luo T. Wang, Z. Xiao. Influences of thermal annealing temperatures on irradiation induced e' centers in silica glass. *Transactions on nuclear physics*, 55 :5, 2008.
- [42] A. Ibarra E.R. Hodgson P. Martin, M. Léon. Thermal stability of gamma irradiation induced defects for different fused silica. *Journal of Nuclear Materials*, 417 :818–821, 2011.
- [43] K.A. Jackson M.V. Minke. Diffusion of germanium in silica glass. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 351 :2310–2316, 2005.
- [44] R. Boscaino L. Nuccio, S. Agnello. Annealing of radiation induced oxygen deficient point defects in amorphous silicon dioxide : evidence of a distribution of the reaction activation energies. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 20 :385215, 2008.
- [45] S. Agnello L. Nuccio. Thermal stability of gamma-irradiation-induced oxygen-deficient centers in silica. *Physical Review Letters*, 73 :115203, 2006.
- [46] J. Ziegler. Srim, the stopping of ions and range of ions in matter. 1984-2013.
- [47] E.V. Benton E.R. Benton. Space radiation dosimetry in low-earth orbit and beyond. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, 184 :255–294, 2001.
- [48] A.H. Sullivan. A guide to radiation and radioactivity levels near high energy particle accelerators. *Nuclear Technology Publishing*, 1992.

- [49] I.G. Brown. The physics and technology of ion sources. *Wiley-VCH*, page 210, 2004.
- [50] et al. S. Roorda. Calorimetric evidence for structural relaxation in amorphous silicon. *Physical Review Letters*, 62(16) :1880–1883, 1989.

Annexe I

Annexe 1

Énergie de l'ion (MeV)	dE/dX MeV/(mg/cm ²)	ϕ (cm ⁻²)
0.1	5.48×10^{-1}	1.02×10^{12}
0.2	4.511×10^{-1}	1.25×10^{12}
0.4	3.198×10^{-1}	1.76×10^{12}
0.6	2.548×10^{-1}	2.20×10^{12}
0.8	2.159×10^{-1}	2.60×10^{12}
1	1.898×10^{-1}	2.96×10^{12}
2	1.243×10^{-1}	4.52×10^{12}
4	7.528×10^{-2}	7.46×10^{12}
6	5.542×10^{-2}	1.10×10^{13}

Tableau I.I : Table du pouvoir d'arrêt électronique des protons dans le SiO₂ ainsi que leur fluence calculée

Énergie de l'ion (MeV)	dE/dX MeV/(mg/cm ²)	ϕ (cm ⁻²)
0.1	9.361×10^{-4}	6.00×10^{14}
0.2	5.377×10^{-4}	1.04×10^{15}
0.4	3.856×10^{-4}	1.46×10^{15}
0.6	2.160×10^{-4}	2.60×10^{15}
0.8	1.692×10^{-4}	3.32×10^{15}
1	1.398×10^{-4}	4.02×10^{15}
2	7.683×10^{-5}	7.31×10^{15}
4	4.187×10^{-5}	1.34×10^{16}
6	2.926×10^{-5}	1.92×10^{16}

Tableau I.II : Table du pouvoir d'arrêt nucléaire des protons dans le SiO₂ ainsi que leur fluence calculée

Annexe II

Annexe 2

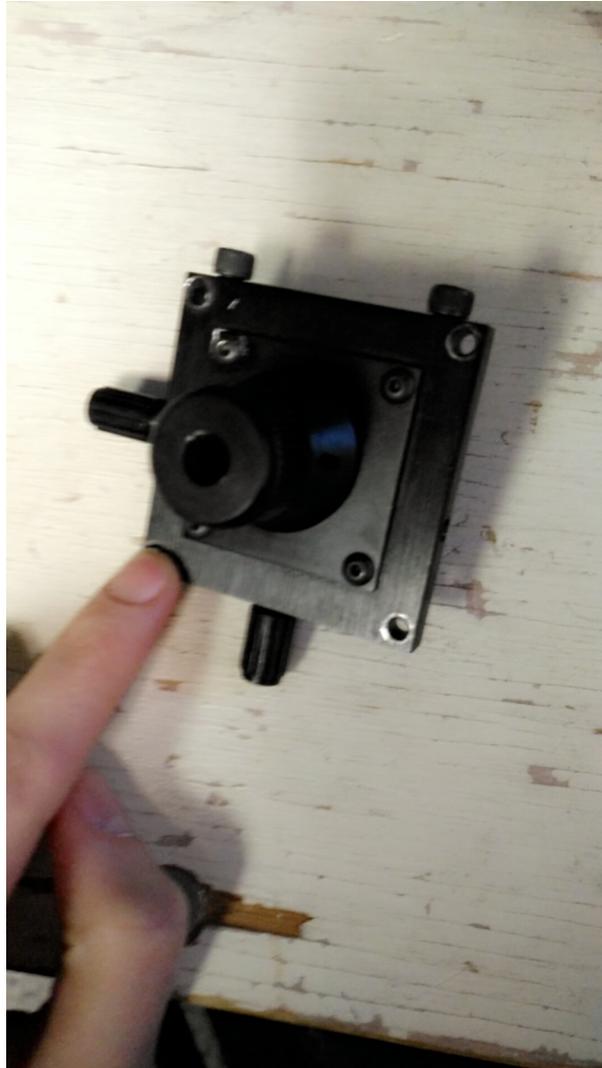


Figure II.1 : Porte-fibre avec vis permettant de trouver le point focal de la fibre



Figure II.2 : Entrée du spectromètre

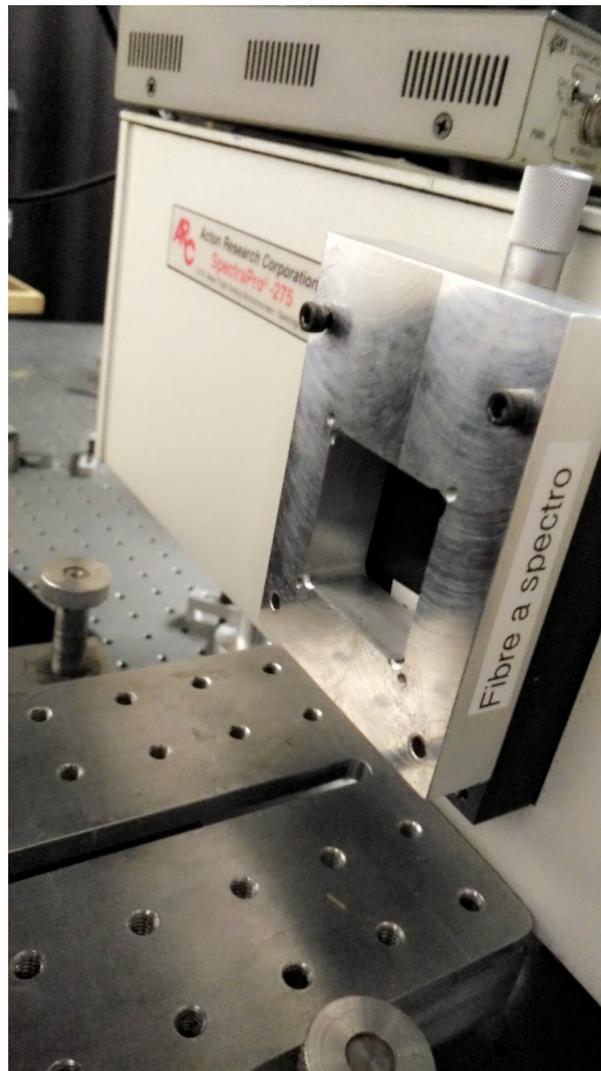


Figure II.3 : Entrée du spectromètre avec la partie en métal permettant de soutenir le porte-fibre



Figure II.4 : Porte-fibre allant dans le détecteur

Annexe III

Annexe 3

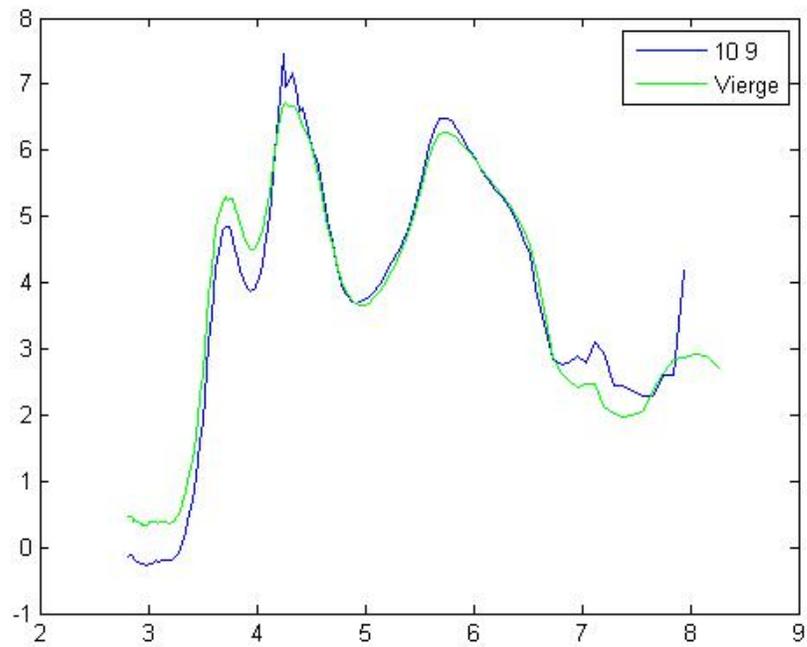


Figure III.1 : Profil de l'absorption optique d'une fibre irradiée à une fluence de 10^9 cm^{-2} en fonction de l'énergie de photons, ainsi que le profil d'une fibre vierge

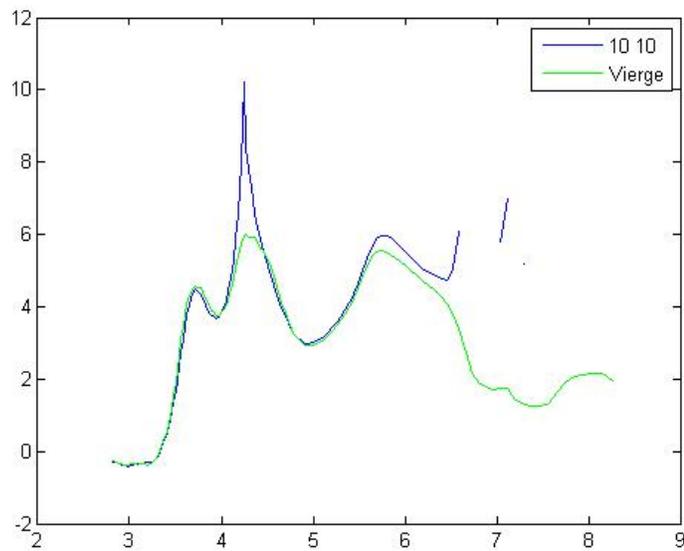


Figure III.2 : Profil de l'absorption optique d'une fibre irradiée à une fluence de 10^{10} cm^{-2} en fonction de l'énergie de photons, ainsi que le profil d'une fibre vierge

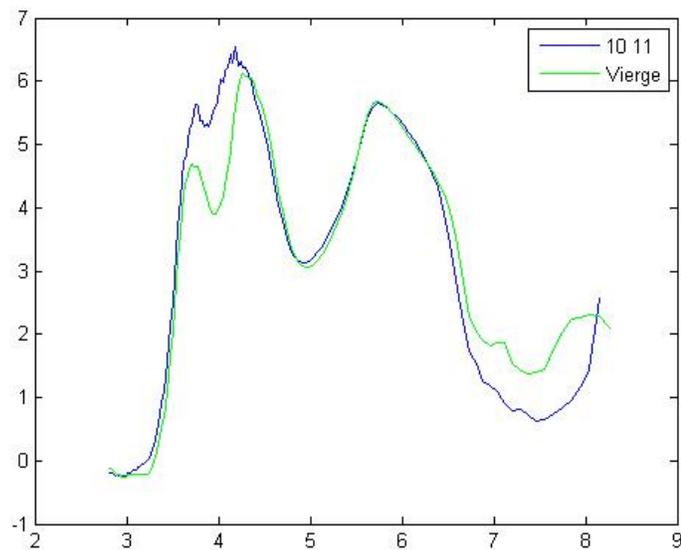


Figure III.3 : Profil de l'absorption optique d'une fibre irradiée à une fluence de 10^{11} cm^{-2} en fonction de l'énergie de photons, ainsi que le profil d'une fibre vierge

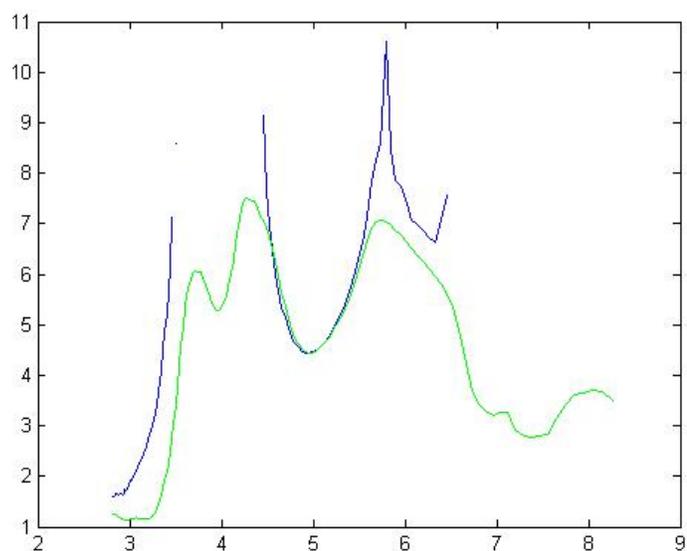


Figure III.4 : Profil de l'absorption optique d'une fibre irradiée à une fluence de 10^{12} cm^{-2} en fonction de l'énergie de photons, ainsi que le profil d'une fibre vierge

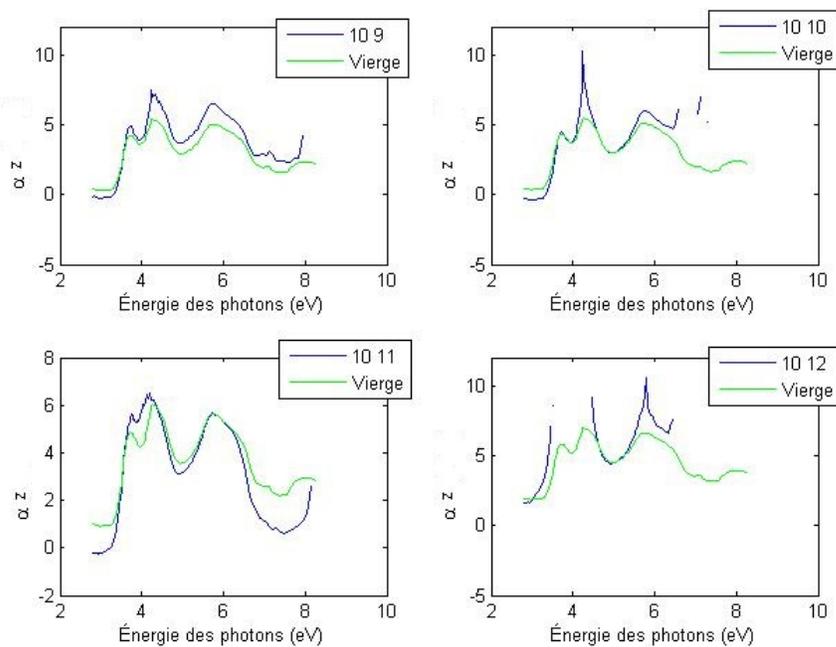


Figure III.5 : Figure regroupant les 4 derniers graphiques : l'absorption optique en fonction de l'énergie de photons pour différentes fluences de protons