

Titre: Étude des paramètres de conception d'un coupleur fusionné en verre fluoré
Title: verre fluoré

Auteur: Edith Ducharme
Author:

Date: 2022

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Ducharme, E. (2022). Étude des paramètres de conception d'un coupleur fusionné en verre fluoré [Mémoire de maîtrise, Polytechnique Montréal].
Citation: PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/10253/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/10253/>
PolyPublie URL:

Directeurs de recherche: Caroline Boudoux, & Nicolas Godbout
Advisors:

Programme: Génie physique
Program:

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL
affiliée à l'Université de Montréal

Étude des paramètres de conception d'un coupleur fusionné en verre fluoré

EDITH DUCHARME
Département de génie physique

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de *Maîtrise ès sciences appliquées*
Génie physique

Mars 2022

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL
affiliée à l'Université de Montréal

Ce mémoire intitulé :

Étude des paramètres de conception d'un coupleur fusionné en verre fluoré

présenté par **Edith DUCHARME**

en vue de l'obtention du diplôme de *Maîtrise ès sciences appliquées*

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

Yves-Alain PETER, président

Caroline BOUDOUX, membre et directrice de recherche

Nicolas GODBOUT, membre et codirecteur de recherche

Michel MEUNIER, membre

DÉDICACE

À Elles.

Geneviève Bergeron

Hélène Colgan

Nathalie Croteau

Barbara Daigneault

Anne-Marie Edward

Maud Haviernick

Barbara Klucznick-Widajewick

Maryse Laganière

Maryse Leclair

Anne-Marie Lemay

Sonia Pelletier

Michèle Richard

Annie St-Arneault

Annie Turcotte

REMERCIEMENTS

Ayant appris lors de mon parcours universitaire que le génie est un travail d'équipe, je prends ici le temps de remercier cette grande équipe qui m'a permis de mener mon mémoire à terme.

Je remercie ma directrice de recherche, Caroline Boudoux, et mon co-directeur, Nicolas Godbout, pour leur support. Leurs suggestions et leur intuition indispensables à ma progression ont toujours témoigné de leur grand investissement dans le projet. Merci à Stéphane Virally et Mikaël Leduc pour leur aide et leur disponibilité dans les réalisations techniques. Merci aux «boyz du labo», Raphaël Maltais-Tariant, Martin Poinset-de Sivry Houle, Xavier Attendu, Rodrigo Itzamná Becerra-Deana et Simon Brais-Brunet, qui ont sculpté ce projet par leur écoute et leurs questions. Je remercie également Thorlabs et Le Verre Fluoré de m'avoir fourni les précieuses fibres optiques de verre fluoré nécessaires à ma recherche.

Merci à l'institut TransMedTech pour le financement, les expériences professionnelles et le support. Mon comité conseil, composé de Julia Rouchet, Simon Duval, Frédéric Leblond et Valérie Calédec, a su m'épauler au travers de ma maîtrise.

Je remercie Polytechnique Montréal de m'avoir nommée 5^e récipiendaire de l'Ordre de la rose blanche. Cet honneur aura mis sur mon chemin des personnes qui ont, à leur manière, contribué à mon projet de recherche : Nathalie Provost, Liane Bernstein, Brielle Thorsen, Viviane Aubin, Annie Touchette et Florence Scanvic.

Merci à mes parents, Éric et Esther, et à ma jumelle, Marianne, pour le support inconditionnel. Vous m'avez donné les clés pour réussir mes études, tout en priorisant ma santé physique et mentale. Enfin, merci à toutes celles et ceux qui m'ont offert support, écoute et présence. Tout particulièrement, Debby, Marie-Christine, Marianne et Emma, merci.

RÉSUMÉ

Les coupleurs fusionnés en fibre optique sont des composants essentiels à de nombreuses technologies optiques. À ce jour, seuls les systèmes fibrés en silice, et donc limités au visible et au proche infrarouge, se retrouvent hors laboratoire. Pour cause, les fibres optiques de verre fluoré, utilisées pour l'infrarouge moyen, présentent des propriétés mécaniques et chimiques qui nécessitent des conditions contrôlées lors de leur manipulation. Les procédés de fabrication de coupleurs fusionnés en silice ne conviennent pas aux verres fluorés.

Dans ce projet, nous proposons l'utilisation d'une méthode de chauffage utilisant l'air chaud, pour fabriquer des composants fibrés. Parallèlement, nous suggérons un nouveau paramètre de conception : la viscosité des fibres devient l'assise du procédé de fabrication. Nous commençons d'abord par l'étude de la viscosité de deux fibres optiques de verre fluoré, le ZBLAN et le fluoroindate. En proposant un modèle théorique à un seul paramètre libre et une méthodologie minimaliste, nous arrivons à reconstruire la décroissance en viscosité autour des températures de procédé. Les résultats montrent une plage de température d'une largeur proche de 10 °C pour la fabrication de composants pour les deux types de verre.

À partir des données de viscosité, nous arrivons à faire des fibres effilées, une première étape vers les coupleurs fusionnés. Qui plus est, des fibres effilées de fluoroindate à très faibles pertes et sans cristallisation apparente sont fabriquées à une viscosité élevée de départ. Les essais expérimentaux s'avèrent moins concluants pour le ZBLAN, où la cristallisation demeure apparente, malgré un procédé à viscosité élevé. Enfin, l'étape cruciale de la fusion révèle rapidement les limites de la méthode de chauffage : le débit trop élevé sépare les fibres et empêche toute fusion.

L'hypothèse de départ est que l'utilisation commune d'une méthode de chauffage à air chaud et de la viscosité comme paramètre de conception permettra la conception de coupleurs fusionnés en verre fluoré. Elle s'avère en partie vérifiée. Les résultats de fibres effilées de fluoroindate à faible pertes sont prometteuses. Un raffinement du système de chauffage sera un pas de plus vers les premiers coupleurs fusionnés en verre fluoré.

ABSTRACT

Fused optical fiber couplers are key to the commercialization of optical systems. To this day, most applications outside of laboratories are limited to visible and near-infrared wavelengths. As fabrication methods for fused optical fiber coupler were developed mainly for silica fibers – which are transparent from the visible to the near-infrared – they reveal to be unadapted for specialty fibers. Fluoride glass fibers are among those fibers.

Fluoride glasses offer a solution to the optical limits of silica. They are transparent from the visible to the mid-infrared. However, various challenges remain. Fluoride glasses possess critical mechanical and chemical properties. Therefore, actual fabrication methods for fused fiber couplers are unadapted to fluoride glasses.

We suggest a new method for making fluoride glass optical fiber coupler. This method is based on two elements. Firstly, we use a heat source of warm air to heat the fibers. Secondly, by studying the viscosity of two fluoride glasses : ZBLAN and fluoroindate, we propose a new design parameter that deals with the challenging properties of those glasses.

The viscosity around the fabrication temperature is measured using a simple method requiring cheap and accessible material. We extract the viscosity from strain values using a single parameter theoretical model. Results show ranges for fabrication temperature for both fibers are close to 10 °C.

A viscosity study leads quickly to taper fabrication, the first step towards fused couplers. Using the viscosity as a design parameter, we fabricate various tapers in ZBLAN and fluoroindate. The best results are fluoroindate tapers made at high viscosity : they show low optical loss combined with virtually no cristallisation. Experimental results for ZBLAN tapers are not as conclusive. Even at high viscosities, cristallisation was prominent on the tapers. The last step before fused couplers is the fusion process. The heat source is, however, unadapted. Its flow separates the fibers instead of gluing them one to another.

This project is based on the hypothesis that using an adapted method of heating – hot air – combined with using viscosity as a design parameter would lead to fused optical fluoride glass fiber couplers. Results are promising as fluoroindate tapers were successfully made. The missing part is a refined heating system with a lower mass flow, bringing us one step closer to a low-loss fused fiber coupler in fluoride glass.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE	iii
REMERCIEMENTS	iv
RÉSUMÉ	v
ABSTRACT	vi
TABLE DES MATIÈRES	vii
LISTE DES TABLEAUX	x
LISTE DES FIGURES	xi
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS	xvi
LISTE DES ANNEXES	xvii
CHAPITRE 1 INTRODUCTION	1
1.1 Objectifs de recherche	1
1.2 Plan du mémoire	2
CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE	3
2.1 La fibre optique	3
2.1.1 Les verres	4
2.2 Les coupleurs directionnels	9
2.2.1 Les coupleurs polis	9
2.2.2 Les coupleurs fusionnés	10
CHAPITRE 3 TRAVAUX INITIAUX	14
3.1 Caractérisation de la source de chaleur	14
3.1.1 Étalonnage	14
3.1.2 Profil de température	15
3.1.3 Stabilité	17
3.1.4 Erreur de biais	17
3.2 Méthode expérimentale	18

3.2.1	Paramètres de chauffage	18
3.2.2	Paramètres d'acquisition	18
3.2.3	Algorithme	19
3.2.4	Calcul des incertitudes	24
3.2.5	Caractérisation de l'algorithme	28
CHAPITRE 4 ARTICLE 1 : VISCOSITY OF FLUORIDE GLASS FIBERS FOR FU-		
SED COMPONENTS FABRICATION		31
4.1	Abstract	31
4.2	Introduction	31
4.3	Strain and viscosity	33
4.3.1	Geometrical model	33
4.3.2	Taper shape	36
4.4	Experimental Setup	36
4.4.1	Viscosity Measurements	36
4.4.2	Data Analysis	38
4.4.3	Fiber Tapers	38
4.5	Viscosity results	39
4.6	Fluoroindate fiber tapers	42
4.7	Discussion	45
4.8	Conclusion	48
4.9	Uncertainty of Measurement	48
CHAPITRE 5 TRAVAUX COMPLÉMENTAIRES		50
5.1	Cristallisation dans les fibres effilées de fluoroindate	50
5.2	Fibres effilées de ZBLAN	53
5.3	Tests de fusion	56
5.4	Simulation de gaz chauffé	58
5.4.1	Température de sortie du gaz	59
5.4.2	Température à la fibre optique	62
5.4.3	Limites de l'analyse	63
CHAPITRE 6 DISCUSSION GÉNÉRALE		64
6.1	Méthode de chauffage	64
6.2	Méthodologie de mesure de la viscosité	65
CHAPITRE 7 CONCLUSION		67

7.1 Synthèse des travaux	67
7.2 Limitations de la solution proposée	68
7.3 Améliorations futures	68
RÉFÉRENCES	70
ANNEXES	77

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1	Propriétés des verres communément utilisés pour des fibres optiques. Toutes les propriétés viennent de la référence [1] à moins d'indication contraire.	8
Tableau 3.1	Paramètres d'acquisition et caractéristiques de l'ordinateur utilisés .	19
Tableau 4.1	Fluoride fibers specifications. T_g and T_x depend on the glass composition and may vary.	37
Tableau 4.2	Viscosity (base-10 logarithm) and R-squared coefficients for the displacement curves from Figure 4.5. Applied load are respectively (11.08 ± 0.01) g and (14.13 ± 0.01) g for ZBLAN and fluoroindate fibers. Accuracy of temperature is $\pm 1^\circ\text{C}$	40
Tableau 4.3	Viscosity (base-10 logarithm) and R-squared coefficients for different loads. The command temperatures are kept constant at 241°C and 248°C for ZBLAN and fluoroindate, respectively. The accuracy for the measured mass is ± 0.01 g and of $\pm 1^\circ\text{C}$ for the temperature. . .	41
Tableau 4.4	Viscosity (base-10 logarithm) and R-squared coefficients for two viscosity tests on fluoroindate fibers stopped at different displacement values. Applied load is (14.13 ± 0.01) g for both tests.	42
Tableau 4.5	Transmission loss for three fluoroindate tapers of inverse taper ratio (ITR) 0.2 and their respective viscosities. Accuracy on viscosity is $\pm 0.02 \log_{10}(\text{Pa}\cdot\text{s})$ and ± 0.002 dB on transmission loss.	44
Tableau 5.1	ITR mesuré selon l'ITR calculé pour des fibres effilées de ZBLAN. L'incertitude sur l'ITR mesuré est de ± 0.03	56

LISTE DES FIGURES

Figure 2.1	Schéma d'une fibre optique avec un coeur de rayon a et d'indice de réfraction $n_1 > n_2$ l'indice de réfraction de la gaine, baignant dans un milieu n_0 . Le demi-cône d'acceptation de lumière est limité par l'angle θ , qui définit l'ouverture numérique NA.	4
Figure 2.2	Pertes de quatre fibres optiques de différents verres : silice, verre fluoré (ZBLAN et InF ₃) et chalcogénure (As ₂ S ₃) dans l'infrarouge (IR). Données tirées de [2].	8
Figure 2.3	Schéma d'un coupleur poli	9
Figure 2.4	Schéma d'un coupleur fusionné 2×2. Le couplage opère dans la partie fusionnée délimitée par la zone de couplage. La section en bleue représente les coeurs.	10
Figure 2.5	Schéma typique d'un tomographie par cohérence optique (OCT) à propagation en air libre (gauche) et d'un OCT fibré (droite). L'OCT fibré nécessite beaucoup moins d'alignement en utilisant une configuration fibrée. Images reproduites avec permission de [3] (gauche) et [4] (droite).	11
Figure 2.6	Schéma d'une fibre effilée. Le coeur est délimité par la partie en bleue. À l'étranglement, le coeur devient si petit que la lumière est guidée par la gaine.	13
Figure 3.1	Montage utilisé pour mesurer la température en sortie du fusil à air chaud. Un thermocouple de type K est positionné de sorte que la soudure chaude entre les métaux (rouge et bleu) soit au point le plus chaud. Les soudures entre les métaux et le cuivre sont représentées par des cercles gris.	15
Figure 3.2	Caractérisation de la température de sortie selon la température de commande pour les débits minimum (bleu), moyen (orange) et maximum (rouge) du fusil à air chaud.	16
Figure 3.3	Variation de la température selon la distance du fusil à air chaud par rapport à la fibre. L'incertitude sur les mesures est de 1°C.	16
Figure 3.4	Température de sortie du fusil à air chaud pendant 45 minutes pour une même température de commande. L'incertitude sur la température est identifiée par le contour bleu.	17

Figure 3.5	Montage typique utilisé pour établir la méthode expérimentale. Une fibre optique avec un marqueur blanc est tenue en place par le clapet du bloc de droite. Le bloc de droite se déplace à vitesse constante v_0 pendant que la caméra enregistre le déplacement du marqueur. Aucun chauffage n'est appliqué comme la fibre est tirée linéairement.	18
Figure 3.6	Fibre optique et son marqueur tels que vu à la caméra. La ligne bleue correspond à la section utilisée pour l'analyse de la position à travers le fichier multi-images.	20
Figure 3.7	Gradient élevé au carré (gauche) de la section de l'image analysée et maximum portés sur l'image (droite). L'axe des y de la figure de gauche est arbitraire. L'algorithme permet de bien repérer les bords du marqueur.	22
Figure 3.8	Données extraites par l'algorithme d'analyse d'images. À gauche, la largeur du marqueur selon l'image. À droite, la position selon l'image. Les données aberrantes sont encerclées en rouge.	22
Figure 3.9	Mêmes données extraites qu'à la figure 3.8. Les données aberrantes ont été retirées manuellement.	23
Figure 3.10	Image du marqueur et de la règle. Les graduations sur la règle sont utilisées pour trouver le facteur de calibration de l'image.	24
Figure 3.11	Profil vertical entre deux graduations de la règle. La distance de 137 pixels équivaut à 1 mm.	25
Figure 3.12	Données de déplacement selon le temps en sortie de l'algorithme pour une fibre optique tirée linéairement. L'incertitude sur la position est représentée par l'aire bleue autour des données.	26
Figure 3.13	Résumé du fonctionnement de l'algorithme d'analyse d'images.	27
Figure 3.14	Données de déplacement extraites par l'algorithme pour une fibre tirée à 200 $\mu\text{m/s}$ (gauche) et à 400 $\mu\text{m/s}$ (droite). La droite orange représente le déplacement comme attendu par la vitesse théorique à laquelle la fibre est tirée et la droite verte correspond à une régression linéaire sur les données (bleu). L'aire bleue autour des données correspond à leur incertitude.	28
Figure 3.15	Taille moyenne du marqueur et position moyenne d'une fibre optique. Les valeurs ont été obtenues en analyse 100 fois les mêmes lignes de pixels par l'algorithme.	29
Figure 3.16	Taille moyenne du marqueur et position moyenne d'une fibre optique pour 51 positions différentes des lignes de pixels utilisées pour l'analyse.	30

Figure 4.1	Right and top half of the cross-section of an optical fiber taper showing initial radius R_0 and waist radius R . The curve $r(\ell)$ shown is arbitrary. The full taper length is L	35
Figure 4.2	Top : Fiber taper shape. Initial fiber radius is R_0 . The waist ω_0 corresponds to the taper's smallest diameter. Bottom : Taper shape assumption with linear slopes.	35
Figure 4.3	Experimental setup for viscosity measurements. The optical fiber is kept in place by the clamp on the right block, but free from attachment on the left block. The fiber is stripped of its coating over the heated section L_0	37
Figure 4.4	Experimental setup for taper fabrication and transmission loss measurements. A heat source heats the fiber at a selected temperature on a length of Δ . The blocks stretched the fiber at a velocity v_0 . The transmission loss is simultaneously measured by a broadband source coupled to the fluoride fiber and an integrating sphere power sensor. The taper images are acquired with a camera.	39
Figure 4.5	Displacement of fluorindate optical fiber under different temperatures at fixed load of 14.16 g. Blue area represents precision over each data point. Temperatures from T_5 to T_9 are 248, 252, 254, 257, 261 °C with accuracy of ± 1 °C.	40
Figure 4.6	Viscosity (base-10 logarithm) as a function of temperature for ZBLAN optical fibers. Glass transition temperature for ZBLAN is 259 °C, outside the measurement range. Applied load is (11.08 ± 0.01) g.	42
Figure 4.7	Viscosity (base-10 logarithm) as a function of temperature for fluorindate optical fibers. Glass transition temperature for fluorindate glass is 300 °C, outside the measurement range. Applied load is (14.13 ± 0.01) g.	43
Figure 4.8	Tapers made from a viscosity test on a fluorindate fiber at a temperature of (250 ± 1) °C with a load of (11.08 ± 0.01) g. Top : The test is stopped when the fiber reaches a displacement of (0.15 ± 0.03) mm. No crystallisation is apparent. Bottom : The test is stopped when the fiber reaches a displacement of (0.61 ± 0.07) mm. Surface crystallisation is apparent.	43
Figure 4.9	From top to bottom, waists of Tapers 1–3 described in Table 4.5 for an ITR of 0.2, and their initial viscosity values expressed in $\log_{10}(\text{Pa}\cdot\text{s})$. The crystallisation signature – a grainy appearance – increases as viscosity decreases.	44

Figure 4.10	Loss as a function of ITR for a fluoroindate taper heated over a constant 6 mm length, and made with an initial viscosity of $8.75 \pm 0.05 \log_{10}(\text{Pa}\cdot\text{s})$. The shaded area shows the ITR regime useful for coupler fabrication. Losses are negligible up to ITR 0.3. Inset graph zooms in on ITRs ranging from 0.3 to 0.1 comparing experimental data (blue curve) with two models of modal losses (Model 1 in orange, and Model 2 in green).	45
Figure 4.11	Waist of two tapers (B and C) made with the same recipe and initial viscosity. Taper B was stopped at ITR 0.2, and taper C, at ITR 0.12. The top picture (A) represents the left slope. Crystallisation is only visible at ITR 0.12. The fiber has an initial diameter of $192 \mu\text{m}$. . .	46
Figure 5.1	Courbe de déplacement d'une fibre optique de fluoroindate pour une viscosité de $8.99 \pm 0.02 \log(\text{Pa}\cdot\text{s})$ (gauche) et puissance transmise (droite). Le croisement des lignes hachurées correspond à un déplacement de $(0.63 \pm 0.01) \text{mm}$. C'est le déplacement auquel la puissance commence à diminuer.	51
Figure 5.2	Aperçu de la fibre effilée donnée par la courbe de déplacement de la figure 5.1. La cristallisation est apparente où les flèches jaunes. Les flèches rouges indiquent l'étranglement et les grises, l'absence de cristallisation.	51
Figure 5.3	Courbe de déplacement d'une fibre optique de fluoroindate pour une viscosité de $9.07 \pm 0.02 \log(\text{Pa}\cdot\text{s})$ (gauche) et puissance transmise (droite).	52
Figure 5.4	Fibre effilée obtenue par la courbe de déplacement de la figure 5.3. De la cristallisation est apparente dans les deux images. Les flèches rouges indiquent l'étranglement, les flèches grises, l'absence de cristallisation et les flèches jaunes, la cristallisation.	52
Figure 5.5	Courbe de déplacement d'une fibre optique de fluoroindate pour une viscosité de $7.76 \pm 0.04 \log(\text{Pa}\cdot\text{s})$ (gauche) et puissance transmise (droite). Le croisement des lignes hachurées correspond à un déplacement de $(0.67 \pm 0.02) \text{mm}$	53
Figure 5.6	Aperçu d'une fibre effilée de ZBLAN fabriquée à une viscosité initiale de $\sim 8.7 \log(\text{Pa}\cdot\text{s})$. L'image du haut montre la pente et celle du bas, l'étranglement. La cristallisation est très présente à l'étranglement (flèches rouges). L'ITR mesuré est de 0.42 ± 0.03	55

Figure 5.7	Aperçu d'une fibre effilée de ZBLAN fabriquée à une viscosité initiale de $\sim 9.0 \log(\text{Pa} \cdot \text{s})$. L'image du haut montre la pente et celle du bas, l'étranglement. La cristallisation est réduite par rapport à la Fig 5.6. L'ITR mesuré est de 0.44 ± 0.03	55
Figure 5.8	Aperçu d'une fibre effilée de ZBLAN fabriquée à une viscosité initiale de $\sim 9.0 \log(\text{Pa} \cdot \text{s})$. L'image du haut montre la pente et celle du bas, l'étranglement. La cristallisation y est très apparente (flèches rouges). L'ITR mesuré est de 0.23 ± 0.03	55
Figure 5.9	Schéma des blocs utilisés. Schéma du haut : vue de côté du bloc. Au bas : vue du haut. Pour la fusion, les fibres sont placées dans chacune des deux rainures. Le poids est inséré dans les trous pour maintenir les fibres en place et collées l'une sur l'autre.	57
Figure 5.10	Vue de côté (haut) et de face (bas) de deux fibres optiques (flèches rouges et bleues) de fluoroindate sur le montage avant une fusion.	57
Figure 5.11	Vue de haut de deux fibres après une tentative de fusion. Elles sont séparées au centre.	58
Figure 5.12	Vue de haut de deux fibres après une tentative de fusion, tout en les étirant un peu pour maintenir une tension.	58
Figure 5.13	Schéma simplifié d'un futur système de chauffage d'un gaz.	59
Figure A.1	Courbes de déplacement d'une fibre de fluoroindate sous quatre masses (14.13, 22.21, 26.22, 44.67 g) à une température fixe de 241 °C. L'incertitude sur la masse est de ± 0.01 g. L'aire bleue est la précision sur chaque point.	77
Figure A.2	Courbes de déplacement d'une fibre de ZBLAN sous quatre masses (11.08, 18.12, 21.24, 33.33 g) à une température fixe de 241 °C. L'incertitude sur la masse est de ± 0.01 g. L'aire bleue est la précision sur chaque point.	78
Figure A.3	Courbes de déplacement d'une fibre de ZBLAN à quatre températures (241, 244, 247, 251 °C) sous une masse fixe de 11.08 g. L'incertitude sur la température est de ± 1 °C. L'aire bleue est la précision sur chaque point.	78

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

BIPM	Bureau international des poids et mesures
DCFC	Coupleur à fibre double-gaine (<i>Double-clad fiber coupler</i>)
fps	Image par seconde (<i>Frame per Second</i>)
Gz	Nombre de Graetz
IR	Infrarouge
ITR	Ratio inverse de fibre effilée (<i>Inverse taper ratio</i>)
LFO	Laboratoire des Fibres Optiques
MIR	Infrarouge moyen
MM	Multimode
NA	Ouverture numérique
Pr	Nombre de Prandtl
OCT	Tomographie par cohérence optique
Re	Nombre de Reynolds
SM	Monomode (<i>single-mode</i>)
SNR	Ratio signal sur bruit
TPN	Température et pression normales
UV	Ultraviolet

LISTE DES ANNEXES

Annexe A	Courbes de déplacement	77
Annexe B	Calcul détaillé de l'incertitude sur la viscosité	79

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

L'infrarouge moyen (MIR) est une région du spectre électromagnétique qui s'étend entre les longueurs d'onde de $2\ \mu\text{m}$ et $5\ \mu\text{m}$. Son potentiel d'applications est riche. En spectroscopie, on assiste au développement de peignes de fréquence [5] pour la détection de plusieurs molécules notamment des gaz à effet de serre, des explosifs ou des agents toxiques [2], dont la fenêtre de résonance est également dans cette région. En plus de l'environnement et de la défense et la sécurité, le milieu médical en est un autre qui compte bon nombre d'applications dans le MIR. La détection de cancers [6] et la chirurgie par ablation laser [7] ne sont que deux exemples du potentiel de l'utilisation des fréquences du MIR à des fins biomédicales.

Pourtant, ces applications se font encore timides et tardent à sortir des laboratoires. Pour cause, les fibres optiques spécifiquement utilisées pour le MIR, les verres fluorés, présentent des propriétés qui rendent leur manipulation épineuse dans des contextes non contrôlés. Ainsi, le développement de composants fusionnés, nécessaire à la commercialisation des systèmes fibrés dans le MIR, tarde à venir.

Afin de pallier les difficultés dues aux propriétés délicates des verres fluorés, nous utilisons une méthode de chauffage adaptée à la fabrication de composants, le chauffage par air chaud. À l'aide de cette méthode, nous étudions les paramètres de conception d'un coupleur fusionné en verre fluoré, pour fournir à la communauté scientifique et industrielle les clés qui mèneront à des coupleurs robustes et répétables.

1.1 Objectifs de recherche

Les objectifs de recherche discutés dans ce mémoire sont les suivants :

- Caractériser le système de chauffage à air chaud ;
- Mesurer la viscosité de deux fibres optiques fabriquées à partir de deux verres fluorés distincts, le ZBLAN et le fluorindate, aux températures proches de fabrication de coupleurs ;
- Fabriquer des fibres effilées de ZBLAN et de fluorindate en utilisant les viscosités mesurées ;
- Créer une recette répétable de fibre effilée multimode adiabatique de verre fluoré ;
- Fusionner deux fibres de verre fluoré identiques.

1.2 Plan du mémoire

Dans ce mémoire de maîtrise, nous étudions les paramètres de conception d'un coupleur fusionné en verre fluoré. Une revue de littérature au chapitre 2 introduit les concepts nécessaires à la compréhension et situe la problématique dans les connaissances actuelles. Le chapitre 3 présente la caractérisation de la source de chaleur utilisée, soit un fusil à air chaud. On y retrouve également la théorie et la caractérisation de l'algorithme utilisé pour étudier le paramètre d'importance dans le procédé de fabrication des coupleurs : la viscosité. Le chapitre 4 est l'article scientifique soumis dans lequel on retrouve la méthode de mesure de la viscosité des fibres de verre fluoré. La viscosité est mesurée en suivant l'élongation d'une fibre optique soumise à une force normale à sa surface. Les résultats de viscosité sont présentés dans cet article. À partir de ces paramètres, des fibres de verre fluoré sont effilées. Elles sont caractérisées pour vérifier si le procédé est adiabatique. Le chapitre 5 présente des expériences complémentaires, dont des fibres effilées en ZBLAN et les essais de fusion de fibres optiques. Enfin, une discussion générale et une conclusion reviennent sur les éléments clés et proposent des pistes à explorer à partir des résultats obtenus.

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE

Ce chapitre introduit les aspects théoriques nécessaires à la compréhension du présent mémoire. Il appuie également le raisonnement qui a mené au choix scientifique d'étudier les paramètres de conception d'un coupleur fusionné en verre fluoré, ainsi que la méthode même de conception.

D'abord, une brève description d'une fibre optique et de ses paramètres physiques introduit l'élément central de ce mémoire. S'ensuit une présentation des différents verres dont les fibres optiques sont majoritairement fabriquées, et de leurs propriétés optiques et mécaniques. Les coupleurs directionnels et leurs méthodes de fabrication sont finalement présentés.

2.1 La fibre optique

La fibre optique est un guide d'onde qui confine la lumière par réflexion totale interne dans un coeur entouré d'une gaine. L'indice de réfraction n_1 du coeur, dont les dimensions transverses (rayon a pour un coeur circulaire) sont de l'ordre de quelques longueurs d'onde de la lumière guidée, est légèrement supérieur à celui de l'indice n_2 de la gaine (voir Figure 2.1). L'ouverture numérique (NA) (pour *Numerical Aperture*) correspond au sinus du demi-angle du cône d'acceptation de lumière, formée par l'angle θ . Il se calcule également par les indices de réfraction, tel que

$$\text{NA} = \sqrt{n_1^2 - n_2^2}. \quad (2.1)$$

On peut définir la fréquence normalisée V d'une fibre optique par l'équation suivante :

$$V = \frac{2\pi a \text{NA}}{\lambda_0}, \quad (2.2)$$

où λ_0 est la longueur d'onde dans le vide. Le paramètre V sert à définir le nombre de modes pouvant se propager dans la fibre optique. On classe généralement les fibres selon le nombre de modes qu'elles guident, à chaque longueur d'onde donnée. Pour une longueur d'onde donnée, on dira d'une fibre optique qu'elle est monomode (SM) si son paramètre $V < 2.405$ [8]. Autrement, elle est multimode (MM).

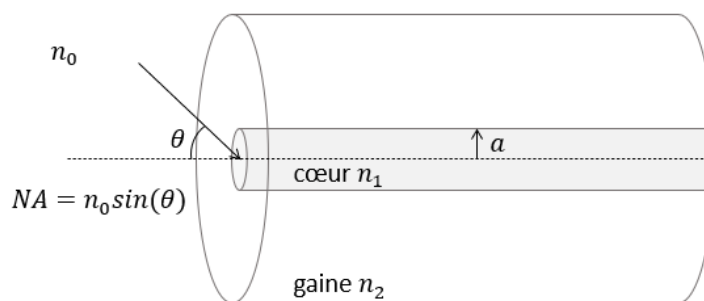


Figure 2.1 Schéma d'une fibre optique avec un coeur de rayon a et d'indice de réfraction $n_1 > n_2$ l'indice de réfraction de la gaine, baignant dans un milieu n_0 . Le demi-cône d'acceptation de lumière est limité par l'angle θ , qui définit l'ouverture numérique NA.

2.1.1 Les verres

Pour qu'un matériau puisse être utilisé comme fibre optique, il doit posséder les caractéristiques suivantes [9] :

- Être un diélectrique transparent aux longueurs d'onde d'intérêt ;
- Être fibrable, c'est-à-dire pouvant être étiré dans une tour à fibre optique pour obtenir la géométrie d'une fibre, en conservant ses propriétés optiques et mécaniques ;
- Avoir un faible taux de cristallisation ;
- Pouvoir être dopé ou modifié de toute autre façon en conservant ses propriétés pour augmenter son indice de réfraction.

Les verres sont les matériaux qui possèdent le plus souvent les propriétés mentionnées ci-haut. Certains plastiques peuvent également être utilisés comme fibres optiques. Cependant, nous nous concentrerons uniquement sur les verres les plus souvent utilisés, soit la silice, les verres de chalcogénure et les verres fluorés comme le ZBLAN et le fluoroborate. Parmi les propriétés mécaniques des verres, celles qui interviennent surtout dans la manipulation de fibres optiques sont les suivantes :

- La résistance à la rupture fragile en tension ;
- La température de transition vitreuse (T_g) ;
- La température de cristallisation (T_x) ;
- La viscosité élongationnelle (η_e).

La résistance à la rupture fragile en tension est une propriété mécanique qui donne une idée la résistance des fibres optiques à un stress en tension lors de leur manipulation. La température de transition vitreuse est la température à laquelle un verre ramollit. La température de cristallisation est la température à laquelle les cristaux apparaissent dans le verre. La

différence entre T_g et T_x offre un aperçu de la stabilité du verre [10].

La viscosité (η) est une propriété des matériaux non cristallins, dont les verres. Elle représente la capacité d'un matériau à résister à une déformation [11]. Autrement dit, elle s'exprime comme le coefficient de proportionnalité entre la contrainte et la vitesse de déformation. Elle varie de façon inversement proportionnelle à la température. Pour une déformation sous une contrainte normale, on parlera de viscosité élongationnelle (η_e). La viscosité η est utilisée pour les contraintes en cisaillement. Dans ce mémoire, seule la viscosité élongationnelle est étudiée. Pour simplifier, celle-ci sera appelée «viscosité» à travers les chapitres. La viscosité s'exprime comme

$$\eta_e = \frac{\sigma}{\dot{\epsilon}}, \quad (2.3)$$

où σ est la contrainte normale et $\dot{\epsilon}$ est le vitesse de déformation. Une façon de calculer la viscosité est donc d'appliquer une force constante normale à une surface et de mesurer la déformation qui en résulte.

La silice

La silice (SiO_2 amorphe) est la référence de la fibre optique. La majorité des fibres optiques qu'on retrouve sont faites de silice. Elles dominent largement l'industrie des télécommunications et bon nombre d'applications les utilise : lasers à fibre, capteurs fibrés, endoscopes, amplificateurs [8]... La silice est un verre amorphe dont la fenêtre de transparence optique s'étend de $0.24\ \mu\text{m}$ à $2\ \mu\text{m}$ [1]. Son minimum d'absorption théorique est de $0.2\ \text{dB/km}$ à $1.5\ \mu\text{m}$. Le raffinement des méthodes de fabrication du verre et des fibres optiques, en plus des milliards de dollars d'investissement ont permis aux fibres commerciales d'atteindre ce minimum [8]. La polyvalence des fibres de silice repose sur plusieurs caractéristiques. Elles possèdent notamment des propriétés chimiques et mécaniques qui la rendent facile à manipuler :

- Une grande stabilité chimique qui permet une uniformité des propriétés d'un lot à l'autre ;
- Une viscosité élevée qui limite la cristallisation ;
- Une bonne résistance en tension ;
- Une résistance aux hautes températures.

Bien que le verre soit un matériau fragile, la silice possède tout de même des propriétés qui la rendent facilement manipulable sous des contraintes externes en tension de l'ordre de plusieurs centaines de GPa [12]. Des décennies de développement ont également mené à une

production à très faible coût et à une technologie mature. Les fibres de silice SM standard coûtent bien en-deçà de 1 \$/m.

Les verres fluorés

Pour pallier la transmission limitée de la silice dans l'IR, il existe d'autres types de verre, dont les verres fluorés. Les verres fluorés sont une famille de verre faits de métaux fluorés. Leurs caractéristiques diffèrent énormément selon leur composition. Nous nous concentrerons donc sur les deux formes fibrées les plus rencontrées : le ZBLAN et le fluoroindate.

Le ZBLAN est un verre fluoré fait des éléments suivants à diverses fractions molaires : ZrF_4 , AlF_3 , BaF_2 , LaF_3 et NaF . Il tient son nom de la première lettre des métaux qui en constituent. La composition molaire de chaque élément produit des verres aux propriétés différentes au sein même des verres de ZBLAN. De plus, les compositions molaires des fibres disponibles sur le marché sont souvent inconnues comme elles constituent un secret industriel. Un exemple de composition typique (% molaire) est le suivant : 53% ZrF_4 , 20% BaF_2 , 20% NaF , 4% LaF_3 et 4% AlF_3 [1].

Les verres de fluoroindate constituent une famille comparable à celle du ZBLAN. Plutôt que d'avoir le fluorozirconate (ZrF_4) comme élément principal de la composition, ils ont le fluoroindate (InF_3), d'où leur nom. Les compositions diffèrent également, mais les éléments qui s'y retrouvent sont principalement les suivants : BaF_2 , InF_3 , GaF_3 , ZnF_2 , YbF_3 et ThF_4 [13–15].

L'avantage indéniable des verres fluorés réside dans leurs propriétés optiques. Ce sont des verres transparents de l'ultraviolet (UV) au MIR : de $0.3\ \mu\text{m}$ à $4\ \mu\text{m}$ pour le ZBLAN et de $0.3\ \mu\text{m}$ à $5.5\ \mu\text{m}$ pour le fluoroindate. De plus, le minimum théorique de pertes est significativement plus faible que celui de la silice : entre 0.01 et 0.001 dB/km selon la composition du verre [16–19]. Cependant, les verres fluorés sont encore sujets aux pertes extrinsèques liées notamment aux défauts du verre [20]. À ce jour, les pertes minimales mesurées sont de 0.45 dB/km à $2.3\ \mu\text{m}$ pour 60 m d'un verre de ZBLAN [20, 21].

Contrairement à la silice qui est un verre simple et stable, le ZBLAN et les verres de fluoroindate sont complexes et beaucoup plus instables et sujets aux impuretés. Autant les propriétés chimiques que mécaniques en souffrent. Une des principales difficultés liée à la fabrication des verres fluorés est la cristallisation, qui affecte les propriétés optiques [22–24]. Les procédés se sont néanmoins raffinés au cours des dernières années pour limiter la cristallisation et optimiser les propriétés optiques lors de la fabrication de fibres optiques de verre fluoré. La viscosité est une autre propriété sensible pour les verres fluorés. Alors que la baisse de la viscosité de la silice se fait sur une plage de plusieurs centaines de degrés [25], celle des verres

fluorés est sur une plage de l'ordre de la dizaine de degrés [26, 27]. La plage de température où la viscosité varie coïncide avec celle où la cristallisation apparaît. La manipulation des verres fluorés en devient donc d'autant plus compliquée. Ce sont également des verres très fragiles et facilement contaminables par des éléments provenant de l'environnement extérieur, particulièrement l'eau qui dégrade le verre [28, 29].

Malgré leurs propriétés chimiques et mécaniques critiques, les verres fluorés se sont taillé une place de choix dans l'univers des fibres optiques pour les applications dans la bande du MIR définie de $2\ \mu\text{m}$ à $5\ \mu\text{m}$. Particulièrement, de multiples sources lasers fibrées dans le MIR ont vu le jour [2] et tracent la voie à de multiples applications à ces longueurs d'onde. Contrairement à la silice, le verre fluoré est une technologie qui n'en est pas à son âge d'or. Les dernières années ont mené à des verres fluorés de plus en plus stables et fiables. Les années à venir offriront certainement des nouvelles avancées dans cette lignée.

Les verres de chalcogénure

Les verres de chalcogénure sont une famille de verre à l'image des verres fluorés : plusieurs compositions existent et forment tout autant de verres aux propriétés différentes d'une composition à l'autre. Les verres de chalcogénure sont faits de deux ou plus éléments de la famille des chalcogènes du tableau périodique : l'arsenic (As), le germanium (Ge), l'antimoine (Sb), le phosphore (P), le tellure (Te), le sélénium (Se) et le soufre (S). Certaines compositions sont plus communes que d'autres, notamment les verres de composition As-S [30–33], As-Se et Ge-As-Se.

Les verres de chalcogénure sont eux aussi une solution à l'opacité de la silice dans le MIR. Leur plage de transparence s'étend de $4\ \mu\text{m}$ à $11\ \mu\text{m}$ selon la composition. Certains verres ont toutefois été optimisés pour couvrir le visible et le proche IR. Les pertes observées sont beaucoup plus élevées que celles des verres fluorés : elles sont de l'ordre de 10 à 100 dB/km [34]. Les propriétés optiques des verres de chalcogénure leur confèrent une utilité aux longueurs plus lointaines dans l'IR.

Les propriétés chimiques et mécaniques des verres de chalcogénures sont semblables à celles des verres fluorés. Ce sont des verres tout aussi fragiles et peu résistants aux hautes températures. Ils sont toutefois plus résistants à l'eau [1].

Comme pour le verre fluoré, les fibres de chalcogénure ont pavé la voie à plusieurs applications dans l'IR. Cependant, en plus des propriétés mécaniques et chimiques qui rendent sa manipulation difficile, le verre de chalcogénure est toxique en raison des éléments chimiques qu'il contient.

Résumé des propriétés

La figure 2.2 présente les pertes dans l'IR pour les verres présentés dans cette section.

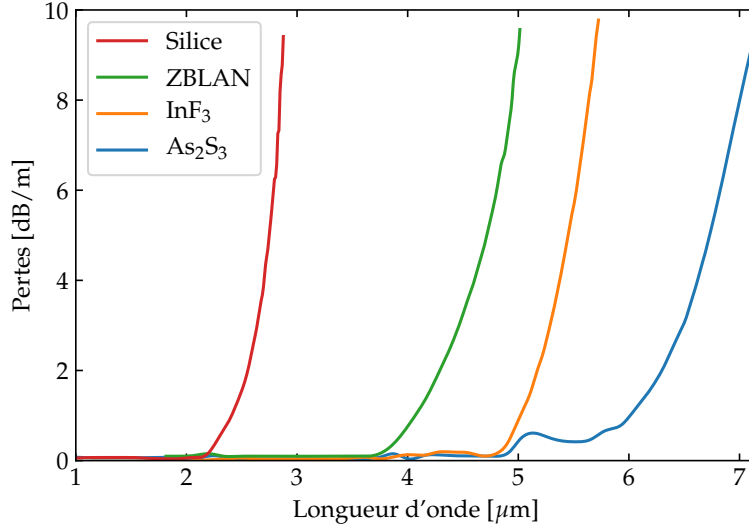


Figure 2.2 Pertes de quatre fibres optiques de différents verres : silice, verre fluoré (ZBLAN et InF₃) et chalcogénure (As₂S₃) dans l'IR. Données tirées de [2].

Le tableau 2.1 résume les propriétés de ces mêmes verres. La température de cristallisation est une propriété spécifique à certains verres et ne semble pas être mesurée pour la silice et le verre de chalcogénure As₂S₃. Plusieurs méthodes existent pour mesurer les propriétés mécaniques comme la ténacité et la dureté. Les propriétés mécaniques mesurées pour le verre de fluoroindate utilisent des méthodologies différentes que celles de la résistance à la rupture fragile et la dureté Knoop. Elles ne sont donc pas présentées dans le tableau. Il est toutefois attendu que les fibres de fluoroindate soient légèrement plus résistantes que celles

Tableau 2.1 Propriétés des verres communément utilisés pour des fibres optiques. Toutes les propriétés viennent de la référence [1] à moins d'indication contraire.

Propriétés	Silice	Verre fluoré		Chalcogénure As ₂ S ₃
		ZBLAN	InF ₃	
Transmission [μm]	0.24 – 2.0	0.25 – 4.0	0.3 – 5.5 [35]	0.8 – 7 [36]
Pertes minimales [dB/km]	0.2	0.45 [20,21]	≈ 45 [15]	≈ 10 - 100 [34]
Température de transition vitreuse (T _g) [°C]	1175	≈ 259	≈ 300 [15]	180
Température de cristallisation (T _x) [°C]	–	≈ 359	≈ 400 [14]	–
Résistance à la rupture fragile [MPa√m]	0.72	0.32	–	0.2
Dureté Knoop [GPa]	600	225	–	109

de ZBLAN. Des tests de résistance à la traction selon le protocole de télécommunications FOTP-28 révèlent une résistance entre 100 et 135 kpsi pour les fibres de fluorindate et de 90 à 100 kpsi pour le ZBLAN [15].

Étant donné sa fenêtre de transparence élargie, ses propriétés mécaniques supérieures à celles du chalcogénure, sa non-toxicité et son potentiel d'applications, le verre fluoré offre un fort potentiel de recherche et commercial pour les applications autant dans le visible que dans le MIR. Toutes ces raisons justifient le choix du verre fluoré comme objet d'étude pour ce mémoire de maîtrise.

2.2 Les coupleurs directionnels

Les coupleurs directionnels sont des composants en fibre optique agissant à titre de «carrefour» pour la lumière. Ils permettent le transfert de puissance entre N entrées et M sorties. Leur polyvalence réside dans l'architecture tout-fibre qu'ils permettent. À ce jour, il existe deux types de coupleurs : les coupleurs polis et les coupleurs fusionnés.

2.2.1 Les coupleurs polis

Les coupleurs polis sont un premier type de coupleurs directionnels. La figure 2.3 montre un coupleur poli. Leur fonctionnement repose sur deux fibres optiques polies et alignées. Les deux fibres sont maintenues dans un liquide dont l'indice de réfraction est similaire à celui de la gaine. Le couplage dépend de la distance latérale et de la hauteur entre les deux coeurs. L'alignement des fibres optiques est donc crucial pour obtenir le couplage désiré.

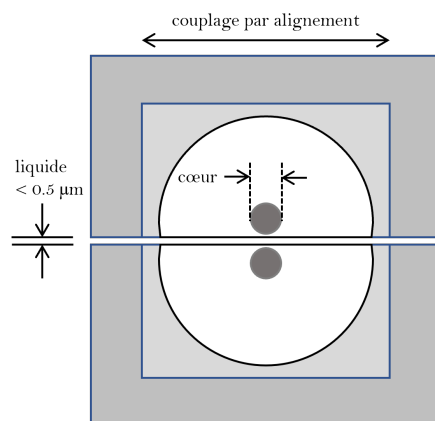


Figure 2.3 Schéma d'un coupleur poli

Les coupleurs polis en fibre de silice sont connus depuis plusieurs décennies [37]. Leur fabri-

cation ne requiert pas de procédé à haute température et ils sont facilement adaptables en changeant l'alignement des fibres. Les premières preuves de concept de coupleurs en fibre de verres fluorés et de chalcogénure sont donc des coupleurs polis [38–40]. L'alignement précis que requièrent les coupleurs polis limite leur utilisation à des conditions très contrôlées. Ils ne sont donc pas de bons candidats pour des applications hors laboratoire.

2.2.2 Les coupleurs fusionnés

Les coupleurs fusionnés sont des composants tout-fibre faits de deux (ou plus) fibres optiques fusionnées ensemble, puis étirées jusqu'à la géométrie désirée pour que le couplage opère. Une fibre étirée est communément appelée «fibre effilée» ou en anglais, *taper*. La figure 2.4 illustre un coupleur fusionné.

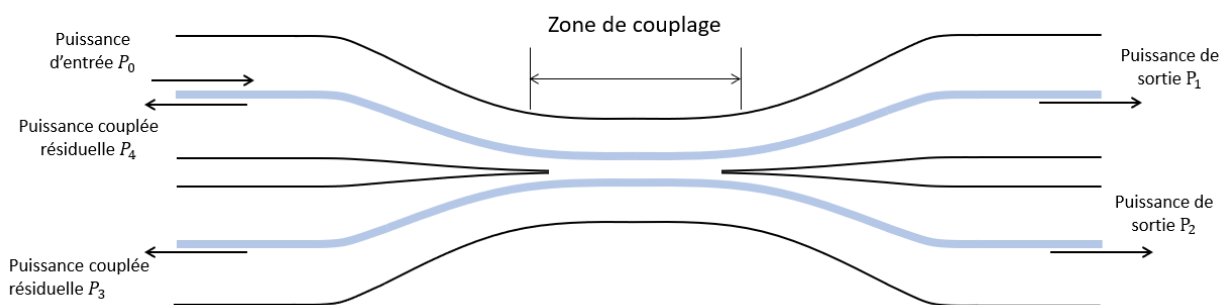


Figure 2.4 Schéma d'un coupleur fusionné 2×2. Le couplage opère dans la partie fusionnée délimitée par la zone de couplage. La section en bleu représente les coeurs.

Utilité des coupleurs

Au cours des dernières décennies, les coupleurs fusionnés ont favorisé l'avènement de technologies optiques hors des laboratoires. L'architecture tout-fibre rendue possible offre des systèmes robustes, durables, fiables et facilement commercialisables.

Les coupleurs et autres composants fusionnés agissent en tant qu'alternative fibrée aux optiques utilisées en air libre. Par exemple, une lame séparatrice devient un coupleur en puissance, les filtres interférentiels sont des coupleurs spécifiques en longueur d'onde...

Plusieurs secteurs ont bénéficié de coupleurs fusionnés. Celui des télécommunications en est le principal. Les coupleurs sont autant utilisés pour l'amplification que le multiplexage et le démultiplexage des signaux [8]. Ils sont également utilisés dans des capteurs fibrés, parmi ceux-ci

les capteurs de déformation et de température [41–44]. Le milieu biomédical est également de ceux utilisant les coupleurs fusionnés. Nombre d'applications sont maintenant fibrées et en route vers le milieu clinique. Un exemple est la tomographie par cohérence optique (OCT), une technique d'imagerie médicale non invasive utilisée notamment en ophtalmologie [45]. L'OCT fonctionne par interférométrie : une source large bande envoyée à un échantillon est réfléchi par celui-ci. En faisant interférer le signal rétro-diffusé de l'échantillon avec le signal d'origine traversant un parcours optique de même longueur, l'échantillon peut être imagé sur quelques millimètres de profondeur. L'OCT repose sur l'interféromètre de Michelson. Un montage en optique à l'air libre nécessite beaucoup d'alignement. L'utilisation de coupleurs fusionnés comme le montre la figure 2.5 offre un système compact et robuste.

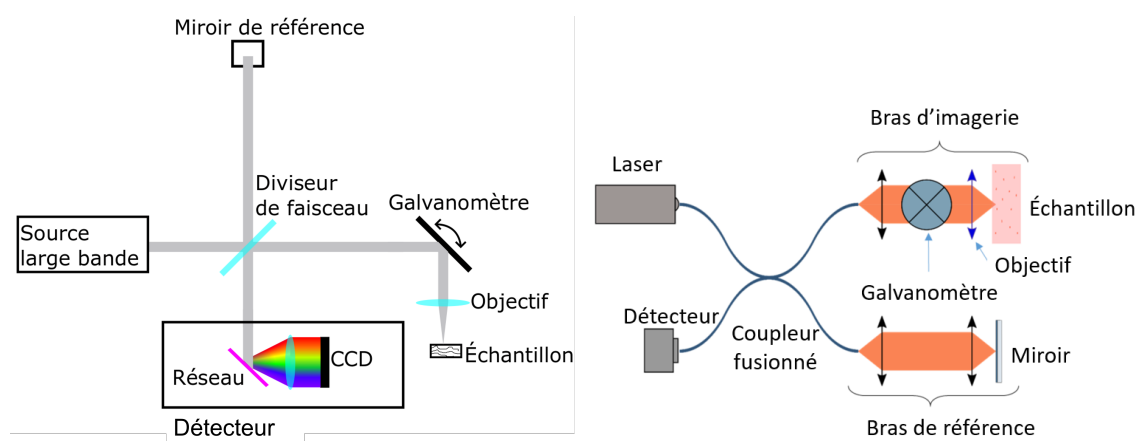


Figure 2.5 Schéma typique d'un OCT à propagation en air libre (gauche) et d'un OCT fibré (droite). L'OCT fibré nécessite beaucoup moins d'alignement en utilisant une configuration fibrée. Images reproduites avec permission de [3] (gauche) et [4] (droite).

Le développement de coupleurs plus spécialisés comme le coupleur à fibre optique double-gaine permet également d'avoir des méthodes bimodalités [46–50] qui raffinent les méthodes de diagnostic ou permettent la chirurgie localisée en un système.

Fabrication des coupleurs fusionnés

Jusqu'à présent, seuls les coupleurs fusionnés en fibre de silice ont été commercialisés. Leur utilisation est donc réservée aux applications dans le visible et le proche IR. Le procédé pour les fabriquer n'est pas encore adapté aux verres utilisés dans le MIR, comme le chalcogénure et les verres fluorés. Les coupleurs fusionnés en silice sont fabriqués à haute température pour fusionner, puis étirer le verre. La variable la plus importante à contrôler est la viscosité : d'une part elle est déterminée par la température à laquelle les fibres sont chauffées, d'autre part,

elle affecte la force à appliquer lors de l'étirage. Pour la silice dont la viscosité varie peu sur de petites plages de température, le choix de température n'est pas critique. Par contre, pour les verres fluorés et les verres de chalcogénure, quelques degrés de différence changent drastiquement la viscosité aux températures de procédé [26, 27, 51, 52].

Les trois méthodes de chauffage utilisées à ce jour pour fabriquer des coupleurs fusionnés en silice sont [53, 54] :

- Par flamme ;
- Par filament électrique ;
- Par laser CO₂.

Le chauffage par flamme est le plus fréquent. Une flamme de propane ou de butane à la sortie d'une micro torche chauffe les fibres en les balayant sur une longueur donnée. La température de flamme élevée convient bien aux fibres de silice dont la température de transition vitreuse se situe au-delà de 1000 °C. Parmi les désavantages du chauffage par flamme, il y a notamment la contamination des fibres par les produits de la combustion et le faible contrôle sur la température de la flamme.

Les fibres peuvent également être chauffées par le biais d'un filament électrique [54]. Des stations de travail du verre utilisant des filaments résistifs sont même commercialisées [55]. Les premiers coupleurs fusionnés en chalcogénure et en verre fluoré ont d'ailleurs été fabriqués à partir de cette méthode [56]. Cependant, aucun résultat subséquent n'a été reporté et les pertes sont élevées. Par ailleurs, la sensibilité en température reste proche de ± 5 °C, ce qui est encore trop élevé pour ces fibres.

La troisième méthode utilise un laser CO₂ pour chauffer les fibres optiques [57]. Cette technique est moins courante que celles mentionnées précédemment. Comme les deux autres méthodes, le contrôle en température s'avère critique. Des composants en fibre de chalcogénure ont tout de même pu être réalisés, soit des microsphères fabriquées à partir de fibre effilées [58, 59]. Cependant, l'utilisation d'un laser nécessite une boucle de rétroaction pour que le faisceau s'adapte au diamètre variant du composant en fabrication. L'ajout d'un laser et d'une telle boucle de rétroaction offrent de nombreux défis techniques, particulièrement dans un laboratoire comme celui du LFO où les composants sont historiquement fabriqués en utilisant des flammes. Par ailleurs, les lasers ont généralement une variation de 5% sur la stabilité de la puissance. Le contrôle de la puissance laser à une précision suffisante est un problème non résolu, d'autant plus critique pour des fibres de verre fluoré.

Les méthodes classiques utilisées pour fabriquer des composants fusionnés ne s'avèrent pas être des solutions envisageables pour la conception de coupleurs en verre fluoré. Dernièrement, le développement de coupleurs en chalcogénure a été reporté dans la littérature [60–62]. Les

coupleurs fabriqués ont en commun la même méthode : ils sont chauffés par le biais d'un jet de gaz. Le contrôle de température plus sensible convient à ces verres aux propriétés mécaniques critiques. À notre connaissance, aucun composant en verre fluoré n'a été fait de cette méthode. Ses propriétés semblables à celles des fibres de chalcogénure appuient favorablement l'utilisation de cette technique pour la fabrication de coupleurs en verre fluoré.

Fibres effilées

Par-delà les coupleurs fusionnés, les fibres effilées sont en elles-mêmes des composants utilisés pour diverses applications. La figure 2.6 illustre une fibre effilée avec ses différentes sections : les zones de transition et l'étranglement (*waist* en anglais), sa section la plus petite. À l'étranglement, la lumière est guidée que par la gaine qui se confond avec le coeur. Si les zones de transition menant à l'étranglement sont suffisamment douces, la lumière qui y est guidée y restera confinée. On dira donc de la fibre effilée qu'elle est adiabatique. Autrement, des pertes sont observées. La fibre effilée est alors non-adiabatique. Selon les applications, des fibres effilées adiabatiques ou non-adiabatiques sont utilisées.

Parmi les applications possibles, on compte notamment des capteurs de température [63], d'humidité [64], la mesure d'indice de réfraction [65], la détection de molécules [66]. Les lasers à fibre bénéficient également des fibres effilées, particulièrement comme combinateur de pompe [67]. Un premier combinateur silice-ZBLAN à partir d'une fibre effilée de silice pave la voie des premiers lasers tout-fibre dans le MIR [68].

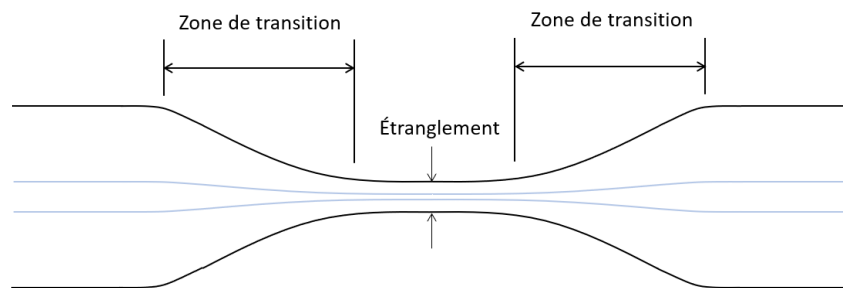


Figure 2.6 Schéma d'une fibre effilée. Le coeur est délimité par la partie en bleue. À l'étranglement, le coeur devient si petit que la lumière est guidée par la gaine.

CHAPITRE 3 TRAVAUX INITIAUX

Ce chapitre présente les travaux qui ont mené à l'expérience principale du chapitre 4. La simulation et la caractérisation de la source de chaleur ont d'abord permis de déterminer les paramètres du profil de température chauffant la fibre optique. Un algorithme dans le langage *Python 3.x* a de plus été développé pour étudier la viscosité de fibres optiques via leur déplacement. Finalement, les diverses causes d'erreurs possibles dans les mesures sont quantifiées.

3.1 Caractérisation de la source de chaleur

3.1.1 Étalonnage

La source de chaleur utilisée est un fusil à air chaud (W.E.P 858D). Deux types de température sont à distinguer sur le fusil à air chaud : la température de commande et la température de sortie. La température de commande correspond à la commande envoyée sur le fusil à air chaud. Il est possible d'envoyer des températures de 100 °C à 500 °C. La température de sortie correspond à la température en sortie mesurée à l'emplacement de la fibre optique sur le montage. Le fusil à air chaud souffle l'air à 8 débits différents. Les débits n'ont pu être quantifiés par les instruments de mesure disponibles (débitmètre à section variable) comme ils étaient trop faibles. Cependant, la température de sortie a été caractérisée pour trois débits différents, soit les débits 1, 4.5 et 8 qui correspondent au débit minimal, débit moyen et débit maximal. Un thermocouple type-K a été utilisé pour mesurer la température. La Fig 3.1 présente le montage utilisé.

Le montage de base utilisé est une des stations d'étirage du Laboratoire des Fibres Optiques (LFO). Les fibres optiques sont traditionnellement posées dans les rainures en V (*V-grooves*) des blocs jaunes et tenues en place par les clapets au-dessus. Le thermocouple placé à l'endroit d'une fibre optique permet de mesurer la température à la fibre optique. Un thermocouple fonctionne par le biais d'une soudure entre deux métaux différents. Les points gris sur le montage représentent les soudures avec le cuivre qui mène à l'afficheur. Les segments bleu et rouge sont les deux métaux de nature différente reliés par une soudure chaude placée à l'endroit le plus chaud en sortie du fusil à air chaud, c'est cette soudure qui permet de mesurer la température. La température est lue sur l'afficheur (Omega HH11). Le fusil à air chaud est quant à lui placé sur une structure qui bouge dans les trois axes grâce à des moteurs dont la précision est d'un micron. Les moteurs sont contrôlés par un logiciel maison.

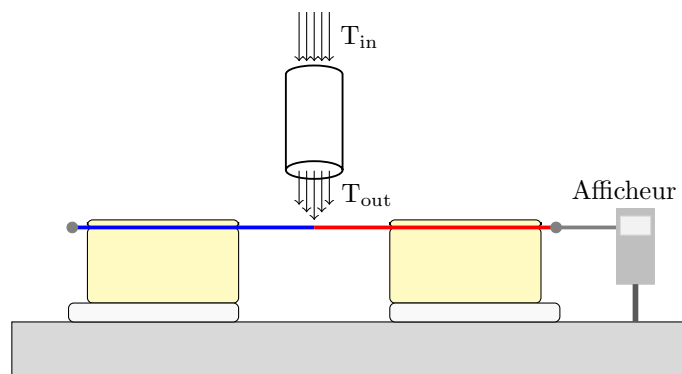


Figure 3.1 Montage utilisé pour mesurer la température en sortie du fusil à air chaud. Un thermocouple de type K est positionné de sorte que la soudure chaude entre les métaux (rouge et bleu) soit au point le plus chaud. Les soudures entre les métaux et le cuivre sont représentées par des cercles gris.

Les trois axes sont nommés «hauteur», «balayage» et «approche». La hauteur correspond à la distance sur l'axe vertical entre le fusil et la fibre optique (ou le thermocouple, en se référant à la figure 3.1). Le balayage est l'axe horizontal. L'approche permet de rapprocher ou de reculer le fusil de la fibre. Elle n'est pas représentée sur le schéma comme ce dernier est en deux dimensions. La figure 3.2 présente la température de sortie selon la température de commande pour les trois débits.

Les trois courbes de caractérisation suivent une tendance linéaire sur la plage de température mesurée. La température de sortie des trois débits est supérieure de plusieurs dizaines de degrés de la température minimale de commande ($100\text{ }^{\circ}\text{C}$). Une règle du pouce approximative pour les courbes de débit minimal et moyen est que l'augmentation de $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ de la température de commande entraîne une augmentation de $3\text{ }^{\circ}\text{C}$ de la température de sortie. Cette valeur est plus proche de $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour la courbe de caractérisation maximale. L'incertitude de mesure évaluée sur la température mesurée est de $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

3.1.2 Profil de température

La figure 3.3 présente le profil de température en sortie du fusil à air chaud (gauche) et la décroissance en température à la fibre en éloignant le fusil à air chaud en suivant son axe (droite). Le profil latéral est mesuré en déplaçant latéralement le fusil à air chaud de part et d'autre de la soudure du thermocouple. Le profil obtenu est symétrique autour de la position du maximum de température, normalisée à 0 mm . La température reste maximale sur une distance de -0.25 mm à 0.25 mm . La section de la fibre chauffée à une même température

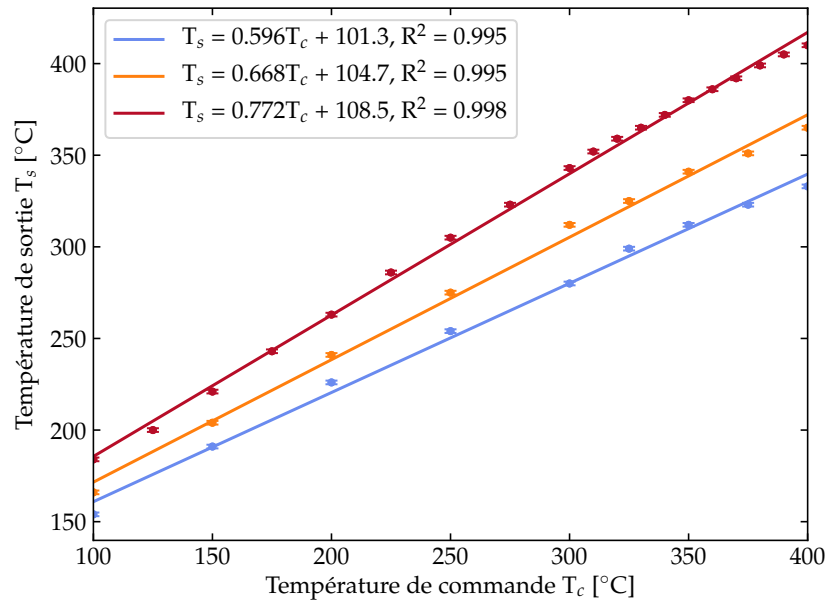


Figure 3.2 Caractérisation de la température de sortie selon la température de commande pour les débits minimum (bleu), moyen (orange) et maximum (rouge) du fusil à air chaud.

est donc de $L_0 = 0.5$ mm, avec une variation de 2°C sur la température. La décroissance en température est elle aussi rapide. La diminution de 10°C par rapport à la température maximale s'observe sur une distance inférieure à 4 mm. Combinées au profil latéral, les données obtenues montrent que la position du fusil à air chaud est critique pour avoir une température répétable à la fibre optique lors de manipulations.

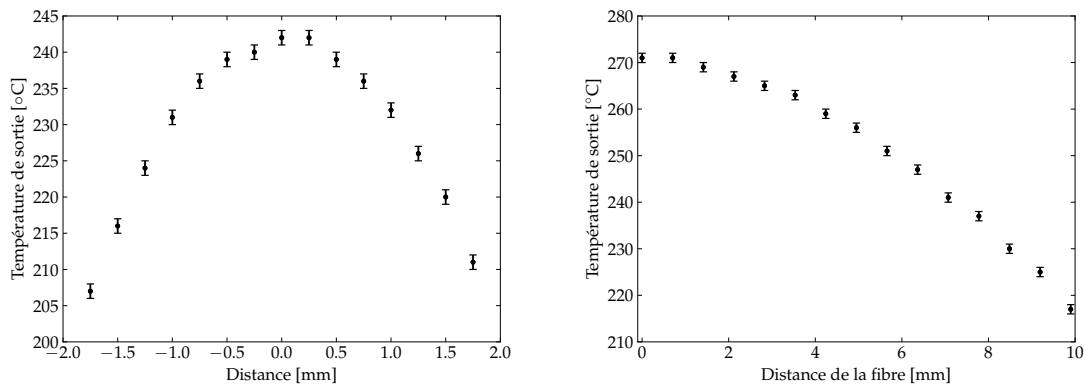


Figure 3.3 Variation de la température selon la distance du fusil à air chaud par rapport à la fibre. L'incertitude sur les mesures est de 1°C .

3.1.3 Stabilité

La figure 3.4 montre la stabilité de la température de sortie du fusil à air chaud pour chaque minute pendant 45 minutes. En excluant les variations à l'intérieur de l'incertitude de mesure (en bleu), une augmentation graduelle de la température est observée avec le temps. À l'intérieur d'une courte expérience, la température est donc suffisamment stable. Si le fusil à air chaud est allumé sur de longues périodes, la température mesurée à la fin de la période sera supérieure à celle à son début.

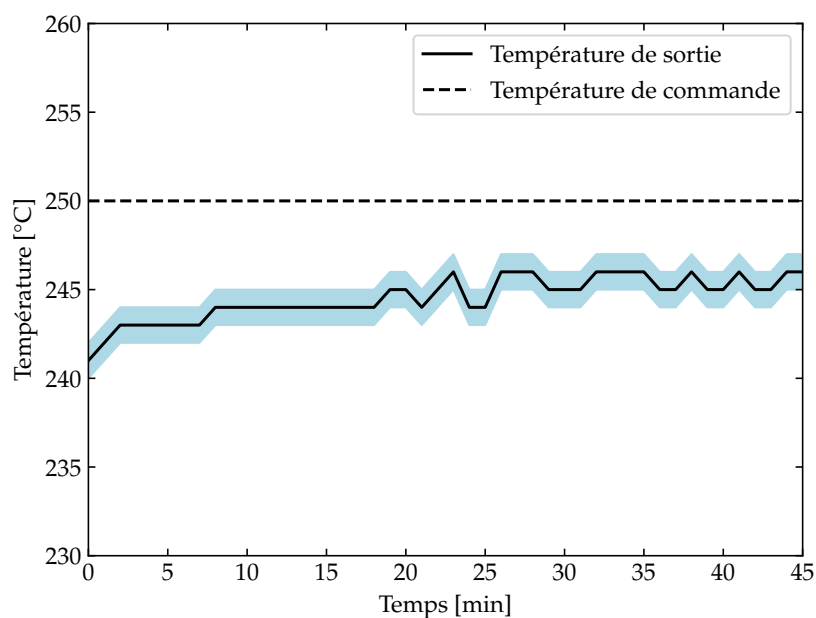


Figure 3.4 Température de sortie du fusil à air chaud pendant 45 minutes pour une même température de commande. L'incertitude sur la température est identifiée par le contour bleu.

3.1.4 Erreur de biais

Les diverses expériences de caractérisation ont révélé une erreur de biais sur la température de sortie. Bien que le thermocouple soit positionné sur les blocs de façon à reproduire la fibre optique telle qu'elle est placée, il est à quelques millimètres au-dessus de la position réelle de la fibre optique. La soudure entre les deux métaux est à un petit angle par rapport à la position horizontale de la fibre optique. Les températures mesurées agissent plus comme des valeurs relatives les unes par rapport aux autres que des valeurs de référence. Le meilleur guide est d'observer les changements physiques à la fibre optique lorsqu'elle est chauffée et d'ajuster la température de commande en conséquence.

3.2 Méthode expérimentale

L'expérience présentée dans le chapitre suivant s'appuie sur la déformation d'une fibre optique chauffée soumise à une contrainte normale, afin de mesurer la viscosité. La déformation s'observe par l'élongation de la fibre sous une force constante. Les conditions expérimentales de chauffage et d'acquisition du déplacement sont d'abord présentées. Par la suite, l'algorithme utilisé pour extraire les données de position (déformation) et leur post-traitement est expliqué, puis caractérisé et testé.

3.2.1 Paramètres de chauffage

La caractérisation de la source de chaleur permet d'identifier les paramètres optimaux pour chauffer la fibre optique. Le débit minimum est celui choisi comme il permet une plus grande sensibilité sur la température. La fibre optique reste également mieux en place sur le montage. Il a été observé à plusieurs reprises que la fibre bougeait sous l'influence du jet d'air chaud à des débits plus élevés. Afin d'assurer la stabilité de la source de chaleur, tous les tests sont effectués au minimum de 1 h après que le fusil à air chaud soit allumé. Enfin, la position du fusil par rapport à la fibre optique reste le paramètre le plus sensible et le plus arbitraire. L'important est de toujours conserver la même position d'approche et de hauteur du fusil à air chaud d'un essai à l'autre.

3.2.2 Paramètres d'acquisition

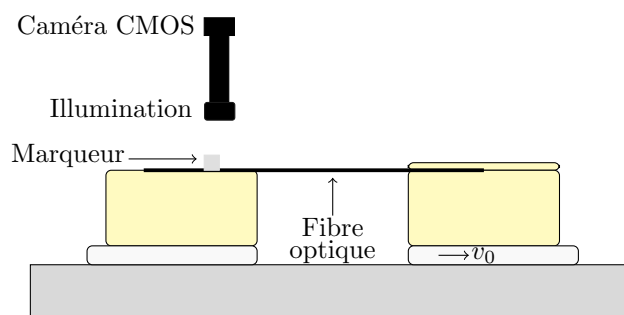


Figure 3.5 Montage typique utilisé pour établir la méthode expérimentale. Une fibre optique avec un marqueur blanc est tenue en place par le clapet du bloc de droite. Le bloc de droite se déplace à vitesse constante v_0 pendant que la caméra enregistre le déplacement du marqueur. Aucun chauffage n'est appliqué comme la fibre est tirée linéairement.

La variable d'intérêt à étudier ici est le déplacement d'une fibre optique. Pour ce faire, le montage de la figure 3.5 montre les différents éléments du montage utilisés pour étudier le

déplacement. Une fibre optique est posée sur le montage et tenue par le bloc de droite. Un ruban blanc est collé à la fibre optique : c'est le marqueur utilisé comme point de repère pour suivre son déplacement. Une caméra CMOS surplombe la fibre de façon à ce que le marqueur blanc soit à une extrémité du champ de vue. La caméra est elle-même reliée à un ordinateur et contrôlée par le logiciel *ThorCam*. Le déplacement est suivi en enregistrant une vidéo à une fréquence donnée. La série d'images enregistrée est sous format d'un fichier multi-images (.tif). Les paramètres d'acquisition de la vidéo ont été optimisés, afin de limiter les pertes d'images. Bien que le fabricant mentionne une erreur négligeable sur la fréquence d'acquisition, celle-ci est couramment affectée par un taux d'images non enregistrées (*dropped frames*) qui peut aller au-delà de 50%. Plusieurs facteurs affectent ce taux, notamment les paramètres d'illumination comme le temps d'exposition et l'horloge de pixels (*pixel clock*), de même que les caractéristiques de l'ordinateur utilisé pour acquérir les données. Le tableau 3.1 présente les réglages de ThorCam et les caractéristiques de l'ordinateur pour atteindre un taux d'images non enregistrées de 0%. À titre indicatif, les mêmes paramètres d'acquisition utilisés avec un ordinateur de 4 Go de mémoire vive et un CPU de 1.60 GHz mènent à un taux d'images non enregistrées d'environ 10%.

Tableau 3.1 Paramètres d'acquisition et caractéristiques de l'ordinateur utilisés

Paramètres ThorCam	
Horloge de pixels [MHz]	20
Fréquence d'acquisition [fps]	10
Temps d'exposition [ms]	5
Sous-échantillonnage	50% sur tous les pixels
Caractéristiques de l'ordinateur	
CPU	2.50 GHz
Mémoire vive	8.00 Go
Images non enregistrées	0%

3.2.3 Algorithme

L'expérience présentée dans le chapitre suivant requiert un algorithme capable de suivre le déplacement d'une fibre optique enregistré sous format multi-images. Le langage de programmation *Python 3.x* est utilisé pour la conception de l'algorithme en raison de ses multiples bibliothèques de traitement d'images (OpenCV) et de traitement de données scientifiques (Numpy, Pandas, SciPy, Matplotlib), sa syntaxe de haut niveau, sa communauté dynamique et sa liberté d'accès.

Traitement d'images

Pour extraire la position du marqueur à chaque image, le fichier multi-images est d'abord importé dans *Python 3.x* et lu par la librairie *OpenCV*. Chaque image du fichier multi-images est encodée en format 1280×1024 pixels en échelle de gris de 8-bit. Le fichier multi-images est donc traité comme une série de N matrices où chaque matrice correspond à une image et chaque élément est un chiffre en 0 et 255, où la valeur de 0 est un pixel noir et 255 est un pixel blanc. La première image est ensuite affichée à l'écran et l'utilisatrice sélectionne quelques lignes sur toute la longueur de l'image. La figure 3.6 montre la fibre optique et le marqueur blanc tels que vus à la caméra. La ligne bleue correspond à une sélection possible de lignes par l'utilisatrice. La bande noire sous le marqueur permet maximiser le SNR du marqueur sur le fond de l'image. La lumière réfléchiée par le bloc comme dans le bas de l'image nuisait au discernement du marqueur sur l'image.

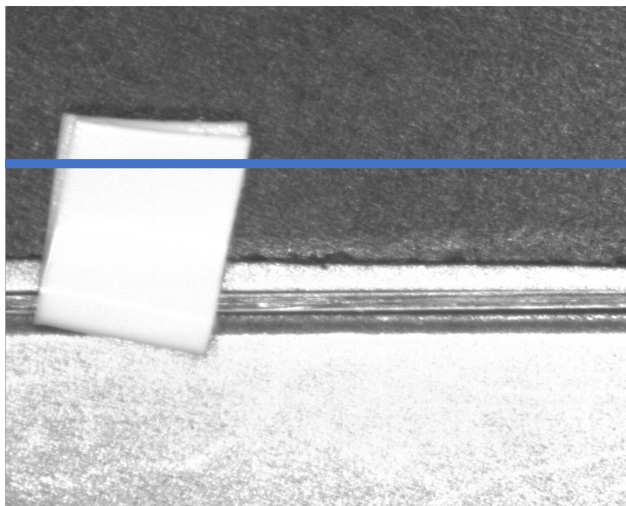


Figure 3.6 Fibre optique et son marqueur tels que vu à la caméra. La ligne bleue correspond à la section utilisée pour l'analyse de la position à travers le fichier multi-images.

La même procédure est ensuite appliquée à chaque image du fichier multi-images : la dernière image du fichier, qui correspond au fond de l'image sans le marqueur, est soustraite à l'image analysée pour enlever le bruit de fond et autres composants statiques. Les n lignes de pixels sélectionnées sont représentées par la matrice A de taille $n \times 1280$:

$$A = \begin{bmatrix} a_{1,1} & \dots & a_{1,1280} \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ a_{n,1} & \dots & a_{n,1280} \end{bmatrix}. \quad (3.1)$$

Les opérations suivantes sont couramment utilisées pour des algorithmes de détection de contour (*edge detection*). Comme le marqueur contraste avec le fond de l'image, il peut être détecté en suivant le gradient sur l'axe des x de la matrice A . La librairie *OpenCV* de *Python* 3.0 possède une fonction qui effectue le gradient en appliquant un filtre de type Sobel [69]. Le filtre Sobel utilise une petite matrice de convolution (*kernel*) et l'applique à l'ensemble de la matrice A . Le résultat est une matrice G_x de taille 1×1280 . La matrice G_x est enfin élevée au carré élément par élément, tel que

$$G_x^2 = [g_{1,1}^2 \quad \dots \quad g_{1,1280}^2], \quad (3.2)$$

pour différencier les transitions du bruit. La figure 3.7 montre la matrice résultante G_x^2 à gauche. Les deux maximum qui s'en dégagent correspondent aux transitions entre l'arrière-plan noir et le marqueur blanc. Les lignes rouges sur l'image de droite sont les positions des deux maximum. La position du premier des deux maximum en balayant de gauche à droite est enregistrée, ainsi que la distance entre les deux maximum. Cette dernière correspond à la largeur du marqueur. En répétant ces opérations sur les N images du fichier multi-images, la position est reconstruite pour chaque image.

Traitement de données

La figure 3.8 montre les deux graphiques résultants de l'analyse des N images. La largeur du marqueur selon l'image est constante, jusqu'aux dernières images. Dans la série de données analysées, le marqueur ne quittait pas complètement l'image de sorte que le premier des deux maximum continuait à être indexé, mais le deuxième était une valeur arbitraire sans lien avec la deuxième extrémité du marqueur. Un autre cas de figure commun provoque des données aberrantes. Il arrive que du bruit aléatoire non filtré par la soustraction de l'arrière-plan fausse les données de position. Une façon efficace de repérer les données aberrantes est en se fiant à la largeur du marqueur. Si la largeur est significativement différente, le point est enlevé en post-traitement des données de position.

La figure 3.9 montre les données de la figure 3.8 sans les points aberrants. Comme la taille du marqueur doit rester constante, tous les points de position liés à des largeurs de marqueur inférieures à 135 pixels ont été retirés. La courbe obtenue est ainsi conséquente avec le mouvement du marqueur observé.

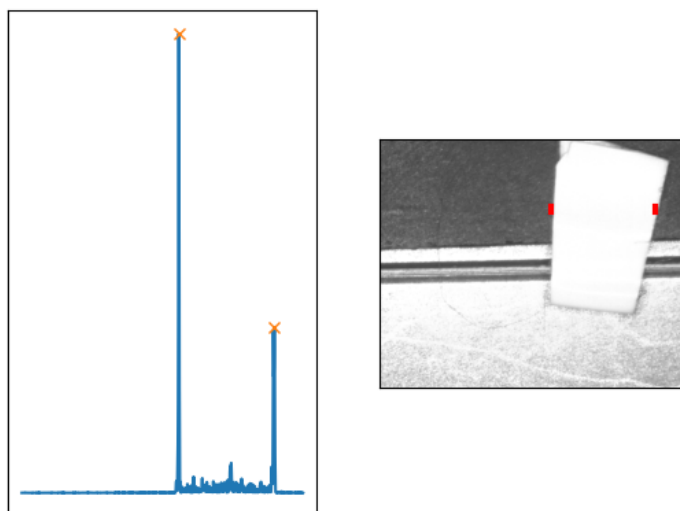


Figure 3.7 Gradient élevé au carré (gauche) de la section de l'image analysée et maximum portés sur l'image (droite). L'axe des y de la figure de gauche est arbitraire. L'algorithme permet de bien repérer les bords du marqueur.

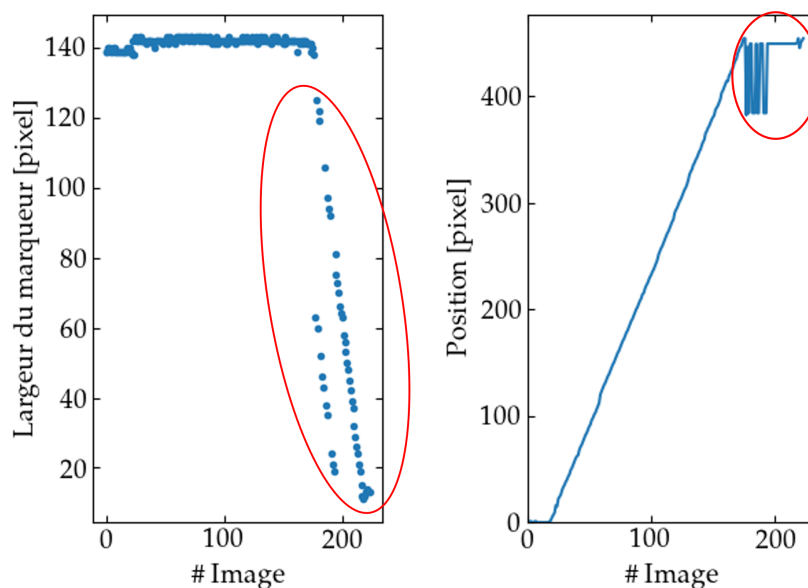


Figure 3.8 Données extraites par l'algorithme d'analyse d'images. À gauche, la largeur du marqueur selon l'image. À droite, la position selon l'image. Les données aberrantes sont encerclées en rouge.

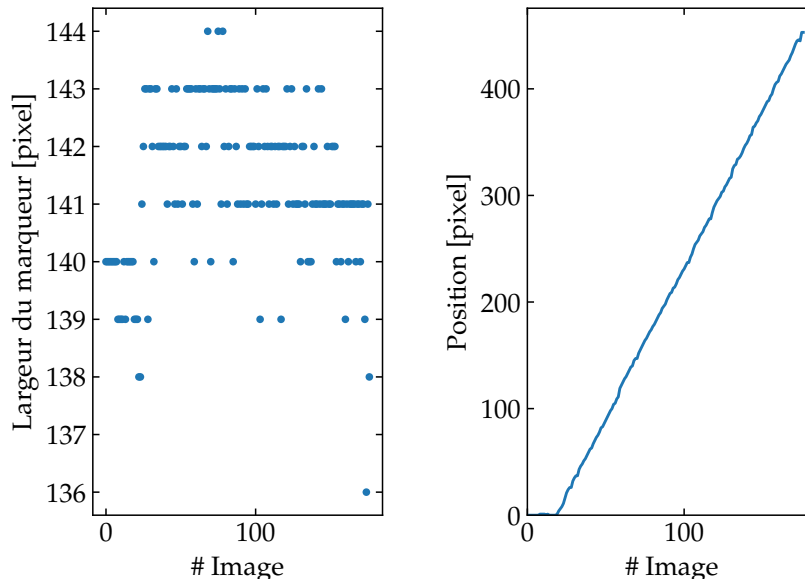


Figure 3.9 Mêmes données extraites qu'à la figure 3.8. Les données aberrantes ont été retirées manuellement.

Échelle temporelle

L'axe des abscisses des figure 3.8 et 3.9 est le numéro de l'image. Pour passer à une échelle temporelle, les valeurs à 0 sont supprimées pour ramener le début de la courbe de déplacement à l'origine. Enfin, la fréquence d'acquisition de $f = 10$ frame per second (fps) permet de retrouver l'information temporelle, tel que

$$t_n = \frac{n}{f}, \quad (3.3)$$

où n est le numéro de l'image du fichier multi-images et t_n la valeur temporelle qui y sera associée.

Facteur de calibration

La dernière étape consiste à convertir les valeurs de pixels en millimètres. Afin de trouver le facteur de calibration permettant de passer des pixels aux mm, une règle a été placée et plusieurs images ont été enregistrées. La figure 3.10 en montre un exemple.

Le logiciel *ImageJ* a été utilisé pour tracer le profil du niveau de gris selon la position le long de la règle. En sachant que les minimums correspondent aux graduations, on retrouve

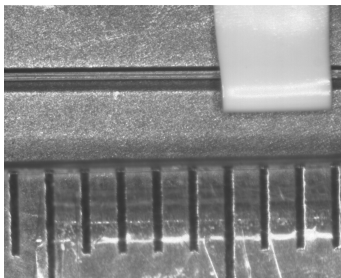


Figure 3.10 Image du marqueur et de la règle. Les graduations sur la règle sont utilisées pour trouver le facteur de calibration de l'image.

la distance en pixels entre deux graduations. La figure 3.11 montre le profil de la règle ainsi que la distance entre deux minimum. La position de chaque minimum correspond au milieu de la largeur de la graduation. La graduation s'observe par les plateaux autour de niveaux de gris de 60.

L'équation (3.4) permet d'obtenir le facteur de calibration en mm/pixel à partir de la distance entre deux graduations :

$$c = \frac{1}{\Delta p}. \quad (3.4)$$

L'incertitude sur la distance Δp est de 10 pixels. Elle prend en compte la variation possible de la position de chaque minimum sélectionné. Un échantillon de 37 images de règle permet de trouver un facteur de calibration de 0.00748 mm/pixel. Par contre, les images utilisées pour trouver l'échelle sont acquises à plein échantillonnage, alors que les données sont sous-échantillonnées. Le facteur de calibration devient donc $c = 0.01497$ mm/pixel.

La courbe de déplacement selon le temps est finalement obtenue en multipliant chaque position enregistrée par le facteur de calibration.

3.2.4 Calcul des incertitudes

L'incertitude totale sur le déplacement se calcule en suivant la méthode du Bureau international des poids et mesures (BIPM) [70]. Le BIPM définit deux types d'incertitudes :

- Les incertitudes de type A liées à l'analyse statistique ;
- Les incertitudes de type B venant de tout autre au moyen d'analyse (par exemple, l'incertitude spécifiée par le fabricant).

Un mesurande Y est déterminé à partir de N grandeurs X_1, X_2, \dots, X_N à travers une fonction f . La valeur de Y peut être estimée à partir des observations x_1, x_2, \dots, x_N . L'estimation est

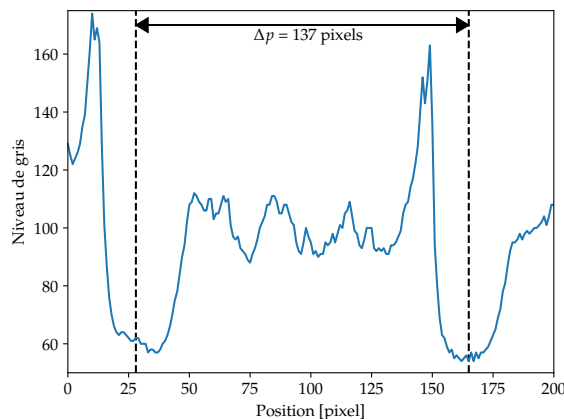


Figure 3.11 Profil vertical entre deux graduations de la règle. La distance de 137 pixels équivaut à 1 mm.

donc donnée par

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_N), \quad (3.5)$$

où chaque x_i correspond à la moyenne arithmétique des observations, telle que

$$x_i = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n X_{ik} = \bar{X}_i. \quad (3.6)$$

Pour une incertitude de type A, l'incertitude sur x_i est l'écart-type (s) à la moyenne, soit :

$$u(x_i) = s(x_i = \bar{X}_i) = \sqrt{\frac{s^2(X_{ik})}{n}} = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{k=1}^n (X_{ik} - \bar{X}_i)^2}. \quad (3.7)$$

Pour les incertitudes de type B sur une observation x_i , l'incertitude $u(x_i)$ est déterminée à partir d'un jugement scientifique fondé sur les variabilités possibles dans la mesure.

L'incertitude totale sur une estimation y , composée de plusieurs grandeurs d'entrées, se calcule ainsi :

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i)}. \quad (3.8)$$

L'estimation y est ici la valeur de déplacement ΔL qui s'obtient par la fonction f suivante :

$$\Delta L = c \cdot (L(t) - L_0). \quad (3.9)$$

où c est le facteur de calibration et $(L(t) - L_0)$, les données brutes mesurées ramenées à l'origine. En remplaçant c dans l'équation (3.9) par son expression dans l'équation (3.4), on obtient la fonction qui servira à calculer l'incertitude :

$$\Delta L = \frac{(L(t) - L_0)}{\Delta p}. \quad (3.10)$$

Les incertitudes identifiées sur les variables de l'équation (3.10) sont les suivantes :

- Type A : Incertitude statistique sur la valeur de Δp ;
- Type B : Incertitude sur la position des deux minimum dans la figure 3.11.

L'incertitude statistique sur la valeur de $\overline{\Delta p} = 133.6$ pixels se calcule à partir de l'équation (3.8) sur un échantillon de 37 valeurs de Δp . Une valeur de 0.5 pixel est trouvée. L'incertitude de type B sur Δp a été évaluée à 10 pixels. L'incertitude totale se calcule ainsi :

$$u_c(\Delta L) = \sqrt{\left(\frac{0.5(L(t) - L_0)}{133.6^2}\right)^2 + \left(\frac{10(L(t) - L_0)}{133.6}\right)^2}. \quad (3.11)$$

La figure 3.12 présente les données finales telles que traitées par l'algorithme avec leur incertitude.

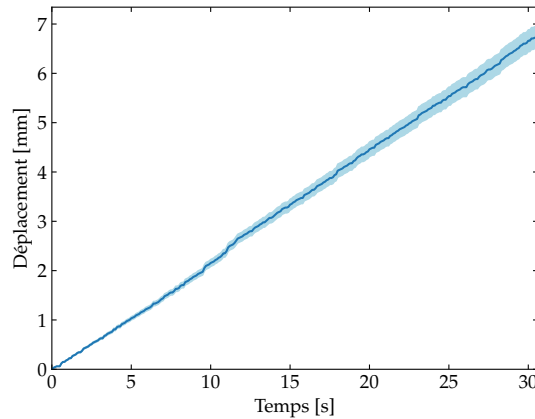


Figure 3.12 Données de déplacement selon le temps en sortie de l'algorithme pour une fibre optique tirée linéairement. L'incertitude sur la position est représentée par l'aire bleue autour des données.

Résumé de l'algorithme

La figure 3.13 résume les grandes lignes de fonctionnement de l'algorithme d'analyse d'images.

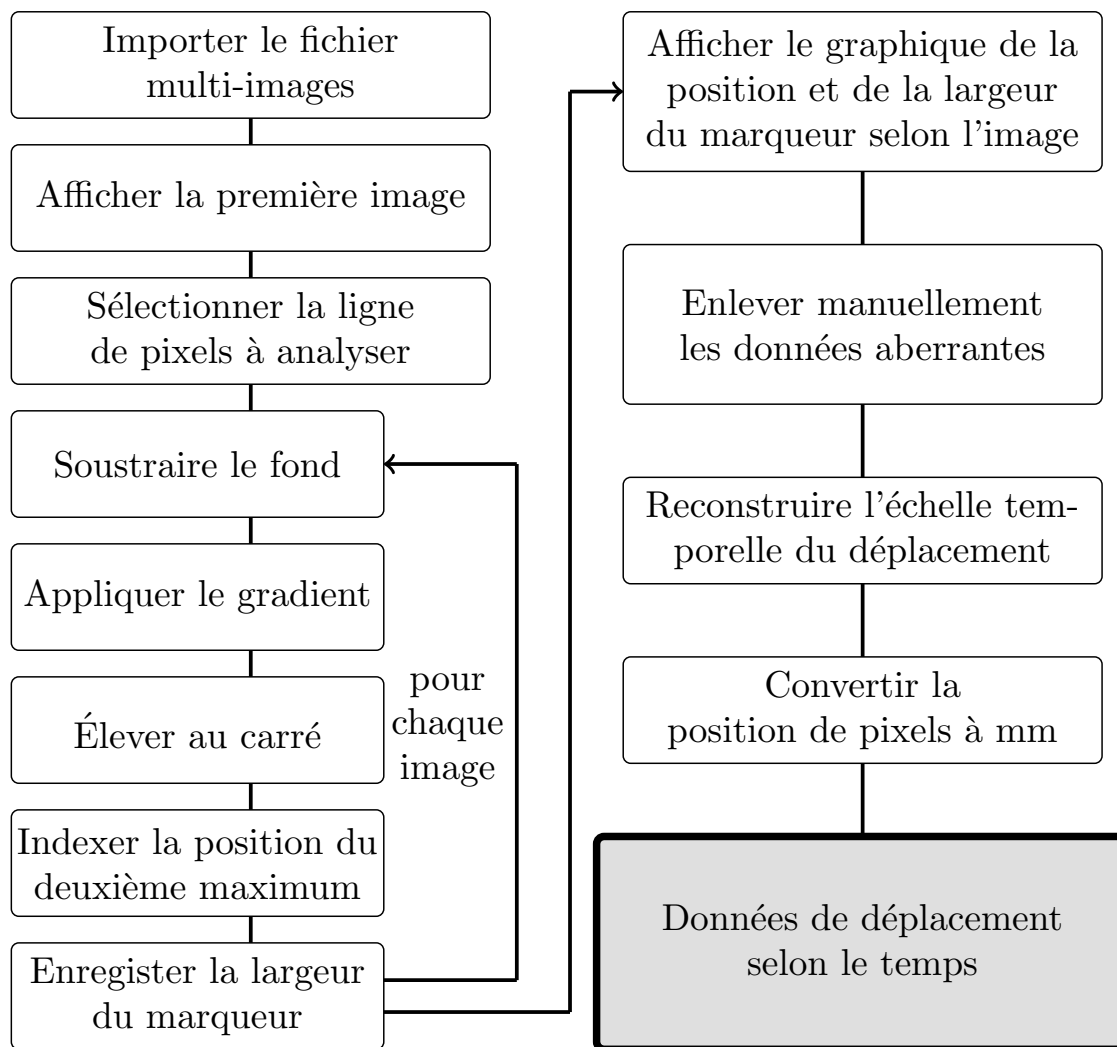


Figure 3.13 Résumé du fonctionnement de l'algorithme d'analyse d'images.

3.2.5 Caractérisation de l'algorithme

Les tests de caractérisation visent à tester l'algorithme en conditions connues. Le montage utilisé est le même qu'à la Fig 3.5. La fibre optique est tirée à deux vitesses différentes : $200 \mu\text{m/s}$ et $400 \mu\text{m/s}$. La figure 3.14 présente, à gauche, le résultat du déplacement de la fibre tirée à la vitesse de $200 \mu\text{m/s}$ et à droite, à la vitesse de $400 \mu\text{m/s}$. Dans les deux cas, les

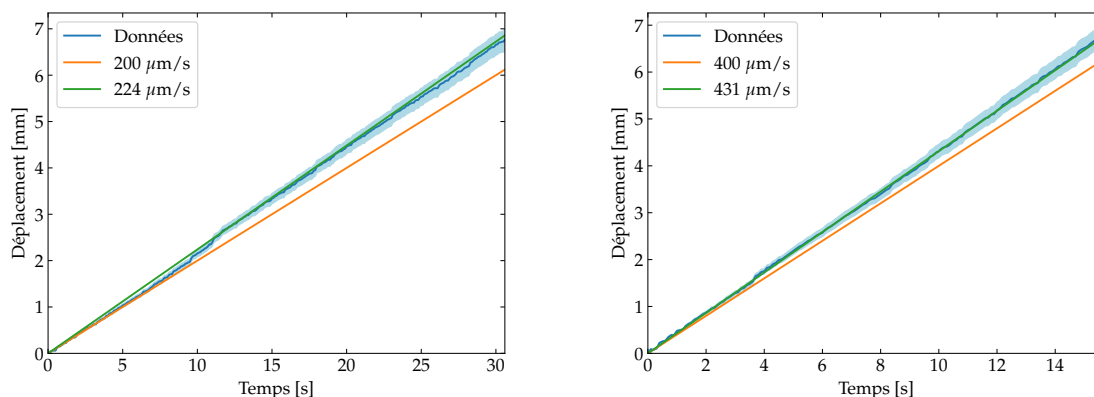


Figure 3.14 Données de déplacement extraites par l'algorithme pour une fibre tirée à $200 \mu\text{m/s}$ (gauche) et à $400 \mu\text{m/s}$ (droite). La droite orange représente le déplacement comme attendu par la vitesse théorique à laquelle la fibre est tirée et la droite verte correspond à une régression linéaire sur les données (bleu). L'aire bleue autour des données correspond à leur incertitude.

données extraites par l'algorithme suivent un comportement linéaire comme il était attendu. Une petite divergence est cependant observée entre la vitesse v_0 attendue et celle mesurée. Alors que les données suivent le déplacement théorique (orange) pour les premières secondes, elles divergent ensuite. Les régressions linéaires (courbes vertes) donnent des vitesses mesurées de $224 \mu\text{m/s}$ et $433 \mu\text{m/s}$. La différence est jugée significative comme elle dépasse l'incertitude sur la position. Cependant, si une erreur de biais de l'algorithme expliquait à elle seule la différence, les valeurs expérimentales seraient dans l'ensemble toutes déphasées de celles théoriques. La concordance sur les premières secondes suggère plutôt que la différence viendrait du moteur lui-même qui ne maintient pas une vitesse tout à fait constante. L'algorithme permet donc de reconstruire le déplacement d'une fibre optique de façon fiable. L'expérience suivante consiste à étudier la réponse de l'algorithme à une même série d'images d'un déplacement arbitraire. La figure 3.6 montre que l'algorithme analyse quelques lignes de pixels sélectionnées par l'utilisatrice pour chaque image du fichier multi-images. Le premier test consiste à extraire la position une centaine de fois en utilisant les mêmes lignes d'analyse. La figure 3.15 montre les résultats obtenus.

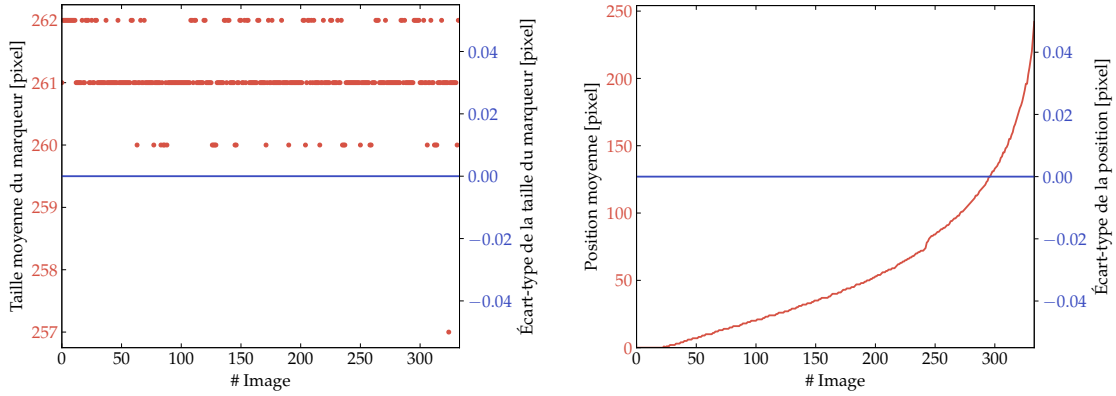


Figure 3.15 Taille moyenne du marqueur et position moyenne d'une fibre optique. Les valeurs ont été obtenues en analyse 100 fois les mêmes lignes de pixels par l'algorithme.

Les deux graphiques montrent sur l'axe des ordonnées de gauche, la valeur moyenne de la variable étudiée. L'axe des ordonnées de droite montre l'écart-type sur la variable. La variable à l'étude sur le graphique de gauche est la taille du marqueur. À droite, c'est la position. L'écart-type nul dans les deux cas montre que l'algorithme donne toujours les mêmes résultats lorsqu'un fichier est analysé N fois selon les mêmes paramètres initiaux. Le deuxième test effectué consiste à analyser des lignes de pixels à différentes positions sur le marqueur. L'objectif est de quantifier la différence sur le déplacement extrait par l'algorithme entre des lignes analysées dans le haut du marqueur versus dans le bas, par exemple. La figure 3.16 montre les résultats obtenus pour 51 positions différentes des lignes, réparties uniformément entre le haut et le bas du marqueur.

La position des lignes sélectionnées pour l'analyse a somme toute peu d'effet sur la position extraite par l'algorithme. L'écart-type maximal sur le déplacement est proche de 1.75 pixel. La précision diminue graduellement avec l'image analysée. Comme le marqueur est fixé à la fibre optique, mais que des forces externes peuvent le faire dévier de sa position initiale, il était attendu qu'une moins grande précision soit observée avec une position plus éloignée de la fibre optique.

La figure 3.16 révèle néanmoins qu'une incertitude doit être ajoutée sur les données de déplacement. Afin de faciliter les calculs, la valeur maximale arrondie à l'entier supérieur – donc 2 pixels – est retenue pour le calcul. On ajoute donc à l'équation 3.11, le terme suivant :

$$u_c(\Delta L) = \sqrt{\left(\frac{0.5(L(t) - L_0)}{133.6^2}\right)^2 + \left(\frac{10(L(t) - L_0)}{133.6}\right)^2 + \left(\frac{2}{133.6}\right)^2}. \quad (3.12)$$

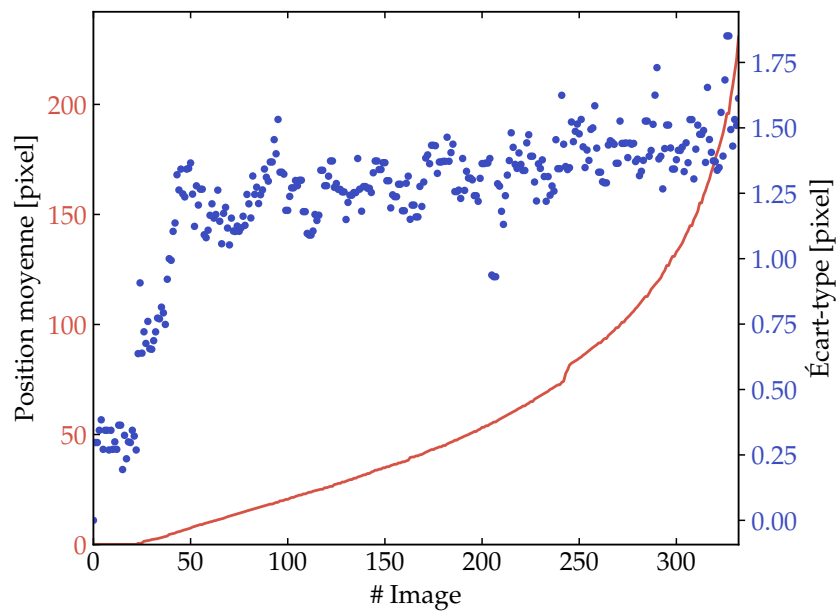


Figure 3.16 Taille moyenne du marqueur et position moyenne d'une fibre optique pour 51 positions différentes des lignes de pixels utilisées pour l'analyse.

La différence est somme toute négligeable. Elle n'entraîne pas de changements perceptibles sur la figure 3.12.

CHAPITRE 4 ARTICLE 1 : VISCOSITY OF FLUORIDE GLASS FIBERS FOR FUSED COMPONENTS FABRICATION

Cet article, soumis dans la revue *Applied Optics* le 3 février 2022 présente l'étude de la viscosité des fibres optiques de verre fluoré. La méthode de chauffage et l'algorithme utilisés sont ceux décrits dans le chapitre précédent. Le modèle mathématique pour déterminer la viscosité à partir des données mesurées, le déplacement d'une fibre optique soumise à un stress, est d'abord expliqué. À partir de ce modèle, les résultats de la viscosité en fonction de la température pour les fibres de ZBLAN et de fluorindate sont présentés. Des fibres effilées sont fabriquées à différentes viscosités et leurs propriétés optiques sont mesurées.

L'autrice principale, Édith Ducharme, a fait 90% du travail : la revue de littérature, les expériences, l'analyse des résultats et l'écriture. Stéphane Virally, deuxième auteur, a développé le modèle théorique et contribué à la rédaction et la révision de l'article. Rodrigo Itzamná Becerra-Deana a aidé dans les expériences sur la cristallisation et apporté plusieurs pistes de réflexion qui ont poussé la démarche scientifique. Il a également contribué à la révision. Caroline Boudoux et Nicolas Godbout sont les principaux instigateurs du projet et ont suivi toutes les étapes de près. Ils ont joué un rôle majeur dans la révision de l'article.

Auteurs : Édith Ducharme, Stéphane Virally, Rodrigo Itzamná Becerra-Deana, Caroline Boudoux et Nicolas Godbout

4.1 Abstract

Fluoride glasses show great promise for mid-IR fiber-based applications. Their brittleness and low glass transition temperature have thus far been obstacles towards obtaining low-loss fused components. Here, we suggest a simple method to measure glass viscosity over a range of temperatures of interest for fused coupler fabrication. We achieved tapers of inverse taper ratio (ITR) 0.12 in multimode fluorindate fibers. Tapers with loss < 0.1 dB at ITR 0.3 and no visible defects were fabricated with high repeatability. This work paves the way towards low-loss fused optical coupler in fluoride glass fiber.

4.2 Introduction

For several decades, fused silica-based optical fiber components have been the gold standard for low-loss connections within optical circuits [71, 72]. State-of-the-art components go well beyond SM and MM fiber applications. For instance, double-clad fiber couplers (DCFC) [73]

combine properties of SM and MM couplers by using a double-clad fiber. Biomedical applications such as new contrast imaging techniques [74], endoscopy prototypes [75–78] and laser therapy [46,49] in the visible and near-IR region are among the many applications benefiting from novel fused optical fiber couplers. The mid-IR region, defined as the range of wavelengths between 3 μm and 5 μm , shows tremendous potential for multiple applications : spectroscopy [5], chemical sensing [79], and biomedical applications, such as biomarking [80] and tissue ablation [81]. However, silica becomes opaque at wavelengths exceeding $\sim 2 \mu\text{m}$.

The development of mid-IR fluoride glass fibers were a game changer. They led to all-fiber sources [82,83] usable inside and outside laboratories. However, an important element is still missing : monolithic, compact, and robust systems for industrial and clinical applications in the mid-IR require low-loss fiber components with characteristics similar to their silica counterparts. Very few components have been demonstrated, even though mid-IR fibers are now commonplace. Some applications such as all-fiber optical amplifiers for the mid-IR [40] currently rely on polished fluoride fiber couplers [38]. Fused couplers have also been demonstrated [56], albeit with high excess loss. There remains an unmet need for low-loss fluoride-glass optical components.

The fabrication of fused fiber couplers implies heating two fibers near their glass transition temperature, fusing them and then, tapering them to allow electromagnetic field coupling. As silica has been extensively studied [84], design parameters are well-established for fused silica components [53,85]. In contrast, fluoride glass fibers present various challenges as their critical mechanical properties complicate manipulations. In addition to their fragility [35], crystallisation and steep viscosity variation around their glass transition temperature impose very strict control over the processing temperature [26]. In particular, viscosity is a key parameter that must be well-managed during the fabrication process. Herein, we present a study of the viscosity of fluoride glass fibers near their glass transition temperature. We first develop a model of strain versus time for optical fibers submitted to a longitudinal force. The model features viscosity as the single free parameter so that fits of experimental curves directly yield viscosity values for a range of conditions, and in particular glass temperature. This enables us to define optimal windows of temperature for the fabrication of fused components. As a first step towards robust and repeatable fused fluoride-glass fiber couplers, we show that using the right temperature range allows the fabrication of low-loss fluoride fiber tapers.

Two main types of fluoride glass optical fibers exist. The first is fluorozirconate-based fibers, with one of its most common conformation being ZBLAN (ZrF_4 , BaF_2 , LaF_3 , AlF_3 , NaF). These glasses are transparent up to 4.5 μm [86]. Powerful laser sources in ZBLAN fiber

are already common, making this type of glass an interesting candidate for mid-IR applications [87]. The second type is fluoroindate (InF_3). Although fluoroindate fibers are not as mature as ZBLAN fibers, their transparency up to $5.5\ \mu\text{m}$ extends the usable spectral range in comparison to ZBLAN fibers [15]. In this work, we study both ZBLAN and fluoroindate fibers.

4.3 Strain and viscosity

The strain rate $\partial\epsilon/\partial t$ of a fiber under longitudinal stress depends on the applied load and viscosity of the glass. It is thus possible to infer viscosity from strain curves. We first model the theoretical strain for an arbitrary taper shape in subsection 4.3.1. In subsection 4.3.2, we apply the theory to a specific taper shape to find a strain function to fit our data with viscosity as the single free parameter.

4.3.1 Geometrical model

An optical fiber under tensile force F will stretch at its smallest cross-section (waist) at a strain rate

$$\frac{\partial\epsilon}{\partial t} = \frac{F}{\eta_e S}, \quad (4.1)$$

where S is the time-varying waist cross-section and η_e , the elongational viscosity (subsequently called viscosity).

The time-varying strain is defined as

$$\epsilon = \frac{L - L_0}{L_0}, \quad (4.2)$$

with L_0 the initial length of the stretched section and L its time-varying length.

Differentiating (4.2) with respect to t , we find

$$\frac{dL}{L_0} = \frac{F}{\eta_e S} dt. \quad (4.3)$$

We link the varying elongation and waist cross-section using conservation of glass volume, as follows. A stretched fiber will adopt some tapered shape as shown in Figure 4.1. For any

taper curve, the volume of glass in the tapered region is given by

$$V = S_0 \int_{-L/2}^{L/2} \left(\frac{r(\ell)}{R_0} \right)^2 d\ell = S_0 L f \left(\sqrt{\frac{S}{S_0}} \right) = S_0 L f(\text{ITR}), \quad (4.4)$$

where S_0 is the original cross section, $r(\ell)$ represents the taper shape (see Fig. 4.1) and $f(\text{ITR})$ is the integrated taper function. The parameter

$$\text{ITR} = \sqrt{\frac{S}{S_0}}, \quad (4.5)$$

which appears naturally in (4.5) is the inverse taper ratio (ITR). It is a key parameter for taper and fused coupler fabrication. For cylindrical fibers, it reduces to R/R_0 .

Inverting f and applying the volume conservation condition $V = V_0 = L_0 S_0$, we find

$$S = S_0 \left[f^{-1} \left(\frac{L_0}{L} \right) \right]^2, \quad (4.6)$$

which can be injected into (4.3) to yield

$$\left[f^{-1} \left(\frac{L_0}{L} \right) \right]^2 \frac{dL}{L_0} = \frac{F}{\eta_e S_0} dt. \quad (4.7)$$

Integrating on both sides, we get

$$\mathcal{F}(L/L_0) = \frac{Ft}{\eta_e S_0}, \quad (4.8)$$

with

$$\mathcal{F}(L/L_0) \equiv \int_1^{\xi} \left[f^{-1}(1/\xi) \right]^2 d\xi, \quad (4.9)$$

using the change of variable $\xi = L/L_0$.

Finally, we find that the strain equation for an arbitrary taper curve as a function of the viscosity of the glass is

$$\epsilon = \mathcal{F}^{-1} \left[\frac{Ft}{\eta_e S_0} \right] - 1. \quad (4.10)$$

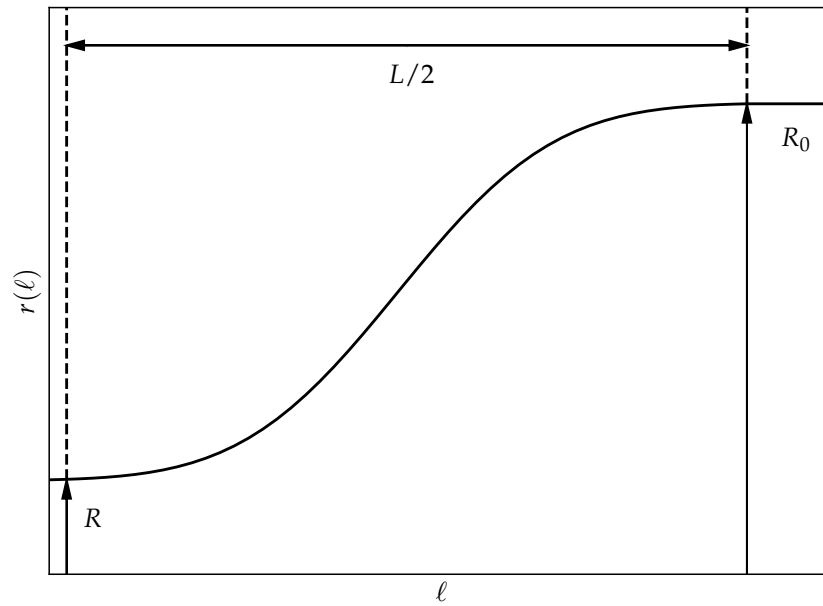


Figure 4.1 Right and top half of the cross-section of an optical fiber taper showing initial radius R_0 and waist radius R . The curve $r(\ell)$ shown is arbitrary. The full taper length is L .

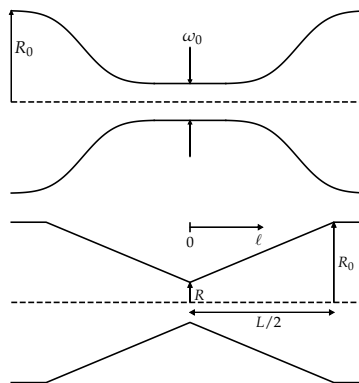


Figure 4.2 Top : Fiber taper shape. Initial fiber radius is R_0 . The waist ω_0 corresponds to the taper's smallest diameter. Bottom : Taper shape assumption with linear slopes.

4.3.2 Taper shape

In order to apply (4.10), we need to assume a shape $r(l)$ for the taper. The simplest continuous case is that of a linear shape, as shown in Figure 4.2. The slope equation is then

$$r(\ell) = R + 2(R_0 - R)\frac{\ell}{L}, \quad (4.11)$$

leading to

$$\frac{Ft}{\eta_e S_0} = \int_1^{L/L_0} d\xi \left[\frac{-1}{2} + \frac{3}{\xi} + \frac{\sqrt{3}}{2} \sqrt{\frac{4}{\xi} - 1} \right]. \quad (4.12)$$

The integral can be analytically resolved, but the result has to be inverted numerically.

4.4 Experimental Setup

In this section, we firstly describe the experimental setup to measure the strain curves from a fiber under a stress. Using Eq. 4.10 and the model described by (4.11) and (4.12), we are able to find the viscosity. We secondly describe the setup used for fiber taper fabrication.

4.4.1 Viscosity Measurements

Figure 4.3 presents the experimental setup used to measure viscosity. Two blocks (yellow) with V-grooves supported an optical fiber with a load of mass m attached to its end. The applied load hung from the optical fiber on a frictionless 3-inch diameter pulley. The fiber's stripped section set between the two blocks was heated at a fixed temperature by a flow of heated air. A thermocouple displaced along the airflow 0.1 mm at a time measured the temperature profile. The heated section L_0 corresponds to the length perpendicular to the airflow within 2°C of the maximum temperature, which corresponds to twice the accuracy of the temperature measurement.

Material

We measured the viscosity of two different fibers made of fluoride glass. Table 4.1 presents the specifications of the two multimode fibers described in this manuscript : a ZBLAN fiber (210603/TB 123, Le Verre Fluoré, France), and a fluorindate fiber (IRFH10026, Thorlabs, USA).

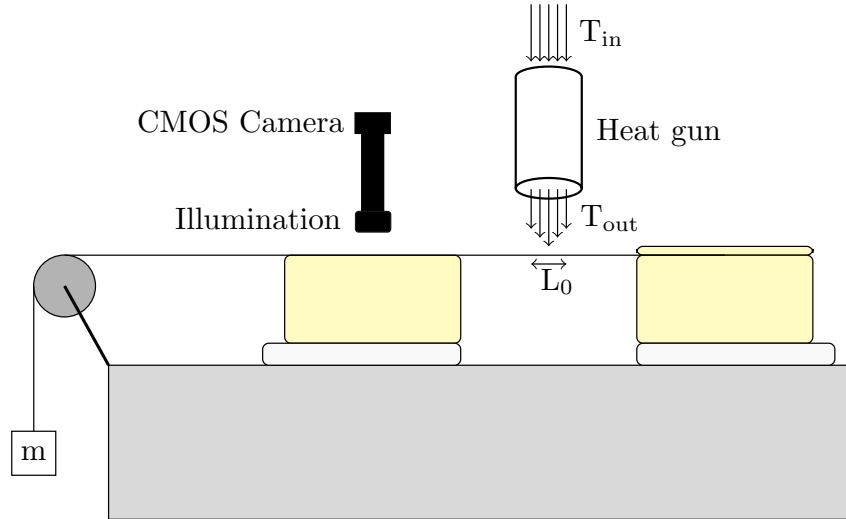


Figure 4.3 Experimental setup for viscosity measurements. The optical fiber is kept in place by the clamp on the right block, but free from attachment on the left block. The fiber is stripped of its coating over the heated section L_0 .

Tableau 4.1 Fluoride fibers specifications. T_g and T_x depend on the glass composition and may vary.

Fibers	ZBLAN	Fluoroindate
Diameter core/clad/coating [μm]	90/150/220	100/192/287
Cladding diameter tolerance [μm]	± 5	± 2.5
Glass-transition temperature (T_g) [$^{\circ}\text{C}$]	≈ 259 [1]	≈ 300 [15]
Crystallisation temperature (T_x) [$^{\circ}\text{C}$]	≈ 359 [1]	≈ 400 [14]
Supplier	Le Verre Fluoré	Thorlabs

Data Acquisition

We acquired fiber displacement data using a CMOS camera (DCC1545M-GL) over the left block. The reference point used is a white piece of tape used as a marker fixed on the optical fiber. The white marker displacement was filmed at an acquisition rate of 10 fps while the fiber was heated. A homemade type-K thermocouple that fits on the blocks was used to measure the temperature at the fiber's position after each test. However, the measured temperatures were subject to a bias error not quantified yet. Therefore, measured temperatures should be considered relative values rather than absolute reference points.

4.4.2 Data Analysis

An edge-detection algorithm was used in post-processing to detect the marker's position and reconstruct the fiber's displacement over time. The algorithm first subtracted the first frame of the video from all other frames to suppress background and remove static components. A Sobel filter applied to selected pixel lines showing the marker led to the image gradient. The gradient obtained from the Sobel filter was squared, then averaged over 10 lines to highlight the marker's edges. The marker's position was saved by indexing the position of its edge. Time was calculated as the number of frames divided by the acquisition frequency. The position was converted from pixel units to distance units (mm) using a calibration factor obtained by imaging a ruler. Appendix 4.9 presents the uncertainty analysis and fit accuracy. The position uncertainty established was of 2 pixels. The data extracted from the algorithm gave the fiber's displacement $(L(t) - L_0)$. (4.13) was used to find the strain from it :

$$\epsilon = \frac{c(L(t) - L_0)}{L_0}, \quad (4.13)$$

where c is the calibration factor used to convert data from pixel to mm. The calibration factor was determined over a sample containing 47 pictures of a ruler all taken at the same parameters. The calibration factor's value was the sample mean and the uncertainty was its standard-deviation. Python Scipy's library was used to fit the theoretical model on the displacement data. Both the data points and their uncertainty were the input of the *curve_fit* function. From (4.10), the algorithm found a value for $\alpha = F/\eta_e S_0$. The uncertainty over the viscosity was again found using the partial derivative method (4.9). The uncertainty associated with the time conversion from the frequency is negligible, as specified by the manufacturer.

4.4.3 Fiber Tapers

The setup for taper fabrication used the same blocks and heat source for the viscosity tests, albeit with the fiber clamped on both blocks. As shown in Figure 4.4, the heat source swept the optical fiber on a length $\Delta = 6$ mm, while slowly stepping away from the fiber. The two blocks stretched the fiber at a velocity of $v_0 = 0.2$ mm/s. The fiber taper's optical properties were measured during the tapering process. A broadband light source (HP 83437a) with a single-mode output was coupled to the fluorindate fiber by a mechanical junction. An integrating sphere power sensor detected the signal and sent it to a computer. Thorlab's PM100USB and its associated software (Optical Power Monitor) were used to read the transmission values. Data was acquired and recorded with an averaging over 100 points. The same

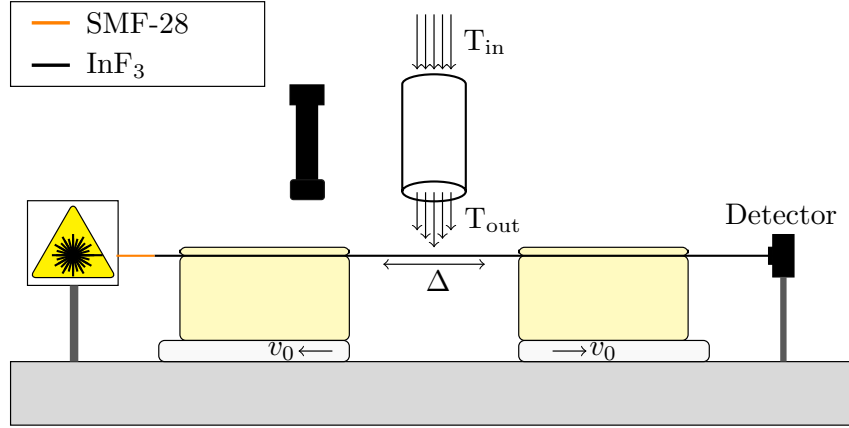


Figure 4.4 Experimental setup for taper fabrication and transmission loss measurements. A heat source heats the fiber at a selected temperature on a length of Δ . The blocks stretch the fiber at a velocity v_0 . The transmission loss is simultaneously measured by a broadband source coupled to the fluoride fiber and an integrating sphere power sensor. The taper images are acquired with a camera.

CMOS Camera and illumination system from Figure 4.3 acquired the taper pictures. The camera could be moved over the left and right blocks when the heat source was away from the taper.

4.5 Viscosity results

Figure 4.5 presents typical displacement curves and their respective fits for a fluorindate optical fiber. Displacement curves are acquired with a heated length L_0 of (0.5 ± 0.1) mm and an applied load of (14.16 ± 0.01) g. The vertical axis corresponds to the displacement in mm. Each point represents the extracted position by the algorithm. The blue line corresponds to the accuracy of each data point. It is mainly not perceptible. Viscosity values are extracted from (4.10)'s fit parameters in units of Pa·s. Since all viscosities are presented in base-10 logarithm, the viscosity will be presented in $\log_{10}(\text{Pa}\cdot\text{s})$.

Two sets of experiments were conducted : variation of applied load at constant temperature and variation of temperature at constant load. In Fig. 4.5, the displacement curves are acquired at temperatures of 248, 252, 254, 257 and 261 °C. A higher heating temperature causes the fiber's viscosity to decrease. The resulting displacement is, therefore, faster for higher temperatures. The viscosity results extracted from displacement curves in Fig. 4.5 are in Table 4.2 with results from ZBLAN as well.

The results for load variation at constant temperature are presented in Table 4.3. Viscosity

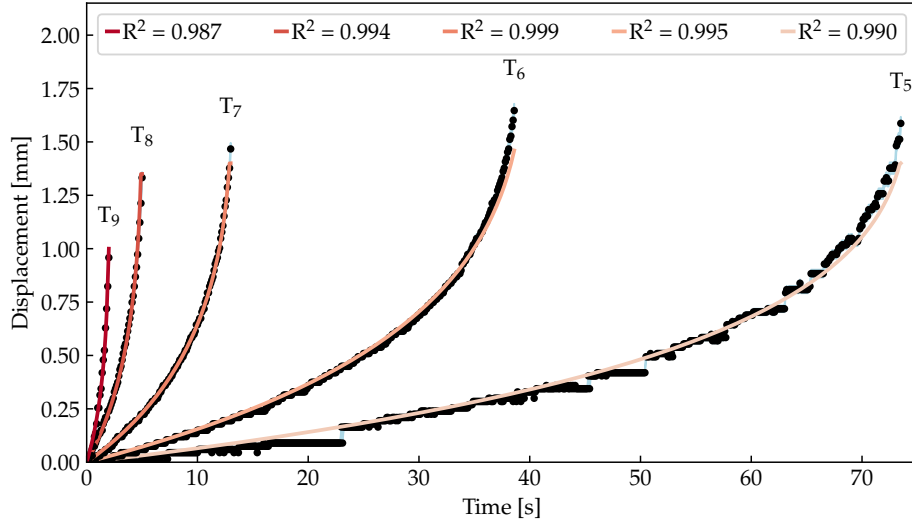


Figure 4.5 Displacement of fluorindate optical fiber under different temperatures at fixed load of 14.16 g. Blue area represents precision over each data point. Temperatures from T_5 to T_9 are 248, 252, 254, 257, 261 °C with accuracy of ± 1 °C.

results do not reveal any significant dependency between the applied load and the viscosity. A higher applied load yields faster displacements from (4.10), but the derived viscosity is expected to remain unaffected. The applied loads are chosen to provide equivalent initial stress on both fibers.

Tableau 4.2 Viscosity (base-10 logarithm) and R-squared coefficients for the displacement curves from Figure 4.5. Applied load are respectively (11.08 ± 0.01) g and (14.13 ± 0.01) g for ZBLAN and fluorindate fibers. Accuracy of temperature is ± 1 °C

	Temperature [°C]	$\log_{10}(\text{Viscosity})$ [$\log_{10}(\text{Pa}\cdot\text{s})$]	R-squared [-]
ZBLAN			
T_1	241	8.83 ± 0.06	0.995
T_2	244	8.39 ± 0.06	0.990
T_3	247	7.57 ± 0.06	0.997
T_4	251	7.11 ± 0.06	0.952
Fluorindate			
T_5	248	8.87 ± 0.02	0.990
T_6	252	8.59 ± 0.02	0.997
T_7	254	8.11 ± 0.02	0.999
T_8	257	7.70 ± 0.02	0.997
T_9	261	7.30 ± 0.02	0.988

Figures 4.6 and 4.7 present the decreasing viscosity with temperature for ZBLAN and fluo-

Tableau 4.3 Viscosity (base-10 logarithm) and R-squared coefficients for different loads. The command temperatures are kept constant at 241 °C and 248 °C for ZBLAN and fluoroindate, respectively. The accuracy for the measured mass is ± 0.01 g and of ± 1 °C for the temperature.

	Load [g]	$\log_{10}(\text{Viscosity})$ [$\log_{10}(\text{Pa}\cdot\text{s})$]	R-squared [-]
ZBLAN			
m ₁	11.08	8.83 ± 0.06	0.995
m ₂	18.12	8.59 ± 0.06	0.996
m ₃	21.24	8.66 ± 0.06	0.997
m ₄	33.33	8.57 ± 0.06	0.994
Indium Fluoride			
m ₅	14.13	8.87 ± 0.02	0.990
m ₆	22.21	9.01 ± 0.02	0.999
m ₇	26.22	8.95 ± 0.02	0.999
m ₈	44.67	8.79 ± 0.03	0.989

roindate optical fibers. The viscosity values are fitted linearly (in the semi-logarithmic scale) to follow the viscosity variation with temperature over a small range. The linear fit gives reliable results with a R-squared coefficient > 0.95 for both fibers. The slope from the fit shows how the viscosity varies with temperature : viscosity doubles every 1.3 °C in the range between 241 °C and 251 °C for ZBLAN. In a similar temperature range, from 248 °C to 261 °C, fluoroindate viscosity's doubles every 1.5 °C. The accuracy of the linear fit comes from the co-variance values given by the fit's parameters. Viscosity tests were also conducted on SMF-28 silica fiber, which acts as the gold standard for fused component fabrication. For silica fiber, typical components are made at viscosities between 7 and 9 $\log_{10}(\text{Pa}\cdot\text{s})$.

Crystallisation

Two tests were conducted on fluoroindate fibers to investigate crystallisation effects. Two viscosity tests were stopped at different displacements : 0.15 mm and 0.6 mm. Figure 4.8 shows the tapers resulting from the experiments. Surface crystallisation only appears on the taper made from a displacement of (0.61 ± 0.01) mm. Crystallisation is apparent by the fiber's grainy aspect at its surface. Table 4.4 presents viscosity values found for each test. We also observed that both tapers fabricated with the same initial conditions exhibit the same viscosity within the measurement accuracy.

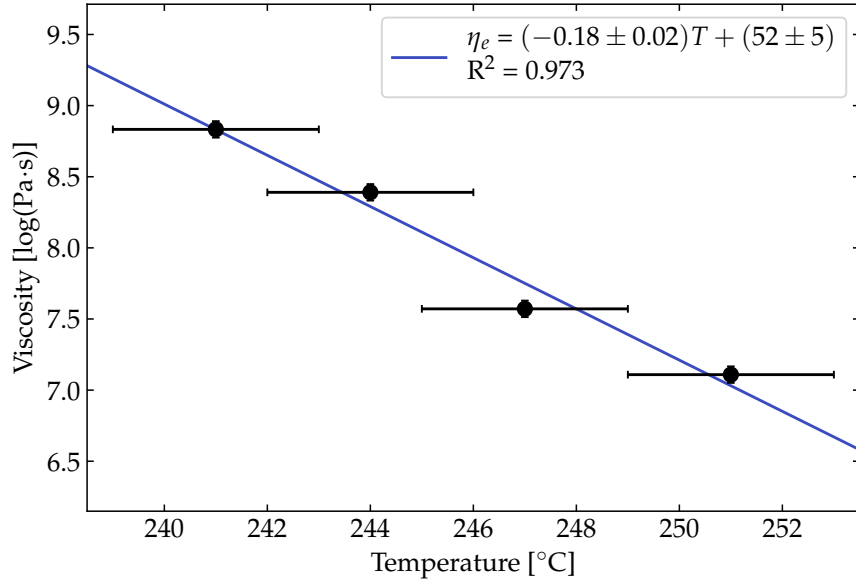


Figure 4.6 Viscosity (base-10 logarithm) as a function of temperature for ZBLAN optical fibers. Glass transition temperature for ZBLAN is 259 °C, outside the measurement range. Applied load is (11.08 ± 0.01) g.

Tableau 4.4 Viscosity (base-10 logarithm) and R-squared coefficients for two viscosity tests on fluoroindate fibers stopped at different displacement values. Applied load is (14.13 ± 0.01) g for both tests.

	Displacement [mm]	$\log_{10}(\text{Viscosity})$ [$\log_{10}(\text{Pa}\cdot\text{s})$]	R-squared [-]
Indium Fluoride			
c_1	0.150 ± 0.008	8.9 ± 0.3	0.988
c_2	0.61 ± 0.01	9.1 ± 0.1	0.995

4.6 Fluoroindate fiber tapers

Using results from the viscosity measurements, fluoroindate fibers were tapered to various ITR's, as defined before. Initially, three tapers of ITR 0.2 were made using selected viscosity values from Figure 4.7. The taper recipe consists in heating the fiber over a fixed length ($\Delta = 6$ mm) while stretching at a constant velocity ($v = 200 \mu\text{m s}^{-1}$) until the desired ITR, as assessed by the camera. Transmission values for these three tapers are presented in Table 4.5. Tapers 2 and 3 suffer from additional losses, which are presumed to come from material degradation. Figure 4.9 shows the three tapers waists, with increasing crystallisation for smaller viscosity values.

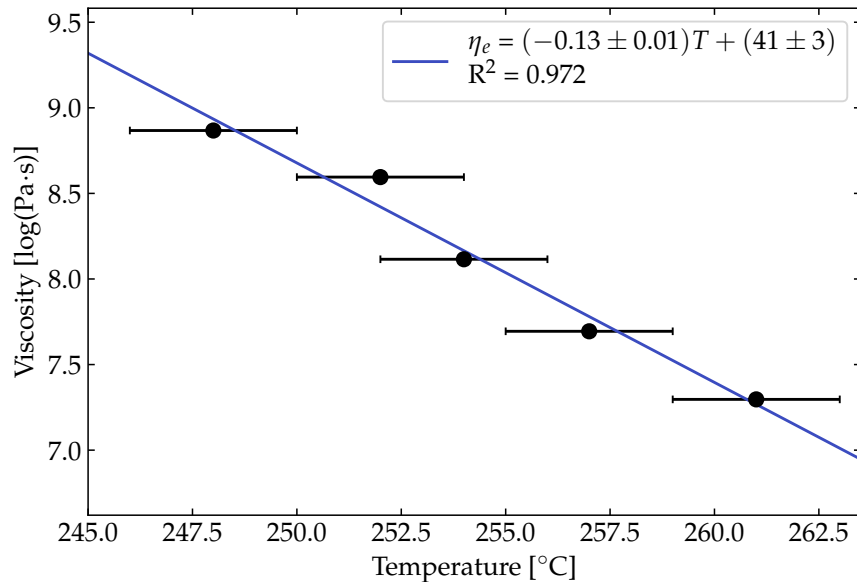


Figure 4.7 Viscosity (base-10 logarithm) as a function of temperature for fluorindate optical fibers. Glass transition temperature for fluorindate glass is 300 °C, outside the measurement range. Applied load is (14.13 ± 0.01) g.

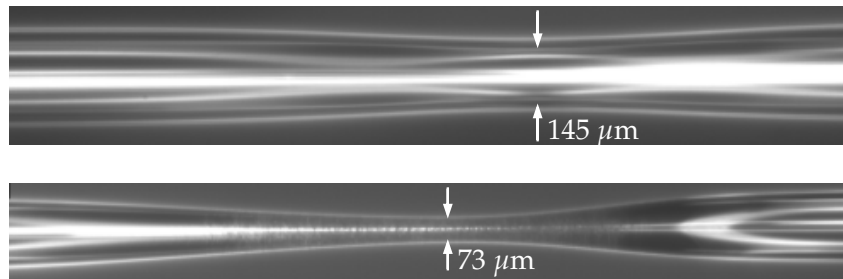


Figure 4.8 Tapers made from a viscosity test on a fluorindate fiber at a temperature of (250 ± 1) °C with a load of (11.08 ± 0.01) g. Top : The test is stopped when the fiber reaches a displacement of (0.15 ± 0.03) mm. No crystallisation is apparent. Bottom : The test is stopped when the fiber reaches a displacement of (0.61 ± 0.07) mm. Surface crystallisation is apparent.

The transmission losses at ITR 0.2 (Table 4.5) are consistent with the degradation of the fiber observed in Figure 4.9. The presence of granularity, precisely in middle and bottom tapers, is an indication of crystallisation. Fiber tapers made at higher viscosity values tend to preserve chemical and optical properties better.

Taper recipes were optimised to reach ITR 0.12 at an initial viscosity of 8.75 ± 0.05 log (Pa · s).

Tableau 4.5 Transmission loss for three fluoroindate tapers of ITR 0.2 and their respective viscosities. Accuracy on viscosity is $\pm 0.02 \log_{10}(\text{Pa}\cdot\text{s})$ and $\pm 0.002 \text{ dB}$ on transmission loss.

	$\log_{10}(\text{Viscosity})$ [$\log_{10}(\text{Pa}\cdot\text{s})$]	Transmission loss [dB]
Taper 1	8.79	-0.266
Taper 2	7.96	-0.682
Taper 3	7.54	-2.581

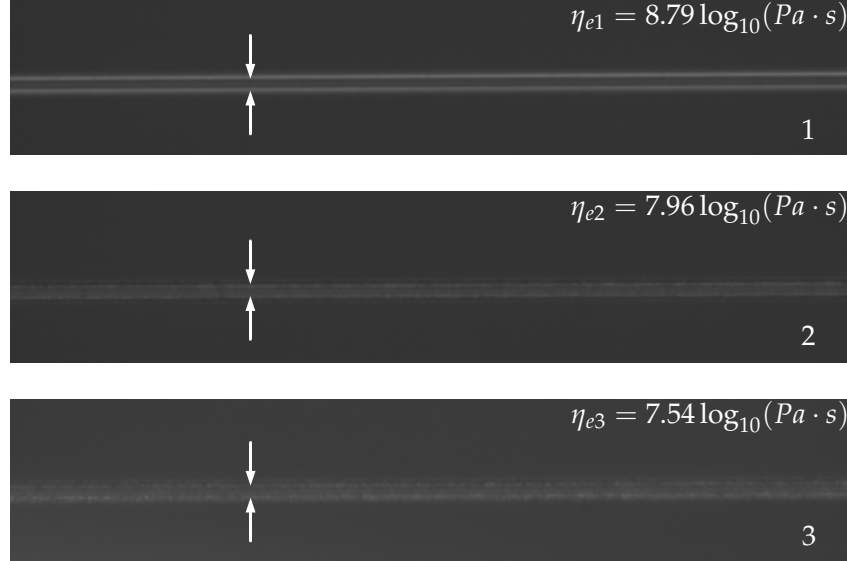


Figure 4.9 From top to bottom, waists of Tapers 1–3 described in Table 4.5 for an ITR of 0.2, and their initial viscosity values expressed in $\log_{10}(\text{Pa}\cdot\text{s})$. The crystallisation signature – a grainy appearance – increases as viscosity decreases.

Multiple tapers with loss $< 0.1 \text{ dB}$ were achieved up to ITR 0.3. Figure 4.10 shows typical taper loss as a function of ITR for a fluoroindate fiber with initial viscosity of $8.75 \pm 0.05 \log_{10}(\text{Pa}\cdot\text{s})$. Losses remain low up to ITR 0.3. A significant increase in loss occurs for lower ITRs. At ITR 0.3, measured power offers losses of -0.042 dB , while it decreases to -0.349 dB at ITR 0.2, to -3.263 dB at ITR 0.12. The shaded area corresponds to ITRs at which simple fused couplers are typically fabricated. Accuracy over loss is $\pm 0.002 \text{ dB}$. Losses during tapering occur from higher-order modes not being supported by a smaller-diameter fiber and leaking outside of the cladding. Experimentally measured taper losses were compared to two propagation models in tapers. Both models take into account the excitation of all bound and tunnel modes [88] at the input of the fiber. The second model further assumes that all tunnel modes leak outside of the fiber at the tapering transitions. Experimental data closely follows the second model, which suggests excess losses of 0.4 dB

at an ITR of 0.12 for the lowest-order modes.

Figure 4.11 shows the taper appearance at various ITR. Taper slope (top) and taper waist at ITR 0.2 (middle) remains free of defects or crystallisation. Taper picture at ITR 0.12 (bottom) is grainier, which indicates crystallisation.

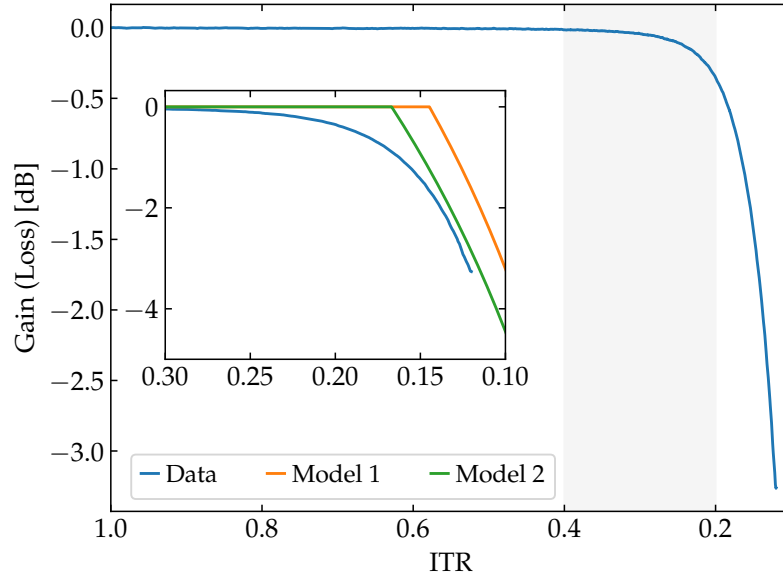


Figure 4.10 Loss as a function of ITR for a fluoroindate taper heated over a constant 6 mm length, and made with an initial viscosity of $8.75 \pm 0.05 \log_{10}(\text{Pa}\cdot\text{s})$. The shaded area shows the ITR regime useful for coupler fabrication. Losses are negligible up to ITR 0.3. Inset graph zooms in on ITRs ranging from 0.3 to 0.1 comparing experimental data (blue curve) with two models of modal losses (Model 1 in orange, and Model 2 in green).

4.7 Discussion

Viscosity is a property of paramount importance for the fusing and tapering of optical fibers, especially in the context of fluoride glasses.

Our model developed in Section 4.3 reliably predicts displacement results presented in Figure 4.5 and in Table 4.2 and 4.3 with viscosity as the single free parameter. The model quantitatively matches experimental data and enables to obtain the viscosity with low uncertainty, as measured by the R-squared coefficients of the fits. We observed slightly lower R-squared coefficients at the highest temperatures and highest loads, which correspond to experimental situations where displacements are much faster and the number of measured points is limited by the acquisition frequency of the camera. Overall, the model and experi-

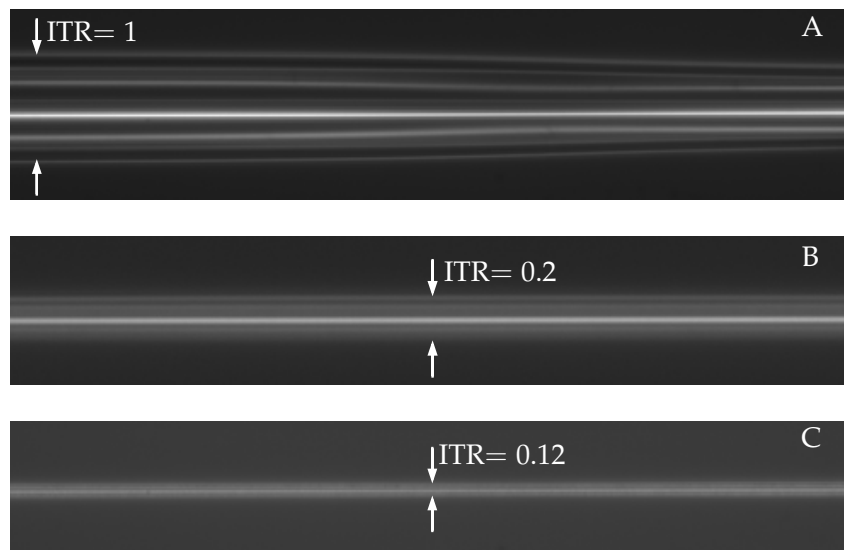


Figure 4.11 Waist of two tapers (B and C) made with the same recipe and initial viscosity. Taper B was stopped at ITR 0.2, and taper C, at ITR 0.12. The top picture (A) represents the left slope. Crystallisation is only visible at ITR 0.12. The fiber has an initial diameter of $192\ \mu\text{m}$.

mental method are well-validated by the results.

Our results are highly repeatable : uncertainty on repeatedly measured values is very low when environmental conditions are well replicated. However, working with fluoride glasses is challenging. The glasses themselves suffer variations in chemical composition and physical parameters from one batch to another. In addition, their physical behavior is very sensitive to environmental variations, particularly room temperature and humidity levels. Consequently, results were not easily reproducible on a day-to-day or week-to-week basis. This accounts for some of the variations observed in our results when experimental parameters were varied.

Additional sources of uncertainty due to difficult-to-reproduce conditions include the temperature and flow rate of the source of heated flow. For instance, multiple tests conducted over an extended period would yield slightly increasing viscosity values due to the tendency of the heat source to warm up over time.

More physical parameters, such as increasing crystallisation at higher temperatures [89], also increase uncertainty, although results from Table 4.4 indicate that this effect was minimal throughout our experiments. The full impact of crystallisation on the physical properties of fluoride fibers is yet to be determined.

Overall, the accuracy of our measurements suffers more from environmental factors than anything else. To make full use of viscosity measurements in the manufacturing of fiber com-

ponents, best practices would include frequent measurements of viscosity versus temperature, to ensure the best possible tailoring of fabrication parameters.

We expect heated glass to behave as a Newtonian fluid so that our measurements should not depend on the applied stress. Table 4.3 seems to confirm the hypothesis except for the viscosity value associated with m_1 (the smallest load), which is relatively higher than all other measured viscosities of ZBLAN. Several factors can explain this apparent discrepancy, including friction, which is negligible for larger loads but can reduce the velocity for lower loads. This in turn results in higher apparent viscosity. However, other explanations are as plausible, including a lack of reproducibility as seen above.

In the literature, multiple models are used to describe viscosity variance with temperature. The Fulcher or the Arrhenius equations are typically used for oxide glass melts. However, the viscosity variance of fluoride glasses cannot be expressed by them [27]. Models used to fit viscosity are usually empirical and depend largely on the composition of the fibers' glass. As a result, we chose a linear model to describe the relation of the logarithm of the viscosity with respect to temperature over a limited range.

The resulting Figs. 4.6 and 4.7 are key results for taper fabrication. Absolute values of the temperature ranges should not be taken as references as they are likely subject to bias errors. But it is the slope of the curves that contain the most important information. For both fibers, the decrease in viscosity observed between solid ($\sim 10^9$ Pa.s) and fluid ($\sim 10^7$ Pa.s) glass states occurs over a small range of close to 10°C . In comparison, the same decrease occurs over a temperature range of more than 200°C [90] for silica fibers. Hence, temperature control to within a few degrees seems required to fabricate tapers and couplers using fluoride glasses. This probably constitutes one of the biggest hurdles for the technology. But with a good viscosity characterization setup, the process should be much easier to handle.

Our viscosity measurements show that fluoroindate fibers have higher process temperatures and slightly wider range of useful temperatures for component fabrication than ZBLAN fibers.

In our fabrication tests (Table 4.5 and Figure 4.9), we observed both mechanical and optical degradation at lower viscosities, mainly due to faster crystallisation rates.

The best tapers results were obtained in high viscosity conditions, with virtually no crystallisation at targeted ITR for coupler fabrication, as shown in Fig. 4.11.

Fused components are fabricated by fusing two fibers and stretching them to ITRs between 0.4 and 0.2. Fig. 4.10 shows losses starting at around 0.3 ITR. Our best model indicates that excess losses as low as 0.4 dB are possible at 0.12 ITR. These observations support the feasibility of fused multimode fluoroindate couplers in the near future.

4.8 Conclusion

Fluoride glass fibers show a lot of promise for all-fiber fused components in the mid-IR. However, their challenging mechanical properties have so far slowed down the development of these components. Among important considerations, the rapid variation of the viscosity of fluoride glasses with temperature plays a significant role in the manufacturing of fused components and needs to be studied carefully. We have presented a simple and reliable experimental setup and theoretical model to measure the viscosity of a fiber. Our method, applied to two different kinds of fluoride optical fibers, ZBLAN and fluoroindate, shows a significant viscosity decrease over temperature on a range close to 10°C for both fibers. The window for operation thus appears very narrow, but our setup, which relies on the same components as those used for fabrication, leads to a simple way of choosing the right operating temperature. Our results also show that fluoroindate fibers might be the better candidates for optical fiber components, as their viscosity decrease is on a broader range. We used our viscosity characterization method to find the correct operating parameters to fabricate low-loss tapers, down to an ITR of 0.3, without visible defects or crystallisation. Our method thus opens the doors to robust manufacturing methods for high-performance fused components for the mid-IR.

4.9 Uncertainty of Measurement

We followed the procedures outlined in the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” (GUM) [70] for all uncertainty analysis. To the extent that it was possible, we used statistical means to compute an estimated mean value $\langle X \rangle$ and estimated variance S_X^2 of a variable X . The value and uncertainty associated with that variable were then taken as the estimated mean and estimated standard deviation S_X , respectively. Some uncertainties (e.g. the real-life length associated with the pixel width of our camera) had to be estimated by other means (e.g. by counting the pixels between two notches on a ruler). To propagate uncertainties, for a function $f(X_1, \dots, X_n)$ of n variables, we first estimate all the components S_{X_i, X_j} of the covariance matrix Σ_X , with

$$S_{X_i, X_j} = \langle (X_i - \langle X_i \rangle)(X_j - \langle X_j \rangle) \rangle = \langle X_i X_j \rangle - \langle X_i \rangle \langle X_j \rangle. \quad (4.14)$$

In particular $S_{X_i, X_i} = S_{X_i}^2$.

We then compute the Jacobian

$$J_f = [J_1, \dots, J_n], \quad (4.15)$$

where

$$J_i = \left. \frac{\partial f}{\partial X_i} \right|_{\langle X_1 \rangle, \dots, \langle X_n \rangle}. \quad (4.16)$$

The estimated uncertainty S_f for the value of the function f is then given by

$$S_f^2 = J_f \Sigma_X J_f^T, \quad (4.17)$$

where \bullet^T denotes transposition.

For n independent variables, the formula simplifies to

$$S_f^2 = \sum_{i=1}^n (S_{X_i} J_i)^2. \quad (4.18)$$

CHAPITRE 5 TRAVAUX COMPLÉMENTAIRES

Ce chapitre présente les autres expériences et travaux produits dans le cadre de cette maîtrise. Les résultats des tests de cristallisation sur les fibres effilées de fluoroindate sont d'abord présentés, puis ceux des fibres effilées de ZBLAN. Les résultats des tests de fusion sont ensuite montrés. Enfin, des simulations d'un système à argon chauffé concluent les travaux réalisés.

5.1 Cristallisation dans les fibres effilées de fluoroindate

Les résultats du chapitre précédent ont montré que des fibres effilées faites à faible viscosité de départ avaient plus de pertes. De la cristallisation coïncidait avec ces fibres effilées. Afin d'étudier davantage la relation entre la cristallisation et les propriétés mécaniques et optiques, nous avons repris le montage et la méthodologie des tests de viscosité (figure 4.3) en y ajoutant la source et le détecteur du montage de la figure 4.4. La puissance transmise est conjointement mesurée à l'élongation de la fibre optique.

La figure 5.1 montre la courbe de déplacement (gauche) simultanément à la puissance mesurée (droite) pour une fibre de fluoroindate. Le croisement des deux lignes hachurées indique la valeur du déplacement au début de la perte de puissance, soit (0.63 ± 0.01) mm. Le fusil à air chaud est reculé au moment où une diminution de la puissance est observée. La figure 5.2 montre la fibre effilée ainsi obtenue. L'aspect granuleux de la fibre effilée indique un début de cristallisation. Cette cristallisation est présente après la diminution de la puissance. Ces résultats pourraient ainsi indiquer que la cristallisation est effectivement en cause dans la perte de transmission. Par ailleurs, la viscosité élevée simultanément mesurée renforce l'utilisation de celle-ci comme paramètre de design. L'aspect effilé de la fibre optique apparaît bien dans la photo. L'utilisation d'une viscosité élevée corrobore la faisabilité de fibres effilées avec des défauts minimaux. La cristallisation, bien que présente, demeure subtile.

Afin de tester si la cristallisation coïncide avec la perte de puissance, le même test est fait à nouveau. La figure 5.3 montre les résultats de déplacement et de puissance obtenus. Cette fois, le fusil à air chaud est reculé avant de voir une perte de puissance. Si la cristallisation est responsable de la perte de puissance, la fibre effilée obtenue devrait en être exempte. On constate d'abord que le signal de la puissance est assez bruité. Il se pourrait que les conditions d'illumination ne soient pas tout à fait uniformes et que les changements à la fibre lorsqu'elle s'étire change les modes excités, d'où la variation en sortie. La viscosité mesurée

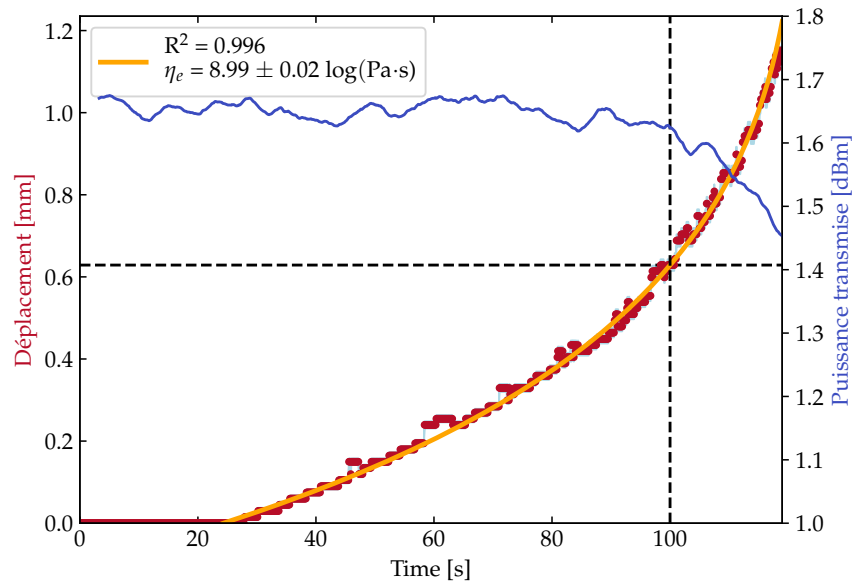


Figure 5.1 Courbe de déplacement d'une fibre optique de fluorindate pour une viscosité de $8.99 \pm 0.02 \log(\text{Pa} \cdot \text{s})$ (gauche) et puissance transmise (droite). Le croisement des lignes hachurées correspond à un déplacement de (0.63 ± 0.01) mm. C'est le déplacement auquel la puissance commence à diminuer.

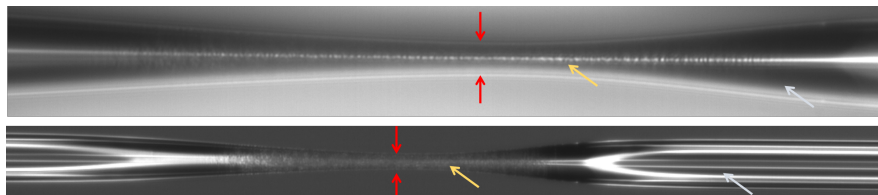


Figure 5.2 Aperçu de la fibre effilée donnée par la courbe de déplacement de la figure 5.1. La cristallisation est apparente où les flèches jaunes. Les flèches rouges indiquent l'étranglement et les grises, l'absence de cristallisation.

reste dans un régime élevé. De plus, le temps total d'étirement est inférieur au test précédent. Les conditions sont ainsi réunies pour une cristallisation limitée, d'autant plus que le test est arrêté avant une baisse marquée de puissance. La figure 5.4 montre la fibre effilée. La cristallisation est apparente malgré la puissance stable.

Les mesures effectuées ne permettent pas de corroborer l'hypothèse que la cristallisation cause les pertes en transmission. Dans le cas de la figure 5.3, il se pourrait que l'effet de la cristallisation, comme elle est minime, ne soit pas perceptible par les variations de la puissance dues au bruit. Par ailleurs, les fibres effilées ici fabriquées pourraient ne pas être

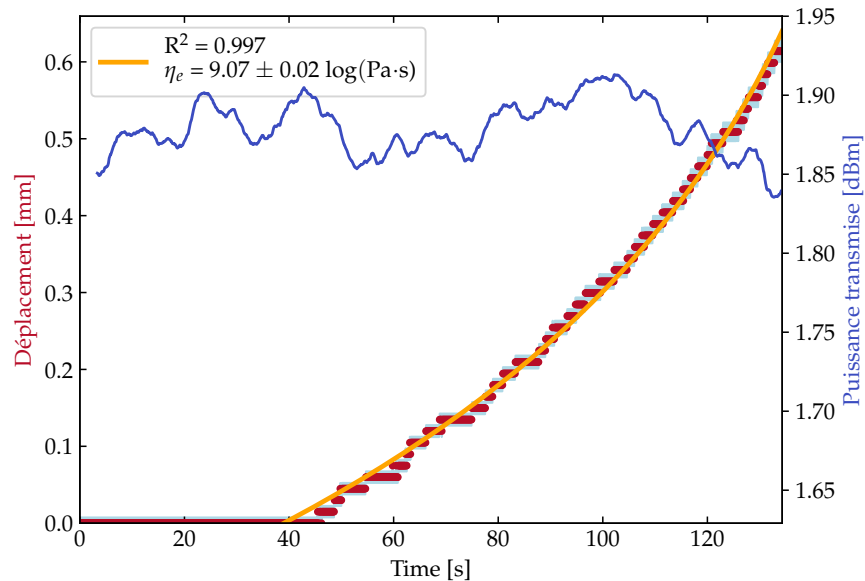


Figure 5.3 Courbe de déplacement d'une fibre optique de fluorindate pour une viscosité de $9.07 \pm 0.02 \log(\text{Pa} \cdot \text{s})$ (gauche) et puissance transmise (droite).

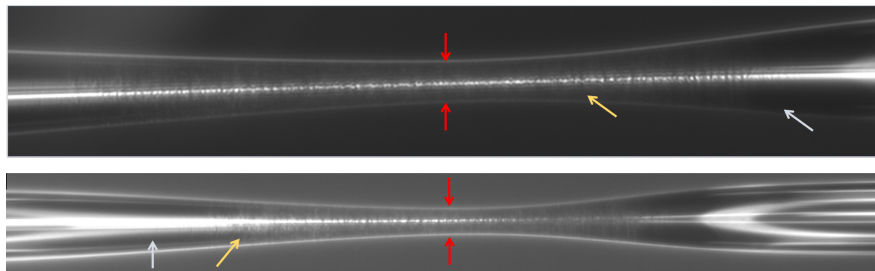


Figure 5.4 Fibre effilée obtenue par la courbe de déplacement de la figure 5.3. De la cristallisation est apparente dans les deux images. Les flèches rouges indiquent l'étranglement, les flèches grises, l'absence de cristallisation et les flèches jaunes, la cristallisation.

adiabatiques. Elle sont chauffées sur une section constante $\Delta = L_0 = 0.5 \text{ mm}$, ce qui est significativement plus faible que le $\Delta = 6 \text{ mm}$ des fibres effilées du chapitre précédent. De plus, étant donné la nature du test de viscosité, la fibre n'est pas étirée de façon symétrique. Le poids cause l'étirement seulement sur un seul côté. La perte en puissance ainsi observée à la figure 5.1 pourrait être due au processus non-adiabatique, plutôt qu'à la cristallisation.

Pour tester cette dernière hypothèse, un test destructif est réalisé. La figure 5.5 montre un test de viscosité complet superposé à la puissance mesurée simultanément. Cette fois-ci, la viscosité choisie est plus faible. La croissance des cristaux dépend à la fois de la température

et du temps de chauffage. En choisissant une viscosité plus faible, le temps d'étirement avant le bris est beaucoup plus court, ce qui minimise la cristallisation, par rapport à une viscosité plus élevée. Contrairement aux fibres effilées fabriquées où le procédé prend un temps donné comme au chapitre précédent, le temps d'étirement des tests de viscosité dépend strictement de la viscosité de la fibre optique. Comme de fait, à une viscosité de $7.76 \pm 0.04 \log(\text{Pa} \cdot \text{s})$,

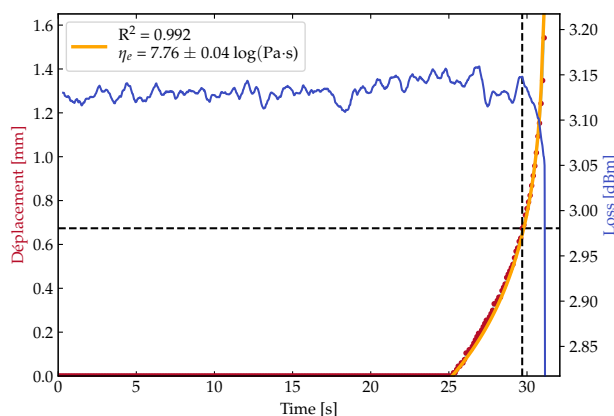


Figure 5.5 Courbe de déplacement d'une fibre optique de fluorindate pour une viscosité de $7.76 \pm 0.04 \log(\text{Pa} \cdot \text{s})$ (gauche) et puissance transmise (droite). Le croisement des lignes hachurées correspond à un déplacement de (0.67 ± 0.02) mm.

le procédé dure environ 5 s, ce qui est nettement inférieur au procédé d'environ 100 s de la figure 5.1. Il n'est pas possible de confirmer s'il y a cristallisation. Le test étant destructif, des images du taper ne peuvent être acquises. La perte de puissance ici observée commence à une valeur de déplacement similaire à celle de la figure 5.1 : (0.67 ± 0.02) mm. Comme les pertes de puissance surviennent à des déplacements similaires, il ne peut être exclu que la perte de puissance mesurée soit attribuable entre autres à un processus non adiabatique d'étirage de la fibre lors des tests de viscosité.

Certes, la cristallisation affecte les propriétés optiques des verres. Nous n'avons cependant pas pu déterminer la part qu'elle joue dans les pertes observées. Des études subséquentes devront être faites pour mieux comprendre le lien entre la viscosité, le temps de chauffage, la cristallisation et les propriétés optiques des verres fluorés.

5.2 Fibres effilées de ZBLAN

Des fibres effilées de ZBLAN ont également été fabriquées. Les performances optiques n'ont pu être mesurées. Le montage d'étirement est le même qu'à la figure 4.4, sans la source et le

détecteur. Plusieurs défis techniques rendent plus difficile la fabrication de fibres effilées en ZBLAN. D'abord, la fibre en elle-même est plus petite, ce qui complique la manipulation. Les rainures du montage sont faites pour des fibres optiques de dimension semblables à celles de la fibre de fluorindate : le polymère de protection de $287\ \mu\text{m}$ de diamètre et la gaine de $192\ \mu\text{m}$ de diamètre. Comme la fibre de ZBLAN est plus petite, elle flotte dans les rainures et ne peut être étirée. Pour pallier le problème, une fibre de silice SMF-28 ($242\ \mu\text{m}/125\ \mu\text{m}$) de diamètre (polymère/gaine) [91] est placée au fond de chaque rainure et la fibre de ZBLAN y est déposée.

Comme les fibres effilées de ZBLAN ont été étudiées après celles de fluorindate, la recette utilisée reprend les mêmes paramètres de chauffage et d'étirage. La fibre est balayée sur $6\ \text{mm}$, pendant qu'elle est étirée symétriquement à une vitesse de $200\ \mu\text{m}/\text{s}$.

Le profil d'une fibre effilée balayée sur une longueur constante est bien connu [85] :

$$r(x) = r_0 \exp\{-x/2\Delta\} \quad (5.1)$$

où r est le rayon à une distance x du rayon initial r_0 et Δ , la distance de balayage. Pour une vitesse constante de balayage, le déplacement peut être remplacé par :

$$x = v_0 * t \quad (5.2)$$

où v_0 est la vitesse est t , le temps du procédé. En combinant les équations (5.1) et (5.2) et en reprenant la définition de l'ITR de l'équation (4.5) pour une fibre cylindrique, on trouve l'expression suivante :

$$\text{ITR}(t) = \exp\{-t * v_0/2\Delta\}, \quad (5.3)$$

qui donne l'ITR en fonction du temps d'étirage. Selon les paramètres de conception, il est plus utile de savoir le temps requis pour arriver à un ITR donné. En inversant l'équation (5.3), on obtient

$$t = \frac{-2\Delta \ln(\text{ITR})}{v_0}. \quad (5.4)$$

La recette est d'abord optimisée pour des ITR de 0.5. Les premiers essais sont faits à une viscosité initiale de $\sim 8.7 \log(\text{Pa} \cdot \text{s})$. Le fusil à air chaud est reculé à une vitesse de $0.05\ \text{mm}/\text{s}$ en approche et en hauteur pendant le procédé. Le premier résultat obtenu est présenté à la figure 5.6.

Afin de réduire la cristallisation, un essai subséquent a été réalisé à une viscosité initiale de $\sim 9.0 \log(\text{Pa} \cdot \text{s})$. La figure 5.6 montre bien que la cristallisation est réduite à l'étranglement.

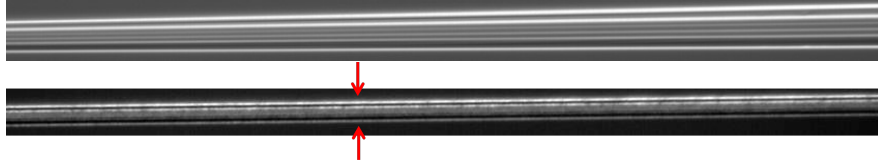


Figure 5.6 Aperçu d'une fibre effilée de ZBLAN fabriquée à une viscosité initiale de $\sim 8.7 \log(\text{Pa} \cdot \text{s})$. L'image du haut montre la pente et celle du bas, l'étranglement. La cristallisation est très présente à l'étranglement (flèches rouges). L'ITR mesuré est de 0.42 ± 0.03 .

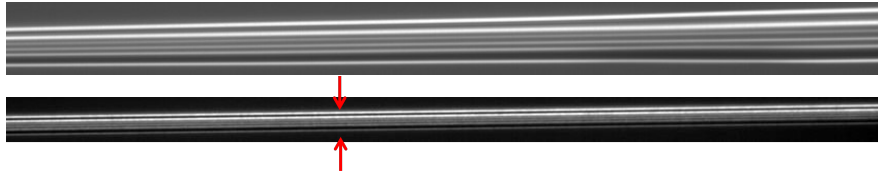


Figure 5.7 Aperçu d'une fibre effilée de ZBLAN fabriquée à une viscosité initiale de $\sim 9.0 \log(\text{Pa} \cdot \text{s})$. L'image du haut montre la pente et celle du bas, l'étranglement. La cristallisation est réduite par rapport à la Fig 5.6. L'ITR mesuré est de 0.44 ± 0.03 .

Les ITR des fibres effilées communément utilisées pour les coupleurs se situent entre 0.4 et 0.2. Le procédé a donc été poussé jusqu'à un ITR théorique de 0.3. La viscosité initiale choisie est également de $\sim 9.0 \log(\text{Pa} \cdot \text{s})$ pour minimiser la cristallisation. La figure 5.8 montre les résultats obtenus. Malgré que la fibre effilée soit fabriquée à viscosité élevée, la cristallisation est très apparente à son étranglement.

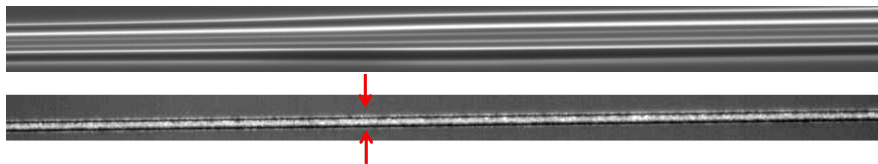


Figure 5.8 Aperçu d'une fibre effilée de ZBLAN fabriquée à une viscosité initiale de $\sim 9.0 \log(\text{Pa} \cdot \text{s})$. L'image du haut montre la pente et celle du bas, l'étranglement. La cristallisation y est très apparente (flèches rouges). L'ITR mesuré est de 0.23 ± 0.03 .

Dans tous les tests effectués, l'ITR mesuré était significativement plus bas que l'ITR théorique. Des tests subséquents ont été réalisés afin de vérifier la différence entre l'ITR théorique et celui mesurée. Le tableau 5.1 en présente les résultats.

Les ITR ont été mesurés à partir d'images de la fibre effilée. Comme l'étranglement n'était pas perceptible pour des ITR théoriques de valeurs supérieures à 0.7, seuls les étranglements des fibre effilées d'ITR théorique inférieur à 0.7 ont été mesurés. Pour les ITR en dessous de 0.3, l'étranglement devenait trop petit et la fibre effilée brisait avant la fin du processus.

Tableau 5.1 ITR mesuré selon l'ITR calculé pour des fibres effilées de ZBLAN. L'incertitude sur l'ITR mesuré est de ± 0.03 .

ITR théorique	ITR mesuré
0.7	0.49
0.6	0.42
0.5	0.36
0.4	0.31
0.3	0.24

La différence observée entre les ITR théoriques et mesurés est notable, d'autant plus que ce n'est pas une problématique qui survient avec les fibres effilées de fluoroindate. Pour ces dernières, l'ITR théorique se retrouve dans la plage de l'ITR mesuré et son incertitude. Des études subséquentes devront être réalisées pour mieux comprendre ce phénomène dans les fibres effilées de ZBLAN.

Les tests de fibres effilées de ZBLAN demeurent limités, comme les propriétés optiques ne sont pas mesurées. La cristallisation est frappante, particulièrement par rapport aux résultats obtenus avec les fibres effilées de fluoroindate. Les fibres effilées de fluoroindate ont cependant bénéficié de plusieurs heures d'optimisation, que n'ont pas eues celles de ZBLAN. Les expériences ont néanmoins permis de prouver la faisabilité mécanique de fibres effilées de ZBLAN en utilisant un fusil à air chaud. Les étapes subséquentes passent nécessairement par l'étude de leurs propriétés optiques.

5.3 Tests de fusion

Les résultats prometteurs des fibres effilées de fluoroindate ont mené à des tests de fusion pour la fabrication de premiers coupleurs. Les schémas précédents du montage utilisé (figure 4.4) simplifiaient certains éléments, dont les blocs du montage de fusion-étirage où sont déposés les fibres. La figure 5.9 montre un schéma des blocs plus précis. Comme mentionné précédemment, les fibres sont posées dans des rainures. Les blocs comprennent deux rainures côte à côte de sorte que les fibres ne se touchent que dans la partie où elles sont dégainées. Un poids s'insère au-dessus des fibres pour les maintenir en place.

La figure 5.10 montre bien que les deux fibres se touchent une fois sur le montage.

Comme la fusion est typiquement faite à une température plus élevée que pour l'étirage, la viscosité choisie est de $\sim 7.5 \log(\text{Pa} \cdot \text{s})$. Les fibres sont balayées sur la même distance Δ que pour les fibres effilées, soit 6 mm. Elles ne sont cependant pas étirées, le but ici étant seulement de fusionner leurs centres. Les tests n'ont pas porté fruit, bien que les fibres se

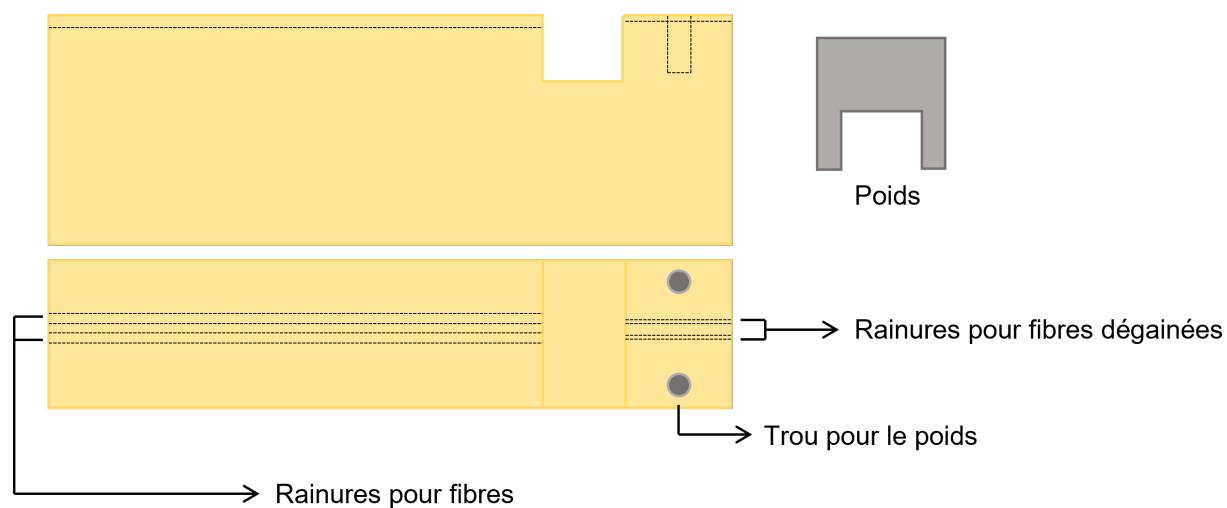


Figure 5.9 Schéma des blocs utilisés. Schéma du haut : vue de côté du bloc. Au bas : vue du haut. Pour la fusion, les fibres sont placées dans chacune des deux rainures. Le poids est inséré dans les trous pour maintenir les fibres en place et collées l'une sur l'autre.

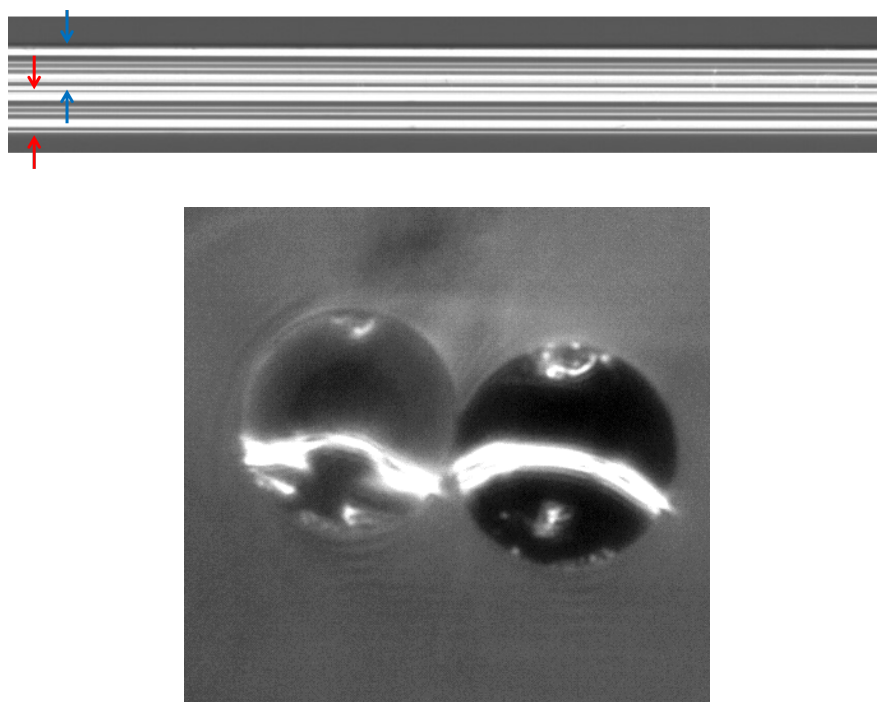


Figure 5.10 Vue de côté (haut) et de face (bas) de deux fibres optiques (flèches rouges et bleues) de fluorindate sur le montage avant une fusion.

touchaient, la fusion n'avait jamais lieu et elles se décollaient dès que les poids étaient ôtés du montage à la fin du processus. De tests subséquents combinés avec les observations empiriques révèlent que le fusil à air chaud sépare les fibres en soufflant l'air. La figure 5.11 en est une preuve.

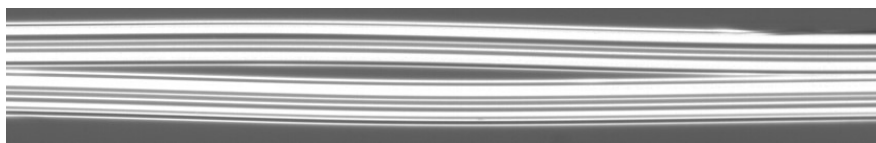


Figure 5.11 Vue de haut de deux fibres après une tentative de fusion. Elles sont séparées au centre.

Les fibres semblent collées ensemble aux extrémités. Au centre, où elles sont balayées par le fusil à air chaud, elles sont cependant séparées. Quelques stratégies ont été tentées pour pallier la séparation des fibres, notamment de les étirer à un rythme très faible pour maintenir les fibres collées. Le résultat obtenu est montré à la figure 5.12.

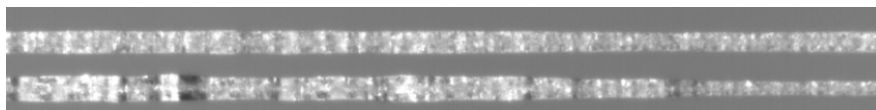


Figure 5.12 Vue de haut de deux fibres après une tentative de fusion, tout en les étirant un peu pour maintenir une tension.

Étant donné la faible viscosité de la fibre optique, la tension dans les fibres n'est pas conservée : on reconnaît la forme d'une forme effilée, indiquant qu'elles sont étirées. Par ailleurs, la température de chauffage élevée cause une cristallisation très prononcée sur les fibres.

Les tests de fusion révèlent ainsi une limite importante du fusil à air chaud pour la fabrication de coupleurs en verre fluoré. Même à son plus faible débit, celui-ci est trop élevé et cause la séparation des fibres, empêchant ainsi leur fusion. Pour la fabrication de coupleurs en silice, une solution pour forcer les fibres à se toucher est d'appliquer une légère tension dans celles-ci. Nous avons essayé cette solution avec les fibres de fluoroindate. Comme la viscosité est plus faible dans les fibres de fluoroindate à la température de fusion, une petite tension suffit à les étirer.

5.4 Simulation de gaz chauffé

Les dernières expériences présentées dans ce chapitre révèlent les limites importantes de la source de chaleur utilisée. L'utilisation d'un fusil à air chaud consiste en une preuve de

concept. L'utilisation de gaz neutre comme l'argon ou l'azote chauffé comme source de chaleur représente une solution à plus long terme. Un système sur-mesure permettrait d'augmenter la fiabilité et la reproductibilité du processus. Cette solution est encore dans ses étapes préliminaires, mais une analyse thermique d'un futur système de gaz chauffé est présentée dans le cadre de cette maîtrise. Étant donné son stade préliminaire et le nombre élevé de paramètres de design inconnus ou indéterminés, seules les équations et la démarche à suivre sont présentées.

La figure 5.13 présente le modèle utilisé du système de chauffage. Un cylindre de longueur L est chauffé à une température de surface constante T_s . Un jet de gaz à température et pression normales (TPN) entre dans le tube.

L'analyse se divise en deux parties numérotées telles qu'elles sur la figure :

1. Transfert de chaleur par convection forcée d'un gaz dans un cylindre ;
2. Transfert de chaleur entre le gaz et l'air ambiant, jusqu'à la fibre optique.

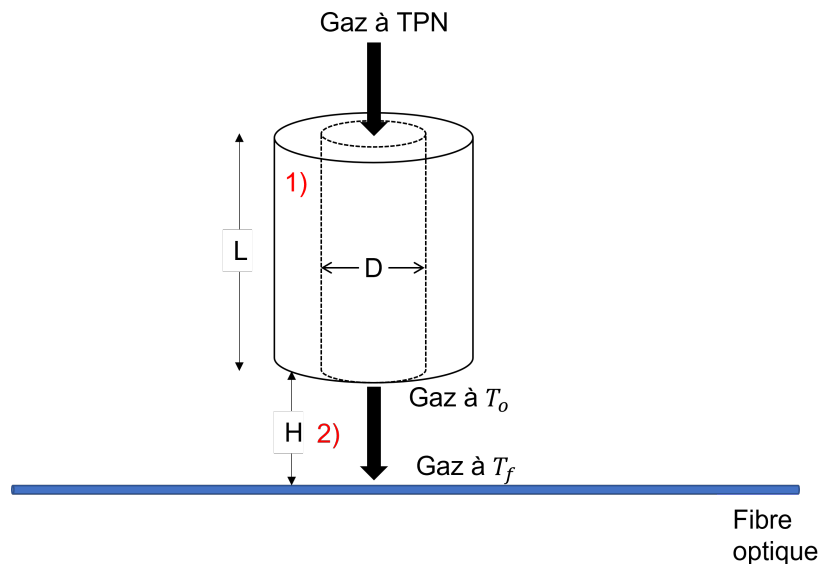


Figure 5.13 Schéma simplifié d'un futur système de chauffage d'un gaz.

5.4.1 Température de sortie du gaz

La première étape permet de calculer la température de sortie du gaz. La démarche suit les équations du chapitre 8 de [92]. Pour le cas typique d'un écoulement à travers un cylindre à

une température de surface constante T_s , la température de sortie T_o s'obtient ainsi :

$$T_o = T_s - (T_s - T_i) \exp \left\{ \left(-\frac{\pi D L \bar{h}}{\dot{m} c_p} \right) \right\} \quad (5.5)$$

où T_i (°C) est la température du gaz à l'entrée, D est le diamètre interne du cylindre (m), L , sa longueur (m), \dot{m} le débit massique (kg/s), c_p , la capacité thermique massique (J/kgK) et \bar{h} , le coefficient de transfert de chaleur moyen (W/m²K). Les paramètres D , L , \dot{m} sont des paramètres de design. La capacité thermique massique est une propriété du gaz évaluée à une température fixe. Le coefficient de transfert de chaleur moyen est la variable d'intérêt pour résoudre l'équation.

Le coefficient de transfert de chaleur est une valeur qui s'obtient selon des corrélations empiriques provenant de cas de figure. Des nombres adimensionnels comme le nombre de Reynolds (Re) sont utilisés pour déterminer ces cas de figure.

Le nombre de Reynolds permet de déterminer si un écoulement est laminaire ou turbulent. Il est défini à partir de l'équation (5.6) :

$$Re \equiv \frac{u_m D}{\nu}, \quad (5.6)$$

où u_m est la vitesse moyenne d'écoulement (m/s), D , le diamètre interne du cylindre (m) et ν (m²/s), la viscosité dynamique du fluide. La condition (5.7) détermine le type d'écoulement :

$$\begin{aligned} Re \leq 2300 & \quad \text{Écoulement laminaire} \\ Re \geq 10000 & \quad \text{Écoulement turbulent.} \end{aligned} \quad (5.7)$$

Une zone grise existe dans cette condition, pour les valeurs entre 2300 et 10000. Il faut mentionner que ces valeurs demeurent arbitraires et qu'au besoin, elles peuvent être légèrement adaptées.

Écoulement laminaire

Si l'écoulement est laminaire, la zone d'entrée thermique x_T doit être calculée. La zone d'entrée correspond à la longueur nécessaire pour que le profil thermique de l'écoulement soit développé. Elle se calcule ainsi :

$$x_T \approx \frac{0.05 \nu Re D}{\alpha}, \quad (5.8)$$

où α est la diffusivité thermique (m^2/s). Les autres constantes ont été définies précédemment. À noter que la fraction ν/α correspond au nombre de Prandtl (Pr), un autre nombre adimensionnel couramment utilisé et trouvé dans les tables des propriétés.

Si le cylindre de longueur L est plus long que la zone d'entrée thermique, on dira de l'écoulement qu'il est pleinement développé. La corrélation (5.9) est utilisée pour calculer le coefficient de transfert de chaleur

$$\bar{h} = \frac{3.66k}{D}, \quad (5.9)$$

où k est la conductivité thermique du fluide (W/mK). Si l'écoulement n'est pas pleinement développé,

$$\bar{h} = \frac{(3.66/\tanh(2.264Gz^{-1/3} + 1.7Gz^{-2/3})) + 0.0499Gz \tanh(Gz^{-1})}{\tanh(2.432Pr^{1/6}Gz^{1/6})} \frac{k}{D}, \quad (5.10)$$

où Gz est le nombre de Graetz

$$Gz \equiv \frac{DRePr}{L}. \quad (5.11)$$

La corrélation 5.10 fonctionne pour $Pr > 0.1$.

Écoulement turbulent

Pour un écoulement turbulent tel que défini par la condition (5.7), le coefficient de transfert de chaleur se trouve par

$$\bar{h} = \frac{0.023kRe^{4/5}Pr^{0.4}}{D}. \quad (5.12)$$

Cette équation est également connue sous le nom de Dittus-Bolter.

Propriétés thermiques

Le calcul du coefficient de transfert de chaleur dépend de plusieurs propriétés du fluide. Ces propriétés varient elles-mêmes avec la température. Le calcul devient donc itératif. Une première hypothèse de température de sortie T_{o1} sert à calculer la température moyenne T_m :

$$T_m = \frac{T_i + T_{o1}}{2}, \quad (5.13)$$

température utilisée pour évaluer les propriétés. Un premier calcul est fait pour déterminer T_{o2} . Les propriétés sont ensuite réévaluées en remplaçant T_{o1} par T_{o2} dans l'Éq. (5.13). La

procédure est répétée jusqu'à ce que l'erreur entre $T_{o(n-1)}$ et $T_{o(n)}$ soit inférieure à 10%.

Résumé

Pour trouver la température de sortie au bout d'un cylindre chauffé à une température de surface T_s , de longueur L et de diamètre interne D , il faut :

1. Poser une première température de sortie T_{o1} ;
2. Calculer les propriétés du gaz (ν , α , k et c_p) à T_m (Éq. (5.13)) ;
3. Calculer le nombre de Reynolds Re (Éq. (5.6)) ;
 - Si $Re \leq 2300$, calculer la zone d'entrée thermique (Éq. (5.8)). Si $L \leq x_T$, l'Éq. (5.9) permet de trouver \bar{h} . Sinon, on utilise l'Éq. (5.10).
 - Si $Re \geq 10000$, la corrélation (5.12) est utilisée.
4. Calculer T_{o2} à partir de l'Éq. (5.5) ;
5. Recalculer T_m avec T_{o2} . Recommencer de l'étape 1 jusqu'à ce que l'erreur entre $T_{o(n-1)}$ et $T_{o(n)}$ soit inférieure à 10%.

Il se pourrait qu'aucune corrélation ne convienne dans le cas où le nombre de Reynolds se situe entre 2300 et 10000. D'autres méthodes devront alors être investiguées et dépassent le cadre de cette maîtrise.

5.4.2 Température à la fibre optique

Une fois chauffé, le gaz voyage sur une distance H séparant la sortie du cylindre chauffant et la fibre optique. La décroissance en température sur cette partie se calcule en suivant les équations de [93].

Définissons une longueur de champ proche thermique z_0 , telle que

$$z_0 = 2.728D - 0.35L_{\text{car}}, \quad (5.14)$$

où L_{char} est une distance caractéristique dépendant des propriétés du cylindre de diamètre D :

$$L_{\text{car}} = \frac{5.596D}{1.11}. \quad (5.15)$$

En définissant une distance normalisée ζ :

$$\zeta = \frac{z - z_0}{L_{\text{car}}}, \quad (5.16)$$

on peut trouver la température le long de l'axe de sortie du gaz et en son centre par

$$T_f = T_o(1 + \zeta^2)^{-n(T)}, \quad (5.17)$$

où $n(T) \approx 0.5$ et z est la distance depuis la sortie du cylindre. La température à la fibre sera à $z = H$.

5.4.3 Limites de l'analyse

L'analyse effectuée ici comporte plusieurs limites qui valent la peine d'être mentionnées. D'abord, le problème a été abordé de façon scolaire en posant plusieurs hypothèses qui mènent à des corrélations connues. Notamment, la température de surface est constante et uniforme, le gaz a un profil de vitesse et de température uniforme en entrée et il est à TPN. Les corrélations utilisées sont valides pour des plages souvent définies et sont elles-mêmes peu précises. Des erreurs jusqu'à 25% séparent les équations des résultats en laboratoire [92]. La fibre optique est traitée comme une perturbation négligeable et l'échange de chaleur entre celle-ci et le gaz n'affecte pas la température de ce dernier. Plusieurs inconnues limitent actuellement la vérification de ce modèle sur le montage au laboratoire. Le fonctionnement du fusil à air chaud en lui-même (chauffe-t-il par une température de surface fixe), la longueur de sa section chauffée et le débit d'air ne permettent pas de valider le modèle. De plus, une section non chauffée à l'intérieur du cylindre devrait être ajoutée pour représenter les conditions expérimentales. La distance H entre la sortie du fusil à air chaud et la fibre optique est de l'ordre du millimètre. Il se pourrait également que les équations tirées de [93] ne s'y prêtent pas bien.

Cette section constitue un point de départ pour tester différents paramètres de design pour un nouveau système de chauffage. Elle trace également la voie pour des simulations thermiques, qui affinaient le contrôle sur le procédé de fabrication de coupleurs de verre fluoré.

CHAPITRE 6 DISCUSSION GÉNÉRALE

Dans ce projet de maîtrise, nous avons étudié les paramètres de conception de coupleurs en verre fluoré. La méthode de conception de fusion étirage est bien connue, nous avons cependant modifié certains éléments de la méthodologie pour nous adapter aux propriétés des verres fluorés. Nous revenons ici sur ces modifications, soit la méthode de chauffage à air chaud, et la méthodologie de mesure de la viscosité.

6.1 Méthode de chauffage

La méthode de chauffage à air chaud a su montrer son efficacité pour la fabrication de composants en verre fluoré. L'utilisation d'un fusil à air chaud est cependant une solution à court terme qui limite la fabrication de composants robustes. Bien que la caractérisation montre qu'il soit un instrument fiable et sensible, l'absence d'asservissement sur la température en sortie crée un décalage entre la température de commande et la température en sortie. Comme la température doit être mesurée par un thermocouple placé à la fibre, une erreur de biais difficile à quantifier est introduite. Les températures ainsi mesurées sont difficilement reproductibles sur un autre montage. Il est arrivé à quelques reprises des changements mineurs sur le montage. Par exemple, la sortie du fusil à air chaud a accroché à quelques reprises un élément du montage, ce qui a entraîné une petite déviation de l'ordre de quelques millimètres de sa position. Le montage devait alors être caractérisé à nouveau pour trouver les températures de commande qui donnent les bonnes températures à la fibre optique. L'utilisation d'instruments de mesure plus précis pour atteindre une sensibilité $< 1^\circ\text{C}$ et de méthodes comme la triangulation pour savoir la température à la fibre seront nécessaires pour aller de l'avant.

Par ailleurs, le fusil en lui-même pose problème sur la conservation des propriétés optiques des fibres effilées lors de leur fabrication. La cristallisation est un enjeu de taille et elle est stimulée par la présence de débris sur le verre [89]. Le fusil à air chaud souffle de l'air certainement contaminé par les débris qui sont à l'intérieur, ce qui contribue à la cristallisation des fibres. Enfin, le débit du fusil à air chaud demeure trop élevé pour certaines manipulations. Les tests effectués montrent que les fibres se séparent sous le souffle du fusil, ce qui empêche la fusion. De plus, pour les fibres effilées à des très petits ITR (pour < 0.15), le souffle du fusil à air chaud occasionne des bris.

6.2 Méthodologie de mesure de la viscosité

La méthodologie de mesure de viscosité est fort simple et utilise du matériel accessible à tous : un marqueur fait de papier collant électrique blanc, des pinces qui ajoutent du poids au bout de la fibre et une poulie. Un défi technique de ces tests est de coller le marqueur sur la fibre optique. Pour des fibres si fragiles et dispendieuses, cette manipulation entraîne beaucoup de pertes, sans compter que les tests de viscosité sont destructifs. Plus de 1.5 m de fibre sont requis pour les tests. Chaque test laisse une section de 0.2 m en résidu qui est difficilement réutilisable. La plage de mesure de viscosité est également limitée. L'utilisation d'un marqueur en papier collant entraîne du frottement dans le système aux mesures de hautes viscosités. Pour les faibles viscosités, la fréquence d'acquisition de la caméra limite le nombre de données de position enregistrées, comme l'étirement se fait très rapidement. Ces limites peuvent être compensées par l'utilisation de masses plus élevée pour les hautes viscosités et moins élevées pour les faibles viscosités. Cependant, comme la fibre demeure fragile, l'ajout de poids doit être fait avec précaution. De plus, les poids prennent la forme de pinces pendant les unes à la suite des autres au bout de la fibre optique. Plus de pinces sont ajoutées, plus le segment de fibre brisé est long.

L'algorithme de détection de contour utilisé pour étudier le déplacement des fibres optiques, et ainsi, la viscosité, s'est avéré très robuste. En utilisant les paramètres d'acquisition et la méthodologie présentés au chapitre 3, les données de déplacement sont extraites des fichiers multi-images enregistrés dans la quasi-totalité des cas. Par contre, l'algorithme fonctionne en post-traitement et les fichiers enregistrés sont lourds. L'algorithme dans sa forme actuelle répond très bien au besoin d'étudier la viscosité par des courbes de déplacement en trouvant la valeur en post-traitement. Nous suggérons cependant de mesurer systématiquement la viscosité au laboratoire avant la fabrication de fibres effilées, ce qui ne se fait pas aisément avec le système actuel. Une façon de simplifier le système actuel serait de regrouper les manipulations en une seule plateforme. Pour le moment, deux plateformes sont utilisées, soit *ThorCam* pour l'acquisition des fichiers multi-images et *Python 3.x* pour le traitement des fichiers multi-images. En contrôlant la caméra directement par un algorithme en *Python 3.x*, le post-traitement en serait simplifié comme l'acquisition et le traitement des données pourraient être regroupé en un seul programme. Le développement d'un programme d'acquisition en *Python 3.x* serait aussi une façon de contourner certaines limites de l'ordinateur qui mènent à des taux d'images enregistrées non nuls. L'acquisition combinée à une horloge associerait la valeur de temps réel à chaque image enregistrée. L'échelle temporelle n'aurait plus besoin d'être reconstruite via la fréquence d'acquisition.

Il existe d'autres méthodes de mesure de la viscosité, notamment en mesurant la déflexion

d'une fibre optique placée entre deux plaques chauffées [94]. L'utilisation de cette méthode permettrait d'avoir une mesure rapide de la viscosité, de réduire les pertes et de connaître avec précision la température. Par contre, un avantage indéniable de la méthode utilisée est qu'elle mime le processus d'étirage utilisé pour la fabrication de composants. Le duo température-viscosité ainsi testé donne un rapide retour sur les paramètres de conception. Une utilisation conjointe des deux méthodes, soit une première caractérisation exhaustive en utilisant poulie, poids et marqueur, puis une utilisation rapide de la méthode proposée par [94] pourrait être envisagée.

CHAPITRE 7 CONCLUSION

Ce projet de maîtrise avait pour but d'étudier les paramètres de conception de coupleurs fusionnés en verre fluoré. Dans ce dernier chapitre, nous partons des travaux effectués pour suggérer les avenues et les améliorations à venir.

7.1 Synthèse des travaux

Les procédés de fabrication de composants fusionnés sont bien connus, mais certains paramètres critiques tardent à être étudiés. D'une part, les méthodes de chauffage traditionnellement utilisées comme la flamme ne conviennent pas aux verres fluorés. Nous avons donc proposé une méthode de chauffage qui convient mieux à ces verres : le chauffage par air chaud. D'autre part, l'étude des propriétés physiques des verres fluorés lorsque chauffés aux températures requises pour la confection de composants s'avère la pierre angulaire de nos travaux. La viscosité et la cristallisation sont deux de ces paramètres essentiels à caractériser autour des températures d'intérêt.

Le chapitre 3 présente d'abord la méthode de chauffage utilisée, l'air chaud, par une caractérisation du système de chauffage. Il répond en ce sens au premier sous-objectif de recherche, soit de caractériser le système de chauffage. Malgré les limites du fusil à air chaud, celui-ci a montré qu'il possède une sensibilité et une stabilité suffisante pour répondre aux besoins des verres fluorés. Ce chapitre détaille ensuite l'algorithme conçu pour suivre le déplacement d'une fibre optique. C'est ce même algorithme qui est utilisé dans le chapitre 4. Ce chapitre présente le corps des travaux réalisés. Par les résultats qui y sont présentés, il revient sur trois des sous-objectifs de recherche. La viscosité de deux fibres optiques de verre fluoré, une de ZBLAN et une autre de fluorindate, y est étudiée autour des températures de fabrication de composants fusionnés. Nous y présentons un modèle théorique à un seul paramètre libre, qui permet d'extraire la viscosité à partir de courbes de déplacement reconstruites par l'algorithme. Nous avons d'abord constaté l'étroitesse de la plage de température à laquelle les composants peuvent être fabriqués : le ZBLAN et le fluorindate ramollissent (d'un verre dur à un verre mou) sur un intervalle d'environ 10 °C. En nous fiant à la viscosité plutôt qu'à la température comme paramètre de design, nous proposons une solution qui s'applique à tous les verres. Des fibres effilées de fluorindate sont conçues en étudiant ce paramètre : plus la viscosité de design choisie est élevée, plus les propriétés optiques sont conservées. Plusieurs fibres effilées à très faibles pertes à un ITR de 0.3 sont fabriquées de façon répétable. Or, un procédé à des viscosités plus faibles ne mène pas à de tels résultats. La cristallisation est à

la fois apparente et les pertes, plus élevées.

Le chapitre 5 regroupe les dernières expériences réalisées. Parmi les questions soulevées dans le chapitre précédent, celle de l'effet de la cristallisation sur les propriétés en est une qui a été poussée. Les expériences réalisées ne permettent cependant pas de tirer de conclusion sur l'incidence de la cristallisation sur le moment où surviennent les pertes optiques. Ce chapitre revient également sur les derniers éléments des sous-objectifs : les fibres effilées de ZBLAN et les tests de fusion. Pour faire écho au chapitre 4, nous y trouvons une preuve de concept de fibres effilées en ZBLAN avec la viscosité comme paramètre de design, mais les propriétés optiques n'ont pu être mesurées. Quelques tests de fusion sur les fibres de fluoroborate s'y retrouvent également, mais ceux-ci sont restés à une phase préliminaire : les résultats ont vite révélé que le jet d'air chaud les sépare lors du procédé, rendant la fusion impossible. Il devient ainsi clair que le système de chauffage à air chaud utilisé ne permet pas de faire des coupleurs fusionnés. Un modèle théorique pour des simulations thermiques d'un futur système de chauffage clôt les travaux de cette maîtrise.

7.2 Limitations de la solution proposée

L'étude de la viscosité et son utilisation comme référence pour déterminer les paramètres de design des composants s'est avérée fiable. Une recette de fibre effilée de fluoroborate se basant sur une viscosité initiale élevée donne des composants répétables et à faibles pertes. La méthodologie de mesure de la viscosité ne donne cependant pas les résultats immédiatement. L'analyse des mesures en post-traitement est nécessaire à l'obtention de la mesure, ce qui pose des limites pour une utilisation rapide en laboratoire de cette méthode.

La méthode de chauffage avec un fusil à air chaud reste perfectible. L'utilisation d'un fusil à air chaud favorise la cristallisation. Le débit trop élevé empêche également la fusion de deux fibres. Une erreur de biais causée par l'absence de mesure fixe de température à la fibre optique empêche d'avoir des valeurs absolues. Les températures sont plus considérées comme relatives les unes par rapport aux autres. De plus, les fibres de verre fluoré sont très sensibles aux variations environnementales. La variation des taux d'humidité et de température ambiante soulève des enjeux de reproductibilité.

7.3 Améliorations futures

Plusieurs questions demeurent en suspens et mènent à de futurs projets de recherche. La cristallisation est un élément clé pour la fabrication future de composants de verre fluoré robustes, répétables et à faibles pertes. Nous avons montré qu'il existe une corrélation entre

la présence de cristallisation et les pertes dans les fibres effilées. Par contre, les tests de cristallisation ne sont pas concluants sur le moment à partir duquel celle-ci entraîne des pertes. Une étude plus poussée sur la cristallisation permettrait de raffiner le procédé de fabrication de fibres effilées et d'anticiper les problèmes qui surviendront lors de la fabrication de coupleurs en verre fluoré.

L'utilisation de la viscosité comme paramètre de design pour les coupleurs peut être transposée à toutes les fibres. Plus particulièrement, les coupleurs en fibre de chalcogénure en sont aussi à leurs débuts. Comme ces fibres ont des propriétés similaires au verre fluoré, utiliser la viscosité pourrait contribuer au développement de coupleurs de chalcogénure. De plus, des coupleurs fusionnés en chalcogénure ont récemment été démontrés. La mesure de la viscosité des fibres de chalcogénure aux températures de fabrication de coupleurs serait un bon indicateur pour la fabrication de coupleurs en verre fluoré.

Le talon d'Achille de ces travaux est le système de chauffage utilisant un fusil à air chaud. Le succès de la fabrication de coupleurs repose certainement sur une méthode employant un gaz neutre chauffé pour éviter la cristallisation et conserver au mieux les propriétés optiques et un système d'asservissement pour avoir une température précise en sortie. Ceci pavera certainement la voie aux nombreuses applications qui attendent les fameux coupleurs en verre fluoré.

RÉFÉRENCES

- [1] J. A. Harrington, *Infrared Fibers and Their Applications*. SPIE Press, 2004.
- [2] J. Swiderski, “High-power mid-infrared supercontinuum sources : Current status and future perspectives,” *Progress in Quantum Electronics*, vol. 38, n^o. 5, p. 189–235, 2014.
- [3] S. Brais-Brunet, “Instrumentation et méthodes d’analyse appliquées à l’évaluation du développement rétinien chez le souriceau par tomographie par cohérence optique,” Mémoire de maîtrise, Université de Montréal, 2020.
- [4] R. Maltais-Tariant, “Real-time OCT surveillance of laser therapy through speckle decorrelation,” Mémoire de maîtrise, Polytechnique Montréal, 2019.
- [5] A. Schliesser, N. Picqué et T. W. Hänsch, “Mid-infrared frequency combs,” *Nature Photonics*, vol. 6, n^o. 7, p. 440–449, 2012.
- [6] A. B. Seddon, “Mid-infrared (IR)—a hot topic : The potential for using mid-IR light for non-invasive early detection of skin cancer in vivo,” *Physica Status Solidi (B)*, vol. 250, n^o. 5, p. 1020–1027, 2013.
- [7] M. N. Islam *et al.*, “Mid-IR super-continuum generation,” dans *Fiber Lasers VI : Technology, Systems, and Applications*, vol. 7195. International Society for Optics and Photonics, 2009, p. 71950W.
- [8] A. Ghatak et K. Thyagarajan, *An Introduction to Fiber Optics*. Cambridge University Press, 1998.
- [9] R. Vallée, “Fibre optique, deuxième partie : Propriétés optiques et physiques,” 2006, notes de cours de GPH-2102 : Fibre optique.
- [10] S. Aasland et T. Grande, “Crystallization of ZBLAN glass,” *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 79, n^o. 8, p. 2205–2206, 1996.
- [11] W. D. Callister et D. G. Rethwisch, *Materials science and engineering : an introduction*. Wiley New York, 2018, vol. 9.
- [12] C. R. Kurkjian, J. T. Krause et M. J. Matthewson, “Strength and fatigue of silica optical fibers,” *Journal of Lightwave Technology*, vol. 7, n^o. 9, p. 1360–1370, 1989.
- [13] Y. Messaddeq *et al.*, “New fluoroindate glass compositions,” *Journal of Materials Research*, vol. 8, n^o. 4, p. 885–889, 1993.
- [14] P. P. Fedorov *et al.*, “Fluoroindate glasses,” *Russian Chemical Reviews*, vol. 69, n^o. 8, p. 705, 2000.

- [15] M. Saad, “Indium fluoride glass fibers,” dans *Laser Refrigeration of Solids V*, vol. 8275. International Society for Optics and Photonics, 2012, p. 82750D.
- [16] S. Shibata *et al.*, “Prediction of loss minima in infra-red optical fibres,” *Electronics Letters*, vol. 17, n^o. 21, p. 775–777, 1981.
- [17] J. R. Gannon, “Optical fibre materials for operating wavelengths larger than 2 μm ,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 42, n^o. 1-3, p. 239–245, 1980.
- [18] M. Drexhage *et al.*, “IR-transmitting fluoride glasses,” *Laser Focus*, 1980.
- [19] P. France *et al.*, “Loss mechanisms in ZrF₄ based IR fibres,” dans *Halide Glasses for Infrared Fiber Optics*. Springer, 1987, p. 253–264.
- [20] M. Poulain, S. Cozic et J. L. Adam, “Fluoride glass and optical fiber fabrication,” dans *Mid-Infrared Fiber Photonics*. Elsevier, 2022, p. 47–109.
- [21] D. Szebesta *et al.*, “OH absorption in the low loss window of zblan (p) glass fibre,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 161, p. 18–22, 1993.
- [22] D. R. MacFarlane, M. Matecki et M. Poulain, “Crystallization in fluoride glasses : I. devitrification on reheating,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 64, n^o. 3, p. 351–362, 1984.
- [23] M. Poulain, “Overview of crystallization in fluoride glasses,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 140, p. 1–9, 1992.
- [24] ———, “Crystallization in fluoride glasses,” *Thermochimica Acta*, vol. 280, p. 343–351, 1996.
- [25] R. H. Doremus, “Viscosity of silica,” *Journal of Applied Physics*, vol. 92, n^o. 12, p. 7619–7629, 2002.
- [26] K. Matusita, M. Koide et T. Komatsu, “Viscous flow mechanism of fluoride glasses over a wide temperature range,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 140, p. 141–145, 1992.
- [27] G. Zhang *et al.*, “Viscosity of fluoride glasses near the fiber drawing temperature region,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 256, p. 135–142, 1999.
- [28] C. J. Simmons *et al.*, “Aqueous corrosion studies of a fluorozirconate glass,” *Materials Research Bulletin*, vol. 17, n^o. 9, p. 1203–1210, 1982.
- [29] F. Gan, “Optical properties of fluoride glasses : a review,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 184, p. 9–20, 1995.
- [30] T. Kanamori, Y. Terunuma et T. Miyashita, “Preparation of chalcogenide optical fiber,” *Review of the Electrical Communication Laboratories*, vol. 32, n^o. 3, p. 469–477, 1984.

- [31] T. Miyashita et Y. Terunuma, “Optical transmission loss of As-S glass fiber in 1.0–5.5 μm wavelength region,” *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 21, n^o. 2A, p. L75, 1982.
- [32] M. Saito et M. Takizawa, “Teflon-clad As-S glass infrared fiber with low-absorption loss,” *Journal of Applied Physics*, vol. 59, n^o. 5, p. 1450–1452, 1986.
- [33] G. Devyatikh *et al.*, “Recent developments in As-S glass fibres,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 256, p. 318–322, 1999.
- [34] K. A. Richardson et M. Kang, “Chalcogenide materials for mid-wave infrared fibers,” dans *Mid-Infrared Fiber Photonics*. Elsevier, 2022, p. 3–46.
- [35] M. Saad, “Fluoride glass fiber : state of the art,” dans *Fiber Optic Sensors and Applications VI*, vol. 7316. International Society for Optics and Photonics, 2009, p. 73160N.
- [36] J. S. Sanghera *et al.*, “Nonlinear properties of chalcogenide glass fibers,” *International Journal of Applied Glass Science*, vol. 1, n^o. 3, p. 296–308, 2010.
- [37] M. J. Dignonnet et H. J. Shaw, “Analysis of a tunable single mode optical fiber coupler,” *IEEE Transactions on microwave theory and techniques*, vol. 30, n^o. 4, p. 592–600, 1982.
- [38] S. T. Nicholls et M. Scott, “Method of making fluoride glass optical coupler,” août 18 1992, US Patent 5,139,550.
- [39] G. S. Athanasiou *et al.*, “Large core, multimode, chalcogenide glass fibre coupler by side-polishing,” *Optical and Quantum Electronics*, vol. 45, n^o. 9, p. 961–967, 2013.
- [40] T. Yamamoto, T. Komukai et Y. Miyajima, “Wide band erbium-doped fluoride fiber optical amplifier at 2.7 μm with fluoride fiber wavelength-division multiplex coupler,” *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 32, n^o. 1A, p. L62, 1993.
- [41] R. Gafsi, P. Lecoy et A. Malki, “Stress optical fiber sensor using light coupling between two laterally fused multimode optical fibers,” *Applied Optics*, vol. 37, n^o. 16, p. 3417–3425, 1998.
- [42] G. Betta, A. Pietrosanto et A. Scaglione, “An enhanced fiber-optic temperature sensor system for power transformer monitoring,” *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. 50, n^o. 5, p. 1138–1143, 2001.
- [43] K.-T. Kim et K.-H. Park, “Fiber-optic temperature sensor based on single mode fused fiber coupler,” *Journal of the Optical Society of Korea*, vol. 12, n^o. 3, p. 152–156, 2008.
- [44] B. Lee, “Review of the present status of optical fiber sensors,” *Optical Fiber Technology*, vol. 9, n^o. 2, p. 57–79, 2003.
- [45] W. Drexler, J. G. Fujimoto *et al.*, *Optical Coherence Tomography : Technology and Applications*. Springer, 2015, vol. 2.

- [46] K. Beaudette *et al.*, “Laser tissue coagulation and concurrent optical coherence tomography through a double-clad fiber coupler,” *Biomedical optics express*, vol. 6, n^o. 4, p. 1293–1303, 2015.
- [47] R. Guay-Lord *et al.*, “Combined optical coherence tomography and hyperspectral imaging using a double-clad fiber coupler,” *Journal of Biomedical Optics*, vol. 21, n^o. 11, p. 116008, 2016.
- [48] X. Attendu *et al.*, “Coregistered optical coherence tomography and frequency-encoded multispectral imaging for spectrally sparse color imaging,” *Journal of Biomedical Optics*, vol. 25, n^o. 3, p. 032008, 2019.
- [49] R. Maltais-Tariant, C. Boudoux et N. Uribe-Patarroyo, “Real-time co-localized OCT surveillance of laser therapy using motion corrected speckle decorrelation,” *Biomedical Optics Express*, vol. 11, n^o. 6, p. 2925–2950, 2020.
- [50] X. Attendu *et al.*, “Combined optical coherence tomography and broadband single fiber reflectance spectroscopy,” dans *Multimodal Biomedical Imaging XVI*, vol. 11634. International Society for Optics and Photonics, 2021, p. 1163403.
- [51] M. Koide, K. Matusita et T. Komatsu, “Viscosity of fluoride glasses at glass transition temperature,” *Journal of Non-Crystalline solids*, vol. 125, n^o. 1-2, p. 93–97, 1990.
- [52] P. Košťál, J. Shánělová et J. Málek, “Viscosity of chalcogenide glass-formers,” *International Materials Reviews*, vol. 65, n^o. 2, p. 63–101, 2020.
- [53] S. Lacroix, N. Godbout et X. Daxhelet, “Optical fiber components : design and applications of fused biconical tapered components,” *Research Signpost, Kerala, India*, 2006.
- [54] Y. Takeuchi *et al.*, “Characteristics of ceramic microheater for fiber coupler fabrication,” *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 37, n^o. 6S, p. 3665, 1998.
- [55] Thorlabs, “Vytran automated glass processors,” 2022, [Online; accessed 24-January-2022]. [En ligne]. Disponible : https://www.thorlabs.com/newgrouppage9.cfm?objectgroup_id=9326
- [56] G. Stevens et T. Woodbridge, “Mid-IR fused fiber couplers,” dans *Components and Packaging for Laser Systems II*, vol. 9730. International Society for Optics and Photonics, 2016, p. 973007.
- [57] T. E. Dimmick *et al.*, “Carbon dioxide laser fabrication of fused-fiber couplers and tapers,” *Applied Optics*, vol. 38, n^o. 33, p. 6845–6848, 1999.
- [58] F. Vanier *et al.*, “Raman lasing in as 2 s 3 high-q whispering gallery mode resonators,” *Optics letters*, vol. 38, n^o. 23, p. 4966–4969, 2013.

- [59] F. Vanier, Y.-A. Peter et M. Rochette, “Cascaded raman lasing in packaged high quality as 2 s 3 microspheres,” *Optics Express*, vol. 22, n°. 23, p. 28 731–28 739, 2014.
- [60] M. Rezaei et M. Rochette, “All-chalcogenide single-mode optical fiber couplers,” *Optics Letters*, vol. 44, n°. 21, p. 5266–5269, 2019.
- [61] O. Benderov *et al.*, “Broadband mid-ir chalcogenide fiber couplers,” *Applied Optics*, vol. 58, n°. 26, p. 7222–7226, 2019. [En ligne]. Disponible : <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/31503997>
- [62] B. Stepanov *et al.*, “Chalcogenide optical fiber couplers made by FBT method,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 480, p. 23–27, 2018.
- [63] P. Datta *et al.*, “Tapered optical-fiber temperature sensor,” *Microwave and Optical Technology Letters*, vol. 11, n°. 2, p. 93–95, 1996.
- [64] C. Bariain *et al.*, “Optical fiber humidity sensor based on a tapered fiber coated with agarose gel,” *Sensors and Actuators B : Chemical*, vol. 69, n°. 1-2, p. 127–131, 2000.
- [65] K. Q. Kieu et M. Mansuripur, “Biconical fiber taper sensors,” *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 18, n°. 21, p. 2239–2241, 2006.
- [66] Y. Tian *et al.*, “Tapered optical fiber sensor for label-free detection of biomolecules,” *Sensors*, vol. 11, n°. 4, p. 3780–3790, 2011.
- [67] Y. Sintov *et al.*, “A novel side coupling technique for rugged all-fiber lasers and amplifiers,” dans *Laser Source Technology for Defense and Security III*, vol. 6552. International Society for Optics and Photonics, 2007, p. 65520R.
- [68] S. Magnan-Saucier *et al.*, “Fuseless side-pump combiner for efficient fluoride-based double-clad fiber pumping,” *Optics Letters*, vol. 45, n°. 20, p. 5828–5831, 2020.
- [69] OpenCV, “Sobel derivatives,” 2022, [Online; accessed 17-January-2021]. [En ligne]. Disponible : https://docs.opencv.org/3.4/d2/d2c/tutorial_sobel_derivatives.html
- [70] Joint Committee for Guides in Metrology, BIPM Paris, “Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement,” 2008.
- [71] A. K. Agarwal, “Review of optical fiber couplers,” *Fiber & Integrated Optics*, vol. 6, n°. 1, p. 27–53, 1987.
- [72] D. Nolan, “Tapered-fiber couplers, mux and demux,” *Handbook of Optics, Volume IV*, vol. 4, 2000.
- [73] N. Godbout *et al.*, “Asymmetric optical fiber coupler,” sept. 5 2017, US Patent 9,753,222.
- [74] M. P. de Sivry-Houle *et al.*, “All-fiber few-mode optical coherence tomography using a modally-specific photonic lantern,” *Biomedical Optics Express*, vol. 12, n°. 9, p. 5704–5719, 2021.

- [75] H. Bao *et al.*, “Nonlinear endomicroscopy using a double-clad fiber coupler,” *Optics Letters*, vol. 35, n° 7, p. 995–997, 2010.
- [76] W.-J. Madore *et al.*, “Asymmetric double-clad fiber couplers for endoscopy,” *Optics Letters*, vol. 38, n° 21, p. 4514–4517, 2013.
- [77] D. Lorensen *et al.*, “Dual-modality needle probe for combined fluorescence imaging and three-dimensional optical coherence tomography,” *Optics Letters*, vol. 38, n° 3, p. 266–268, 2013.
- [78] J. Mavadia *et al.*, “An all-fiber-optic endoscopy platform for simultaneous OCT and fluorescence imaging,” *Biomedical Optics Express*, vol. 3, n° 11, p. 2851–2859, 2012.
- [79] M. Kumar *et al.*, “Stand-off detection of solid targets with diffuse reflection spectroscopy using a high-power mid-infrared supercontinuum source,” *Applied Optics*, vol. 51, n° 15, p. 2794–2807, 2012.
- [80] C. Wang et P. Sahay, “Breath analysis using laser spectroscopic techniques : breath biomarkers, spectral fingerprints, and detection limits,” *Sensors*, vol. 9, n° 10, p. 8230–8262, 2009.
- [81] L. Ha *et al.*, “First assessment of a carbon monoxide laser and a thulium fiber laser for fractional ablation of skin,” *Lasers in Surgery and Medicine*, vol. 52, n° 8, p. 788–798, 2020.
- [82] M. Bernier *et al.*, “Highly stable and efficient erbium-doped 2.8 μm all fiber laser,” *Optics Express*, vol. 17, n° 19, p. 16 941–16 946, 2009.
- [83] S. Duval *et al.*, “Femtosecond fiber lasers reach the mid-infrared,” *Optica*, vol. 2, n° 7, p. 623–626, 2015.
- [84] L.-Y. Shao *et al.*, “Viscosity of silica optical fibres characterized using regenerated gratings,” *Acta Materialia*, vol. 61, p. 6071–6081, 2013.
- [85] T. A. Birks et Y. W. Li, “The shape of fiber tapers,” *Journal of Lightwave Technology*, vol. 10, n° 4, p. 432–438, 1992.
- [86] R. R. Gattass *et al.*, “Review of infrared fiber-based components,” *Applied Optics*, vol. 54, n° 31, p. F25–F34, 2015.
- [87] M. Gorjan *et al.*, “High-power pulsed diode-pumped Er : ZBLAN fiber laser,” *Optics Letters*, vol. 36, n° 10, p. 1923–1925, 2011.
- [88] A. W. Snyder et J. D. Love, “Fundamental properties of modes,” dans *Optical Waveguide Theory*. Springer, 1983, p. 208–237.
- [89] D. Homa, G. Pickrell et A. Wang, “Investigation of high temperature silica based fiber optic materials,” Virginia Polytechnic Institute, Rapport technique, 2018.

- [90] G. Urbain, Y. Bottinga et P. Richet, “Viscosity of liquid silica, silicates and aluminosilicates,” *Geochimica et Cosmochimica Acta*, vol. 46, n^o. 6, p. 1061–1072, 1982.
- [91] Corning, “Corning SMF-28 Ultra Optical Fiber,” 2022, [Online; accessed 24-January-2022]. [En ligne]. Disponible : <https://www.corning.com/media/worldwide/coc/documents/Fiber/SMF-28%20Ultra.pdf>
- [92] T. L. Bergman *et al.*, *Fundamentals of Heat and Mass Transfer*. John Wiley & Sons, 2011.
- [93] L. N. Persen, H. Øiann et H. P. Mazumdar, “The round thermal jet : undisturbed and in cross-flow,” *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 36, n^o. 6, p. 1589–1599, 1993.
- [94] S. Sakaguchi et S. Todoroki, “Viscosity of silica core optical fiber,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 244, n^o. 2-3, p. 232–237, 1999.

ANNEXE A COURBES DE DÉPLACEMENT

Les tableaux 4.2 et 4.3 présentent les valeurs de viscosité issus des courbes de déplacement. Ci-bas, les courbes de déplacement sont présentés.

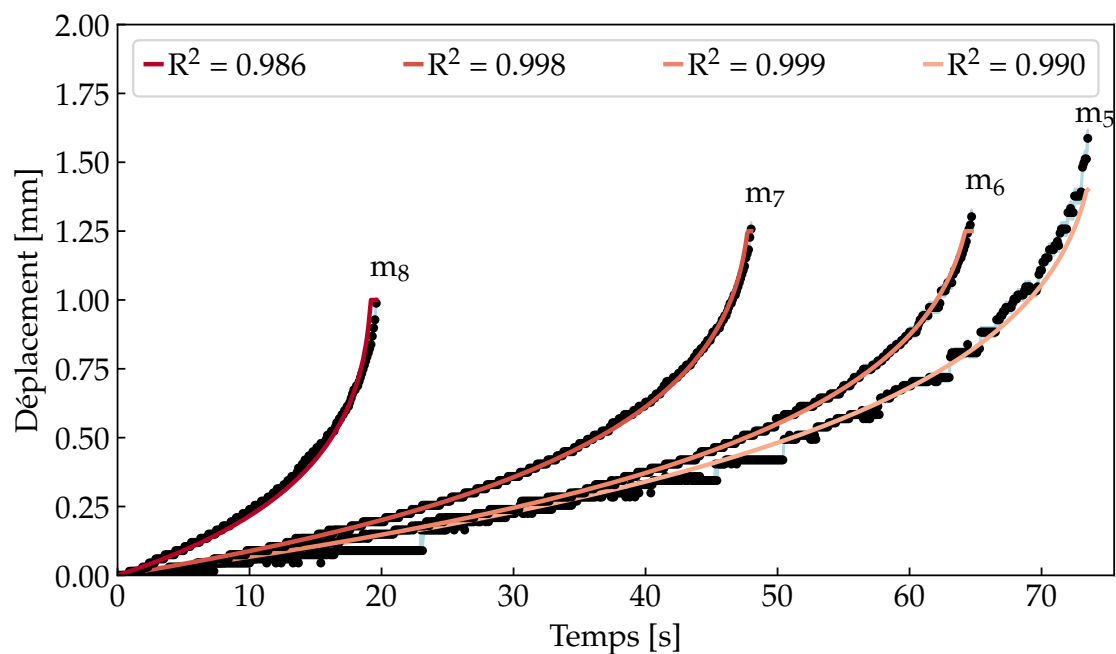


Figure A.1 Courbes de déplacement d'une fibre de fluoroindate sous quatre masses (14.13, 22.21, 26.22, 44.67 g) à une température fixe de 241 °C. L'incertitude sur la masse est de ± 0.01 g. L'aire bleue est la précision sur chaque point.

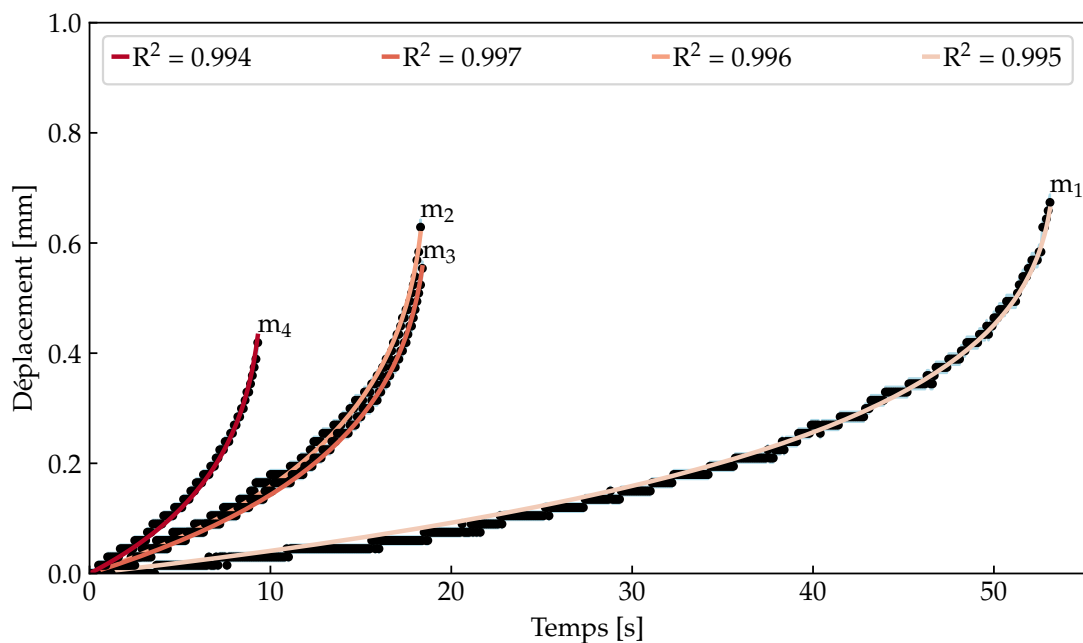


Figure A.2 Courbes de déplacement d'une fibre de ZBLAN sous quatre masses (11.08, 18.12, 21.24, 33.33 g) à une température fixe de 241 °C. L'incertitude sur la masse est de ± 0.01 g. L'aire bleue est la précision sur chaque point.

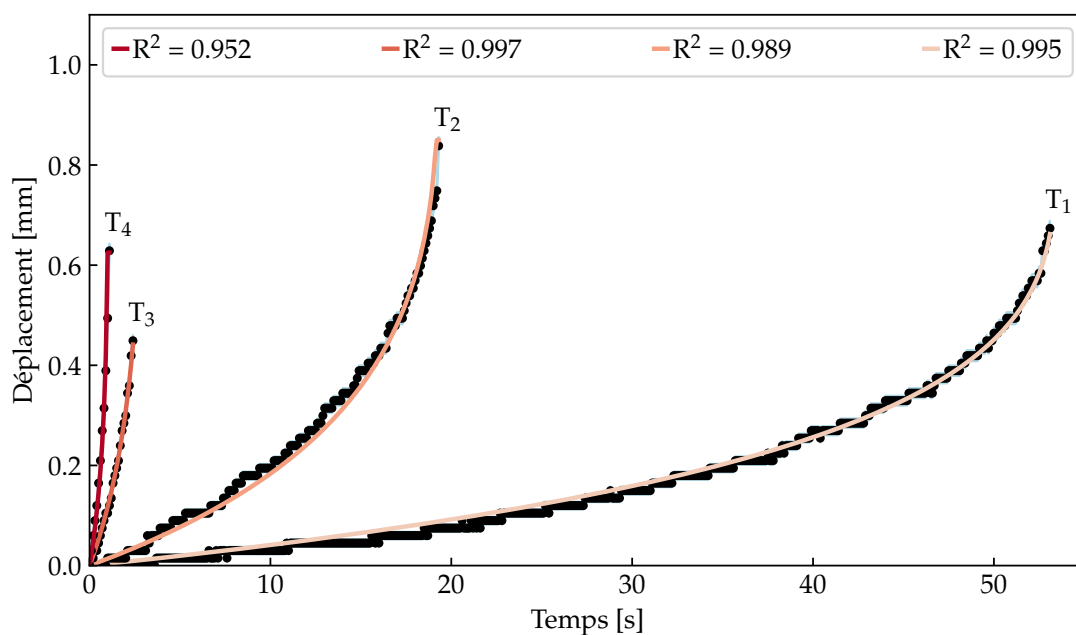


Figure A.3 Courbes de déplacement d'une fibre de ZBLAN à quatre températures (241, 244, 247, 251 °C) sous une masse fixe de 11.08 g. L'incertitude sur la température est de ± 1 °C. L'aire bleue est la précision sur chaque point.

ANNEXE B CALCUL DÉTAILLÉ DE L'INCERTITUDE SUR LA VISCOSITÉ

Soit le paramètre $\alpha = F/(\eta_e S_0)$ et son incertitude $u(\alpha)$, tous deux donnés par le fit. La viscosité s'écrit par

$$\eta_e = \frac{mg}{\alpha \pi r_0^2}. \quad (\text{B.1})$$

En suivant la méthode du BIPM, l'incertitude sur η_e se trouve comme suit :

$$u(\eta_e) = \sqrt{\left(\frac{u(m)g}{\alpha \pi r_0^2}\right)^2 + \left(\frac{u(\alpha)mg}{\alpha^2 \pi r_0^2}\right)^2 + \left(\frac{2u(r_0)g}{\alpha \pi r_0^3}\right)^2}, \quad (\text{B.2})$$

où $u(m) = 0.01$ g est l'incertitude de type B sur m et $u(r_0)$ est l'incertitude de type B sur r_0 . Les incertitudes sur r_0 se trouvent dans le tableau 4.1. La viscosité s'exprime souvent en logarithme en base 10. L'incertitude $u(\log_{10}(\eta_e))$ est alors

$$u(\log_{10}(\eta_e)) = \frac{u(\eta_e)}{\eta_e \ln(10)}, \quad (\text{B.3})$$

où $\ln()$ est le logarithme naturel.