



THESE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITE JEAN MONNET DE SAINT ETIENNE

Présentée par

Monsieur Xavier Phéron

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERVISTE JEAN MONNET DE SAINT ETIENNE

Domaine :

Optique, Photonique, Hyperfréquence

Sujet de la thèse :

Durabilité des capteurs à fibres optiques sous environnement radiatif

Thèse présentée et soutenue à Saint-Etienne le 04 novembre 2013 devant le jury composé de :

- M. Youcef Ouerdane Directeurs de thèse
- M. Aziz Boukenter Co-Directeur de thèse
- M. Benoit Brichard Rapporteur
- M. Renaud Gabet Rapporteur
- M. Sylvain Girard Examinateur
- Mme. Sylvie Lesoille Examinateur
- M. Johan Bertrand Examinateur

_____[1]_____

« A ma famille et Myriam qui m'ont toujours soutenu ... »

2

Table des matières

Int	trod	uction	6
	Α.	Contexte Général	6
	В.	Contexte de la thèse	7
	1.0	econvotion ourveillence de site de steakage de déchate rediesetife	0
1.		Servation-surveillance de site de stockage de déchets radioactifs	0 0
	A.	Le stockage des déchets radioactifs	0
	2	Contexte du programme observation-surveillance de Cigéo	۰ ۵
	<u>ک</u> . ۲	L'environnement lié à Cigéo	12
	З. Д	La fibre ontique retenue pour suivre les paramètres thermomécaniques	12
	ч.	dans le projet Cigéo	13
	В.	Capteurs à fibres optiques	16
	1.	Avantages des capteurs à fibres optiques	16
	2.	Capteur par diffusion Brillouin	20
	С.	Réponses des fibres optiques en milieu radiatif	30
	1.	Sensibilité des fibres optiques sous irradiation	31
	2.	Les principaux défauts absorbants générés par irradiation dans la fibre	36
	3.	La diffusion Brillouin et l'environnement radiatif	40
	_		
11.	Env utili	ironnements radiatifs - Methodes de caracterisations et fibres optique sées	es 42
	Α.	Méthodologie	42
	В.	Méthodes de caractérisation	45
	1.	Mesures Brillouin et détermination des coefficients de déformation et d	e 45
	2.	Mesures linéiques et spectroscopie	48
	3.	Résonance paramagnétique électronique (RPE)	53
	C.	Choix des fibres optiques	54
	1.	Fibres germanosilicates	54
	2.	Fibres à façon	55
	3.	Récapitulatif des propriétés intrinsèques des fibres choisies	57
	D.	Conditionnement des fibres optiques et sources d'irradiation	
	utili	sées	58
	1.	Insolation UV	58
	2.	Conditionnement des fibres optiques pour mesures en ligne	58
	3.	Bobinage libre	59
	4.	Source d'irradiation gamma du centre CEA de Bruyere-le-Châtel	61
	5.		62
	6.	Source d'irradiation Brigitte	64
III.	Cor	nportement de fibres optiques soumises à un rayonnement UV	66
	Α.	Modification de la retrodiffusion Brillouin au rayonnement UV	66
	1.	Influence des rayonnements UV sur la sensibilité à la température de VB) 69
	2.	Génération et conversion de défauts ponctuels dans la fibre CMS aprè	s

		insolation UV	70
	3.	Origines des modifications structurales mise en évidence après insolation UV	ıs 72
	4.	Discussion	74
	5.	Résumé	76
IV.	. Sen sou A. sou	sibilité du capteur à fibre optique par diffusion Brillouin stimulée mis au rayonnement Gamma continu Comportement du capteur à fibre optique par diffusion Brillouin mis à un environnement radiatif : dose totale déposée < 100kGy 78	78
	1.	Sensibilité des fibres optiques en fonction des dopants	79
	2.	Comportement de la diffusion Brillouin d'échantillons soumis au rayonnement gamma	83
	3.	Discussions	88
	4.	Résumé	88
	B. sou kGy	Comportement du capteur à fibre optique par diffusion Brillouin mis à un environnement radiatif : dose déposée comprise entre 10 get 10 MGy	D 89
	1.	Effet des radiations sur la diffusion Brillouin dans les fibres optiques : mesures Post-Mortem	90
	2.	Effet des radiations sur la diffusion Brillouin dans les fibres optiques : mesures in-situ	10
V.	Con	clusions générales1	18
VI.	. Bibl	iographie1	21

_____ (_ 4 _)

Introduction

A. Contexte Général

Au cours des dernières décennies, le secteur du nucléaire a été marqué par des incidents et catastrophes graves tels que Tchernobyl et Fukushima. Lorsque ces accidents majeurs surviennent, les procédures d'intervention à mettre en place, pour contenir la catastrophe, sont largement dépendantes du diagnostic détaillé de l'ensemble de la structure.

Les exigences de construction et de surveillance des structures dans le génie civil ont été évaluées à la hausse pour une meilleure garantie de la sécurité des exploitants et de la protection/conservation de l'environnement.

Ce degré d'exigence a conduit aux développements nécessaires de divers moyens de surveillance des structures. Pour répondre à ces besoins en constante évolution de nombreuses technologies se sont développées aux fils des années. La qualification de ces capteurs est une étape indispensable avant leur intégration pour l'application souhaitée. En effet ces structures sont soumises à différentes contraintes issues de leur environnement naturel d'accueil pouvant conduire à des risques variables tel que séismes, incendies, explosion, une modification du terrain. Ces risques peuvent également être liés aux activités humaines telles que les accidents indus- triels. La mise en place de moyens de mesures de températures et de déformations est devenue essentielle dans les zones dites sensibles dans le but de contrôler l'état de santé des structures instrumentées.

Le développement et l'industrialisation de systèmes électroniques toujours plus compact et perfectionné ont donné lieu à des dispositifs de mesures fiables qui sont éprouvé dans le cadre d'applications standards. De part la diminution de l'encombrement des capteurs dans leur généralité de nouvelles applications ont vu le jour.

Parmi les capteurs très peu intrusifs, on relève que l'emploi de fibres optiques associées à une technologie adéquate permet d'obtenir des mesures distribuées pour la détection de mesurandes telles que la température et la déformation. Les milliers de points qu'il est possible d'obtenir avec ce type de capteur est un moyen de surveillance puissant et économique permettant de s'astreindre des contraintes de positionnement et de traitement des capteurs ponctuels. L'utilisation de capteurs distribués connaît un développement très important avec la large gamme d'application dans l'industrie permettant leur intégration dans de grands ouvrages pour la détection de fuites sur pipeline, la détection d'incendie dans les tunnels et bâtiments la déformation des ponts.

A partir du grand potentiel de ces capteurs, l'industrie nucléaire montre un intérêt croissant pour les possibilités offertes par les applications de mesures déportées de température et de dé- formation. Au préalable la tolérance aux radiations de ces

capteurs doit être évaluée dans des conditions expérimentales similaires à celles de l'application souhaitée.

B. Contexte de la thèse

La définition et l'application de cette thèse est issue de la collaboration entre trois grands acteurs :

- L'Agence Nationale de gestion des Déchets RAdioactif (ANDRA) qui finance ce projet,
- Le laboratoire Hubert Curien UMR CNRS de l'Université de Saint-Etienne
- Le Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives (CEA)
 C'est l'association de ces trois structures aux activités différentes qui a permis le montage de ce sujet de thèse. Le manuscrit de la thèse est constitué de 4 parties :
- La première partie introduit le projet Cigéo et le besoin de mesure répartie par fibre optique pour le stockage sur site géologique des déchets radioactifs de moyennes et hautes activités vie longue (MA-VL et HA-VL).
- Dans la seconde partie, nous présenterons la méthodologie utilisée durant la thèse. Nous détaillerons le choix de fibres optiques utilisées pour répondre aux besoins. Nous présenterons également les méthodes et moyens de caractérisation exploités pour étudier l'évolution de la réponse des fibres optiques (Brillouin, atténuation, spectroscopie) soumises à divers rayonnements (UV et Gamma).
- Dans la troisième partie, nous montrerons l'effet de l'exposition aux rayonnements UV sur le spectre Brillouin de certaines fibres optiques. L'étude spectroscopique des fibres optiques irradiées permet d'apporter des éléments de réponse sur les modifications subies par le spectre de diffusion Brillouin et certains paramètres influents tel que le dopant utilisé. L'intérêt de cette étude sera discuté tout au long du manuscrit pour évaluer la pertinence des résultats obtenus comparés à l'influence de l'exposition aux rayonnements Gamma sur les performances du capteur à fibre optique basé sur la diffusion Brillouin.

Dans la quatrième partie, nous présenterons les paramètres influents dans la réponse du capteur à fibre optique par diffusion Brillouin par des mesures in situ et postmortem des irradiations gamma. Ces études permettent de répondre à la principale problématique du sujet de thèse qui est de converger vers une chaîne de mesure (fibre optique+système d'interrogation+interprétation) adaptée aux mesures de déformation et de température dans un environnement radiatif à haute dose pendant une échelle séculaire.

I. L'observation-surveillance de site de stockage de déchets radioactifs

A. Contexte et positionnement

1. Le stockage des déchets radioactifs

a) La gestion des déchets radioactifs

Il existe en France plus de 1 000 producteurs de déchets radioactifs, tous secteurs confondus : industrie électronucléaire, industrie classique, hôpitaux, laboratoires de recherche, défense nationale, universités ...

Les déchets radioactifs sont de natures très diverses et diffèrent par leurs caractéristiques physiques, chimiques ou encore radiologiques. Pour permettre la gestion la plus sûre possible de ces déchets, ils sont classés en catégories présentant des caractéristiques similaires. Ainsi pour chaque catégorie, on met en place un mode de gestion adapté à leur dangerosité et à l'évolution de cette dangerosité dans le temps. Dans le cadre de la loi de programme du 28 juin 2006, l'Andra étudie un concept de stockage réversible profond pour les déchets de type haute activité et moyenne activité vie longue (HA et MA-VL).

b) Intérêt de Cigeo

Cigéo (Centre Industriel de stockage GEOlogique) est le centre de stockage réversible pro- fond destiné à accueillir des déchets issus principalement du traitement du combustible nucléaire usé : déchets de haute activité et de moyenne activité à vie longue (soit environ 4% du volume des déchets radioactifs produits en France).

Les études sur un tel stockage ont été initiées par la loi du 30 décembre 1991. Sa faisabilité a été montrée par l'Andra en 2005 (Dossier 2005), suite à 15 ans de recherche, notamment grâce au laboratoire souterrain de Meuse/Haute-Marne. Suite à l'évaluation des travaux de l'Andra par des experts indépendants comme l'Autorité de sureté nucléaire (ASN) et la tenue d'un débat public en 2005 sur la gestion des déchets radioactifs, la loi du 28 juin 2006 retient le stockage réversible profond comme solution de gestion pour les déchets HA et MA-VL. Fin 2009, conformément au Plan national de gestion des matières et des déchets radioactifs, l'Andra a remis au Gouvernement un dossier présentant les options proposées en matière de sûreté et de réversibilité ainsi qu'une zone souterraine de 30 km² pour l'implantation des installations.

L'Andra prépare aujourd'hui le débat public, prévu en 2013, puis le dépôt en 2015 de la demande d'autorisation pour la création de Cigéo. Si le projet est autorisé, les travaux de

construction des premiers ouvrages pourraient débuter vers 2017/2018 pour permettre la mise en service du stockage à l'horizon 2025.

Cigéo serait composé :

- D'installations souterraines, dans lesquelles seront stockés les déchets. Ces installations seraient situées à environ 500 m de profondeur dans la couche d'argile, et construites au fur et à mesure de l'exploitation. La couche d'argile permet de garantir le confinement de la radioactivité grâce à ses remarquables propriétés (faible perméabilité, homogénéité et continuité). La dispersion des contenus dans les déchets est retardée et limitée. Ces propriétés ont été mises en évidence grâce à des reconnaissances géologiques et aux études des scientifiques conduites notamment dans le Laboratoire souterrain. Après une centaine d'années d'exploitation, la surface totale des installations souterraines atteindrait environ 15 km² (voir Figure I-1).
- D'installations industrielles de surface, qui pourraient être réparties sur différents sites : Installations liées à la construction du stockage : (~200 hectares) situées audessus des installations souterraines et comprenant les ateliers industriels nécessaires au creusement et à la construction du stockage.
- Installations liées à la réception et à la préparation des colis de déchets : Installation nucléaire de base (INB), cette partie servira essentiellement à l'accueil des colis de déchets et à leur préparation avant leur transfert en souterrain.
- De liaisons entre les installations souterraines et de surface : un tunnel incliné (appelé descenderie), pour le transfert des colis.



Figure I-1 Conceptualisation du centre de stockage de déchets radioactifs de moyenne et haute activité à vie longue (MA/HA VL)

2. Contexte du programme observation-surveillance

de Cigéo

a) Principes généraux

L'observation et la surveillance des ouvrages de Cigéo doivent répondre aux besoins de connaissances nécessaires à l'exploitation du stockage et à sa gestion réversible. Elles contribuent également aux analyses de sûreté en exploitation et après fermeture.

L'analyse des recommandations fournies dans le "Guide de sûreté relatif au stockage définitif des déchets radioactifs en formation géologique profonde" a permis de structurer les besoins macroscopiques d'observation-surveillance vis-à-vis de l'évaluation de la sûreté à long terme, de la gestion réversible et de la sûreté d'exploitation. Concrètement, les motivations sont:

- la confirmation des modèles phénoménologiques et des paramètres intervenant dans l'évaluation de la sûreté à long terme.
- un renforcement de la maîtrise des modèles. Les connaissances sur les évolutions phénoménologiques attendues du stockage sont décrites en détails, pour ce qui concerne la période d'exploitation mais aussi le comportement à très long terme.
- une aide à la gestion du processus de stockage par étapes : anticiper les prises de décisions si certaines évolutions étaient en limite des faisceaux d'incertitudes prévus, étayer les informations permettant d'avancer dans la gestion réversible du stockage.

Le programme Observation-Surveillance utilise des moyens de mesures redondants dans les alvéoles instrumentées (voir Figure I-2) pour répondre aux besoins liés à Cigéo.



Figure I-2. Coupe transversale d'une alvéole MA-VL instrumentée.

b) Le système de qualification

L'environnement sévère et l'exigence de durabilité pluri-décennale sont un défi pour les technologies d'auscultation. Pour atteindre ces objectifs aussi ambitieux et pour résumer la logique des développements lancés, l'Andra s'impose une démarche de qualification en quatre principales étapes pour chaque chaîne de mesure sélectionnée.

Cette démarche est constituée de 4 étapes confortant la traçabilité dans un programme d'assurance qualité des mesures dans le temps.

- La première étape consiste à faire l'inventaire des technologies les mieux adaptées et acquérir des connaissances approfondies sur les instruments de mesure sélectionnés. Puis elle vise éventuellement à enclencher des adaptations du matériel existant ou des recherches très amont pour les besoins spécifiques de Cigéo.
- La seconde consiste à réaliser des tests de laboratoire, en ambiance environnementale simulée, maîtrisée et/ou contrôlée, afin de qualifier l'élément sensible et d'évaluer la chaîne de mesure complète. Elle vise à vérifier les performances affichées, à considérer les paramètres d'influence et à évaluer les incertitudes liées à la mise en œuvre.
- La troisième consiste en des tests en situations plus réalistes, par exemple de chantiers ou d'ouvrages en partie analogues à Cigéo, mais sans les contraintes de température ou radiologique.
- La quatrième, généralement considérée dès le démarrage du processus de qualification, consiste en des durcissements (nucléarisation, vieillissement) visant à tenir compte des conditions environnementales spécifiques du stockage géologique, en particulier la tenue à la température, aux radiations, et en fonction des éléments sensibles à la présence d'hydrogène.

3. L'environnement lié à Cigéo

a) Le positionnement de l'environnement radiatif de CIGEO

La figure suivante, inspirée de la thèse de Van Uffelen [Vanhuff], permet de positionner l'environnement radiatif de Cigéo par rapport à d'autres domaines d'applications en fonction des paramètres : dose reçue et débit de dose. Le positionnement de l'environnement radiatif de Cigéo est défini selon des conditions représentant le stockage des déchets radioactifs de haute activité vie longue pendant 100 ans soit plus de 8 MGy (800 Mrad).

Exigences de fonctionnement

La présence des déchets radioactifs dans les alvéoles de stockage va contribuer, en supplément à l'environnement propre dans lequel les alvéoles seront construites, à des conditions particulièrement difficiles pour l'intégration de moyens d'auscultation dans la structure. Les principales caractéristiques de ce nouvel environnement spécifique sont présentées dans la table l-1.

Caractáriatiques	Andro				
Caracteristiques	Andra				
	Débit de dose allant de 1 à 10				
Radiation	Gy/h				
	Dose totale = 8-10 MGy				
	(100 ans)				
Tompáraturo	Alvéole HA= 90°C				
remperature	(Tmax) Alvéole MA=				
Draggion	HA < 1 Bar				
FIESSION	MA > 1				
Humiditó	HA 40 % –> liquide				
Tumule	MA [40% - 60%] pendant 50				
	ans				
Gaz interférant	Présence de H2				
	10-2000Hz				
Vibrations	0-30 microns peak-peak				
	0,2 g				

 Table I-1. Caractéristiques de l'environnement du site de stockage de déchets radioactifs en fonction de leur activité.

Dans le cas des alvéoles accueillant les déchets HA VL, la dose cumulée après 100 ans de stockage serait comprise entre 8 et 10 MGy. La concentration de radioactivité dans ces déchets est telle qu'ils sont une source importante de chaleur (90°C), dont il faut tenir compte pour leur conditionnement.

Pour les déchets MA VL, le niveau de dose atteint après 100 ans de stockage serait de l'ordre de 0.8 MGy. La température induite par les déchets atteindra environ 50°C.

Certains déchets contiennent des matières organiques qui produisent, par radiolyse, des gaz tels que l'hydrogène.

Il faut tenir compte de la présence de gaz dans la détermination du système observation surveillance de l'ouvrage.

4. La fibre optique retenue pour suivre les paramètres thermomécaniques dans le projet Cigéo

Une fibre optique est un fil de verre très fin de la taille d'un cheveu (250 μ m avec le revêtement protecteur en polymère) qui permet de guider la lumière. La faible atténuation que le matériau induit permettant d'envisager de la déporter sur plusieurs centaines de kilomètres. L'atténuation de la fibre est principalement dépendante de la composition du verre de la fibre, des longueurs d'onde utilisées et de l'environnement. La fibre optique standard est constituée de trois parties :



Figure I-3. Schéma d'une fibre optique.

- 1. Le cœur est un cylindre possédant un diamètre pouvant varier de quelques micromètres à quelques dizaines de micromètres. C'est le milieu où la lumière sera guidée.
- 2. Pour assurer le guidage optique, on entoure le cœur d'un matériau dont l'indice de réfraction est proche mais suffisamment inférieur à celui du cœur pour que la différence d'indice permette le confinement de la lumière dans le cœur. Afin d'améliorer le confinement de la lumière une solution est d'augmenter cette différence d'indice cœur/gaine en ajoutant un dopant (typiquement du germanium) dans la matrice de silice du cœur. L'ajout de dopant dans la silice composant le cœur va modifier les propriétés du matériau.
- 3. Un revêtement primaire généralement en acrylate entoure la gaine optique et assure ainsi la protection mécanique de la fibre optique.
 - Les principales qualités des fibres optiques sont les suivantes :
- immunité électromagnétique
- grande bande passante
- faible atténuation
- faible poids et volume
- possibilité de multiplexage
- potentiellement résistante aux températures élevées pour des fibres particulières

a) Spécifications techniques de besoin d'un capteur par FO

Les mesures continûment réparties (distribuées) sont largement utilisées dans le domaine du génie civil pour la surveillance de grands ouvrages sur de grandes distances (appelées par la suite de grands linéaires). Une cartographie précise des contraintes thermique (T) et mécanique (ϵ) appliquées sur un ouvrage peut être définie avec ces capteurs grâce à une seule mesure. Dans le cadre de l'observation et la surveillance des ouvrages notamment des alvéoles de stockage, des critères de performances de ces capteurs sont requis. La définition de ces critères permet d'assurer un suivi de l'évolution des différents ouvrages en fonction de l'amplitude des phénomènes mis en jeu. Ces critères de performances sont décrits ci-dessous :

- Résolution spatiale <1 m
- Sensibilité à la déformation et à la température respectivement de 20 μ m/m et 1°C
- Déport de l'instrumentation par rapport à la zone de mesure >1 km
- Surveillance continue des alvéoles HA VL (40 mètres) et MA VL (250 mètres)

B.Capteurs à fibres optiques

1. Avantages des capteurs à fibres optiques

a) Généralités

Il existe de nos jours des applications très distinctes utilisant les qualités des fibres optiques (FO). Elle est généralement utilisée pour le transfert de flux de données et ses propriétés intrinsèques lui confèrent un intérêt majeur pour son intégration en tant que capteur dans diverses applications.

La notion du capteur à fibre optique est définie d'après la norme de l'AFNOR comme étant un dispositif dans lequel l'information est créée dans le chemin optique par réaction de la lumière à la grandeur à mesurer, avant d'être acheminée vers le récepteur optique par l'intermédiaire d'une ou plusieurs fibres optiques.

L'ensemble du système de mesure est constitué de l'élément sensible (une partie de la fibre ou toute la fibre) à la grandeur physique et d'une unité de traitement de l'information que la fibre transmet. On distingue deux types de capteurs :

Capteur actif : l'unité transmet une information à la fibre et en retour reçoit de l'information de celle-ci.

Capteur passif : l'unité reçoit simplement le signal issu de la fibre optique.

Diverses grandeurs physiques peuvent être mesurées par les capteurs à fibres optiques dites intrinsèques (le transducteur peut être réparti dans la fibre optique) :

- la température
- la déformation
- la pression
- la dose de radiation, ...

L'ensemble de ces avantages explique que les fibres optiques soient de sérieuses candidates pour une utilisation dans les différents domaines du nucléaire. Ils ont naturellement conduit les chercheurs à les tester afin de vérifier la bonne tenue de ces propriétés sous des conditions d'irradiation représentatives des environnements (γ , X, neutrons, ions lourds). Ces essais ont montré que, lors de l'irradiation, leurs pertes optiques augmentent brutalement et de façon très variable selon les fibres testées.

Les capteurs à fibres optiques peuvent être séparés en deux familles :

- les capteurs par mesures ponctuelles
- les capteurs par mesures distribuées ou continûment réparties

b) Mesures ponctuelles grâce à une fibre optique

La mesure ponctuelle retourne une valeur de la mesurande étudiée à une section sensible de la fibre optique de longueur l. La longueur de cette zone sensible peut varier de quelques millimètres à une dizaine de mètres en fonction de la technologie utilisée (cette dizaine de mètres peut-être perçue comme quasi-local pour des fibres optiques de très grande longueur). En multiplexant par de nombreux points de mesures cela peut conduire à une mesure quasi-distribué de la mesurande. De manière générale, ce type de capteur est basé soit sur les réseaux de Bragg soit sur l'interférométrie.

c) Mesure distribuée dans la fibre optique

Les capteurs distribués permettent d'obtenir la valeur de la mesurande en tout point de la fibre optique. Les points de mesures continûment distribués sont utilisables jusqu'à plusieurs dizaines de kilomètres de long suivant la technique utilisée et la fibre optique considérée. Quand une onde lumineuse de longueur d'onde λ se propage dans une fibre optique, une partie de la lumière incidente est diffusée de manière isotrope en raison à des inhomogénéités locales présentes dans la fibre.

Le phénomène de diffusion (Raman, Brillouin, Rayleigh) est exploité dans la fibre optique pour la réalisation de ces capteurs. Les composantes que l'on observe dans la figure 1.5 sont liées à trois phénomènes de diffusions.

- La diffusion élastique : Conservation de l'énergie des photons diffusés
 →Fréquence égale à celle de l'onde incidente. C'est le cas de la diffusion Rayleigh.
- La diffusion inélastique : L'énergie initiale du photon est modifiée. Soit il gagne de l'énergie (composante Anti-Stokes) soit il en perd (composante Stokes). La fréquence se trouve décalée par rapport à celle de l'onde incidente. On distingue deux types de diffusions inélastiques dans le cas de capteur à fibre optique à coeur silicaté : la diffusion Raman (sensible uniquement à la température) présente un décalage fréquentiel est de l'ordre de 13 THz alors que la diffusion Brillouin présente un décalage fréquentiel est de l'ordre de 10 GHz.

Ces différents types de rétrodiffusion ont donné lieu à plusieurs développements d'instruments de mesures dont les performances sont reportées dans la table I-2. Le comportement de capteurs basés sur ce type de diffusions présente un intérêt de plus en plus important pour des applications dans des environnements radiatifs. Jusqu'à qques kGy l'ensemble des capteurs présentés permettent toujours d'avoir l'information recherchée, sous couvert d'un choix de fibre adapté à l'application. Malgré, un nombre de publications grandissant sur le sujet, il manque des études sur le comportement du capteur Brillouin dans ce type d'environnement.



Figure I-4. Schéma général des spectres de diffusion : cas d'une fibre optique sondée par une excitation de longueur d'onde $\lambda 0$.

(1) Avantages des capteurs distribués basé sur la rétrodiffusion Brillouin

Nous avons choisi d'utiliser la rétrodiffusion Brillouin pour ses performances intrinsèques qui sont en accord avec les besoins métrologiques liés à Cigéo :

- Des fibres optiques monomodes présentant de faibles pertes optiques sont utilisées car elles permettent d'atteindre une portée multi-kilométriques.
- Systèmes de détection opérant dans le domaine fréquentiel.
- Cartographie de la distribution spatiale des contraintes perçues par le guide d'onde. La possibilité d'intégration de nombreux capteurs sur un seul support.
- Grande précision de la mesure sur de très grands linéaires (typiquement : 1°C et 20μ m/m) avec une portée de 20 km.
- Le temps d'acquisition d'une mesure est faible au regard du très grand nombre de points de mesures obtenus (exemple : quelques secondes d'acquisition pour une longueur de 1 km)

Au début de la thèse, le comportement de ce type de capteur sous environnement radiatif n'était pas connu. Nous proposons d'étudier la réponse de la fibre optique pour répondre aux besoins de tenue des performances du capteur à l'environnement spécifique de Cigéo pendant une échelle séculaire proche des alvéoles HA-VL.

I. L'observation-surveillance de site de stockage de déchets radioactifs

	Type de	Dortáo	Résolution		Sensibilité	Sensibilité	Influence de rayonnement		
	capteur	FUILEE	spatiale		Température	Elongation	énergétique		
e tuelle ou	Bragg – Possibilité de multiple		nultiplexage 0.1 °C		1 με	Modification de la lon- gueur d'onde de Brage λ_B induite par les radiations. Saturation de $\Delta\lambda$ après 100kG			
Mesure ponct réparti	Fabry-Pérot	_	_		0.1 °C	1 <i>µ</i> ε	Modification du coef- ficient thermo-optique augmentant jusqu'à 2.1%. Saturation observée à 300 kGy [Cheng-Chih 03]		
Mesure continûment répartie	Raman	< 30 km	25 cm		0.1 °C	_	Peu de modifications ob- servées jusqu'à des doses de 300kGy. Pas de recali- bration nécessaire par un système RTDS avec deux extrémités		
	Rayleigh	< 2 km	1 cm		0.1°C	1 με	Faible influence des radia- tions (jusqu'à qques kGy) sur la mesure de la tempé- rature [Sang 08]		

Table I-2. Recapitulatif des types de capteurs à fibres optiques.

2. Capteur par diffusion Brillouin

C'est en 1920 que Léon Brillouin présente au travers de ses travaux de thèse une théorie nouvelle sur la diffusion de la lumière et des rayons X par un corps solide transparent. Sur la base de ses travaux, il décrit l'influence de l'agitation thermique menant à la conclusion que la diffusion de lumière peut s'accompagner d'un changement de fréquence.

L'apparition de la technologie laser vers 1960 a largement contribué aux développements de techniques de caractérisation de matériaux à partir de la diffusion Brillouin.

Avec l'émergence de la technologie des fibres optiques vers les années 1970, un nouveau domaine d'application s'est étendu à la théorie de la diffusion Brillouin. Vers 1972, Ippen [Ippen 72] a mis en évidence le phénomène de diffusion stimulée Brillouin dans la fibre optique comme étant un effet négatif dans le domaine des télécommunications. En effet, ce phénomène limite la puissance que l'on peut transmettre au travers de la fibre optique [Ippen 72].

Malgré la découverte de ce phénomène dans les années 1970, l'intérêt pour la modification des caractéristiques de la diffusion Brillouin spontanée lors de variations thermomécaniques appliquées à la fibre optique ne s'est manifesté que vers la fin des années 80. Les faibles pertes de propagation de la fibre optique qui permettent de couvrir de grands linéaires agrémentent l'idée d'un capteur distribué par diffusion Brillouin spontanée. Cette idée est soutenue par les avancées et les techniques de réflectométrie optique résolue en temps. La faisabilité d'un tel capteur n'a été démontrée qu'en 1989 par Curlverhouse [Culverhouse 89]. En effet, les lasers disponibles n'étaient alors pas suffisamment puissants. Le premier capteur distribué de température à fibre optique utilisant la diffusion Brillouin est issu des travaux d'une équipe japonaise [Kurashima 90]. De nombreux développements ont été réalisés dans ce sens lors des 30 dernières années.

De nos jours, il existe de nombreuses solutions commerciales basées sur la diffusion Brillouin. Les performances des systèmes permettent de répondre à de nombreux besoins dans de divers domaines tels que le génie civil, pétrolier.

Dans cette section, la diffusion Brillouin dans la fibre optique sera présentée.

Dans un second point, les paramètres intrinsèques (procédé de fabrication) et extrinsèques (déformation et température) pouvant conduire à une modification de la diffusion Brillouin dans la fibre optique seront évoqués. C'est la sensibilité de la diffusion Brillouin à ces paramètres extrinsèques qui fait de la fibre optique un capteur lorsqu'elle est interrogée avec un instrument adéquat dont les caractéristiques seront décrites en fin de section.

a) Diffusion Brillouin spontanée

Dans un milieu diélectrique tel que la fibre optique, les molécules la constituant peuvent effectuer de très faibles déplacement en conséquence de l'agitation thermique qu'elles



peuvent subir. Ce mouvement de masse conduit à la génération de phonons acoustiques qui vont se coupler entre eux et entraîner une modulation de l'indice de réfraction. Ainsi naissent les ondes acoustiques de très faibles amplitudes dans le milieu.

Les ondes acoustiques guidées se déplacent dans le milieu à une vitesse acoustique V_a. Lorsqu'une onde électromagnétique se propage dans ce même milieu, elle va se retrouver partiellement diffusée dans toutes les directions par les ondes acoustiques. L'onde diffusée qui est générée s'accompagne d'un décalage en fréquence par rapport à l'onde électromagnétique incidente due à l'effet Doppler, on parle aussi de diffusion Brillouin.

L'énergie et le moment doivent être conservés durant tous les évènements de la diffusion : les fréquences, les vecteurs d'ondes de l'onde électromagnétique incidente, l'onde diffusée et l'onde acoustique doivent satisfaire les relations d'Agrawal [Agrawal 00] :

$$\omega_{B} = \omega_{P} - \omega_{S}$$
$$\overrightarrow{k_{B}} = \overrightarrow{k_{P}} - \overrightarrow{k_{S}} (1.1)$$

où les $_k_i$ et ω_i pour i=B,P,S, représente respectivement les vecteurs d'onde et fréquence de l'onde acoustique, de l'onde pompe, l'onde diffusée Stokes.

Les fréquences acoustiques considérées pour $_k_B$ sont de l'ordre de 10GHz pour une fibre optique au cœur silicaté. Il est possible alors de considérer $\omega_P >> \omega_B$ ce qui permet d'écrire l'approximation $\overrightarrow{k_S} \approx \overrightarrow{k_P}$. En fonction des relations de dispersion, on peut exprimer la fréquence de l'onde acoustique par :

$$w_B = \overrightarrow{k_B} V_A = 2V_A \overrightarrow{k_P} \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)$$

où θ représente l'angle entre l'onde acoustique et l'onde pompe.

Dans le cas d'une fibre monomode, il n'y a que deux directions possibles pour la propagation de l'onde Stokes pour $\theta = 0$ et $\theta = \pi$. Si $\theta = 0$, cela conduit directement à $\overrightarrow{k_B} = 0$. Donc pour un angle $\theta = \pi$ l'onde Stokes se propage dans la direction opposée de celle de l'onde pompe. Dans ce cas on parle de rétrodiffusion Brillouin. Dans ces conditions, la fréquence Brillouin est noté v_B. Comme $k = \frac{2\pi}{\lambda}$ et $w_B = 2\pi v_B$ il est possible d'en déduire une relation de couplage pour la détermination de la fréquence Brillouin s'exprimant comme :

$$\nu_B = \frac{2nV_A}{\lambda_P}$$

où n est l'indice de réfraction du milieu et λ_p la longueur d'onde de l'onde incidente (pompe). La valeur typique de la fréquence Brillouin (Figure I-6) pour une fibre standard (type SMF28 ®) est de 10.8 GHz à 1550 nm et 13GHz à 1310 nm comme résumé dans la.table I-3.



Figure I-6. Exemple de spectre Brillouin d'une fibre standard G652 avec λ = 1300nm [Niklès 97a].

La largeur spectrale d'un pic Brillouin est tributaire du temps de vie des phonons acoustiques (τ_A). L'amortissement des ondes acoustiques est exponentiel et donc la raie spectrale du spectre de Brillouin spontanée sera caractérisée par une lorentzienne avec la largeur spectrale (Δv).

Le spectre rétrodiffusé d'une fibre optique peut posséder plusieurs pics Brillouin en fonction du nombre de modes acoustiques se couplant avec le mode optique. Les paramètres de fabrication de la fibre optique ont également un fort impact sur l'aspect de son spectre Brillouin.

La position du pic Brillouin peut changer en fonction de paramètres intrinsèques ou extrinsèques appliqués le long de la fibre optique. En effet, la vitesse acoustique et l'indice de réfraction de la fibre optique dépendent de la distribution des dopants dans la fibre optique ce qui peut produire des différences dans la position du pic Brillouin [Sikali-Mamdem 12].

Table I-3.	Décalage en	fréquence	Brillouin e	et carao	ctéristiques	typiques	des fi	ibres d	optiques	standards	(SMF28®)
------------	-------------	-----------	-------------	----------	--------------	----------	--------	---------	----------	-----------	----------

Longueur d'onde (λ_P)	1550 nm	1310 nm
Vitesse acoustique (V _a)	5900 m/s	5900 m/s
Indice de réfraction (n)	1.468	1.467
Décalage en fréquence Brillouin	10.8 GHz	13 GHz

b) Diffusion Brillouin Stimulée

L'efficacité de la diffusion dans le régime spontané est assez faible lorsqu'on la compare à la diffusion Rayleigh. Elle dépend directement du nombre de phonons acoustiques présents dans le milieu.

Lorsque les ondes pompe (onde incidente) et sonde (onde Stockes) sont présentes simultanément dans la fibre optique cela peut conduire à un battement électromagnétique. Si la différence de fréquence optique entre ces deux ondes est suffisamment proche du décalage en fréquence Brillouin du milieu considéré (cela est directement le cas lorsque l'onde Stokes est originaire de la diffusion Brillouin spontanée) alors la densité d'énergie électrique qui est associée au signal de battement

de ces deux ondes va osciller à une fréquence proche de celles des ondes acoustiques impliquées dans la diffusion Brillouin stimulée.

Le phénomène d'électrostriction est un mécanisme "moteur" de la diffusion Brillouin stimulée dans les fibres optiques. Par ce phénomène une onde de pression sera produite et va alimenter les ondes acoustiques qui étaient déjà présentent dans le milieu



(voir

Figure I-7. Illustration d'une onde pompe et d'une onde Stokes produisant un signal de battement conduisant à la génération d'une onde acoustique par électrostriction.

Figure I-7). L'efficacité globale de la diffusion va alors être améliorée (voir Figure I-8). Au cours de

la propagation de l'onde pompe dans le milieu, son amplitude sera amplifiée en conséquence de la rétrodiffusion grandissante de l'onde pompe.



Un échange d'énergie est réalisé entre les deux ondes conduisant à la diminution de l'amplitude de l'onde pompe. Le processus se poursuit jusqu'à ce que le signal de l'onde pompe soit épuisé (voir Figure I-9).

Figure I-8. Schématisation de la diffusion Brillouin stimulée.



Figure I-9. Illustration du transfert d'énergie en fonction du processus : Gain Brillouin ou Perte Brillouin [Foaleng Mafang 11].

c) Processus de diffusion Brillouin

Le processus peut être appelé Gain Brillouin lorsque le signal continu est spectralement décalé vers les basses fréquences par rapport à l'onde pompe ; il peut également être appelé Pertes Brillouin lorsque le signal continu est spectralement décalé vers les hautes fréquences par rapport à l'onde pompe. La figure suivante illustre le transfert d'énergie entre l'onde sonde et l'onde pompe en fonction du processus considéré.

Le processus basé sur le gain Brillouin est principalement exploité par les systèmes d'interrogation que l'on retrouve sur le marché.

Nous verrons dans la partie suivante pourquoi nous avons fait le choix d'utiliser un instrument exploitant les pertes Brillouin.

d) La mesure répartie par un instrument basé sur la rétrodiffusion des pertes Brillouin

Dans le cadre de la thèse, l'instrument Brillouin Optical Time Domain Analyser (BOTDA) de la compagnie canadienne OZ Optics a été utilisé. Cet instrument fonctionnant à 1550 nm exploite les pertes Brillouin [Olsson 86] le long de la fibre optique. Il permet d'atteindre une portée de la mesure de 50 km physique à conditions d'adapter le choix de la fibre et la configuration logicielle. Le budget optique de cet instrument est d'environ 10 dB.

La puissance lumineuse injectée dans la fibre optique pour l'onde continue a été mesurée à quelques mW.

Ce système de mesure est issu des travaux menés par L. Zou et X. Bao [Bao 93]. Le principal avantage de cette méthode est que la diffusion ne subit pas le phénomène de déplétion de la pompe ce qui permet d'envisager l'intégration d'une plus grande longueur de la fibre optique. Les BOTDA (Brillouin Time Domain Analysis) ne sont pas des réflectomètres comme peuvent l'être les systèmes BOTDR (Brillouin Time Domain Reflectometry) [Shimizu 94]. Ce sont des systèmes qui exploitent une analyse de la diffusion Brillouin stimulée par la mesure du spectre de pertes Brillouin de façon répartie le long de la fibre optique. Il est nécessaire d'injecter deux ondes : une onde pompe

(pulsée) et une onde sonde (continue), qui vont interagir par un transfert d'énergie de la seconde onde vers la première. La puissance injectée dans la fibre est plus importante pour l'onde sonde que pour l'onde pompe. En faisant varier la fréquence Brillouin de l'onde pompe, sur une plage fréquentielle finie, on obtient trace par trace le spectre Brillouin réparti au temps t.

Les performances d'un système d'interrogation Brillouin pour une mesure répartie sur une fibre optique se caractérisent par les paramètres présentés ci-dessous.

Résolution spatiale

La résolution est en général définie pour ces systèmes comme la demi-longueur de l'impulsion de pompe (ou de sonde suivant la configuration) de durée T_p :

$$\delta_z = \frac{cT_P}{2n}$$

Ce qui conduit à une valeur de l'ordre de 10 cm pour une durée d'impulsion de 1 ns) [Zou 08a, Zou 06].

En laboratoire, il est possible d'atteindre une résolution spatiale subcentimétrique comme l'a démontré l'équipe de recherche de l'École polytechnique fédérale de Lausanne (EPFL) [Chin 12].

Portée de la mesure

La portée est limitée essentiellement par les pertes linéaires dans la fibre, en fonction du rapport signal sur bruit nécessaire pour l'analyse des signaux. Celui-ci est étroitement lié à ce que l'on appelle le budget optique, qui correspond au rapport signal sur bruit optique pour la mesure d'une fibre sans pertes. Celui-ci dépend de la configuration du dispositif, mais un budget optique de 10 dB peut être retenu comme une valeur typique. On peut cependant améliorer la portée en augmentant la résolution spatiale (ce qui augmente le budget optique).

Seuil de discrimination

Les solutions commerciales présentent habituellement un seuil de discrimination de 0.2 MHz. Mais dans la pratique, la précision de la mesure est plus proche de 1 MHz (2σ).

e) Influence des paramètres extrinsèques sur la diffusion Brillouin de la fibre optique

Comme décrit dans 1.3 la fréquence Brillouin dépend de la vitesse acoustique de l'onde dans la fibre optique. En considérant la théorie de l'élasticité, la vitesse de l'onde acoustique est reliée à la densité du matériau ρ et peut être définie comme :

$$V_a = \sqrt{\frac{k}{\rho}}$$

où k est le module d'élasticité isostatique. Les propriétés intrinsèques du matériau sont dépendantes de la température et de la déformation. Cela signifie que des changements

extrinsèques comme la température, la déformation ou la pression qui sont appliqués sur le matériau vont induire un changement dans le décalage de la fréquence Brillouin de la fibre optique au travers de V_a. Cela est explicité par l'expression de de la vitesse acoustique [Timoshenko 34] :

$$V_a = \sqrt{\frac{E * (1 - k)}{(1 + k)(1 - 2k)\rho}}$$

où E est le module de Young et κ le coefficient de Poisson. Ces deux paramètres peuvent évoluer avec la déformation pour les fibres en silice comme l'a démontré Mallinder.

L'indice de réfraction *n* va également dépendre des fluctuations de la densité du matériau et va changer au travers de l'effet élasto-optique qui est mathématiquement décrit par un tenseur élasto-optique. Le changement de l'indice de réfraction dans une fibre optique peut être réduit à :

$$\delta n = -\frac{n}{2} \big[p_{12} - k(p_{11} + p_{12}) \big]$$

où p11 et p12 sont les coefficients élasto-optiques. Ces deux paramètres ainsi que κ ont été évalués expérimentalement par [Horiguchi 89, Bertholds 88]. Il a été trouvé que le

$$\nu_B(\varepsilon) = \nu_B(\Delta T = 0) + C_{\varepsilon} * \varepsilon$$
$$\nu_B(T) = \nu_B(\Delta \varepsilon = 0, T_0) + C_T * (T - T_0)$$

décalage en fréquence Brillouin dépend linéairement de la déformation [Horiguchi 89] et de la température comme cela est décrit avec les équations ci-dessous :

où ε est une déformation longitudinale, C $_{\varepsilon}$ est le coefficient de déformation, C $_{\tau}$ est le coefficient de température pour cette fibre.

Variation du spectre Brillouin en fonction de la déformation

Le coefficient de déformation (C_{ε}) peut s'écrire de la manière suivante :

$$C_{\varepsilon} = \frac{1}{\nu_B} \frac{\partial \nu_B}{\partial \varepsilon} = \frac{1}{n} \frac{\partial n}{\partial \varepsilon} + \frac{1}{V_a} \frac{\partial V_a}{\partial \varepsilon}$$

A partir de l'équation 1.5 on peut définir le second terme comme :

$$\frac{1}{V_a} \frac{\partial V_a}{\partial \varepsilon} = \frac{1}{V_a} \left(\frac{\partial V_a}{\partial E} \frac{\partial E}{\partial \varepsilon} + \frac{\partial V_a}{\partial \kappa} \frac{\partial \kappa}{\partial \varepsilon} + \frac{\partial V_a}{\partial \rho} \frac{\partial \rho}{\partial \varepsilon} \right)$$
$$= \underbrace{\frac{1}{2E}}_{\delta E} \frac{\partial E}{\partial \varepsilon} + \underbrace{\frac{\kappa(2-\kappa)}{(1-\kappa^2)(1-2\kappa)}}_{\delta \kappa} \frac{\partial \kappa}{\partial \varepsilon} - \underbrace{\frac{1}{2\rho}}_{\delta \rho} \frac{\partial \rho}{\partial \varepsilon}$$

En considérant une fibre optique monomode standard SMF28 ® à la longueur d'onde λ = 1.55 μ m Horiguchi [Horiguchi 89] a défini que pour κ =0.16, p₁₁=0.113 et p₁₂=0.252 alors

 $\delta n = -0.32$, $\delta E = 2.875$, $\delta \kappa = 1.364$, $\delta \rho = 0.34$ cela conduit à $C_{\varepsilon} = 4.36$ MHz/µ ε . Cette

valeur est normalisée par rapport au décalage en fréquence Brillouin à température ambiante et sans contrainte. On voit que les changements sur le décalage en fréquence Brillouin induits par déformation proviennent essentiellement de modifications sur la vitesse acoustique (δE , $\delta \kappa$, $\delta \rho$) plutôt que de la variation de l'indice de réfraction de la fibre optique (δn).

La valeur typique du coefficient de sensibilité de la fréquence Brillouin à la déformation dans une fibre standard est de 0.05 MHz/ $\mu\epsilon$.



Figure I-10. Evolution du spectre Brillouin en fonction de la contrainte mécanique appliquée.

L'augmentation de la déformation longitudinale appliquée sur la fibre optique induit un dé- calage vers les hautes fréquences de v_B [Horiguchi 89] comme illustré dans la Figure I-10.

Dans le chapitre II sera développé le montage expérimental utilisé pour la caractérisation de la sensibilité à la déformation de la fréquence Brillouin en fonction de la déformation longitudinale appliquée sur les fibres optiques. La fréquence Brillouin v_B évolue linéairement avec la déformation appliquée. La valeur de la pente associée aux mesures réalisées permet de définir le coefficient de déformation associé à une fibre optique.

Variation du spectre Brillouin en fonction de la température

La variation de la température entraîne un déplacement du décalage en fréquence Brillouin comme décrit ci-dessous [Timoshenko 34] :

$$\frac{\partial \nu_B}{\partial T} = \frac{2}{\lambda_P} \left[V_A \frac{dn}{dT} + n \frac{dV_A}{dT} \right]$$

Entre 20°C et 1600°C, la variation de la vitesse de l'onde acoustique avec la température n'est que de 7% lorsqu'elle est comparée à la variation de l'indice de réfraction du matériau [Bucaro 74] (dans cet exemple le matériau utilisé est du quartz). Cela signifie que dans cette gamme de température, la variation de v_B sera fortement dépendante de l'indice de réfraction. Lorsque la température augmente, on remarque un décalage de v_B vers les hautes fréquences et une diminution de la largeur à mi-hauteur. Les variations de v_B évoluent linéairement avec la température entre -170° et 300° [Fellay 03].

Le coefficient de sensibilité à la température de la fréquence Brillouin dans une fibre optique standard est de 1.2 MHz/°C.

Influence des paramètres intrinsèques de fabrication de la fibre optique sur la diffusion Brillouin

Les paramètres intrinsèques de la fibre optique tels que la nature et la concentration des dopants utilisés peuvent également induire une variation de v_B [Shibata 87].

Par exemple, pour une fibre monomode dont le coeur est dopé avec du Germanium, on peut remarquer que le décalage en fréquence Brillouin diminue avec l'augmentation de la concentration de ce dopant d'une quantité estimée à -94 MHz/(mol%GeO₂) et la largeur à mi-hauteur augmente de 1.4MHz/(mol%GeO₂) [Nikles 96].

Il est également possible de retrouver un décalage en fréquence Brillouin différent dans des fibres optiques ayant la même composition. Ce comportement est relié au procédé de fabrication de la fibre optique qui peut être différent. Les variations du stress résiduel dans la fibre optique liées à la tension longitudinale appliquée durant le fibrage peuvent être à l'origine des changements observés sur v_B [Horiguchi 89].



Ces conditions de fabrication auront également un impact sur la sensibilité à la

Figure I-11. (a) Mesure de la dépendance à la déformation du décalage en fréquence Brillouin trois échantillons de fibre optique dopée en cœur avec 8% en germanium étirés selon trois tensions différentes. (b) Mesure de la dépendance à la température du décalage en fréquence Brillouin de trois échantillons de fibre optique dopées en cœur avec 8% en germanium étirés selon trois tensions différentes. [Zou 08b]

déformation et à la température du décalage en fréquence Brillouin de la fibre optique [Zou 08b]. Les travaux de Zou et al. montrent que les coefficients C_T et C_{ε} varient en fonction de la composition de la fibre optique.

La variation de la tension d'étirage de la fibre optique a un faible impact, inférieur à 10%, sur les sensibilités à la déformation et à la température du décalage en fréquence Brillouin comme illustré dans la Figure I-11.

En parallèle de nos travaux, en collaboration avec l'Andra, la thèse de Yolande Sikali-Mamdem a affiné ces modèles pour prendre en compte l'influence des dopants sur ces coefficients.

f) Objectifs de la thèse

La technologie Brillouin sur fibre optique pour des capteurs répartis est l'une des solutions de surveillance choisies. Cette technologie permet de suivre l'évolution de la température et de la déformation (dépendance C_T et C_{ε} de la fréquence Brillouin (v_B) avec la variation des contraintes thermomécaniques), voir équation 1.11, le long d'une fibre optique avec une résolution spatiale submétrique sur de grands linéaires.

$$v_{\rm B} = v_{\rm B0} + C_{\rm T} \Delta T + C_{\varepsilon} * \varepsilon \quad (1.11)$$

La présence des déchets radioactifs dans les alvéoles de stockage HA-MA-VL va induire un environnement hostile pour le dispositif de surveillance. En effet, des rayonnements (essentiellement gamma) issus des déchets (les neutrons sont en très grande partie arrêtés par le chemisage métallique) entraînent un vieillissement accru des matériaux et une dégradation de leurs performances intrinsèques.

De plus le dégagement de chaleur attribué à la présence des déchets radioactifs rend le mi- lieu plus hostile à l'enveloppe protectrice de la fibre optique. Il est nécessaire de proposer des capteurs permettant un maintien de la qualité métrologique requise malgré cet environnement sévère pendant une échelle séculaire : soit une dose reçue maximale estimée à 8-10 MGy et une température maximale de 80-90°C pour notre application (voir Table 1.1).

La qualité métrologique du capteur à fibre optique par diffusion Brillouin imposée par les spécifications techniques pour la surveillance du site de stockage de déchets radioactifs doit être maintenue lorsque la fibre optique sera soumise à l'environnement radiatif. Il est nécessaire de qualifier les performances de transmission de la fibre optique et la stabilité des sensibilités thermomécaniques (C_T et C_{ε}) du capteur.

L'objectif principal est d'identifier à partir d'un lot de fibres optiques déterminé, à partir de précédents travaux sur le durcissement de matériau diélectrique aux radiations gamma continues, le comportement du capteur à fibre optique par diffusion Brillouin stimulée (DBS) sous irradiation. Cette étude doit permettre dans une première phase de proposer une méthode d'analyse des paramètres de sensibilité aux contraintes mécaniques et de l'évolution de la transmission par un moyen d'irradiation accessible.

Une seconde étape permettra de qualifier, à des doses totales représentatives de l'application, le comportement de fibre optique dont la composition et l'enveloppe mécanique auront été modifiées pour améliorer la réponse du capteur par rapport à celle observée durant la première phase.

C. Réponses des fibres optiques en milieu radiatif

L'intégration des fibres optiques pour diverses applications soumises à un environnement sévère au sens radiatif (sans hydrogène, T°, ...) a été le sujet de nombreux travaux pour analyser l'influence des radiations sur les performances en transmission de la fibre optique. Par le biais de ces nombreux travaux, le comportement face à un rayonnement énergétique de type UV ou γ a pu être en partie évalué pour de nombreux paramètres intrinsèques et extrinsèques à la fibre. Cependant, compte tenu de la multiplicité de ces paramètres, chacune des études disponibles ne prend en compte qu'un aspect partiel des phénomènes. De manière générale l'objectif est, le plus souvent, de déterminer les paramètres définissant les fibres les plus résistantes en fonction de leurs applications propres, ou bien par une approche plus pragmatique de déterminer la fibre optique la plus résistante parmi celles testées.

La complexité des paramètres est liée aux conditions expérimentales requises par Cigéo (source de rayonnement, chaîne de mesure), l'accès aux paramètres intrinsèques de la fibre optique rendant ainsi difficile la synthèse des résultats. Il faut définir si la source de rayonnement utilisée pour les tests est représentative par rapport à l'environnement de Cigéo.

Nous allons présenter, à partir de la littérature, l'influence des principaux paramètres extrinsèques et intrinsèques sur l'atténuation induite par les radiations (terme anglais RIA :radiation induced attenuation). Les défauts absorbants générés par les radiations et responsables des modifications observées sur l'atténuation optique subie par les fibres optiques seront présentés. Cette étude a pour objectif de présenter les éléments pouvant intervenir dans le changement de la diffusion Brillouin stimulée d'une fibre optique soumise à des radiations.

Enfin un bref état de l'art de la diffusion Brillouin dans la fibre optique préalablement exposée à de fortes doses d'irradiation gamma sera présenté.

1. Sensibilité des fibres optiques sous irradiation

a) Paramètres extrinsèques

Compte tenu de l'environnement spécifique lié à Cigéo certains de ses paramètres extrinsèques tels que les conditions d'irradiation (nature du rayonnement, dose totale, débit de dose, température, ...) et le système d'interrogation (longueur d'onde, puissance injectée, ...) de la fibre optique peuvent avoir une influence sur sa réponse.

Influence de la nature du rayonnement

Un grand nombre de travaux furent menés sur la sensibilité des fibres optiques soumises à différents types d'environnement tels que : gamma, X, neutrons,... . Griscom [Griscom 85] a montré qu'en fonction de la nature ainsi que de l'énergie des particules incidentes, il est possible d'obtenir diverses interactions rayonnement matière qui conduisent à la génération de défauts absorbants. Le principal effet d'un rayonnement avec la silice conduit en premier lieu à la création quasi simultanée de nombreuses paires électrontrou à travers le phénomène d'ionisation. La création des défauts absorbants peut être également accompagnée de modification structurale de la silice. En fonction de l'énergie des photons considérés, le rayonnement peut entraîner la rupture de certaines liaisons présentes dans la matrice vitreuse.

31

Intérêts des UV et des Gamma

Dans la littérature, on trouve que les insolations UV dans certaines fibres optiques peuvent engendrer des défauts absorbants similaires à ceux qui sont générés avec les rayonnements gamma (voir Figure I-12). L'amplitude des défauts générés diffère dans une même fibre entre les deux types de rayonnement. [S. Girard 05].

Les faibles coûts et les moyens nécessaires à l'exposition aux rayonnements UV d'une fibre op- tique sont un atout que nous avons utilisé pour tester la réponse de la fibre optique en terme d'atténuation induite, déplacement de la réponse Brillouin et des paramètres C_T et C_{ϵ} rapidement.



Figure I-12. Comparaison de l'irradiation UV et gamma sur la réponse spectrale d'une fibre optique [S. Girard 05].

Cette étude permet d'obtenir une première évaluation de la sensibilité de v_B aux radiations de certaines fibres optiques.

Influence du débit de dose et de la dose totale

Pour les doses élevées de l'ordre du MGy à l'exception d'un fort impact sur l'atténuation de la transmission, la fragilité mécanique des fibres peut également être sensiblement augmentée [Semjonov 97]. Le type de revêtement envisagé peut également devenir un paramètre critique [Deparis 97, Semjonov 97]. Nous verrons au cours de ce manuscrit l'impact des radiations sur le revêtement primaire et son influence sur la mesure distribuée.

L'évolution de la concentration des défauts générés en fonction de la dose totale n'est pas toujours linéaire et on peut voir apparaître des phénomènes de saturation des pertes optiques après un certain niveau de dose comme présenté dans les travaux de Henschel [Henschel 94]. Ce comportement varie beaucoup en fonction des conditions d'irradiation mais également de la composition de la fibre optique.

On retrouve beaucoup de publications relatant l'influence du débit de dose sur la réponse de la fibre optique à un rayonnement énergétique (Morita and Kawakami 1989). Ces études sont importantes car pour certaines applications il est très difficile de réaliser des tests dans des conditions d'irradiations qui soient représentatives des environnements réels surtout si les essais doivent être réalisés sur une échelle séculaire

comme pour la surveillance du site de stockage des déchets radioactifs. Ainsi certaines techniques de modélisation ont été proposées notamment par Griscom pour l'extrapolation de la réponse des fibres optiques à partir d'essais à des débits de doses plus importants.

Influence du système d'interrogation de la fibre

La réponse des fibres optiques peut évoluer différemment en fonction du système de mesures utilisé. Le choix de la longueur d'onde d'étude est primordial dans la réponse de la fibre optique (voir Figure I-13) exposée aux radiations [Friebele 80]. L'irradiation va générer des défauts absorbants associés à des pics d'absorption différemment localisés dans le domaine spectral. En fonction de la longueur d'onde d'étude, l'influence de ces pics d'absorption va complètement modifier la réponse de la fibre optique. Les longueurs d'onde dans l'UV et le visible sont beaucoup plus affectées par ces défauts que dans le proche infrarouge [Friebele 82]. En effet les bandes d'absorption associées aux défauts générés les plus intenses sont centrées dans l'UV et le visible et seront évoquées dans ce chapitre.



Figure I-13. Réponse spectrale de l'atténuation induite par radiation dans une fibre monomode G652 [Alasia 05].

Si le système d'interrogation requiert l'injection d'une source lumineuse dans la fibre optique, la puissance utilisée peut également avoir une influence sur la réponse radiative. Ce phénomène est appelé le photoblanchiment et est illustré par Friebele [Friebele 81]. Les fibres à cœur de silice pure et dopée au Fluor en gaine optique semblent être les fibres les plus durcies à ce phénomène. La puissance lumineuse injectée dans la fibre optique a un effet sur la guérison des défauts induits par les irradiations. Plus la puissance injectée est importante plus l'effet de guérison des défauts induits sera important conduisant à des pertes optiques sous irradiation plus faibles. Toutes les fibres optiques ne présentent pas cette sensibilité face à la puissance

injectée. En général ce paramètre est fixé par l'instrumentation utilisée sur l'application souhaitée.

Influence d'un pré-traitement de type chargement en hydrogène (H₂) de la fibre optique

Dans l'environnement Cigéo, certains déchets radioactifs, notamment ceux contenant des composés organiques, dégagent de l'hydrogène produit par radiolyse. Cet environnement peut modifier la réponse du capteur (en termes d'atténuation, diffusion Brillouin).

Zabezhailov [Zabezhailov 01] a montré que le pré-chargement de la fibre par de l'hydrogène permet de réduire l'atténuation induite par les radiations jusqu'à des doses de 1MGy pour les longueurs d'onde exploitées en télécommunication comme 1310 nm et 1550 nm.

Influence de la pré-irradiation

La pré-exposition de la fibre optique à un rayonnement ionisant tel que le rayonnement gamma a été étudiée par Griscom [Griscom 96]. Ce traitement permettrait d'améliorer la réponse de la fibre optique sous irradiation. Cela peut s'exprimer simplement par le fait que la première irradiation va réduire le réservoir de centres précurseurs qui sont susceptibles d'altérer la réponse du capteur en cours d'irradiation. Donc l'atténuation induite lors d'irradiation successive peut-être plus faible.

Conclusion partielle

Il est important de caractériser les fibres optiques dans l'environnement de l'application visée et de ne pas utiliser directement les résultats obtenus pour des applications différentes qui sont associés à une approche méthodologique d'expérimentation différente.

b) Paramètres intrinsèques

La réponse de la fibre optique soumise à un environnement sévère varie en fonction de ses paramètres intrinsèques. Ainsi il est possible d'améliorer la réponse du capteur en optimisant certains des paramètres évoqués ci-après.

Influence de la composition de la fibre optique

La réponse de la fibre optique sous irradiation est en grande partie dépendante de la composition de la fibre optique. La nature des dopants influe fortement le type de défauts absorbant générés lors de l'irradiation. La concentration des défauts et leur distribution dans la fibre optique suite à des irradiations peuvent également fortement varier en fonction de la répartition spatiale du dopant utilisé [Origlio 08b].

La Figure I-14 illustre bien les différentes cinétiques d'atténuation que l'on peut obtenir en fonction du dopage de la fibre optique.



Figure I-14. Atténuation induite par irradiation de différentes fibres optiques en fonction de la dose reçue [Girard 04].

L'incorporation de dopants tels que le phosphore dans l'élaboration de la fibre optique sont écartés dans le cadre de la thèse car leur présence ne permettrait pas de répondre aux besoins de tenue aux radiations du capteur.

Dans le cadre de la thèse, nous avons fait le choix d'élaborer des fibres optiques avec du Fluor dont la présence permet d'augmenter la résistance aux radiations [Girard 03, Girard 04]. La fibre dopée à l'azote (N) n'était pas disponible lors de la thèse.

Influence des paramètres de fabrication de la fibre optique

Durant le processus de fibrage d'une fibre optique, divers paramètres tels que la vitesse employée, la température du four, la tension appliquée sur la fibre optique, peuvent

35
influencer la propension d'une fibre optique à résister aux rayonnements X,γ , UV ... [Hanafusa 86]. Une maîtrise technologique de ces paramètres de fabrication de la fibre optique permet d'optimiser la réponse du capteur en fonction du milieu auquel la fibre optique est exposée.

c) Conclusions partielles

L'étude de la réponse du capteur Brillouin sous environnement UV est rapide à mettre en place et de faible coût. C'est un atout pour le dimensionnement (choix des fibres, longueur des échantillons,...) des campagnes d'irradiation gamma. En effet, ces deux rayonnements induisent la génération de défauts absorbants similaires présentant des évolutions semblables même si les amplitudes sont différentes.

La dose cumulée contribue fortement à l'augmentation des pertes optiques induites dont la tendance est également fortement dépendante du système d'interrogation de la fibre. La réponse de la fibre optique est fortement améliorée lorsque la puissance lumineuse injectée est importante. Les pertes induites par radiations sont beaucoup plus faibles aux longueurs d'onde du proche infrarouge (1310, 1550 nm).

2. Les principaux défauts absorbants générés par irradiation dans la fibre optique

Nous avons signalé dans la section précédente que la génération de défauts absorbants (ou centres colorés) par irradiation induit une augmentation des pertes optiques. La compréhension des mécanismes de génération des défauts peut permettre d'adapter la conception de la fibre optique pour en améliorer ses performances. Ainsi nous présenterons dans cette section les principaux défauts induits par l'exposition à un rayonnement ionisant dans la silice amorphe. Dans le cadre de la thèse nous avons également utilisé des fibres optiques dont la matrice vitreuse a été dopée avec des dopants tels que le germanium ou le fluor. L'influence de ces dopants sur la génération des défauts absorbants sera évoquée.

a) Défauts absorbants générés dans la silice pure





La silice amorphe est la matrice vitreuse qui constitue les fibres optiques. La structure de la silice amorphe peut être définie à l'échelle de quelques atomes. A plus grande échelle la silice amorphe est apériodique et peut être assimilée en première approche à une structure aléatoire ; contrairement par exemple au quartz qui est la forme cristalline la plus répandue de SiO₂. La structure de base est le tétraèdre SiO₄ représenté dans la Figure I-15. Cette structure de base est constituée d'un atome de silicium Si situé au centre du tétraèdre et relié à 4 atomes d'oxygène O occupant donc les sommets.

La structure du verre présentée dans cette figure est la vision idéale où chaque atome d'oxygène est lié à deux atomes de silicium. Mais la structure amorphe est loin de respecter un tel édifice parfait et on retrouve des irrégularités dans l'enchevêtrement des tétraèdres donnant ainsi naissance à des structures de défauts ponctuels.

Centre SiE'

Le défaut paramagnétique SiE' a été très largement étudié par la communauté scientifique depuis qu'il a été identifié en 1956 [Weeks 56]. Il se caractérise par un atome de silicium relié à trois atomes d'oxygène et un électron de silicium non apparié. Une bande d'absorption centrée à 5.85eV (212 nm) [Griscom 91] lui est associée après irradiation. Ce défaut est représenté par $\equiv Si^{\bullet}$ (où \equiv représente les liaisons avec trois

atomes d'oxygène et • l'électron non apparié).

On peut le retrouver selon trois variétés distinctes : E'_{γ} , E'_{β} , E'_{α} [Griscom 84]. Différents mécanismes de formation des centres SiE' ont été proposés [Griscom 91]. Ces mécanismes peuvent intervenir durant la réalisation de la préforme mais surtout lors de l'étirage de la fibre optique. La concentration de ces défauts dans la matrice vitreuse augmente significativement pendant une irradiation.

Le Défaut NBOHC (Non Bridging Oxygen Hole Center)

Le défaut NBOHC fait partie des principaux défauts que l'on retrouve dans la silice amorphe. Ce défaut peut être décrit comme un atome d'oxygène qui forme une seule liaison avec un seul autre atome de silicium et ayant un trou sur une orbitale 2p [Pacchioni 00].

On retrouve la présentation de ce défaut par le schéma $\equiv Si - O \bullet$. Des nombreux

travaux répertoriés dans la littérature ont permis de mettre en valeur que le procédé de fabrication de la fibre optique peut induire la génération de ce défaut [Hanafusa 86]. La formation de ces centres peut également être induite par l'exposition à un rayonnement énergétique (X, γ , UV, ...). On retrouve dans la littérature trois mécanismes de formation de ce défaut qui sont proposés dans [Imai 94, Munekuni 90].

Par des mesures spectroscopiques, il apparaît que deux bandes d'absorption peuvent être attribuées aux NBOHC dans la silice exposée à un rayonnement énergétique. La première bande qui est centrée autour de 2,0 eV (620nm) peut voir son pic d'absorption varier en fonction du mécanisme de formation mis en jeu [Munekuni 90, Griscom 91]. La seconde bande est observée à 4.5 eV (275 nm) [Neustruev 91]. Par des mesures de

photoluminescence, on repère l'apparition d'une bande centrée aux alentours de 650 nm [Tohmon 89].

Le Centre STH (Self Trapped Holes)

La particularité de ce défaut est qu'il possède un atome d'oxygène qui est lié à deux atomes de silicium autour duquel gravite un trou capturé sur une orbitale 2p [Griscom 97]. On peut le retrouver suivant deux formes :

- Le trou peut être localisé sur un seul atome d'oxygène. Dans ce cas le centre est appelé STH₁ avec la notation : ≡ $Si O Si \equiv$
- Le trou peut être à la fois sur deux atomes d'oxygène qui appartiennent au même tétraèdre SiO₄. Dans ce cas le centre est appelé STH₂ et est représenté par : $\equiv Si O$

0 – Si ≡

Ces centres sont instables à température ambiante. Plusieurs bandes d'absorption ont été proposées pour ces centres : 520 nm [Sasajima 03], 660 nm, 760 nm [Griscom 97, Griscom 04], et 1800 nm [Chernov 89]. Certains travaux proposent que ce défaut soit la principale raison de l'augmentation de l'atténuation aux longueurs d'onde du proche infrarouge (impact plus important que la queue des bandes d'absorption des défauts présents dans le visible et l'UV) [Regnier 07].

Les radicaux peroxys (PORs)

Les radicaux peroxys peuvent être réprésentés par un atome de silicium associé à une molécule d'oxygène. Un spin non apparié est délocalisé sur les deux atomes d'oxygène. Ces deux atomes ne sont pas équivalents. L'électron passe environ 75% sur l'atome d'oxygène le plus éloigné de l'atome de silicium contre 25% pour l'oxygène le plus

proche voisin [Griscom 91]. Ce défaut est noté schématiquement $\equiv Si - O - O \bullet$.

Tout comme les défauts NBOHC et SiE', ces défauts peuvent être induits lors de l'étirage de la fibre et mis en évidence par des mesures de la résonance paramagnétique électronique (RPE). Sous irradiation, le mécanisme de formation mis en jeu est semblable comme le montre Griscom [Griscom 91, Griscom 98].

Conclusions intermédiaires

Les défauts absorbants induits par les radiations ainsi définis seront utilisés dans les chapitres suivants afin de proposer des hypothèses pour expliquer l'évolution des performances du capteur. En effet, la génération de certains défauts comme le SiE' sont associées entre autres avec la modification de l'indice de réfraction du milieu.

b) Effets des radiations sur des fibres optiques dopées

Nous avons vu que les dopants utilisés dans la composition de la fibre optique peuvent modifier de manière importante sa sensibilité sous un environnement radiatif. Afin de respecter l'un des objectifs de la thèse qui est de proposer un composant diélectrique résistant aux radiations gamma durant une échelle séculaire, le choix des dopants s'est restreint à la présence du germanium (Ge) ou du fluor (F) dans la fibre optique. Ces choix sont le produit de l'expérience cumulée par les chercheurs du laboratoire Hubert Curien.

Les défauts absorbants relatifs à ces dopants et ceux qui sont induits par les irradiations seront évoqués ci-dessous.

Défauts absorbants avec la présence de germanium dans la silice amorphe

La présence de germanium dans la silice amorphe engendre une augmentation de l'indice de réfraction. On peut retrouver ce dopage en germanium avec différentes distributions spatiales dans la fibre optique en fonction de l'application visée.

La présence de ce type de dopant dans la matrice de silice amorphe a donné lieu à l'émergence de nombreux travaux notamment sur la photosensibilité de ce type de verres dopés suite à des expositions à des rayonnements UV. Ces études permettent une meilleure compréhension dans les mécanismes physiques mis en jeu lors de la photoinscription de réseau de Bragg.

La fibre optique dopée au germanium présente des centres précurseurs aux défauts absorbants induits par l'irradiation. Ces centres qui sont les principaux responsables de l'atténuation intrinsèque de la fibre dopée sont des centres déficients en oxygène (Germanium Oxygen Deficient Center - GODC) [Skuja 98, Neustruev 94]. Trois bandes d'absorption sont attribuées à ces centres précurseurs : 4.75 eV (261 nm), 5.12 eV (242 nm) et 541 eV (229 nm). Il est également possible de révéler ces centres grâce à la fluorescence à 4.2 eV (294 nm) et 3.13 eV (396 nm) suite à une excitation à 5.12 eV (242 nm) [H 01].

Défauts absorbants induits par les irradiations

La sensibilité des fibres optiques dopées au germanium dépend de la concentration initiale des centres précurseurs GODC présentés ci-dessus. Les irradiations vont induire des défauts paramagnétiques en relation avec le germanium dont la structure est similaire à celle du défaut SiE' que l'on retrouve dans la silice amorphe. Dans la littérature, on a pu mettre en évidence cinétique de la concentration de trois types de défauts paramagnétiques (voir Figure I-16) en fonction de la dose considérée.



Figure I-16. Représentation de la structure des défauts germanium paramagnétiques : A- Ge(1), B- Ge(2), C- GeE'.

- Le défaut Ge(1) est constitué d'un atome de germanium lié à quatre atomes d'oxygène et ayant capturé un électron [Friebele 86]. Deux bandes d'absorption associées à des transitions électroniques de ce défaut sont centrées à 4.4 eV (282 nm) et 5.7 eV (217 nm) [Chiodini 99].
- La structure du défaut Ge(2) proche de celle de Ge(1) ne fait pas l'unanimité dans la littérature. Selon [Friebele 86, Fujimaki 98] une bande d'absorption centrée à 214 nm lui est associée.
- Le défaut GeE' qui est constitué d'un atome de germanium possédant trois liaisons oxygène a une structure comparable à celle du défaut SiE'. Une bande d'absorption centrée à 197 nm (6.3 eV) a été observée par Hosono [Hosono 96].

Défauts absorbants générés dans la silice dopée au fluor

Aucun défaut absorbant n'a été identifié due à la présence de fluor dans la matrice vitreuse [Boyd 90]. Les groupes Si-F présents ont un effet positif sur la réduction des défauts absorbants tel que SiE' [Hosono 99] et NBOHC [Origlio 08b].La présence de fluor dans la silice amorphe en- gendre une diminution de l'indice de réfraction [Fleming 83]. Cette propriété est très importante pour assurer le guidage dans des fibres optiques à cœur de silice pure.

c) Conclusion partielle

Cette étude est très importante car la variation de l'indice de réfraction du milieu est dépendante de la présence de certains de ces défauts et leurs cinétiques d'évolution en fonction des conditions d'irradiation. Une dépendance linéaire est notamment relevée pour les défauts Ge(1) dans la fibre optique [Alessi 09b]. Cela montre une possibilité de dépendance de l'évolution de la fréquence Brillouin en fonction de la cinétique d'évolution des défauts présents.

Cette étude montre également que notre choix d'un dopant tel le Fluor est pertinent car il présente un fort potentiel de résistance aux radiations. Elle permet notamment la réduction de la génération de certains défauts tels que les NBHOC [Origlio 08b] donc l'impact des radiations sur la variation d'indice de réfraction de la fibre optique doit être très atténué par rapport à une fibre standard dopée au Germanium. Ainsi, la variation de la fréquence Brillouin devrait être moins importante en fonction des conditions d'irradiation.

3. La diffusion Brillouin et l'environnement radiatif

Nous avons vu dans la section précédente que l'exposition aux rayonnements ionisants engendre de nombreuses modifications sur la réponse de la fibre optique d'un point de vue macroscopique et microscopique.

Une première étude a été menée par D. Alasia sur la modification du décalage en fréquence Brillouin sur une fibre monomode standard télécom ayant subie une exposition à un rayonnement gamma jusqu'à des doses totales de l'ordre de 10MGy [Alasia 06]. Ces travaux montrent qu'après 10MGy il est possible d'observer une augmentation d'environ 5MHz de v_B sur cette fibre, de longueur égale à 50 mètres, avec des pertes linéiques supérieures à 170dB/km (@1550 nm) (voir Figure I-17). Des mesures post-mortem répétées plusieurs mois après les premières mesures montrent que les modifications observées sur la fréquence Brillouin sont irréversibles.



Figure I-17. A- Atténuation induite par les radiations observée sur la fibre optique testée sous rayonnement gamma B- Modification de la position de la fréquence Brillouin vB (MHz) en fonction de la dose totale (en MGy)[Alasia 06].

Ces études, montrant que les radiations peuvent induire des modifications, ne sont pas suffisantes pour assurer l'intégration de ce type de capteur pour des applications soumises aux radiations. En effet la détermination d'une chaîne de mesures adaptée à la surveillance des déchets radioactifs nécessite de :

- Définir une stratégie d'interrogation de la fibre analysée.
- Définir une méthode de traitement des données et de leur analyse.
- Déterminer la portée maximale de mesures en fonction des contraintes de l'application.
- Déterminer la durée de vie de la chaîne de mesure.
- Evaluer l'influence des radiations sur la diffusion Brillouin pour la fibre optique retenue.
- Evaluer l'influence des radiations sur la sensibilité de la fréquence Brillouin aux variations de température et de déformation.

Ces points permettent de définir la qualité métrologique associée à un capteur à fibre optique par diffusion Brillouin soumis à un environnement radiatif donné. Dans ce manuscrit ces différents points seront abordés afin de constituer une étude complète du comportement d'un tel capteur sous un rayonnement gamma à des doses de plusieurs MGy.

II. Environnements radiatifs -Méthodes de caractérisations et fibres optiques utilisées

A. Méthodologie

Dans cette seconde partie, nous présenterons l'ensemble des moyens expérimentaux mis en oeuvre pour l'étude du comportement du capteur Brillouin sous rayonnement gamma ou UV. L'utilisation de ces moyens expérimentaux rentre dans le cadre d'une méthodologie composée de différentes étapes détaillées ci-après.

Nous avons vu dans le premier chapitre l'importance de la définition de l'environnement radiatif sur la réponse de la fibre optique. Dans le cadre du projet Cigéo, il est envisagé que le débit de dose reçu par les FO noyées dans la structure de l'alvéole de stockage HA-VL soit au maximum de 10 Gy/h ce qui après une échelle séculaire correspondrait à une dose totale de 8.7 MGy. Cet environnement n'étant pas encore présent, il n'est pas possible en l'état d'y étudier le comportement des capteurs à fibres optiques par diffusion Brillouin. D'autre part, le faible débit de dose à considérer pour atteindre la dose totale, ne permet pas d'envisager d'atteindre 8 MGy pendant la durée de la thèse. Nous avons vu dans 1.3.1 que la réponse de la FO, dans le cadre de nos études, présente une dépendance plus importante pour la dose totale reçue que par le débit de dose mis en jeu.

Nous avons mis en place une chaîne de mesure évolutive pour suivre le comportement du capteur à FO par diffusion Brillouin en terme de durabilité et de maintien des performances de mesures au regard des radiations ionisantes. Afin d'expérimenter la viabilité de la chaîne de mesure (concernant la mesure par diffusion Brillouin) pour la surveillance de l'alvéole de stockage dans la durée de la thèse, nous avons utilisé différents moyens d'irradiation complémentaires dans le cadre de notre étude. Les effets d'insolations UV plus faciles et rapides à mettre en oeuvre permettent d'identifier au 1^{er} ordre les performances du capteur Brillouin sur différentes FO. Le retour d'expérience aide à la prise de décision dans le choix des FO pour des mesures en ligne pendant des irradiations gamma qui requièrent des moyens et des coûts beaucoup plus importants. Les campagnes d'irradiation ont été programmées de manière à expérimenter l'ensemble de la chaîne de mesure avant d'atteindre un niveau de dose totale équivalent à une échelle séculaire dans une alvéole HA-VL. Les deux premières campagnes d'irradiation (avec la source du CEA-Bruyère-le-Châtel puis IRMA de l'IRSN) ont permis le développement d'un protocole expérimental pour le suivi en ligne pendant l'irradiation gamma des échantillons en respectant le débit de dose de l'application, soit 10Gy/h. La troisième campagne d'irradiation réalisée en inerte sur un panel de fibre issu du retour d'expérience des précédentes campagnes a permis d'atteindre des niveaux de doses de

10 MGy avec la source Brigitte du SCK-CEN (II.2.4.5). L'ensemble des données recueillies ont permis d'améliorer la conception et la réalisation d'une dernière campagne en ligne du comportement du capteur FO par DBS à des niveaux de doses totales de 10 MGy également réalisée avec la source Brigitte du SCK-CEN.

Afin d'agrémenter la prise de décision dans le choix des FO testées à différentes étapes de notre processus, nous avons complété notre étude par des analyses et caractérisations spectroscopiques sur les échantillons. Ces études permettent d'identifier les centres colorés mis en jeu lors de ces irradiations (notamment des mesures de photoluminescence) et les modifications de la structure matricielle (mesure Raman).

La figure 2.1 résume la méthodologie envisagée pour développer une chaîne de mesure d'un capteur à fibre optique par diffusion Brillouin résistant aux radiations.

43

II. Environnements radiatifs - Méthodes de caractérisations et fibres optiques utilisées



B. Méthodes de caractérisation

Les précédentes sections ont permis de présenter le choix du lot de fibres optiques exposé successivement aux différentes sources d'irradiation UV et gamma. Différents montages ont été utilisés pour la caractérisation du comportement du capteur à fibre optique par diffusion Brillouin soumis à un rayonnement ionisant.

Ces moyens de caractérisation permettront d'analyser d'un point de vue macroscopique l'influence des radiations sur les performances du capteur (Mesures Brillouin, Mesures des pertes linéiques) mais également d'étudier à l'échelle microscopique les paramètres influençant la réponse de la fibre optique.

Les FO ont été découpées en plusieurs échantillons pouvant avoir des tailles différentes en fonction de leur utilisation II.2.2. Plusieurs échantillons ont été utilisés pour l'ensemble des campagnes d'irradiations, mais pour chaque type de fibre un échantillon vierge n'ayant subi aucune irradiation ou traitement particulier a été conservé afin de comparer les résultats lors des mesures post irradiation. Les échantillons vierges et irradiés proviennent de la même préforme de fibre. Ainsi ils ont exactement les mêmes caractéristiques de fabrication. Différentes études en ligne et post mortem ont été réalisées à différentes étapes :

- Avant l'irradiation pour avoir un point de référence
- Pendant l'irradiation pour étudier en ligne la réponse de la fibre optique
- Après irradiations pour caractériser la réponse microscopique et macroscopique de la fibre optique

A partir de cette démarche expérimentale et grâce aux principales techniques de caractérisation, qui seront détaillées par la suite, nous aurons les éléments nécessaires pour définir le comportement du capteur à fibre optique par diffusion Brillouin sous irradiation ionisante.

1. Mesures Brillouin et détermination des coefficients de déformation et de température

a) Mesures Brillouin sur fibre : Mise en évidence des effets des radiations

Afin de mettre en évidence directement l'influence des radiations sur la diffusion Brillouin des FO, nous avons utilisé le schéma expérimental présenté sur la Figure I-1. A l'aide d'une fusionneuse, nous avons soudé une extrémité de l'échantillon vierge à celle de l'échantillon irradié ayant reçu une dose d'irradiation donnée. La seconde extrémité de chacun des échantillons est connectée à l'instrument Brillouin par des connecteurs FC/APC. Ainsi il est possible d'interroger les deux échantillons avec une seule mesure. Afin d'étudier l'impact des radiations sur la diffusion Brillouin, la température et la déformation, qui sont des paramètres influant sur la fréquence Brillouin, doivent être fixées. Pour cela nous avons adopté une configuration où dans un premier temps les deux échantillons sont libérés de leurs contraintes initiales dues au bobinage. Par la suite, les deux échantillons sont soumis aux mêmes conditions thermiques. Dans cette configuration, la déformation est considérée comme fixe ($\epsilon \approx 0$) et la température (21°C correspondante à celle de la salle) est surveillée avec des thermocouples.

45



Figure I-1. Schéma synoptique pour la caractérisation de l'influence des radiations sur la fréquence Brillouin d'une fibre optique

La fréquence Brillouin v_{ϵ} présente une dépendance linéaire à la variation de la température ou de la déformation le long de la fibre selon les coefficients C_T et C_{ϵ} . Par l'étude de la variation de la fréquence en fonction de la contrainte appliquée le long de la fibre optique, il est possible de déterminer les coefficients C_T et C_{ϵ} . Dans les deux sections qui suivent seront présentées les techniques de caractérisation mises en place pour la détermination des coefficients de température et de déformation de la fréquence Brillouin associés à un échantillon. Ainsi il sera possible de comparer l'impact des conditions d'irradiation sur ces coefficients pour l'ensemble des FO testées. La longueur des échantillons varie en fonction de bobine « libre » sera présentée dans les sections suivantes. La longueur minimale était de 20 mètres.

b)Méthode de caractérisation du coefficient de température

Le dispositif expérimental utilisé pour caractériser le coefficient de température (C τ) d'un échantillon est illustré dans la figure 2.3. Les échantillons testés sont tous lovés avec un diamètre de ~10 cm. La longueur prise pour chaque échantillon est d'environ 10 mètres.



Figure I-2. Schéma synoptique du dispositif expérimental utilisé pour la détermination du coefficient de température des FO.

Les échantillons sont disposés dans une étuve dont la température est contrôlée à $(\pm 0.1^{\circ}C)$ à proximité des échantillons. Le dispositif permet de faire varier la température

des échantillons à tester entre 20°C et 90°C. Des relevés de la température supplémentaires sont effectués par des thermocouples de type K mis en place au niveau des échantillons. Compte tenu de la résolution spatiale de l'instrument, la longueur de l'échantillon permet d'obtenir un grand nombre de points de mesure soumis aux mêmes conditions expérimentales. La mesure de la diffusion Brillouin est réalisée le long de la FO lorsque la température de l'étuve fixée par la consigne est stable. La répétition de cette mesure sur la FO exposée à plusieurs paliers de température permet d'étudier le comportement de la fréquence Brillouin associé aux variations thermiques.

c) Méthode de caractérisation du coefficient de déformation

Un dispositif expérimental a été mis en place pour déterminer le coefficient de déformation $C_{t:}$ des FO. Ce dispositif, développé dans le laboratoire, est basé sur la caractérisation de la réponse des jauges de contraintes à la déformation des réseaux de Bragg sur les fibres optiques.



Figure I-3. Schéma synoptique de la caractérisation en déformation de la réponse des fibres optiques.

Une section de la FO à tester est maintenue tendue par deux points de fixation distants de 5 mètres. L'alignement des deux points de fixation en hauteur et selon l'axe de translation en x est obtenu à l'aide du spot d'un laser He-Ne. Le premier point de fixation est sur une platine de translation qui se déplace suivant l'axe longitudinal de la FO. Ce support mobile va permettre d'appliquer une traction sur la fibre optique traduite en déformation par la relation $\varepsilon = \frac{\Delta L}{L}$.

Le second point de fixation est sur un support fixe et relié à une jauge de contrainte pilotée par Labview. Ce système de contrôle calibré à l'aide de tensions connues permet de suivre l'évolution de la contrainte appliquée sur la FO.

En dehors de la section fixée, la FO n'est pas soumise à une contrainte mécanique particulière. Les extrémités de la fibre optique connectorisées en FC/APC sont reliées à l'instrument de mesure Brillouin. La température est contrôlée localement par des thermocouples type K disposés à proximité de la FO. La température fut mesurée à $21+/-0.2^{\circ}C$ durant toute la durée des mesures. La mesure du spectre Brillouin le long de la FO permet de suivre l'évolution du décalage en fréquence Brillouin en fonction des paliers de déformations appliquées. Si la linéarité de l'évolution de v_B avec la déformation est observée alors le coefficient de déformation associé à un échantillon peut être déterminé.

2. Mesures linéiques et spectroscopie

a) Mesures linéiques

Pour étudier l'évolution temporelle des pertes induites dans des fibres optiques lors d'une irradiation continue gamma nous avons utilisé deux techniques différentes en fonction de la campagne d'irradiation.

Le premier système est basé sur la mesure de l'évolution temporelle de la puissance transmise à 1310 nm par la fibre optique sous test. La mesure de pertes optiques sur la ligne optique choisie peut ainsi être déterminée. Les sources laser (modèle LS8000) utilisées sont enchâssées dans un chassis (modèle PRO8000) tandis que la détection est assurée par un multimètre optique 8163B d'AGILENT 4 voies (2 tiroirs 81635A). Au niveau des conditions de tests, nous injectons une puissance laser de l'ordre de quelques mW dans la FO sous test.

Le second système, est basé sur la mesure de l'évolution temporelle du spectre de transmission dans l'infrarouge de la fibre optique sous test. Les sources optiques utilisées sont des sources de lumière blanche (DH2000 d'Ocean Optics) tandis que la détection est assurée par deux spectromètres d'Ocean Optics : N1R512 (900-1700 nm) et N1R256 (900 nm $2.2\mu m$). L'influence de la longueur d'onde sur les pertes optiques induites par les radiations sur une fibre optique peut ainsi être analysée. Au niveau des conditions de tests, nous injectons une puissance lumineuse de l'ordre de quelques dizaines de μW dans la FO sous test.

L'acquisition de ces deux systèmes est gérée par le logiciel OOIBASE 32 d'Ocean Optics.

A partir des données acquises, les pertes induites par radiation (RIA) pour une longueur d'onde donnée et à un temps donnée de l'irradiation sont calculées à partir de la relation suivante :

$$RIA(t,\lambda) = -\frac{10}{L} * Log\left(\frac{P(t,\lambda)}{P(0,\lambda)}\right) (dB/km)$$

où *L* est la longueur de l'échantillon, $P(t,\lambda)$ la puissance transmise par la FO au temps *t* et à la longueur d'onde λ , $P(0,\lambda)$, la puissance transmise par la fibre avant irradiation et à la même longueur d'onde λ . Le bruit des instruments ainsi que l'influence des connecteurs sont corrigés avant l'acquisition des données. Les connecteurs utilisés possèdent des férules en céramique. Ce matériau est connu pour sa bonne tenue mécanique aux rayonnements Gamma. Dans le cadre de cette étude, on peut considérer l'impact de la dégradation du signal induit par la férule au cours du temps très faible par rapport aux pertes optiques induites par irradiations. En effet, des essais par réflectométrie sur les connecteurs ont été réalisés et montrent que le principal impact est lié à l'injection lumineuse dans le connecteur plutôt qu'à la dégradation induite par les radiations.

Nous avons également utilisé un instrument de mesure basé sur la réflectométrie optique permettant d'étudier les pertes linéiques sur plusieurs échantillons d'une ligne par une mesure unique (voir Figure I-4).

La mesure linéique effectuée avec cet instrument est basée sur l'analyse de la rétrodiffusion Rayleigh suite à l'injection d'une impulsion lumineuse dans la fibre optique. Le signal recueilli est synchronisé par rapport au déclenchement du pulse afin de localiser des évènements tels que les cassures, les connecteurs, pertes par courbures, etc...

Le principe de cet instrument appelée Optical Time Domain Reflectometer (OTDR) est d'envoyer d'abord une brève impulsion de lumière dans la FO et ensuite de mesurer l'intensité de la lumière rétrodiffusée Rayleigh (dû à des fissures, cassures, des connecteurs et des épissures). L'impulsion est atténuée au fur et à mesure de sa propagation dans la FO et la lumière rétrodiffusée est également atténuée sur le chemin

du retour vers le détecteur. Par l'analyse dans le domaine temporel, la localisation d'un évènement ainsi que son impact sur la transmission générale de la lumière peuvent être déterminés. Ce principe de mesure est utilisé par l'instrument



Figure I-4. Réflectromètre optique contrôlé par Labview

JDSU T-Berd 6000. Les modules insérés dans cet instrument permettent d'avoir accès à 4 longueurs d'onde. Nous avons principalement utilisé deux longueurs d'ondes : 1310 nm et 1550 nm, cette dernière correspond à λ_B utilisée par l'instrument de mesure Brillouin.

Durant les travaux de thèse cet instrument piloté par un programme Labview fut utilisé :

- Pour le suivi en ligne de l'évolution de différentes fibres optiques exposées à un rayonnement Gamma.
- Pour les mesures post mortem. Une fibre amorce était généralement utilisée compte tenu de faibles longueurs de fibres à tester afin d'améliorer la qualité des mesures. Pour réaliser ces mesures la fibre optique est totalement déroulée afin d'éviter toute influence des pertes induites par la courbure.

b) Mesures spectroscopiques

Les mesures de luminescence par microscopie confocale et les mesures microRaman ont été réalisées avec la plateforme LabRAM Aramis (Jobin-Yvon) dont le système global est illustré dans la Figure I-5. Ce système permet de caractérisés certains défauts absorbants présents dans la fibre optique avant irradiation et après irradiation. Principe de mesure :

- spectroscopie Raman : méthode non destructives d'observation et de caractérisation de la composition moléculaire et de la structure externe d'un matériau, qui exploite le phénomène physique selon lequel un milieu modifie légèrement la fréquence de la lumière y circulant. Ce décalage en fréquence correspond à un échange d'énergie entre le rayon lumineux et le milieu, et donne des informations sur la fibre optique. Les informations obtenues par la mesure et l'analyse de ce décalage permettent de remonter à certaines propriétés du milieu telles que la variation de la densité, par la spectroscopie.



Figure I-5 Vue en plongée du LabRAM Aramis (Jobin-Yvon) pour la mesure microRaman ou microPL avec le chemin optique des différents faisceaux

- spectroscopie Photoluminescence : méthode d'étude de la structure électronique d'un matériau, non destructive et ne nécessitant pas de contacts électriques. Typiquement, un faisceau laser est absorbé par un échantillon. L'excès d'énergie apporté au matériau peut être dissipé par émission de lumière, ou luminescence. Comme l'excitation du matériau est produite par un faisceau lumineux, cette luminescence est appelée "photoluminescence". La photoluminescence (PL) consiste donc en une émission de lumière par un matériau sous excitation optique. Cette lumière peut être collectée, analysée spectralement, spatialement et aussi temporellement.

Le microscope confocal est couplé à un spectrographe équipé avec une tourelle de 4 réseaux interchangeables. Différentes longueurs d'onde d'excitation sont obtenues par un laser interne (He-Ne, 633nm) et par deux lasers externes : un laser He-Cd travaillant à 325 nm ou 442 nm et un laser Argon travaillant à 488 nm. Le principe de ce système consiste à focaliser la source laser au travers d'un des objectifs de microscope (UV et visible) et de réaliser un filtrage spatial du signal en provenance du volume illuminé. Ce signal est récupéré en utilisant un diaphragme de faible diamètre placé dans le plan conjugué où l'image agrandie de l'échantillon est formée par l'objectif comme illustré sur la Figure I-6.

Le laser incident est réfléchi dans le microscope au moyen d'un filtre spécial qui peut être utilisé dans le mode d'injection ou de réjection. Au niveau du chemin de retour vers le spectrographe, la lumière (Raman rétrodiffusée ou la PL) est transmise à travers un filtre vers un trou confocal situé à l'entrée du spectrographe. Le spectrographe disperse le signal Raman (ou PL) sur un détecteur CCD multichannel. Le tiroir optique constitue une plateforme de couplage entre le laser, le microscope et le spectrographe. Afin de réduire la puissance laser arrivant sur l'échantillon, une série de



Figure I-6. Schéma de principe de mesure de micro-luminescence et microRaman par un système confocal

différents filtres de densité contrôlée par le logiciel peut être utilisée. Durant les mesures sur nos échantillons nous nous assurons que le niveau de puissance de la lumière sonde est suffisamment réduit (quelques μ W) pour éviter l'effet de photoblanchiment.



Figure I-7. (a) Exemple de spectres Raman obtenus à température ambiante sur des verres germanium avec différentes concentrations de silice [Henderson 09]. (b) Exemple de l'évolution de l'intensité de la bande luminescence associée aux GLPC à différentes distances du coeur d'une fibre optique germanosilicatée [Origlio 08a].

Pour la mesure de diffusion Raman, le signal Raman est collecté par le même objectif de microscope (en configuration rétrodiffusion) et est dirigé vers le spectrographe. Le signal rétrodiffusé issu du laser (la diffusion Rayleigh) est filtré tandis que le signal Raman est transmis au spectrographe.

Il est possible avec le système ARAMIS de déplacer l'échantillon sous test, la translation est contrôlée par ordinateur ou par joystick, avec une précision de quelques μm . Le diamètre du spot focalisé sur l'échantillon peut varier en fonction du grandissement de l'objectif du microscope utilisé mais également de la taille du diaphragme. Typiquement, un objectif 50x et un diaphragme de $25\mu m$ conduisent à résolution spatiale de quelques micromètres.

Cet instrument permet de dresser une cartographie des défauts optiquement actifs des modifications structurales traduites par le changement de la diffusion Raman (voir la Figure I-7).

52

3. Résonance paramagnétique électronique (RPE)

La résonance paramagnétique électronique (EPR en anglais), également connu sous le nom de spectroscopie de résonance de spin électronique (ESR en anglais) est une technique très efficace permettant d'obtenir des informations sur la structure des défauts ponctuels paramagnétiques. En l'absence d'un champ magnétique externe les différents états du spin d'électron non nul sont dégénérés. Quand une molécule ou atome avec un électron non apparié est placé dans un champ magnétique, la rotation de l'électron non apparié peut devenir alignée soit dans la même direction ou dans la direction opposée (spin-down) du champ appliqué. Ces deux alignements possibles d'électrons ont des énergies différentes et sont directement proportionnelles à l'intensité du champ magnétique appliqué. C'est ce qu'on appelle l'effet Zeeman. Une classe importante des centres paramagnétiques consiste en des défauts générés par le piégeage d'électrons ou de trous sur des niveaux d'énergie dans la bande interdite.



Figure I-8. Schéma de principe du spectromètre RPE utilisé pour la détection de signaux paramagnétiques dans les fibres optiques.

Dans ce manuscrit, nous couplerons cette étude avec l'étude des changements dans le décalage en fréquence Brillouin induite par des rayonnements ionisants UV ou γ sur les différentes fibres optiques testées.

Les mesures de RPE présentées dans cette thèse ont été réalisées par un EMX Bruker spectromètre travaillant à ω_0 =9,8 GHz. Dans la Figure I-8, il est rapporté un schéma



Figure I-9. Spectre RPE de seconde harmonique de la fibre GeB ciblée sur le signal du défaut SiE'.

simplifié de l'instrument. Il est possible d'obtenir la signature des centres paramagnétiques présents dans la fibre optique comme cela est illustré sur la Figure I-9.

C. Choix des fibres optiques

Afin de déterminer les paramètres influents sur la réponse du capteur à FO par diffusion Brillouin, nous avons utilisé diverses FO provenant de deux industriels : iXfiber (fabricant français de fibres optiques spéciales) qui a fourni des FO réalisées à façon et Corning (fabricant américain) a qui deux fibres optique utilisées en télécommunications ont été achetées. Les principales caractéristiques de ces FO et le choix de leur intégration dans notre stratégie d'étude sous irradiation sont discutés dans les sections suivantes.

1. Fibres germanosilicates

Notre référence : SMF 28

La SMF 28 ® est une fibre optique monomode commerciale fabriquée par Corning suivant la norme G652. Nous avons choisi cette fibre optique comme **référence** commune à l'ensemble des mesures réalisées durant la thèse. Cette fibre optique est couramment utilisée pour des applications dans le domaine des télécommunications. Elle possède un diamètre de coeur de 8.2 μ m. Sa matrice de silice est dopée avec une concentration de 4% massique de Germanium. La faible atténuation linéique (0.19 dB/km à 1550 nm) dans des conditions standards présente un réel avantage pour des applications de surveillance de structure sur de grands linéaires. Le spectre Brillouin

associé est connu [Niklès 97b] ainsi que la dépendance de son décalage en fréquence Brillouin centrale au regard de sollicitations thermomécaniques appliquées le long de la FO

LEAF

La fibre commerciale LEAF fabriquée par Corning. Nous avons choisi cette fibre pour son spectre Brillouin possédant plusieurs pics bien définis. La sélection de cette fibre est liée au retour d'expérience de l'Andra sur ce type d'échantillon et son potentiel pour la discrimination de la température et la déformation sur la fréquence Brillouin. L'intérêt est d'étudier la dépendance de ces pics en fonction des radiations.

2. Fibres à façon

G652

Une fibre monomode G652 avec un dopage de type GeO₂ en coeur et silice en gaine optique a été également réalisée par iXFiber par voie MCVD (Modified Chemical Vapor Deposition). Elle fut fibrée en deux tronçons présentant deux types de revêtements primaires différents (voir Figure I-10). Il s'agit de démontrer expérimentalement que le choix de l'épaisseur du revêtement primaire ne risque pas de compromettre les résultats de la thèse. L'acrylate est le type de revêtement favorisé dans cette étape pour les connaissances et la maîtrise d'iXFiber sur ce matériau.

- GeA : un seul acrylate, bien accroché à la silice grâce à des promoteurs d'adhésion, de faible épaisseur pour améliorer le transfert de contraintes mécaniques des fibres optiques,
- GeB : une double épaisseur similaire aux couches d'acrylate des fibres standards en télécommunication, c'est-à-dire peu accroché à la silice pour favoriser le dénudage.





В

CMS

Nous avons également testé une FO commerciale conçue par iXfiber pour la réalisation de réseaux de Bragg par insolation UV. Cette FO nommée Cladding Mode Shift (CMS) monomode possède un coeur de très faible diamètre (2.8µm) dopé avec une forte

Figure I-10. Fibres G652

concentration de germanium qui est de l'ordre de 28% massique. C'est la forte concentration de germanium qui lui confère une forte propension à changer d'indice de réfraction du coeur sous l'effet d'un rayonnement UV. Compte tenu de ce comportement, il est attendu que la fréquence Brillouin varie après une irradiation.

Le potentiel de cette FO sera exploité pour comprendre l'influence des radiations sur la diffusion Brillouin.

a) Fibre dopée au fluor

Nous avons élaboré cette FO pour exploiter son fort potentiel de durcissement face aux rayonnements gamma continus. Ce choix est basé notamment sur les travaux menés par Girard [Girard 04, Girard 03].

La composition de cette FO est la plus directement inspirée des connaissances antérieures des partenaires. Le coeur de la fibre optique est en silice pure d'un diamètre 8.5 μm et une gaine optique enterrée liée à la présence d'un dopage au fluor à 1.8% massique (voir Figure I-11)



Figure I-11. Coupe transversale de la fibre dopée au fluor

L'impact des paramètres de fabrication sur la réponse sous irradiation de cette fibre optique tels que la tension d'étirage et le revêtement mécanique ont été étudiés à partir de fibres optiques dopées au Fluor avec les éléments suivants :

- différentes tensions de fibrage (24g et 64g)
- un revêtement en polyimide pour la tenue à la température et la tenue mécanique aux radiations.

3. Récapitulatif des propriétés intrinsèques des fibres choisies

Tableau I-1. Caractéristiques principales des fibres optiques utilisées.

Type de fibre	Diamètre de coeur	Diamètre du revêtement	Pertes linéiques	Revêtement	Intérêts	
SMF 28	8.2 µm	245 µm	0.19 dB/km	Acrylate	FO référence des campagnes d'irradiation	
LEAF	8 µm	242 µm	0.19 dB/km	Acrylate	Spectre Brillouin connu avec plusieurs pics ==> Influence des radiations sur une fibre multipics Brillouin	
CMS	2.8 µm	245 µm	7.7 dB/km	Acrylate	Variation importante de ∆n sousrayonnementionisant ==> Evaluation de l'impact sur RIBS non étudié	
GeA	8.2 <i>µm</i>	155 µm	0.3 dB/km	Acrylate 1 couche (MRF-	Influence de l'épaisseur du revêtement sur la réponse de la FO soumise aux radiations gamma	
GeB	8.2 µm	240 µm	0.3 dB/km	Acrylate 2 couches (MRF-116 et MRF-115)		
SiO₂/F acry	8.5 µm	239 µm	0.6 dB/km	Acrylate	Compositionconnuepourdiminuerl'effetdesradiationssurl'atténuation==>Evaluationnécessairedel'influencedesradiationssurdiffusionBrillouinetsesdépendancesthermomécaniques	
B0704	9.4 µm	145 <i>μm</i>	2.8 dB/km	Polyimide	Amélioration de la SiO2/F avec un revêtement stable à 80°C + Evaluation de l'influence des conditions d'étirage sur la réponse de la FO soumise aux radiations	
B0705	8.5 µm	145 <i>µm</i>	2 dB/km	Polyimide		

57

D. Conditionnement des fibres optiques et sources d'irradiation utilisées

Dans ce chapitre nous allons présenter le conditionnement des fibres optiques pour leurs expositions aux rayonnements UV ou gamma. La phase de conditionnement des fibres optiques est déterminante en fonction du type d'analyse et de source d'irradiation envisagée.

1. Insolation UV

En général, les expériences sur des échantillons irradiés à de fortes doses par un ravonnement gamma nécessitent des investissements importants en termes d'équipement et de coûts. Dans ce contexte, il a déjà été démontré que le rayonnement UV peut être utilisé comme un outil d'assurance de la dureté intéressant pour comparer la sensibilité aux radiations des différentes classes de FO. Ce type d'expérience peut révéler la grande sensibilité de certaines fibres optiques dopées [Girard 05, Pheron 11]. L'expérimentation consiste à exposer transversalement aux rayonnements UV une fibre optique et d'en analyser l'influence sur la diffusion Brillouin mesurée. En dépit de la grande résolution spatiale possible de 10 cm avec l'instrument commercial BOTDA, nous avons choisi d'utiliser une longueur de fibre d'environ 10 m. Cela permet d'augmenter le nombre de points de mesures dans la FO exposée au rayonnement UV et d'évaluer avec une bonne statistique les effets de l'insolation UV sur la fréquence Brillouin. Nous décrivons ci-dessous le montage expérimental utilisé pour cette étude (voir schéma 12(a)). Nous avons procédé à l'insolation de certaines fibres optiques par le biais d'un dispositif expérimental mis en place au Laboratoire Hubert Curien. Ce dispositif réalisé durant la thèse de H. Kuswanto [H 01] a été adapté à notre utilisation. Le laser utilisé pour les insolations est un laser Argon doublé en fréquence émettant à 244nm. Le faisceau laser est focalisé par une lentille sphérique (de focale f=12cm). La FO est placée de telle sorte à assurer une insolation uniforme et homogène du coeur de la fibre durant l'expérimentation. La zone à insoler est dénudée au préalable par voie chimique ou voie mécanique en enlevant la gaine en acrylate de protection afin d'éviter l'absorption du faisceau par cette dernière. L'exposition transverse d'une grande longueur de fibre au rayonnement UV requiert que cette dernière se déplace devant le faisceau laser. Pour cela une extrémité de la FO est rendu solidaire d'un fil entraîné par un arbre de rotation. La vitesse de déplacement de la fibre devant le faisceau est fixée à 6 mm.s⁻¹pour toutes les puissances laser utilisées. L'impact du retrait de la gaine protectrice sur la mesure de la rétrodiffusion Brillouin est caractérisé avant l'insolation. Durant l'insolation une luminescence bleue est générée et se propage dans la FO. Afin de protéger l'instrumentation Brillouin de cette luminescence, les mesures sont réalisées en post-mortem.

2. Conditionnement des fibres optiques pour mesures en ligne

Nous avons vu dans la section précédente que l'exposition au rayonnement UV des fibres optiques sollicite une préparation spécifique (suppression du revêtement primaire, système de déplacement de la fibre devant le faisceau UV). Dans cette section sera présenté le conditionnement nécessaire à adopter pour les FO au cours des essais durant les irradiations par rayonnement gamma.

Nous avons utilisé deux types de bobinage afin d'évaluer la réponse des FO en terme d'atténuation (type 1 : bobinage libre) et de variation de v_B à la déformation (type 2 : bobinage tendu) sous irradiation gamma à différentes doses (voir Figure I-10).



Figure I-12. Illustration d'une bobine libre et d'une bobine tendue utilisées pendant les campagnes d'irradiation

3. Bobinage libre

Le bobinage libre de la fibre optique est réalisé selon une tension fixe sur un support rétractable qui est enlevé à la fin du processus d'enroulement de la fibre optique. Le diamètre de bobinage utilisé dépend du volume disponible dans la source d'irradiation. Ce bobinage libre a permis l'irradiation d'un important lot de fibres en inerte pour des études post-mortem. Ce conditionnement de l'échantillon a également permis d'étudier pendant l'irradiation gamma les pertes linéiques induites à l'aide d'un système d'interrogation adapté. La liaison entre les échantillons et les instruments de mesure s'effectue par des fibres standards monomodes adaptées connectorisées en FC/PC.

a) Bobinage tendu

Afin d'étudier l'influence des radiations sur variation de la fréquence Brillouin et sa sensibilité à la déformation de la fibre, un conditionnement particulier sur un support a été défini. De manière générale, la fibre optique est bobinée selon une tension faible (~20g) et constante sur un toron en polymère pour faciliter son stockage et son utilisation. Dans le cadre de notre étude, nous avons appliqué un profil de contrainte le

long de la fibre optique à l'aide de masses connues durant son bobinage monocouche. Ce support est en quartz avec un coefficient d'expansion thermique très faible (0.33) et proche de celui de la FO. De plus il présente une bonne tenue mécanique dans ces conditions d'irradiation. Le profil de contrainte est illustré dans la Figure I-11(c). Durant le bobinage, le tronçonnage a été défini à 245µm afin d'éviter le chevauchement entre les spires. La première section de fibre ainsi que la dernière (aux deux extrémités du tube) sont bobinées sur un scotch double-face pour maintenir les contraintes mécaniques appliquées de manières permanentes (voir Figure I-11(c)).

Une longueur d'environ 1 mètre est laissée libre (non enroulée sur la bobine) à chaque extrémité de la FO pour assurer la liaison avec l'instrument de mesures Brillouin par des connecteurs de type FC/APC.

La configuration de bobinage est présentée dans le Tableau I-1 en fonction des sources d'irradiations gamma utilisées.



(a) Exemple d'application de différentes tensions le long d'un fibre optique



(b) Trace Brillouin résultante d'un bobinage tendu

(c) Fibre bobinée à différentes tensions sur un tube en quartz

Figure I-13. Réalisation d'une bobine de fibre soumise à plusieurs contraintes mécaniques

Tableau I-2. Longueur de totale de fibre et palier en fonction du type de bobinage considéré et des sources d'irradiation

Source d'irradiation	Bobine Tendue			Bobine Libre	
Source a madiation	Longueur	Longueur to-	Diamètre du	Longueur de	Diamètre de
	de fibre par	tale de la fibre	tube	fibre	bobinage
	palier				
CEA-Bruyère-le-Châtel	20 m	300 m	9 cm	200 –>400 m	9 cm
IRMA (CEA-Saclay)	15 m	80 m	4 et 6 cm	50 –> 100 m	4 et 6 cm
Brigitte (SCK-CEN)	-	-	-	20 m	6 cm
Brigitte (SCK-CEN)	12 m	72 m	15 et 11 cm	50 m	16 cm

4. Source d'irradiation gamma du centre CEA de Bruyère-le-Châtel

Les premiers essais d'exposition de nos échantillons fibrés à un rayonnement gamma ont été réalisés au sein du centre du CEA de Bruyère-le-Châtel. L'objectif de cette première campagne d'irradiation était de valider le système de mesure développé à cette occasion par le CEA ANDRA/LabHC afin de suivre en ligne les effets des irradiations sur la réponse du capteur à fibre optique par diffusion Brillouin.

Le CEA dispose d'une source de rayonnement Cobalt 60 (⁶⁰Co) avec des photons gamma d'énergie autour de 1.2MeV à la température ambiante. Les débits de dose accessibles sont dépendants de la distance des échantillons à la source comme l'illustre la Figure I-11. En effet, le débit dose diminue en fonction de la distance 1/d² Dans le cas des échantillons utilisés, le débit de dose varie entre 1 Gy/h à 80 cm de la source et à 0.1 Gy/h à 2 mètres de la source. Les bobines dites « libres » sont placés à au plus proche de la source. Les bobines tendues sont exposées donc plusieurs débits de doses



Figure I-14. Evolution du débit de dose en fonction de la distance d'un échantillon à la source.

différents. L'impact du débit de dose sur la fréquence Brillouin associée à chaque échantillon peut être analysée au regard de la configuration pyramidale du bobinage adopté.

Le débit de dose atteint durant cette première campagne fut de 10Gy(SiO₂)/h. Le débit de dose atteint durant cette campagne est représentatif de la valeur estimée dans les alvéoles de stockage HA-VL après leur fermeture.

L'installation de Bruyère-le-Châtel présente l'avantage de disposer d'un volume très important pour la disposition des échantillons d'une part de celle des instruments de mesures de l'autre. Un système autonome d'acquisition de la température avait été mis en place non loin de la zone d'expérimentation. Dans le but de caractériser les pertes induites de différentes fibres optiques et de surveiller l'évolution du décalage en fréquence Brillouin et de sa dépendance à la déformation C_{ε} , nous avons mis en place le montage expérimental.

5. Source d'irradiation IRMA

La source d'irradiation que nous allons présenter ci-dessous a été utilisée lors de la deuxième campagne d'irradiation. Elle nous a permis d'atteindre une dose totale maximale d'environ 90kGy et d'éprouver la résistance du capteur Brillouin en fonction de la fibre optique utilisée. L'organisation de cette campagne fut réalisée en prévision des nombreuses restrictions (accès+volume) rencontré dans le cadre de la dernière campagne en Belgique au SCK-CEN avec la source Brigitte qui sera présentée dans la partie suivante.

L'Institut de radioprotection et de sureté nucléaire (IRSN) situé au CEA-Saclay dispose d'une cellule d'irradiation panoramique au cobalt 60 dénommée IRMA permettant l'étude des mécanismes d'interaction rayonnement/matière et plus particulièrement de la réponse et de la dégradation des matériaux sous rayonnement gamma.

Figure I-15. Opérateur télémanipulant les crayons de cobalt à travers une fenêtre une épaisse fenêtre en plexiglass sur la salle d'irradiation. (b) Vue sur le positionnement des crayons par rapport aux échantillons.



L'irradiateur est situé dans une salle blindée motorisée permettant une exposition panoramique au rayonnement gamma dans des configurations géométriques très variés grâce à son important volume interne (24m³).

L'irradiateur auquel nous avons eu accès était sous forme de 2 sources scellées type "crayons" de cobalt 60 qui sont télémanipulées de l'extérieur par un opérateur et placées sur des portecrayons pour l'irradiation panoramique. Les porte-crayons sont sur une paillasse métallique où les différents échantillons peuvent être disposés (voir Figure I-11).

La dosimétrie est estimée finement quelques jours avant toutes expériences. Le marquage réalisé sur la paillasse permet aux expérimentateurs de disposer les échantillons en fonction du débit de dose et de la dose totale souhaitée.

Le débit de dose atteint a été estimé à environ 1kGy/h (avec une précision de 10%). Des bretelles de déport



Figure I-16. Montage expérimental utilisé pour le suivi de l'évolution des pertes linéiques, de v_B et de la sensibilité à la déformation de C ε avec la source IRMA

monomodes de 30 m de long ont été utilisées pour relier les échantillons aux instruments de mesures.

La température est surveillée durant l'irradiation par un réseau de thermocouples (contrôlé avec Labview) placés sur chaque échantillon. Le montage expérimental est illustré sur la Figure I-11.

Evolution de la température en cours d'irradiation

Avant de présenter l'influence des radiations sur la position de la fréquence Brillouin dans les différents échantillons testés, il est important de relever l'évolution de la température au cours de l'expérience. Cette étape permet de décorréler les modifications de la position de la fréquence Brillouin induites par les radiations de celles provoquées par les changements de la température via l'équation : $v_B (D, T 0) = v_B (T 0) + \Delta v_B (D)$. La Figure I-12 illustre l'évolution de la température relevée par des thermocouples placés sur les échantillons. La température diminue en raison de l'extinction des 4 spots lumineux de l'irradiateur.



Figure I-17. Evolution de la température durant la campagne d'irradiation avec la source IRMA

La température pendant les irradiations est d'environ $24.3^{\circ}C$. La variation de la température de $\pm 0.25^{\circ}C$ est reliée au cycle journalier. En fin d'irradiation les spots lumineux sont allumés d'où une augmentation de la température.

Ces données seront utilisées pour corriger la valeur de fréquence Brillouin mesurée le long des fibres optiques au cours des irradiations.

6. Source d'irradiation Brigitte

Afin d'atteindre des niveaux de doses représentatifs de celles mise en jeu pour l'application, soit 8MGy, nous avons utilisé la source BRIGITTE (Big Radius Installation under Gamma Irradiation for Tailoring and Testing Experiments) du SCK-CEN à Mol (Belgique). En effet cette source d'irradiation est située dans une piscine située à

proximité de celle du réacteur principal BR2. Elle présente deux positions préférentielles où il est possible de disposer les échantillons pour les irradier. Nous avons utilisé la position B qui permet d'obtenir le débit de dose maximal de 25kGy/h avec une source de ⁶⁰Co.

En fonction du débit de dose et de la dose visés, il est possible d'utiliser différentes positions dans la structure d'accueil des échantillons (voir Figure I-12). Plusieurs thermocouples de type K (résistants sous radiation gamma [Van Nieuwenhove 04]) sont disposés en fonction des paliers exploités lors d'une expérience. La température est ainsi suivie tout au long de l'expérience par l'instrumentation mise à disposition par le laboratoire d'accueil. En fonction du débit de dose considéré la température varie entre 30°C et 55°C. La dose déposée est estimée par des dosimètres de type « Red Perspex ». Ces dosimètres sont fabriqués à partir d'un matériau sensible aux radiations : le PolyMethylMethAcrylate (PMMA) coloré. Des morceaux de ce matériau sont scellés hermétiquement et individuellement dans des sachets stratifiés.

Lorsque ce matériau est irradié, son absorption change fortement. Après l'irradiation et à l'aide d'un spectromètre, on mesure sa densité optique qui est fonction de la dose de radiation absorbée. Ce type de dosimètre peut mesurer une dose totale avec une précision de 10% [Fernandez 05]. Un lot d'échantillons a été irradié jusqu'à 10 MGy pour



Figure I-18. Disposition des échantillons sur les paliers en fonction du débit de dose visé particulier durant l'irradiation. Les performances de ces échantillons (en termes de RIA et RIBS)

y réaliser des mesures en post-mortem.

La dernière campagne d'irradiation a permis de suivre l'évolution de la RIA et RIBS pendant l'irradiation jusqu'à10 MGy. Chacun des échantillons de fibres optiques est connecté à une ou deux bretelles de déport en fonction de l'instrument de mesure associé. Les bretelles de déport sont des câbles de fibres optiques monomodes résistantes aux radiations. Ils permettent de véhiculer le signal transmis par les échantillons en dehors de la piscine, dans la zone d'instrumentation protégée des radiations.

III. Comportement de fibres optiques soumises à un rayonnement UV

Nous avons évalué l'effet du rayonnement UV sur la fréquence Brillouin à partir de la mise en place simple et accessible d'une plate-forme d'insolation qui a été adaptée à notre étude (description dans la Partie II). Cette étude permet d'évaluer la variation de $v_{\mu}C_{T}$ des fibres optiques disponibles à l'insolation aux UV.



Figure I-1. Influence des insolations UV sur le spectre Brillouin (a) et la trace Brillouin le long de la fibre optique CMS (b) [Pheron 11]

La Figure I-1 illustre l'influence de l'insolation à 244 nm (une puissance laser 70 mW) sur le spectre Brillouin du pic principal de la fibre CMS (dopée en cœur avec 28%wt). Dans ces conditions d'irradiation, le spectre Brillouin, associé à un point dans la zone où la fibre optique fut insolée, est décalé vers les hautes fréquences. La variation de la fréquence Brillouin est d'environ 20 MHz par rapport à la zone vierge. En considérant, les coefficients C_T=0.72MHz/°C et C_e=0.035 MHz/µ_E déterminés dans cette fibre optique, ce décalage de v_B pourrait être assimilé à une élévation de la température de le l'ordre de 28°C ou une traction de 570 µ_E.

66



Figure I-2. Spectre Brillouin de la fibre optique SMF28 vierge (rouge) et insolée à 70 mW (noir)

Lorsqu'une fibre optique photosensible est soumise à un rayonnement UV l'indice de réfraction de la fibre est modifié de manière permanente [Hill 93b]. L'ampleur de la variation de l'indice de réfraction obtenue dépend de différents facteurs tels que les conditions d'insolation (longueur d'onde, intensité ...), de la composition de la fibre optique ainsi que des traitements réalisés. Une variation de l'indice de réfraction est observée pour les fibres optiques dopées au Germanium ayant été insolées sous UV. De ce fait, on peut s'attendre à une modification de leur fréquence Brillouin [Heiman 79].

Nous avons également évalué l'influence de l'insolation UV sur d'autres fibres optiques telles que la SMF28 (voir Figure I-2). Aucune modification de la position de la fréquence Brillouin n'a pu être détectée dans nos conditions expérimentales. Cette différence de comportement d'une fibre à une autre est attribuée à la différence de leur photosensibilité [Hill 93a]. En effet la photosensibilité de la SMF28 est beaucoup moins importante que celle de la CMS fortement dopée au Germanium.

La Figure I-3 illustre la variation de v_B en fonction de la puissance laser utilisée dans la fibre CMS. Le décalage de la fréquence Brillouin vers les hautes fréquences en fonction de la puissance laser semble évoluer selon une loi de puissance de forme y=ax^b dont les paramètres d'ajustement sont a= 5.43 et b=0.41. Après une insolation à la puissance laser de 100 mW, on observe que le décalage de la fréquence Brillouin peut atteindre près de 30 MHz.

Cette étude permet de mettre en valeur rapidement que dans le cadre de Cigéo, il n'est pas envisageable d'utiliser la fibre CMS pour le suivi de déformation ou de température car les radiations induisent déjà une erreur à la lecture de la mesurande très importante pour les forts niveaux d'insolation : 41°C et 860 $\mu\epsilon$.



Figure I-3. Variation de v_B en fonction de la puissance laser UV pour la fibre optique CMS

Ce décalage en fréquence Brillouin est également relevé pour les pics secondaires constituant le spectre de diffusion Brillouin spontanée mesurée avec le banc de l'ENST (voir Figure I-4). Les pics secondaires de cette fibre sont la résultante du couplage avec différentes mode acoustiques avec le mode optique.

Aucune tendance claire de l'évolution de la largeur à mi-hauteur n'a pu être mise en évidence avec les instruments de mesure que nous avons utilisés car l'erreur de 3MHz sur la mesure, était trop élevée. Les deux autres pics observables sur le spectre Brillouin (mesuré en collaboration avec l'ENST et le système développé par V. Lanticq [Lanticq 09]) sont attribuées à la présence d'une fibre SMF28 et une autre G652 soudées sur la ligne de mesure.



Figure I-4. Spectre Brillouin de la fibre optique CMS vierge (en bleu) et insolée avec une puissance laser de 100 mW (rose)

Les modifications subies par la fréquence Brillouin sont révélatrices de changements structuraux de la fibre optique et de changement de l'indice de réfraction. Les modifications de l'indice de réfraction peuvent être détectées par mesure de champ proche mais le diamètre du cœur de la fibre optique étant très petit l'erreur sur cette mesure est d'environ $1x10^{-3}$.

En faisant l'hypothèse que la vitesse acoustique reste inchangée par l'irradiation on peut en déduire la variation de l'indice de réfraction. Après une insolation avec la puissance laser de 100 mW, la variation de l'indice est calculée à 4. 10⁻³ considérant la vitesse acoustique égale à 4850 m/s [Yeniay 02]. La mesure de l'indice de réfraction peut indiquer l'importance du paramètre n dans la variation de la fréquence Brillouin induite par insolation UV. Ces mesures ont été réalisées à plusieurs reprises par notre partenaire industriel iXfiber sur les échantillons CMS. Les résultats obtenus sont inexploitables au regard de l'incohérence des changements d'indice qui sont largement indépendants de la puissance laser utilisé. Cela montre que malgré une forte variation de l'ordre de quelque 10-3 de l'indice de réfraction induit par les insolations, le système de mesure n'est pas adapté pour caractériser une fibre optique de diamètre 2.8µm avec une bonne répétabilité.

Il est connu que l'irradiation induit des contraintes supplémentaires dans la fibre optique [Belhadj 08]. L'intégration de ces contraintes supplémentaires dans un modèle permet de calculer le spectre Brillouin d'une fibre [Sikali-Mamdem 12] n'est pas suffisant pour expliquer la variation de la fréquence Brillouin en fonction de la puissance laser.

Le décalage en fréquence Brillouin vers les hautes fréquences peut être le résultat de différents processus induits par le rayonnement UV. La variation de l'indice de réfraction peut être générée par des défauts absorbants [Hand 90, Alessi 09b], un réarrangement structurel ayant des effets sur la densité [Dianov 97, Primak 68, Takahashi 02], sur la polarisabilité électronique [Kakiuchida 07, Tan 97], sur le stress [Belhadj 08] et d'autres propriétés mécaniques du matériau. Par exemple, la vitesse acoustique longitudinale augmente avec l'augmentation de la température fictive [Parc 06].

Une étude microscopique sera reportée dans le but d'apporter des éléments complémentaires qui peuvent expliquer la variation de la fréquence Brillouin (voir 70).

1. Influence des rayonnements UV sur la sensibilité à la température de *v*_B

Dans la section précédente, nous avons montré que des insolations UV d'une fibre optique fortement dopée au Germanium induisent des modifications significatives sur l'ensemble du spectre Brillouin. Afin de vérifier les performances de senseur de température, nous avons évalué la sensibilité à la température de la fréquence Brillouin du pic principal de la fibre optique après insolation aux UV à différentes puissances laser. La méthodologie associée à ces mesures est décrite dans le chapitre II. La Figure I-5 montre l'évolution de la fréquence Brillouin dans la fibre optique CMS insolée à différentes puissances laser à plusieurs paliers de température. Premièrement, la variation linéaire de v_B avec la température est conservée dans tous les échantillons insolés. Les données obtenues montrent que la variation de la fréquence Brillouin induite par les insolations qui démontre que le coefficient de température de v_B varie faiblement entre 0.72 et 0.68 MHz/°C. Malgré le fait que l'on distingue une tendance vers une diminution de la valeur du coefficient à la

température de v_B en fonction de la puissance laser utilisée pour insoler la fibre optique, cette tendance est à relativiser avec l'erreur de +/- 0.01 MHz/°C sur la valeur de C_T déterminée en fonction des mesures effectuées.

En résumé, la mesure de la variation de la température peut être réalisée sur des échantillons fortement dopés au Germanium avec une erreur de de l'ordre de 2-3 % à condition de corriger le décalage en fréquence Brillouin du fait des insolations UV à partir d'une courbe d'étalonnage comme celle donnée par la Figure I-3.



Figure I-5 Evolution de la fréquence Brillouin en fonction de la température dans la fibre optique CMS insolée à différentes puissance laser (même vitesse de déplacement devant le faisceau UV).

2. Génération et conversion de défauts ponctuels dans la fibre CMS après insolation UV

Les fibres optiques dopées au Germanium sont connues pour leur photosensibilité face à l'exposition aux UV. Ce phénomène est étudié depuis plusieurs années pour diverses applications telles que les filtres. Cette propriété est reliée à la génération/conversion de défauts ponctuels et des modifications de structure sous-jacentes.

La sensibilité aux radiations de la silice dopée au germanium est liée à la présence de défauts ponctuels déficients en oxygène comme les GLPC (présentés dans la partie II). Ces irradiations peuvent induire la génération de défauts paramagnétiques tels que Ge(1), Ge(2) et GeE'. L'évolution de ces défauts dans la fibre optique sera présentée cidessous.

En plus de ces études sur les défauts ponctuels, des investigations par spectroscopie Raman ont été réalisées en vue de caractériser d'éventuelles modifications structurales dans le coeur de la fibre optique suite aux expositions UV.

La Figure I-6 (a) présente l'évolution de la bande de photoluminescence centrée à 3.2 eV associée aux GLPC (excités à la longueur d'onde de 325 nm) en fonction de la puissance laser UV utilisée. L'amplitude de la bande de luminescence des GLPC décroît graduellement avec l'augmentation de la puissance laser. Cette décroissance

est non linéaire en fonction de la puissance utilisée. Dans la Figure I-6, le point à 0 mW représente l'amplitude de la luminescence des GLPC avant l'exposition aux UV de la fibre optique. En comparant cette valeur avec celles mesurées après différentes fluences, une diminution maximale de 73% de cette valeur est observée.

Nous rappelons que diverses études [Alessi 09a] ont montré l'importance des GLPC pour la propriété de photosensibilité des fibres optiques dopées au Germanium car ils sont donneurs d'électrons ou sont impliqués dans la modification structurelle de la matrice vitreuse dopée. L'exposition au rayonnement UV induit des défauts paramagnétiques comme illustré dans la Figure I-7 avec GeE' et Ge(1).



Figure I-6. Evolution de l'amplitude de la bande d'émission associée aux dans la fibre CMS GLPC (a) mesurée avec la luminescence par microscopie confocale sur une section transverse de la fibre optique fortement dopée au Germanium (CMS) en fonction de la puissance laser UV (b),(c)

Par ailleurs, après les insolations on peut noter une augmentation du signal RPE du défaut paramagnétique SiE'. Le signal de ce défaut était présent avant les insolations et augmente sub linéairement avec la puissance laser considérée. Par la suite, nous ne commenterons plus ce défaut SiE' qui doit être préférentiellement induit dans la gaine optique qui est de la silice pure. Il est important de relever que les mesures RPE et de luminescence n'ont pas permis la détection d'autres types de défauts ponctuels tels que les GeNBOHC.

La Figure I-8 illustre la dépendance de la concentration de Ge(1) et de GeE' en fonction de la puissance laser. On peut noter qu'avant les insolations, aucun de ces deux défauts n'est observé. Après insolation, leurs concentrations augmentent selon des dépendances sub linéaires par rapport à la puissance laser. Il est important de noter que les concentrations ont été calculées en considérant que les défauts sont localisés dans
une zone délimitée par un rayon de $\sim 0.8 \mu m$ autour du centre du coeur. Nous avons remarqué que ce choix peut affecter la valeur absolue de la concentration mais qu'il n'a pas d'influence sur la dépendance par rapport à la puissance laser.



Figure I-8. Spectre RPE mesuré après une exposition aux UV avec 15 et 100 mW dans la FO CMS



Figure I-7. Concentration des défauts GeE' et Ge(1) estimée en fonction de la puissance laser par les mesures RPE dans la FO CMS

3. Origines des modifications structurales mise en évidence après insolations UV



Figure I-9. Spectre Raman des échantillons de FO CMS en fonction de la puissance laser utilisée

Nous avons d'ores et déjà mis en avant dans la section précédente que la variation de la fréquence Brillouin dépend de la puissance laser pour la FO CMS illustrés par les changements observés dans la Figure I-3.

La Figure I-9 présente le spectre de diffusion Raman du centre du coeur des fibres optiques insolées à différentes puissances UV.

Pour obtenir une comparaison directe entre les spectres de diffusion Raman, l'ensemble de ces spectres a été réalisé dans les mêmes conditions expérimentales et normalisée à 420 cm⁻¹ qui, en accord avec travaux d'Henderson [Henderson 09], est la bande Raman associée avec la vibration de l'oxygène pontant dans le Germanium pur (GeO₂). Le spectre obtenu est en accord avec les travaux [Henderson 09] sur les verres germanosilicates (différant par leur concentration de Germanium).

En fait, dans le spectre présenté à ~ 435 cm⁻¹ on observe l'intense activité

Raman originaire de la vibration de l'oxygène de pontage dans les anneaux de la silice pure (445 cm⁻¹ [Henderson 09, Galeener 83]) et du Germanium pur (420 cm⁻¹ [Henderson 09]), également pour les autres bandes, ayant une amplitude plus faibles, typiquement observées dans ces verres [Henderson 09]. Parmi l'ensemble des bandes présentes dans le spectre Raman, on rappelle que celles centrées à 680, 1000 et 1100 cm⁻¹ sont associées aux modes vibrationnels de la liaison Ge-O-Si [Henderson 09].

En comparant le spectre Raman avant et après l'exposition aux UV avec les puissances laser de 60 mW et 100 mW, on observe une augmentation de l'amplitude Raman dans

la bande spectrale de \sim 550 cm⁻¹ à 660 cm⁻¹ alors que l'on n'observe pas de modifications avec les autres puissances laser utilisées.

L'augmentation du signal observée aux alentours de 580 cm⁻¹ ainsi que la diminution de l'amplitude du signal Raman sont en accord avec les données reportées par Dianov [Dianov 97], à la différence que les résultats obtenus dans notre cas montrent que la variation du signal Raman à 580 cm⁻¹ est significativement plus faible et que nous n'avons pas observé de décalage de la bande Raman principale (centrée à 435 cm⁻¹) ou bien une diminution du signal Raman aux alentours de 670 cm⁻¹.

4. Discussion



Figure I-10. Différence entre le spectre Raman sans l'insolation aux UV et le spectre Raman après une insolation UV dans une fibre optique en utilisant des puissances laser de 60 mW et 100 mW

Le spectre Raman de la Figure I-9 indique que l'intensité Raman dans le coeur de la fibre n'est pas ou très peu modifiée jusqu'à des puissances laser de 30 mW. Pour des puissances laser plus importantes nous observons une faible variation dans la gamme spectrale de 550 à 670 cm⁻¹. Dans la Figure I-10, la différence entre le spectre Raman obtenu en soustrayant le spectre Raman avant insolation au spectre Raman enregistré après une insolation aux UV et cela pour deux puissances laser de 60 mW et 100 mW. Les variations observées sont localisées dans la gamme spectrale de la bande D2 de la silice pure, des bandes TO et LO du Germanium pur et partiellement de la même région que la bande D2 du Germanium pur. Il est intéressant de noter que la bande D2 dans ces deux types de verres purs, avant une structure similaire, est associée à la vibration de l'oxygène dans des anneaux à trois membres. En considérant une telle attribution et nos données, nous pouvons suggérer une augmentation des anneaux à trois membres. Habituellement l'augmentation de ce type de structure est associée à une augmentation de la température fictive [Geissberger 83] et de la densité [Dianov 97, Primak 68, Takahashi 02], qui devrait conduire à un décalage vers le bleu de la bande Raman centrée à 435 cm⁻¹ comme reporté dans [Dianov 97].

Dans notre cas, l'absence de modification de la bande à 435 cm⁻¹ peut être expliquée par le fait que l'augmentation du nombre d'anneaux à trois membres (threefold rings) est trop petite pour affecter de manière significative la bande principale, mais semble suffisante pour être détectée dans la gamme spectrale de nos bandes Raman. Cette considération est corroborée par le fait que [Dianov 97] a observé à 580 cm^{-1} des modifications de l'amplitude Raman beaucoup plus importantes que celles mesurées dans nos échantillons.

Dans ce scénario compliqué, nos données indiquent une relation linéaire entre le décalage en fréquence Brillouin (propriétés macroscopiques) et les défauts ponctuels (propriétés microscopiques) comme illustrée dans la MMMMMMMM pour la concentration de GeE' (une relation similaire mais pas égale est également obtenue en utilisant la somme Ge(1)+GeE').

Les données de la figure Figure I-11 ne signifient pas nécessairement que les modifications de la fréquence Brillouin sont dues uniquement aux variations de

l'indice de réfraction associées aux bandes d'absorption du défaut paramagnétique GeE'. En fait, de précédentes études ont montré que les défauts ponctuels générés/transformés et les processus de réarrangement du réseau sont liés entre eux [Geissberger 83, Kakiuchida 07].



Figure I-11. Investigation du décalage en fréquence Brillouin en fonction de la concentration du défaut paramagnétique GeE'

La corrélation entre la Figure I-10 et Figure I-11 peut indiquer que pour les puissances laser exploitées le réarrangement de la matrice vitreuse a lieu principalement à cause de la génération des défauts. La concentration de ces défauts générés est dépendante de la puissance laser selon une loi sub linéaire. On peut proposer que le processus à deux photons ne soit pas le canal principal dans la génération des défauts étudiés.

On observe que dans notre cas, pour les puissances laser utilisées, le contrôle de la génération des défauts peut donner lieu à un puissant moyen de contrôle sur le décalage en fréquence Brillouin induit par les insolations UV. Ce contrôle peut être possible par une régulation de l'insuffisance d'oxygène (absence d'atomes d'oxygène dans la matrice) sachant que les défauts GeE' peuvent être générés par ionisation de

 \equiv Ge - Ge/Si \equiv (avec un électron piégé par un atome de Ge pour former un Ge(1))

ou par les GLPC comme suggéré dans [Takahashi 02]. La grande importance de la génération des défauts GeE' sur le réarrangement après la destruction des GLPC absorbants à 240 nm a été montrée par Sulimov [Sulimov 96] par simulation.

5. Résumé

Dans ce chapitre, nous avons pu évaluer l'influence de l'insolation UV à différentes puissances laser UV sur la diffusion Brillouin de fibres optiques dopées au Germanium. Afin d'apporter une vision microscopique des effets induits par une insolation UV sur les fibres optiques étudiées des mesures spectroscopiques post-insolation ont été réalisées. Les résultats ont révélé une dépendance de la position de la fréquence Brillouin de la fibre fortement dopée au germanium à la puissance laser de l'insolation UV utilisée. Cette modification de la fréquence Brillouin induite par l'insolation UV peut être un outil puissant et intéressant réduire le nombre d'échantillons à exposer aux rayonnements Gamma de la fibre optique. Des mesures Raman permettent également, à moindre mesure, de mettre en avant des modifications structurelles de la fibre CMS. Les défauts générés en UV sont les mêmes que ceux que l'on retrouve après une irradiation gamma comme Girard [Girard 05] l'a montré. Parmi les centres colorés identifiés lors de nos mesures (GLPC, Ge(1), GeE', SiE'), les centres GeE' et SiE' qui présentent un comportement linéaire avec le décalage en fréquence Brillouin induit dans la fibre optique fortement dopée au Germanium après insolation UV. Cela indique qu'une régulation de l'insuffisance d'oxygène dans la matrice vitreuse peut permettre de contrôler le décalage de la fréquence Brillouin induit par l'insolation UV.

IV. Sensibilité du capteur à fibre optique par diffusion Brillouin stimulée soumis au rayonnement Gamma continu

Dans cette section, nous avons évalué l'influence des radiations γ continue sur la tenue des capteurs à fibre optique par diffusion Brillouin. L'atténuation induite par radiations (RIA) a fait l'objet de nombreuses publications couvrant d'assez larges intervalles de doses et de débit de dose. Par contre, l'évolution des performances d'un capteur basé sur le phénomène de diffusion Brillouin dans la fibre optique n'a pas été étudiée. Le travail présenté ci-après vise à combler ce manque. Les niveaux de doses et les débits de dose considérés dans le cadre de nos expériences, se rapprochent essentiellement des applications du nucléaire civil [Friebele 85, Girard 03, Girard 04].

L'approche progressive utilisée, en terme de conditions d'irradiation, a permis de définir une chaîne de mesure composée de moyens d'interrogation et de traitement du signal pour identifier les fibres optiques présentant un potentiel en accord avec l'application Cigéo. Nous avons défini un grand panel d'échantillons de fibres germanosilicates et fluorées afin d'évaluer les importances relatives des différents paramètres d'élaboration. Les données issues de la littérature dans le domaine civil montrent que la composition de la fibre intervient principalement dans la cinétique des pertes linéiques induites par les radiations [Girard 03]. Nous avons évalué dans le cas du capteur Brillouin les principaux paramètres qui contrôlent leur réponse sous irradiation.

Cette partie permet de répondre à l'objectif principal de la thèse à savoir l'étude du comportement du capteur à fibre optique par diffusion Brillouin sous rayonnement Gamma. Elle est scindée en deux parties. Le premier chapitre est constitué des données obtenues avec des doses totales faibles mais qui ont permis la mise en place d'une chaîne de mesures robuste. La seconde partie se base sur les acquis de la première pour ajuster la préparation des échantillons et leur choix. L'importance de la réalisation de mesures en ligne par rapport à des mesures post-mortem est également évaluée. L'influence des conditions d'irradiation sur le coefficient C $_{Tet}$ C $_{\varepsilon}$ des fibres optiques seront évoquée.

A. Comportement du capteur à fibre optique par diffusion Brillouin soumis à un environnement radiatif : dose totale déposée < 100kGy

Dans ce chapitre, nous présentons l'évolution des pertes induites mesurées à l'occasion de deux campagnes d'irradiation réalisées au CEA-DAM à Bruyères-le-Châtel puis au CEA-Saclay dans les locaux de l'IRSN. Ces irradiateurs qui sont détaillés dans la partie II, nous ont permis d'atteindre un débit de dose représentatif de l'application Cigéo (10Gy/h au CEA-DAM) mais à des niveaux de doses inférieurs à 100kGy (au débit de dose de 1kG/h avec la source IRMA). Ces campagnes permettent de définir les fibres optiques candidates pour une intégration dans l'application Cigéo ainsi que les paramètres intrinsèques et extrinsèques pouvant modifier la réponse du capteur à fibre optique par diffusion Brillouin pendant une irradiation gamma.

1. Sensibilité des fibres optiques en fonction des dopants

a) Mesure de la RIA pendant une irradiation jusqu'à 650 Gy

La Figure I-1 présente l'évolution des pertes linéiques induites à λ =1310, 1550 nm en fonction de la dose totale déposée dans l'ensemble des échantillons testés. Ces mesures sont issues du traitement des données obtenues avec le système d'interrogation n°2 injectant une puissance lumineuse de quelques microwatts dans les échantillons.



Figure I-1. Evolution des pertes linéiques à 1310 nm (a) et 1550 nm (b) des fibres optiques sous irradiation gamma à un débit de dose de 10Gy/h et une dose cumulée de \sim 375 Gy (pour une puissance lumineuse injectée de quelques μW).

Les fibres optiques LEAF, SMF28 et GeB présentent une réponse aux radiations classiques des fibres à coeur de silice dopées au germanium [Girard 03]. Le niveau de RIA augmente avec le niveau de dose déposée. Cette croissance est non-linéaire en partie due à la compétition entre les phénomènes de création et de guérison des défauts ponctuels à l'origine de cette dégradation. Les deux fibres optiques développées par Corning, SMF28 et LEAF présentent une sensibilité proche avec des pertes linéiques induites respectives de 3.6 et 3.9 dB/km à 1310 nm et 3.6 et 4.2 dB/km à 1550 nm pour une dose d'irradiation de 375 Gy. La fibre optique GeB

développée en collaboration avec iXfiber présente une atténuation induite par les radiations différents des autres échantillons en fonction de :

- La longueur d'onde : une meilleure résistance aux radiations est observée à 1550 nm, 1.5 dB/km, par rapport aux autres fibres germanosilicates. Au contraire à 1310 nm la réponse de GeB, 5 dB/km, est moins bonne que celle relevée sur les fibres classiques SMF28 et LEAF à la dose 375 Gy.
- La dose : avant 200 Gy la réponse de GeB à 1310 nm est meilleure que celle des fibres germanosilicates classiques étudiées.

On remarque que les pertes linéiques induites à 1310 et 1550 nm sont semblables en fonction de la dose totale reçue sur les fibres Corning tandis de la fibre GeB montre une forte dépendance de la longueur d'onde d'interrogation. Ce comportement pourrait être lié au procédé de fabrication de la préforme différent pour la production de ces deux types de fibres optiques germanosilicates : OVD¹(SMF28, LEAF) et MCVD (GeB).

Les tests sur la fibre à coeur de silice pure (Si02/F) montrent la bonne tenue de cette fibre optique aux radiations aux deux longueurs d'onde 1310 nm, 1550 nm. Les pertes linéiques de cette FO dues à l'irradiation gamma n'atteigne pas la saturation qui, au regard de la tendance observée, devrait intervenir à une dose totale déposée plus élevée.

La réponse des fibres optiques durant l'irradiation gamma continue est en accord avec les mesures que l'on retrouve dans la littérature. [Uffelen 01].

Influence du système d'interrogation : puissance injectée et λ

La réponse des fibres optiques, dans les mêmes conditions d'irradiation, fut également caractérisée par un système d'interrogation (diode laser émettant à 1310 nm) dont la puissance injectée dans la fibre optique, semblable à celle que l'on retrouve dans le système d'interrogation Brillouin, est de l'ordre du milliwatts. La Figure I-1 illustre les pertes induites par les radiations obtenues à partir d'un système d'interrogation injectant dans la fibre optique une intensité lumineuse plus importante (qques mW) que le système précédent.



80

¹ 1. Outside Vapor Deposition

Figure I-2. Evolution des pertes linéiques à 1310 nm des fibres optiques sous irradiation gamma à un débit de dose de 10Gy/h et une dose cumulée de \sim 500 Gy pour une puissance lumineuse injectée de quelques mW

En comparant la réponse des fibres optiques avec celles obtenues avec le système de mesure précédent, des modifications dans la cinétique des pertes linéiques induites peuvent être relevées. Les mesures montrent clairement, qu'il y a une influence du photoblanchiment.

Ces résultats sont en accord avec ceux de la littérature [Friebele 81, Henschel 96] qui montrent que le niveau de puissance lumineuse associé au signal utile peut influencer la réponse de la fibre optique sous irradiation. Ceci s'explique par une guérison plus efficace des défauts instables, à la température de l'expérience, en présence de fortes puissances lumineuses. La présence et l'efficacité du photoblanchiment dépendent de la fibre optique considérée, des puissances lumineuses considérées mais aussi de la longueur d'onde du signal propagé.

Il est donc délicat de prédire avec précision son influence sur la vulnérabilité d'une fibre optique pour une application donnée. En testant les fibres optiques à des puissances injectées faibles, les valeurs de pertes induites obtenues sont donc conservatrices visà-vis d'application à plus fortes puissances injectées. L'influence du photoblanchiment en fonction du type de fibre optique sur leur réponse sous irradiation est clairement montrée sur les mesures obtenues sur les échantillons à coeur germanosilicatés. En effet, l'influence du photoblanchiment est encore plus marquée pour les fibres réalisées par iXfiber que celles de Corning. Les conditions de fabrication de ces fibres semblent être un paramètre très influent sur l'efficacité du photoblanchiment.

Dans les fibres à coeur de silice pure, les mesures montrent là aussi une forte influence du photoblanchiment. Les pertes mesurées à 1310 nm après une irradiation à 400Gy (40 krad) sont deux fois moins importantes pour une puissance injectée de l'ordre de quelques mW par rapport à une puissance injectée de l'ordre du μW Figure I-2. De plus, une modification de la cinétique de croissance des pertes linéiques induites est à relever. En particulier, aux fortes puissances injectées, il devient clairement visible qu'un phénomène de saturation (équilibrage entre la création et guérison des défauts pendant l'irradiation) apparait à des doses totales déposées inférieures à celles obtenues avec le système d'interrogation injectant une puissance



lumineuse de quelques μW .

Figure I-3. Evolution des pertes induites par irradiation (débit de dose de 1 krad/h soit 10 Gy/h) à la longueur d'onde 1310 nm à température ambiante (18°C) dans la fibre Si02/F d'Ixfiber obtenus avec deux puissances lumineuses injectées différentes (μ W et mW) : du photoblanchiment

b) Mesures en ligne de la RIA pendant une irradiation jusqu'à 90kGy Influence des conditions d'étirage

Nous avons évalué la vulnérabilité des fibres optiques (GeB, SiO2/F, SMF28) exposées à un débit de dose de 1 kGy/h et une dose totale déposée allant jusqu'à 90kGy avec l'irradiateur IRMA dans les locaux de l'IRSN (CEA-Saclay).



Figure I-4. Evolution in situ de l'atténuation linéique jusqu'à 90kGy de dose totale déposée sur trois types d'échantillons. (1kGy/h @23°C)

La Figure I-3 illustre l'évolution de l'atténuation linéique des fibres optiques mesurée durant les irradiations jusqu'à une dose totale déposée d'environ 90 kGy.

Les mesures ont été réalisées via un OTDR (JDSU T-BERD6000) sur une ligne où les fibres optiques étaient soudées en série. L'intensité lumineuse injectée dans la fibre est de quelques μ W. Comme observé aux doses plus faibles, le facteur prédominant dans la réponse de fibre optique exposé au rayonnement gamma est lié au type du dopant utilisé. Ainsi la fibre dopée au fluor dans la gaine optique présente les pertes linéiques induites les plus faibles avec 7 dB/km (@1310 nm) et 10 dB/km (@1550 nm).

82

Les ruptures observées sur la réponse des fibres germanosilicate dans la Figure I-4 sont liées aux changements de la température survenus au cours de l'expérimentation. Ces fluctuations de température relatives à l'allumage/extinction des spots lumineux dans la pièce d'irradiation ont été réalisées par l'opérateur. Ces résultats montrent



Figure I-5. Evolution in situ de l'atténuation linéique jusqu'à 90 kGy de dose totale déposée dans deux fibres optiques fluorées étirées à 24g et 65g (1kGy/h @23°C)

que la température est un paramètre important à prendre en compte dans l'étude de la réponse d'une fibre dopée au germanium. Une augmentation de la température conduit à une amélioration de la réponse de la fibre optique. Le type de dopant de la fibre optique et la longueur d'onde de travail sont des paramètres déterminants dans le degré d'influence de la température sur la réponse de la FO pendant les irradiations gamma. La fibre optique dopée au Fluor présente une influence moins marquée. Ce comportement pourrait s'expliquer par une instabilité des défauts ponctuels en fonction de la température.

La réponse de deux fibres optiques à coeur de silice pure et dopée au fluor en gaine optique, issues de la même préforme mais réalisées à deux tensions de fibrage de 24g et 65g, a été caractérisée durant cette campagne d'irradiation.

L'influence des conditions de fibrage sur la réponse de la fibre optique varie en fonction de la longueur d'onde d'étude exploitée. Comparée à l'influence des dopants en coeur ou en gaine sur la vulnérabilité des fibres optiques, la tension de fibrage modifie leur vulnérabilité à 1550 ou 1310 nm. Une diminution d'environ 33% de la RIA est observée dans la fibre optique fluorée étirée à la plus faible tension (voir Figure I-3). La diminution de la tension de fibrage a un impact positif dont l'amplitude varie en fonction de la longueur d'onde.

2. Comportement de la diffusion Brillouin d'échantillons soumis au rayonnement gamma

Nous avons évalué la réponse du capteur à fibre optique par diffusion Brillouin soumis au rayonnement gamma. Les caractéristiques du capteur telles que sa durabilité et l'évolution de ses performances de sensibilités seront analysées à partir des méthodes expérimentales qui ont été définies dans la Partie II du manuscrit.

a) Sensibilité de l'amplitude du pic Brillouin

La cinétique des pertes linéiques induites par les radiations (CPLIR) est un paramètre important pour la détermination de la durée de vie du composant, d'une longueur L donnée, soumis aux radiations. Dans cette section, nous proposons d'étudier la durée de vie de notre système dans le cadre de l'analyse de la diffusion Brillouin stimulée se propageant dans celui-ci. Pour cela, nous suivrons l'évolution en fonction de la dose de l'amplitude du spectre Brillouin, centré sur le pic Brillouin le plus intense, à partir de mesures réalisées en ligne durant les campagnes d'irradiation : CEA-Bruyère-le-Châtel, CEA-Saclay.

Durant la campagne d'irradiation du CEA-Bruyère, le niveau de dose totale déposée était très faible par rapport aux doses envisagées pour le projet Cigéo. Dans ces conditions d'irradiation, l'amplitude du spectre Brillouin n'évolue pas.

La Figure I-6 illustre la sensibilité de l'amplitude du pic Brillouin en fonction de la dose totale déposée à l'issu de plusieurs séquences d'irradiation avec la source IRMA. On note deux comportements très différents en fonction de la séquence considérée. En effet, durant la campagne d'irradiation, 4 fibres optiques connectorisées en série sont reliées à l'instrument Brillouin. Parmi ces fibres on retrouve trois fibres optiques germanosilicates et une fibre dopée au fluor. La cinétique de l'amplitude du pic principal Brillouin montre que le rapport signal/bruit est fortement diminué sur la ligne optique composée de fibres dopées au germanium après une dose totale déposée d'environ 20 kGy. En effet, à cette dose les pertes optiques observées sont supérieures à 10 dB donc le budget optique de l'instrument est déjà atteint dans ces conditions expérimentales.

Le comportement de l'amplitude observée dans la ligne optique composée des fibres



Figure I-6. Sensibilité de l'amplitude du pic principal du spectre Brillouin

fluorées montre une évolution rapide pour les premières doses (jusqu'à (5-10kGy) puis progressivement il tend vers la saturation aux doses supérieures à 70 kGy. Les pertes optiques observées sur la ligne sont suffisantes pour la réalisation du spectre Brillouin associée à chacune des fibres optiques. La diminution de l'amplitude atteint un peu moins de 50% de sa valeur initiale après la dose maximale atteinte de 90 kGy.

b) Sensibilité de la fréquence Brillouin

Dépendance de la fréquence Brillouin de fibres optiques irradiées jusqu'à 500 Gy à 10 Gy/h : Résultats obtenus avec la source du centre du CEA-DAM-DIF

Nous avons évalué en ligne l'influence de la dose de radiations déposées sur la variation de la fréquence Brillouin. La Figure I-3 présente la position de la fréquence Brillouin le long des fibres optiques SMF 28 et SiO2/F avant et pendant les irradiations gamma à la dose de 400 Gy. En comparant la fréquence Brillouin le long de la fibre optique irradiée et le long de la fibre optique vierge aucune différence significative n'est relevée.



Figure I-7. Comparaison de la trace Brillouin dans les fibres optiques SMF 28 et SiO2/F mesurée avant l'exposition aux rayonnements γ et pendant l'irradiation à la dose déposée de 400 Gy

Dans ces conditions expérimentales (température stable à 18°C +/- 0.5°C), on ne remarque pas de variations de la fréquence Brillouin le long de toute la fibre indépendamment des différents paliers de tensions. Cela indique que la méthode de bobinage est suffisamment robuste dans le temps pour conserver la tension appliquée sur certaines sections de la fibre optique durant les irradiations.

En comparant la fréquence Brillouin le long de la fibre optique irradiée et le long de la fibre optique verge, aucune différence significative n'est relevée dans les résultats obtenus pour ce niveau de dose.

Ces conclusions sont valables pour l'ensemble des fibres optiques soumises à ces conditions d'irradiation. Les résultats montrent qu'à ces doses, les modifications structurales et de l'indice de réfraction sont trop faibles pour avoir une incidence détectable sur la position de la fréquence Brillouin des fibres testées.

Dépendance de la fréquence Brillouin de fibres optiques irradiées jusqu'à



Figure I-8. Trace Brillouin des fibres fluorées mesurée trois instants de l'expérience : avant, pendant (45kGy), fin de l'irradiation (90kGy, 1kGy/h @23°C)

90 kGy à 1 kGy/h : Résultats obtenus avec la source IRMA (CEA-Saclay)

La Figure I-3 illustre l'acquisition de la trace Brillouin effectuée à trois instants différents sur une ligne optique composée des trois fibres optiques dopées au fluor. La Figure I-4 montre le suivi de la fréquence Brillouin du pic principal associé à une position z=23 m dans la fibre SiO2/F. La fréquence Brillouin diminue d'environ 1.5MHz (courbe bleue) à 10 kGy avant de se stabiliser jusqu'à la fin de l'irradiation. Une importante augmentation de la fréquence Brillouin est relevée à la fin de l'irradiation. La fréquence Brillouin mesurée est corrigée en température. Nous avons utilisé le coefficient de température de la fibre fluorée qui est de 1.19 MHz/°C (mesure post mortem de C_T) pour effectuer cette correction.

Il est intéressant de noter que l'effet des radiations sur la position de la fréquence Brillouin ne peut pas être décorrélée du bruit sur la mesure. L'incertitude sur la position de la fréquence Brillouin est estimée à 0.5 MHz sur l'ensemble de l'expérience.



Figure I-9. Evolution en ligne de la fréquence Brillouin du pic principal de la fibre SiO2/F au cours des irradiations jusqu'à une dose totale déposée de 90 kGy, 1kGy/h, @23°C

c) Influence des radiations sur les coefficients de déformation et de température des fibres optiques

Influence sur C_{ϵ}

Par le biais du bobinage tendu utilisé sur les fibres optiques reliées à l'instrument de mesure Brillouin, nous avons évalué leur coefficient de déformation (C_{ϵ}) à chaque acquisition durant les irradiations. Les différentes fibres optiques utilisées ont été caractérisées tout au long de l'irradiation par ce système. La Figure I-5 illustre l'évolution de la sensibilité à la déformation de de la fibre durant les irradiations gamma.

Dans le cas des fibres optiques étudiées, nous constatons un comportement similaire



Figure I-10. Evolution de C ϵ en fonction de la dose totale déposée dans différentes fibres optiques dopées au fluor.

à celui observé par l'évolution de la fréquence Brillouin en fonction de la dose déposée. La faible variation de température (+/-0.5°C) observée sur le suivi de la fréquence Brillouin n'est pas relevée dans ce cas. Cela indique que l'ensemble des paliers de tension d'une fibre optique ont été exposées à la même température et la fréquence Brillouin associée est décalée de la même quantité. Aucun effet des radiations sur la sensibilité à la déformation n'est établi dans ces conditions expérimentales.

3. Discussions

Les résultats présentés sont issus de de campagnes d'irradiation avec deux sources ⁶⁰C ayant un débit de dose très différent. L'ajustement des résultats relatifs à l'évolution des pertes linéiques permet de prédire le comportement de la fibre optique pour des doses totales plus importantes. Pour cela, nous pouvons utiliser la fonction de puissance de type C*D^f où D représente la dose totale, C et f des constantes empiriques [Griscom 93].

La Figure I-4 montre l'influence du débit de dose sur la prédiction de l'évolution des pertes linéiques (@1310 nm) jusqu'à 10 MGy. L'utilisation de la source du CEA-DAM, qui a un débit de dose inférieur de deux ordres de grandeurs par rapport à la source IRMA, induit deux fois moins de pertes linéiques après 10 MGy. Ces résultats sont en accord avec [Ott].

4. Résumé

Dans cette section, nous avons évalué la réponse de capteur à fibre optique à effet



Figure I-11. Pertes linéiques (@1310nm) dans la fibre dopée au Fluor extrapolée jusqu'à 10 MGy à partir des données obtenus à Saclay (C= 2.08548 ; f=0.28687) et au CEA-DAM (C=0.14985 ;f= 0.29263) .

Brillouin soumis à un environnement gamma jusqu'à une dose totale déposée de 90 kGy. Les résultats obtenus montrent que les doses et le débit de dose considérés ne sont pas suffisants pour induire des modifications sur v_B et C_{ε} . Dans ces

conditions expérimentales, **le principal effet des radiations est l'augmentation des pertes linéiques sur l'ensemble des échantillons étudiés**. Le comportement de l'atténuation induite par les radiations gamma dépend du dopage de la fibre optique. La fibre SMF28 couramment utilisée, dans les applications en télécommunication et capteurs, pour ses faibles pertes linéiques (0.19 dB/km) présente une sensibilité non négligeable au rayonnement gamma. Cela limite son utilisation sur de grande longueur soumise à un environnement radiatif sévère (70 dB/km après 90kGy). La fibre la plus durcie à ces conditions expérimentales est celle qui a un coeur à base de silice pure et un dopage de 1.25% wt de Fluor dans la gaine optique. Cette fibre optique qui présente les pertes linéiques les plus importantes avant irradiation est très faiblement sensible aux rayonnements gamma (RIA inférieur à 12 dB/km après 90kGy).

Nous avons également vu que les conditions d'interrogation (puissance lumineuse injectée, longueur d'onde) pouvaient modifier la réponse de la fibre optique soumise aux radiations à cause de l'effet de photoblanchiment des défauts ponctuels et sa dépendance en longueur d'onde. Les mesures de pertes linéiques durant les irradiations avec une faible puissance lumineuse injectée permettent de dimensionner les effets induits par le futur environnement radiatif accueillant les fibres optiques.

En comparant des résultats obtenus au cours des deux campagnes d'irradiation sur les mêmes fibres optiques en utilisant une puissance lumineuse injectée dans la fibre optique (quelques mW et pour les quelques μ W) similaire, on remarque que la RIA relevée est du même ordre de grandeur. La sensibilité des fibres optiques est supérieure durant l'irradiation des fibres optiques opéré au CEA-Saclay (dose totale de 90kGy, débit de dose 1 kGy/h). Pour la dose déposée, il n'y a pas de variation de la fréquence Brillouin de l'ensemble des fibres optiques testées malgré les deux ordres de grandeur de différence des deux sources.

En conclusion de nos mesures en ligne durant les deux campagnes d'irradiation, pour des doses totales déposées jusqu'à 90 kGy, les performances du capteur à fibre optique dopée au fluor par diffusion Brillouin sont maintenues. Ces deux campagnes d'irradiation, montrent que malgré des conditions expérimentales sévères (bobinage des fibres optiques avec un faible rayon de courbure, radiations), le système de mesure mis en place permet d'évaluer les performances de différentes fibres optiques et d'identifier la fibre optique dopée au Fluor fibrée avec une tension de 24g comme une bonne candidate en vue de son utilisation pour l'application Cigéo. L'utilisation de la diffusion Brillouin dans cette fibre permet le suivi de variations de la température avec une sensibilité de $\sim 1^{\circ}C$ et de la déformation avec une sensibilité de $\sim 20 \mu m/m$.

B. Comportement du capteur à fibre optique par diffusion Brillouin soumis à un environnement radiatif : dose déposée comprise entre 100 kGy et 10 MGy

Dans la section précédente, nous avons mis en avant que les irradiations induisent des pertes linéiques importantes en fonction de la dose totale déposée et dont la cinétique

89

change en fonction du dopage de l'échantillon. Les niveaux de pertes linéiques atteints dans certaines fibres optiques peuvent être un facteur très limitant pour certaines applications où la fibre optique constitue l'élément sensible comme c'est le cas avec la mesure Brillouin.

Nous proposons dans cette partie d'étudier l'impact des irradiations à fortes doses totales déposées (jusqu'à 10MGy) et fort débit de dose (jusqu'à 28 kGy/h), réalisée au SCK-CEN, sur la réponse des échantillons au regard de la diffusion Brillouin stimulée. Le débit de dose utilisé est de trois ordre de grandeur supérieur à celui de l'application Cigéo qui est estimé à 10 Gy/h. Mais l'utilisation de ce débit de dose permet d'atteindre en moins de 3 semaines d'irradiation en continue la dose déposée de 10 MGy soit la dose cumulée de 100 ans des alvéoles de stockage de déchets radioactifs Haute-Activité vie longue. Dans une première section, l'impact de la dose sur l'amplitude du signal Brillouin sera discuté pour les échantillons exposés aux rayonnements gamma. Puis l'effet des radiations gamma sur la fréquence Brillouin (ν_B) sera présenté en fonction de la dose déposée dans différents types d'échantillons.

Les fortes doses déposées impliquées ont induit une coloration jaunâtre, des modifications de la tenue mécanique et d'adhésion à la fibre optique des revêtements en polymère. Dans la littérature, on retrouve des travaux sur l'effet des irradiations pouvant induire des changements dans les propriétés mécaniques de ce type de matériau [Clough 96]. Ces modifications peuvent être à l'origine d'une modification des contraintes résiduelles présentes dans la fibre optique (gaine optique + coeur). Nous avons aussi évalué l'influence du revêtement sur la dépendance de la fréquence Brillouin en fonction de la dose déposée.

Enfin nous évoquerons l'impact des radiations sur la génération/conversion de centres colorés responsables de modification de l'atténuation mais également d'une partie de la variation de l'indice de réfraction du matériau. Cette étude apporte des éléments de réponses concernant les paramètres à l'origine de la variation de v_B .

1. Effet des radiations sur la diffusion Brillouin dans les fibres optiques : mesures Post-Mortem

Nous avons réalisé des mesures post-mortem pour caractériser la réponse du capteur à fibre optique par diffusion Brillouin sur différents échantillons soumis jusqu'à une dose de 10 MGy. Cette première étude n'implique pas d'investissement majeur en termes de conditionnement des échantillons et de matériels. De plus cela permet d'évaluer "simplement" les fibres optiques présentant une réponse adaptée à la surveillance des alvéoles du site de stockage dans le cadre du projet Cigéo. A partir de ce retour d'expérience, un lot réduit de fibre optique dont le comportement a été suivi durant les irradiations sera présenté dans la section suivante.

a) Effets des radiations hautes doses sur les pertes linéiques

L'évolution des pertes linéiques de trois types de fibres optiques irradiées jusqu'à 10 MGy est présentée dans cette section.



Figure I-12. Evolution en post-mortem des pertes linéiques induites à 1550 nm par les radiations Gamma dans trois de fibres différentes en fonction de la dose déposée en MGy

La Figure I-3 représente la dépendance à la dose de l'atténuation induite par les radiations à 1550 nm mesuré pour trois fibres optiques. Le choix de ces fibres est lié à la concentration en Germanium que l'on retrouve dans leur coeur : forte concentration (CMS), standard (SMF 28), absence de Ge (SiO2/F). Ces niveaux de RIA ont été mesurés après l'irradiation et sont représentatifs de la partie des pertes induites qui peut être considérée comme stable à température ambiante. Les fibres présentent des réponses induites par le rayonnement gamma très différentes. La composition de la fibre optique, comme pour les expériences précédentes, influence majoritairement la sensibilité des pertes linéigues soumis aux rayonnements gamma. A 1550nm, la fibre CMS très fortement dopée au Germanium présente la plus grande sensibilité avec 400 dB/km après une dose totale déposée de 10 MGy. A la même dose, la fibre SMF 28® présente également une forte RIA d'environ 230 dB/km tandis que la RIA reste limitée dans la fibre dopée au fluor à environ 50 dB/km. Un fort phénomène de saturation après une dose totale déposée d'environ 3 MGy est à relever sur la SiO2/F par rapport aux autres types de fibres optiques. Les résultats présentés sont en accord avec ceux issus de la littérature, soit mesurés durant l'irradiation ou après [Uffelen 01].

A ces doses déposées, les résultats présentés montrent que l'atténuation induite par les radiations vont fortement diminuer la portée de la mesure à réaliser par l'instrument de mesure Brillouin utilisant la longueur d'onde 1550 nm.



Figure I-13. Evolution des pertes linéiques induites par les radiations à 1310 nm en fonction de la dose déposée dans la fibre SMF28

L'évolution des pertes linéiques est similaire à λ = 1310*nm* mais le niveau des pertes induites est beaucoup plus faible (voir Figure I-4). Les données présentées dans cette section montrent que la composition de la fibre optique n'est pas le seul élément à prendre en compte pour une bonne tenue aux radiations du capteur (la fibre + le système d'acquisition). En couplant une fibre optique dopée au fluor en gaine optique à un interrogateur Brillouin travaillant à 1310 nm, la dynamique de mesure du système est suffisante pour ausculter une longueur d'environ 165 mètres.

Malgré les importantes pertes linéiques induites par les radiations mesurées dans ces fibres, les conditions expérimentales mise en place permettent leur utilisation en tant que capteur au regard du budget optique de l'interrogateur Brillouin (10 dB pour l'instrument OZOptics). Le Tableau I-1 illustre clairement que la fibre SiO2/F dont la résistance aux radiations est la mieux adaptée pour assurer le suivi des contraintes thermomécaniques, à partir d'une mesure Brillouin déportée, d'une alvéole d'une longueur de 40 mètres pour stockage des déchets radioactifs hautes activités vie longue dans le cadre de l'application Cigéo pendant 100 ans (correspondant à une dose déposée de 10 MGy).

	Après 0,8 MGy (MA-VL)		Après 10 MGy (HA-VL)	
Type de fibre	Portée @1310 nm	Portée @1550nm	Portée @1310 nm	Portée @1550nm
SMF28	100 m	62,5 m	33 m	21,5 m
CMS	66,5 m	55 m	20 m	12,5 m
SiO2/F	500 m	300 m	165 m	100 m

Tableau I-1. Estimation de la portée de la mesure sur trois fibres optiques irradiées à la dose de 10 MGy interrogé par un système BOTDA.

b) Effets des radiations sur l'amplitude du spectre Brillouin

Dans cette section, nous allons présenter l'impact des radiations sur le signal rétrodiffusé Brillouin reçu par l'instrument de mesure pour quelques échantillons testés. La Figure I-4 présente l'impact des radiations sur le décalage du spectre Brillouin et son amplitude, à une position z donnée dans la fibre SMF28, pour différentes doses intermédiaires reçues. L'amplitude du pic principal du spectre Brillouin de la fibre SMF



Figure I-14. Evolution du pic Brillouin principal du spectre Brillouin SMF28 après une irradiation gamma continue à trois doses totales déposées distinctes

28 diminue tandis que le spectre se décale vers les hautes fréquences avec la dose. Ce comportement montre très clairement que l'utilisation de cette fibre optique couramment exploitée pour des applications standards en génie civil n'est pas adaptée pour réaliser la surveillance de moyenne et grande structure tant la portée de la mesure est réduite par les radiations.

L'amplitude du pic principal associé au spectre Brillouin de la fibre dopée au Fluor présente une bonne tenue aux radiations malgré les doses importantes mises en jeu.

c) Effet des radiations sur la diffusion Brillouin: influence du dopage

Nous avons évalué l'influence des radiations sur la position de la fréquence Brillouin de différentes fibres optiques exposées à de très fortes doses. Dans ces conditions expérimentales d'importantes modifications des propriétés de la fibre peuvent être générées comme illustrées dans la section précédente pour les pertes



Figure I-15. Variation de la fréquence Brillouin en fonction de la dose déposée pour différentes fibres optiques

linéiques induites.

La Figure I-5 illustre la dépendance de la fréquence Brillouin mesurée dans quatre fibres optiques aux doses totales déposées allant jusqu'à 10 MGy. Pour toutes les fibres optiques irradiées, la fréquence Brillouin subit un décalage vers les hautes fréquences induit par les irradiations avec une cinétique d'évolution variant en fonction de l'échantillon considéré. La fibre CMS présente un décalage de la fréquence Brillouin induit par les radiations (DFBIR ou RIBS en version anglaise) de 18 MHz après une dose déposée de 10 MGy. Au même niveau de dose, la fibre optique à coeur de silice pure et dopée au fluor en gaine optique (SiO2/F) présente un décalage d'environ 2 MHz tandis que les fibres SMF28 et GeB exhibent un RIBS d'environ 5 MHz. La cinétique d'évolution du RIBS de la fibre fluorée décrit un comportement sub linéaire mis en avant par le phénomène de saturation présent dans cette fibre après une dose déposée d'environ 3 MGy. Le comportement de cette dernière fibre est particulièrement intéressant pour Cigéo car la dose maximale estimée excède largement la dose totale de saturation RIBS.

Tableau I-2. Erreur sur la mesure de $\Delta T/\varepsilon$ induite par les radiations

Type de	fibre	Erreur sur la mesure de ΔT°	Erreur sur la mesure de ϵ
optique		(°C)	
SMF 28		5.7	125
GeB		4.8	105
CMS		28	571
SiO2/F		1.8	38

L'erreur sur la mesure évolue avec la dose dans l'ensemble des fibres optiques testées (voir Tableau I-2). Elle est déterminée à partir des coefficients de C_T et C_{ϵ} des échantillons.

A ce niveau de dose, 3 MGy, l'erreur sur la mesure de contraintes thermomécaniques et les pertes linéiques saturent uniquement pour la fibre dopée au Fluor. Un pré traitement en irradiant la fibre à ce niveau de dose la rend durcie vis à vis des radiations puisque l'on fige la variation de la fréquence Brillouin jusqu'à 10 MGy. La présentation de ces résultats montre que la fréquence Brillouin de la fibre optique doit être exprimée en fonction de la dose déposée (D) :

$$v_B(D) = \frac{2 * n(D) * V_A(D)}{\lambda}$$

Mesure d'indice de réfraction

Afin d'étudier l'origine des modifications dans la fréquence Brillouin des fibres optiques nous avons évalué l'influence des radiations sur un des paramètres de dépendance de v_B : la variation d'indice de réfraction du matériau. Compte-tenu des décalages fréquentiels observés sur les fibres optiques dues aux radiations, il est possible d'estimer la variation d'indice de réfraction maximale (en fixant la vitesse acoustique) subie en fonction de la dose.

Tableau I-3. Estimation des variations maximales induites par les radiations à partir du décalage en fréquence Brillouin observé sur les fibres optiques

Fibre	Variation de l'indice de réfraction induite à la dose 10		
GeB	7x10 ⁻⁴		
SMF28	7.2x10⁻		
CMS	2.3x10 ⁻		
SiO2F	2.6x10⁻		

En complément, des mesures de l'indice de réfraction par champ proche ont été réalisées sur les fibres optiques avec une résolution spatiale de 1 nm et une précision sur la mesure de 10^{-4} sur les échantillons présentant un diamètre de coeur suffisant (SMF28, GeB, SiO2/F). La précision diminue fortement sur la fibre CMS à environ 10^{-3} .

La Figure I-16 illustre l'indice de réfraction mesurée sur le diamètre de la fibre optique pour l'ensemble des fibres optiques irradiées. Les fibres GeB, SMF28 et SiO2/F ne présentent pas, en considérant la précision de la mesure, de variations ou de tendance de l'indice de réfraction dans le coeur ou la gaine optique en fonction de la dose totale déposée. Pour la fibre CMS, d'importantes variations de l'indice de réfraction jusqu'à 2x10-3 sont observées mais aucune tendance particulière n'est décrite en fonction de la dose d'irradiation.



Figure I-16. Profil d'indice de réfraction dans le coeur des fibres GeB, SiO2/F, SMF28, CMS avec un inset de l'ensemble du profil d'indice mesurée sur le long du diamètre de la fibre

En effet, l'instrument de mesure exploité n'a pas une résolution adapté par rapport au phénomène que l'on désire observer. Dans le cas de la CMS, où la variation de la fréquence Brillouin est la plus importante après 10MGy, c'est la résolution spatiale de l'instrument ainsi que la faible dimension de cœur de la fibre que ne permet pas d'exploiter les données recueillies. Ces observations montrent, comme vue dans le chapitre précédent avec le rayonnement UV, que l'indice de réfraction n'est pas l'unique paramètre qui varie.

La vitesse acoustique caractérisée notamment par la densité du matériau ainsi que les contraintes résiduelles varie en fonction de la dose d'irradiation.

Influence du revêtement

Les irradiations gamma à fortes doses entraînent une modification de l'absorption du revêtement polymère se traduisant par une coloration [Clough 96]. Cet effet peut être exploité dans des applications de dosimétrie par la corrélation du changement de couleur avec la dose totale exposée [McLaughlin 93]. Ce changement de couleur marque également un changement des propriétés mécaniques du revêtement en polymère d'où une éventuelle influence sur la diffusion Brillouin. Niklès [Niklès 97b] dans ces travaux avait estimé l'influence du revêtement primaire de type polymère d'environ 0.1 MHz sur la détermination de la fréquence Brillouin d'une fibre optique monomode. Nous proposons d'étudier expérimentalement si cette contribution supplémentaire du revêtement est modifiée avec une irradiation gamma continue. Les fibres GeA et GeB issues d'une même préforme mais possédant deux revêtements différents ont été réalisées dans cette figure. La Figure I-3 présente la variation en fonction à la dose déposée de la fréquence Brillouin de deux fibres optiques à cœurs dopées au Germanium issues d'une même préforme mais avec des revêtements différents. La fréquence Brillouin évolue pour les deux fibres de la même manière malgré les modifications importantes subies par le revêtement (voir Figure I-3) aux doses totales

> 1MGy cela n'induit pas de modifications dans le comportement de la réponse de la



Figure I-17. Variation de la fréquence Brillouin avec la dose déposée dans la fibre GeA mono revêtement et la fibre GeB avec deux revêtements

fibre optique.



Figure I-18. Influence des radiations sur la coloration du revêtement des fibres optiques en acrylate

Influence de la tension de fibrage

Nous avons aussi évalué l'influence de la tension de fibrage sur la fréquence Brillouin des échantillons exposés aux irradiations. Comme présenté dans le chapitre II, deux fibres optiques dopées au fluor dans la gaine optique et issues d'une même préforme ont été réalisées à des tensions de fibrage de 24g et 65g. La Figure I-4 montre la variation de la fréquence Brillouin en fonction de la dose déposée sur les deux échantillons ainsi que la fibre SiO2/F avec le revêtement acrylate ; les conditions d'irradiation étant les mêmes.



Figure I-19. Variation de la fréquence Brillouin dans des fibres optiques issues de préforme de même composition chimique et fibrées dans des conditions différentes

Comparée à l'influence des dopants en coeur sur la variation de la fréquence Brillouin des fibres optiques, la tension de fibrage modifie peu leur comportement. En effet, la variation de la fréquence Brillouin sature au même niveau de dose déposée (3 MGy) pour les trois échantillons. La diminution de la tension de fibrage a un impact positif mais très faible à 1550 nm.

d) Influence des radiations sur les sensibilités des fibres à la déformation C_{ϵ} et la température de C_{τ}

Compte-tenu des modifications observées sur la position de la fréquence Brillouin en fonction de la dose déposée pour l'ensemble fibres optiques, nous avons évalué l'influence des radiations la sensibilité de la fibre optique à la température et la déformation.

Ces études complètes sur la réponse du capteur sont, à l'heure d'aujourd'hui, les premières dans la littérature.

Influence des radiations sur la sensibilité C_T de la fibre



Dans la Figure I-3.a nous avons présenté une mesure typique de la variation en

Figure I-20. Variation de la fréquence Brillouin en fonction de la température pour la fibre SMF 28 irradiée à 10 MGy (a) en fonction de la dose déposée pour les différents types de fibres (b)

fonction de la température de la fréquence Brillouin d'une fibre optique irradiée à une dose déposée de 10 MGy (SMF28 dans le cas présent) disposée en sans contraintes imposées dans une étuve où la température varie par palier entre 20° et 80°C. Des mesures similaires ont été menées sur les autres types de fibres optiques irradiées afin de pouvoir en extraire le coefficient de sensibilité à la température C_T en fonction des conditions d'irradiation. Pour toutes les fibres optiques, la linéarité de la variation de v_B avec la température est conservée. A partir de ces mesures, nous avons pu réaliser la Figure I-3.b qui résume le comportement de C_T pour l'ensemble des 3 fibres optiques, vierge et irradiées à différentes doses déposées.

Les résultats obtenus à partir de ces expériences montrent une légère variation du coefficient $C_T(2\%)$ les fibres SMF28 et CMS. Cette variation est plus importante dans le cas de la fibre dopée au fluor (SiO2/F). Une diminution d'environ 6% est relevée sur le coefficient de température associé à cette fibre optique irradiée à une dose totale déposée de 10 MGy. Cette variation induit une erreur sur la détermination de la température inférieure à 3°C.

Influence des radiations sur la sensibilité C_{ε} de la fibre



Figure I-21. Variation de la fréquence Brillouin en fonction de la déformation pour la fibre SiO2/F irradiée à 10 MGy (a) en fonction de la dose déposée pour les différents types de fibres (b)

Une mesure typique de la fréquence Brillouin en fonction de la contrainte appliquée est présentée sur la Figure I-3.a pour la fibre optique dopée au fluor en gaine optique irradiée à une dose déposée de 10 MGy. La température mesurée proche des échantillons au cours de l'expérience est restée inchangée à 23° C. Le comportement linéaire de la fréquence Brillouin au regard des déformations subies est conservée pour cette fibre. Des mesures similaires ont été effectuées sur les autres fibres optiques testées et les résultats montrent que le même comportement linéaire est observé. Toutes ces mesures ont été exploitées afin d'élaborer la Figure I-3.b. Cette figure reporte l'effet des radiations sur le coefficient de déformation C_{ϵ}. Nos mesures ne montrent pas de changements significatifs pour ces coefficients avec de la dose déposée quel que soit le type de fibre considéré.

e) Mesures pré et post-irradiation : spectroscopie et indice de réfraction

Nous avons déterminé dans le chapitre précédent les réponses de différents types de fibres optiques soumis à un environnement radiatif proche de celui de l'étude. Ces essais nous ont permis de définir quelles étaient les fibres optiques les plus résistantes parmi celles testées sous irradiation. Cette caractérisation de leur tenue sous irradiation continue γ constituait le premier objectif des travaux de thèse.

Néanmoins compte tenu de la constante évolution des procédés de fabrication des fibres optiques, il est possible que leur propriétés soient modifiées au cours du temps (composition, paramètres de fabrication). Ces modifications entraîneraient une évolution de la réponse des fibres optiques pouvant être différer de celle caractérisées durant les travaux de thèse. C'est pourquoi il est important d'étudier les paramètres impactant le plus fortement la réponse de la fibre optique sous radiation par des caractérisations spectroscopiques.

Les caractérisations spectroscopiques ont été menées sur les échantillons soumis aux doses totales supérieures à 1 MGy. L'ensemble des mesures présentées a été réalisé sur les échantillons environ 10 jours après leur irradiation.

Mesure de photoluminescence

Les spectres de luminescence dans le domaine du visible sont réalisés avec l'installation ARAMIS dont la description est donnée dans la Partie II. Une longueur d'onde d'excitation de 325 nm a été utilisée à une puissance inférieure à 2 mW afin d'éviter le phénomène de photoblanchiment. A l'aide de cet instrument il est possible d'identifier la photoluminescence associée à certains défauts tels que les NBOHC (bande centrée à 650 nm) et les GLPC (centrée à 400 nm) lorsque le germanium est présent dans la fibre optique.

Le défaut GLPC est un des principaux responsables concernant les propriétés de photosensibilité d'un matériau. L'activité optique liée au GLPC varie sous une exposition aux radiations UV et contribue à une variation permanente de l'indice de réfraction de la matrice vitreuse. Donc l'étude de la variation des GLPC dans les fibres optiques peuvent être utilisée comme un moyen pour sonder la modulation de l'indice de réfraction induit par un paramètre extérieur tel que l'insolation UV.

Pour étudier la distribution de ces défauts dans la fibre optique, une cartographie a été réalisée comprenant le coeur de la fibre optique ainsi qu'une partie de la gaine optique.

Dans cette section, l'évolution de ces défauts absorbants sera évoquée pour les échantillons de fibres GeB, SMF 28, SiO2/F et CMS vierges et irradiées à de fortes doses (1MGy à 10 MGy).

Fibre dopée au Germanium

Dans l'ensemble des fibres optiques dopées au Germanium, nous avons observé de nombreuses évolutions dans le spectre de photoluminescence mesuré sur les échantillons



Figure I-22. Spectre de photoluminescence de la fibre optique SMF28 irradiée à 10 MGy

irradiées à différentes doses.

La Figure I-3 illustre le spectre de photoluminescence mesurée sur la fibre SMF28 irradiée à 10 MGy qui présente deux bandes de photoluminescence correspondant aux défauts GLPC et NBOHC.La mesure du spectre de luminescence en différents

points de la fibre optique avec une résolution spatiale de quelques micromètres permet de suivre la distribution spatiale des GLPC et NBOHC dans la fibre optique.

Les données obtenues montrent que la bande photoluminescence centrée à 400 nm associée au centre précurseur GLPC diminue fortement avec la dose d'irradiation. Les GLPC font partie des principaux responsables de l'atténuation intrinsèque de



Figure I-23. Evolution des défauts GLPC et NBOHC dans trois échantillons fibrés dopés en Germanium en fonction de la dose totale déposée

fibre optique dopée au Germanium dans l'UV. Ce sont les centres précurseurs aux défauts absorbants induits par l'irradiation. La sensibilité des fibres et les changements de propriétés optiques sous irradiation sont associés avec la concentration en GLPC. Dans la fibre SMF28, GeB ainsi que CMS on observe une diminution d'intensité de la bande de photoluminescence des GLPC d'environ 70%. Une grande partie de ces centres précurseurs conduisent à la génération de défauts absorbants tel que Ge1, GeE'. La diminution cette bande est également un indicateur intéressant de l'évolution de l'indice de réfraction subie dans le coeur de la fibre optique. Cette évolution peut être l'un des facteurs liés à la variation de la fréquence Brillouin observée sur ces échantillons.

Dans la Figure I-24 est illustrée l'évolution des NBOHC en fonction de la dose totale déposée dans des échantillons fibrés germanosilicates. Nous pouvons remarquer que l'intensité de la bande de photoluminescence centrée à 650 nm augmente avec la dose totale déposée dans tous les échantillons irradiés. Cela indique que les irradiations augmente les concentrations des défauts NBOHC, en particulier dans les fibres SMF 28 et GeB.

Dans la fibre CMS, on remarque que la bande des NBOHC est beaucoup moins intense après une exposition de la fibre optique à une dose totale déposée de 10 MGy par rapport à la fibre SMF28 dans les mêmes conditions.

SiO2/F

La Figure I-3 montre l'évolution du défaut NBOHC en fonction de la dose totale déposée. Avant irradiation, ce défaut est présent dans la matrice vitreuse de la fibre optique à une concentration faible. Sa présence est liée au procédé de fabrication de la fibre optique, un mécanisme reconnu de formation des défauts NBOHC intervient lors du fibrage. L'efficacité du processus de génération de ce défaut est plus importante dans la fibre optique lorsqu'elle est soumise à des irradiations ionisantes telles que les rayonnements γ . Une saturation rapide de ce défaut est atteinte après une dose totale d'environ 1 MGy. Malgré une augmentation de la bande de photoluminescence attribuée à la génération du défaut NBOHC avec la dose totale déposée, l'intensité de la bande reste relativement faible comparée aux résultats observés dans la fibre



Figure I-24. Evolution de la concentration du défaut NBOHC en fonction de la dose totale déposée dans des fibres optiques germanosilicates

SMF28. La répartition de ce défaut dans la fibre optique n'est pas homogène dans le coeur de la fibre optique. Ce comportement indique que le NBOHC est principalement généré à l'interface entre la gaine optique et le coeur de la fibre optique. La présence du dopant Fluor dans la matrice vitreuse permet de réduire l'efficacité de la génération de ce défaut.

Ce défaut qui présente une bande d'absorption qui a un impact sur l'atténuation induite observée dans le proche infrarouge. L'observation de la saturation de l'atténuation induite est liée à celle de ce défaut.



Figure I-25. Distribution radiale du défaut NBOHC dans la fibre optique SiO2/F en fonction de la dose totale déposée

Mesure RPE

Une des principales techniques utilisée pour caractériser l'effet des radiations sur les fibres optiques est la résonance paramagnétique. Ces mesures ont été réalisées par A. Alessi au sein du laboratoire de physique des matériaux amorphes de l'université de Palerme en Italie. Le second harmonique a été utilisé sur les échantillons afin d'améliorer la sensibilité du système sur l'ensemble de nos mesures.



Figure I-26. Signal RPE ciblée pour l'étude du défaut Ge(1) de la fibre CMS.

Après l'exposition aux rayonnements γ , nous avons observé la présence de défauts paramagnétiques comme illustré dans la Figure I-3 montrant le spectre RPE détecté dans une fibre optique de type CMS après une irradiation de 10 MGy.

Génération du défaut E'Si dans les échantillons irradiées

La génération de ce défaut évolue en fonction de la dose totale déposée sur quatre échantillons de fibres optiques comme cela est illustré dans la Figure I-3. La génération de ce défaut est due à la conversion de précurseurs pré-existant dans la matrice vitreuse tels que les centres déficients en oxygène ou bien est due à la rupture de liaisons Si-H ou Si-F.

Contrairement aux NBOHCs, aucun phénomène de saturation n'est observé pour les autres E'Si dans la fibre dopée au Fluor. La génération de ce défaut induit par les radiations dans cette fibre optique peut être issue d'autres types de précurseurs activés après une certaine dose totale déposée.

Dans les autres fibres optiques, augmentation non segmentée est observée en fonction de la dose totale déposée. La concentration de ce défaut est à peu près équivalente dans l'ensemble des échantillons après une irradiation gamma de 10 MGy.

Evolution de la somme (Ge1+GeE') en fonction de la dose dans les échantillons irradiés



Figure I-27. Evolution de la concentration du défaut E'Si en fonction de la dose totale déposée dans les fibres optiques testées.



Figure I-28. (a) Evolution de la somme (Ge1+GeE') des fibres SMF28 et GeB en fonction de la dose. (b) Evolution de la somme (Ge1+GeE') pour la fibre CMS en fonction de la dose.

Dans les fibres dopées au Germanium les radiations gamma associées aux conditions expérimentales induisent le défaut Ge(1) dans la matrice vitreuse. La génération de ce défaut évolue en fonction de la dose totale déposée comme illustrée dans la Figure I-3. Dans les conditions expérimentales utilisées, la génération du défaut Ge(2) n'a pas été détectée dans les échantillons irradiés.

La concentration des défauts générés augmente avec la dose totale déposée. Compte-tenu du faible nombre de points de mesures sur les fibres GeB et SMF28, il est difficile d'employer une méthode d'ajustement adéquate pour évaluer l'évolution de ce défaut dans les doses intermédiaires (entre 1.11 MGy et 10 MGy).

Dans la fibre CMS, la concentration de la somme (Ge1+GeE') présente est supérieure d'environ 3 à 4 ordre de grandeur comparée à celle observée dans les fibres GeB et SMF28. Cette importante concentration est liée à la conversion du centre précurseur GLPC durant les irradiations gamma subies par la fibre optique. On peut noter que la concentration liée à cette somme semble augmenter suivant une loi de puissance de type ax^c .

Relation entre défauts et modifications de VB induits par les radiations

Nous avons évalué la corrélation entre les défauts paramagnétiques et le changement de la fréquence Brillouin induits par les radiations gamma. Nos données indiquent une relation intéressante entre ce décalage en fréquence Brillouin (propriétés macroscopiques) et les défauts ponctuels (propriétés microscopiques) comme illustré dans la Figure I-3 pour la concentration de la somme Ge(1)+GeE'.



Figure I-29. Evolution de la fréquence Brillouin en fonction de la concentration de la somme Ge1+GeE' dans la fibre CMS irradiées à diverses doses totales déposées.

L'évolution des centres précurseurs de type GLPC peut également présenter une relation avec la variation de v_B comme cela est illustré dans la Figure I-4. Les données de la Figure I-3 ne signifient pas nécessairement que les modifications de la fréquence Brillouin sont dues uniquement aux variations de l'indice de réfraction associées aux bandes d'absorption du défaut paramagnétique GeE'.
Mesure Raman



Figure I-30. Evolution de la ΔvB en fonction l'intensité des GLPC de la fibre GeB irradiée à différentes doses

Les mesures issues de la spectroscopie Raman peuvent permettre l'évaluation des modifications structurales subies par le matériau qui sont engendrées par divers traitements (radiation, température, pression, ...). Ces modifications structurales doivent être suffisamment importantes pour être détectés par le système Raman. Pour chaque fibre testée, irradiée ou non, nous avons enregistré la réponse spectrale au niveau du coeur de la fibre optique jusqu'à quelques microns dans la gaine optique tout en conservant les mêmes conditions expérimentales.

Seule la fibre optique subie un déplacement micrométrique sous le faisceau afin de sonder la zone désirée. Nous présenterons l'influence des radiations sur le spectre Raman de la fibre vierge comparé à celui mesuré sur la fibre exposée à une dose totale déposée de 10 MGy.

La Figure I-5 illustre le spectre Raman mesuré dans le coeur des fibres optiques vierges comparé à celui mesuré dans les fibres irradiées à 10 MGy. La présence de différentes bandes apparaît clairement dans tous les spectres. La bande la plus intense, avec un pic à environ 440 cm-1, est associée à l'élongation symétrique de pontage des atomes d'oxygène (Si-O-Si) [Galeener 83, Geissberger 83]. Une autre, appelée D2, est relevé à 600 cm-1, elle est liée aux anneaux à trois membres [Galeener 83, Geissberger 83]. La bande située à 800 cm-1 est due au réseau, modes TO et LO de la silice [Yablon 04, Henderson 09]. Nous notons également que la bande dite D1 associée aux anneaux à quatre membres ne peut pas être clairement distinguée dans les différents spectres à l'exception de la fibre SiO2/F.

Les données présentées montrent que les niveaux d'irradiation subis par différents échantillons ne sont pas suffisants pour induire des modifications structurales observables dans nos conditions expérimentales. La fibre optique CMS qui présente un décalage de la position de la fréquence Brillouin très important par rapport aux autres fibres ne montre, elle aussi, aucune modification dans son spectre Raman après une dose totale déposée de 10MGy.



Figure I-31. Spectre raman mesuré dans le coeur des fibres SMF28 (a), GeB (b), SiO2/F (c) avant irradiation et après une dose totale déposée de 10 MGy

f) Résumé

Nous avons évalué, par des mesures post-mortem, l'influence des radiations gamma à fortes doses sur le capteur par diffusion Brillouin avec plusieurs types de fibres optiques. A ces niveaux de dose, un décalage de la fréquence Brillouin vers les hautes fréquences est observé sur toutes les fibres optiques. Le niveau des modifications induites par les radiations dépend du dopage utilisé dans les fibres optiques. La cinétique des variations de la fréquence Brillouin induit par l'irradiation gamma peut également dépendre des conditions de fibrage de la fibre optique. Une plus faible tension de fibrage de la fibre dopée au Fluor permet de diminuer la variation de v_B à la dose.

De plus, le rayonnement gamma a une faible influence sur les sensibilités à la température et à la déformation des fibres optiques testées.

Nous avons également montré que le principal effet des radiations gamma à des doses de quelques MGy est la forte limitation de la portée de la mesure, les autres effets restant limité. Ils affectent v_B , C_T , C_{ε} et induisent **une erreur sur la mesure de température et de déformation n'excédant pas 3°C et 20\mu\varepsilon à la dose de 10MGy pour la fibre dopée au Fluor. Cette erreur peut être fortement réduite par un pré-traitement de la fibre optique. Nous avons montré dans cette section, que**

les irradiations induisent la génération et conversion de centres colorés/défauts dans l'ensemble des fibres optiques testées en fonction de la dose totale déposée.

Nous avons pu mettre en avant une dépendance quasi linéaire entre la génération du défaut SiE' avec celle de la fréquence Brillouin dans l'ensemble des fibres optiques. Le défaut SiE' dans la fibre optique SiO2/F ne présente pas de saturation dans sa concentration en fonction de la dose déposée comme cela apparaît avec le défaut NBOHC. On suppose que d'autres précurseurs peuvent être à l'origine de ce comportement.

Le décalage en fréquence Brillouin vers les hautes fréquences peut être le résultat de différents processus induits par le ravonnement Gamma. Il est bien connu que les ravonnements ionisants induisent une modification de l'indice de réfraction. Les études sur la mesure de l'indice de réfraction ne permettent pas de mettre en valeur l'influence des radiations dans nos conditions expérimentales. Néanmoins, la variation d'indice peut également être liée aux variations observées dans la génération/conversion des centres colorés avant des bandes d'absorptions [Hand 90, Alessi 09b]. Ces modifications peuvent également engendrer un réarrangement structurel ayant des effets sur la densité [Dianov 97, Primak 68, Takahashi 02], sur la polarisibilité électronique [Kakiuchida 07, Tan 97], sur le stress [Belhadj 08] et d'autres propriétés mécaniques du matériau.

Une mesure par temps de vol sur des échantillons irradiés de l'ordre de 50 m permettrait peut-être de montrer quel paramètre entre la vitesse acoustique et la variation d'indice de réfraction est le plus important dans les modifications observées sur la fréquence Brillouin dans la fibre optique.

L'objectif dans la section suivante est de comparer l'investigation de ces effets de dose totale déposée sur la réponse du capteur Brillouin analysée durant l'irradiation gamma des fibres optiques choisies.

2. Effet des radiations sur la diffusion Brillouin dans les fibres optiques : mesures in-situ

A partir du retour d'expérience de l'ensemble des campagnes en ligne et postmortem présentées dans les sections précédentes, nous avons évalué en ligne sur un panel de fibres optiques, l'influence des radiations gamma à haute dose déposée sur les performances du capteur. Pour cela, nous avons utilisé la chaîne de mesure dédiée à ce type d'expérimentation décrite dans le chapitre II de ce manuscrit.

a) Mesure en ligne de l'influence des radiations sur l'amplitude du pic principal du spectre Brillouin

Au cours des irradiations, notre système nous a permis d'évaluer la longévité de la mesure du spectre Brillouin de fibres optiques soumises à une dose déposée de quelques MGy. Pour cela, nous avons réalisé le suivi de l'amplitude du pic principal du spectre Brillouin de chaque échantillon durant les irradiations.

Fibre SMF28

La figure illustre l'évolution de l'amplitude du pic principal du spectre Brillouin en fonction de la dose totale déposée. La fibre SMF 28 présente une importante sensibilité à la dose reçue avec une diminution globale de 60 % par rapport à son niveau initial après 511 kGy. A ces niveaux de doses, le phénomène de saturation n'est pas observé sur cette fibre. L'évolution de l'amplitude suit une loi exponentielle traduisant sa décroissance en fonction de la dose déposée. En ajustant cette courbe, il est possible d'extrapoler l'évolution l'amplitude du pic Brillouin de cette fibre pour une dose totale déposée d'environ 8 MGy estimation pour l'application Cigéo. Comme illustré dans la Figure I-6(c), après 1-2 MGy l'amplitude du pic principal du spectre Brillouin est très proche du bruit de mesure.



Figure I-32. Spectre Brillouin centré sur le pic principal de la fibre SMF28 à une distance x à trois niveaux de doses différents (a). Evolution de l'amplitude du pic principal sur chaque palier en fonction de la dose totale déposée (b). Extrapolation de l'évolution de l'amplitude du pic principal jusqu'à la dose de 8MGy (c)

L'utilisation de cette fibre optique (d'une longueur L= 70m dans l'expérience) n'est clairement pas adaptée à la surveillance du site de stockage des déchets radioactifs pendant une échelle séculaire dans le cadre du projet Cigéo.

Ces résultats sont en accord les observations faites durant les mesures post-mortem.

Fibre fluorée

La Figure I-7 illustre l'évolution de l'amplitude en fonction de la dose totale déposée



Figure I-33. Spectre Brillouin centré sur le pic principal de la fibre SiO2/F avec un revêtement polyimide et fibrée avec une tension de 24g à une position en fin de fibre à deux niveaux de doses différents (a). Evolution de l'amplitude du pic principal sur chaque palier en fonction de la dose totale déposée (b)

sur la fibre SiO2/F à revêtement polyimide (tension de fibrage 24g). La variation de l'amplitude du pic principal du spectre Brillouin relevé à la distance 25m de la fibre optique aux doses 5kGy et 4 MGy est inférieure à 5%. Ce résultat montre une meilleure réponse de la fibre optique dopée au Fluor par rapport aux modifications observées avec la fibre SMF28. Le suivi de l'amplitude moyenne sur différents paliers permet d'évaluer l'influence de la tension appliquée durant les irradiations (Figure I-33). La fluctuation de l'amplitude du pic principal du spectre Brillouin sur un palier est déterminée en considérant la distribution de la valeur de l'amplitude sur l'ensemble des points du palier (environ 50 points). L'utilisation de cette fibre optique (d'une longueur L= 70m dans l'expérience) peut être clairement envisagée pour la surveillance du site de stockage des déchets radioactifs pendant une échelle séculaire dans le cadre du projet Cigéo.

b) Mesure en ligne de l'influence des radiations sur la fréquence Brillouin Variation de la température pendant l'irradiation

Nous avons évalué la variation de la température au cours de l'irradiation à l'aide de thermocouples de type K disposés à quelques millimètres de la surface des bobines. Les mesures montrent une distribution de température entre 35° C et 55° C. La température relevée est dépendante du positionnement des échantillons dans l'irradiateur. Durant les irradiations, après une période transitoire accompagnant le démarrage de l'irradiation, la température est constante à ± 0.25^{\circ}C. Par la suite, une

légère diminution de la température d'environ 2°C est relevée sur l'ensemble des thermocouples. Ces thermocouples connus pour leur grande stabilité sous irradiation gamma [Van Nieuwenhove 04] suivent une diminution de la température qui est consécutive à une chute de la température extérieure durant plusieurs jours, conséquence d'une période de grand froid. Cette variation inférieure à 1.5° C, est suffisante pour être détectée par les mesures par diffusion Brillouin dans les fibres optiques testées (voir Figure I-8). Il est donc important de tenir compte de la contribution de la variation de la température ambiante dans la détermination de la position de la fréquence Brillouin à partir des coefficients de température C_T déterminés dans la section précédente.

112

Influence des radiations sur la fréquence Brillouin

La configuration expérimentale mise en place, nous a permis de réaliser l'acquisition du spectre Brillouin des échantillons testés durant les irradiations. Nous avons évalué l'influence des radiations sur la position de la fréquence du pic Brillouin principal des fibres optiques étudiées.



Figure I-34. (a) Evolution de la température donnée par les thermocouples au cours de l'expérience d'irradiation au SCK-CEN (Mol), (b) Zoom sur l'évolution de la température du palier au débit de dose 1.5 kGy/h

Sur la Figure I-35 est illustrée l'évolution de la fréquence Brillouin en fonction de la dose



Figure I-35. Evolution de la fréquence Brillouin de la fibre SiO2/F au cours de l'irradiation gamma jusqu'à une dose déposée 5 MGy

déposée pour la fibre SiO2/F relevée durant l'irradiation et sa correction de la variation de la température. Ce comportement est observé sur l'ensemble des paliers de tensions appliqués le long de la fibre comme l'illustre la Figure I-36. Malgré le couple température et radiation (< $45^{\circ}C$, < 5MGy) subit par les échantillons durant 341 heures, les contraintes mécaniques appliquées sur la fibre optique sont maintenus le long de la fibre optique.



Figure I-36. Evolution de la fréquence Brillouin pour les différents paliers de tensions le long de la fibre sio2/f (H2) en fonction de la dose totale déposée pendant les irradiations gamma

Influence des radiations sur la mesure de la variation de contraintes thermomécaniques

Nous avons évalué la distribution de la fréquence Brillouin des différentes fibres optiques testées en fonction de la dose totale déposée. L'intérêt de ce paramètre permet d'estimer l'erreur sur la mesure de contraintes thermomécanique induit par



Figure I-37. Spectre Brillouin de la fibre optique SMF28 avant irradiation (courbe bleu) et pendant les irradiations gamma (courbe rouge)

l'irradiation gamma.

Comme illustré sur la Figure I-4, le spectre Brillouin est plus bruité compte tenu de l'augmentation des pertes linéiques comme cela a été présenté dans les sections précédentes. Au-delà d'une diminution significative de l'amplitude du spectre Brillouin, la précision dans la détermination de la position du pic principal est dégradée. Nous avons évalué l'influence de cette dégradation sur la position de la fréquence Brillouin déterminé au cours de l'irradiation sur l'ensemble des échantillons testées. La détermination de la position de la fréquence Brillouin est très faiblement perturbée par les effets induits par les radiations. La dispersion dans la position de la fréquence Brillouin associée à la fibre SMF28 augmente avec la dose d'irradiation gamma jusqu'à pour une dose totale déposée de 511,5 kGy. En effet, notre chaîne de mesure permet la détermination de la fréquence Brillouin est avec un écart-type inférieur à \pm 1.4 MHz les fibres dopées au Eluor présentent un écart-type de 0.7 MHz qui un

1.4 MHz. Les fibres dopées au Fluor présentent un écart-type de 0.7 MHz qui un résultat attendu compte tenu des très faibles variations de l'amplitude relevée sur ce type d'échantillons.

c) Influence de la guérison

Nous avons évalué le phénomène de guérison sur les fibres optiques testées après la fin de l'irradiation. Nous avons évalué l'influence de la guérison sur la diffusion Brillouin de la fibre optique avec les données recueillies durant 20 heures sur les échantillons à la température ambiante.



Figure I-38.Evolution de l'amplitude du pic principale du spectre Brillouin de la fibre SMF28 pendant 20 heures après la fin des irradiations gamma

La Figure I-3 illustre l'évolution de l'amplitude du pic principal du spectre Brillouin tout au long des différentes acquisitions réalisées. Une faible augmentation de l'amplitude du pic est observée sur la fibre SMF28 après la fin de l'irradiation de

la fibre optique. Le rapport création/guérison de défauts absorbants est alors inversé à la fin de l'irradiation. La guérison des défauts est accélérée par l'effet de photoblanchiment subie lors de l'interrogation de la fibre optique par l'instrument de mesure Brillouin. Après une rapide augmentation de l'amplitude du pic Brillouin celleci se stabilise avant d'augmenter de nouveau pour les derniers points. La stabilisation de l'amplitude peut être liée à la compétition entre la dépendance à la température de l'amplitude [Niklès 97b] et la guérison des défauts absorbants. Le second regain d'amplitude observé correspond à la stabilisation de la température de relevée au niveau de la fibre optique. Cette tendance n'est pas observée sur les autres fibres étudiées.



Figure I-39. Evolution de la position de la fréquence Brillouin du pic principal le long de la fibre optique SiO2/F 24g durant 20 heures après les irradiations

Nous avons également évalué la variation de la fréquence Brillouin en fonction du temps d'acquisition comme illustré sur la Figure I-4. Le coefficient de température de la fibre optique a été intégré dans afin d'évaluer les performances du capteur par rapport à la température relevée par le thermocouple disposé. On remarque un faible hystéris à la stabilisation de la température. La différence de température est inférieure à 2°C. Ces données montrent qu'en fin d'irradiation il n'y aucun phénomène de guérison observé sur la fréquence Brillouin des échantillons. Les modifications induites sont irréversibles.

d) Résumé

Dans ce chapitre, nous avons évalué l'influence des radiations gamma à fortes doses sur les performances du capteur par diffusion Brillouin au travers de fibres optiques réalisées selon différents procédés de fabrication. Les données présentées montrent une sensibilité très nette de la fréquence Brillouin pour des doses totales déposées allant jusqu'à 10MGy. La sensibilité de *vB* dépend de la composition de la fibre optique considérée. Tandis que la fibre fortement dopée au Germanium (CMS) présente un décalage de la fréquence Brillouin important induit par l'irradiation, la fibre optique dopée au fluor présente une faible sensibilité (environ 2 MHz) qui semble atteindre la saturation dès 3 MGy.

Les sensibilités en déformation et température C $_{\mathcal{E}}$, C $_{\mathcal{T}}$ évaluées sur les échantillons irradiés ne présentent pas de variations supérieures de leur valeur supérieure à 6%.

La principale influence des radiations est due à l'augmentation des pertes linéiques observées en fonction de la dose. Parmi le lot de fibres optiques testées toutes celles qui sont dopées au germanium ne permettent pas de répondre au cahier des charges imposé par l'application Cigéo car la portée des mesures possibles est trop réduite après 10 MGy. Avec ces fibres optiques et une longueur de 100 mètres, le suivi de la structure des alvéoles HA-VL pourrait être assuré pendant environ 10 ans. L'amélioration de la durée de vie de la mesure sur une plus longue période (100 ans) peut être atteinte avec les fibres optiques dopées au Fluor, et ce pour une longueur supérieure de fibre optique de 200 mètres. La portée de la mesure peut être améliorée (presque doublée) avec un système d'interrogation de la fibre fonctionnant à la longueur d'onde 1310 et non 1550 nm comme les solutions commerciales actuelles.

Les mesures en ligne ont permis de mettre à l'épreuve l'ensemble de la chaîne de mesure mise en place avec les premières expériences réalisées (dose déposée < 100 kGy) avec les sources d'irradiation des centres du CEA. Ces mesures ont l'avantage de montrer directement la capacité de notre système à suivre l'évolution de contrainte en déformation au cours des irradiations avec de très bonnes conditions de mesures en utilisant les fibres dopées au fluor. De plus, l'effet de photoblanchiment lié au système d'interrogation permet d'améliorer la réponse globale du capteur et de le qualifier avec son instrument dédié. Les mesures post-mortem apportent une grande flexibilité et facilité dans le processus d'irradiation et d'analyse.

Malgré les différents débits de dose exploités (1Gy/h, 1kGy/h et 25kGy/h) durant les différentes campagnes d'irradiation, l'extrapolation de données issues des pertes linéiques induites par les radiations montrent une bonne concordance entre ces différentes conditions expérimentales. On remarque une faible augmentation des pertes linéiques en fonction du débit de dose à dose totale déposée équivalente. Dans ces conditions l'évaluation de la faisabilité en irradiation accélérée montre que les conditions normales d'implantation constituent un environnement favorable. Les mesures post mortem et pendant l'irradiation sont très complémentaires dans le cadre de la qualification des performances du capteur à fibres optiques par diffusion Brillouin.

V. Conclusions générales

La première partie de ce travail consistait à montrer l'intérêt des capteurs répartis à fibre optique pour la surveillance des alvéoles du site de stockage des déchets radioactifs dans le cadre du projet Cigéo. Ce chapitre présente les avantages de la fibre optique telle que son caractère intrusif et sa mesure déportée. La capacité de multiplexage et la sensibilité continue sur toute la longueur d'une même fibre apporte un avantage majeur au capteur basé sur la diffusion par rapport au CFO ponctuels ou guasi-distribués. Dans le cadre de mes travaux, je me suis particulièrement intéressé aux paramètres influents sur la réponse des capteurs répartis par diffusion Brillouin. En effet grâce à leur sensibilité à la température et à la déformation, ils permettent de procéder à la mesure de profils de température et/ou déformation tout le long du traiet optique sur des distances pluri-kilométriques. Cependant sous un environnement sévère tel que celui de Cigéo, avec la présence de radiation et de température élevée pendant une échelle séculaire, la réponse de la chaîne de mesure utilisée dans le cadre d'application standard de génie civil subie une importante dégradation des performances globales du capteur jusqu'à son inefficacité totale. A partir de l'état de l'art qui a été défini dans le premier chapitre, nous avons identifiés que la composition de la fibre optique et les moyens utilisés pour l'interroger sont des éléments clés dans sa réponse pour un environnement radiatif tel celui prévu pour Cigéo.

Afin de comprendre les phénomènes mis en jeu dans la dégradation des performances du capteur, nous avons défini un lot de fibres optiques dont les caractéristiques optiques nous ont permis d'étudier leur résistance aux radiations. Parmi ces fibres optiques définies sur la base de l'état de l'art peuvent être catégorisées en deux parties : les fibres optiques avec du germanium (à différentes concentrations) et les fibres optiques dopée uniquement par du Fluor. Nous avons élaboré et exploité des techniques de caractérisations de la réponse de la fibre optique. Ces techniques permettent d'évaluer la réponse de la fibre optique en faisant évoluer un paramètre à la fois et ainsi de déterminer son influence sur la sensibilité de la fibre optique aux radiations. Parmi ces techniques certaines, études des défauts, sont réalisées avant et après irradiation tandis que d'autres, macroscopiques, sont concues pour également être réaliser pendant les irradiations. Ainsi la résistance des fibres optiques caractérisée par leurs pertes optiques linéiques est définie, l'influence des radiations sur la dépendance de la fréquence Brillouin à la température ainsi qu'à la déformation peut ainsi être déterminée. L'objectif de la thèse est de déterminer la fibre optique présentant la meilleure réponse aux radiations et d'en déterminer les causes et moyens d'amélioration.

Nous avons réalisé des tests d'irradiation par des rayonnements UV. L'exploitation de ce type de rayonnement plus facile à mettre en oeuvre et moins coûteux est pour comparer les effets observés par rapport à une irradiation gamma. Les résultats obtenus montrent que ce type de rayonnement induit un décalage de la fréquence Brillouin de plusieurs MHz vers les hautes fréquences en fonction de la composition de la fibre

V. Conclusions générales

optique. La présence du Germanium accroit fortement la propension de la fréquence Brillouin à être modifier par la sollicitation des rayonnements UV. Des études complémentaires ont été menées par voie microscopique afin de déterminer les défauts ponctuels générés. Parmi les défauts identifiés nous avons remarqués que les défauts GeE' relatifs au Germanium et SiE' relatifs à la silice présente une dépendance linéaire à la fréquence Brillouin en fonction des conditions d'insolation. Ce résultat n'indique pas que les modifications de la fréquence Brillouin sont uniquement liées à la génération de ces défauts paramagnétiques. Les instruments commerciaux utilisés pour l'étude de la variation de l'indice de réfraction ne sont pas suffisamment résolues pour établir une tendance en fonction des conditions d'insolation. Au cours de ces insolations UV nous avons remarqué une bonne résistance de la fréquence Brillouin de la fibre optique dopée au Fluor. Il est intéressant de voir la pertinence de ces résultats face aux effets observés suite à une irradiation gamma dans les conditions de Cigéo.

Nous avons atteint les doses représentatives d'une échelle séculaire d'irradiation gamma comme celle simulée. L'ensemble des fibres dopées au Germanium présentent des réponses aux radiations en tant que capteur ainsi qu'éléments de transmission de données non adaptés à l'utilisation pour la surveillance sur le long terme d'alvéoles contenant des déchets radioactifs HA-VL. Cette réponse est liée en grande partie à la génération de défauts absorbants et induisant des modifications des propriétés optiques de ces fibres optiques.

Les différents moyens de caractérisation utilisés montrent que la génération des défauts due aux radiations présente une influence sur la réponse de la fibre optique (pertes optiques et modification de la fréquence Brillouin). Les mesures d'indice réalisées montrent que leur modification n'est pas le principal facteur des changements observés sur la fréquence Brillouin. La modification de la vitesse acoustique dans le matériau serait le principal effet sur la réponse de *v*_B aux radiations. Malgré les grandes modifications observables sur ces fibres dopées au Germanium elles présentent une faible influence des radiations sur les sensibilités à ε *et* ΔT *de v*_B. Les études montrent que l'utilisation des rayonnements UV est intéressante pour avoir une idée des effets sur la fréquence Brillouin.

Les résultats présentés aux différentes doses permettent la mise en avant des très bonnes performances des **fibres dopées au Fluor**. Celles-ci présentent **une faible sensibilité d'un point de vue des pertes linéiques** dues aux radiations jusqu'à des doses cumulées de 10 MGy. Une faible influence des radiations sur les sensibilités à la déformation et à la température de v_B de cette fibre optique.

V. Conclusions générales

Nous avons également mis en avant une influence majeure de la longueur d'onde d'étude sur la réponse de la fibre optique. En effet **la portée de la mesure est pratiquement doublée en utilisant la longueur d'onde 1310 nm** par rapport à 1550 nm utilisée par l'interrogateur Brillouin. L'utilisation de cette fibre optique est adaptée à l'application de surveillance d'alvéole de stockage de déchets radioactifs de type HA-VL et MA-VL pendant une échelle séculaire.

Au travers de cette thèse nous avons montré qu'il est possible de définir une chaine de mesure déportée adaptée à la surveillance d'alvéole de stockage de déchets radioactifs pendant une échelle séculaire. L'amélioration de la durée de vie du capteur dépend aussi bien du système d'interrogation que du type d'élément sensible. Nous avons tenu compte de l'ensemble de ces parties de la chaîne de mesure pour répondre aux besoins lié à Cigéo.

Des travaux supplémentaires sur l'évolution de la vitesse acoustique en fonction de la dose, les moyens de simulations des effets des radiations, l'influence des prétraitements sur la réponse capteur sont des pistes intéressantes afin d'améliorer encore plus sa durée de vie pour des environnements sévères comme ceux rencontrés dans Cigéo.

VI. Bibliographie

[Agrawal 00] G. Agrawal. *Nonlinear fiber optics*. Nonlinear Science at the Dawn of the 21st Century, pages 195–211, 2000.

[Alasia 05]	Dario Alasia. Study of the radiation effects on the properties of Brillouin scattering in standard Ge-doped optical fibres. pages 180–183, Bruges, Belgium, 2005.
[Alasia 06]	Dario Alasia, Alberto Fernandez Fernandez, Laura Abrardi, BenÃ'it Brichard & Luc Thévenaz. <i>The effects</i> <i>of gamma-radiation on the properties of Brillouin</i> <i>scattering in standard Ge-doped optical fibres.</i> Measurement Science and Technology, vol. 17, no. 5, pages 1091–1094, 2006.
[Alessi 09a]	A. Alessi. <i>Germanium point defects induced by irradiation in Ge-doped silica</i> . PhD thesis, Dipartimento di Scienze Fisiche ed Astronomiche, 2009.
[Alessi 09b] A. Alessi,	S. Agnello, S. Grandi, A. Parlato & F. Gelardi. <i>Refractive index change dependence on Ge(1) defects in</i> <i>irradiated Ge-doped silica</i> . Physical Review B, vol. 80, 2009.
[Bao 93]	X. Bao, D. J. Webb & D. A. Jackson. 32-km distributed temperature sensor based on Brillouin loss in an optical fiber. Optics Letters, vol. 18, no. 18, pages 1561–1563, 1993.
[Belhadj 08] N. Belhad	Ij, Y. Park, S. LaRochelle, K. Dossou & J. Aza na. UV-induced modification of stress distribution in optical fibers and its contribution to Bragg grating birefringence. Opt. Express, vol. 16, no. 12, pages 8727–8741, Jun 2008.
[Bertholds 88]	A. Bertholds & R. Dandliker. Determination of the individual strain-optic coefficients in single-mode optical

fibres. Lightwave Technology, Journal of, vol. 6, no. 1, pages 17–20, 1988.

- [Boyd 90] R. Boyd & K. Rzazewski. *Noise initiation of stimulated brillouin scattering*. Physical Review A, vol. 42, pages 5514– 5521, 1990.
- [Bucaro 74] JA Bucaro & HD Dardy. *High-temperature Brillouin scattering in fused quartz*. Journal of Applied Physics, vol. 45, no. 12, pages 5324–5329, 1974.
- [Cheng-Chih 03] Lai Cheng-Chih, Lee Wei-Yu & Wang Way-Seen. *Gamma* radiation effect on the fiber Fabry-Perot interference sensor. IEEE Photonics Technology Letters, vol. 15, no. 8, pages 1132–1134, 2003.
- [Chernov 89] P. V. Chernov, E. M. Dianov, V. N. Karpechev, L. S. Kornienko, I. O. Morozova, A. O. Rybaltovskii, V. O. Sokolov & V. B. Sulimov. Spectroscopic manifestations of self-trapped holes in silica. Theory and experiment. Physica status soldi - B, vol. 21, pages 663–675, 1989.
- [Chin 12] S. Chin, N. Primerov & L. Thevenaz. Sub-centimeter spatial resolution in distributed fiber sensing based on dynamic Brillouin grating in optical fibers. Sensors Journal, IEEE, vol. 12, no. 1, pages 189–194, 2012.
- [Chiodini 99] N. Chiodini, F. Meinardi, F. Morazzoni, A. Paleari & R. Scotti. *Optical transitions of paramagnetic Ge sites created by x-ray irradiation of oxygen-defect-free Ge-doped SiO*₂ *by the sol-gel method.* Physical Review B, vol. 60, no. 4, page 2429, 1999. PRB.
- [Clough 96] R.L. Clough, K.T. Gillen, G.M. Malone & J.S. Wallace. *Color formation in irradiated polymers*. Radiation Physics and Chemistry, vol. 48, no. 5, pages 583 – 594, 1996.
- [Culverhouse 89] D. Culverhouse, F. Farahi, C.N. Pannell & D.A. Jackson. Potential of stimulated Brillouin scattering as sensing mechanism for distributed temperature sensors. Electronics Letters, vol. 25, no. 14, pages 913–915, 1989.
- [Deparis 97] O. Deparis, DL Griscom, P. Mégret, M. Decréton & M. Blondel. Influence of the cladding thickness on the evolution of the NBOHC band in optical fibers exposed to gamma radiations. Journal of non-crystalline solids, vol. 216, pages 124–128, 1997.

E. M. Dianov, V. G. Plotnichenko, V. V. Koltashev, Yu N. [Dianov 97] Pyrkov, N. H. Ky, H. G. Limberger & R. P. Salathe. UV-irradiation-induced structural transformation of germanoscilicate glass fiber. Optics Letters, vol. 22, no. 23, pages 1754-1754, 1997. [Fellay 03] A. Fellay. Extreme Temperature Sensing using Brillouin Scattering in Optical Fibers. PhD thesis, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2003. [Fernandez 05] A Fernandez Fernandez, Benoît Brichard, Hans Ooms, R Van Nieuwenhove & F Berghmans. Gamma dosimetry using Red 4034 Harwell dosimeters in mixed fission neutrons and gamma environments. Nuclear Science, IEEE Transactions on, vol. 52, no. 2, pages 505–509, 2005. [Fleming 83] J.W. Fleming & D.L. Wood. *Refractive index dispersion and* related properties in fluorine doped silica. Applied optics, vol. 22, no. 19, pages 3102-3104, 1983. [Foaleng Mafang 11] Stella Foaleng Mafang. Brillouin Echoes for Advanced Distributed Sensing in Optical Fibres. PhD thesis, Lausanne, 2011. [Friebele 80] E. J. Friebele & M. E. Gingerich. Radiation-induced optical absorption bands in low loss optical fiber waveguides. Journal of Non-Crystalline Solids, vol. 38-39, pages 245-245, 1980. [Friebele 81] E. J. Friebele & M. E. Gingerich. *Photobleaching effects in* optical fiber waveguides. Applied Optics, vol. 20, no. 19, pages 3448-3448, 1981. [Friebele 82] E. J. Friebele, M. E. Gingerich & K. J. Long. Radiation damage of optical fiber waveguides at long wavelengths. Applied Optics, vol. 21, no. 3, pages 547–553, 1982. [Friebele 85] E. J. Friebele, K. J. Long, C. G. Askins & M. E. Gingerich. Overview of radiation effects in fiber optics. Radiation effects in optcial materials, vol. SPIE Proceedings 541, pages 70-88, 1985. [Friebele 86] EJ Friebele & DL Griscom. Color centers in glass optical fiber waveguides. In Proc. Mater. Res. Soc, volume 61, pages 319-331. Cambridge Univ Press, 1986. [Fujimaki 98] M. Fujimaki, T. Watanabe, T. Katoh, T. Kasahara, N. Miyazaki, Y. Ohki & H. Nishikawa. Structures and generation mechanism of paramagnetic centers and absorption bands responsible for Ge-doped SiOâ?? optical-fiber gratings. Physical Review B, vol. 57, pages 3920-3926, 1998.

 [Galeener 83]
 F. L. Galeener & A. E. Geissberger. *Vibrational dynamics in* ³⁰*Si-substituted vitreous SiO*₂. Physical Review B, vol. 27, no. 10, page 6199, 1983. PRB.
 [Geissberger 83]
 A. E. Geissberger & F. L. Galeener. *Raman studies of vitreous SiO*₂ *versus fictive temperature*. Physical Review B, vol. 28, no. 6, page 3266, 1983. PRB.
 [Girard 03]
 S. Girard. *Analyse de la réponse des fibres optiques soumises*

à divers environnements radiatifs. PhD thesis, Université Jean Monnet de Saint-Etienne, 2003.

[Girard 04] S. Girard, J. Keurinck, A. Boukenter, J. Meunier, Y. Ouerdane, B. Azais, P. Charre & M. Vie. *Gamma-rays and pulsed X-ray radiation responses of nitrogen-, germanium-doped and pure silica core optical fibers*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms, vol. 215, no. 1-2, pages 187–195, 2004.

- [Girard 05] Sylvain Girard, E. Régnier, A. Boukenter, Y. Ouerdane, J. P. Meunier & D. Hamdani. *Gamma and UV Radiation-Induced Color Centers in Optical Fibers*. Materials Science Forum, vol. 480-481, pages 323–328, 2005.
- [Griscom 84] D.L. Griscom. *Characterization of three E'-center variants in X-and [gamma]-irradiated high purity a-SiO2*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms, vol. 1, no. 2-3, pages 481–488, 1984.
- [Griscom 85] D. L. Griscom. *Nature of defect and defect generation in optical glasses*. SPIE, vol. 451, pages 38–59, 1985.
- [Griscom 91] D. L. Griscom. *Optical properties and structure of defects in silica glass*. Journal of the ceramic society of japan, vol. 71, pages 1019–1022, 1991.

[Griscom 93] D. L. Griscom, M. E. Gingerich & E. J. Friebele. Radiation-induced defects in glasses : Origin of power-law dependence of concentration on dose. Phys. Rev. Lett., vol. 71, pages 1019–1022, Aug 1993.

- [Griscom 96] D.L. Griscom. Radiation hardening of pure silica core optical fibers and their method of making by ultra-high-dose gamma ray pre-irradiation, November 12 1996. US Patent 5,574,820.
- [Griscom 97] D. L. Griscom. Radiation hardening of pure silica core fibers : reduction of induced absorption bands associated with self trapped. Applied physical letter, vol. 71, pages 175–177, 1997.

[Griscom 98]	D. Griscom. <i>Determination of the visible range optical absorption spectrum of peroxy radicals in gamma-irradiated fused silica</i> . Journal of Non-Crystalline Solids, vol. 239, no. 1-3, pages 66–77, 1998.
[Griscom 04]	D. L. Griscom. γ-Ray-induced visible/infrared optical absorption bands in pure and F-doped silica-core fibers : are they due to self-trapped-holes ? Journal of Non-Crystalline Solids, vol. 239, pages 139–147, 2004.
[Gusarov 00] A. I. Gus Y. Defosse, D. Starodu	arov, F. Berghmans, A. F. Fernandez, O. Deparis, Ibov, M. Decreton, P. Megret & M. Bondel. <i>Behavior of fibre Bragg gratings under high total</i> <i>dose gamma radiation</i> . IEEE Transactions on Nuclear Science, vol. 47, no. 3, pages 688–692, 2000.
[H 01]	Kuswanto . H. Formation et transformation des défauts ponctuels dans les fibres optiques germanosilicates : influence du traitement thermique et de l'insolution UV. PhD thesis, Université Jean Monnet, Saint-Etienne, 2001.
[Hanafusa 86]	H. Hanafusa, Y. Hibino & F. Yamamoto. <i>Drawing Condition dependence of radiation-induced loss in optical fibres</i> . Electronics Letters, vol. 22, no. 2, pages 106–108, 1986.
[Hand 90]	D. P. Hand & P. St J. Russel. <i>Photoinduced refractive index changes in germanosilicate fibers</i> . Optics Letters, vol. 15, pages 102–104, 1990.
[Heiman 79]	D. Heiman, D. S. Hamilton & R. W. Hellwarth. <i>Brillouin scattering measurements on optical glasses</i> . Phys. Rev. B, vol. 19, no. 12, pages 6583–6592, 1979.
[Henderson 09]	G.S. Henderson, D.R. Neuville, B. Cochain & L. Cormier. <i>The structure of GeO2-SiO2 glasses and melts : A Raman spectroscopy study</i> . Journal of Non-Crystalline Solids, vol. 355, no. 8, pages 468–474, 2009.
[Henschel 94]H. Hensc	hel, O. Kohn, HU Schmidt, E. Bawirzanski & A. Landers. <i>Optical fibres for high radiation dose</i> <i>environments</i> . Nuclear Science, IEEE Transactions on, vol. 41, no. 3, pages 510–516, 1994.
[Henschel 96]	 H. Henschel, O. Kohn & H. U. Schmidt. <i>Radiation hardening of optical fibre links by photobleaching with light of shorter wavelength</i>. IEEE Transactions on Nuclear Science, vol. 43, no. 3, pages 1050–1056, 1996.

[Hill 93a]	K O Hill, B Malo, F Bilodeau & D C Johnson. <i>Photosensitivity in Optical Fibers</i> . Annual Review of Materials Science, vol. 23, no. 1, pages 125–157, 1993.
[Hill 93b] K. O. Hill	, B. Malo, F. Bilodeau, D. C. Johnson & J. Albert. Bragg gratings fabricated in monomode photosensitive optical fiber by UV exposure through a phase mask. Applied Physics Letters, vol. 62, no. 10, pages 1035–1035, 1993.
[Horiguchi 89]	T. Horiguchi, T. Kurashima & M. Tateda. <i>Tensile strain dependence of Brillouin frequency shift in silica optical fibers</i> . IEEE Photonics Technology Letters, vol. 1, no. 5, pages 107–108, 1989.
[Hosono 96]	Hideo Hosono, Masafumi Mizuguchi, Hiroshi Kawazoe & Junji Nishii. <i>Correlation between Ge</i> E ['] <i>Centers and Optical</i> <i>Absorption Bands in</i> SiO ₂ : GeO ₂ <i>Glasses</i> . Japanese Journal of Applied Physics, vol. 35, no. Part 2, No. 2B, pages L234– L236, 1996.
[Hosono 99]	H. Hosono, M. Mizuguchi, L. Skuja & T. Ogawa. <i>Fluorine-doped SiO< sub> 2 glasses for F< sub> 2 excimer laser optics : fluorine content and color-center formation</i> . Optics letters, vol. 24, no. 22, pages 1549–1551, 1999.
[Imai 94]	H. Imai & H. Hirashima. <i>Intrinsic-and extrinsic-defect formation in silica glasses by radiation</i> . Journal of non-crystalline solids, vol. 179, pages 202–213, 1994.
[lppen 72]	E.P. Ippen & R.H. Stolen. <i>Stimulated Brillouin scattering in optical fibers</i> . Applied Physics Letters, vol. 21, no. 11, pages 539–541, 1972.
[Kakiuchida 07]	Hiroshi Kakiuchida, Edson H. Sekiya, Noriaki Shimodaira, Kazuya Saito & Akira J. Ikushima. <i>Refractive index and</i> <i>density changes in silica glass by halogen doping</i> . Journal of
Non-Crystalline Solids, Toshio Kurashim	vol. 353, no. 5-7, pages 568–572, 2007. [Kurashima 90] na, Tsuneo Horiguchi & Mitsuhiro Tateda. Distributed-temperature sensing using stimulated Brillouin
	<i>scattering in optical silica fibers</i> . Optics Letters, vol. 15, no. 18, pages 1038–1038, 1990.
[Lanticq 09]	V. Lanticq. <i>Mesures réparties de température et de déformation par diffusion Brillouin : de la fibre optique au capteur pour le génie civil</i> . PhD thesis, Ecole nationale supérieure des télécommunications de Paris, 2009.

[126]

[McLaughlin 93] William L. McLaughlin. *Dosimetry : New approaches*. Radiation Physics and Chemistry, vol. 41, no. 1?2, pages 45 – 56, 1993.

- [Munekuni 90] S. Munekuni, H. Ymanaka, Y. Shimogaichi, K. Nagasawa & Y. Hama. Various types of nonbridging oxygen hole center in high purity silica glass. Journal of Applied Physics, vol. 68, pages 1212–1217, 1990.
- [Neustruev 91] V. B. Neustruev. *Point defects in pure and germanium doped silica glass and radiation resistance of optical fibres.* Soviet lightwave communication, vol. 1, pages 177–195, 1991.
- [Neustruev 94] V. B. Neustruev. *Colour centres in germanosilicate glass and optical fibres.* Journal of Physics : Condensed Matter, vol. 6, no. 35, pages 6901–6936, 1994.
- [Nikles 96] Marc Nikles, Luc Thevenaz & Philippe A. Robert. *Simple distributed fiber sensor based on Brillouin gain spectrum analysis*. Optics Letters, vol. 21, no. 10, pages 758–758, 1996.
- [Niklès 97a] Marc Niklès. *La diffusion Brillouin dans les fibres optiques*. PhD thesis, Lausanne, 1997.
- [Niklès 97b] Marc Niklès. *La diffusion Brillouin dans les fibres optiques*. PhD thesis, Lausanne, 1997.
- [Olsson 86] NA Olsson & JP Van der Ziel. *Cancellation of fiber loss by* semiconductor laser pumped Brillouin amplification at 1.5 µm. Applied physics letters, vol. 48, page 1329, 1986.
- [Origlio 08a] G. Origlio, A. Boukenter, M. Cannas, S. Girard, R. Boscaino, Y. Ouerdaneet al. Photoluminescence properties of point defects in Ge-doped fibers and preforms. 2008.
- [Origlio 08b] G. Origlio, A. Boukenter, S. Girard, N. Richard, M. Cannas, R. Boscaino & Y. Ouerdane. Irradiation induced defect in fluorine doped silica. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 2008.
- [Ott] M. N. Ott. Radiation effects data on commercially available optical fiber : database summary. pages 24–31, Phoenix, AZ, USA.

[Pacchioni 00]
 G. Pacchioni, L. Skuja & D. L. Griscom. Defects in SiO2 and related dielectrics : Science and Technology. Kluwer Academic, 2000.
 [Parc 06]
 R. Le Parc & et al. Influence of fictive temperature and composition of silica glass on anomalous elastic behaviour. Journal of Physics : Condensed Matter, vol. 18, no. 32, page 7507, 2006.

[Pheron 11] X. Pheron, Y. Ouerdane, S. Girard, B. Tortech,

S. Delepine-Lesoille, J. Bertrand, Y. Sikali Mamdem &

A. Boukenter. UV irradiation influence on stimulated
Brillouin scattering in photosensitive optical fibres. Electronics
Letters, vol. 47, no. 2, pages 132–132, 2011.

[Primak 68] William Primak. The Radiation Compaction of Vitreous Silica.

Journal of Applied Physics, vol. 39, no. 12, pages 5651–5651, 1968.

- [Regnier 07] Elise Regnier, Ivo Flammer, Sylvain Girard, Frans Gooijer, Frank Achten & Gerard Kuyt. Low-Dose Radiation-Induced Attenuation at InfraRed Wavelengths for P-Doped, Ge-Doped and Pure Silica-Core Optical Fibres. IEEE Transactions on Nuclear Science, vol. 54, no. 4, pages 1115–1119, 2007.
- [S. Girard 05] J. Baggio A. Boukenter J.-P. Meunier S. Girard Y. Ouerdane & J.-L. Leray. Comparaison des effets des irradiations γ, X et UV dans les fibres optiques. J. Phys IV France, vol. 127, pages 139–143, 2005.
- [Sang 08] Alex K. Sang, Mark E. Froggatt, Dawn K. Gifford, Stephen T. Kreger & Bryan D. Dickerson. One Centimeter Spatial Resolution Temperature Measurements in a Nuclear Reactor Using Rayleigh Scatter in Optical Fiber. IEEE Sensors Journal, vol. 8, no. 7, pages 1375–1380, 2008.
- [Sasajima 03] Y. Sasajima & K. Tanimura. Optical transitions of self-trapped holes in amorphous SiO_ {2}. Physical Review B, vol. 68, no. 1, page 014204, 2003.
- [Semjonov 97] SL Semjonov, MM Bubnov, NB Kurinov & AG Schebuniaev. Stability of mechanical properties of silica based optical fibres under γ-radiation. In Radiation and Its Effects on Components and Systems, 1997. RADECS 97. Fourth European Conference on, pages 472–475. IEEE, 1997.
- [Shibata 87] Nori Shibata, Robert G. Waarts & Ralf P. Braun. *Brillouingain spectra for single-mode fibers having pure-silica, GeO2doped, and P2O5-doped cores.* Optics Letters, vol. 12, no. 4, pages 269–271, 1987.
- [Shimizu 94] K. Shimizu, T. Horiguchi, Y. Koyamada & T. Kurashima. Coherent self-heterodyne Brillouin OTDR for measurement of Brillouin frequency shift distribution in optical fibers. Lightwave Technology, Journal of, vol. 12, no. 5, pages 730– 736, 1994.
- [Sikali-Mamdem 12] Yolande Sikali-Mamdem. Capteurs à fibres optiques répartis par effet Brillouin : Séparation de la dépendance à la

température et à la déformation. PhD thesis, Telecom ParisTech, 2012.

[Skuja 98] L. Skuja. Optically active oxygen-deficiency-related centers in amorphous silicon dioxide. Journal of Non-Crystalline Solids, vol. 239, pages 16–48, 1998.

[Sulimov 96] V. B. Sulimov, V. O. Sokolov, E. M. Dianov & B. Poumellec. Photoinduced Structural Transformation in Silica Glass : The Role of Oxygen Vacancies in the Mechanism for UV-Written Refractive Index Gratings. Physica Status Solidi (a), vol. 158, pages 155–160, 1996.

[Takahashi 02] Masahide Takahashi, Takashi Uchino & Toshinobu Yoko. Correlation between Macro- and Microstructural Changes in

> *Ge :SiO2 and SiO2 Glasses under Intense Ultraviolet Irradiation*. Journal of the American Ceramic Society, vol. 85, no. 5, pages 1089–1092, 2002.

[Tan 97] C.Z. Tan & J. Arndt. *The mean polarizability and density of glasses*. Physica B : Condensed Matter, vol. 229, no. 3?4, pages 217–224, 1997.

[Timoshenko 34] S. Timoshenko. Theory of elasticity. Engineering societies monographs. McGraw-Hill book company, inc., 1934.

[Tohmon 89] R. Tohmon, H. Mizuno, Y. Ohki, K. Sasagne, K. Nagasawa &

Y. Hama. *Correlation of 5.0 and 7.6-eV absorption bands in SiO2 with oxygen vacancy*. Physical Review B, vol. 39, pages 1337–1345, 1989.

- [Uffelen 01] Marco Van Uffelen. *Modélisation de systèmes d'acquisition et de transmission à fibres optiques destinés à fonctionner en environnement nucléaire*. PhD thesis, Université de Paris 11, Orsay, France, 2001.
- [Van Nieuwenhove 04] R. Van Nieuwenhove. *Irradiation effects on temperature sensors* for *ITER application*. Rev. Sci. Instrum., vol. 75, no. 1, page 75, 2004.
- [Weeks 56] RA Weeks. *Paramagnetic resonance of lattice defects in irradiated quartz*. Journal of Applied Physics, vol. 27, no. 11, pages 1376–1381, 1956.
- [Yablon 04] A. D. Yablon. *Optical and Mechanical Effects of Frozen-in Stresses and Strains in Optical Fibers*. IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics, vol. 10, no. 2, pages 300–311, 2004.

[Yeniay 02]	A. Yeniay, J. M. Delavaux & J. Toulouse. <i>Spontaneous and stimulated Brillouin Scattering Gain Spectra in Optical Fibers</i> . IEEE, vol. 20, pages 1425–1432, 2002.
[Zabezhailov 01] Golant.	M.O. Zabezhailov, A.L. Tomashuk, I.V. Nikolin & K.M.
	Radiation-induced absorption in optical fibers in the near- infrared region : the effect of H2- and D2-loading. pages 192–194, 2001.
[Zou 06]	Lufan Zou, Xiaoyi Bao, Fabien Ravet & Liang Chen. Distributed Brillouin fiber sensor for detecting pipeline buckling in an energy pipe under internal pressure. Applied Optics, vol. 45, no. 14, pages 3372–3372, 2006.
[Zou 08a]	Lufan Zou & Maria Q. Feng. <i>Detection of micrometer crack by Brillouin-scattering-based distributed strain and temperature sensor</i> . pages 700419–700419–4–700419–700419–4, Perth, WA, Australia, 2008.
[Zou 08b]	Weiwen Zou, Zuyuan He & Kazuo Hotate. <i>Investigation of Strain- and Temperature-Dependences of Brillouin Frequency Shifts in GeO2-Doped Optical Fibers</i> . J. Lightwave Technol., vol. 26, no. 13, pages 1854–1861, Jul 2008.