



Développement de lasers à fibre opérant au-delà de 3 microns

Thèse

Frédéric Maes

Doctorat en physique
Philosophiæ doctor (Ph. D.)

Québec, Canada

Développement de lasers à fibre opérant au-delà de 3 microns

Thèse

Frédéric Maes

Sous la direction de:

Réal Vallée, directeur de recherche
Martin Bernier, codirecteur de recherche

Résumé

Un effort de recherche important est en cours afin de développer des sources de lumière cohérente dans la plage spectrale de l'infrarouge moyen afin de répondre aux besoins d'une variété de secteurs technologiques. Les lasers en fibre optique sont une plateforme de choix dans le développement de ces systèmes notamment en raison de leur robustesse, simplicité, compacité et qualité de faisceau. Toutefois, la démonstration de lasers à fibre optique à grande longueur d'onde est limitée par l'inefficacité des transitions laser impliquées.

Cette thèse vise le développement de lasers à fibre optique infrarouges opérant au-delà de la longueur d'onde de $3\ \mu\text{m}$. Notamment, différentes stratégies visant à pallier l'inefficacité des transitions laser à haute longueur d'onde sont étudiées. Leur implémentation au sein de systèmes en fibre optique a permis la démonstration de records de puissance et d'efficacité laser ainsi que de stabilité et de longueur d'onde d'émission à la température de la pièce.

Les chapitres 1 à 3 sont consacrés aux lasers à fibre optique de fluorozirconate dopés à l'ion erbium, et co-pompés à deux longueurs d'onde, opérant à $3.5\ \mu\text{m}$. Un modèle numérique permettant de simuler fidèlement ces lasers est présenté au chapitre 1, et est utilisé afin de prédire un phénomène d'extinction de la puissance laser, soit le *quenching*. Le chapitre 2 présente quant à lui le premier laser à fibre monolithique opérant à $3.55\ \mu\text{m}$ générant une puissance record de $5.6\ \text{W}$ et une efficacité laser de 36.9% tout en présentant une excellente stabilité. L'influence de la concentration de dopant erbium sur l'efficacité laser est étudiée au chapitre 3, et de nouveaux phénomènes optiques sont mis en évidence. Ce chapitre étudie également l'optimisation de lasers à fibre optique opérant à $3.5\ \mu\text{m}$. Le chapitre 4 présente le laser à fibre optique opérant à la plus grande longueur d'onde à la température de la pièce, soit $3.92\ \mu\text{m}$. Cette démonstration repose sur l'utilisation d'une nouvelle fibre optique de fluoroindate fortement dopée à l'ion holmium, et a mené à la génération de $\sim 200\ \text{mW}$ de puissance laser continue avec une efficacité en fonction de la pompe incidente de 10% . Le dernier chapitre de cette thèse étudie un phénomène limitant l'accroissement de la puissance des lasers à fibre optique infrarouges, soit la diffusion OH, et présente des solutions afin de la limiter et de l'inhiber. Les résultats contenus dans cette thèse représentent une avancée considérable dans le domaine des lasers à fibre optique infrarouges, et ouvrent la porte à l'amélioration future des performances de ces systèmes ainsi qu'à leur utilisation au sein d'applications.

Abstract

Considerable research efforts are being devoted to the development of coherent light sources in the mid-infrared spectral region to address the needs coming from various technological areas. Optical fiber lasers are regarded as top contenders in the development of such systems given their ruggedness, small footprint, simplicity and beam quality. However, the demonstration of fiber lasers extending in the infrared spectrum has been hindered by the intrinsic inefficiency of laser transitions at longer wavelengths.

This thesis is aimed towards the development of fiber lasers operating at wavelengths beyond $3\ \mu\text{m}$. To this extent, strategies mitigating the inefficiency of infrared rare-earth ion laser transitions are investigated. The successful implementation of these strategies within fiber laser systems enabled the achievement of record output powers, laser efficiencies, system stability as well as the demonstration of the longest room-temperature emission wavelength.

The work presented in this thesis has been focused on two fiber lasers as well as on the investigation of a photodegradation process limiting the power-scaling of high-power infrared fiber lasers. Chapters 1 to 3 are devoted to dual-wavelength pumped erbium-doped zirconium fluoride fiber lasers operating at $3.5\ \mu\text{m}$. A numerical model allowing the accurate simulation of the performances of these lasers is presented in chapter 1 and is used to predict a laser power *quenching* phenomenon. Chapter 2 presents the first monolithic $3.5\ \mu\text{m}$ fiber laser which enabled a record output power of $5.6\ \text{W}$ and an efficiency of 36.9% , whilst showing a good stability. The impact of the erbium doping concentration on the laser efficiency at $3.5\ \mu\text{m}$ is investigated in chapter 3 and different novel optical phenomena are identified. This chapter also examines the optimization of $3.5\ \mu\text{m}$ fiber lasers through numerical modeling. Chapter 4 presents the longest-wavelength room-temperature fiber laser operating at $3.92\ \mu\text{m}$. Using a novel heavily-holmium-doped indium fluoride fiber, an output power of roughly $200\ \text{mW}$ along with an efficiency of 10% with respect to the launched pump was achieved. The last chapter of this thesis is dedicated to the investigation of a phenomenon limiting the power-scaling of infrared high-power fiber lasers, i.e. OH diffusion, and presents different solutions for its mitigation. The work presented in this thesis constitutes a significant advancement in the field of infrared fiber lasers and will enable further scaling of the performances of such systems as well as facilitate their use in various applications.

Table des matières

Résumé	iii
Abstract	iv
Table des matières	v
Liste des tableaux	vii
Liste des figures	viii
Liste des acronymes, abréviation et symboles	xii
Remerciements	xvii
Avant-propos	xix
Organisation de la thèse	xix
Contribution personnelle aux articles publiés	xx
Introduction	1
I.1 Contexte et pertinence du projet	1
I.2 Fondements des lasers à fibre infrarouges	13
I.3 État de l’art des lasers à fibres opérant au-delà de 3 μm	30
1 Quenching of 3.4 μm dual-wavelength pumped erbium doped fiber lasers	45
1.1 Résumé	45
1.2 Abstract	45
1.3 Introduction	46
1.4 Theoretical Background	47
1.5 Experimental Setup	51
1.6 Results and Analysis	52
1.7 Discussion	57
1.8 Conclusion	59
2 5.6 W monolithic fiber laser at 3.55 μm	60
2.1 Résumé	60
2.2 Abstract	60
2.3 Introduction	61
2.4 Experimental Setup	62
2.5 Results and analysis	63

2.6	Numerical modeling	67
2.7	Conclusion	68
2.8	Funding	69
3	3.42 μm lasing in heavily-erbium-doped fluoride fibers	70
3.1	Résumé	70
3.2	Abstract	71
3.3	Introduction	71
3.4	Experimental setup	73
3.5	Numerical modeling	75
3.6	Results and discussion	76
3.7	Conclusion	85
4	Room temperature fiber laser at 3.92 μm	87
4.1	Résumé	87
4.2	Abstract	87
4.3	Introduction	88
4.4	Theoretical Background	90
4.5	Experimental Setup	91
4.6	Results and Analysis	93
4.7	Discussion	95
4.8	Conclusion	95
4.9	Funding	96
4.10	Acknowledgments	96
5	Endcapping of high-power 3 μm fiber lasers	97
5.1	Résumé	97
5.2	Abstract	98
5.3	Introduction	98
5.4	Experimental setup	99
5.5	Endcap splicing and manufacturing	100
5.6	Results and discussion	103
5.7	Conclusion	108
	Conclusion	110
C.1	Résumé	110
C.2	Perspectives	112
	Bibliographie	117

Liste des tableaux

I.1	Énergie de phonon, température de transition vitreuse, indice de réfraction dans la plage de transparence, densité, coefficient d'expansion thermique, conduction thermique et ténacité de différentes compositions de verre.	15
1.1	Spectroscopic and fiber parameters used in the numerical model	56
3.1	ET parameters (W_{ij}) used in the numerical model for different Er^{3+} -doping concentrations.	76
5.1	Endcap specifications	101
5.2	SiO_2 and GeO_2 endcap performances	105

Liste des figures

I.1	(a) Raies d'absorption de différents composés gazeux entre 2 - 20 μm et (b) raies d'absorption de différents hydrocarbures entre 3 - 3.6 μm	4
I.2	Illustration des trois principes d'opération en spectroscopie des gaz : (a) détection non dispersive infrarouge; (b) spectroscopie par laser accordable; (c) spectroscopie par peigne de fréquences.	6
I.3	Spectre d'absorption de différents polymères dans l'infrarouge acquis par ATR-FTIR. LDPE, polyéthylène faible densité; EVA, éthylène-acétate de vinyle; PP, polypropylène; HDPE, polyéthylène haute densité; PVC, polychlorure de vinyle; PU, polyuréthane.	7
I.4	Superposition du spectre de transmission atmosphérique et du spectre de rayonnement corps noir d'un corps à 1000, 800 et 600 K	9
I.5	Atténuations typiques en fonction de la longueur d'onde mesurées dans des fibres optiques basées sur des verres de silice, de fluorozirconate, de fluorindate, de sulfure d'arsenic, de séléniure d'arsenic et d'un verre de chalcogénure multi composants.	14
I.6	Coupe transversale d'une fibre optique de verre fluoré à base de ZrF_4 double gaine manufacturée par la compagnie Le Verre Fluoré.	18
I.7	Temps de vie non radiatif en fonction de (a) la longueur d'onde associée à la transition infrarouge à différentes températures et (b) en fonction de la température à différentes longueurs d'onde.	21
I.8	Représentation schématique des deux types de transferts d'énergie par paires d'ions de TR.	22
I.9	(a) Puissance CW monomode à 1976 nm et (b) spectre laser à la sortie d'un LFO en fibre de silice dopée aux ions Tm^{3+} et pompé par la gaine à 793 nm.	26
I.10	(a) Diagramme d'énergie simplifié de l'ion Dy^{3+} avec transitions optiques d'intérêt et (b) sections efficaces d'absorption et d'émission liées à la transition entre les niveaux ${}^6H_{15/2}$ et ${}^6H_{13/2}$	30
I.11	Diagramme d'énergie simplifié du système $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ avec transitions optiques et transferts d'énergie d'intérêts (ETU et CR) liés à l'émission laser à 3.5 μm sur la transition ${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^4I_{9/2}$	32
I.12	Sections efficaces d'absorption et d'émission liées à la transition entre les niveaux ${}^4I_{9/2}$ et ${}^4F_{9/2}$	34
I.13	Sections efficaces d'absorption et d'émission GSA et ESA dans un verre de $\text{Er}^{3+}:\text{ZBLAN}$ autour de 980 nm.	35
I.14	Sections efficaces d'absorption et d'émission VGSA autour de 1976 nm dans du $\text{Er}^{3+}:\text{ZBLAN}$	36
I.15	Diagramme d'énergie partiel de l'ion Ho^{3+} avec transitions optiques et transferts d'énergie par paires d'ions d'intérêt.	41

I.16	(a) Section efficace d'émission de la transition ${}^5I_5 \rightarrow {}^5I_6$ et (b) section efficace d'absorption de la transition ${}^5I_8 \rightarrow {}^5I_5$ dans de l' $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ dopé à 10 mol % . . .	43
1.1	Energy diagram of the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ system with relevant optical transitions and energy transfers for 3.4 μm fiber lasers based on a DWP scheme. 974 nm pump (P_1) transitions are displayed in blue while 1976 nm pump (P_2) transitions are displayed in green. Straight black arrows are the energy transfers (ET) and curved arrows correspond to rapid multiphonon relaxation (MPR).	47
1.2	Experimental setup of the 3.4 μm DWP $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ cavity.	52
1.3	3.4 μm output power as a function of the launched P_2 power for three different P_1 powers (4.17, 4.46 and 4.74 W). Individual points correspond to experimental measurements whereas the continuous lines represent simulation results.	53
1.4	Normalized 550 nm fluorescence intensity as a function of the launched P_2 power for three different P_1 powers (4.17, 4.46 and 4.74 W). Individual points correspond to experimental measurements whereas the continuous lines represent simulation results.	55
1.5	Calculated (a) 3.44 μm output power and (b) 550 nm fluorescence when ESA_2 is included (red curves) and excluded (blue curves). The 974 nm pump power was fixed at $P_1 = 4.46$ W. The square points represent experimental data.	57
2.1	Experimental setup of the monolithic DWP $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber laser (HR-FBG : high-reflectivity FBG, LR-FBG : low-reflectivity FBG, RCPS : residual cladding pump stripper). The inset shows a simplified energy diagram with relevant optical transitions.	63
2.2	Laser spectrum at output powers of 0.3 and 5.3 W superposed with the transmission spectrum of the LR and HR-FBGs.	64
2.3	Output power at 3.55 μm as a function of the launched 1976 nm pump power for five different launched 976 nm pump powers. Continuous curves are numerical modeling results.	65
2.4	Output power at 3.55 μm as a function of the launched 976 nm pump power for three different launched 1976 nm pump powers. Continuous curves are numerical modeling results.	66
2.5	Hour long stability test for three different output powers of the monolithic 3.55 μm all-fiber laser cavity. Δ_{RMS} and Δ_{pp} refer to normalized root mean square and peak-to-peak deviations, respectively.	67
2.6	Experimental slope and threshold of the 3.55 μm laser with respect to the launched 1976 nm pump for different LR-FBG reflectivities. Continuous curves are numerical modeling results.	68
3.1	Energy level diagram of the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ system with relevant processes for 3.42 μm laser emission through DWP. The lifetimes of the different energy levels are given on the right. GSA, ground-state absorption at 976 nm; ESA, excited-state absorption at 976 nm; VGSA, virtual ground-state absorption at 1976 nm; VESA, virtual excited-state absorption at 1976 nm; W_{ij} , ion-pair ET process; MPR, multiphonon relaxation. Circled numbers indicate the progression of the ions during the excitation trapping mechanism detailed in section 3.6.3.	72

3.2	Schematic of the DWP monolithic 7 mol% Er ³⁺ :ZrF ₄ fiber laser cavity at 3.42 μm. L ₁ - L ₂ , 12.7 mm plano-convex aspheric ZnSe lenses; M ₁ , gold mirror; DM ₁ - DM ₂ , dichroic mirrors transmitting at 976 nm and 3.4 μm and reflecting at 1976 nm; RCPS, residual cladding pump stripper; BD, beam dump; L ₃ , f=25.4 mm convex lens; LD, multimode 976 nm laser diode.	73
3.3	(a) Transmission spectra around 3425 nm of the HR and LR-FBGs measured with a 0.2 nm resolution and (b) broadband transmission spectrum of the HR-FBG from 1800 to 3400 nm.	74
3.4	(a) Laser output power at 3.42 μm as a function of the launched 1976 nm core pump for different launched 976 nm cladding pump. (b) Laser output power at 3.42 μm as a function of the launched 976 nm cladding pump for different launched 1976 nm core pump. Scattered points represent experimental data while numerical modeling results are given by solid lines.	77
3.5	Spectrum of the DWP Er ³⁺ :ZrF ₄ fiber laser at different output powers.	78
3.6	(a) Simulated output power, (b) slope efficiency, (c) threshold and (d) heat load at the HR-FBG as a function of the reflectivity of the LR-FBG of 3.42 μm DWP Er ³⁺ :ZrF ₄ fiber cavities using 1, 4 or 7 mol% Er ³⁺ concentrations. The reflectivity of the HR-FBG was fixed at 99 % while the co-directional launched 1976 nm core pump was fixed at 50 W. The 976 nm cladding pump and the cavity's length were adjusted beforehand for each concentration.	80
3.7	(a) Photograph of the luminescent grating in the core of the Er ³⁺ :ZrF ₄ fiber when only the 1976 nm pump was activated and increased slightly above the excitation trapping threshold (≈ 5 W); no image processing was used to enhance the quality of the picture. (b) Simulated intensity distribution of the 1976 nm pump within the core of the Er ³⁺ :ZrF ₄ fiber.	81
3.8	(a) Normalized population in the excited energy levels of the 7 mol% Er ³⁺ :ZrF ₄ system as a function of the 1976 nm pump intensity. (b) Normalized population inversion on the ⁴ F _{9/2} → ⁴ I _{9/2} transition at 3.4 μm as a function of the 1976 nm pump intensity for different Er ³⁺ concentrations. The colored curves are representative of the color of the fluorescence emitted by their associated levels.	82
3.9	Experimentally observed bistability of the 3.42 μm output power from the DWP 7 mol% Er ³⁺ :ZrF ₄ fiber laser depending on which pump is activated first.	84
4.1	Record continuous-wave output powers from room temperature RE-doped MIR FLs with respect to emitted wavelength.	89
4.2	(a) Energy level diagram of the Ho ³⁺ :InF ₃ system with relevant physical processes, (b) cross-section of the ⁵ I ₅ → ⁵ I ₆ emission and (c) cross-section of the ⁵ I ₈ → ⁵ I ₅ absorption. GSA, ground state absorption; ESA, excited state absorption; ETU, energy transfer upconversion.	91
4.3	Experimental setup of the room temperature fiber laser at 3.92 μm. LD, 888 nm multimode laser diode; L ₁ - L ₂ , lenses in 1 :2 de-magnification configuration; M ₁ -M ₂ , gold sputtered mirrors; DM ₁ , home sputtered quartz dichroic mirror; DM ₂ , home sputtered ZnSe dichroic mirror; PF, pump filter.	92
4.4	Core attenuation of the Ho ³⁺ :InF ₃ fiber from 0.5 to 5.0 μm measured by cutback.	92
4.5	Output power at 3.92 μm with respect to the absorbed pump power.	93
4.6	Spectrum of the Ho ³⁺ :InF ₃ fiber laser for different output powers.	94

5.1	Experimental setup used to monitor the degradation over time of the different endcaps when subjected to 20 W of output power at 3 μm	100
5.2	Photographs of the different endcaps taken with the imaging system of the Vytran GPX.	102
5.3	Photographs of the interface between the ZrF_4 relay fiber and (a) the SiO_2 and (b) the $\text{Er}^{3+}:\text{YAG}$ endcaps.	103
5.4	Measured temperature of the endcaps' output face as a function time for a constant 3 μm output power of 20 W	104
5.5	Measured temperature of the (a) ZrF_4 , (b) AlF_3 and (c) Al_2O_3 endcaps compared to their Si_3N_4 coated counterparts as a function of time.	107
C.6	Image d'une fusion monomode entre une fibre de silice double gaine (droite) et une fibre de ZrF_4 double gaine (gauche) réalisée avec une fusionneuse Vytran GPX équipée d'un filament d'iridium.	113

Liste des acronymes, abréviation et symboles

Liste des acronymes et abréviations

BD	<i>Beam dump</i> en anglais, ou collecteur de faisceau en français
CR	<i>Cross relaxation</i> en anglais, transfert d'énergie croisé en français
CW	<i>Continuous-wave</i> en anglais, ou émission continue en français
DIRCM	<i>Directional infrared counter measure</i> en anglais, contre-mesures infrarouges à effet dirigé en français
DM	<i>Dichroic mirror</i> en anglais, ou miroir dichroïque en français
DWP	<i>Dual-wavelength pumping</i> en anglais, co-pompage à deux longueurs d'onde en français
ESA	<i>Excited-state absorption</i> en anglais, absorption à l'état excité en français
ETU	<i>Energy transfer upconversion</i> en anglais, conversion ascendante de photons par transfert d'énergie en français
ET	<i>Ion-pair energy transfert</i> en anglais, transfert d'énergie par paires d'ions en français
FBG	<i>Fiber Bragg grating</i> en anglais, réseau de Bragg en français
FL	<i>Fiber laser</i> en anglais, ou laser à fibre optique en français
FSOC	<i>Free-space optical communication</i> en anglais, communication optique en espace libre en français
FWHM	<i>Full-width half max</i> en anglais, ou largeur à mi-hauteur en français
GSA	<i>Ground state absorption</i> en anglais, absorption à l'état fondamentale en français
HR-FBG	<i>High-reflectivity fiber Bragg grating</i> en anglais, réseau de Bragg haute réflectivité en français

HRDM	<i>High reflectivity dichroic mirror</i> en anglais, ou miroir dichroïque haute réflectivité en français
IRM	Infrarouge moyen
LD	<i>Laser diode</i> en anglais, ou diode laser en français
LFO	Laser à fibre optique
LG	<i>Luminescent grating</i> en anglais, ou réseau luminescent en français
LR-FBG	<i>Low-reflectivity fiber Bragg grating</i> en anglais, réseau de Bragg faible réflectivité en français
LWIR	<i>Long-wavelength infrared</i> en anglais, infrarouge lointain en français
MIR	<i>Mid-infrared</i> en anglais, ou infrarouge moyen en français
MPR	<i>Multiphonon relaxation</i> en anglais, relaxation multiphononique en français
MWIR	<i>Mid-wavelength infrared</i> en anglais, infrarouge moyen en français
NA	<i>Numerical aperture</i> en anglais, ou ouverture numérique en français
OSA	<i>Optical spectrum analyser</i> en anglais, ou analyseur de spectre optique en français
PF	<i>Pump filter</i> en anglais, ou filtre de pompe en français
QCL	<i>Quantum cascade laser</i> en anglais, ou laser à cascade quantique en français
RCPS	<i>Residual cladding mode stripper</i> en anglais, ou supprimeur de modes de gaine en français
RE	<i>Rare earth</i> en anglais, ou terre rare en français
RFL	<i>Raman fiber laser</i> en anglais, ou laser à fibre Raman en français
TR	Terre rare
UV	Ultraviolet
VESA	<i>Virtual excited state absorption</i> en anglais, absorption à l'état excité virtuel en français
VGSA	<i>Virtual ground state absorption</i> en anglais, absorption à l'état fondamental virtuel en français
VGS	<i>Virtual ground state</i> en anglais, état fondamental virtuel en français

Symboles et constantes physiques

α	Pertes de fonds de la fibre optique [m^{-1}]
β_{eff}	Taux de branchement effectif

β_{ij}	Taux de branchement du niveau excité i au niveau inférieur j
ΔE_{ij}	Énergie exo/endothermique générée par le transfert d'énergie défini par le paramètre W_{ij} [J]
Γ	Confinement de la lumière
σ	Section efficace [m ²]
τ_i	Temps de vie intrinsèque du niveau excité i [s ⁻¹]
A	Aire [m ²]
a	Rayon du coeur de la fibre optique [m]
c	Vitesse de la lumière dans le vide, 299 792 458 m/s
$d_{clad,eff}$	Diamètre effectif de la gaine de la fibre optique [m]
d_{clad}	Diamètre de la gaine de la fibre optique [m]
E	Énergie [J]
G_{ij}	Gain optique sur la transition du niveau i vers le niveau j [m ⁻¹]
h	Constante de Planck, $6.626\,070\,04 \times 10^{-34}$ m ² · kg/s
k	Constante de Boltzmann, $1.380\,648\,52 \times 10^{-23}$ m ² · kg · s ⁻² · K ⁻¹
L	Longueur de la fibre optique [m]
N_i	Densité de population ionique dans le niveau d'énergie i [m ⁻³]
P	Puissance optique [W]
q	Charge thermique [W · m ⁻¹]
R_{ESA}	Taux de pompage optique lié à l'absorption à l'état excité [s ⁻¹ m ⁻³]
R_{GSA}	Taux de pompage optique lié à l'absorption à l'état fondamental [s ⁻¹ m ⁻³]
R_{in}	Réfectivité d'entrée
R_{out}	Réfectivité de sortie
R_{VGSA}	Taux de pompage optique lié à l'absorption à l'état fondamental virtuel [s ⁻¹ m ⁻³]
w	Rayon du mode fondamental dans le coeur de la fibre optique [m]
W_{ijkl}	Paramètre lié au transfert d'énergie $i, j \rightarrow k, l$ [m ³ s ⁻¹]
z	Position selon l'axe optique de la fibre optique [m]

*À mes parents Guy et Patricia,
pour votre amour et support
inconditionnel.*

We moeten maar zo goed niet
zijn.

Anonyme

Remerciements

La complétion de ce doctorat est un évènement marquant dans ma vie et constituera une grande source de fierté dans l'avenir. Bien que ce travail est le résultat de maintes heures que j'ai consacrées au laboratoire, il n'aurait jamais été possible sans la contribution de plusieurs personnes dans mon entourage qui m'ont aidées, guidées et supportées moralement. Ici, je tiens à remercier certaines de ces personnes clés qui ont grandement contribué à mon parcours académique et personnel.

Tout d'abord, je tiens à remercier mon directeur de recherche Prof. Réal Vallée et mon co-directeur de recherche Prof. Martin Bernier. Au-delà de votre supervision technique, vos conseils auront eu un impact important sur mon développement professionnel, un impact qui se fera sentir tout le long de ma carrière. Je vous suis également reconnaissant pour la confiance que vous m'avez accordée au cours de ces années, celle-ci a été une source de motivation importante m'ayant permis de réaliser mes contributions. Ces dernières ont également été rendues possibles par le cadre de recherche unique que vous offrez à vos étudiants et qui leur permet de se développer pleinement en tant que scientifique.

Réal, je veux vous remercier particulièrement, car sans vous je n'aurais jamais eu la piquêre pour l'optique, la photonique et les lasers. Depuis notre première rencontre dans le cours d'optique au baccalauréat jusqu'à la toute fin de mon doctorat, vous avez perçu en moi un potentiel et su le développer au fil du temps. Vos conseils ainsi que votre vision auront servi de gouvernail pour mes études graduées.

Martin, je me souviendrai toujours des nombreuses nuits que nous avons passées au laboratoire à écrire des réseaux de Bragg, ainsi que celles passées à Zurich et à Munich. Vous m'avez appris à foncer en recherche, ce qui m'a permis de réaliser des contributions inattendues. Pour paraphraser vos mots, vous avez su faire ressortir le meilleur de moi, même si ça n'a pas toujours été facile.

Une personne particulièrement importante au sein de mon parcours aura été Vincent Fortin, mon mentor et ami. Grâce à sa passion, sa patience, sa capacité à vulgariser ainsi que ses compétences scientifiques exceptionnelles, Vincent a su me transmettre ses connaissances et me donner des conseils indispensables à la réalisation de mes travaux.

Je tiens également à remercier toute l'équipe du COPL. Je remercie particulièrement Marc D'Auteuil et Stéphan Gagnon pour leur assistance au laboratoire, ainsi que Diane Déziel, Martin Blouin et Cinthia Ricard-Côté pour leur soutien administratif. J'ai perdu le décompte sur le nombre incalculable de fois où j'ai cogné à votre porte et que vous vous êtes précipité à fournir votre aide. Je veux aussi exprimer ma gratitude envers Souleymane Toubou Bah qui m'aura fourni son aide dans la déposition de couches minces. Il va sans dire que le cadre offert par le COPL, ainsi que son équipe exceptionnelle, aura été déterminant dans la réalisation de mes travaux.

Durant mon doctorat, j'ai également pu compter sur mes collègues, et amis proches, Samuel Gouin, Sébastien Magnan, Yigit Ozan Aydin, Simon Duval et Louis-Rafaël Robichaud. Vous m'avez offert un support moral inestimable tant dans le contexte de mes études que dans ma vie personnelle. Je tiens également à remercier tous les membres de l'équipe de recherche du Prof. Vallée et du Prof. Bernier pour avoir embelli mon parcours académique et d'en avoir fait une expérience inoubliable !

Je veux aussi souligner l'appui d'une personne qui m'est très chère, ma copine Marie Bertrand. Marie, tu m'as accompagné lors des derniers moments de cette aventure et tu m'as donné la motivation pour tout donner afin d'arriver à la fin. Sans toi, la finalité de ce doctorat n'aurait pas été aussi rayonnante.

Finalement, je veux offrir des remerciements spéciaux à des personnes que j'aime profondément soit mon père Guy, ma mère Patricia et mon frère Christophe. Papa et maman, c'est grâce à votre dévotion et à votre soutien intarissable que je suis devenu la personne que je suis aujourd'hui. Votre amour est la source de toutes mes réalisations et vos conseils m'auront permis de prendre les bonnes décisions durant mon cheminement académique et personnel. Christophe, je suis extrêmement chanceux de t'avoir comme frère et tu trouveras toujours le tour de me faire rire. Je vous serai reconnaissant toute ma vie.

Avant-propos

Cette thèse détaille le développement de lasers à fibre optique dopés aux ions de terre rare opérant au-delà de $3\ \mu\text{m}$ en régime d'émission continu. Ces systèmes optiques sont hautement convoités afin de répondre aux besoins de diverses applications dans les domaines de la spectroscopie, de la contre-mesure militaire et de la télécommunication optique ainsi que dans le secteur industriel. Malgré le fait que certaines démonstrations de lasers en fibre optique émettant au-delà de $3\ \mu\text{m}$ ont été réalisées dans les années 90, ces travaux ont révélé la faible efficacité des transitions laser impliquées. Faute de stratégies pouvant pallier ce problème, aucune avancée majeure n'a été réalisée dans le domaine entre 1998 et 2014. Dans le contexte de cette thèse, différentes stratégies permettant d'augmenter l'efficacité des transitions laser au sein d'ions de terres rares sont étudiées. Cette étude a mené à la démonstration de lasers à fibre optique opérant autour de 3.5 et $3.9\ \mu\text{m}$ ayant établi des records de puissance, d'efficacité laser, de stabilité spectrale et temporelle, ainsi que de longueur d'onde d'émission à la température de la pièce. Cette thèse s'est également intéressée à la photodégradation des verres fluorés autour de $3\ \mu\text{m}$, un phénomène limitant l'accroissement de la puissance des lasers à fibre optique haute-puissance infrarouges, et aux méthodes permettant de la prévenir. Le travail présenté au sein de cette thèse a été réalisé au Centre d'optique, photonique et laser (COPL) de l'Université Laval sous la direction du professeur Réal Vallée et la co-supervision du professeur Martin Bernier.

Organisation de la thèse

Cette thèse comprend une introduction, cinq chapitres et une conclusion. L'introduction justifie la réalisation des travaux de cette thèse, présente les applications clés pouvant bénéficier du développement de lasers à fibre optique émettant au-delà de $3\ \mu\text{m}$ et détaille les composants d'un laser à fibre optique infrarouge. Elle présente également une revue de l'état de l'art de ces systèmes en portant une attention particulière aux systèmes opérant à 3.5 et $3.9\ \mu\text{m}$. Le contenu présenté au sein de l'introduction est primordial à la compréhension des travaux et résultats présentés dans les chapitres subséquents. Ces chapitres correspondent à des articles publiés dans des revues scientifiques durant la réalisation de ce projet de recherche. Ils sont présentés en anglais, soit la langue originale de publication, mais la numérotation des figures,

des équations et des références a été adaptée au format de cette thèse afin d'homogénéiser l'ouvrage. Ainsi, la numérotation des références au sein de l'article original peut différer de la numérotation au sein de cette thèse. La conclusion résume quant à elle les contributions réalisées durant ce projet de recherche et présente également certaines perspectives liées au développement de lasers à fibre optique au-delà de $3\ \mu\text{m}$.

Contribution personnelle aux articles publiés

Le chapitre 1 correspond à l'article "Quenching of $3.4\ \mu\text{m}$ Dual-Wavelength Pumped Erbium Doped Fiber Lasers" paru en avril 2017 dans la revue **IEEE Journal of Quantum Electronics**, Vol. 53, pp. 8 (F. Maes, V. Fortin, M. Bernier et R. Vallée). Ce papier présente un modèle numérique permettant de simuler les lasers à fibre optique co-pompés à deux longueurs d'onde opérant à $3.5\ \mu\text{m}$. Le modèle est également comparé à des résultats expérimentaux et est utilisé afin de mettre en lumière un nouveau processus d'absorption à l'état excité nuisant à l'effet laser à $3.5\ \mu\text{m}$. Mes contributions à la publication de ce papier sont :

- Établissement des équations de niveaux et des équations de propagation de la puissance pertinentes à l'émission laser à $3.5\ \mu\text{m}$ au sein de fibres optiques de verre fluoré dopées à l'ion erbium.
- Implémentations des équations au sein d'un modèle numérique sur Matlab, et par la suite sur Python.
- Prédiction via simulation numérique du phénomène de quenching de la puissance à $3.4\ \mu\text{m}$.
- Mesures de la puissance laser et de la fluorescence radiale à $550\ \text{nm}$ sur un laser à fibre optique opérant à $3.4\ \mu\text{m}$.
- Comparaison des données expérimentales aux prédictions des simulations numériques.
- Rédaction de l'article scientifique.

Le chapitre 2 correspond à l'article "5.6 W monolithic fiber laser at $3.55\ \mu\text{m}$ " paru en juin 2017 dans la revue **Optics Letters**, Vol. 42, p. 2054-2057 (F. Maes, V. Fortin, M. Bernier et R. Vallée). Ce papier présente le premier laser à fibre monolithique à $3.55\ \mu\text{m}$ produisant une puissance record de $5.6\ \text{W}$ avec une efficacité laser de 36.9% tout en exhibant une excellente stabilité. Ces performances sont atteintes via l'utilisation de réseaux de Bragg optimisés et photo-inscrits par impulsions femtosecondes à $800\ \text{nm}$ dans le coeur de la fibre de fluorozirconate dopé à l'ion erbium. L'article présente également des résultats de simulation numérique démontrant un excellent accord avec les mesures expérimentales. Mes contributions à la publication de cet article sont :

- Caractérisation des pertes optiques dans le coeur des réseaux de Bragg.
- Assemblage de la source de pompage à $1976\ \text{nm}$ et de la cavité laser à $3.55\ \mu\text{m}$.

- Réalisation des mesures expérimentales.
- Comparaison des données expérimentales aux prédictions des simulations numériques.
- Rédaction de l'article scientifique.

Les travaux présentés dans les chapitres 1 et 2 ont été le sujet de trois présentations orales à des conférences internationales soit Photonics North 2016 (Québec, Canada), CLEO 2017 (Munich, Allemagne) et OSA Advanced Photonics Congress 2018 (Zürich, Suisse).

Le chapitre 3 correspond à l'article "3.42 μm lasing in heavily-erbium-doped fluoride fibers" paru en février 2019 dans la revue **Optics Express**, Vol. 27, p. 2170-2183 (F. Maes, C. Stihler, L.-P. Pleau, V. Fortin, J. Limpert, M. Bernier et R. Vallée). Cet article étudie l'effet laser à 3.5 μm au sein d'un laser à fibre de fluorozirconate monolithique fortement dopé à l'ion erbium. Il met notamment en évidence l'effet bénéfique de la concentration élevée d'erbium sur l'émission à 3.5 μm et montre la présence de nouveaux phénomènes optiques au sein du laser (interférence modale transverse à la longueur d'onde de pompage, avalanche photonique et bistabilité de la puissance laser). Des simulations numériques valident encore une fois les mesures expérimentales et sont par la suite utilisées afin d'optimiser des lasers à fibre optique opérant à 3.5 μm . Mes contributions à la publication de cet article sont identiques à celles de l'article présenté au chapitre 2. Les travaux présentés dans cet article ont été le sujet de deux présentations orales à des conférences internationales soit OSA Advanced Photonics Congress 2018 (Zürich, Suisse), où j'ai remporté le prix du deuxième meilleur résumé étudiant, ainsi que ASSL 2019 (Vienne, Autriche), où j'ai remporté le premier prix de la meilleure présentation étudiante.

Le chapitre 4 correspond à l'article "Room-temperature fiber laser at 3.92 μm " paru en juillet 2018 dans la revue **Optica**, Vol. 5, p. 761-764 (F. Maes, V. Fortin, S. Poulain, M. Poulain, J.-Y. Carrée, M. Bernier et R. Vallée). Ce papier présente le laser en fibre optique opérant à la plus longue longueur d'onde jamais produite par un laser à fibre à la température de la pièce. En utilisant une nouvelle fibre à base d'un verre de fluorindate dopé à l'ion holmium, une puissance laser d'environ 200 mW est démontrée en utilisant un pompage par la gaine à 888 nm. Mes contributions à la publication de cet article sont :

- Assemblage de la cavité laser à 3.92 μm .
- Réalisation des mesures expérimentales.
- Identification des processus (transferts d'énergie par paires d'ions et absorption à l'état excité à la longueur d'onde de pompe) contribuant à la dynamique laser à 3.92 μm .
- Rédaction de l'article scientifique.

Ces travaux ont été le sujet de deux présentations à des conférences internationales soit Photonics North 2018 (Montréal, Canada) et ISNOG 2018 (Québec, Canada).

Le chapitre 5 correspond à l'article "Endcapping of high-power 3 μm fiber lasers" paru en juillet 2019 dans la revue **Optics Express**, Vol. 27, p. 20659-20669 (Y. O. Aydin, F. Maes, V. Fortin, S. T. Bah, R. Vallée et M. Bernier). Cet article étudie la photodégradation induite par diffusion des groupes OH de l'extrémité de sortie des lasers à fibre optique haute puissance infrarouges, un enjeu limitant l'opération à long terme et l'accroissement de la puissance de ces systèmes. La dégradation de différents embouts de protection fabriqués à la sortie d'un laser à fibre haute puissance à 3 μm est testée, et une nouvelle technique permettant d'inhiber totalement la diffusion OH est validée sur un laser à fibre générant 20 W de puissance à 3 μm . Cette technique repose sur la déposition d'une couche mince de nitrure de silicium sur la face de sortie du laser à fibre afin de créer une barrière imperméable à la diffusion de la vapeur d'eau. L'étude démontre que cette méthode est une solution permettant le développement de systèmes haute puissance infrarouges, pouvant livrer autour de 100 W de puissance à 2.8 μm , par exemple. Le rôle de premier auteur de cet article est partagé avec mon collègue Yigit Ozan Aydin. Mes contributions à la publication de ce papier sont :

- Fabrication des embouts de protection à base de fibre de silice, de fibre de YAG dopé erbium et de fibre de saphir.
- Réalisation de certaines mesures expérimentales.
- Identification des processus de dégradation OH liés aux différents embouts de protection.
- Rédaction de l'article scientifique.

Ces travaux ont été le sujet d'une présentation orale à Photonics West 2020 (San Francisco, États-Unis).

Introduction

I.1 Contexte et pertinence du projet

Le 16 mai 1960, Theodore H. Maiman opéra avec succès le tout premier laser et marqua du même trait le commencement d'une ère nouvelle en recherche fondamentale et appliquée [1]. Le mot laser est un acronyme pour *light amplification by stimulated emission of radiation* [2] et est en fait une extension du terme *maser* utilisé afin de décrire les dispositifs développés une décennie plus tôt permettant l'amplification par émission stimulée de radiation de micro-ondes [3]. Avant même sa démonstration, les propriétés du laser, ainsi que la pluralité de ses applications, étaient déjà comprises [4; 1]. En effet, les lasers permettent la génération de lumière cohérente, monochromatique et à haute intensité optique, soit des propriétés optiques qu'il est impossible de générer autrement [1].

Depuis la démonstration pionnière de Maiman en 1960, les systèmes laser ont rapidement proliféré, de même que leur utilisation dans pratiquement toutes les sphères d'activités humaines. Dans le secteur médical, la technologie laser peut être utilisée à la fois comme outil de diagnostic et comme outil d'ablation ou de découpe de tissus [5]. Similairement, la découpe ou la soudure laser de matériaux à base de métaux, de polymère et de verre, sont devenus le standard en termes de précision et même de vitesse dans les secteurs industriels [6]. Les systèmes laser sont également devenus l'outil d'étude de prédilection des spectroscopistes afin d'étudier la matière en phase solide, liquide ou gazeuse en raison de leur cohérence ainsi que de leur stabilité spectrale et temporelle [7; 8]. Le développement de la technologie laser a également permis l'implémentation du réseau de télécommunications optiques actuel où l'information est encodée sous forme de lumière laser et véhiculée autour du monde au moyen d'un système de relais et de modules d'amplification laser à base de fibre optique. Dans le domaine militaire, les lasers sont couramment utilisés pour identifier ou positionner des cibles, au sein de systèmes de contre-mesure ou même, plus récemment, comme arme à énergie dirigée.

De nos jours, les systèmes laser les plus répandus sont les lasers à semi-conducteurs, les systèmes laser à amplification non linéaire comme les oscillateurs paramétriques optiques (OPOs), les lasers à gaz, comme le laser à gaz carbonique (CO₂), et les lasers à fibre optique (LFOs). Parmi ces technologies, les LFOs se sont distingués des autres technologies dans les deux der-

nières décennies en raison de leurs propriétés uniques. En effet, ces systèmes jouissent d'une qualité de faisceau inégalable, limitée par la diffraction en régime monomode, qui leur est accordée par les propriétés de guidage de la fibre optique. Le confinement de la lumière dans le coeur dopé de la fibre permet également l'utilisation de milieux de gain laser relativement longs, une caractéristique favorisant l'accroissement de la puissance tout en répartissant la charge thermique dans le système. Finalement, les LFOs sont généralement plus compacts et robustes, et peuvent devenir presque insensibles aux perturbations ou chocs environnementaux lorsqu'ils disposent d'une architecture tout-fibre, soit dépourvue de composants optiques en espace libre.

Le premier LFO opérant en régime monomode fut démontré en 1985 par Mears *et al.* [9] et était composé d'une fibre de silice dont le coeur était dopé à l'ion néodyme (Nd^{3+}). Une émission laser entre 1070 et 1090 nm fut enregistrée lorsque la fibre était pompée à l'aide d'une diode laser à 820 nm ou un laser à colorant à 633 nm, tandis qu'une puissance maximale en régime continu (*continuous-wave, CW*) de 2 mW fut mesurée. Depuis, des LFOs de silice dopée à l'ion ytterbium (Yb^{3+}) générant jusqu'à 20 kW en régime monomode ou 500 kW en régime multimode CW à une longueur d'onde de 1 μm sont disponibles commercialement [10]. En tirant avantage des transitions laser au sein de l'ion erbium (Er^{3+}) et de l'ion thulium (Tm^{3+}), des systèmes commerciaux haute-puissance opérant à 1.5 et 2 μm , respectivement, ont également été développés.

Toutefois, le développement de certaines technologies pouvant répondre aux besoins de l'avenir requiert des sources de lumière cohérente haute puissance à des longueurs d'onde plus grandes. Or, la limite de transparence de la silice, située autour de 2.4 μm [11], a limité le développement de LFOs infrarouges, malgré la disponibilité de transitions lasers parmi les ions de terre rare (TR) émettant à ces longueurs ondes [12]. Cette limitation a été partiellement levée par la découverte fortuite en 1975 de compositions vitreuses stables à base de fluor [13], c.-à-d. des verres fluorés. Outre leur capacité à être étirés sous forme de fibre optique, ces verres possèdent une transparence accrue dans l'infrarouge ($>5 \mu\text{m}$), peuvent être fortement dopés aux TRs et offrent des propriétés d'émission laser avantageuses dans l'infrarouge [14]. Ainsi, en employant une fibre optique à base de fluorozirconate (ZrF_4) dopée dans le coeur à l'ion Er^{3+} ($\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$), Brierly *et al.* démontrèrent en 1988 le premier LFO opérant en régime CW dans l'IRM autour de 2.8 μm sur la transition ${}^4I_{11/2} \rightarrow {}^4I_{13/2}$ [15]. Suivant cette démonstration, des LFOs de ZrF_4 opérant entre 2.8 et 4 μm furent démontrés par le groupe de l'Universität de Braunschweig dans les années 90 [16; 17; 18; 19; 20] en utilisant de nouvelles transitions des ions Er^{3+} et holmium (Ho^{3+}). Toutefois, des puissances modestes n'excédant pas quelques milliwatts en régime CW à la température de la pièce furent démontrées pour ces derniers systèmes. En contraste, une puissance de 1.7 W à 2.8 μm sur la transition ${}^4I_{11/2} \rightarrow {}^4I_{13/2}$ fut atteinte à l'aide d'un laser $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ par Jackson *et al.* en 1999 [21].

Ainsi, au tournant du millénaire, il était clair que le potentiel de développement de LFOs à base

de fibres de verre fluoré émettant au-delà de $3\ \mu\text{m}$ était limité. Cette limitation était principalement le résultat de l'emplacement énergétique défavorable dans le diagramme énergétique des transitions lasers $>3\ \mu\text{m}$ ce qui mène à de faibles niveaux de puissance et d'efficacité énergétique, ainsi qu'à des seuils laser élevés. D'autre part, l'excitation de ces transitions requiert en règle générale des sources de pompage complexes, et également peu efficaces, qui minent les propriétés avantageuses des LFOs. Ces difficultés sont accentuées par les propriétés thermomécaniques médiocres des verres fluorés, en contraste au verre de silice, qui complexifient la fabrication de fibres à faibles pertes optiques et l'assemblage subséquent de cavités laser. Ainsi, faute de stratégies pouvant pallier ces limitations, aucune autre démonstration d'un LFO opérant au-delà de $3\ \mu\text{m}$ ne fut réalisée entre 1998 et 2014.

Conséquemment, cette thèse étudie différentes stratégies permettant d'accroître la puissance et l'efficacité de systèmes LFO dopés aux TRs opérant aux longueurs d'onde $>3\ \mu\text{m}$. Ces stratégies regroupent l'utilisation d'un schéma de co-pompage à deux longueurs d'onde, originalement démontré par Henderson-Sapir *et al.* en 2014 [22], afin d'exciter la transition à $3.5\ \mu\text{m}$ au sein de fibres de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$, ainsi que l'utilisation d'une nouvelle fibre de fluorinate (InF_3) dopée à l'ion Ho^{3+} pour émettre à $3.9\ \mu\text{m}$. Elles incluent également l'utilisation d'architectures tout-fibre afin de minimiser les pertes laser, et l'utilisation de concentrations élevées d'ions Er^{3+} et Ho^{3+} afin de favoriser l'émission laser à 3.5 et $3.9\ \mu\text{m}$, respectivement. Enfin, cette thèse étudie également la dégradation de l'extrémité de sortie des LFOs haute puissance infrarouges en fibre de verre fluoré et démontre l'efficacité de différents embouts de protection permettant de limiter cette dégradation. Dans la suite de ce chapitre, les applications pouvant bénéficier du développement de sources laser opérant au-delà de $3\ \mu\text{m}$ et les avantages des LFOs par rapport aux autres systèmes afin de générer cette lumière seront tout d'abord exposés. Les composants de base des LFOs étudiés dans ce projet de recherche, soit la composition vitreuse, la fibre optique, les ions de TR, les sources de pompage, les réflecteurs et les embouts de protection, seront par la suite présentés. Finalement, le chapitre sera conclu par un résumé de l'état de l'art des LFOs opérant au-delà de $3\ \mu\text{m}$.

I.1.1 Applications des sources laser opérant au-delà de $3\ \mu\text{m}$

Cette section présente les applications les plus importantes liées aux sources laser opérant au-delà de $3\ \mu\text{m}$, soit dans l'infrarouge moyen (IRM). L'IRM est généralement défini comme la portion du spectre électromagnétique allant de $2.5\ \mu\text{m}$ jusqu'à $25\ \mu\text{m}$ [23]. Plusieurs espèces chimiques, ayant un grand intérêt applicatif et technologique, sont composées de liaisons moléculaires présentant des bandes d'absorption intense rotationnelle vibrationnelle. Les applications liées aux lasers IRM, se déclinent en deux catégories dont la première a pour objectif de cibler une de ces bandes d'absorption, comme dans le cas de la spectroscopie des gaz et la découpe de polymère. La seconde catégorie d'applications tire quant à elle profit de l'absence de bandes d'absorption, comme les systèmes de contre-mesure militaire et de télécommunica-

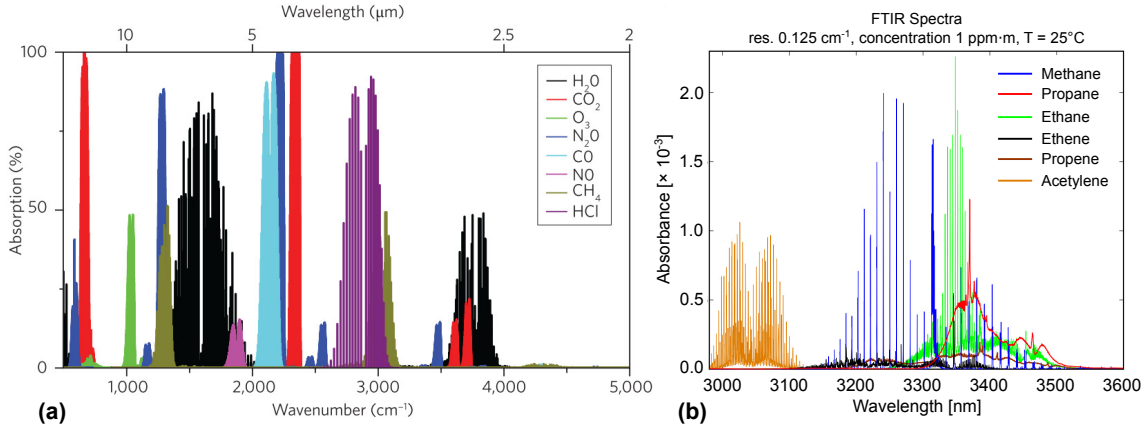


FIGURE I.1 – (a) Raies d’absorption de différents composés gazeux entre 2 - 20 μm et (b) raies d’absorption de différents hydrocarbures entre 3 - 3.6 μm . Adaptés de [24; 25]

tions optiques en espace libre opérant dans la bande de transparence de l’atmosphère autour de 3.9 μm .

Spectroscopie des gaz

La figure I.1 présente les bandes d’absorption infrarouges liées à des transitions rotationnelles vibrationnelles de différents composés gazeux. La forme complexe que prennent les raies d’absorption associées à une transition vibrationnelle, et leur emplacement, dépendent fortement de la liaison moléculaire impliquée, mais également de la structure générale de la molécule via les phénomènes de couplage [23]. On constate notamment que les hydrocarbures (liaisons C-H) présentent des bandes autour de 3.3 μm , le dioxyde de carbone (CO_2) à 4.3 μm et le monoxyde de carbone (CO) à 4.6 μm . D’autre part, dans la situation où plusieurs composés gazeux sont présents, il est généralement possible d’identifier une longueur d’onde précise dans l’IRM où uniquement un seul composé présente une raie d’absorption. Ces considérations représentent les fondements sur lesquels s’appuient les techniques de spectroscopie, visant à détecter, identifier ou quantifier les gaz.

La spectroscopie de composés gazeux dans une variété de contextes représente une application clé des sources laser opérant dans l’IRM. En l’occurrence, la quantification en temps réel d’hydrocarbures lors de procédés de fabrication dans l’industrie des plastiques, des pharmaceutiques ou l’industrie pétrochimique peut mener à une optimisation du processus industriel et un meilleur rendement [26; 27]. Dans le contexte de l’extraction du pétrole ou du gaz naturel, le développement de systèmes spectroscopiques aisément déployables pour la détection du méthane ou de l’éthane peut accélérer l’exploration gazière et pétrolière tout en facilitant le forage [28].

D'autre part, la quantification précise et la surveillance des taux d'émission de gaz à effet de serre tels que le méthane, le monoxyde et le dioxyde de carbone est primordiale afin de guider les efforts dans la lutte aux changements climatiques [29]. Cette tâche se voit complexifiée par la variété de sources de gaz à effet de serre, telles que les industries, les moyens de transport, l'élevage de bétail, l'activité volcanique ou la fonte du pergélisol aux hautes latitudes terrestres [30; 31; 29], ainsi que par la pluralité des moyens de surveillance (réseaux de capteurs, robots, drones, etc.) [32]. Le défi climatique justifie donc le développement d'une variété de capteurs optiques, et donc de sources laser pouvant les alimenter, offrant différentes performances optiques et différents niveaux d'intégration.

Les hydrocarbures et les carbonyles (composés contenant des liaisons C=O) jouent également un rôle crucial dans les processus biologiques. Par exemple, l'éthylène régit le mûrissement des fruits et légumes, et sa surabondance dans la chaîne de manutention peut rendre ces derniers trop mûrs, ou même pourris, lors de la consommation [33]. La quantification précise et *in situ* des niveaux d'éthylène gazeux peuvent ainsi réduire le gaspillage alimentaire. De plus, la détection en temps réel de marqueurs biologiques en surabondance dans l'haleine, tels que l'éthane, l'éthylène, le méthane ou le formaldéhyde, permettrait un diagnostic rapide de maladies courantes comme les infections respiratoires, les maladies intestinales, le diabète, l'insuffisance hépatique, ou le cancer [34].

Différentes techniques de spectroscopie des gaz ont été développées, chacune avec ses forces et ses faiblesses en termes de sensibilité, de complexité, de vitesse d'analyse, de coût ou de déploiement [35]. Toutefois, elles sont toutes fondées sur le même principe physique, soit la loi de Beer-Lambert décrivant la décroissance exponentielle de l'intensité lumineuse alors qu'elle se propage dans un milieu absorbant. Parmi les techniques de détection faisant intervenir des sources laser, il est possible de distinguer trois principes d'opération, chacune illustrée à la figure I.2. Le premier, appelé détection non dispersive infrarouge, repose sur l'utilisation d'une source laser ayant un spectre suffisamment large pour englober la totalité d'une raie d'absorption d'un gaz. Le second principe couramment utilisé, appelé spectroscopie par diode laser accordable, emploie un laser ayant un spectre plus étroit qu'une raie d'absorption d'un gaz. Cette dernière technique est généralement plus précise que la détection non dispersive puisqu'une raie entière est échantillonnée en accordant le spectre d'émission du laser. Le dernier principe, appelé spectroscopie par peigne de fréquences, repose sur l'utilisation d'une lumière composée d'une multitude de raies d'émission étroites et équidistantes dans le domaine spectral en vue d'échantillonner des raies d'absorption gazeuses [24]. Dans l'IRM, ce type de spectre lumineux est généralement produit par des lasers à synchronisation modale (*mode-locked lasers* en anglais) en mesure de produire des impulsions d'une durée de quelques dizaines à quelques centaines de femtosecondes avec des cadences d'émission entre 50 - 200 MHz. L'avantage de cette technique est qu'elle permet de caractériser l'absorption de plusieurs raies d'absorption sur une grande plage spectrale, et ce, sans devoir recourir à des analyseurs

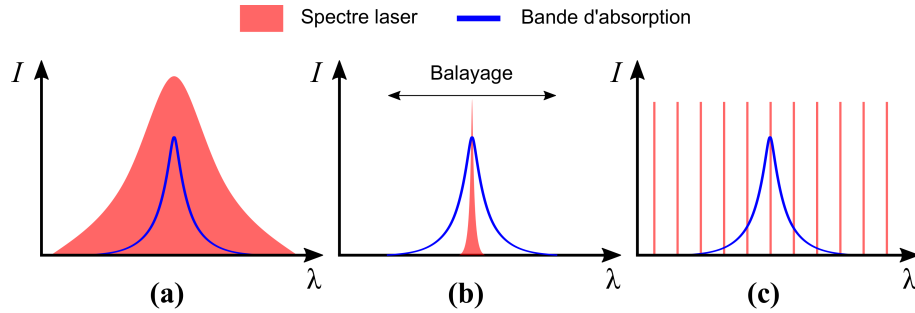


FIGURE I.2 – Illustration des trois principes d’opération en spectroscopie des gaz : (a) détection non dispersive infrarouge ; (b) spectroscopie par laser accordable ; (c) spectroscopie par peigne de fréquences.

de spectre optique. Ceci est accompli en utilisant des techniques interférométriques transposant la signature spectrale des raies d’absorption gazeuses aux fréquences radio pouvant être captées par des détecteurs rapides [36].

Actuellement, la plupart des systèmes de spectroscopie des gaz ont été développés dans l’infrarouge proche en raison de la plus grande disponibilité de sources lumineuses dans cette plage de longueur d’onde, comparativement à celles opérant dans l’IRM. Toutefois, les raies d’absorption gazeuses dans l’infrarouge proche sont issues d’harmoniques ou de combinaisons de fréquences fondamentales, favorisant ainsi le chevauchement de plusieurs raies associées à différents gaz [23; 37; 35]. Cet inconvénient est rehaussé par le fait que ces raies disposent d’une absorption d’un à deux ordres de grandeur plus faible que les raies d’absorption fondamentales. Ces enjeux ont donc motivé le développement de systèmes de spectroscopie et de sources laser opérant dans l’IRM pouvant exploiter les propriétés des résonances fondamentales vibrationnelles des molécules gazeuses.

Usinage des polymères

Tout comme les hydrocarbures, la plupart des polymères possèdent des bandes d’absorption fondamentales autour de $3.5\ \mu\text{m}$ associées à la résonance d’élongation de la liaison C-H. Ceci est illustré à la figure I.3 où l’absorption relative de différents polymères dans la plage spectrale entre $2.5 - 12\ \mu\text{m}$ est présentée. Comme on peut le constater, l’avantage des bandes à $3.5\ \mu\text{m}$ vient du fait qu’elles sont toutes localisées dans une plage spectrale étroite entre $3.3 - 3.6\ \mu\text{m}$ et qu’elles sont relativement fortes en intensité.

Différentes applications font intervenir la perforation, la soudure et le marquage de polymères au laser. La perforation au laser est notamment utilisée dans l’industrie alimentaire afin de créer des emballages à atmosphère modifiée pour les fruits et légumes permettant de réguler la circulation des gaz (c.-à-d. O_2 et CO_2) liés à la respiration végétale et d’assurer une meilleure longévité à l’aliment [39]. La micro perforation laser permet quant à elle de créer des perfo-

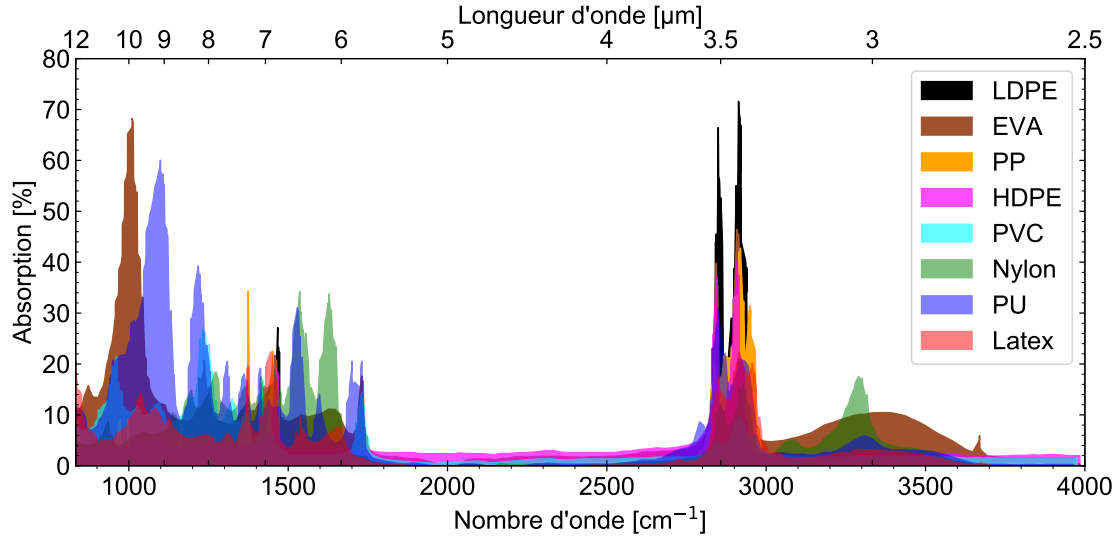


FIGURE I.3 – Spectre d’absorption de différents polymères dans l’infrarouge acquis par ATR-FTIR. LDPE, polyéthylène faible densité ; EVA éthylène-acétate de vinyle ; PP, polypropylène ; HDPE, polyéthylène haute densité ; PVC, polychlorure de vinyle ; PU, polyuréthane. Adapté de [38].

rations aux diamètres plus petits que $100\ \mu\text{m}$ dans les emballages, empêchant ainsi le passage des champignons tout en assurant la respiration végétale [40]. Tout comme la perforation au laser, la soudure de polymères, similaires ou dissimilaires, à l’aide d’un laser est activement étudiée en vue de son utilisation dans l’industrie de l’emballage [41]. Toutefois, elle dispose également d’autres applications, par exemple en orthopédie, où elle est utilisée afin de lier des fibres de polymère tissé au sein d’implants [42], ou dans le secteur médical, cosmétique et biologique, où elle est instrumentale dans le développement de capteurs biologiques micro fluidiques [43]. Le marquage de polymères est quant à lui généralement utilisé afin d’inscrire des codes barres, des logos ainsi que des textes informatifs sur les emballages de plastique des produits pharmaceutiques [44], ou sur les pièces en polymères dans le secteur automobile [45]. Il intervient aussi, par exemple, dans la structuration de la surface des polymères, leur conférant ainsi une meilleure biocompatibilité lorsqu’ils sont utilisés en tant qu’implants de remplacement d’articulations [46]. Finalement, l’usinage des polymères au laser en général (découpe, marquage, soudure, etc.) est également activement étudié afin de réduire le coût lié à la fabrication de composants électroniques organiques tels que les dispositifs électroluminescents ainsi que les transistors et cellules photovoltaïques en couches minces [47]. L’électronique organique offre la promesse de pouvoir rivaliser en termes de performances avec l’électronique conventionnelle, et ce, au moyen de composants flexibles et à bas coûts issus d’un processus de manufacture rouleau à rouleau (*roll-to-roll process* en anglais).

Actuellement, la majorité de l’usinage des polymères au laser est réalisée au moyen de lasers à

excimère ultraviolet (UV) ou de lasers CO₂ opérant dans le voisinage de 10 μm. L'utilisation de lasers à excimère est souvent justifiée par l'absorption élevée des polymères dans l'UV ainsi que par la facilité avec laquelle il est possible de focaliser cette lumière au moyen d'une lentille (le diamètre de la tache focale est proportionnel à la longueur d'onde en vertu de la limite de diffraction) [48]. Toutefois, il a été démontré que la lumière UV casse les liaisons moléculaires et affecte significativement les polymères aux alentours de la zone usinée [49], ce qui sape l'un des avantages principaux des lasers à excimère, soit leur qualité de faisceau. D'autre part, les lasers excimères requièrent des entretiens périodiques afin de remplacer la cellule de gaz [50], ce qui s'avère coûteux en temps et en argent, et peuvent poser des risques en raison de la pression et de la toxicité des gaz utilisés. L'utilisation de laser à CO₂ pour la découpe de polymères est quant à elle justifiée par la puissance disponible de ce type de source laser. En effet, des systèmes produisant des puissances allant jusqu'à 8 kW CW sont actuellement commercialement disponibles, e.g. la série DC de Coherent [51]. Bien que la qualité de faisceau de ce type de laser avoisine celle d'un faisceau gaussien fondamental ($M^2 = 1.05$), la capacité à focaliser cette lumière en un point est restreinte par sa longueur d'onde, limitant ainsi la précision d'usinage. Finalement, l'architecture ainsi que les longueurs d'onde d'opération des lasers à excimère et des lasers à CO₂ empêchent l'utilisation de câble de livraison de la lumière à base de fibre optique préservant la qualité de faisceau du système. En général, des systèmes complexes de miroirs et de scanners galvanométriques sont employés afin de diriger la lumière sur l'échantillon à usiner.

Des sources laser accordées sur les bandes d'absorption des polymères autour de 3.4 μm peuvent offrir des avantages importants par rapport aux lasers à excimère ou à CO₂ en ce qui a trait à l'usinage de polymères. Similairement aux lasers à excimère opérant dans l'UV, les lasers IRM permettent une vitesse d'usinage élevée, en raison de l'ablation résonante [52], mais contrairement à ces premiers, ils peuvent potentiellement minimiser la dégradation du matériel autour de la zone usinée [53]. D'autre part, les lasers opérant à 3.4 μm permettent une focalisation trois fois plus élevée par rapport aux lasers CO₂ opérant à 10.6 μm, augmentant ainsi la précision du procédé d'usinage. De plus, la lumière laser générée à 3.4 μm peut être guidée par des fibres optiques de verre fluoré, ce qui facilitera drastiquement la livraison de la puissance optique et l'intégration du système. Récemment, un laser à fibre optique opérant à 3.44 μm a été utilisé afin de démontrer les bénéfices de l'ablation résonante de polymères (polyméthacrylate de méthyle, polypropylène et polyéthylène haute densité) dans l'IRM [53]. Plus récemment encore, un laser similaire développé dans le cadre de cette thèse a été utilisé afin d'inscrire des guides d'onde à la surface de substrats de polyméthacrylate de méthyle (PMMA), une avancée majeure dans le développement de composants photoniques biocompatibles et abordables à base de polymères [54].

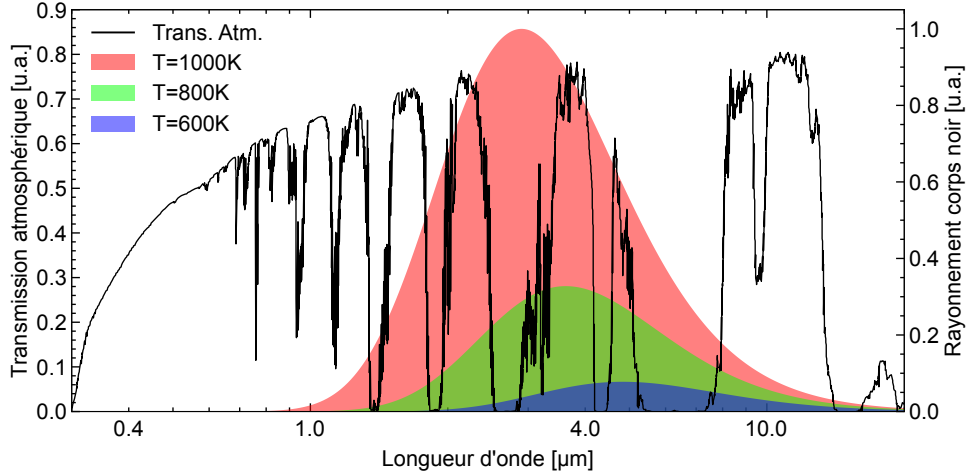


FIGURE I.4 – Superposition du spectre de transmission atmosphérique et du spectre de rayonnement d’un corps noir à 1000, 800 et 600 K. Spectre de transmission atmosphérique standard des E.U. en 1976 généré par MODTRAN 4 [55].

Systèmes de contre-mesure directionnels

Le spectre de l’IRM dispose également de régions spectrales caractérisées par l’absence, ou la quasi-absence, de bandes d’absorption liées à des espèces gazeuses formant l’atmosphère terrestre. Ces fenêtres de transparence atmosphérique, localisées entre 3 - 5 μm et 8 - 12 μm tel qu’illustré à la figure I.4, permettent la propagation de la lumière sur de longues distances et ouvre donc la porte à une tout autre catégorie d’applications pour les sources lasers infrarouges, comme la contre-mesure à effet dirigé et la communication optique en espace libre.

La fenêtre de transmission entre 3 - 5 μm est d’un intérêt particulier pour le développement de systèmes de contre-mesure militaire. En effet, tous les aéronefs, civils ou militaires, émettent un rayonnement de corps noir provenant d’une variété de sources telles que le panache d’éjection, le fuselage à proximité des turbines ou des rotors, et le fuselage exposé à l’échauffement aérodynamique [56]. En accord avec la loi de Planck, ces composants chauds produisent un spectre de rayonnement de corps noir dont la longueur d’onde d’émission crête est inversement proportionnelle à la température du corps [57]. Le spectre de rayonnement de corps noir d’objets à des températures typiques associés à des aéronefs, soit 1000, 800 et 600 K, est superposé à la transmission de l’atmosphère à la figure I.4. On constate que les différents spectres de rayonnement de corps noir chevauchent considérablement la fenêtre d’absorption atmosphérique entre 3 - 5 μm . Le système de guidage des missiles à autoguidage passif, *homing missiles* en anglais, exploite ce chevauchement afin de verrouiller leur cible sur la signature thermique des aéronefs, et ce à des distances de quelques kilomètres. Pour ce faire, leur tête est équipée d’un détecteur infrarouge sensible entre 3 - 5 μm , tel que les détecteurs d’arséniure de gallium aluminium (AlGaAs) ou de tellurure de mercure cadmium (MCT), dont la réponse est

utilisée par un système d'asservissement afin d'assurer la collision entre le missile et l'aéronef [56; 58].

À titre informatif, durant la Guerre du Golfe, la plupart des aéronefs perdus par l'armée américaine furent détruits par des missiles à autoguidage passif [59]. Durant la guerre du Kosovo, ce même type de missile a empêché des raids aériens à basse altitude et a limité drastiquement leur efficacité. De nos jours, outre leur létalité dans des contextes de guerre, le trafic illégal de missiles à autoguidage passif sur le marché noir fait également craindre la possibilité d'attaques terroristes sur des aéronefs civils [58]. Il n'est pas étonnant que le développement de systèmes de contre-mesure pouvant contrer ce type de menace ait été dans le passé, et demeure toujours, un secteur de recherche et de développement intensif.

Afin de contrer les missiles à autoguidage passif, il est possible d'utiliser des sources laser infrarouges émettant à des longueurs d'onde facilement détectables par leur détecteur. Contrairement aux leurres infrarouges, les systèmes laser infrarouges de contre-mesure à effet dirigé (*Directed Infrared Countermeasure, DIRCM* en anglais) sont plus sophistiqués et hautement directionnels, ce qui les rend plus polyvalents et efficaces [58]. Les systèmes DIRCM sont utilisés pour réaliser l'une des trois fonctions suivantes : leurrer, aveugler ou endommager le détecteur/missile. L'intensité sur le détecteur requise à l'accomplissement de ces tâches augmente en fonction de leur ordre d'énumération. De ce fait, l'optimisation des systèmes laser au coeur des unités DIRCM tend à maximiser leur puissance optique tout en préservant la qualité de faisceau [59; 60]. Idéalement, puisque certains missiles plus avancés utilisent plusieurs bandes de détection, les systèmes laser doivent également pouvoir émettre à différentes longueurs d'onde (entre 2 - 2.5 μm , autour de 3 μm et autour de 4 μm) et être en mesure de moduler leur puissance à des fréquences entre 100 - 10 000 Hz [59]. D'autre part, leur intégration dans des aéronefs impose des requis additionnels liés à leur efficacité énergétique totale, leur dimension, leur poids, leur simplicité et leur robustesse [60].

Actuellement, deux types de technologies prévalent dans le développement de sources laser émettant autour de 4 μm dédiées aux systèmes DIRCM, soit les OPOs et les lasers à cascade quantique (*Quantum Cascade Laser, QCL* en anglais) [60; 58]. Généralement, les OPOs DIRCM utilisent la conversion en fréquence par un ou des cristaux non linéaires, comme le PPLN (*Periodically-Poled Lithium Niobate* en anglais) ou le ZGP (*Zinc Germanium Phosphide*), de la lumière proche-infrarouge générée par un système LFO opérant autour de 1 et 2 μm . Ces LFOs emploient habituellement une ou des fibres à base de silice dopée à l'ion Yb^{3+} , Tm^{3+} et/ou Ho^{3+} , émettent des impulsions picosecondes ou nanosecondes via commutation-Q (*Q-switching* en anglais) et sont pompés par des diodes laser proche-infrarouges entre 790 - 1200 nm [60]. Malgré la complexité apparente des systèmes laser basés sur la technologie OPO, ceux-ci peuvent produire des puissances crêtes très élevées, sont produits industriellement et leur efficacité dans des systèmes DIRCM a été démontrée sur le terrain [58]. Toutefois, ces systèmes souffrent de faibles efficacités énergétiques totales en raison des multiples étages de

conversion lumineuse et l'énergie associée à leur refroidissement, et d'une qualité de faisceau relativement faible [60; 58].

À l'instar des OPOs, les QCLs génèrent de l'émission laser infrarouge autour de $4\ \mu\text{m}$ en convertissant en une seule étape l'énergie électrique grâce à un empilement complexe, mais compact, de couches de matériaux semi-conducteurs [61]. Ainsi, les QCLs permettent en principe le développement de systèmes DIRCM significativement plus simples, compacts, robustes et efficaces que les OPOs [58]. D'autre part, l'utilisation d'un émetteur QCL unique permet l'atteinte d'une bonne qualité de faisceau. Toutefois, la puissance maximale des QCLs ne rivalise actuellement pas avec celle des OPOs, d'autant plus que la combinaison cohérente de multiples QCLs tend à dégrader la qualité de faisceau [60].

Communication optique en espace libre

La croissance effrénée de la demande en termes de données tend à graduellement saturer la bande passante des installations de télécommunications actuelles. Cette problématique nourrit la recherche de nouveaux moyens de télécommunications qui permettraient d'alléger le fardeau des installations déjà en place tout en ouvrant la porte à de nouveaux champs d'applications. Les communications optiques en espace libre (*free-space optical communication*, *FSOC* en anglais) représentent une alternative intéressante au problème de l'accès aux données. Le fonctionnement de ces systèmes repose sur l'utilisation de sources laser afin de transmettre sur de courtes et moyennes distances (jusqu'à une centaine de kilomètres) de l'information encodée sous forme de modulations rapides de la puissance du laser en se servant de l'atmosphère comme milieu de propagation [62].

Les FSOCs disposent d'avantages importants par rapport aux moyens de communication utilisant les fréquences radio. Non seulement possèdent-ils en principe une bande passante très grande et sont-ils immunisés contre les interférences électromagnétiques, les FSOCs utilisent des fréquences optiques ne suivant aucune réglementation [63; 64]. Pour ces raisons, les FSOCs sont perçus comme une plateforme technologique idéale pour le développement de systèmes de communication intérieurs pour utilisation domestique ou dans des centres de données, pour résoudre le problème du dernier mile (*last mile problem*, en anglais) ou pour permettre la communication rapide avec des véhicules intelligents sur terre ou dans les airs [65]. D'autre part, le caractère directionnel des FSOCs réduit la probabilité de détection et d'interception, ce qui les rend particulièrement intéressants du point de vue militaire [63].

Toutefois, puisque le milieu de propagation de la lumière est l'atmosphère terrestre, le choix de la longueur d'onde porteuse des FSOCs est principalement dicté par la transmission atmosphérique. Tel qu'illustré à la figure I.4, deux fenêtres de transmission atmosphérique, entre $3 - 5\ \mu\text{m}$ et entre $8 - 12\ \mu\text{m}$, sont disponibles dans l'IRM. La bande entre $3 - 5\ \mu\text{m}$, souvent désignée par *MWIR* pour *Mid-wavelength infrared* en anglais, est considérée selon plusieurs

plus intéressante du point de vue des applications que la bande entre 8 - 12 μm , désignée par *LWIR* pour *Long-wavelength infrared*. Dans une variété de conditions météorologiques adverses, comme la pluie, le brouillard ou la neige, la bande MWIR dispose d'une meilleure transmission que les bandes LWIR, visible et proche infrarouge [63]. D'autre part, la bande MWIR est significativement moins affligée par la turbulence atmosphérique, ce qui réduira, ou évitera, l'utilisation d'optique adaptative coûteuse au sein des systèmes FSOC. Finalement, les unités de détection MWIR sont moins affectées par la radiation thermique environnante.

Les QCLs sont actuellement la technologie laser privilégiée dans le développement de systèmes FSOCs puisqu'ils sont compacts et légers, et peuvent émettre entre 3 - 25 μm [66]. D'autre part, la puissance des QCLs peut être modulée rapidement, et simplement, en modulant leur courant injecté. Ce faisant, un QCL émettant à 4.65 μm a démontré une vitesse de modulation de 3 Gbit/s à la température de la pièce [67]. Cependant, les QCLs opérant à des longueurs d'onde en dessous de 5 μm voient leur puissance et leur efficacité décroître rapidement et requièrent dans certains cas un refroidissement thermoélectrique [66]. Ainsi, cette technologie ne permet pas actuellement d'utiliser pleinement les avantages pour les FSOCs de la bande de transmission atmosphérique entre 3 et 5 μm .

1.1.2 La technologie LFO pour l'émission laser au-delà de 3 μm

Les LFOs ont le potentiel de transformer le paradigme des applications mentionnées précédemment, tout en permettant le développement de nouvelles applications aujourd'hui encore inconnues. Cette conviction est motivée par les bénéfices qu'apportent les LFOs et qui sont issus en grande partie des propriétés intrinsèques de la fibre optique.

Tout d'abord, la géométrie circulaire de guidage de la lumière donne aux LFOs opérant en régime monomode une qualité de faisceau s'approchant de la limite de diffraction ($M^2 \approx 1$). Cette propriété permet de déposer très localement la lumière dans les procédés d'usinage, augmentant la vitesse et la précision du procédé, et permet la propagation de la lumière sur de longues distances avec un minimum d'étalement spatial, maximisant l'intensité lumineuse sur les unités de détection des systèmes de spectroscopie, de DIRCM et de FSOC. De plus, les fibres optiques offrent de grandes longueurs d'interaction laser, favorisant un gain et une efficacité laser élevée tout en distribuant la charge thermique. Cette caractéristique fait en sorte que les LFOs requièrent des schémas de refroidissement moins complexes pour une puissance similaire que les OPOs ou les QCLs [68]. Également, elle fait en sorte que les LFOs ne sont pas affectés par les effets de lentille thermique qui affligent les lasers à l'état solide et limitent leur accroissement en puissance. D'autre part, l'architecture dite tout-fibre, réalisable par le développement d'analogues en fibre optique aux composants optiques traditionnels (miroirs, filtres, modulateurs, etc.), permet la création de systèmes simples, robustes et compacts dédiés à l'intégration dans des systèmes plus complexes. De surcroît, la fibre optique permet de facilement livrer la puissance à un endroit précis sans l'utilisation d'optique coûteuse et

encombrante.

Toutefois, l'utilisation de sources laser basées sur la technologie fibrée dans les applications infrarouges susmentionnées est actuellement limitée par la rareté, sinon l'inexistence, de LFOs suffisamment puissants et efficaces à des longueurs d'onde au-delà de $3\ \mu\text{m}$. Ceci constitue la prémisse de la présente thèse qui vise à pallier cette problématique via le développement de LFOs dopés aux ions de TR opérant en régime CW. L'utilisation de TRs pour la génération de la lumière $> 3\ \mu\text{m}$ est justifiée par la variété de transitions IRM qu'elles exhibent [12], la disponibilité de diodes laser commerciales efficaces et puissantes permettant de les pomper, et leur succès dans la démonstration de records de puissance entre 1 et 2 microns [68]. D'autre part, la brève histoire des lasers a démontré que le développement et l'optimisation de sources laser opérant en régime CW a toujours été un moteur dans le développement de lasers pulsés ou d'amplificateurs laser. Ainsi, bien que le mode d'opération CW des LFOs développés dans le contexte de cette thèse empêche leur utilisation dans certaines applications mentionnées précédemment, leur étude et optimisation est primordiale pour la démonstration de sources laser à base de fibre optique pulsées dans l'IRM.

I.2 Fondements des lasers à fibre infrarouges

La prochaine section présente les principaux composants d'un LFO dopé aux TRs, soit la composition vitreuse, la fibre optique, les ions de TR, les sources de pompage optique, les réflecteurs et les embouts de protection.

I.2.1 La matrice vitreuse

La composition vitreuse de la fibre optique utilisée dans un LFO est cruciale, puisqu'elle détermine notamment la plage d'opération du LFO, mais aura également un impact significatif sur sa fabrication. La figure I.5 présente l'atténuation typique en fonction de la longueur d'onde de fibres optiques communément disponibles et basées sur différentes compositions de verre. Le tableau I.1 présente quant à lui certaines propriétés optiques et mécaniques de ces compositions vitreuses.

Les verres de silice (SiO_2) sont structurellement composés d'unités tétraédriques de SiO_4 liées de manière covalente aux extrémités par un ion d'oxygène [69]. Les fibres optiques à base de verre de silice sont actuellement les fibres optiques jouissant de la plus grande maturité technologique. Cette dernière est le résultat de plus de cinquante ans de recherche et développement visant à optimiser les performances des fibres de silice afin de répondre aux demandes toujours croissantes du secteur de la télécommunication. L'atténuation d'une fibre étirée à partir d'une préforme de verre de silice F-300 produite par Heraeus [11] est présentée à la figure I.5. On constate que les fibres de silice admettent une transparence de l'UV jusqu'au proche infrarouge (de 350 nm jusqu'à 2400 nm si on fixe un seuil d'atténuation de 1 dB/m) et

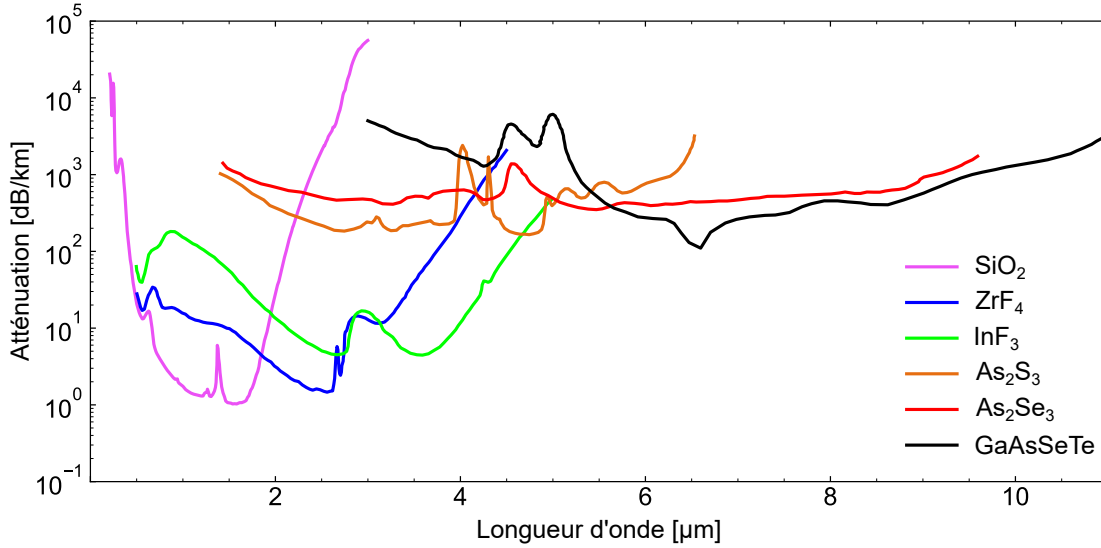


FIGURE I.5 – Atténuations typiques en fonction de la longueur d’onde mesurées dans des fibres optiques basées sur des verres de silice (SiO_2) [11], de fluorozirconate (ZrF_4) [74], de fluorindate (InF_3) [74], de sulfure d’arsenic (As_2S_3) [75], de séléniure d’arsenic (As_2Se_3) [75] et d’un verre de chalcogénure multi composants (GaAsSeTe) [75].

possèdent une atténuation minimale autour de 1 dB/km à 1.55 μm , soit au centre de la bande C en télécommunication [70]. Il est à noter qu’une atténuation minimale d’environ 0.14 dB/km à 1550 nm a été atteinte par Tamura *et al.* dans une fibre de silice hautement purifiée en 2018 [71]. Selon le tableau I.1, la température de transition vitreuse de la silice est d’environ 1200 °C tandis que la dispersion du verre fait en sorte que son indice de réfraction varie de 1.48 à 1.42 sur l’ensemble de sa plage de transparence. La densité du verre est d’environ 2.2 g/cm³ tandis que son coefficient d’expansion thermique, sa conductivité thermique et sa ténacité sont de $0.55 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, 1.4 W/(m · K) et 0.72 MPa/m^{1/2}. Tel qu’indiqué au tableau I.1, l’énergie de phonon de la matrice vitreuse de silice est d’environ 1100 cm⁻¹, une propriété fixant la transmission du verre aux longues longueurs d’onde (2.4 μm) ainsi que le temps de vie des transitions optique au sein de TRs incorporées dans la matrice. Selon Shinn *et al.*, la luminescence d’une transition optique est entièrement éteinte, via l’émission de phonons plutôt que de photons, lorsque l’énergie de la transition optique est inférieure à quatre phonons de la matrice vitreuse [72]. Pour la silice, cette limite se traduit en une longueur d’onde d’environ 2.3 microns, soit à proximité de sa limite de transmission dans l’infrarouge à 2.4 μm . Ainsi, l’énergie de phonon élevée de la silice explique pourquoi la longueur d’onde maximale atteinte par un LFO en silice dopé aux TRs (l’ion Tm^{3+} dans ce cas-ci) est de 2188 nm [73].

Comme leur nom l’indique, les verres fluorés sont formés d’une combinaison de métaux lourds, notamment le zirconium (Zr), le hafnium (Hf), le baryum (Ba), l’indium (In), l’aluminium (Al), le strontium (Sr), etc., liés à des atomes de fluor (F). Parmi les verres fluorés, le ZBLAN

Tableau I.1 – Énergie de phonon ($\hbar\omega$), température de transition vitreuse (T_g), indice de réfraction dans la plage de transparence (n), densité (ρ), coefficient d'expansion thermique (ϵ), conduction thermique (κ) et ténacité (K) de différentes compositions de verre. Données tirées de [14; 76; 77; 78; 79; 80; 81; 82; 83; 84; 85].

Propriété	Unité(s)	Verre				
		SiO ₂	ZrF ₄	InF ₃	As ₂ S ₃	As ₂ Se ₃
$\hbar\omega$	cm ⁻¹	1100	574	509	350	240
T_g	°C	1200	275	300	197	180
n		1.48 - 1.42	1.51 - 1.47	1.51 - 1.47	2.48-2.36	2.80 - 2.76
ρ	g/cm ³	2.2	4.5	5.0	3.2	4.6
ϵ	×10 ⁻⁶ /K	0.55	17.2	18.5	21.4	20
κ	W/(m·K)	1.4	0.6	-	0.17	-
K	MPa/m ^{1/2}	0.72	0.32	-	0.2	-

est le plus maîtrisé et sa composition nominale est 53ZrF₄-20BaF₂-4LaF₃-3AlF₃-20NaF₂ [86]. Le ZBLAN représente le matériau de choix dans le développement de LFOs opérant dans l'infrarouge en raison de ses propriétés optiques avantageuses combinées à sa maturité technologique. L'atténuation d'une fibre de ZBLAN coeur/gaine est montrée à la figure I.5 où l'on peut apprécier que sa plage de transparence (<1 dB/m) s'étend du visible, et même plus loin dans l'UV, jusqu'à l'IRM (4.3 μm). L'atténuation minimale de la fibre de ZBLAN est d'environ 1.5 dB/km à 2.6 μm. Cette limite de transparence significativement plus élevée dans l'infrarouge par rapport à la fibre de silice est le résultat d'une énergie de phonon environ deux fois plus faible, comme indiqué au tableau I.1. Cette faible énergie de phonon a également permis la démonstration de LFOs opérant à température pièce en régime CW à base de ZBLAN dopé aux terres rares jusqu'à 3.8 μm [87]. Dans le contexte de ce travail, des fibres ayant des compositions vitreuses se rapprochant du ZBLAN ont été utilisées afin de démontrer des LFOs dopés à l'ion erbium (Er³⁺) opérant autour de 3.5 μm [88; 89; 90].

Il est possible de former des verres composés principalement de fluoroindate (InF₃). Une composition typique pour ce type de verre est 35InF₃-10YF₃-25BaF₂-5SrF₂-10NaF-10ZnF₂-5GaF₃ [91]. À la figure I.5, on peut constater que les fibres de fluoroindate permettent une transmission accrue dans l'infrarouge par rapport aux fibres de ZBLAN, soit environ jusqu'à 5.4 μm, en raison d'une énergie de phonon plus faible de 509 cm⁻¹. C'est en tirant avantage de la faible énergie de phonon des fibres de fluoroindate, qu'il a été possible dans le contexte de ce travail de recherche de démontrer un LFO dopé à Ho³⁺ opérant à la température de la pièce avec la plus longue longueur d'onde d'émission, soit 3.92 μm [92].

Toutefois, les propriétés thermomécaniques inférieures des fibres de verre fluoré par rapport à

celles des fibres de silice ont historiquement freiné le développement de LFOs à base de verre fluoré. Tout d’abord, le processus de fabrication des fibres à base de verre fluoré nécessite un contrôle très strict de la température d’étirage en raison de la variation rapide de la viscosité du verre en fonction de la température [93]. La difficulté du processus d’étirage est une cause importante liée à l’atténuation expérimentale actuellement plus élevée des fibres de verre fluoré par rapport aux fibres de silice, malgré que la théorie prévoit que l’atténuation minimale des fibres de verre fluoré devrait être inférieure à celle de leur homologue en silice (0.01 dB/km comparativement à 0.14 dB/km démontré expérimentalement) [94]. La fusion de fibres optiques à base de verre fluoré, un aspect critique dans le développement de LFOs, est également complexifiée par sa tendance à cristalliser de par sa courbe de viscosité abrupte. D’autre part, les verres fluorés possèdent une faible conductivité thermique ($k=0.6 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ pour le ZBLAN), ce qui favorise l’accumulation de la charge thermique lors de l’opération d’un LFO. Cette caractéristique, agencée à leur faible température de transition vitreuse, rend les LFOs en fibre de verre fluoré plus en proie à la défaillance par échauffement thermique que les LFOs en fibre de silice. Le coefficient d’expansion thermique élevé des verres fluorés, plus de trente fois supérieur à celui des verres de silice, nuit à la stabilité en longueur d’onde des LFOs, mais également à leur fiabilité à long terme sous l’effet de cycles d’allumage-extinction répétés. De surcroît, la faible ténacité et dureté des fibres de verre fluoré rend leur manipulation difficile et impose l’utilisation de méthodes particulières pour leur préparation. Finalement, les fibres de verre fluoré sont également en proie à la dégradation par diffusion de la vapeur d’eau ambiante, un processus discuté plus en détail à la section I.2.6.

Comme leur nom l’indique, les verres de chalcogénures sont composés de chalcogènes, soit le sulfure (S), le sélénium (Se) et le tellure (Te), agencés généralement à des ions d’arsenic (As). Parmi les verres de chalcogénures, les verres purs d’As₂S₃ et d’As₂Se₃ sont les plus populaires en raison de leur propension à former du verre. Toutefois, il n’est pas rare de voir des compositions de chalcogénures additionnées de gallium (Ga), de germanium (Ge), d’iode (I), de lanthane (La) ou d’antimoine (Sb), afin d’optimiser les propriétés optiques et mécaniques du verre [95]. La caractéristique dominante des fibres en verre de chalcogénure est leur plage étendue de transparence dans l’infrarouge, comme démontré par les courbes d’atténuation illustrées à la figure I.5. Cependant, l’atténuation minimale des fibres de chalcogénure est 100 fois supérieure à celles de fibres de verre fluoré et de silice, une caractéristique qui a restreint leur utilisation dans des applications de livraison de la lumière infrarouge ou des applications de conversion non linéaire en raison de leur indice de réfraction non linéaire élevé [96]. Les fibres de chalcogénures disposent également de propriétés thermomécaniques médiocres. De plus, les verres de chalcogénures possèdent un indice de réfraction supérieur à 2.4, imposant des pertes de signal via réflexions de Fresnel aux interfaces verre/air supérieures à 17 %.

L’énergie de phonon des verres de chalcogénure est entre 1.5 et 2 fois plus faible que celle des verres fluorés, ce qui fait en sorte que des transitions optiques dans des TRs peuvent émettre

de la lumière jusqu'à environ 10 μm avant d'être éteintes par des phénomènes de relaxation non radiatives (émission de phonons) [72]. En accord avec cette conclusion, de la photoluminescence allant de 0.78 à 8 μm a déjà été mesurée à partir de verres de chalcogénure dopés aux TRs [96]. Hormis la démonstration d'un LFO basé sur une fibre de GaLaS dopée au néodymium (Nd^{3+}) par Schweizer *et al.* en 1997 [97], aucun LFOs à base de verre de chalcogénure dopé aux TRs n'a été démontré. Ceci est une conséquence directe de l'atténuation élevée des fibres de chalcogénures, combinée à une faible solubilité des TRs à l'intérieur de la matrice vitreuse.

I.2.2 La fibre optique

Outre la transparence de la matrice vitreuse à partir de laquelle la fibre optique est fabriquée, les propriétés de guidage de la lumière de cette dernière sont cruciales dans le développement de LFOs. Ces derniers utilisent généralement des fibres optiques à saut d'indice, un design où le guidage de la lumière est assuré par un coeur en verre à plus haut indice de réfraction par rapport à une gaine en verre dotée d'un indice de réfraction plus faible [98]. Généralement, on préférera les LFOs produisant de la lumière dite monomode caractérisée par un profil de puissance transversal s'approchant d'une gaussienne et dont la divergence est limitée par la diffraction. La qualité monomode d'une fibre optique à une longueur d'onde donnée est déterminée par le rayon de son coeur ainsi que par son ouverture numérique. L'ouverture numérique est donnée par $\sqrt{n_{\text{coeur}}^2 - n_{\text{gaine}}^2}$ et sa valeur pour une fibre monomode se situe généralement entre 0.05 et 0.30, une valeur pouvant varier selon la longueur d'onde de la lumière à guider ainsi que la taille du coeur.

Pour les fibres de verre fluoré, l'ouverture numérique est modifiée en substituant le ZrF_4 dans la gaine de la fibre par du fluorure de hafnium (HfF_4) afin d'abaisser l'indice de réfraction de la gaine par rapport à celui du coeur [99]. Pratiquement, la plus petite ouverture numérique qu'il est possible d'atteindre dans une fibre coeur/gaine de verre fluoré avec un bon degré de contrôle se trouve autour de 0.08.

Pour les fibres optiques guidant la lumière uniquement dans le coeur, la gaine de verre de la fibre est recouverte d'un polymère disposant d'un indice de réfraction plus élevé afin d'empêcher le guidage de la lumière dans la gaine. Toutefois, dans la plupart des LFOs destinés pour la haute puissance, la gaine de verre de la fibre est recouverte d'un polymère avec un indice de réfraction faible afin d'offrir également la possibilité de guider la lumière d'une pompe optique dans la gaine. La fibre optique est alors dite à double gaine, faisant référence à la gaine de verre et de polymère qui permettent à la fois le guidage dans le verre de coeur et le verre de gaine, respectivement. La figure I.6 présente une fibre typique de verre fluoré à base de ZrF_4 double gaine utilisée dans le contexte de ce projet de recherche. Le coeur de la fibre optique dispose d'un diamètre de 15 μm et il est dopé à 7 mol % d'ions Er^{3+} . Les compositions de verre coeur/gaine ont été ajustées afin de générer une ouverture numérique de 0.12. La gaine de verre de la fibre dispose d'un diamètre de 260 μm et est tronquée par deux plans parallèles

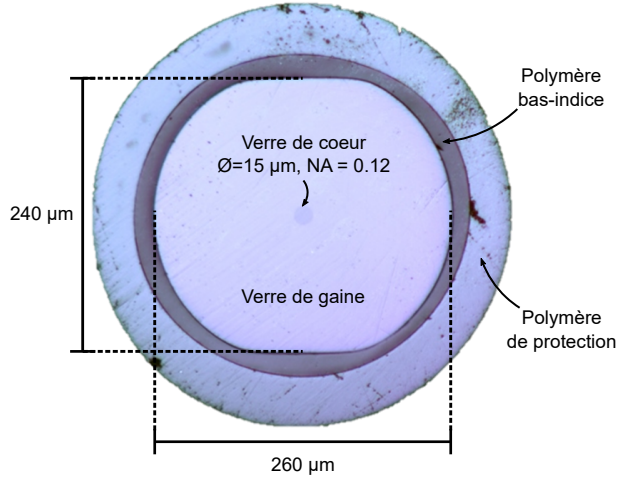


FIGURE I.6 – Coupe transversale d'une fibre optique de verre fluoré à base de ZrF_4 double gaine manufacturée par la compagnie Le Verre Fluoré.

séparés de $240\ \mu\text{m}$. Les plans parallèles sont utilisés afin de briser la symétrie de révolution de la gaine, et favoriser l'interaction de la pompe optique s'y propageant avec les ions de TR situés dans le coeur de la fibre [100]. Le guidage par la gaine de verre est favorisé par l'application d'un polymère doté d'un faible indice de réfraction, par rapport au verre de gaine, et d'une épaisseur entre 30 à $40\ \mu\text{m}$. Un second polymère de protection, n'ayant pas d'influence sur les propriétés de guidage de la lumière, est par la suite ajouté pour protéger davantage la fibre contre les chocs mécaniques ainsi que les conditions environnementales, notamment l'humidité.

I.2.3 Les ions de terres rares

La dénomination "terre rare" englobe 17 métaux de transitions comprenant le scandium (Sc), l'yttrium (Y) ainsi que les lanthanides. Parmi les terres rares, uniquement les lanthanides entre le cérium (Ce) et l'ytterbium (Yb) inclus, sont actifs optiquement et se retrouvent généralement dans un état d'oxydation $3+$ lorsqu'ils sont insérés dans des matrices vitreuses ou cristallines. Cette configuration électronique leur confère des propriétés avantageuses pour l'émission laser par rapport à d'autres éléments, comme les actinides. Toutefois, l'utilisation de lanthanides ionisés à l'état $2+$ ainsi que d'actinides ionisés à l'état $3+$ pour l'émission laser a été étudiée dans le passé [101]. Des lasers à l'état solide basés sur des cristaux de fluorure de calcium (CaF_2) ou de strontium (SrF_2) dopés aux ions divalents de samarium (Sm^{2+}), dysprosium (Dy^{2+}) et thulium (Tm^{2+}) ont également été démontrés à 710 , 2360 et $1120\ \text{nm}$, respectivement. D'autre part, l'uranium trivalent (U^{3+}) inséré dans des cristaux de CaF_2 ou de $LiYF_4$ a été utilisé afin de démontrer des lasers à 2.5 et $2.83\ \mu\text{m}$ [102; 103]. Des fibres optiques de ZBLAN dopées à l'ion U^{3+} ont aussi été préparées et présentaient une émission infrarouge s'étalant de 2 à $3\ \mu\text{m}$ lorsqu'elles étaient pompées à $813\ \text{nm}$ [104].

Dans la suite de cette thèse, le terme "terre rare" (TR) sera utilisé afin de faire référence à ces lanthanides actifs optiquement.

La configuration électronique des lanthanides actifs optiquement est $[\text{Xe}]4f^N$, où N est un entier allant de 1 (Ce) jusqu'à 13 (Yb) [105; 106]. Une caractéristique importante régissant les propriétés optiques des lanthanides est la contraction lanthanidique qui a pour effet de réduire la taille des ions à mesure que le numéro atomique augmente. Elle découle du fait que la distribution spatiale des derniers électrons ajoutés à la couche $4f$ des lanthanides se situe de plus en plus loin derrière les électrons internes à mesure que le numéro atomique du lanthanide augmente. En l'occurrence, à partir du Nd, les électrons $4f$ se retrouvent derrière les électrons des couches $5s^25p^6$ de la structure du Xe. Ces derniers électrons offrent donc un blindage électronique aux électrons $4f$ des effets liés à l'environnement de l'ion, soit la matrice vitreuse ou cristalline.

Les transitions optiques des TRs

La contraction lanthanidique et le blindage électronique au sein des TRs font en sorte que les niveaux d'énergie des électrons $4f$ sont relativement peu affectés par la matrice vitreuse [105; 106]. D'autre part, les états électroniques excités sont significativement moins affectés par la relaxation non radiative associée à l'émission de phonons, offrant ainsi aux TRs des transitions optiques avec de fortes efficacités de luminescence. La structure énergétique des TRs peut être décrite par trois mécanismes physiques distincts, énumérés par ordre décroissant d'importance, soit l'interaction électrostatique de Coulomb entre les électrons de la couche $4f$, l'interaction spin-orbite de l'électron et l'interaction ion-hôte. Malgré son influence minime sur la position exacte des niveaux d'énergie, l'interaction ion-hôte produit des sous-niveaux de Stark dans les bandes énergétiques, et dote les TRs de bandes d'absorption et d'émission optiques relativement larges lorsqu'ils sont insérés dans une matrice vitreuse. Finalement, les niveaux d'énergie obtenus en considérant l'interaction électrostatique et l'interaction spin-orbite sont étiquetés selon la notation de Russel-Saunders $^{2S+1}L_J$ où les nombres quantiques L, S et J sont associés à l'orbital, au spin et au moment angulaire total, respectivement.

Les ions de TR permettent l'émission de l'UV jusqu'à l'infrarouge sur des transitions impliquant des fonctions d'onde $4f$. Toutefois, pour un ion de TR seul, la règle de sélection de Laporte ne permet pas les interactions dipolaires électriques induites sur des transitions entre fonctions d'onde de parité égale, telles les fonctions d'onde $4f$ [106]. En réalité, cette limitation est palliée par l'hôte à l'intérieur duquel la TR est intégrée qui mélange des fonctions d'onde de parité opposée ($4f^{N-1}5d$) aux fonctions d'onde pures $4f$, et rend possibles les interactions dipolaires électriques induites. Sans ce mélange d'états quantiques, les transitions de TR seraient significativement moins intenses puisqu'elles dépendraient de processus impliquant des interactions dipolaires magnétiques ou quadripolaires électriques qui sont drastiquement moins efficaces. [105]. L'intensité des transitions optiques des TRs est calculée via la théorie

de Judd-Ofelt, une théorie nécessitant uniquement un spectre d'absorption expérimental adéquatement normalisé de la TR incluant au moins trois bandes d'absorption [107; 108; 106]. Notamment, l'analyse de Judd-Ofelt permet de déterminer le temps de vie radiatif des niveaux excités (τ_r) ainsi que les taux de branchement radiatifs (β_{ij}).

La probabilité d'émission ou d'absorption de photons en fonction de la longueur d'onde par une transition entre deux niveaux énergétiques i et j d'une TR est quantifiée par la section efficace d'émission et d'absorption ($\sigma_{ij}(\lambda)$). Dans le cas de l'absorption à partir du niveau fondamental, la section efficace est déterminée directement à partir d'une trace d'absorption acquise sur un échantillon dopé de TR et normalisée par la concentration de dopant et l'épaisseur de l'échantillon [109]. La section efficace d'absorption entre deux états excités est significativement plus complexe à mesurer puisqu'elle requiert l'utilisation d'une expérience pompe-sonde ainsi qu'un certain degré d'approximation quant à la distribution des ions dans le diagramme d'énergie afin de normaliser adéquatement la mesure [110; 111]. La section efficace d'émission, quant à elle, est généralement trouvée en mesurant la fluorescence émise par un échantillon dopé aux TRs, et en normalisant celle-ci via la relation de Füchtbauer-Ladenburg [112; 113]. L'utilisation de cette relation requiert toutefois la connaissance du taux de relaxation radiatif ($A_{ij} = \beta_{ij}/\tau_{r,i}$) calculé par la théorie de Judd-Ofelt entre les deux niveaux excités. Il est également possible de trouver la section efficace d'émission à partir de la section efficace d'absorption via la relation de McCumber [114; 115; 116].

Le temps de vie des niveaux métastables des TRs

Le temps de vie intrinsèque (τ) d'un niveau excité, ou métastable, d'un ion de TR joue un rôle primordial dans le gain laser qu'il est possible de développer à partir de ce niveau d'énergie. Celui-ci est donné par l'équation

$$\frac{1}{\tau} = \frac{1}{\tau_r} + \frac{1}{\tau_{nr}}. \quad (1)$$

Selon l'équation (1), le temps de vie intrinsèque d'un niveau excité est composé de deux contributions. La contribution radiative au temps de vie ($1/\tau_r$) donne le taux de transitions optiques, par interaction dipolaire électrique induite et magnétique, entre le niveau excité ainsi que les niveaux d'énergie inférieurs. Elle est déterminée par analyse de Judd-Ofelt en utilisant une trace d'absorption en fonction de la longueur d'onde de la TR à partir de l'état fondamental [106].

La contribution non radiative au temps de vie intrinsèque (τ_{nr}) est associée à la relaxation de l'ion du niveau excité jusqu'au niveau directement en dessous par émission de phonons. Cette relaxation est communément appelée relaxation multiphononique (MP), ou *multiphonon relaxation* en anglais, et est causée par le couplage entre les électrons de la TR et les phonons de la matrice vitreuse ou cristalline. Riseberg et Moos ont démontré que le taux de relaxation

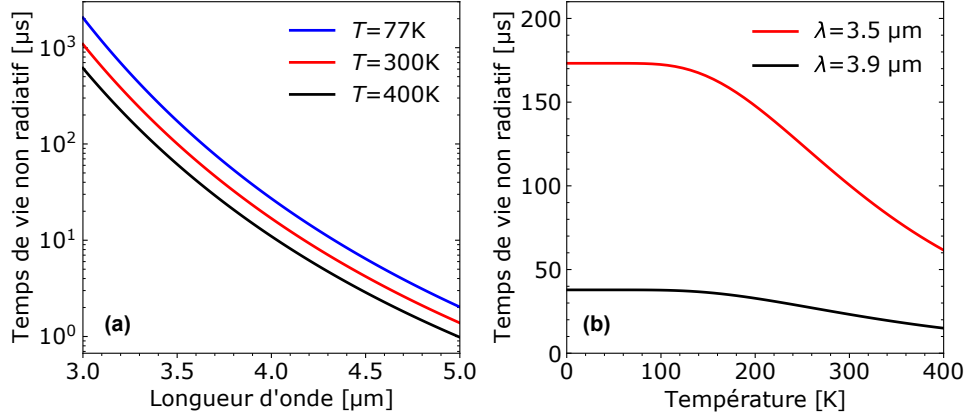


FIGURE I.7 – Temps de vie non radiatif en fonction de (a) la longueur d’onde associée à la transition infrarouge à différentes températures et (b) en fonction de la température à différentes longueurs d’onde. Les courbes ont été tracées suivant les paramètres spectroscopiques du ZBLAN donnés dans [119].

par MP ($w_{nr} = 1/\tau_{nr}$) est donné par [117]

$$w_{nr} = \frac{1}{\tau_{nr}} = C \exp(-\alpha\Delta E) \times \left[1 - \exp\left(\frac{-\hbar\omega_{max}}{kT}\right) \right]^{-\Delta E/\hbar\omega_{max}}. \quad (2)$$

Dans cette équation, ΔE est la différence d’énergie entre le niveau excité et le niveau directement en dessous, $\hbar\omega_{max}$ est l’énergie de phonon de la matrice vitreuse ou cristalline, k est la constante de Boltzmann et T est la température. Les paramètres C et α sont des constantes spécifiques à la matrice et sont déterminés par ajustement avec des données expérimentales. Pour les transitions de TR infrarouges au-delà de 3 μm dans les verres fluorés, les contributions non radiatives dominent le temps de vie intrinsèque. La figure I.7 présente le temps de vie non radiatif en fonction de la température et de la longueur d’onde d’émission associée à l’écart énergétique entre le niveau excité et le niveau directement en dessous. Il est possible de constater à la figure I.7(a) que le temps de vie non radiatif subit une décroissance doublement exponentielle en fonction de la longueur d’onde, un comportement limitant la puissance des LFOs opérant au-delà de 3 μm . D’autre part, en réduisant la température, la densité d’états phononiques au sein de la matrice vitreuse est réduite, et le temps de vie est augmenté [105], tel qu’illustré à la figure I.7(b). Le refroidissement à la température cryogénique (77 K) via l’azote liquide est parfois utilisé afin d’augmenter l’efficacité de l’émission infrarouge des LFOs en fibre de verre fluoré dopés aux ions de TR [118; 20].

Enfin, l’intégration de TRs dans le coeur de fibres de verre fluoré a permis la démonstration de LFOs opérant à des longueurs d’onde allant de 248 à 3950 nm [14]. Cette couverture spectrale offerte par les LFOs en verre fluoré est le résultat direct de leur faible énergie de phonon ($\hbar\omega = 500\text{-}600 \text{ cm}^{-1}$), par rapport à la silice ($\hbar\omega = 1100 \text{ cm}^{-1}$), qui réduit le taux de relaxation non radiatif.

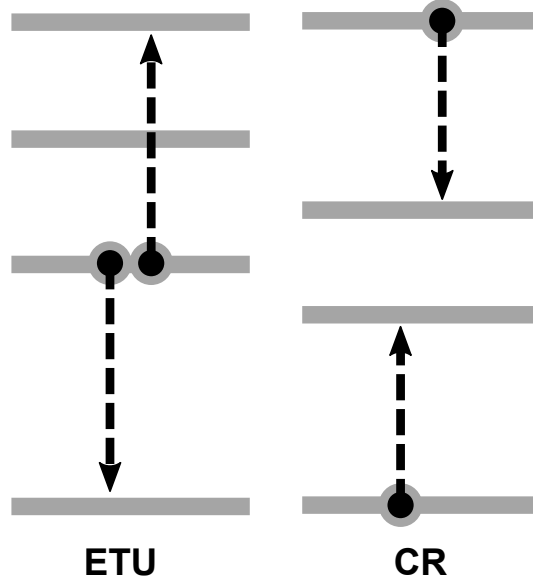


FIGURE I.8 – Représentation schématique des deux types de transfert d’énergie par paires d’ions de TR, soit la conversion ascendante de photons (ETU) et le transfert d’énergie croisé (CR).

Les transferts d’énergie entre ions de TR

Lorsque des ions excités de TR se retrouvent à proximité les uns des autres dans une matrice vitreuse ou cristalline, des transferts d’énergie, *energy transfer*, *ET* en anglais, entre ces ions sont possibles. Ces transferts d’énergie sont le résultat d’interactions électriques dipolaire/dipolaire entre les états excités des différents ions [120]. La figure I.8 montre les deux types de transferts d’énergie pouvant se produire entre deux ions de TR identiques. La conversion ascendante de photons, *energy transfer upconversion*, *ETU* en anglais, fait intervenir deux ions excités au même niveau d’énergie. Suite au processus ETU, un ion transférera son énergie à l’autre, et ce dernier verra son énergie augmentée. Le transfert d’énergie croisé, *cross-relaxation*, *CR* en anglais, se produit quant à lui entre ions excités à deux niveaux d’énergie différents.

Différents modèles ont été développés afin de reproduire l’effet des transferts d’énergie sur la dynamique des niveaux d’énergie des ions de TR [109], soit le modèle de transfert direct [121; 120], de transfert limité par la diffusion [122] ou de transfert avec diffusion rapide [120]. Bien que le comportement en régime transitoire des modèles diffère, leur contribution sur la population d’un niveau d’énergie en régime permanent CW peut être représentée de manière similaire, soit

$$\frac{dN_i}{dt} = -\frac{N_i}{\tau_i} \pm W_{ijkl}N_iN_j. \quad (3)$$

Dans cette équation, N_k représente la population ionique dans le niveau d’énergie k et τ_k le temps de vie intrinsèque du niveau k . Le transfert d’énergie est représenté par le terme $W_{ijkl}N_iN_j$ où W_{ijkl} donne la magnitude du transfert d’énergie et les indices i, j, k et l repré-

sente les niveaux initiaux et finaux, respectivement. Cependant, il arrive souvent qu'unique-
ment les indices i et j sont utilisés pour alléger la notation. Le paramètre W_{ijkl} augmente
avec la concentration, et la proximité, des ions, [123] ainsi qu'avec le degré de résonance entre
les transitions dipolaires [105]. Il est généralement déduit à partir de mesures temporelles de
fluorescence [123], ou en réalisant l'intégrale de recouvrement entre le spectre d'émission et
d'absorption des transitions impliquées [124]. D'autre part, il est évident par l'équation (3)
que les transferts d'énergie augmentent avec le nombre d'ions dans les niveaux excités N_i et
 N_j . Ainsi, les transferts d'énergie les plus forts, et les plus étudiés, impliquent des niveaux
fortement peuplés comme l'état fondamental ou des niveaux disposant d'un temps de vie
intrinsèque long permettant le stockage d'ions.

Toutefois, il est à noter que la possibilité de transferts d'énergie entre plus de deux ions a
été discutée dans le passé [109; 125]; toutefois leur probabilité à se produire est généralement
inférieure aux transferts d'énergie par paires d'ions. De plus, il a été récemment démontré que
les différents modèles de transfert d'énergie fournissent uniquement un accord partiel avec la
dynamique des niveaux d'énergie, et ce même pour des systèmes simples [126].

Le dopage aux TR

Comparativement aux verres de silice ou de chalcogénures, les verres fluorés permettent de
solubiliser de grandes concentrations de TR, permettant l'atteinte de gains laser élevés sur de
courtes longueurs de fibre. La solubilité élevée des TRs au sein des verres à base de fluorozircon-
nate et de fluoroindate provient du fait que les ions de TR sont intégrés sous forme de TRF_3 ,
et substituent directement le LaF_3 et le InF_3 , respectivement. À titre informatif, Bogdanov a
rapporté un échantillon de verre de fluorozirconate dopé à une concentration de 18 mol% d'ions
 Er^{3+} [109]. Dans cet échantillon, comparativement à la composition de ZBLAN standard, le
 LaF_3 était totalement substitué par le ErF_3 et la teneur en ZrF_4 et NaF fut baissée au profit
d'une plus forte concentration en BaF_2 .

Dans ce projet de recherche, deux transitions laser provenant d'ions de TR introduits dans des
fibres optiques en verre fluoré ont été exploitées. La transition ${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^4I_{9/2}$ dans des fibres
de ZrF_4 dopées à l'ion Er^{3+} a été utilisée pour générer un effet laser autour de $3.5\ \mu\text{m}$ tandis
que l'émission laser à $3.9\ \mu\text{m}$ a été générée via la transition ${}^5I_5 \rightarrow {}^5I_6$ dans des fibres d' InF_3
dopées à l'ion Ho^{3+} .

I.2.4 Les sources de pompage

L'utilisation de fibres optiques dopées aux TRs implique l'utilisation de sources de pompage
optique afin de stimuler l'effet laser. Les paramètres définissant une source de pompage optique
sont la longueur d'onde de pompage, la puissance et la qualité de faisceau, qui détermineront
si le pompage sera effectué par le coeur ou la gaine de la fibre optique. Le choix de ces
paramètres est généralement guidé par plusieurs considérations telles que l'emplacement de

la transition laser dans le diagramme d'énergie de la TR, la section efficace d'absorption de la TR à la longueur d'onde de pompage, l'intensité de pompage requise pour stimuler l'effet laser, la répartition de la charge thermique ou la présence de bandes d'absorption parasites liées à l'absorption à l'état excité (*excited state absorption, ESA*, en anglais). Dans ce qui suit, les sources de pompage utilisées dans le cadre de ce projet de recherche, soit des diodes multimodes à 890 et 980 nm ainsi que des LFOs monomodes à 1980 nm, seront brièvement présentées.

Diodes laser multimodes à 976 nm et à 890 nm

Des diodes multimodes laser à 976 nm et à 890 nm ont été utilisées dans ce travail de recherche afin de pomper via la gaine des fibres de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ et de $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ double gaine afin de stimuler l'effet laser à 3.5 μm et à 3.9 μm , respectivement. Les diodes laser dans cette gamme de longueurs d'onde sont des cavités laser à semi-conducteur, basées soit sur de l'arséniure d'indium gallium (InGaAs) ou de l'arséniure de gallium aluminium (AlGaAs), pompées électriquement [127]. Leur développement a tout d'abord été favorisé en raison de leur capacité à pomper efficacement les amplificateurs à fibre dopés à l'ion erbium (*erbium-doped fiber amplifier, EDFA*, en anglais) pour le secteur de la télécommunication optique. Toutefois, la croissance en popularité des LFOs en fibres optiques dopés à l'ion Yb^{3+} opérant à 1 μm [68] a propulsé encore davantage leur développement dans les vingt dernières années [128].

De nos jours, il est possible d'acheter des diodes laser entre 800 et 1000 nm avec terminaison en fibre optique produisant environ 1 W de puissance monomode en régime CW [129]. Bien que ces diodes soient suffisantes en termes de puissance afin de pomper par le coeur les EDFA dans le réseau de télécommunication, elles ne permettent pas de pomper des LFOs produisant plusieurs kilowatts de puissances. À cette fin, des diodes laser multimodes, basées sur de multiples émetteurs, ont été développées afin de livrer plusieurs centaines de watts de puissance au profit d'une piètre qualité de faisceau. Puisque la qualité de faisceau ne permet plus l'injection de cette pompe dans le coeur d'une fibre, celle-ci est injectée dans la gaine des LFOs. Des fournisseurs tels que Nlight produisent actuellement des diodes lasers multimodes possédant un ratio élevé de la puissance émise sur la qualité de faisceau, c.-à-d. la brillance. Par exemple, il est possible d'acheter commercialement des diodes produisant une puissance d'environ 400 W à 976 nm livrée via une fibre optique de silice ayant un coeur de 200 μm de diamètre et où 95 % de la puissance est confinée dans une ouverture numérique de 0.16. Il est possible de combiner plusieurs de ces diodes au moyen de combinateurs à fibre multimode [130], mais encore une fois au détriment d'une réduction de la qualité de faisceau. Des compagnies comme IPG Photonics offrent des modules de pompage à 976 nm livrant une puissance allant jusqu'à 2000 W dans le coeur d'une fibre de 200 μm de diamètre.

Dans ce projet de recherche, les diodes laser multimodes à 976 nm utilisées produisaient nominalelement 25 W de puissance et était terminées par une fibre de silice multimode disposant

d'un coeur de 105 μm de diamètre et une ouverture numérique de 0.22 [131]. Dans la plupart des cas, ces diodes étaient stabilisées en longueur d'onde et disposaient d'une conversion électrique à optique d'environ 45 %. La diode multimode laser à 890 nm, quant à elle, livrait 35 W de puissance CW via une fibre disposant d'un coeur de 200 μm de diamètre et d'une ouverture numérique de 0.22. Sa conversion électrique à optique était de 52 %. Pour les deux types de diodes, un refroidissement actif liquide était nécessaire afin de prévenir l'échauffement du module.

LFOs Tm^{3+} :silice monomodes à 1976 nm

Un pompage optique autour de 1980 nm dans le coeur de la fibre $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ doit être utilisé conjointement à un pompage dans la gaine de la fibre à 976 nm afin de générer un effet laser efficace à 3.5 μm . Ce pompage monomode à une longueur d'onde de 1980 nm est aisément accessible via des LFOs à base de fibre optique de silice dopée à l'ion Tm^{3+} .

Les LFOs dopés Tm^{3+} à 1976 nm reposent sur l'émission laser sur la transition ${}^3F_4 \rightarrow {}^3H_6$ et sont généralement pompés par la gaine à l'aide de diodes laser multimodes à 790 nm [132]. Bien que l'efficacité de Stokes de ce système laser se situe autour de 40 %, des transferts d'énergie efficaces entre paires d'ions Tm^{3+} permettent d'atteindre des efficacités expérimentales allant jusqu'à 75 % en fonction de la pompe absorbée. Les LFOs dopés Tm^{3+} ont émergé en termes de maturité technologique au tournant du 21e siècle lorsqu'une puissance CW de 85 W à une longueur d'onde de 2.06 μm fut démontrée par Frith *et al.* en utilisant un pompage multimode à 793 nm [133]. Depuis, une puissance CW de 1 kW à 2045 nm a été démontrée par Ehrenreich *et al.* [134] selon le même principe, mais en utilisant un système d'amplification à deux étages. Actuellement, la puissance laser autour de 2 μm la plus élevée produite par un LFO simple dopé Tm^{3+} a été démontrée par Walbaum *et al.* en 2016 [135]. La cavité laser était basée sur une fibre Nufern commerciale à grande taille de mode (*large mode area, LMA*, en anglais), disposant d'un coeur de 25 μm de diamètre et d'une ouverture numérique de 0.1, et dont la gaine avait un diamètre de 400 μm . La rétroaction était fournie par des réseaux de Bragg photo-inscrits dans le coeur d'une fibre passive et fusionnée à la fibre de gain. Une puissance monomode de 567 W a été démontrée à 1970 nm accompagnée d'un certain élargissement spectral via des effets non linéaires liés à l'intensité laser dans le coeur de la fibre.

Les LFOs à 1980 nm utilisés comme source de pompage dans le contexte de ce projet de recherche étaient basés sur une fibre optique maison de silice dopée à l'ion Tm^{3+} . La fibre optique est double gaine et dispose d'un coeur de 11 μm de diamètre et d'une ouverture numérique de 0.11. La gaine de verre de la fibre dispose d'un diamètre circulaire de 260 μm et est tronquée par deux plans parallèles séparés de 240 μm . Tout comme Walbaum *et al.*, les cavités étaient délimitées par des réseaux de Bragg photo-inscrits dans le coeur d'une fibre passive fusionnée à la fibre Tm^{3+} . Le pompage était fourni par des diodes laser multimodes à 793 nm produisant des puissances jusqu'à 135 W et terminées par des fibres multimodes de

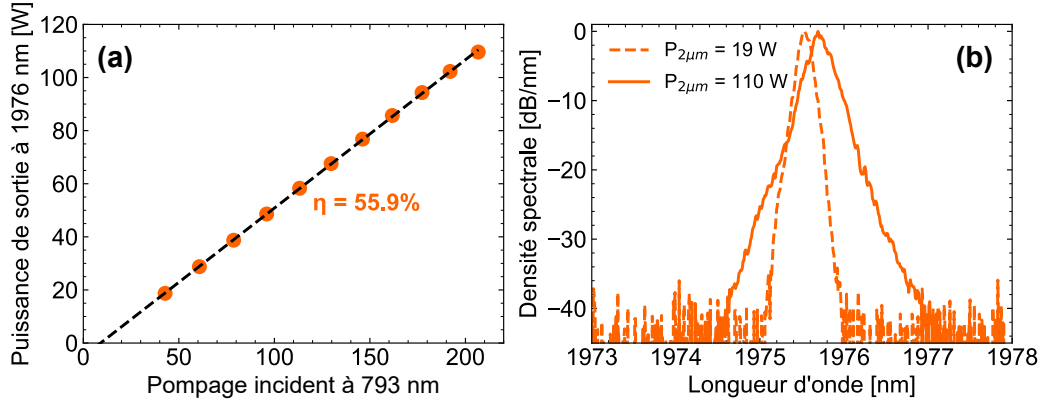


FIGURE I.9 – (a) Puissance CW monomode à 1976 nm et (b) spectre laser à la sortie d’un LFO en silice dopé aux ions Tm^{3+} et pompé par la gaine à 793 nm.

silice ayant un diamètre de coeur de $200\ \mu\text{m}$ et d’une ouverture numérique de 0.22 [136]. La conversion électrique à optique de ces diodes est d’environ 40 %. La figure I.9 présente les performances d’un LFO en silice dopée à l’ion Tm^{3+} développé dans le cadre de ce projet de recherche. Ce LFO produit une puissance CW monomode, limitée par la pompe, autour de 110 W à 1976 nm avec une efficacité de 56 %, tel que montré à la figure I.9(a). La figure I.9(b) montre quant à elle que le spectre subit de l’élargissement spectral à mesure que la puissance augmente de 19 à 110 W.

I.2.5 Les réflecteurs

La rétroaction d’un LFO linéaire opérant en régime CW peut être fournie par trois composants différents soit un miroir ou un filtre dichroïque, une clive à angle droit à l’extrémité de la fibre optique ou un réseau de Bragg (*fiber Bragg grating*, *FBG* en anglais) photo-inscrit dans le coeur de la fibre optique.

Les miroirs, tels que les miroirs d’or, d’argent ou à base de matériaux diélectriques, permettent de refléter fortement la lumière. Toutefois, ces miroirs ne peuvent être utilisés dans les situations où un faisceau de pompage, à une longueur d’onde différente de celle du signal laser, doit traverser ceux-ci. L’utilisation de filtres dichroïques, dont les bandes de réflectivité et de transmission sont réglées en fonction des longueurs d’onde du laser et de la pompe, respectivement, permet de lever cette limitation. La fabrication d’un filtre dichroïque repose sur la déposition de couches minces, formées à partir d’un matériau de haut et de bas indice de réfraction, à la surface d’un substrat transparent [57]. Les bandes de réflexion sont produites en alternant une couche de matériau de haut indice et une couche de matériau de bas indice, et en choisissant des épaisseurs de couches satisfaisant la condition d’interférence constructive en réflexion. Dans les applications liées aux lasers de haute puissance infrarouges, les miroirs diélectriques sont généralement faits à partir de couches minces alternées de SiO_2 , de HfO_2 ou de Ta_2O_5 .

Toutefois, l'utilisation de miroirs à large bande ou de filtres dichroïques afin de fournir de la rétroaction laser nécessite l'utilisation d'optique en espace libre encombrante et souvent complexe à aligner. Ce type d'alignement pose aussi un risque pour la durée de vie des LFOs en fibre de verre fluoré puisqu'un signal mal réinjecté dans la fibre mènera à son échauffement et ultimement à sa défaillance en raison de ses faibles propriétés thermomécaniques.

Les clives à angle droit fournissent une rétroaction via réflexion de Fresnel de la lumière à l'interface verre/air. Tout comme les miroirs, cette réflexion n'est pas sélective en longueur d'onde. Les fibres de verre fluoré disposent d'un indice de réfraction d'environ $n \approx 1.5$, impliquant que la réflexion à une extrémité clivée à angle droit sera d'environ $R_{clive,0^\circ} \approx 4\%$ [57]. Il est à noter que la réflectivité de la clive diminuera en fonction de son angle en raison d'une plus faible réinjection du signal réfléchi au sein du cœur de la fibre optique [98]. Des clives à angle (7° par exemple) sont d'ailleurs couramment utilisées afin de prévenir tout effet laser parasite dans des LFOs. L'utilisation de clives à angle droit dans les LFOs en verre fluoré infrarouge pose également des risques quant à la durée de vie du système. En effet, l'interface verre/air est souvent dégradée par des phénomènes optiques instantanés, comme des impulsions, ou à long terme, comme la dégradation OH.

Les FBGs photo-inscrits dans le cœur des fibres optiques fournissent une rétroaction extrêmement sélective en longueur d'onde et sont fabriqués via une variation périodique de l'indice de réfraction du cœur de la fibre optique [137]. Les LFOs basés sur la technologie des FBGs sont réputés pour leur stabilité et simplicité puisqu'ils ne requièrent pas d'optique en espace libre additionnelle pour fournir la rétroaction, sont peu sensibles aux perturbations mécaniques et disposent d'une grande qualité spectrale. La longueur d'onde de design, souvent appelée la longueur d'onde de Bragg (λ_B), d'un FBG à pas uniforme est donnée par [137]

$$\lambda_B = 2n_{eff}\Lambda, \quad (4)$$

où n_{eff} est l'indice effectif du mode guidé par le cœur de la fibre optique [98] et Λ est le pas de la modification périodique. Dans les fibres de verre fluoré, l'indice effectif du mode guidé se situe aux alentours de $n_{eff} \approx 1.5$, ce qui implique que le pas d'un FBG produisant une bande de réflexion à $3.5 \mu\text{m}$, par exemple, doit être d'environ $1.17 \mu\text{m}$. Tant la réflectivité maximale et que la largeur spectrale de la bande de réflexion produite par un FBG uniforme augmentent lorsque l'amplitude de la modification périodique de l'indice de réfraction augmente. Il est également possible d'augmenter la largeur de la bande de réflexion en variant le pas, et donc λ_B , au sein du FBG. Dans ce cas, on parlera de FBGs *chirpés* [137].

Généralement, la photoinscription de FBGs dans le cœur de fibres optiques est réalisée à l'aide de lasers UV ou de lasers titane:saphir femtosecondes opérant à 800 nm . L'avantage de ces derniers par rapport aux lasers UV est le fait que l'inscription peut être réalisée dans différentes compositions vitreuses (silice, verre fluoré, verre de chalcogénure, etc.) et ne requiert pas de dopants photosensibles dans le cœur de la fibre tels que le germanium et l'hydrogène.

D'autre part, contrairement à la lumière UV, la lumière à 800 nm est très peu absorbée par le polymère recouvrant les fibres optiques. L'inscription de FBGs à 800 nm offre donc l'avantage additionnel de ne pas nécessiter le dégainage du polymère initial de protection sur la fibre. Le pas du réseau peut être généré par une méthode d'inscription point par point, une méthode d'inscription interférométrique ou l'utilisation d'un masque de phase [138]. Dans ce projet de recherche, les FBGs ont été photo-inscrits dans le coeur des fibres optiques de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ au travers de la gaine de polymère à l'aide d'un laser femtoseconde à 800 nm et la technique du masque de phase [139]. Dans cette technique, les ordres ± 1 de diffraction générés par les impulsions à 800 nm traversant le masque de phase interfèrent dans l'axe optique du coeur de la fibre. Ceci génère des zones d'interférence constructive périodiques où l'indice de réfraction du coeur est modifié. Telle que démontré par Bernier *et al.*, les impulsions femtosecondes à 800 nm focalisées dans des fibres de ZrF_4 induisent une dilatation de la matrice vitreuse et une réduction locale de l'indice de réfraction s'ensuit [139].

Dans les LFOs de silice haute puissance opérant à 2 ou à 1 μm , deux FBGs sont utilisés afin de fournir la rétroaction laser. Le FBG situé à l'entrée dispose généralement d'une réflectivité maximale élevée ($> 99\%$), accompagnée d'une bande de réflectivité relativement large, et est appelé le FBG haute-réflectivité (*High-Reflectivity FBG*, *HR-FBG*, en anglais) [135]. Le FBG situé à l'extrémité de sortie du LFO, *Low-Reflectivity FBG*, *LR-FBG*, dispose quant à lui d'une réflectivité maximale plus faible ($\approx 10\%$) afin de favoriser le couplage de la lumière à l'extérieur de la cavité, et sa bande de réflectivité est inférieure à celle du HR-FBG. Ces paramètres des FBGs sont choisis afin d'assurer la stabilité spectrale et en puissance des LFOs. Par exemple, la largeur de bande du HR-FBG est choisie afin d'assurer un chevauchement avec le LR-FBG plus étroit, et ce pour toutes les puissances de pompage et tous les niveaux d'échauffement du HR-FBG. Une largeur de bande plus élevée protège également les modules de pompage de signaux laser issus de l'élargissement spectral du signal laser via les effets non linéaires au sein de la fibre. En général, on préférera des LR-FBGs avec des bandes de réflectivité plutôt étroites puisque ce composant définira la qualité spectrale de la puissance émise par le LFO. Toutefois, il a été démontré que des LR-FBGs avec une largeur de bande plus élevée permettent de diminuer la diffusion Raman, le principal effet responsable de l'élargissement spectral dans les LFOs de haute puissance [140].

Dans ce projet de recherche, les LFOs de haute puissance en fibre de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ opérant à 3.5 μm utilisent de FBGs photo-inscrits dans le coeur de la fibre par impulsions femtosecondes à 800 nm et la technique du masque de phase. Toutefois, les paramètres des FBGs utilisés dans ces cavités diffèrent par rapport à ceux des FBGs utilisés dans les LFOs de haute puissance à 1 et 2 μm . Comme il sera expliqué au chapitre 2, les HR-FBGs étaient optimisés afin d'avoir une largeur de bande étroite et une réflectivité élevée tandis que les LR-FBGs disposaient d'une réflectivité aux alentours de $R_{LR-FBG} \approx 30\%$ et une largeur spectrale plus étendue. Ce choix est motivé par le fait que les LFOs à 3.5 μm requièrent un pompage par le coeur

aux alentours de $2\ \mu\text{m}$. Il a été démontré que l'inscription de HR-FBGs forts et large bande à l'entrée de ces cavités induit des pertes catastrophiques via diffusion allant au-delà de 50 % à la longueur d'onde de pompe à $2\ \mu\text{m}$. Toutefois, comme il sera démontré au chapitre 2, les paramètres des FBGs préconisés ont permis la démonstration d'une source à $3.5\ \mu\text{m}$ avec une bonne stabilité spectrale et une bonne stabilité en puissance.

I.2.6 Les embouts de protection

Lorsque la puissance d'un LFO augmente, la probabilité de dommage à l'interface verre/air située à l'extrémité de sortie du LFO augmente. Dans le cas des systèmes laser à $1\ \mu\text{m}$ basés sur des fibres de silice dopée à l'ion Yb^{3+} , cette dégradation est liée au fait que l'intensité optique de sortie du laser excède le seuil de dommage de l'interface verre/air, situé à environ $500\ \text{MW}/\text{cm}^2$ [141]. Pour pallier cette limitation, des embouts de protection fusionnés à l'extrémité de sortie des LFOs ont été développés. Ces embouts permettent une expansion contrôlée du faisceau de sortie et réduisent de ce fait l'intensité à l'interface verre/air. Cette technique de mitigation de la défaillance a permis la démonstration de LFOs livrant au-delà de $100\ \text{kW}$ de puissance de sortie en régime CW.

Dans les fibres de verre fluoré, la défaillance de l'extrémité de sortie des LFOs infrarouges CW n'est pas causée par le dépassement du seuil de dommage optique de l'interface verre/air, mais plutôt par la diffusion de la vapeur d'eau ambiante dans la fibre. En effet, les verres fluorés disposent d'une grande réactivité avec l'eau liquide et la vapeur d'eau, ce qui les rend significativement plus sensibles aux conditions ambiantes que les verres de silice [142]. Dans le cas spécifique du ZBLAN, le ZrF_4 et le BaF_2 se dissolvent sous l'action de l'eau, l'eau pénètre par la suite dans le verre sous forme de composés OH, et des cristaux de ZrF_4 se forment à la surface du verre. Cette diffusion OH est exacerbée par le fait que les LFOs en verre fluoré opèrent aux alentours de $3\ \mu\text{m}$, soit au centre de la bande d'absorption moléculaire des composés OH [143]. Ainsi, la diffusion OH au sein du coeur de la fibre optique mène à son échauffement, via l'absorption résonante des photons à $3\ \mu\text{m}$ par les composants OH diffusés. Suivant la loi de diffusion de Fick, cette élévation de température augmente le taux de diffusion OH et, de ce fait, une boucle de rétroaction s'installe. Celle-ci mène la fibre à dépasser sa température de transition vitreuse ($\approx 300\ ^\circ\text{C}$) et cause inévitablement la défaillance du système via cette photodégradation. La présence de composants OH dans les fibres de verre fluoré est discernable par la bande d'absorption située aux alentours de $2.9\ \mu\text{m}$ dans la courbe d'atténuation de la fibre de ZBLAN et de la fibre d' InF_3 à la figure I.5. On constate que cette absorption s'étend de 2.6 à $3.5\ \mu\text{m}$, ce qui implique que la photodégradation par diffusion OH est potentiellement problématique pour tous les LFOs en verre fluoré opérant dans cette gamme de longueurs d'onde. De ce fait, la mitigation de la photodégradation par diffusion OH via l'utilisation d'embouts de protection ou de couches minces faisant office de barrière de diffusion a été étudiée dans le contexte de ce projet de recherche et est détaillée au chapitre 5.

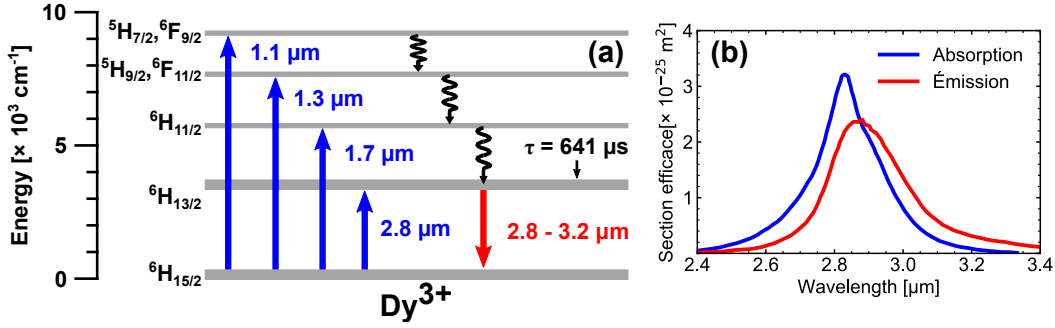


FIGURE I.10 – (a) Diagramme d’énergie simplifié de l’ion Dy^{3+} avec transitions optiques d’intérêt, adapté de [145], et (b) sections efficaces d’absorption et d’émission liées à la transition entre les niveaux $6H_{15/2}$ et $6H_{13/2}$, tiré de [146].

I.3 État de l’art des lasers à fibres opérant au-delà de 3 μm

Dans cette section, l’état de l’art des LFOs dopés aux ions de TR opérant au-delà de 3 μm sera présenté. Ces LFOs ont été réalisés à l’aide de fibres optiques à base de ZrF_4 et d’ InF_3 dopées aux ions de Dy^{3+} , d’ Er^{3+} et d’ Ho^{3+} .

I.3.1 LFOs dopés à l’ion Dy^{3+} à 3.1 μm

Le dysprosium (Dy^{3+}) incorporé dans des matrices vitreuses de ZrF_4 et de InF_3 permet l’émission laser au-delà de 3 μm . Le diagramme d’énergie du Dy^{3+} est illustré à la figure I.10(a). On constate que cet ion possède plusieurs niveaux énergétiques très rapprochés entre 0 et 10,000 cm^{-1} . Toutefois, parmi ces niveaux énergétiques, uniquement le niveau d’énergie $6H_{13/2}$ possède un temps de vie appréciable ($\tau = 641 \mu\text{s}$) permettant son utilisation comme transition laser. On peut voir à la figure I.10(b), que la section efficace d’émission de la transition $6H_{13/2} \rightarrow 6H_{15/2}$ s’étend de 2.6 à 3.4 μm , avec une valeur maximale d’environ $2.9 \times 10^{-25} \text{ m}^2$ à 2.87 μm . Le pompage du niveau $6H_{13/2}$ peut être réalisé à 1.1, 1.3, 1.7 et 2.8 μm , tel qu’illustré à la figure I.10(a). Le pompage intrabande autour de 2.8 μm est généralement préconisé dans les LFOs dopés au Dy^{3+} en raison de l’efficacité de Stokes élevée et l’accessibilité de sources puissantes de pompage tout-fibre à cette longueur d’onde [144]. La section efficace d’absorption sur la transition $6H_{15/2} \rightarrow 6H_{13/2}$ est montrée à la figure I.10(b); elle possède un maximum à 2.83 μm .

Le premier LFO dopé à l’ion Dy^{3+} opérant autour de 2.9 μm a été réalisé en 2003 par Jackson dans une fibre de ZrF_4 pompée dans le coeur par un laser Yb^{3+} à 1.1 μm [147]. Une puissance maximale de 275 mW a été générée avec 8.1 W de pompe tandis que l’efficacité laser en fonction de la pompe injectée était de 4.1%. En 2016, Majewski *et al.* démontrent un LFO à base de $Dy^{3+}:ZrF_4$ opérant à 3.04 μm pompé intrabande à 2.8 μm à l’aide d’un LFO à base de $Er^{3+}:ZrF_4$ [146]. Bien qu’une puissance relativement faible d’environ 120 mW a été générée par la cavité, l’efficacité en fonction de la pompe injectée était de 51%, démontrant ainsi un grand

potentiel d'accroissement de la puissance dans l'avenir. Cette efficacité fut augmentée jusqu'à 73 % par Woodward *et al.* via l'utilisation d'un LR-FBG à la sortie de la cavité $\text{Dy}^{3+}:\text{ZrF}_4$ [148]. Une puissance de 10 W à 3.24 μm a ensuite été démontrée par Fortin *et al.* en utilisant cette fois-ci une architecture tout-fibre basée sur des FBGs ainsi qu'une source de pompage $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ produisant environ 25 W de puissance à 2.8 μm .

D'autre part, une accordabilité de 2.8 à 3.4 μm a été démontrée par Majewski *et al.* dans un LFO $\text{Dy}^{3+}:\text{ZrF}_4$ pompé à 1.7 μm [149]. L'effet laser à 3 μm dans une fibre de $\text{Dy}^{3+}:\text{InF}_3$ a également été étudié [150]; cette étude a aussi révélé l'émission de fluorescence autour de 4.2 μm sur la transition ${}^6H_{11/2} \rightarrow {}^6H_{13/2}$ lorsque la fibre est pompée à 1.7 μm . Le pompage à 1.1 μm a également été revisité par Sójka *et al.* où une puissance de 554 mW à 2.98 μm a été démontrée avec une efficacité de 18 % en fonction de la pompe injectée dans le coeur [151]. Finalement, en utilisant un co-dopage $\text{Tm}^{3+}/\text{Dy}^{3+}$ dans une fibre de ZrF_4 , où l'ion Tm^{3+} joue le rôle de sensibilisateur, Majewski *et al.* ont réalisé un laser à 3.23 μm pompé par la gaine à 800 nm. Toutefois, la puissance du laser était limitée à 12 mW, pour une puissance de pompage de 6.3 W, et l'efficacité laser en fonction de la pompe incidente était de 0.3 %.

I.3.2 LFOs dopés à l'ion Er^{3+} à 3.5 μm

Cette section discutera des propriétés spectroscopiques de la transition ${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^4I_{9/2}$ à 3.5 μm dans le système $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ et présentera également une revue des différents LFOs ayant été démontrés sur cette transition laser.

Le système $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ et le co-pompage à deux longueurs d'onde (DWP)

Le diagramme d'énergie partiel du système $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ est présenté à la figure I.11. Les niveaux sont étiquetés selon la notation de Russel-Sanders et sont également classés selon leur position relative dans le diagramme d'énergie. À des fins pratiques, les niveaux ${}^2H_{11/2}$ et ${}^4S_{3/2}$ sont considérés comme un seul niveau N_5 puisque leur faible écart énergétique permet un couplage thermique efficace [152]. Le temps de vie intrinsèque des niveaux métastables est indiqué à la droite du diagramme [125]. Il est à noter que le temps de vie des niveaux ${}^4F_{7/2}$ et ${}^4I_{9/2}$ est très court ($\tau < 10 \mu\text{s}$) puisque les processus non radiatifs dominent la relaxation des niveaux en raison de l'écart énergétique faible avec le niveau directement en dessous [117]. La relaxation MP est représentée par des flèches ondulées dans le diagramme d'énergie.

L'émission autour de 3.5 μm , illustrée par une flèche à trait plein rouge, est produite par la transition ${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^4I_{9/2}$. Cette transition est positionnée à 15,300 cm^{-1} , soit au-dessus des transitions bien connues à 1.55 μm (${}^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$) et 2.9 μm (${}^4I_{11/2} \rightarrow {}^4I_{13/2}$). L'excitation directe du niveau ${}^4F_{9/2}$ est possible via un pompage optique à partir de l'état fondamental à 655 nm [18], un processus illustré par une flèche à trait plein noire. Toutefois, ce type de pompage est limité tout d'abord par une efficacité de Stokes relativement faible ($\lambda_p/\lambda_s \approx 19\%$), le résultat du positionnement élevé du niveau ${}^4F_{9/2}$ dans le système $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$. Cette limitation

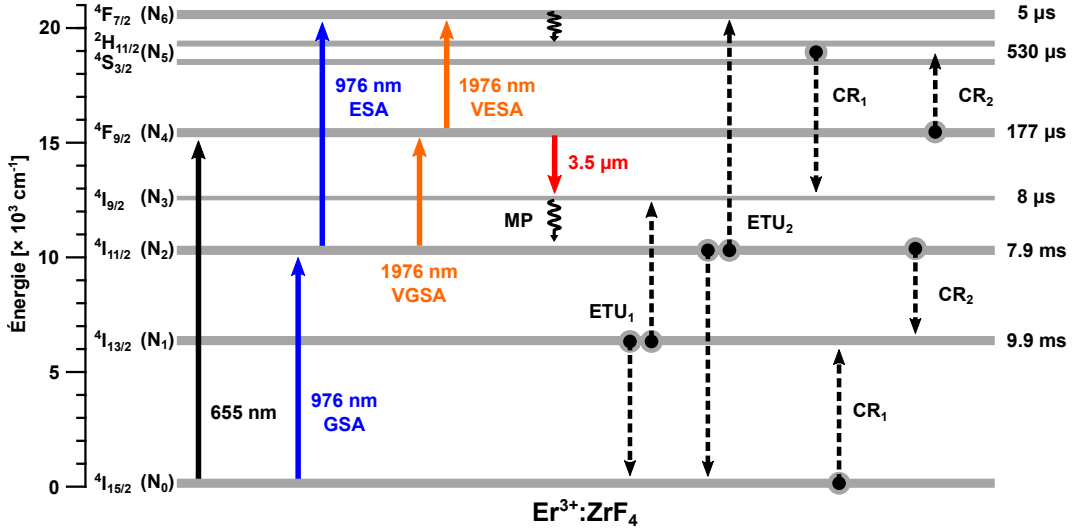


FIGURE I.11 – Diagramme d'énergie simplifié du système $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ avec transitions optiques et transferts d'énergie d'intérêts liés à l'émission laser à $3.5\ \mu\text{m}$ sur la transition ${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^4I_{9/2}$. Les niveaux d'énergie sont étiquetés selon la notation de Russel-Sanders, ${}^{2S+1}L_J$, et sont également classés selon leur position relative dans le diagramme d'énergie, N_i . Les temps de vies intrinsèques des niveaux métastables sont affichés à la droite du diagramme et sont tirés de [125].

est rehaussée par le temps de vie élevé des niveaux inférieurs au niveau ${}^4F_{9/2}$, soit $\tau({}^4I_{11/2}) = 7.9\ \text{ms}$ et $\tau({}^4I_{13/2}) = 9.9\ \text{ms}$, qui stockent les ions lorsqu'un pompage direct à $655\ \text{nm}$ est appliqué. À partir des équations de niveaux données dans [125], il est possible d'approximer la fraction d'ions excités au niveau ${}^4F_{9/2}$ par rapport à l'ensemble des ions excités par un pompage à $655\ \text{nm}$ par la relation :

$$\frac{N_4}{N_4 + N_3 + N_2 + N_1} \approx \frac{\tau_4}{\beta_{43}\tau_2 + \beta_{21}\beta_{43}\tau_1}, \quad (5)$$

où β_{ij} est le taux de branchement total, incluant la relaxation radiative et non radiative, tandis que τ_i est le temps de vie intrinsèque du niveau N_i . Dans la dérivation de cette relation, une population négligeable au niveau N_3 a été considérée en vertu du temps de vie très court, et les transferts d'énergie par paires d'ions (ETU et CR) ont été négligés. En utilisant les paramètres spectroscopiques de Bogdanov *et al.* [125], on trouve que le ratio donné par l'équation (5) est de 2.3 %.

Afin de pallier la faible efficacité de Stokes ainsi que le stockage des ions dans les niveaux inférieurs disposant de longs temps de vie, Henderson-Sapir *et al.* ont proposé l'utilisation d'un co-pompage à deux longueurs d'onde, *dual-wavelength pumping*, *DWP* en anglais, afin d'exciter la transition à $3.5\ \mu\text{m}$ [22]. Dans ce schéma, un pompage à $976\ \text{nm}$, représenté sur la figure I.11 par une flèche à trait plein bleue, excite les ions du niveau fondamental (${}^4I_{15/2}$) au niveau ${}^4I_{11/2}$. Cette transition est généralement référée à *GSA* pour *ground-state absorption* en anglais. Le niveau ${}^4I_{11/2}$ dispose d'un temps de vie relativement long, permettant l'accu-

mulation d'ions en régime de pompage CW. Dans le contexte du DWP, cet état est appelé un état fondamental virtuel (*virtual ground state*, *VGS* en anglais). Ainsi, il est possible de pomper de nouveau le VGS avec une longueur d'onde autour de 1976 nm, représenté par une flèche à trait plein orange, afin d'exciter les ions au niveau ${}^4F_{9/2}$. De manière analogue au GSA, cette transition optique à 1976 nm est appelée *VGSA* pour *virtual-ground state absorption*. Suite à l'émission d'un photon à 3.5 μm sur la transition ${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^4I_{9/2}$, les ions relaxent immédiatement par MP au VGS et sont ainsi de nouveau disponibles afin d'être pompés à 1976 nm.

Le gain en efficacité du DWP par rapport au pompage conventionnel à 655 nm réside tout d'abord dans le fait que le stockage d'ions dans les niveaux ${}^4I_{11/2}$ et ${}^4I_{13/2}$ est évité. D'autre part, la création d'un VGS au niveau ${}^4I_{11/2}$ tronque le diagramme d'énergie du système $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ et le transforme en un système laser à quasi quatre niveaux disposant d'une efficacité de Stokes aux alentours de 56 % en fonction de la pompe à 1976 nm. Finalement, le pompage à 976 nm et à 1976 nm est facilement accessible via les diodes laser d'InGaAs et des LFOs dopés à l'ion Tm^{3+} , respectivement.

Sections efficaces de la transition ${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^4I_{9/2}$

Une caractéristique importante de la transition laser à 3.5 μm est l'étendue spectrale de sa section efficace. La section efficace d'émission et d'absorption de la transition impliquant les niveaux ${}^4F_{9/2}$ et ${}^4I_{9/2}$ est présentée à la figure I.12. Il est possible de constater que la section efficace d'émission couvre presque l'ensemble de la plage spectrale entre 3.2 et 3.9 μm , et dispose d'une valeur crête de $0.89 \times 10^{-25} \text{ m}^2$ à 3.46 μm . Cette valeur crête est toutefois sujette à une large incertitude, elle peut varier entre 0.22 et $1.05 \times 10^{-25} \text{ m}^2$, en raison de l'imprécision des paramètres spectroscopiques utilisés dans la relation de Füchtbauer-Ladenburg [92; 153]. D'autre part, il est à noter que la valeur crête de la section efficace de la transition à 3.5 μm dans l' $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ est inférieure à celles d'autres transitions IRM issues de TRs dopées dans du ZrF_4 . En effet, bien que la force d'oscillateur des transitions IRM soit sensiblement similaire, celle-ci est proportionnelle à l'intégrale de la section efficace de chaque transition. L'étendue spectrale élevée de la transition ${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^4I_{9/2}$ a donc pour effet de réduire l'amplitude de la section efficace. Finalement, Henderson-Sapir *et al.* ont également rapporté une variation importante de l'étendue de la section efficace d'émission, plus de 100 nm du côté des courtes et des longues longueurs d'onde, en fonction de la matrice vitreuse [111].

La section efficace d'absorption de la transition ${}^4I_{9/2} \rightarrow {}^4F_{9/2}$ présentée à la figure I.12 est calculée à partir de la section efficace d'émission à l'aide de la relation de McCumber [115]. À cette fin, les sous niveaux de Stark associés aux niveaux énergétiques mesurés par Huang *et al.* dans des verres de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ furent utilisés [154]. Conformément à la relation de McCumber, la section efficace d'absorption est décalée vers les courtes longueurs d'onde. Généralement, ceci aurait comme conséquence que l'émission laser serait avantagée aux longues longueurs

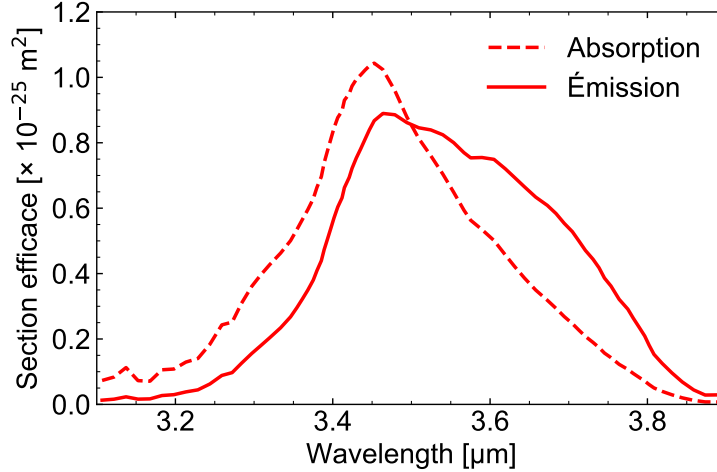


FIGURE I.12 – Sections efficaces d’absorption et d’émission liées à la transition entre les niveaux ${}^4I_{9/2}$ et ${}^4F_{9/2}$. La section efficace d’émission est tirée de [153] tandis que la section efficace d’absorption est calculée à l’aide de la relation de McCumber en utilisant la structure de Stark tirée de [154].

d’onde, puisque la section efficace d’émission est plus élevée que la section efficace d’absorption. Toutefois, puisque le temps de vie du niveau inférieur de la transition à $3.5\mu\text{m}$ est presque négligeable par rapport au niveau supérieur, $\tau_3 = 8\mu\text{s}$ et $\tau_4 = 177\mu\text{s}$, la section efficace d’absorption influence très peu le gain laser ; ce dernier est principalement influencé par la dépendance spectrale de la section efficace d’émission.

Sections efficaces du GSA et du ESA à 976 nm

La figure I.13 présente la section efficace d’absorption et d’émission de la transition GSA entre les niveaux ${}^4I_{15/2}$ et ${}^4I_{11/2}$. L’absorption s’étend de 960 nm jusqu’au-delà de 1000 nm, et possède une valeur crête de $2.2 \times 10^{-25} \text{ m}^2$ à 973 nm. Généralement, le processus stimulé ${}^4I_{11/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}$ associé au GSA a un impact négligeable sur la dynamique de gain, mais peut devenir non-négligeable dans un contexte où le pompage autour de 980 nm est intense. Dans ce type de situation, la contribution d’un effet d’absorption parasite à l’état excité (*excited-state absorption*, *ESA* en anglais), également identifiée par une flèche en trait plein bleu dans la figure I.11, affecte aussi la dynamique du gain laser. La section efficace d’absorption de cette transition, ${}^4I_{11/2} \rightarrow {}^4F_{7/2}$, est décalée par rapport à la section efficace d’absorption du GSA. Puisque le pompage par GSA est effectué entre 973 et 976 nm, l’influence de l’absorption ESA se fait sentir seulement lorsque le pompage est important, soit lorsque le niveau VGS est fortement peuplé par un pompage à 976 nm dans le coeur. Henderson-Sapir a relevé qu’une longueur d’onde de pompage GSA plus élevée, soit 981 nm, était favorable pour l’émission laser à $3.5\mu\text{m}$ lorsque ce pompage était fourni par le coeur [153]. En effet, ce choix permet une meilleure répartition du pompage le long de la fibre et limite l’excitation des ions du VGS

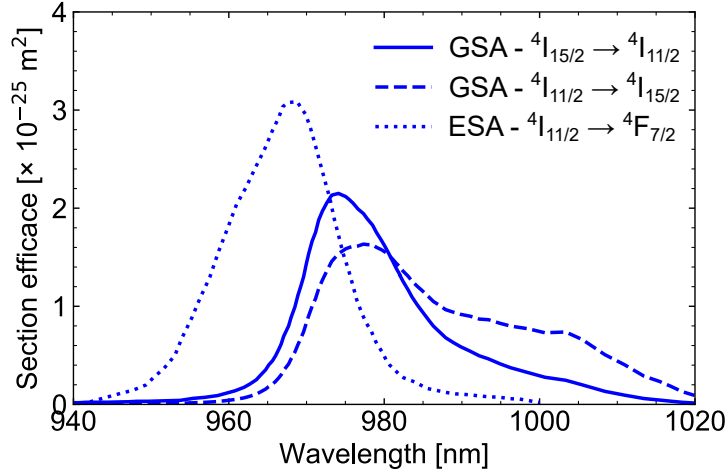


FIGURE I.13 – Sections efficaces d’absorption et d’émission GSA et ESA dans un verre de $\text{Er}^{3+}:\text{ZBLAN}$ autour de 980 nm. Les sections efficaces d’absorption sont tirées de [155] tandis que la section efficace d’émission est calculée à l’aide de la relation de McCumber [115] en utilisant la structure de Stark tirée de [154].

vers les niveaux plus élevés.

Sections efficaces du VGSA et du VESA à 1976 nm

La figure I.14 présente les sections efficaces d’absorption et d’émission liées à la transition VGSA autour de 1976 nm [153]. La valeur crête de la section efficace d’absorption VGSA est de $2.3 \times 10^{-25} \text{ m}^2$ à 1973 nm. Dans toutes les démonstrations de LFOs à base de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ utilisant le DWP, le pompage sur la transition ${}^4I_{11/2} \rightarrow {}^4F_{9/2}$ a été effectué avec un LFO dopé à l’ion Tm^{3+} , émettant autour de 1973 nm, injecté dans le coeur de la fibre de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$. Ce choix est fait afin de maximiser la densité locale d’ions excités au niveau ${}^4F_{9/2}$. La figure I.14 montre cependant que la section efficace d’émission liée au VGSA est également maximale autour de 1973 nm et dispose d’une valeur crête d’environ $2.6 \times 10^{-25} \text{ m}^2$. Ce chevauchement important entre l’absorption et l’émission lié à la transition VGSA limite l’efficacité de pompage et l’inversion entre les niveaux ${}^4I_{11/2}$ et ${}^4F_{9/2}$.

Les travaux réalisés dans le contexte de ce projet de recherche ont également révélé la présence d’une absorption à l’état excité de la pompe à 1976 nm à partir du niveau ${}^4F_{9/2}$ jusqu’au niveau ${}^4F_{7/2}$ [88]. Cette absorption est appelée *VESA*, pour *virtual-excited-state absorption* en anglais, et est analogue au ESA à 976 nm discuté précédemment. Le chapitre 1 est dédié à l’étude du VESA et de son impact sur les LFOs en $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ utilisant le DWP. Selon la structure énergétique de Stark du système $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ [154], la différence d’énergie entre les niveaux ${}^4F_{7/2}$ et le ${}^4F_{9/2}$ se trouve entre 5092 et 5372 cm^{-1} , ce qui correspond à des longueurs d’onde entre 1862 et 1964 nm. Puisque la longueur d’onde centrale de la transition VESA est

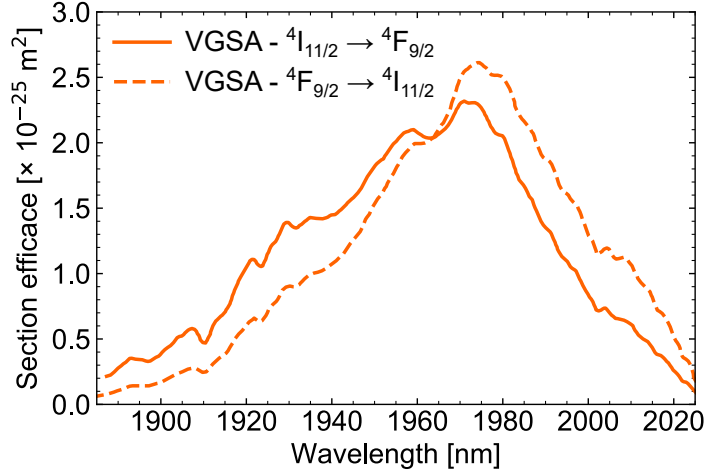


FIGURE I.14 – Sections efficaces d’absorption et d’émission VGSA autour de 1976 nm dans du $\text{Er}^{3+}:\text{ZBLAN}$. Adapté de [153]

située autour de 1913 nm, la transition peut être considérée comme non résonante à 1976 nm. Puisque la transition VGSA est résonante à 1976 nm, il est possible de s’attendre à ce que la section efficace d’absorption du VESA soit significativement plus faible que celle du VGSA, soit $\sigma_{VESA} \ll \sigma_{VGSA}$. Toutefois, il sera démontré aux chapitres 1 à 3 que le VESA peut avoir un effet important sur la dynamique laser à 3.5 μm . Ceci est une conséquence directe du fait que la pompe à 1976 nm est propagée par le coeur de la fibre de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$. Ceci permet une forte interaction entre la pompe et les ions Er^{3+} , et promeut un VESA fort malgré le caractère non résonant de la transition.

L’effet du VESA sur la dynamique laser se décline en trois conséquences. Premièrement, le VESA dépeuple efficacement le niveau ${}^4F_{9/2}$ et excite les ions au niveau ${}^4F_{7/2}$ où ces derniers relaxent rapidement par MP aux niveaux (${}^2H_{11/2}$, ${}^4S_{3/2}$) (voir la figure I.11). Deuxièmement, une fois qu’un VESA efficace se produit, les ions sont stockés dans les niveaux (${}^2H_{11/2}$, ${}^4S_{3/2}$) puisque le temps de vie intrinsèque de ces niveaux ($\tau_5 = 530 \mu\text{s}$) est trois fois plus long que celui du niveau ${}^4F_{9/2}$ ($\tau_4 = 177 \mu\text{s}$). Finalement, le VESA expulse les ions de la boucle de pompage à 1976 nm entre les niveaux ${}^4F_{9/2}$ et ${}^4I_{11/2}$ puisque 67 % des ions aux niveaux (${}^2H_{11/2}$, ${}^4S_{3/2}$) relaxent de manière radiative aux niveaux ${}^4I_{13/2}$ et ${}^4I_{15/2}$.

L’approche naturelle afin d’étudier une absorption à l’état excitée est d’effectuer une expérience pompe-sonde [111]. Cette méthode a été essayée en pompant une fibre de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ à 655 nm et en injectant simultanément une source supercontinuum couvrant la portion spectrale entre 1800 et 2000 nm. Cependant, comme expliqué précédemment, le temps de vie court du niveau ${}^4F_{9/2}$ ne permet pas l’accumulation suffisante d’ions en pompage CW et les résultats de l’expérience pompe-sonde étaient non-concluants. Comme il sera discuté dans les chapitres 1 à 3, il a été possible de valider expérimentalement la présence du VESA en mesurant la dé-

croissance de la puissance laser à 3.5 μm de LFOs en $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ en fonction de l'augmentation de la puissance de pompage injectée à 1976 nm [88; 89]. Ce phénomène, appelé *quenching* en anglais, a également été reproduit fidèlement via modélisation numérique en assumant un ratio $\sigma_{\text{VESA}}/\sigma_{\text{VGSA}} \approx 1 - 3\%$, en conformité avec les arguments spectroscopiques énoncés plus haut.

Transferts d'énergies par paires d'ions (ETU et CR)

À la figure I.11, il est également possible de constater la présence de transferts d'énergie par paires d'ions illustrés au moyen de flèches à trait pointillé noires. Plus spécifiquement, ETU_1 peut être décrit par l'équation ${}^4I_{13/2}, {}^4I_{13/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}, {}^4I_{9/2}$ tandis que ETU_2 est décrit par ${}^4I_{11/2}, {}^4I_{11/2} \rightarrow {}^4I_{15/2}, {}^4F_{7/2}$. Le transfert CR_1 est décrit par l'équation ${}^4I_{13/2}, ({}^2H_{11/2}, {}^4S_{3/2}) \rightarrow {}^4I_{13/2}, {}^4I_{9/2}$ et CR_2 est décrit par ${}^4I_{11/2}, {}^4F_{9/2} \rightarrow {}^4I_{13/2}, ({}^2H_{11/2}, {}^4S_{3/2})$.

Bien que les transferts d'énergie ont une influence limitée sur la dynamique laser à 3.5 μm au sein de fibres $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ faiblement dopées (1 mol %), leur considération est indispensable afin de comprendre le comportement laser de LFOs à base de fibre $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fortement dopés (7 mol %). En effet, comme il sera détaillé au chapitre 3, les transferts d'énergie dans des fibres fortement dopées à l'ion Er^{3+} sont en mesure de mitiger efficacement les effets du VESA à 1976 nm et d'augmenter l'efficacité laser à 3.5 μm en fonction de la pompe à 1976 nm [90].

Afin de simuler le comportement complexe des LFOs de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ DWP opérant à 3.5 μm , Malouf *et al.* ont développé un modèle de simulation numérique tenant en compte l'ensemble des paramètres spectroscopiques présentés précédemment, mis à part le VESA à 1976 nm [156]. Bien que les résultats numériques du modèle démontraient un accord acceptable avec les données expérimentales de différentes démonstrations [22; 87; 157], ce dernier était évidemment incapable de reproduire le *quenching* de la puissance à 3.5 μm , un processus directement causé par le VESA.

Démonstrations de LFOs $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ à 3.5 μm

Le premier LFO démontré sur la transition ${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^4I_{9/2}$ a été réalisé par Többen en 1991 [118]. Le laser était composé d'une fibre de 2 m de ZBLAN dopée à 0.1 mol % d'ion Er^{3+} disposant d'un coeur de 30 μm de diamètre. La cavité était formée par un miroir hautement réfléchitif à 3.45 μm et d'un miroir de sortie disposant d'une réflectivité de 96 %. La fibre était pompée dans son coeur à 653 nm par un laser à colorant. Sous refroidissement cryogénique (77 K), le laser a produit 8 mW de puissance de sortie CW, pour 630 mW de puissance de pompe incidente, avec une efficacité laser de 3 %. À l'aide d'une fibre optimisée disposant d'un coeur de 40 μm de diamètre, d'une ouverture numérique de 0.2 et d'un dopage à l'ion Er^{3+} de 1 mol %, l'émission à température pièce a par la suite été démontrée par Többen [18]. Une puissance laser CW de 2.5 mW a été démontrée avec plus de 1 W de pompe absorbée à 655 nm, tandis que l'efficacité laser était de 2.8 %. Un effort supplémentaire d'optimisation a mené à la

démonstration d'un LFO similaire où le seuil laser était de 76 mW de pompe absorbée [158]. Cette réduction du seuil a été possible via une augmentation de l'ouverture numérique du coeur de la fibre et une réduction de la qualité de faisceau du système. Une accordabilité sur 30 nm, de 3449 à 3478 nm, a également été démontrée dans une fibre de Er^{3+} :ZBLAN similaire en variant la température de la fibre entre 5 et 41 °C [19].

Vingt ans après les démonstrations de Többen, Henderson-Sapir *et al.* démontrèrent le premier LFO à base d' Er^{3+} :ZBLAN opérant à 3.5 μm à la température de la pièce en utilisant le DWP à 985 et à 1976 nm [22]. La fibre de ZBLAN était dopée à 1.7 mol % d'ions Er^{3+} et possédait un coeur monomode à 3.5 μm doté d'un diamètre de 10 μm et d'une ouverture numérique de 0.15. La cavité laser était composée d'un miroir dichroïque hautement réfléchissant à l'entrée et d'un miroir partiellement réfléchissant à la sortie possédant une réflectivité de 95 % autour de 3.5 μm . Les pompes à 985 et à 1973 nm étaient injectées via de l'optique en espace libre dans le coeur de la fibre d' Er^{3+} :ZBLAN au travers du miroir dichroïque d'entrée. La pompe à 985 nm était fournie par une diode laser monomode tandis que la pompe monomode à 1976 nm était fournie par un LFO dopé à l'ion Tm^{3+} . Une puissance de 260 mW, pour 194 mW et 2200 mW de pompe incidente à respectivement 985 et 1973 nm, fut atteinte dans cette démonstration pionnière. L'efficacité du laser en fonction de la pompe incidente à 1973 nm était de 25.4 % tandis que trois raies laser furent observées à 3472, 3538 et 3604 nm. La puissance du laser a par la suite été augmentée jusqu'à 370 mW par l'ajout d'une seconde pompe contre-propagante à 985 nm ; une accordabilité sur 200 nm a été démontrée via l'utilisation d'un prisme dispersif [159].

L'accroissement subséquent de la puissance des LFOs à 3.5 μm utilisant le DWP a été rendu possible par l'utilisation de fibres double gaine d' Er^{3+} : ZrF_4 . Dans cette fibre, la pompe à 976 nm pouvait être propagée dans la gaine de la fibre tandis que la pompe à 1976 nm demeurait dans son coeur, simplifiant ainsi significativement l'architecture laser. Deux groupes ont démontré presque simultanément des LFOs à base de fibre optique double gaine dopée à 1 mol % d' Er^{3+} : ZrF_4 générant environ une puissance de 1.5 W à 3.5 μm . La démonstration de Henderson-Sapir *et al.* était basée sur un système utilisant de l'optique en espace libre [87], tandis que la démonstration de Fortin *et al.* reposait sur une architecture entièrement fibrée [157]. Dans les deux démonstrations, une fibre double gaine de ZrF_4 avec un coeur de 16.5 μm de diamètre dopé à 1 mol % d' Er^{3+} a été utilisée. La gaine possédait un diamètre de 260 μm et était tronquée par deux plans parallèles séparés de 240 μm . La fibre était manufacturée par Le Verre Fluoré.

L'architecture basée sur de l'optique en espace libre de Henderson-Sapir *et al.* utilisait 2.8 m de fibre double gaine Er^{3+} : ZrF_4 et utilisait un miroir dichroïque possédant une réflectivité de 80 % entre 3.4 et 3.9 μm [87]. Outre la production d'une puissance laser de 1.45 W à 3.47 μm , cette architecture a permis la démonstration d'une efficacité laser de 27 % en fonction de la pompe incidente à 1973 nm, avec un pompage entre 2 W et 4 W à 980 nm. D'autre part, une

accordabilité sur plus de 450 nm, de 3330 à 3780 nm, a été réalisée en substituant le miroir dichroïque de sortie par un réseau de diffraction et un miroir d'or.

La démonstration de Fortin *et al.* reposait sur une architecture entièrement fibrée où une pompe à 966 nm était fournie par une diode multimode tandis que la pompe à 1976 nm était fournie par un LFO dopé à l'ion Tm^{3+} délimité par des FBGs. Les pompes étaient combinées à l'intérieur d'une fibre de livraison en silice grâce à un combinateur en fibre (2+1) x 1 commercial. La fibre de livraison avait un coeur de 11 μm de diamètre, dans lequel se propageait la pompe à 1976 nm, et une gaine de 250 μm , dans laquelle se propage la pompe multimode à 966 nm. Un miroir dichroïque, transparent à 966 et 1976 nm et réfléchissant à 90 % autour de 3.5 μm , était déposé sur l'extrémité de la fibre de livraison. Une fois butée contre la fibre d' $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$, celle-ci permettait l'injection des pompes et jouait le rôle de réflecteur d'entrée pour le signal à 3.5 μm . Le réflecteur de sortie était un FBG photo-inscrit dans le coeur de la fibre doté d'une réflectivité de 55 % à 3.44 μm .

Avec cette cavité, une puissance maximale de 1.56 W à 3.44 μm a été démontrée, un record à ce moment. L'efficacité du système par rapport à la pompe à 1976 nm était de 19 % tandis qu'une efficacité optique totale de 10 % a été obtenue. Tout comme pour la démonstration de Henderson-Sapir *et al.*, la puissance de sortie en fonction de la pompe à 1976 nm présentait une saturation lorsque la pompe à 966 nm était faible. De plus, des déviations rms de 1 % sur une puissance de sortie nominale de 1.3 W ont été observées lors d'une mesure de stabilité s'étalant sur une heure. Suite à cette mesure, la face de la fibre de ZrF_4 à la jonction en butée a révélé la présence d'un cratère à la position du coeur. La formation de ce cratère était causée par la quantité importante de puissance intracavité présente à cet endroit (entre le miroir dichroïque et la fibre de ZrF_4) et a fait en sorte que la cavité ne pouvait plus redémarrer une fois qu'elle était éteinte. Cette démonstration a donc montré l'importance de placer le réflecteur d'entrée à l'intérieur de la fibre de ZrF_4 , par l'utilisation d'un FBG, afin de prévenir cette défaillance.

Suivant les travaux expérimentaux de Henderson-Sapir *et al.* et de Fortin *et al.*, une cavité monolithique basée sur une paire de FBGs a été élaborée dans le contexte de ce projet de recherche et a permis la démonstration d'une puissance record 5.6 W en régime CW à 3.55 μm . Cette démonstration est le coeur du chapitre 2 de cette thèse. Ensuite, l'effet laser à 3.5 μm dans des fibres dopées à 7 mol % d' $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fut étudié. Cette étude a permis la démonstration d'un LFO pompé par DWP exhibant une efficacité laser record de 38.6 % en fonction de la pompe incidente à 1976 nm ce qui fait l'objet du chapitre 3 de cette thèse.

Pendant la réalisation des travaux de recherche présentés dans cette thèse, d'autres LFOs à base d' $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ opérant autour de 3.5 μm et pompés par DWP autour de 980 et 1976 nm ont été rapportés. Une puissance de 0.85 W et une longueur d'onde d'émission naturelle de 3.68 μm ont été démontrées par Qin *et al.* à l'aide d'une cavité laser composée d'une fibre double gaine $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ dopée à 1 mol % et de miroirs dichroïques [160]. Zhang *et al.* ont quant à eux

atteint une puissance de 1.72 W en utilisant un pompage contre-propageant à 1976 nm [161]. Des systèmes pulsés à 3.5 μm basés sur la synchronisation modale [162], la commutation du gain [163] et la commutation des pertes [162; 164] ont également été démontrés.

I.3.3 LFOs dopés à l'ion Ho^{3+} à 3.2 et 3.9 μm

Dans cette section, une revue des LFOs à base de fibres de verre fluoré dopés à l'ion Ho^{3+} opérant à 3.2 et 3.9 μm est présentée. Certains résultats issus de démonstrations laser basées sur des cristaux ou des pavés de verre dopés à l'ion Ho^{3+} seront également discutés.

Le diagramme d'énergie de l'ion Ho^{3+}

Malgré le fait que les fibres de Ho^{3+} :verre fluoré ont été principalement étudiées et utilisées pour l'émission laser autour de 2 et 3 μm , ces fibres permettent également l'émission plus loin dans l'IRM, soit à 3.2 et 3.9 μm . Ces deux transitions laser ont été démontrées pour la première fois au sein de fibres de ZrF_4 par le groupe de l'université de Braunschweig en Allemagne dans les années 1990 [16; 17].

La figure I.15 présente le diagramme d'énergie du système Ho^{3+} jusqu'à 20,000 cm^{-1} avec les transitions optiques et les transferts d'énergie par paires d'ions liés à l'émission à 3.2 et 3.9 μm . Les temps de vie intrinsèques des niveaux métastables mesurés dans des matrices vitreuses d' InF_3 et de ZrF_4 sont présentés à la droite du diagramme.

La transition à 3.2 μm

Selon la figure I.15, l'émission à 3.2 μm peut être générée dans l' Ho^{3+} entre les niveaux couplés thermiquement (5F_4 , 5S_2) et le niveau 5F_5 . Au meilleur des connaissances de l'auteur, cette transition a uniquement été utilisée à des fins laser dans des fibres de ZBLAN par Carbonnier *et al.* en 1998 [17]. Dans la démonstration de Carbonnier, une fibre de ZBLAN dopée à 0.2 mol % d'ion Ho^{3+} fut utilisée. Le coeur multimode était pompé à 532 nm par un laser néodyme-YAG doublé en fréquence qui permettait l'excitation des ions de l'état fondamental (5I_8) jusqu'aux niveaux supérieurs de la transition à 3.22 μm (5F_4 , 5S_2). La cavité était construite à l'aide de deux miroirs dichroïques dont celui à la sortie était partiellement réfléchissant avec une réflectivité de 90 % à 3.2 μm . Une puissance record de 11 mW, pour un pompage incident de 460 mW, et une efficacité laser de 2.8 % à la température de la pièce ont été démontrées. L'évaluation du spectre d'émission spontanée amplifiée a permis de constater une bande d'émission s'étalant d'environ 3.1 à 3.4 μm .

La faible efficacité démontrée par Carbonnier *et al.* est tout d'abord le résultat d'un large défaut quantique entre la pompe et le laser, qui conduit à une efficacité de Stokes d'environ 17 %. D'autre part, le temps de vie des niveaux supérieurs de la transition ($\tau({}^5F_4, {}^5S_2) = 300 \mu\text{s}$) est marginalement plus élevé que celui du niveau inférieur $\tau({}^5F_5) = 290 \mu\text{s}$, ce qui limite le

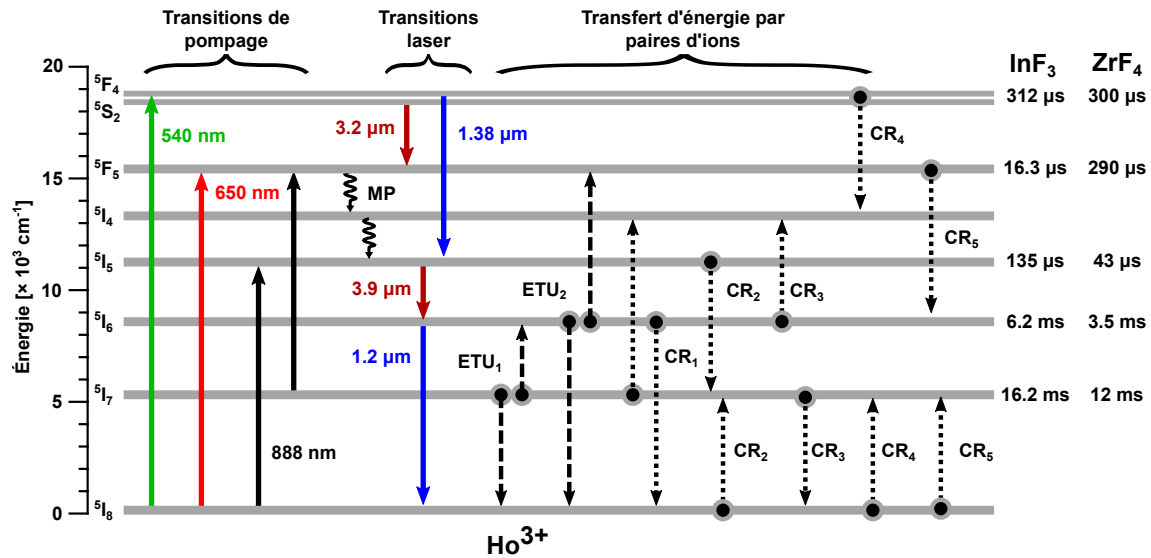


FIGURE I.15 – Diagramme d'énergie partiel de l'ion Ho^{3+} avec transitions optiques et transferts d'énergie par paires d'ions d'intérêt. Le temps de vie des niveaux métastables dans l' InF_3 et le ZrF_4 sont donnés à la droite du diagramme et sont tirés de [165; 166; 167]. Les transitions optiques sont représentées par des flèches à trait plein. Les transferts d'énergie CR_i et ETU_i sont représentés par des flèches à trait pointillé et sont tirés de [167; 168; 169; 170]. MP représente la relaxation multiphononique.

gain de la transition. Finalement, l'efficacité du pompage à 532 nm de la transition à 3.2 μm est également limitée par le stockage d'ions dans les niveaux $5I_6$ et $5I_7$. En effet, ces niveaux disposent de temps de vie respectifs de 3.5 ms et 12 ms dans le $\text{Ho}^{3+}:\text{ZrF}_4$, respectivement.

La transition à 3.9 μm

L'émission à 3.9 μm peut être générée sur la transition $5I_5 \rightarrow 5I_6$ de l'ion Ho^{3+} , comme démontré à la figure I.15. Bien que l'effet laser sur cette transition fut démontré en 1979 par Esterowitz *et al.* dans un cristal de LiYF_4 [171], la première étude relative à cette transition dans des fibres optiques a été réalisée en 1994 par Schneider *et al.* [172]. Dans cette étude initiale, une fibre optique en ZBLAN dopée à 0.5 mol % d'ions Ho^{3+} dotée d'une longueur de 15 cm a été utilisée afin de démontrer une source laser superfluorescente autour de 3.9 μm . Un pompage de coeur à 650 nm fourni par un laser à colorant permettait une excitation indirecte du niveau supérieur de la transition. Une fluorescence allant de 3.8 à 4 μm fut mesurée.

L'émission laser à 3.9 μm dans une fibre de ZBLAN a été rapportée pour la première fois par Schneider *et al.* en 1995 [16]. Dans cette démonstration, une fibre dopée à 0.2 mol % d'ions Ho^{3+} dotée d'une longueur de 45 cm fut utilisée et pompée par le coeur à 640 nm. D'autre part, un effet laser cascadié à 3.9 μm et 1.2 μm fut employée afin de dépeupler le niveau inférieur de la transition à 3.9 μm . La fibre a également été refroidie cryogéniquement (77 K) à l'aide d'azote liquide. Une puissance en régime CW d'environ 1 mW fut démontrée pour une puissance de

pompage incidente de 240 mW et l'efficacité laser était de 1.5 %. Sur la transition cascadée à 1.2 μm , une puissance maximale de 5 mW fut générée.

Une amélioration des performances à 3.9 μm a par la suite été rapportée par Schneider *et al.* en utilisant le pompage d'un laser titane:saphir à 885 nm afin d'exciter directement le niveau supérieur (5I_5) de la transition à 3.9 μm [20]. Toutefois, puisque l'absorption de la fibre de $\text{Ho}^{3+}:\text{ZBLAN}$ à 885 nm ($0.5 \text{ dB} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{mol}\%^{-1}$) est 12 fois inférieure à l'absorption à 640 nm ($6 \text{ dB} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{mol}\%^{-1}$) [16], une fibre refroidie cryogéniquement dopée à 0.2 mol % de 340 cm de longueur fut utilisée. Pour un pompage incident dans le coeur d'environ 900 mW, une puissance de 11 mW et une efficacité laser de 2.9 % furent générée à 3.9 μm , un record qui ne sera dépassé que 20 ans plus tard [92]. À la puissance maximale de pompage, la transition cascadée à 1.2 μm produisait une puissance de 70 mW, tandis que des émissions laser à 2.8 et 1.38 μm provenant des transitions $^5I_6 \rightarrow ^5I_7$ et $(^5F_4, ^5S_2) \rightarrow ^5F_5$, respectivement, furent également détectées. Durant leurs essais, Schneider *et al.* ont mesuré un effet laser à des longueurs d'onde entre 3.85 et 4 μm en utilisant différentes combinaisons de miroirs dichroïques à l'entrée et à la sortie de la cavité. Finalement, l'intensité laser autour de 3.9 μm fut mesurée en fonction de la température de la fibre. Une décroissance linéaire de l'intensité a été enregistrée jusqu'à 150 K (-123°C), température à laquelle l'émission laser était complètement inhibée. Ce comportement est lié à l'accroissement de la relaxation non radiative par émissions de phonons (MP) en fonction de la température, ce qui a pour effet de réduire le temps de vie de la transition.

Les démonstrations de Schneider *et al.* ont étendu la couverture spectrale des LFOs jusqu'à presque 4 μm . Toutefois, l'atteinte du seuil laser à 3.9 μm a nécessité l'utilisation d'un pompage dans le coeur de la fibre par un laser titane:saphir en plus d'un refroidissement à l'azote liquide. Malgré ces méthodes draconiennes, une puissance maximale de 11 mW fut atteinte, témoignant d'un potentiel d'accroissement des performances limité pour ce type de laser dans le futur. D'autre part, ces performances médiocres ont également montré que la limite d'émission dans l'IRM à la température de la pièce des fibres de ZBLAN n'excédait pas 3.8 μm . Cette limite est principalement causée par l'énergie de phonon du verre (574 cm^{-1} [76]) qui limite la transparence de la fibre à 3.9 μm , mais qui détermine surtout le temps de vie intrinsèque de la transition [117]. En effet, plus l'énergie de phonon du verre est grande, plus la relaxation non radiative par émission de phonons (MP) est importante. Selon les données spectroscopiques sur la transition à 3.9 μm dans l' $\text{Ho}^{3+}:\text{ZBLAN}$ [165; 119], plus de 90 % du temps de vie provient de la contribution non radiative. Ainsi, le développement de LFOs performants à 3.9 μm , et plus loin dans l'IRM, devra compter sur des matrices vitreuses avec une plus faible énergie de phonon, telles que l' InF_3 .

Fibres optiques fortement dopées d' $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$

Suite à la démonstration de Schneider *et al.* en 1997, aucune démonstration d'un LFO opérant sur la transition $^5I_5 \rightarrow ^5I_6$ dans l'ion Ho^{3+} n'a été démontrée pendant 20 ans. Cependant,

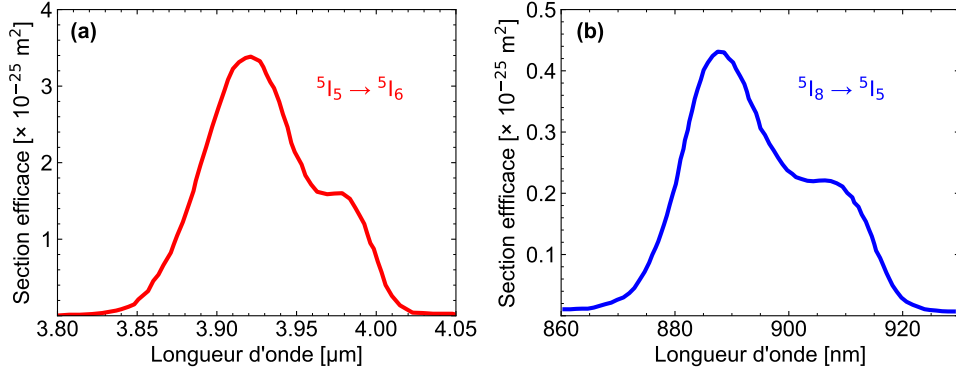


FIGURE I.16 – (a) Section efficace d’émission de la transition ${}^5I_5 \rightarrow {}^5I_6$ et (b) section efficace d’absorption de la transition ${}^5I_8 \rightarrow {}^5I_5$ dans de l’ $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ dopé à 10 mol %. Tiré de [166].

plusieurs études spectroscopiques liées à l’émission à 3.9 μm ont été réalisées sur des matrices dopées à l’ion Ho^{3+} telles que les cristaux de sulfure de gallium lanthane [113] et de chlorure (KPb_2Cl_5) [173], ou sur des verres de fluoroaluminates [174]. D’autre part, l’émission laser à 3.9 μm au sein de cristaux de $\text{Ho}^{3+}:\text{LiYF}_4$ et de $\text{Ho}^{3+}:\text{BaY}_2\text{F}_8$ a également été étudiée davantage. Ces études ont révélé l’effet bénéfique de l’accroissement de la concentration d’ions Ho^{3+} dans des cristaux sur l’effet laser à 3.9 μm [175; 169]. Notamment, Stutz *et al.* ont rapporté une variation de l’énergie des impulsions allant de 12 μJ à 56 μJ lorsque la concentration d’ Ho^{3+} était augmentée de 10 mol % à 30 mol % dans des cristaux de BaY_2F_8 [169]. Il a été démontré que la concentration élevée d’ions Ho^{3+} est en mesure de renforcer un transfert d’énergie, soit CR_1 à la figure I.15, palliant le stockage d’ions au niveau inférieur (5I_6) de la transition à 3.9 μm ainsi qu’au niveau 5I_7 .

Suivant cette conclusion, Berrou *et al.* ont utilisé en 2015 un pavé dopé à 10 mol % d’ $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ afin d’étudier l’émission laser à 3.9 μm [170]. Comparativement au verre de ZBLAN, l’ InF_3 possède une énergie de phonon plus faible de 509 cm^{-1} [76]. Cette caractéristique offre à l’ InF_3 une transparence accrue dans l’IRM jusqu’à 5.5 μm et réduit le taux de relaxation non radiatif affligeant le temps de vie des transitions IRM. Des impulsions microsecondes dotées d’une énergie de 7.2 mJ avec une efficacité laser de 1.6 % en fonction de la pompe pulsée à 889 nm ont été mesurées à la température de la pièce. Ces résultats ont démontré le potentiel des verres d’ $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ fortement dopés dans le développement de LFOs performants à 3.9 μm .

En 2016 et 2017, des mesures spectroscopiques en lien avec l’émission laser à 3.9 μm ont été réalisées par Gomes *et al.* sur des pavés d’ $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ dopés à 2, 4 et 10 mol % fabriqués par Le Verre Fluoré. La section efficace d’émission de la transition ${}^5I_5 \rightarrow {}^5I_6$ et la section efficace d’absorption de la transition ${}^5I_8 \rightarrow {}^5I_5$ sont présentées à la figure I.16. Une valeur crête de section efficace d’émission de $3.4 \times 10^{-25} \text{ m}^2$ est atteinte à 3.92 μm tandis que la section efficace d’absorption crête à partir de l’état fondamental est de $4.3 \times 10^{-25} \text{ m}^2$ à 888 nm

D'autre part, Gomes *et al.* ont également mesuré les temps de vie des niveaux métastables du système $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$, tel qu'illustré à la figure I.15, et étudié les transferts d'énergie par paires d'ions, ETU_1 , ETU_2 , CR_2 et CR_4 , reliés à l'émission laser à $3.9\ \mu\text{m}$. Bien que le temps de vie du niveau 5I_6 ($\tau = 6.2\ \text{ms}$) demeure significativement plus long que celui du niveau 5I_5 ($\tau = 135\ \mu\text{s}$), le temps de vie de ce dernier niveau est plus long que dans le ZrF_4 ($\tau = 45\ \mu\text{s}$ [47]) favorisant l'émission à $3.9\ \mu\text{m}$. Selon Gomes *et al.*, les transferts d'énergie les plus importants pour l'émission laser à $3.9\ \mu\text{m}$ sont ETU_2 et CR_2 . ETU_2 a une influence positive sur la transition ${}^5I_5 \rightarrow {}^5I_6$ puisque ce transfert enlève deux ions du niveau inférieur de la transition et en recycle un au niveau supérieur. Cependant, l'effet de ETU_2 est limité en partie par CR_2 , puisque l'effet net de ce transfert est d'enlever un ion du niveau supérieur de la transition à $3.9\ \mu\text{m}$. L'étude numérique réalisée par Gomes *et al.* a toutefois révélé que l'accroissement de la concentration d'ions Ho^{3+} au sein de l' InF_3 , jusqu'à 10 mol %, a un effet bénéfique sur l'inversion de population de la transition à $3.9\ \mu\text{m}$ [166; 167]. Cette conclusion est en accord avec les études réalisées sur des cristaux exposés précédemment [175; 169].

Dans la continuité des travaux réalisés par Gomes *et al.*, une fibre optique de $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ dopée à 10 mol % a été utilisée afin de démontrer le LFO opérant à la température de la pièce à la plus longue longueur d'onde, soit $3.92\ \mu\text{m}$. Cette démonstration est le sujet du chapitre 4 de cette thèse.

Chapitre 1

Quenching of 3.4 μm dual-wavelength pumped erbium doped fiber lasers

F. Maes, V. Fortin, M. Bernier et R. Vallée

Centre d'optique, photonique et laser, Université Laval, Québec G1V 0A6, Canada

Publié dans IEEE Journal of Quantum Electronics, Vol. **53**, no. 2, p. 1-8 (2017).

1.1 Résumé

Nous rapportons sur l'effet adverse d'une absorption à l'état excité dans les verres de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ qui mène à une extinction de la puissance au sein de lasers à fibres 3.4 μm co-pompés à deux longueurs d'onde. La transition se trouve entre les niveaux ${}^4F_{9/2}$ and ${}^4F_{7/2}$ et chevauche partiellement la longueur d'onde de pompage à 1976 nm. Dans cette étude, nous démontrons que cette absorption à l'état excité cause une extinction complète de la puissance laser à 3.4 μm lorsqu'une pompe insuffisante à 974 nm est fournie au système. La fluorescence intracavité à 550 nm générée par les niveaux (${}^2H_{11/2}$, ${}^4S_{3/2}$) est également mesurée afin de démontrer la présence de ce mécanisme d'absorption parasite. Via une modélisation numérique, nous estimons la valeur de la section efficace de la transition et démontrons que sa présence est essentielle afin de reproduire à la fois les courbes de puissances laser et de fluorescence. Cette étude met également l'accent sur le rôle crucial des longueurs d'onde de pompage au sein du système.

1.2 Abstract

We report on a quenching behavior of the 3.4 μm dual-wavelength pumped fiber laser that can be accounted for by the adverse contribution from a new excited state absorption transition in $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ glasses. The transition occurs between levels ${}^4F_{9/2}$ and ${}^4F_{7/2}$ and partially overlaps

with the 1976 nm pump wavelength. We show that this upconversion process causes strong quenching of the lasing power at 3.4 μm under insufficient 974 nm pumping. Intracavity fluorescence at 550 nm from levels ($^2H_{11/2}$, $^4S_{3/2}$) is also monitored as a witness of this excited state absorption mechanism. Through numerical modeling, we estimate the cross section value of the process and show that it is essential to reproduce both power and fluorescence curves. This study also emphasizes the critical role played by the pump wavelengths.

1.3 Introduction

Recent studies have shown promising results in the generation of high-power continuous-wave (CW) laser emission around 3.4 μm using the $^4F_{9/2} \rightarrow ^4I_{9/2}$ transition in erbium-doped fluoride glass ($\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$) fibers [87; 157]. This wavelength is of particular interest for spectroscopy and polymer processing since it lies in the transparency window of the atmosphere, i.e. between 3-5 μm [24], and is resonant with the C-H bond’s absorption peak [52]. The early demonstration of 3.4 μm laser emission in an $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber cavity was based on a single-wavelength pumping scheme at 655 nm, which resulted in weak output power [118; 158; 19]. Nowadays, above watt-level power output at room temperature can be achieved under dual-wavelength pumping (DWP) at 974 nm and 1976 nm [87; 157]. Indeed, DWP circumvents the main problem related to single wavelength pumping, i.e. the bottlenecking of ions in long lived lower lying states, by creating a “virtual ground state” (VGS) at level $^4I_{11/2}$. In addition, DWP reduces the quantum defect between pump and laser photons, and thus increases the maximum achievable efficiency. DWP was also employed to demonstrate the wide tunability ($\Delta\lambda \sim 450$ nm) of the 3.4 μm transition [87].

Previous theoretical work related to 3.4 μm DWP fiber lasers sought to optimize and develop a better understanding of the mechanisms involved in these systems [156; 176]. Malouf *et al.* published modeling results that showed good agreement with existing experimental demonstrations [156]. The model was able to reproduce experimental data in both 974 nm core pumped and cladding pumped schemes. Meanwhile, a new energy-transfer (ET) upconversion process by pairs of ions was introduced by Henderson-Sapir *et al.* [176]. It was found to have a significant negative impact on 3.4 μm lasers by depopulating both the VGS and the upper-state of the laser transition. In practice, the energy transfer process reduced the lasing efficiency and increased the slope saturation, especially in 974 nm core pumped systems. In this paper, we address a saturation effect that cannot be accounted for by this energy transfer upconversion process but rather by a new excited state absorption (ESA) process involving the $^4F_{9/2} \rightarrow ^4F_{7/2}$ transition at 1976 nm. Accordingly, we present new experimental evidence, which reveals a strong saturation not to say a complete quenching of laser emission at 3.4 μm under different pumping level at 974 nm. The existence of this new ESA process is also confirmed by monitoring the 550 nm fluorescence emitted from the ($^2H_{11/2}$, $^4S_{3/2}$) higher lying states. We then estimate the ESA cross section by performing numerical simulations to reproduce both

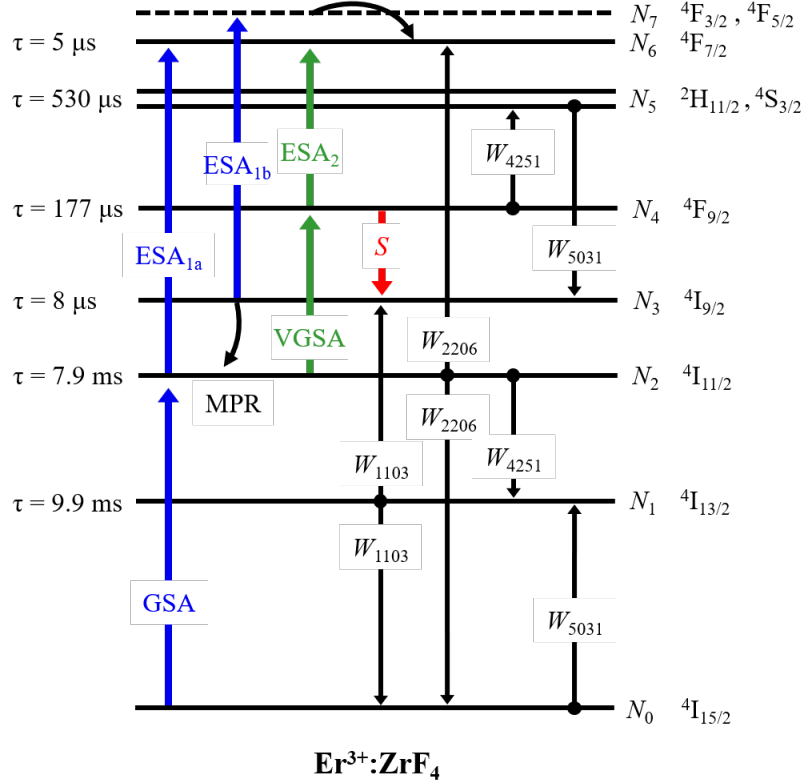


FIGURE 1.1 – Energy diagram of the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ system with relevant optical transitions and energy transfers for $3.4\ \mu\text{m}$ fiber lasers based on a DWP scheme. $974\ \text{nm}$ pump (P_1) transitions are displayed in blue while $1976\ \text{nm}$ pump (P_2) transitions are displayed in green. Straight black arrows are the energy transfers (ET) and curved arrows correspond to rapid multiphonon relaxation (MPR).

the experimental output power and fluorescence curves.

1.4 Theoretical Background

Figure 1.1 shows the energy diagram of the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ system with relevant optical transitions and ion pairs ET processes, as presented in [156]. The lifetimes shown in this diagram are those observed in zirconium-based fluoride glasses such as ZBLAN [109; 125]. Laser emission around $3.4\ \mu\text{m}$ (S) occurs on the ${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^4I_{9/2}$ transition. In the DWP scheme, $974\ \text{nm}$ pumping (P_1) promotes ions from the ${}^4I_{15/2}$ ground state to the ${}^4I_{11/2}$ level through ground state absorption (GSA). Since the ${}^4I_{11/2}$ is long lived, it serves as a VGS from which $1976\ \text{nm}$ pump (P_2) photons can be absorbed via virtual ground state absorption (VGSA), and be promoted to the upper laser level ${}^4F_{9/2}$. As stated earlier, this DWP scheme greatly reduces the number of ions trapped in the longer lived ${}^4I_{13/2}$ level ($\tau = 9.9\ \text{ms}$) which in turn allows for high slope efficiencies with respect to P_2 .

1.4.1 ESA at 1976 nm

According to spectroscopic studies on bulk $\text{Er}^{3+}:\text{ZBLAN}$ samples, the ${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^4F_{7/2}$ transition (bridged by ESA_2 in Fig. 1.1) has an energy gap between 5092 cm^{-1} and 5372 cm^{-1} , which corresponds to a wavelength between 1862 nm and 1964 nm [154]. Since the predicted mean wavelength for ESA_2 (~ 1913 nm) is blue shifted by 58 nm with respect to the peak wavelength of the previously introduced VGSA (~ 1973 nm) [111], one can assume that the cross section of ESA_2 is much smaller than that of VGSA at the pump wavelength of 1976 nm. Nevertheless, it will be shown that even a weak ESA_2 can drastically affect the output power of 3.4 μm DWP fiber lasers.

ESA_2 promotes ions from the upper laser level ${}^4F_{9/2}$ to the short-lived ${}^4F_{7/2}$ level. Most ions excited to level ${}^4F_{7/2}$ then undergo multiphonon relaxation (MPR) and get “trapped” in the long lived ($\tau \approx 530\ \mu\text{s}$) thermally coupled states (${}^2H_{11/2}$, ${}^4S_{3/2}$). According to reported branching ratios [109; 125], 67% of all ions trapped in the (${}^2H_{11/2}$, ${}^4S_{3/2}$) levels escape the P_2 pump cycle (i.e. they do not return to the VGS level ${}^4I_{11/2}$) by relaxing either to ${}^4I_{13/2}$ or ${}^4I_{15/2}$. Therefore, it is expected that above a certain P_2 pump level, any further increase will reduce the 3.4 μm laser output since the ESA_2 process grows stronger and prevents ions from returning to the VGS. Such quenching behavior has been reported in the past in 1.5 μm erbium-doped germanosilicate fiber lasers pumped at 500 nm [177]. In this previous demonstration, the quenching was caused by ESA at 500 nm which upconverted ions from the upper laser level ${}^4I_{13/2}$, similarly to the ESA at 1976 nm reported here. In the case of the 3.4 μm transition, power quenching should also be followed by a population increase in the (${}^2H_{11/2}$, ${}^4S_{3/2}$) energy levels due to the aforementioned “ion trapping”. As a result, fluorescence at 550 nm (${}^2H_{11/2}$, ${}^4S_{3/2}$) \rightarrow ${}^4I_{15/2}$ grows stronger as the power quenching increases.

The natural approach to investigate the properties of an ESA process is to directly measure the absorption in a pump-probe experiment. In this study, we performed such measurement with a probe source covering the 1850 - 2000 nm spectral range (i.e. with a supercontinuum source) and pumped the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber with a 0.68 W, 660 nm laser diode to populate the ${}^4F_{9/2}$ level. Unfortunately, these measurements were not conclusive as only VGSA was observed. This can be explained by the short lifetime of the ${}^4F_{9/2}$ level (177 μs) and the longer lifetime of the ${}^4I_{11/2}$ level (7.9 ms). Neglecting energy transfers and solving the population rate equations [156] under 660 nm pumping in the steady state regime, one can find that

$$N_2 = \frac{\beta_{eff}\tau_2}{\tau_4} N_4, \quad (1.1)$$

where N_2 stands for the ${}^4I_{11/2}$ population, N_4 is the ${}^4F_{9/2}$ population, τ_i is the lifetime of level i and β_{eff} is an effective branching ratio estimated to 0.816 [109; 125]. From (1.1), the population of N_2 is nearly 37 times higher than N_4 , even though the ${}^4F_{9/2}$ state is directly pumped at 660 nm. This clearly explains why the ESA_2 process was hidden by the VGSA absorption band in the conducted fluorescence measurement.

1.4.2 Numerical model including ESA₂

Our CW laser model is based on the recent work published by Malouf *et al.* [156], but it was modified to include the ESA₂ process. For brevity, the atomic rate equations are not presented here since they have been covered extensively in previous publications [125; 123; 178]. To adapt the model of Malouf *et al.*, an ESA₂ rate (R_{ESA_2}) is respectively subtracted and added to the atomic rate equations of level N_4 and N_6 . The pumping rates related to P_1 (GSA, ESA_{1a}, ESA_{1b}) and P_2 (VGSA, ESA₂) are given by

$$R_{GSA}(z) = \Gamma_1 G_{02} \times \frac{P_1^+(z)}{E_1 A_{core}}, \quad (1.2)$$

$$R_{ESA_{1a}}(z) = \Gamma_1 G_{26} \times \frac{P_1^+(z)}{E_1 A_{core}}, \quad (1.3)$$

$$R_{ESA_{1b}}(z) = \Gamma_1 G_{37} \times \frac{P_1^+(z)}{E_1 A_{core}}, \quad (1.4)$$

$$R_{VGSA}(z) = \Gamma_2 G_{24} \times \frac{P_2^+(z)}{E_2 A_{core}}, \quad (1.5)$$

$$R_{ESA_2}(z) = \Gamma_1 G_{46} \times \frac{P_2^+(z)}{E_2 A_{core}}. \quad (1.6)$$

In a similar fashion, the stimulated emission rate related to P_S is

$$R_S(z) = \Gamma_S G_{43} \times \frac{P_S^+(z) + P_S^-(z)}{E_S A_{core}}. \quad (1.7)$$

In these expressions, E_k is the photon energy, P_k^\pm is the forward (+) or backward (−) propagating power for each pump or signal light and A_{core} is the fiber core cross section. For both the laser signal (S) and the 1976 nm pump (P_2), the confinement coefficient, or mode overlap coefficient, Γ_k can be approximated by singlemode propagation in the core [179]

$$\Gamma_k \approx 1 - \exp\left(-2\frac{a^2}{w^2}\right), \quad (1.8)$$

where a is the core radius and w is the gaussian mode waist given by Marcuse's approximation. In the case of light propagating in the cladding (P_1), the confinement coefficient is approximated by [156]

$$\Gamma_1 \approx \frac{A_{core}}{A_{clad,eff}} = \frac{d_{core}^2}{d_{clad,eff}^2}. \quad (1.9)$$

In this expression, d_{core} is the diameter of the core whilst $d_{clad,eff}$ is an effective cladding diameter smaller than the actual diameter of the cladding. This effective cladding diameter

must be considered when using fibers with non-circular claddings since they provide higher cladding-pump absorption.

The gain coefficient in (1.2)-(1.7) is given as follows [105]

$$G_{ij}(z) = \sigma_{ij}N_i(z) - \sigma_{ji}N_j(z), \quad (1.10)$$

where σ_{ij} is the cross section of a transition from the i^{th} to the j^{th} level and N_i is the atomic population of level i , as seen in Fig. 1.1. In the calculation of G_{37} and G_{46} , the terms $\sigma_{73}N_7$ and $\sigma_{64}N_6$ were neglected since the levels N_7 and N_6 have very short lifetimes. The power evolution equations for P_1 , P_2 and S are given in a similar fashion as in [178]

$$\frac{dP_1^+(z)}{dz} = -\Gamma_1 \left[G_{02} + G_{26} + G_{37} \right] \times P_1^+(z) - \alpha_1 P_1^+(z) \quad (1.11)$$

$$\frac{dP_2^+(z)}{dz} = -\Gamma_2 \left[G_{24} + G_{46} \right] \times P_2^+(z) - \alpha_2 P_2^+(z) \quad (1.12)$$

$$\pm \frac{dP_S^\pm(z)}{dz} = -\Gamma_S G_{43} P_S^\pm(z) - \alpha_S P_S^\pm(z) \quad (1.13)$$

where α_k is the background loss coefficient at the pump or signal wavelength. The boundary conditions for the laser cavity can be written as

$$P_1^+(0) = P_{1,launch} \quad (1.14)$$

$$P_2^+(0) = P_{2,launch} \quad (1.15)$$

$$0 = P_S^+(0) - R_{in} P_S^-(0) \quad (1.16)$$

$$0 = P_S^-(L) - R_{out} P_S^+(L). \quad (1.17)$$

R_{in} and R_{out} are the reflectivities of the input and output couplers at 3.4 μm , L is the cavity length and $P_{1,launch}$ and $P_{2,launch}$ are the launched pump powers at the entrance of the cavity. It should be noted that laser emission at 2.8 μm was not accounted for in our model since the experiment has shown that it was suppressed once the 3.4 μm CW threshold was reached.

1.4.3 Numerical Resoluton with Matlab

The numerical model was implemented in Matlab 2016a which offers a wide variety of Runge-Kutta routines to solve differential equations. The two point boundary value problem formed by (1.11)-(1.17) was solved by using a relaxation method similar to the one used in [180]. In this method, (1.11)-(1.13) were solved from $z = 0$ to $z = L$ with the non-stiff solver

ode45 which uses an adaptive step size. On average, the fiber was spatially discretized in 44 elements by ode45 during the simulation. At each z position, the atomic rate equations were solved transiently, until the steady state was reached, with the stiff differential equations solver ode15s. The steady state regime was assumed after 50 ms, which is approximately 5 times longer than the longest lifetime of the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ system and 2.5 times longer than the steady state regime time found previously by Malouf *et al.* [156]. The convergence criterion, based on (1.16) and (1.17), for the relaxation method was given by

$$\delta > P_S^+(0) - R_{in}P_S^-(0), P_S^-(L) - R_{out}P_S^+(L). \quad (1.18)$$

where δ was chosen to be 0.1 mW. When a good initial guess is provided for $P_S^\pm(0)$, the algorithm is able to find a solution within an average time of 24 seconds. This calculation time was achieved on a desktop PC with an Intel core i7-980 (3.33 GHz), 24 GB of RAM and operating on Windows 7 (64 bits).

1.5 Experimental Setup

The 3.4 μm DWP all-fiber laser used in this experiment is similar to the one presented in [157] and is shown in Fig. 1.2. The cavity consists of a 3.4 μm of 1 mol % erbium-doped double-clad fluoride fiber bounded by two all-fiber reflectors. The fiber has a 260 μm diameter cladding that is truncated by two parallel flats separated by 240 μm . It is coated with a low index fluoroacrylate which allows cladding multimode propagation at 974 nm. Its core has a 16.5 μm diameter and a numerical aperture (NA) of 0.125. The 974 nm clad pump is provided by an IPG PLD-33 diode laser ($P_{1,max} \approx 30$ W) whereas the 1976 nm pump is provided by a homemade thulium-doped silica fiber laser ($P_{2,max} \approx 10$ W). Since the nominally 974 nm diode (P_1) was operated at low powers, its actual wavelength was ranging between 964.5 nm and 965 nm. Both pumps are launched through a custom designed fiber combiner (ITF Technologies) in a double clad 11/250 μm output silica fiber which was butt-coupled to the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ cavity. The butt-coupled junction was achieved by placing the silica and the doped ZrF_4 fiber into copper V-grooves installed on Newport precision translation stages. Both fibers were then fixed with UV-cured low index polymer to ensure optimal heat dissipation and prevent axial displacement. By using a microscope lens and a CMOS camera, special care was taken to ensure that the fibers did not extend further than one fiber diameter (250 μm) from the edge of the V-groove.

The entrance reflector of the cavity is a high reflectivity dichroic mirror (HRDM) at 3.4 μm deposited on the output fiber of the combiner while the output reflector is a narrowband (< 0.7 nm at FWHM) fiber Bragg grating (FBG) written with femtosecond pulses and the phase-mask technique [139]. The FBG is written in the core of the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber and exhibits a reflectivity of 55 % at 3.44 μm . The output fiber tip of the laser cavity was angle cleaved at 7° to prevent laser action at 2.8 μm and a residual cladding pump stripper (RCPS) was applied

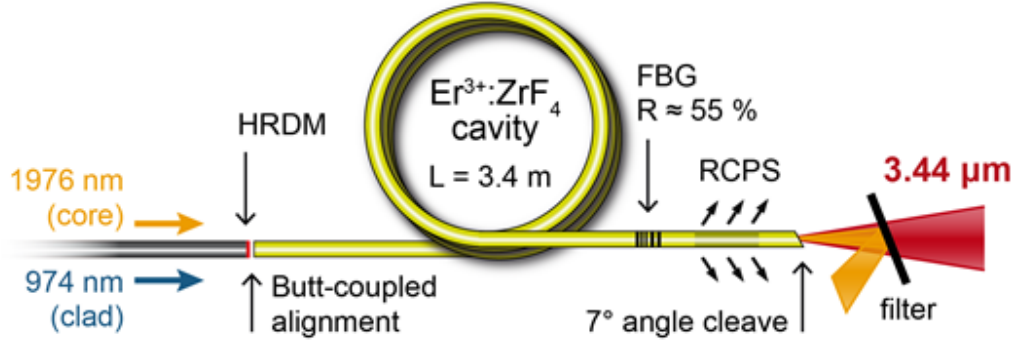


FIGURE 1.2 – Experimental setup of the 3.4 μm DWP $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ cavity.

to suppress the unabsorbed P_1 pump. The temperature of the fiber was held below 35 °C through passive cooling on an aluminum baseplate.

The laser output power was recorded with a thermopile detector (Gentec XLP12-3S-H2-D0). A homemade dichroic filter was used to remove the 1976 nm residual pump from the 3.4 μm signal. The 550 nm fluorescence was monitored with a large area silicon based detector (New Focus 2031) linked to an oscilloscope (GW Instek GDS-3504). A bandpass filter (Thorlabs FB550-10) having a central wavelength of 550 nm and a FWHM of 10 nm was placed before the detector to ensure that only the fluorescence from the thermally coupled levels ($^2H_{11/2}$, $^4S_{3/2}$) was measured. The detector was placed on the side of the fiber, at 12 cm from the entrance of the cavity, in order to collect the fluorescence emitted perpendicularly to the optical axis. The distance separating the fiber and the detector was less than 1 cm.

1.6 Results and Analysis

1.6.1 3.4 μm laser output power curves

Fig. 1.3 shows the laser output power as a function of the launched P_2 power for three different P_1 pump powers ($P_1 = 4.17, 4.46$ and 4.74 W). For each setting of P_2 , the output power at 3.4 μm was recorded during 2 minutes to average out fluctuations. At low P_2 powers, the laser output power has a linear dependence with respect to P_2 and displays an average slope efficiency of 29 %. We note that this slope is considerably higher than the one reported in our previous study (19 %) [157]. This observation can be attributed to a better butt-coupled alignment of the HRDM with the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber. As a result, a higher effective reflectivity can be reached at the entrance of the 3.4 μm cavity. Note that this slope efficiency is in the same range than the 27 % slope achieved in [87] with a similar experimental setup. All three output power curves show strong saturation and eventually reach a maximum value for P_2 powers between 3-6 W. From this point, further increase of P_2 dramatically decreases the output power at 3.4 μm with an average slope of -18 %. For the $P_1 = 4.17$ W curve, laser operation is

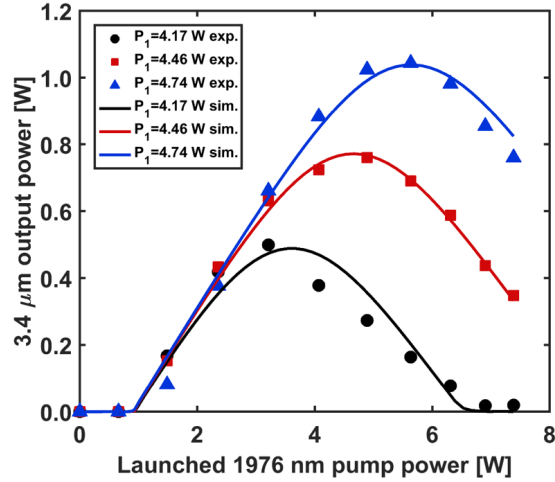


FIGURE 1.3 – $3.4\ \mu\text{m}$ output power as a function of the launched P_2 power for three different P_1 powers (4.17, 4.46 and 4.74 W). Individual points correspond to experimental measurements whereas the continuous lines represent simulation results.

inhibited for powers exceeding 6.9 W. Moreover, slight fluctuations were witnessed when the output power started decreasing. Since thermo-mechanical instabilities were avoided by fixing the butt-coupled fibers in copper V-grooves, we believe these fluctuations are instead related to population dynamics. Further study is required to identify the origin of these fluctuations and fully investigate the dynamics of our laser system.

The unusual behavior seen in Fig. 1.3 can be explained by a progressively stronger ESA_2 . Indeed, in the low P_2 power regime, ESA_2 is negligible since most P_2 photons are absorbed from the VGS as they are promoted to level ${}^4F_{9/2}$. Therefore, any increase in P_2 leads to a linear increase of laser power at $3.4\ \mu\text{m}$. However, as P_2 is further increased, the VGS gets progressively depleted and the absorption of P_2 photons through VGSA weakens. Since the upper laser level ${}^4F_{9/2}$ has now reached a significant population, these unabsorbed photons are then available for the ESA_2 process. As a result, ESA_2 starts to deplete the ${}^4F_{9/2}$ level and the laser output power begins to saturate. The maximum $3.4\ \mu\text{m}$ output power is reached once the contributions of VGSA and ESA_2 become equal due to bleaching of the VGS. For even higher P_2 powers, the VGSA rate decreases whereas the ESA_2 rate increases, resulting in a quenching of the output power.

From the previous explanation, it is clear that ESA_2 can only be witnessed for low P_1 pump powers. If P_1 is sufficiently high for a given maximum power P_2 , the effect of ESA_2 on the $3.4\ \mu\text{m}$ output power can be avoided altogether. This was the case in the demonstrations reported in [87] and [157]. For low P_1 powers, the VGS is weakly populated and is therefore prone to be bleached by increasing the power of P_2 . However, in this case, P_1 must also be sufficiently high so that laser action at $3.4\ \mu\text{m}$ can occur. Therefore, there exists only a small

P_1 power interval in which the effect of ESA_2 can be observed. This interval also encompasses the P_1 powers where the 3.4 μm output power steeply increases as a function of P_1 for constant P_2 , as was shown in our previous demonstration [157].

Also note that the power quenching shown in Fig. 1.3 could be wrongly attributed to misalignment caused by thermo-mechanical instabilities (e.g. butt-coupled junction, lens coupling, etc.). Indeed both these instabilities and ESA_2 increase as the P_2 pump power increases. Special care was therefore taken to stabilize the butt-coupled junction to prevent thermo-mechanical instabilities.

1.6.2 550 nm fluorescence curves

Assuming the quenching observed in Fig. 1.3 is the result of ESA_2 , a large number of ions must be trapped in the (${}^2H_{11/2}$, ${}^4S_{3/2}$) levels as they are removed from the P_2 cycle. It is possible to follow the evolution of this level by monitoring the 550 nm fluorescence ($({}^2H_{11/2}, {}^4S_{3/2}) \rightarrow {}^4I_{15/2}$) inside the cavity. Figure 1.4 shows the 550 nm fluorescence at 12 cm from the front end of the cavity as a function of P_2 . The initial fluorescence (i.e. at $P_2 = 0$) results from ESA_{1a} and ESA_{1b} processes, which also promote ions to the (${}^2H_{11/2}$, ${}^4S_{3/2}$) levels. When P_2 is turned on, the fluorescence decreases because VGSA depletes the population of the VGS from which ESA_{1a} originates. Since the measurement is performed near the entrance of the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber, where P_2 is the highest, any further increase of P_2 then results in a 550 nm fluorescence increase through ESA_2 , as seen in Fig. 1.4. Indeed, sufficient P_2 photons are present at this location to build-up the upper laser state's population (${}^4F_{9/2}$) and promote the ions to the ${}^4F_{7/2}$ level through ESA_2 . Finally, as P_1 is increased, the fluorescence curves are vertically offset due to a higher number of ions participating in the overall population dynamic.

1.6.3 Numerical modeling parameters and results

This section presents a comparison between numerical simulations and experimental data to validate the presence of the ESA_2 transition. Table 1.1 presents the spectroscopic and fiber parameters used in the numerical model. The lifetimes and branching ratios are not shown here since they are identical to those reported in [109; 125]. For each P_1 power, the diode wavelength was measured and the associated cross sections for GSA (σ_{02}) and ESA_{1a} (σ_{26}) were extracted from [154]. The VGSA (σ_{24}), ESA_{1b} (σ_{37}) and 3.4 μm laser (σ_{43}) and (σ_{34}) cross sections were taken directly from [156]. The cross sections of the missing inverse optical transitions related to P_1 (σ_{20} and σ_{62}) were calculated with the McCumber theory [114; 115; 155] based on Stark energy levels from [154]. Finally, the ET coefficients used in the model correspond to the strongly interacting (SI) regime [176].

The 3.4 μm output power curves and the 550 nm fluorescence curves were fitted simultaneously with the numerical model. Since fluorescence is proportional to the population of the energy level from which it originates, the population of the (${}^2H_{11/2}$, ${}^4S_{3/2}$) levels was calculated

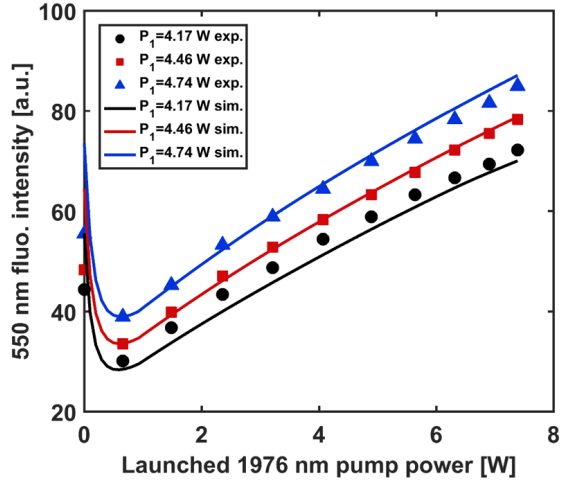


FIGURE 1.4 – Normalized 550 nm fluorescence intensity as a function of the launched P_2 power for three different P_1 powers (4.17, 4.46 and 4.74 W). Individual points correspond to experimental measurements whereas the continuous lines represent simulation results.

as a function of P_2 at 12 cm from the entrance of the laser cavity. Then, to compare the experimental fluorescence with the simulated populations, the latter curves were normalized using the following scaling factor

$$A_{scaling} = \frac{I_{min}}{N_{5,min}}, \quad (1.19)$$

where I_{min} is the minimum fluorescence intensity recorded for a given P_1 power and $N_{5,min}$ is the minimum simulated population of the (${}^2H_{11/2}$, ${}^4S_{3/2}$) levels.

The cross section of ESA_2 (σ_{46}), the effective cladding size ($d_{clad,eff}$) of the fiber and the input reflector's reflectivity (RHRDM) were used as fit parameters. The HRDM's effective reflectivity at $3.4\mu\text{m}$ had to be fitted since it is reduced by the butt-coupling losses between the dichroic mirror and the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber. We thus allowed the value of the reflectivity to vary between 60% and 90% during the fit process. As for the effective cladding size parameter ($d_{clad,eff}$), it is involved in the calculation of the mode overlap factor Γ_{P_1} . Previous reports have shown that D-shaped fibers have an increased absorption resulting from a smaller effective cladding compared to their geometrical cladding size ($\sim 250\mu\text{m}$) [100]. During the fit process, the value of $d_{clad,eff}$ was allowed to vary between $250/2$ and $250\mu\text{m}$.

The results of the numerical simulations (i.e. output power and 550 nm fluorescence) are shown in Figs. 1.3 and 1.4 along with the experimental data points. All the numerical curves were obtained with the same set of values for σ_{46} (ESA_2), $d_{clad,eff}$ and RHRDM, as given in Table 1.1. To calculate the 550 nm fluorescence intensity from the population of levels (${}^2H_{11/2}$, ${}^4S_{3/2}$), the same scaling factor ($A_{scaling}$) was used for all three curves (calculated

Tableau 1.1 – Spectroscopic and fiber parameters used in the numerical model

Parameter	Value(s)			Unit	Ref.
P_1	4.17	4.46	4.74	W	
N_{Er}		1.6		10^{26} m^{-3}	
L		3.4		m	
d_{core}		16.5		μm	
$d_{clad,eff}$		170		μm	
NA		0.125			
R_{HRDM}		86		%	
R_{FBG}		55		%	
α_{loss}		0.035		m^{-1}	
λ_{P_1}	964.6	964.8	965.0	nm	
λ_{P_2}		1976		nm	
λ_S		3.44		nm	
σ_{02}	3.55	3.77	3.96	10^{-26} m^2	
σ_{26}	26.0	26.4	26.8	10^{-26} m^2	
σ_{37}		2.1		10^{-26} m^2	[155]
σ_{24}		30		10^{-26} m^2	[155]
σ_{20}	1.52	1.64	1.74	10^{-26} m^2	[156]
σ_{62}	31.1	31.9	32.7	10^{-26} m^2	[156]
σ_{42}		37.5		10^{-26} m^2	[115; 155]
σ_{46}		0.7		10^{-26} m^2	[115; 155]
σ_{43}		1.08		10^{-25} m^2	[156]
σ_{34}		1.50		10^{-25} m^2	[156]
W_{1103}		1.3		$10^{-23} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$	[176]
W_{2206}		0.16		$10^{-23} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$	[176]
W_{4251}		2.5		$10^{-23} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$	[176]
W_{5031}		0.48		$10^{-23} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$	[176]

at $P_1 = 4.46 \text{ W}$). Our numerical model was also validated on previous results from $3.4 \mu\text{m}$ demonstrations (not shown in this report) and a good agreement was achieved [157; 22].

In the low P_2 regime, the simulated $3.4 \mu\text{m}$ output power curves exhibit an average slope (with respect to P_2) of 27 %, in good agreement with the experimental slope of 29 %. The maximum output powers and their position along the P_2 axis are also well reproduced by the numerical model. In the high P_2 regime, the average negative slope of the decreasing output power was found to be -17% in simulation, which is close to the experimental value of -18% .

The linear rising portion of the simulated fluorescence curves (Fig. 1.4) is in agreement with the experimental measurements. On the other hand, the simulated fluorescence at $P_2 = 0 \text{ W}$ is much higher than the corresponding experimental values for all three curves. When $P_2 = 0 \text{ W}$ (and $P_1 \neq 0 \text{ W}$), the numerical model shows that fluorescence intensity at 550 nm is mostly influenced by σ_{ESA_1} and ET coefficient W_{5031} . Therefore, some discrepancies can arise if our $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber has slightly different parameters than those found in the available literature

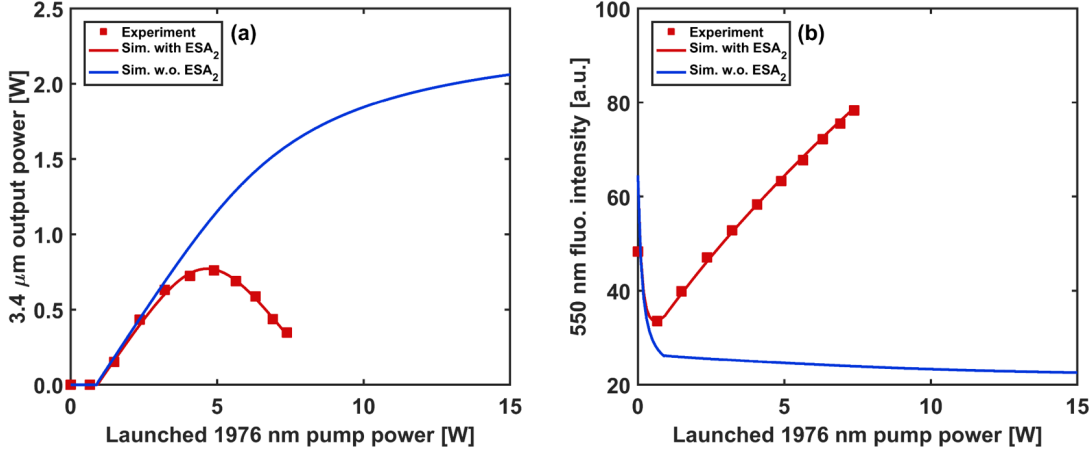


FIGURE 1.5 – Calculated (a) 3.44 μm output power and (b) 550 nm fluorescence when ESA_2 is included (red curves) and excluded (blue curves). The 974 nm pump power was fixed at $P_1 = 4.46$ W. The square points represent experimental data.

($\sigma_{\text{ESA}_1} : [155]$, ET : [176; 181]).

Nevertheless, these discrepancies should not overshadow the fact that the experimental results presented here strongly support the presence of ESA_2 . Fig. 1.5 illustrates this fact by comparing the simulated output power and the population of the ($^2H_{11/2}$, $^4S_{3/2}$) levels with and without ESA_2 , for $P_1 = 4.46$ W. When ESA_2 is not included, Fig. 1.5(a) shows that there is no decrease of output power for P_2 pump powers up to 15 W. However, the initial slope in the low P_2 regime is not considerably altered, which indicates that ESA_2 does not affect the laser dynamic until a certain P_2 threshold value is reached. In Fig. 1.5(b), one can see that the linear relationship between the 550 nm fluorescence and P_2 cannot be reproduced when ESA_2 is excluded. Instead, the fluorescence progressively decreases with increasing P_2 . Finally, we also performed simulations without ESA_2 to check whether the quenching behavior could be reproduced by adjusting the ET coefficients. The coefficients were allowed to be varied up to a factor of 5 from their nominal SI values [176]. These simulations showed that no set of ET coefficients allowed the 3.4 μm output power to decrease for increasing P_2 powers.

1.7 Discussion

Through experimental and numerical investigations, we have demonstrated the presence of an unreported quenching regime in 3.4 μm DWP fiber laser cavities that is very likely to be caused by a non-resonant ESA at 1976 nm. The numerical model has shown that this ESA causes major saturation of the output power at 3.4 μm which can lead, in the case of high P_2 pumping powers, to a complete quenching of laser action. The numerical model was able to reproduce this behavior with an ESA_2 cross section of only $\sigma_{46} = 0.7 \times 10^{-26} \text{ m}^2$ at 1976 nm.

This value is very small when compared to the other absorption cross section related to the P_2 pump (i.e. $\sigma_{46}/\sigma_{24} \approx 2.3\%$). However, it is consistent with spectroscopic measurements performed in bulk erbium-doped ZBLAN glasses [154], which have predicted an ESA_2 mean wavelength (~ 1913 nm) relatively far from P_2 pump's wavelength (i.e. the process is non-resonant). Nevertheless, it should be noted that the value of σ_{46} at 1976 nm was obtained indirectly through numerical fitting of the experimental data points. Since the accuracy of the numerical model is strongly dependent on the other spectroscopic parameters, we emphasize that the value for σ_{46} is only a rough estimate. Further spectroscopic measurements will be needed to obtain a more accurate cross section value and to measure its spectral dependence. Time-resolved spectroscopy could provide this information as it allows to measure the cross section from short lived transitions [110]. Additionally, the power fluctuations occurring after the peak 3.4 μm output power will have to be studied. To this extent, a time-dependent numerical model, such as the one detailed by Malouf *et al.* in [156], may provide valuable insight on the dynamical behavior of atomic populations.

Considering the central wavelength of ESA_2 is ~ 1913 nm, we expect that it can be avoided altogether by using a slightly longer P_2 pump wavelength (i.e. >1976 nm). This poses no problem as Tm^{3+} -doped silica fiber lasers can generate high powers at wavelengths up to 2070 nm [182]. It is worth noting, that a longer P_2 wavelength would also reduce VGSA since its maximum value is located around 1973 nm [111]. However, we believe that this would only increase the threshold of the 3.4 μm laser, with respect to launched pump power, and would not significantly affect pump absorption. Indeed, our previous results have shown that P_2 is nearly completely absorbed when the threshold is achieved [157].

Finally, by taking a closer look at the energy diagram of Er^{3+} (Fig. 1.1), it can be argued that the energy transfer W_{4251} and ESA_2 have similar contributions to the overall population dynamics. Both processes deplete the upper laser level ($^4F_{9/2}$) and populate the ($^2H_{11/2}$, $^4S_{3/2}$) levels. In addition, ESA_2 can also contribute indirectly to the population of the $^4I_{13/2}$ level through the energy transfer W_{5031} . Therefore, it is clear that one cannot easily evaluate the individual contribution of ESA_2 and W_{4251} based only on fluorescence measurements with 974 nm and 1976 nm pump sources. However, such measurement was used in [176] in order to quantify W_{4251} and has led to unusual properties for this coefficient. For instance, it was found that W_{4251} had a coefficient higher than any other ET process; by a factor of 1.8 in the strongly interacting (SI) regime and by nearly 43 in the weakly interacting (WI) regime. Moreover, unlike the other ET coefficients, W_{4251} did not increase significantly with Er^{3+} concentration.

1.8 Conclusion

In this work, we investigated a new ESA at 1976 nm (${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^4F_{7/2}$) that quenches 3.4 μm DWP $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber lasers. Output power curves at 3.4 μm and 550 nm fluorescence measurements show that this optical transition effectively depopulates the upper-state of the 3.4 μm laser transition. For low P_1 pump powers, this quenching can lead to a significant reduction of the 3.4 μm output power and eventually to a complete inhibition of laser emission if P_1 is not sufficient. A modified numerical model which takes into account ESA_2 was presented and used to reproduce both experimental output power and fluorescence curves. Good agreement was obtained when the ESA_2 cross section was set to $\sigma_{46} = 0.7 \times 10^{-26} \text{ m}^2$ at 1976 nm, a value that is consistent with prior spectroscopic studies. This model allows for a better understanding of the atomic mechanisms related to the 3.4 μm transition in Er^{3+} and will facilitate the development of DWP cavities. Future work will focus on the direct measurement of the ESA_2 cross section and explore the possibility of using a P_2 pump source with a longer operating wavelength (i.e. $>1976 \text{ nm}$) to avoid ESA_2 induced saturation.

Chapitre 2

5.6 W monolithic fiber laser at 3.55 μm

F. Maes, V. Fortin, M. Bernier et R. Vallée

Centre d'optique, photonique et laser, Université Laval, Québec G1V 0A6, Canada

Publié dans *Optics Letters*, Vol. **42**, no. 11, 2054-2057 (2017).

2.1 Résumé

Nous rapportons le premier laser à fibre monolithique à base de verre de fluorozirconate dopé à l'ion erbium opérant à 3.55 μm . Sa puissance de sortie et sa conversion optique sont de 5.6 W et de 26.4 %, respectivement, les plus élevés jamais démontrés à cette longueur d'onde par un laser à fibre opéré à cette longueur d'onde. L'architecture monolithique de la cavité augmente la stabilité du laser tout en palliant la dégradation de l'extrémité de la fibre, un enjeu ayant limité la puissance des démonstrations précédentes à 1.5 W. Cette Lettre étudie également les performances de la cavité laser pour différentes réflectivités du coupleur de sortie et présente des résultats de simulations numériques démontrant un accord remarquable avec les données expérimentales.

2.2 Abstract

We report the first monolithic erbium-doped fluorozirconate fiber laser bounded by two fiber Bragg gratings (FBG) operating near 3.55 μm . Its output power and total optical efficiency are 5.6 W and 26.4% respectively, the highest ever achieved at this wavelength from a fiber laser. The monolithic design of the cavity also increases its stability and prevents fiber tip damage which has limited prior demonstrations to a maximum output power of 1.5 W. This Letter also studies the performances of the laser cavity for various output FBG reflectivities

and presents numerical modeling results exhibiting remarkable agreement with experimental results.

2.3 Introduction

In the last decade, significant scientific effort has been aimed at developing monochromatic light sources emitting in the mid-infrared (MIR) region between 2 and 6 μm . This spectral window is particularly interesting since it overlaps the 2-20 μm molecular fingerprint region and the 3-5 μm transparency window of the atmosphere [183]. While quantum cascade lasers (QCLs) and Raman fiber lasers (RFLs) provide alternatives to extend laser emission up to 4 μm , their demonstrated room temperature output power around 3.5 μm is limited to a few hundred milliwatts [184; 185]. On the other hand, optical parametric oscillators (OPOs) can achieve multi watt-level of output power within this spectral window [186] but their design is generally complex which renders them costly and less attractive for integration in compact systems. For these reasons, QCLs, RFLs and OPOs have not been able to address all the needs of the wide spectrum of applications in the industrial, environmental, medical and defense fields which require rugged and high-power MIR lasers [183]. Rare-earth doped all-fiber lasers have therefore received much attention since they are reliable, compact and rugged, and have been demonstrated to operate at wavelengths between 1.5-3.9 μm with relatively high output powers [183].

Dual-wavelength pumping (DWP) has recently been shown to be effective in generating laser emission on the 3.5 μm transition in erbium-doped fluorozirconate ($\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$) laser cavities [22]. This transition is of great interest for the polymer processing and remote-sensing markets since it encompasses the strong absorption band of the C-H bond centered around 3.4 μm [187; 188]. Through DWP, an output power of 1.5 W at 3.5 μm was demonstrated [157; 87] and a tuning range from 3.33 to 3.78 μm was also achieved, the widest tunability ever reported in a fiber laser cavity [87]. However, both cavities suffered from critical fiber damage at high powers, raising doubts on their potential for power scaling. This was caused by the fact that both laser cavities used an entrance reflector located outside of the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber. Such configuration exposes the ZrF_4 fiber tip to a significant thermal load due to the combination of high launched pump powers and 3.5 μm intracavity light. These demonstrations thus clearly evidenced the need of moving the entrance reflector inside of the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$, by using photo-induced fiber Bragg gratings (FBGs) [139], to allow further power-scaling.

In this Letter, we report the first monolithic DWP $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber laser operating at 3.55 μm bounded by two FBGs, which can largely exceed watt-level operation without fiber damage. Its maximum output power and total optical efficiency are respectively 5.6 W and 26.4%, the highest ever achieved from a fiber laser at this wavelength. We also report the output characteristics of the laser, i.e. slope efficiency and threshold, as a function of the reflectivity

of the output FBG, which was varied through thermal annealing. Finally, experimental results are corroborated through simulations relying on a numerical model using one single and consistent set of spectroscopic parameters. This demonstration highlights the effectiveness of the monolithic cavity design offered by FBGs in circumventing fiber tip damage, and proves that further power-scaling to the tens of watts is within reach.

2.4 Experimental Setup

The architecture of the 3.55 μm all-fiber laser is presented in Fig. 2.1 and is similar to the setup reported in [157]. The inset shows a simplified energy diagram with the relevant optical transitions related to the 976 nm (GSA, ESA₁) and 1976 nm (VGSA, ESA₂) pumps, using the nomenclature from [88]. The main difference in our design compared with previous reports is that the cavity is now bounded by a pair of FBGs. Such monolithic design provides laser power scalability and an improved stability. The intracore FBGs were written by femtosecond inscription through the polymer coating [139; 189] in a 5 m long double-clad 1 mol % Er³⁺:ZrF₄ fiber provided by Le Verre Fluoré (16.5/260 \times 260 μm , NA_{core} = 0.125). The entrance high-reflectivity FBG (HR-FBG) has a peak reflectivity of 90 % at 3.552 μm and measured losses of less than 5 % at the same wavelength. The HR-FBG, based on a uniform pitch design, is narrow with a FWHM smaller than 0.7 nm in order to ensure minimal losses of around 10 % for the 1976 nm light used for core pumping. The output low-reflectivity FBG (LR-FBG), based on a chirped design to increase the reflectivity bandwidth, has reflectivity of \sim 30 % at 3.552 μm and a FWHM of 5.3 μm . Its losses were measured to be less than 5 % around 3.55 μm . The temperature of the Er³⁺:ZrF₄ cavity, and its gratings, was stabilized by placing it on an aluminum baseplate.

As in reference [157], the 976 nm cladding-pump and the 1976 nm core-pump were launched in a 11/250 μm double-clad silica fiber through a custom (2+1) \times 1 fiber combiner (ITF Technologies). Both silica and Er³⁺:ZrF₄ fibers were fixed in copper V-grooves with UV-cured low-index polymer and were butt-coupled with precision translation stages. The 976 nm pump was provided by a 25 W wavelength-stabilized laser diode (BWT K98SA3F) fiber-pigtailed to a 105/125 μm silica fiber having a numerical aperture of 0.22. The 1976 nm wavelength pump was generated in a homemade Tm³⁺:SiO₂ cavity bounded by two FBGs written inside of an 11/260 \times 240 μm fiber with a numerical aperture of 0.125. The maximum output power of the 1976 nm cavity is 24 W, more than twice the output power of the Tm³⁺:SiO₂ cavity used in our previous demonstration [157]. At the end of the cavity, the residual pump power at 976 nm was removed from the Er³⁺:ZrF₄ fiber using a residual cladding pump stripper (RCPS) made of an UV-cured high-index polyacrylate polymer. The output fiber tip was angle cleaved at 7° to prevent 2.8 μm parasitic lasing.

The output power at 3.55 μm from the laser cavity was measured with a thermopile detector

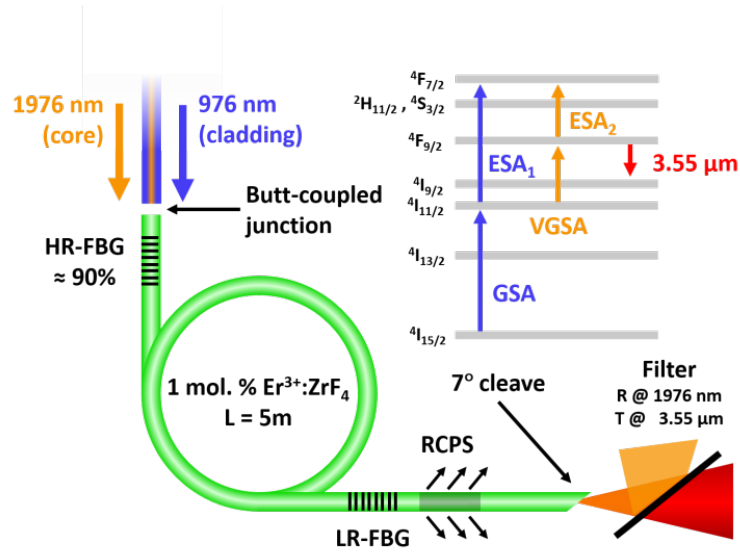


FIGURE 2.1 – Experimental setup of the monolithic DWP $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber laser (HR-FBG : high-reflectivity FBG, LR-FBG : low-reflectivity FBG, RCPS : residual cladding pump strip). The inset shows a simplified energy diagram with relevant optical transitions.

(Gentec UP19K-50F-W5-D0) equipped with a custom designed dichroic filter to remove the residual 1976 nm pump power. The laser's spectrum was analyzed with a monochromator (Digikrom DK480) and a liquid nitrogen-cooled InSb detector (Judson J10DM204-R01M-60) covering the 1.5–5.5 μm spectral range. The slits of the monochromator were adjusted to ensure a spectral resolution of 0.2 nm.

2.5 Results and analysis

The spectrum of the laser operating at 0.3 and 5.3 W of output power is shown in Fig. 2.2 along with the transmission of the HR and LR-FBG. The central emission wavelength is located at 3552.2 nm and shows a slight redshift of 0.1 nm over the operation range of the laser, while the spectrum's FWHM is fixed at 0.6 nm, which is most likely due to the restricted resolution of the monochromator.

Figure 2.3 presents the 3.55 μm output power with respect to the launched 1976 nm pump for different launched 976 nm pump powers. For maximum launched pump powers of 17.6 and 3.61 W at 1976 nm and 976 nm, respectively, a record output power of 5.6 W at 3.55 μm was achieved with a record total optical efficiency of 26.4%. This output power represents a nearly fourfold increase with respect to the previous record of 1.5 W [157; 87]. Additionally, the slope efficiency with respect to the launched 1976 nm pump is 36.9% which is, to the best of our knowledge, the highest value ever achieved from a DWP 3.5 μm Er^{3+} -doped double-clad fiber laser. By decreasing the launched 976 nm pump power, the output power with respect

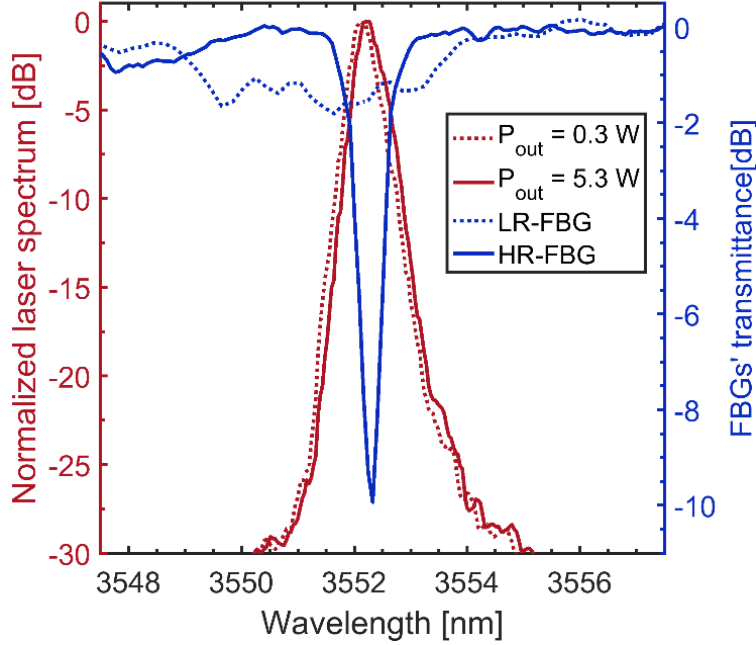


FIGURE 2.2 – Laser spectrum at output powers of 0.3 and 5.3 W superposed with the transmission spectrum of the LR and HR-FBGs.

to the launched 1976 nm shows a strong quenching behavior. We showed in a previous report that this quenching is related to a non-resonant excited-state absorption (ESA_2 in Fig. 2.1) at 1976 nm between the ${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^4F_{7/2}$ energy levels [88]. This ESA_2 has two negative impacts on the 3.55 μm transition : 1) it depletes the upper laser level of the 3.55 μm transition and 2) it also effectively removes ions from the 1976 nm pump cycle by upconverting them to the (${}^2H_{11/2}$, ${}^4S_{3/2}$) levels. Moreover, the onset of the quenching behavior is caused by a lack of ions in the virtual ground state (i.e. level ${}^4I_{11/2}$). Therefore, the 1976 nm pump power at which the output power is quenched in Fig. 2.3 decreases with the launched 976 nm pump. It is also noteworthy that the required pump power at 976 nm to prevent quenching is significantly less than that in our first demonstration [157]. This comes from the fact that the pump wavelength in the latter demonstration was around 966 nm, a wavelength where the ground state absorption to the ${}^4I_{11/2}$ level is 4 times weaker than at 976 nm [155].

The 3.55 μm output power as a function of the 976 nm pump power for launched 1976 nm pump powers of 3.9, 7.1 and 13.4 W is presented in Fig. 2.4. A steep increase of the output power is seen when the launched 976 nm pump reaches a certain threshold value. Moreover, this threshold increases as the supplied 1976 nm pump increases, which is directly related to the power quenching caused by ESA_2 at 1976 nm. In fact, Figs. 2.3 and 2.4 show two different perspectives of the same quenching behavior of DWP 3.5 μm cavities. This can be understood by noting that for the power duet ($P_{976\text{nm}} \approx 2.1$ W, $P_{1976\text{nm}} \approx 13.4$ W), both figures

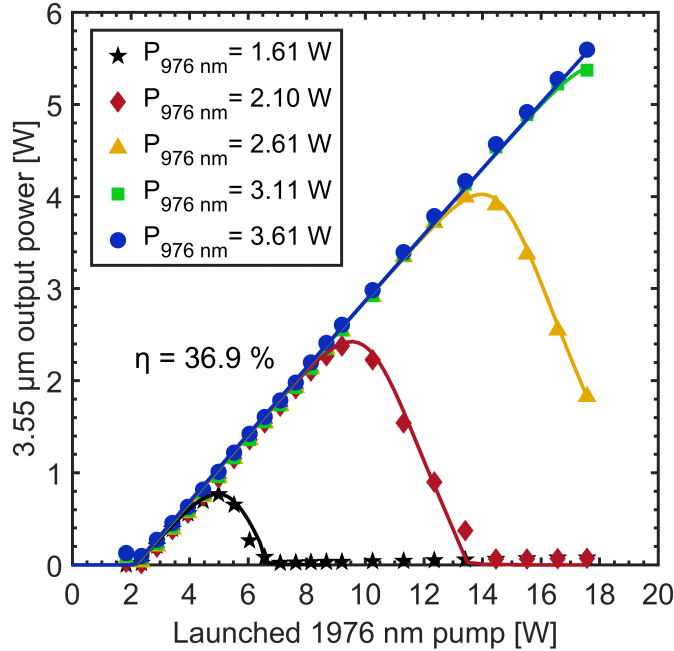


FIGURE 2.3 – Output power at 3.55 μm as a function of the launched 1976 nm pump power for five different launched 976 nm pump powers. Continuous curves are numerical modeling results.

are showing laser behavior at the edge of total power quenching.

The stability of the monolithic 3.55 μm fiber laser was measured for 1 hour at three different output powers (1.0, 3.1 and 5.0 W), as shown in Fig. 2.5. In this figure, the relative dimension of the vertical axes was fixed to 4% of the average output power of each graph. The cavity is remarkably stable with a relative RMS and peak-to-peak deviation of 0.17% and 1.12%, respectively, for the highest output power at 3.55 μm . It should be noted that the RMS deviation is below the $\pm 0.5\%$ repeatability of the detector. The stability of the laser arises from its monolithic architecture, and more specifically, from the use of an HR-FBG as entrance reflector. For comparison, our previous demonstration which relied on a butt-coupled dichroic mirror sputtered on the end-face of the silica fiber delivering the pumps, only achieved an RMS deviation of roughly 1% for an output power of 1.3 W. Poorer stability was the result of slight fluctuations of the feedback provided by the dichroic mirror caused by thermomechanical instabilities at the butt-coupled junction. Moreover, moving the high reflectivity entrance reflector from the tip to inside of the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber also prevented fiber tip damage, an issue that limited previous power scaling demonstrations [157; 87]. Indeed, after the stability tests shown in Fig. 2.5, no visual indications of core damage were visible on the SiO_2 or $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber tips at the butt-coupled junction. Comparatively to 2.8 μm fiber lasers, we do not expect that their 3.5 μm counterparts will suffer long term catastrophic failure since they do not operate in the vicinity of the OH bond's resonance [143]. It is thus clear that 3.55 μm cavities

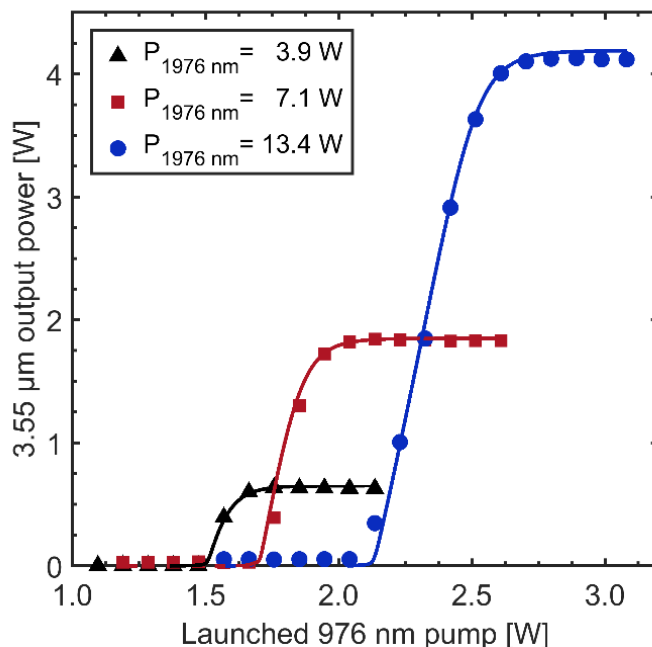


FIGURE 2.4 – Output power at 3.55 μm as a function of the launched 976 nm pump power for three different launched 1976 nm pump powers. Continuous curves are numerical modeling results.

bounded by a pair of FBGs are not only more stable, but they also allow for scaling the output power.

The performances of the cavity were also characterized for varying output coupler reflectivities. To this extent, the LR-FBG, which had an initial reflectivity of $\sim 72\%$ after photo-inscription, was thermally annealed with a fiber oven (ASP 500C) with temperature steps of 20°C (5 minutes each) from 90 to a 150°C . Further annealing at higher temperatures was not attempted as the process would have affected the integrity of the fiber’s polymer surrounding the FBG. The initial and final reflectivity of the LR-FBG was measured with a homemade fluorozirconate supercontinuum source emitting from 1 to $4\mu\text{m}$ along with the monochromator detailed earlier. The LR-FBG’s transmission for intermediate annealing steps was determined by scaling the annealing curve of a reference FBG written in an identical $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber. The scaling was calculated so that the initial and final reflectivity at $3.552\mu\text{m}$ of both the LR-FBG and the reference FBG were equal.

The slope efficiency and threshold of the $3.55\mu\text{m}$ output power with respect to the launched 1976 nm pump for different LR-FBG reflectivities is shown in Fig. 2.6. Since a precise measurement of the actual threshold was not possible due to the occurrence of $2.8\mu\text{m}$ lasing for low 1976 nm pump powers, it was determined through linear regression from the data above threshold. It should also be noted that for each reflectivity, the launched 976 nm pump

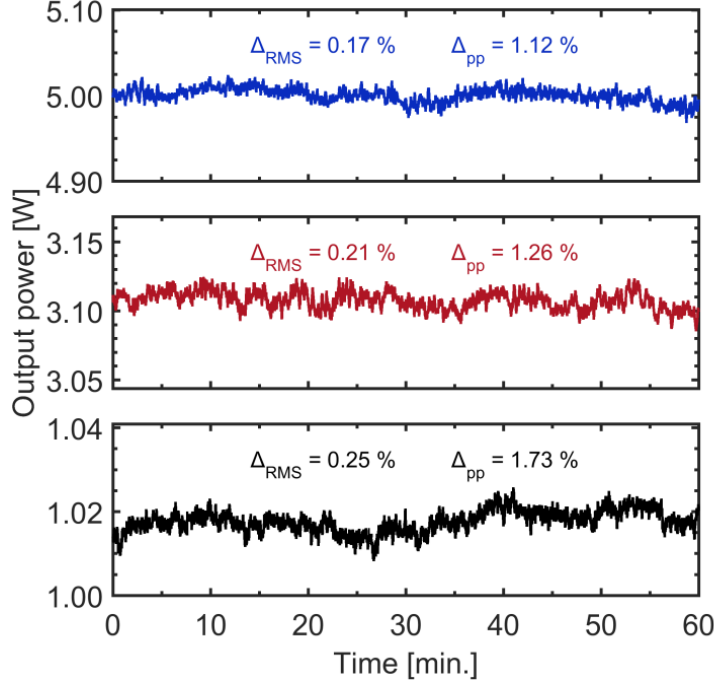


FIGURE 2.5 – Hour long stability test for three different output powers of the monolithic $3.55\ \mu\text{m}$ all-fiber laser cavity. Δ_{RMS} and Δ_{pp} refer to normalized root mean square and peak-to-peak deviations, respectively.

power was increased accordingly to avoid any quenching of the $3.55\ \mu\text{m}$ output power [88]. Before the LR-FBG was annealed (LR-FBG $\approx 72\%$), a slope efficiency of 24.8% along with a threshold at $1976\ \text{nm}$ of $800\ \text{mW}$ were measured. By reducing the reflectivity of the LR-FBG, both the slope and the threshold increase. However, the laser slope efficiency shows signs of saturation for the last annealing step whilst the laser threshold continues its increase, indicating that the reflectivity is near its optimal value. At this point, the slope and threshold of the cavity are 36.9% and $2.2\ \text{W}$, respectively, for a $\sim 30\%$ reflectivity LR-FBG. It should be noted that this reflectivity is in agreement with the predicted value of 24% derived by numerical modeling of a similar cavity design by Malouf *et al.* [156].

2.6 Numerical modeling

Numerical modeling based on the model detailed in [88] have been carried out. The results of the simulations, which were produced with a single set of spectroscopic parameters, are presented alongside the experimental data in Figs. 2.3, 2.4 and 2.6. In order to achieve a good fit, the coefficient for the energy transfer (${}^4F_{9/2}, {}^4I_{11/2} \rightarrow ({}^2H_{11/2}, {}^4S_{3/2}, {}^4I_{13/2})$) was set to zero [176]. Indeed, it was not possible to reproduce both the peak output power before quenching and the downward slope of the quenching process by including this process. The emission cross-section at $3.55\ \mu\text{m}$ was adjusted to a value of $0.7 \times 10^{-25}\ \text{m}^2$. This value is reasonable

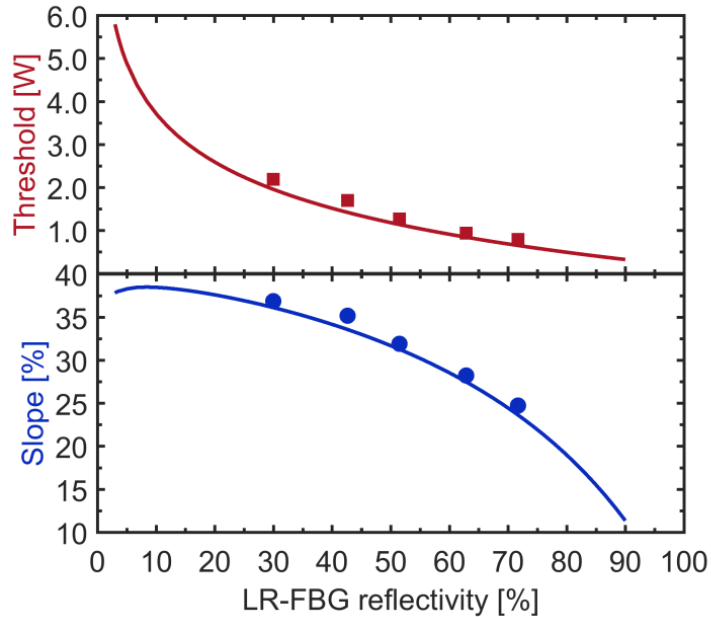


FIGURE 2.6 – Experimental slope and threshold of the 3.55 μm laser with respect to the launched 1976 nm pump for different LR-FBG reflectivities. Continuous curves are numerical modeling results.

since Füchtbauer-Ladenburg analysis suggests that this cross-section can vary between 0.22 and $1.05 \times 10^{-25} \text{ m}^2$ depending on the spectroscopic measurements used in the calculation [153; 18; 72; 190]. The value for the cross-section for ESA_2 at 1976 nm nm was adjusted to $0.4 \times 10^{-26} \text{ m}^2$, which is less than the value reported in [88]. All other spectroscopic parameters were identical to the ones used in [88]. Clearly, the model reproduces with good agreement the 1976 nm nm threshold and 3.55 μm slope efficiency with respect to the 1976 nm nm pump for various cavity output couplers. The quenching behaviour showed in Figs. 2.3 and 2.4 is also very well reproduced by the model. Due to its good accuracy in reproducing experimental results, this model will enable further optimization of 3.5 μm cavities by studying different fiber lengths, Er^{3+} concentrations, coupler reflectivities and pump wavelengths.

2.7 Conclusion

In conclusion, we have demonstrated a 5.6 W record output power from the first monolithic DWP 3.552 μm $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ all-fiber laser bounded by two FBGs. This monolithic cavity design prevents intracavity fiber tip damage, and thus has significant potential for further power-scaling. It also provides an unprecedented stability for 3.5 μm class fiber lasers. This laser system has many potential applications in the fields of remote sensing and polymer processing since its emission wavelength is in the vicinity of the C-H bond’s absorption band centered

at $3.4\ \mu\text{m}$. Moreover, by varying the reflectivity of the cavity's output LR-FBG, an optimal reflectivity of $\sim 30\%$ was measured. This result, along with experimental output powers from the cavity, were well reproduced by numerical modeling.

2.8 Funding

Canada Foundation for Innovation (CFI) (5180); Fonds de recherche du Québec-Nature et technologies (FRQNT) (144616); Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC) (IRCPJ469414-13).

Chapitre 3

3.42 μm lasing in heavily-erbium-doped fluoride fibers

F. Maes¹, C. Stihler², L. P. Pleau¹, V. Fortin¹, J. Limpert^{2,3,4}, M. Bernier¹ et R. Vallée¹

¹Centre d'optique, photonique et laser, Université Laval, Québec G1V 0A6, Canada

² Institute of Applied Physics, Abbe Center of Photonics, Friedrich-Schiller-Universität Jena, Albert-Einstein-Str. 15, 07745 Iéna, Allemagne

³ Helmholtz-Institute Jena, Fröbelstieg 3, 07743 Iéna, Allemagne

⁴ Fraunhofer Institute for Applied Optics and Precision Engineering, Albert-Einstein-Str. 7, 07745 Iéna, Allemagne

Publié dans Optics Express, Vol. **27**, 2170-2183 (2019).

3.1 Résumé

Nous investiguons dans cette contribution l'effet laser à 3.4 μm dans des fibres de verre fluoré fortement dopées à l'ion erbium et co-pompée à deux longueurs d'onde. À cette fin, un laser monolithique basé sur une fibre de verre fluoré dopée à 7 mol% d'ions erbium dotée de réseaux de Bragg photoinscrits dans son coeur à 3.42 μm est utilisé afin de démontrer une efficacité record de 38.6 % en fonction de la pompe à 1976 nm. Nous démontrons également par modélisation numérique que des performances laser similaires à 3.4 μm peuvent être obtenues en utilisant des fibres dopées de 1 à 7 mol %. Toutefois, l'utilisation de fibres faiblement dopées devrait être préconisée en vue de l'accroissement de la puissance de ces lasers afin de réduire la charge thermique. De plus, ce travail étudie l'interférence modale transverse de la pompe dans le coeur à 1976 nm et son rôle dans la génération d'un réseau périodique luminescent et le piégeage d'ions dans les niveaux métastables du diagramme d'énergie de l'ion erbium.

Finalemment, nous rapportons également sur la bistabilité de la puissance à $3.42\ \mu\text{m}$ à la sortie du laser à fibre dopé à 7 mol% d'ions erbium.

3.2 Abstract

In this paper, we investigate laser emission at $3.4\ \mu\text{m}$ in heavily-erbium-doped fluoride fibers using dual-wavelength pumping. To this extent, a monolithic 7 mol% erbium-doped fluoride fiber laser bounded by intracore fiber Bragg gratings at $3.42\ \mu\text{m}$ is used to demonstrate a record efficiency of 38.6% with respect to the 1976 nm pump. Through numerical modeling, we show that similar laser performances at $3.4\ \mu\text{m}$ can be expected in fluoride fibers with erbium concentrations ranging between 1 – 7 mol%, although power scaling should rely on lightly-doped fibers to mitigate the heat load. Moreover, this work studies transverse mode-beating of the 1976 nm core pump and its role in the generation of a periodic luminescent grating and in the trapping of excitation in the metastable energy levels of the erbium system. Finally, we also report on the bistability of the $3.42\ \mu\text{m}$ output power of the 7 mol% erbium-doped fluoride fiber laser.

3.3 Introduction

Currently, there exists a need for high-power coherent light sources operating in the mid-infrared region (MIR) of the electromagnetic spectrum, between $2 - 5\ \mu\text{m}$, to address a plethora of applications [183]. To this extent, rare-earth-doped zirconium and indium fluoride-based (ZrF_4 and InF_3) glass fiber lasers have become interesting candidates for specific MIR applications given their power scalability, near-diffraction-limited beam quality, ruggedness and small footprint design. Beyond $3\ \mu\text{m}$, three rare-earths have shown impressive continuous-wave (CW) output power in fluoride fiber architectures : a record power of 10.1 W was demonstrated in Dy^{3+} -doped ZrF_4 ($\text{Dy}^{3+}:\text{ZrF}_4$) at $3.24\ \mu\text{m}$ [191], 5.6 W in $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ at $3.55\ \mu\text{m}$ [89] and nearly 200 mW in $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ at $3.92\ \mu\text{m}$ [92]. Among these transitions, the $3.5\ \mu\text{m}$ transition in $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ has gathered interest for polymer processing [53] and remote sensing of methane [24], both of which rely on resonant excitation of the C-H vibrational bond located between $3.3\text{-}3.5\ \mu\text{m}$.

Efficient laser emission at $3.5\ \mu\text{m}$ in $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ was enabled by the advent of the dual-wavelength pumping (DWP) scheme proposed by Henderson-Sapir *et al.* [22]. As shown in Fig. 3.1, DWP uses a 976 nm pump to populate the long-lived $^4\text{I}_{11/2}$ state, which serves as a virtual ground-state (VGS) from which the ions are pumped at 1976 nm to the $^4\text{F}_{9/2}$ state, the upper-level of the $3.5\ \mu\text{m}$ transition. Since the pioneering demonstration of Henderson-Sapir *et al.* [22], DWP has been successfully used to produce 5.6 W of CW output power in a monolithic $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ all-fiber laser at $3.55\ \mu\text{m}$ [88] and to demonstrate some of the widest reported tunability from a fiber laser, i.e. from $3.33\ \mu\text{m}$ à $3.78\ \mu\text{m}$ [87]. More recently, Q-switched, gain-

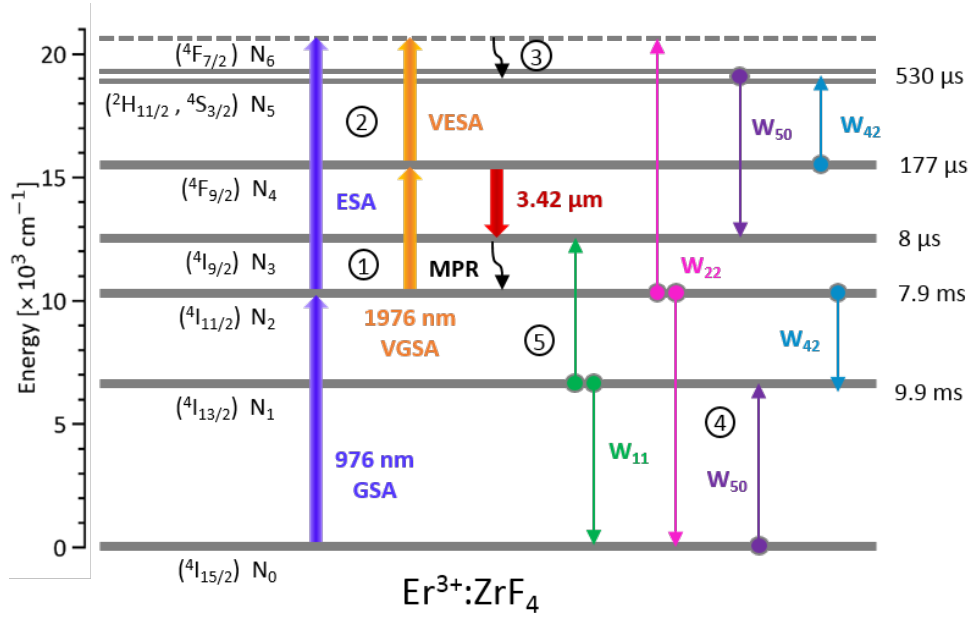


FIGURE 3.1 – Energy level diagram of the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ system with relevant processes for 3.42 μm laser emission through DWP. The lifetimes of the different energy levels are given on the right. GSA, ground-state absorption at 976 nm; ESA, excited-state absorption at 976 nm; VGSA, virtual ground-state absorption at 1976 nm; VESA, virtual excited-state absorption at 1976 nm; W_{ij} , ion-pair ET process; MPR, multiphonon relaxation. Circled numbers indicate the progression of the ions during the excitation trapping mechanism detailed in section 3.6.3.

switched and mode-locked operation in DWP 3.4 μm fiber lasers have also been demonstrated, although modest performances were achieved [162; 163; 164]. Finally, in order to gain insight into the dynamics of the laser system and to further its optimization, numerical models for both CW and pulsed operation of DWP 3.5 μm fiber lasers have been developed and spectroscopic investigations of the DWP $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ system were conducted [156; 88; 176]. However, the role of the Er^{3+} concentration on the efficiency of DWP 3.5 μm fiber lasers has not been extensively studied given all demonstrations have used either 1 mol% or 1.5 mol% Er^{3+} -doped ZrF_4 fibers, yet 10 mol% Er^{3+} -doped fibers are commercially available [192]. Moreover, although Luo *et al.* have simulated 3.5 μm laser emission in 10 mm long 6 mol% doped $\text{Er}^{3+}:\text{ZBLAN}$ waveguides [193], their modeling results did not consider the deleterious effect of quenching (VESA in Fig. 3.1)[88] and was not aimed towards power scaling of DWP 3.5 μm class fiber lasers.

In the present work, we investigate the laser emission capabilities of a 7 mol% $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber laser emitting at 3.42 μm . Bounded by two intracore fiber Bragg gratings and core-pumped in contra-propagation at 1976 nm, the monolithic cavity emits a maximum output power of 3.4 W with no sign of output power quenching and achieves a record efficiency of nearly 39% with respect to the launched 1976 nm pump power. Through numerical modeling, we demonstrate that the high Er^{3+} concentration enhances ion-pair energy transfer processes to

prevent quenching. We also simulate the power scaling capabilities of 1 mol%, 4 mol% et 7 mol% $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber laser cavities. Moreover, we report on the formation of a periodic luminescent grating upon DWP within the core of the 7 mol% $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber. The grating remained visible without deterioration over time under 1976 nm core pumping after the 976 nm pump was removed. We demonstrate that the period of this grating is consistent with the transverse mode-beating associated with the 1976 nm core pump and show through numerical modeling that the grating’s luminescent maxima are caused by trapped excitation within the metastable energy levels of the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ system. Finally, our experimental investigation also shows the occurrence of output power bistability of the fiber laser.

3.4 Experimental setup

The schematic of the DWP 3.42 μm monolithic $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber laser is depicted in Fig. 3.2. The laser cavity is made of a 2.5 m long segment of double-clad 7 mol% $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber manufactured by Le Verre Fluoré. The fiber core has a diameter of 15 μm along with a numerical aperture (NA_{core}) of 0.126, ensuring single-mode operation above 2.5 μm . Coated with a low-index fluoroacrylate to enable multimode light guidance, the fiber cladding has a circular diameter of 260 μm and is truncated by two parallel flats separated by 240 μm .

Similarly as in [88], the fiber laser cavity was bounded by a pair of intracore fiber Bragg gratings (FBGs) photo-inscribed through the active fiber’s polymer coating with 800 nm femtosecond pulses using the phase-mask technique [139; 189]. Figure 3.3(a) presents the transmission spectra of both the high-reflectivity (HR) and low-reflectivity (LR) FBGs characterized with a 0.2 nm resolution in the 3415 – 3435 nm region while Fig. 3.3(b) presents the broadband

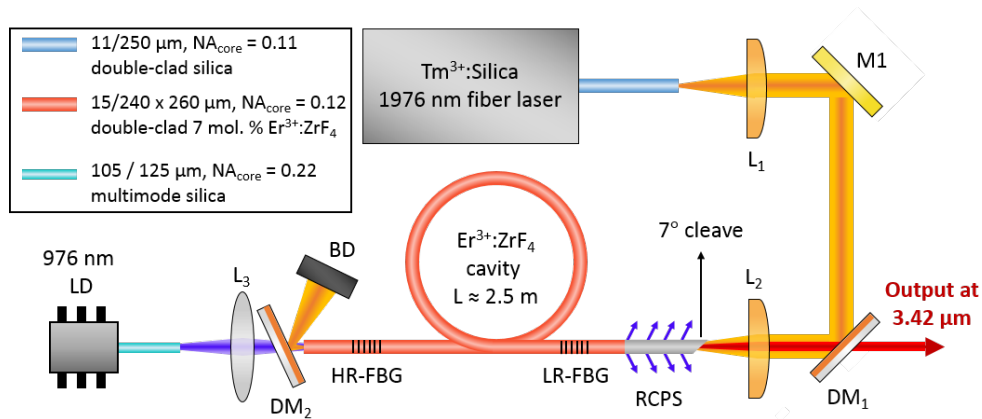


FIGURE 3.2 – Schematic of the DWP monolithic 7 mol% $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber laser cavity at 3.42 μm . L_1 - L_2 , 12.7 mm plano-convex aspheric ZnSe lenses; M_1 , gold mirror; DM_1 – DM_2 , dichroic mirrors transmitting at 976 nm and 3.4 μm and reflecting at 1976 nm; RCPS, residual cladding pump stripper; BD, beam dump; L_3 , $f=25.4$ mm convex lens; LD, multimode 976 nm laser diode.

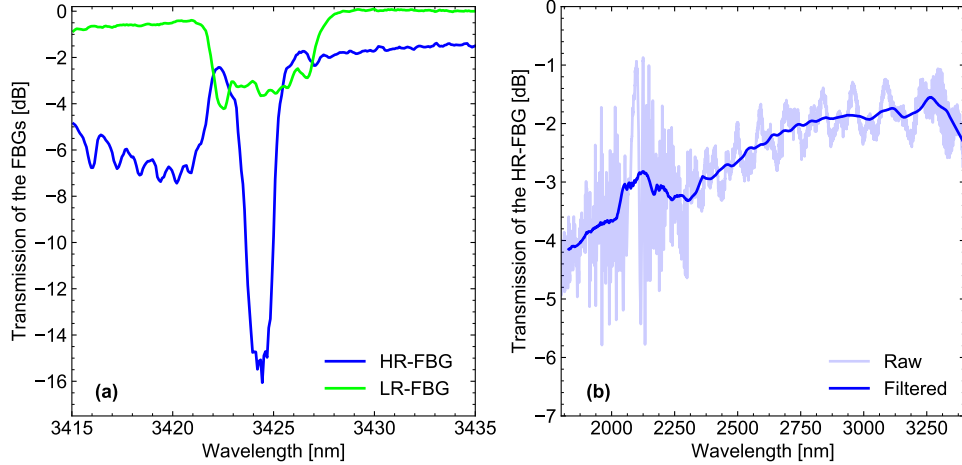


FIGURE 3.3 – (a) Transmission spectra around 3425 nm of the HR and LR-FBGs measured with a 0.2 nm resolution and (b) broadband transmission spectrum of the HR-FBG from 1800 to 3400 nm.

HR-FBG’s transmission from 1800 nm to 3400 nm. The narrow HR-FBG was written using a uniform pitch phase mask and was stabilized through thermal annealing for 5 minutes at 80 °C. This resulted in a peak reflectivity of >96 % (limited by the noise level of the characterization setup) at 3424.3 nm along with a full-width at half maximum (FWHM) of 2.1 nm. The HR-FBG possesses scattering losses of around 1.4 dB at the laser wavelength of 3425 nm, as estimated through its transmission value at 3435 nm, hence indicating partial type-II (damage) modification of the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ core [194]. This fact is further supported by the high transmission losses of the HR-FBG in the NIR as shown in Fig. 3.3(b). This grating can therefore not support co-pumping [88], given it would induce 3.7 dB of losses at the 1976 nm core pump wavelength. In order to ensure a good spectral overlap with the narrow HR-FBG, a broad LR-FBG was written with a chirped phase mask and had a reflectivity of around 55 % at 3425 nm along with a FWHM of 5.3 nm. It was stabilized through thermal annealing for 5 minutes at 70 °C. The low out of band losses (< 0.1 dB) of the LR-FBG enable it to support core-pumping at 1976 nm.

As shown in Fig. 3.2, the DWP scheme was implemented by injecting the 1976 nm light in the core of the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber at the output end of the laser cavity (counter-directional) while the 976 nm light was injected in its cladding at the entrance of the cavity (co-directional). Both the 1976 nm and 976 nm pump sources are identical to the ones used in [88]. Injection into the core of the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber was achieved with a set of 12.7 mm ZnSe plano-convex aspheric lenses (L_1 and L_2), a gold mirror (M_1) and a 45° dichroic mirror (DM_1) having a high reflectivity at 1976 nm and high transmission around 3.42 μm . The 976 nm pump was injected into the cladding using a standard 25.4 mm convex lens (L_3). In order to protect the 976 nm laser diode (LD) from the residual counter-propagating pump at 1976 nm, a dichroic mirror (DM_2)

was placed between L_3 and the entrance of the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber cavity to redirect the 1976 nm pump in a beam dump (BD). The $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber cavity was passively cooled on an aluminum plate and the FBGs were fixed with adhesive copper tape. A residual cladding pump stripper (RCPS), made by applying high-index UV-cured polymer on the bare $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber, was placed at the output of the cavity to filter out the 976 nm pump. Finally, the output fiber tip was cleaved at a 7° angle to prevent parasitic lasing at around $2.8\ \mu\text{m}$ on the ${}^4\text{I}_{11/2} \rightarrow {}^4\text{I}_{13/2}$ transition.

The output power at $3.42\ \mu\text{m}$ was collected and measured after the DM_1 with a thermopile power detector (Gentec-EO, UP19K-30H-H5-D0). A monochromator (Digikrom, DK480) equipped with a liquid nitrogen cooled InSb detector (Judson, J10DM204-R01M-60) covering the $1.5\text{-}5.5\ \mu\text{m}$ spectral range was used to analyze the laser's spectrum. The slits of the monochromator were adjusted to a $0.2\ \text{nm}$ resolution.

3.5 Numerical modeling

Modeling, based on the numerical model and algorithm detailed in [88], was used to validate experimental results and gain insight into the kinetics of the energy level populations. Figure 3.1 presents the partial energy level diagram, adapted from [88], of the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ system with relevant optical transitions, ion-pair energy transfers (ETs) and energy level lifetimes. Laser emission at $3.42\ \mu\text{m}$ on the ${}^4\text{F}_{9/2} \rightarrow {}^4\text{I}_{9/2}$ transition is excited when resonant ground-state absorption (GSA, ${}^4\text{I}_{15/2} \rightarrow {}^4\text{I}_{11/2}$) at $976\ \text{nm}$ and resonant virtual-ground-state absorption (VGSA, ${}^4\text{I}_{11/2} \rightarrow {}^4\text{F}_{9/2}$) at $1976\ \text{nm}$ simultaneously occur. Excited-state absorption (ESA, ${}^4\text{I}_{11/2} \rightarrow {}^4\text{F}_{7/2}$) at $976\ \text{nm}$ and virtual-excited-state absorption (VESA, ${}^4\text{F}_{9/2} \rightarrow {}^4\text{F}_{7/2}$) at $1976\ \text{nm}$ are parasitic upconversion processes. While VESA is non-resonant, it was experimentally and numerically demonstrated to induce quenching of the output power of $1\ \text{mol}\%$ DWP $3.4\ \mu\text{m}$ fiber lasers in both CW and pulsed operation regimes [88; 89; 163]. The different ion-pair ETs occurring in the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ system are represented by their respective W_{ij} parameter, where i and j represent the initial levels of the two ions participating in the ET. Finally, MPR stands for multiphonon relaxation which occurs between closely spaced energy levels.

The numerical model used in the present work uses identical spectroscopic parameters, i.e. cross-sections, lifetimes and branching ratios, to those reported in [88; 89]. As for the ET parameters W_{ij} , the strongly interacting (SI) values reported in [176] for different Er^{3+} molar concentrations were used and are presented in Table 3.1. In order to achieve a good agreement with experimental results, a value of $0.28 \times 10^{-26}\ \text{m}^2$ was used as absorption cross-section for the VESA process in the modeling. The effective reflectivity of the HR-FBG as seen by the $3.42\ \mu\text{m}$ light, taking into account scattering losses, was fitted to $85\ \%$ while the reflectivity of the LR-FBG was fitted to $50\ \%$. Finally, the fiber was discretized in 200 elements, i.e. $1.25\ \text{cm}$ per fiber element, to model adequately the gain distribution in the laser cavity.

Tableau 3.1 – ET parameters (W_{ij}) used in the numerical model for different Er^{3+} -doping concentrations.

ET	Units	Er^{3+} [mol%]				
		1	2.5	4	7	10
W_{11}		1.30	1.68	2.20	4.88	8.00
W_{22}	$\times 10^{-23} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$	0.16	0.47	0.80	1.48	2.20
W_{50}		0.48	1.18	1.90	2.88	3.60
W_{42}		2.30	2.71	3.10	3.88	4.67

3.6 Results and discussion

3.6.1 Laser performance

The output power of the fiber laser as a function of the launched 1976 nm pump power, for different launched 976 nm pump powers, is exhibited in Fig. 3.4(a). For pump powers of 1.73 W and 10.4 W at 976 nm and 1976 nm, respectively, a maximum output power of 3.4 W at 3.42 μm was achieved. Further power scaling was limited by the availability of the 1976 nm pump provided by the Tm^{3+} :silica fiber laser. The slope efficiency with respect to the launched 1976 nm core pump power is 38.6 % while the overall power conversion efficiency, accounting for both the launched 976 nm and 1976 nm pumps, is around 28 % at maximum output power. These values are slightly higher than the previous efficiency records achieved with a DWP 1 mol% Er^{3+} : ZrF_4 monolithic all-fiber laser, i.e. 36.9 % and 26.4 % [88]. Moreover, the threshold of the laser is located at around 1.5 W of launched 1976 nm pump, which is 0.5 W less than that achieved in 1 mol% Er^{3+} : ZrF_4 [88]. The cavity's lower threshold can be attributed to the higher reflectivity of its HR and LR-FBG, i.e. 99 % and 55 %, respectively, compared to those of the 1 mol% Er^{3+} : ZrF_4 cavity, i.e. 90 % and 30 %, respectively. Nonetheless, these results clearly indicate that heavily-doped Er^{3+} : ZrF_4 fibers are as efficient in producing 3.42 μm laser emission as their lightly-doped counterparts, and that ET processes could benefit laser emission.

When decreasing the launched 976 nm pump from 1.73 to 0.75 W, the slope efficiency of the laser in Fig. 3.4(a) is seen to decrease while the threshold of the laser remains constant. Further reducing the 976 nm pump down to 0.42 W not only further reduces the slope efficiency but also increases the threshold of the laser from 1.5 W up to 9 W of launched 1976 nm pump. This behavior is drastically different from the quenching phenomenon that has been reported in low-concentration fibers [88; 89]. In the latter, when decreasing the 976 nm pump, the slope efficiency along with the 1976 nm pump threshold remained fairly constant. However, as the 1976 nm pump power was increased up to a certain point, the 3.4 μm output underwent quenching, i.e. a reduction of the output power. In the case of the heavily-doped- Er^{3+} : ZrF_4 fiber laser used in the current work, it was not possible to induce any quenching of the output power.

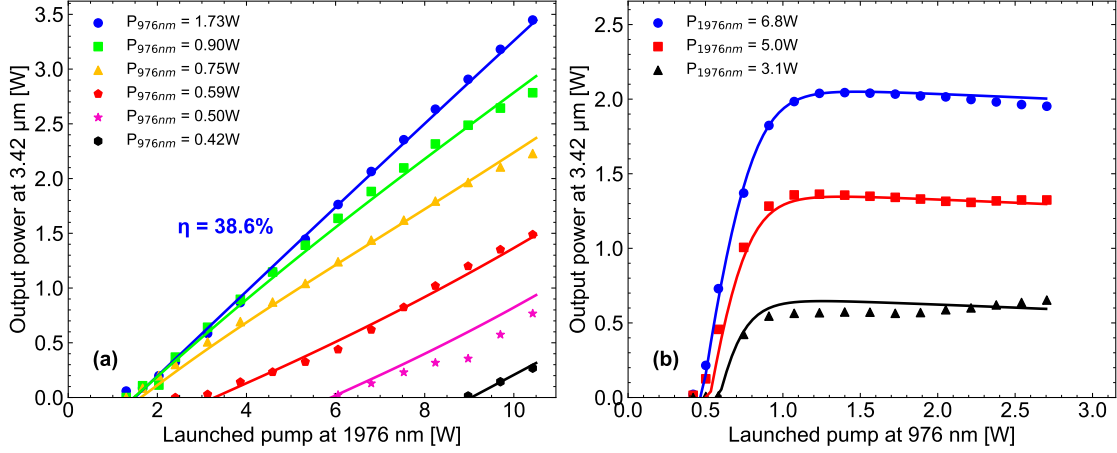


FIGURE 3.4 – (a) Laser output power at 3.42 μm as a function of the launched 1976 nm core pump for different launched 976 nm cladding pump. (b) Laser output power at 3.42 μm as a function of the launched 976 nm cladding pump for different launched 1976 nm core pump. Scattered points represent experimental data while numerical modeling results are given by solid lines.

Figure 3.4(b) presents the 3.42 μm output power of the DWP fiber laser as a function of the launched 976 nm pump power for different launched 1976 nm pump powers. Similar to 1 mol% $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ cavities, the 3.42 μm output power shows a steep increase once the 976 nm threshold is reached and then immediately saturates. However, in contrast, the 976 nm pump threshold increases as the 1976 nm pump is decreased. This feature clearly indicates that no quenching occurs in the 7 mol% $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber laser since no output power reduction can be expected for increasing 1976 nm pump powers. This can be understood by drawing a vertical line, representative of increasing 3.42 μm output power, in Fig. 3.4(b) and noticing that the laser curves it intersects always have increasing 1976 nm pump power. The same does not hold for 1 mol% $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ cavities for low 976 nm pump powers [88].

The output spectrum of the 3.42 μm fiber laser is presented in Fig. 3.5. At low output powers, the spectrum of the fiber laser coincides with the peak reflectivity of the HR-FBG, i.e. 3424.3 nm. The spectrum's FWHM is 0.2 nm, i.e. identical to the resolution of the monochromator, hence suggesting that it is narrower in reality. As the output power of the laser is increased, the emission wavelength suddenly shifts by more than a nanometer up to 3425.7 nm due to heating of the fiber and expansion of the FBGs therein. Thermal imaging revealed that the temperature of 7 mol% $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber during laser operation was between 40 – 50°C. Since the HR and LR-FBGs were fixed with an adhesive copper tape, we believe that above a certain temperature the gratings must have moved under the tape, hence accounting for the discrete wavelength shift in Fig. 3.5. Finally, for output powers of 2.4 and 3.4 W, the spectrum shows signs of symmetric broadening. The origin of this broadening has not been determined, but will be investigated in the future.

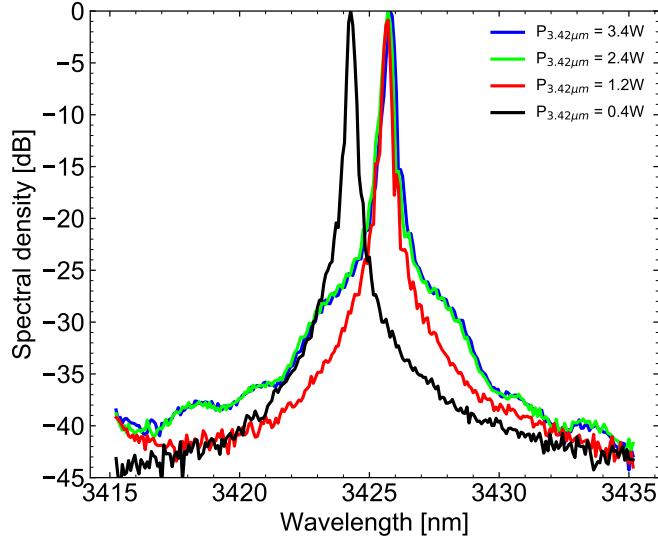


FIGURE 3.5 – Spectrum of the DWP $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber laser at different output powers.

3.6.2 Numerical modeling results and cavity optimization

Numerical modeling results, represented by solid lines, are presented alongside experimental data in Fig. 3.4(a) and 3.4(b). Generally, the numerical model is able to reproduce with good accuracy all the features of the experimental laser curves such as slope efficiencies, laser thresholds with respect to the 1976 nm and 976 nm pumps as well as output power saturation above a certain 976 nm pump power. This agreement justifies the use of the numerical model for optimization and to gain insight into the laser’s dynamics.

As discussed above, the high Er^{3+} concentration in the current ZrF_4 fiber is able to prevent quenching of the 3.42 μm output power. To understand this, numerical simulations were run where individual ETs were de-activated. Doing so, it was found that it was only when ET W_{50} was de-activated that the output power curves of the 7 mol% $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ cavity showed quenching and became identical in behavior to the laser curves obtained with 1 mol% $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ cavities. As shown in Fig. 3.1, ET W_{50} , enhanced by the high Er^{3+} concentration, counteracts quenching by effectively redistributing the bottlenecked ions in the (${}^2\text{H}_{11/2}$, ${}^4\text{S}_{3/2}$) levels that were upconverted by VESA.

The numerical model was also used in order to compare the power scaling capabilities of 1, 4 and 7 mol% $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber cavities. For this purpose, co-directional pumping at 1976 nm and 976 nm was assumed given that such a pumping scheme enables an all-fiber cavity design such as in [88]. Fig. 3.6 compares the maximum output power, slope efficiency, threshold and heat load at the HR-FBG of the different 3.42 μm fiber lasers as a function of the peak reflectivity of the LR-FBG. In each case, the HR-FBG reflectivity was fixed at 99% and the launched 1976 nm core pump was 50 W, co-directional with the 976 nm pump. The length

of the cavity and the 976 nm cladding pump power were optimized beforehand by verifying that the totality of the launched 1976 nm pump was absorbed when the LR-FBG had a minimal reflectivity of 4%. It should be noted that shorter fiber lengths and lower 976 nm pump powers could be used when increasing the reflectivity of the LR-FBG, given that more 3.42 μm intracavity light promotes the absorption of the 1976 nm pump. The heat load was calculated by taking into account non-radiative decay from the excited energy levels and by considering exothermic/endothermic heat generated by ETs according to :

$$q = A_c \left(\sum_{i=1}^6 N_i \omega_i (E_i - E_j) + \sum_{ET} W_{ij} N_i N_j \delta E_{ij} \right). \quad (3.1)$$

In Eq. (3.1), q is the heat generated per unit length [W m^{-1}], A_c is the area of the active fiber [m^2], N_i is the population density in energy level i [m^{-3}], ω_i is the non-radiative decay rate of level i [s^{-1}] while E_i is the energy of level i and δE_{ij} is the exothermic or endothermic energy associated with ET W_{ij} , in [J]. The non-radiative decay rates ω_i were taken from [125] while the position of the different energy levels E_i were taken from [154]. Based on these energy levels, the following exothermic/endothermic ET energies were found : $\delta E_{11} = 591 \text{ cm}^{-1}$, $\delta E_{22} = -214 \text{ cm}^{-1}$, $\delta E_{50} = -146 \text{ cm}^{-1}$ and $\delta E_{42} = 127 \text{ cm}^{-1}$. Finally, the heat load was calculated at the location of the HR-FBG, i.e. $z = 0$.

From Fig. 3.6(a) and 3.6(b), it is clear that similar power scaling can be achieved with 1, 4 and 7 mol% $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fibers. For each simulated concentration, the maximum 3.42 μm output power is around 20 W while the slope efficiency with respect to the 1976 nm pump exceeds 40%. However, while heavily-doped 3.4 μm cavities possess slightly higher 1976 nm pump thresholds as shown in Fig. 3.6(c), they offer the significant advantage of requiring less fiber length and less 976 nm cladding pump. Indeed, for both the 4 and 7 mol% $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ cavities, less than 3 m of fiber and 5 W of 976 nm cladding pump are required while for the 1 mol% $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ cavity, 4 times more fiber and 3 times more cladding pump are needed to achieve similar performances. On the other hand, Fig. 3.6(d) shows that the heat load experienced by the HR-FBG significantly increases as the Er^{3+} concentration increases. For a LR-FBG reflectivity of 50%, the heat load in the 1, 4 and 7 mol% cavities are 5, 33 and 69 W m^{-1} , respectively. In each case, the dominant contribution to the heat load is non-radiative relaxation from the ${}^4\text{I}_{9/2}$ level. This can be understood by noticing that for each 3.42 μm photon that is generated by the cavity, the energy equivalent of a 4.6 μm photon on the ${}^4\text{I}_{9/2} \rightarrow {}^4\text{I}_{11/2}$ level is emitted in the form of phonons (MPR). Since a similar amount of 3.42 μm photons are generated in 1, 4 and 7 mol% $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fibers, it is obvious that heavily-doped fibers possess a higher heat load than lightly-doped fibers given the same total generated heat is spread over a shorter fiber length. This issue clearly indicates that future power scaling of 3.42 μm DWP fiber laser cavities should rely on lightly-doped $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fibers to reduce the heat load on the HR-FBG and ensure the cavity's stability.

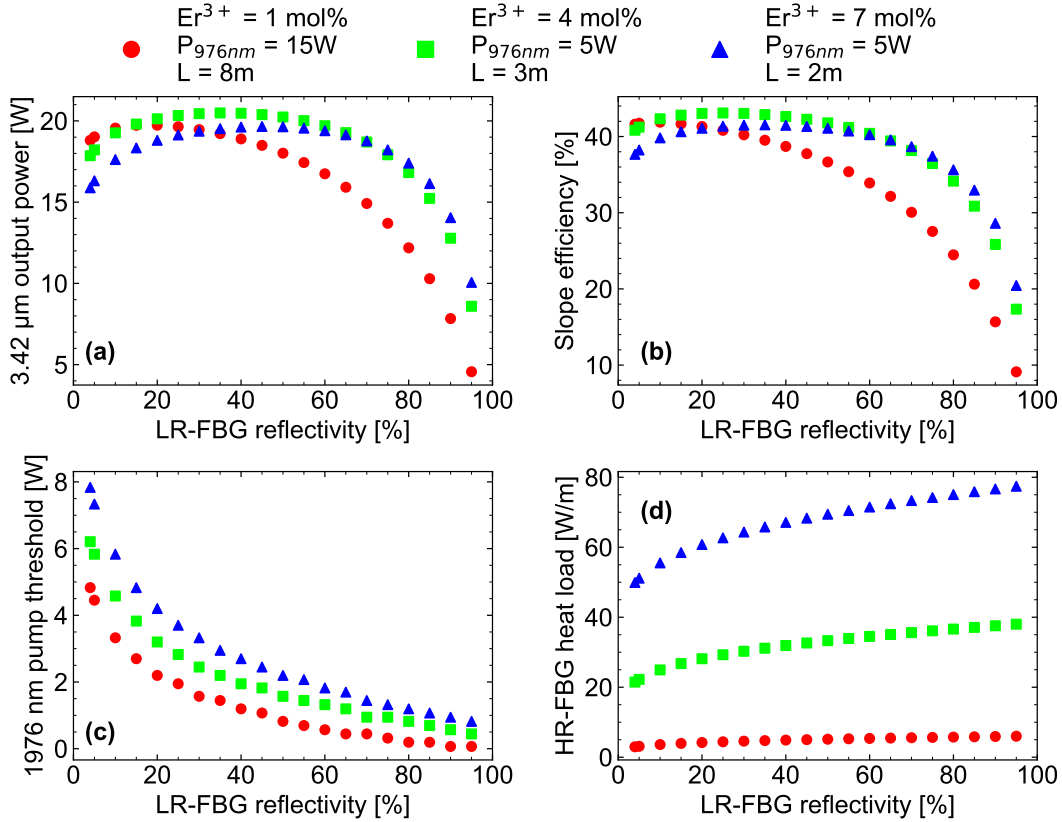


FIGURE 3.6 – (a) Simulated output power, (b) slope efficiency, (c) threshold and (d) heat load at the HR-FBG as a function of the reflectivity of the LR-FBG of 3.42 μm DWP Er³⁺:ZrF₄ fiber cavities using 1, 4 or 7 mol% Er³⁺ concentrations. The reflectivity of the HR-FBG was fixed at 99% while the co-directional launched 1976 nm core pump was fixed at 50 W. The 976 nm cladding pump and the cavity’s length were adjusted beforehand for each concentration.

3.6.3 Mode-beating and excitation trapping

During the laser experiment, a periodic red luminescent grating (LG) was seen within the core of the 7 mol% Er³⁺:ZrF₄ fiber, as shown in Fig. 3.7(a). For the LG to appear, both the 976 nm and 1976 nm were at first activated and then the 976 nm was turned off. When the 1976 nm core pump was in excess of 5 W of launched power, the LG remained visible and without fading away over time. For lower pump powers at 1976 nm, the LG’s visibility gradually decreased within a time span of a few seconds. Through image analysis, the periodicity of the LG’s dark and bright (red) fringes was evaluated to be around 391 μm.

Given the manufacturer’s specifications of the 7 mol% Er³⁺:ZrF₄ fiber ($\varnothing_{\text{core}} = 15 \mu\text{m}$, $NA_{\text{core}} = 0.126$ and $n_{\text{core}} = 1.49$), one finds that the V-number of the fiber core at 1976 nm is 3.005 and that it therefore allows the propagation of the LP₀₁ and LP₁₁ transversal modes, with

respective effective indices $n_{01} = 1.49347$ and $n_{11} = 1.49096$. The simulated intensity profile of the 1976 nm pump inside the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber, considering the propagation of equal amplitude LP_{01} and LP_{11} modes, is shown in Fig. 3.7(b). While the modal beat length between both modes is $785 \mu\text{m}$ ($\lambda/[n_{01} - n_{11}]$), the separation between two intensity maxima is $393 \mu\text{m}$, i.e. in good agreement with the period of the luminescent grating of Fig. 3.7(a). It is therefore clear that the LG is related to transverse mode-beating of the 1976 nm core pump and that the bright luminescence is caused by increased 1976 nm pump intensity at the maxima of the mode-beating pattern. Such an LG caused by transverse mode-beating has already been reported in a large-mode area ytterbium-doped rod-type fiber used in the context of high-power amplifiers around $1 \mu\text{m}$, although the LG's period was around a few centimeters due to the smaller effective index difference [195]. Moreover, the LG observed in this current work shows that the 1976 nm pump intensity distribution within the fiber core varies significantly in both the transverse and longitudinal direction. This phenomenon can therefore have a significant impact on the gain characteristics of the $3.4 \mu\text{m}$ laser transition.

The occurrence of visible luminescence at the maxima of the transverse mode-beating pattern, and its persistence over time, can be explained through numerical modeling. As such, the

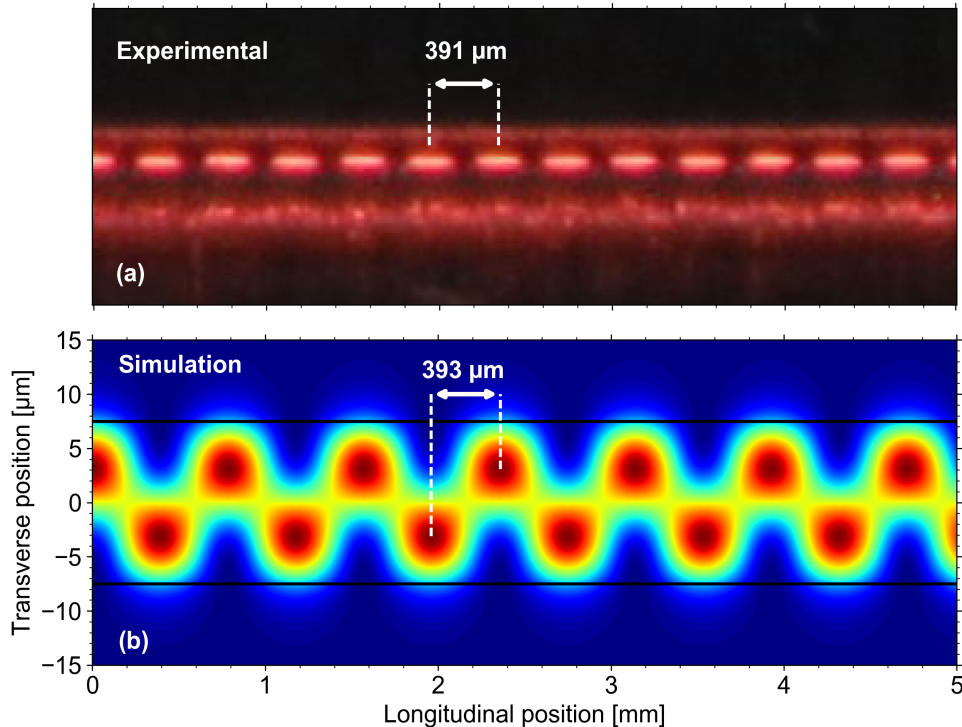


FIGURE 3.7 – (a) Photograph of the luminescent grating in the core of the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber when only the 1976 nm pump was activated and increased slightly above the excitation trapping threshold ($\approx 5 \text{ W}$); no image processing was used to enhance the quality of the picture. (b) Simulated intensity distribution of the 1976 nm pump within the core of the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber.

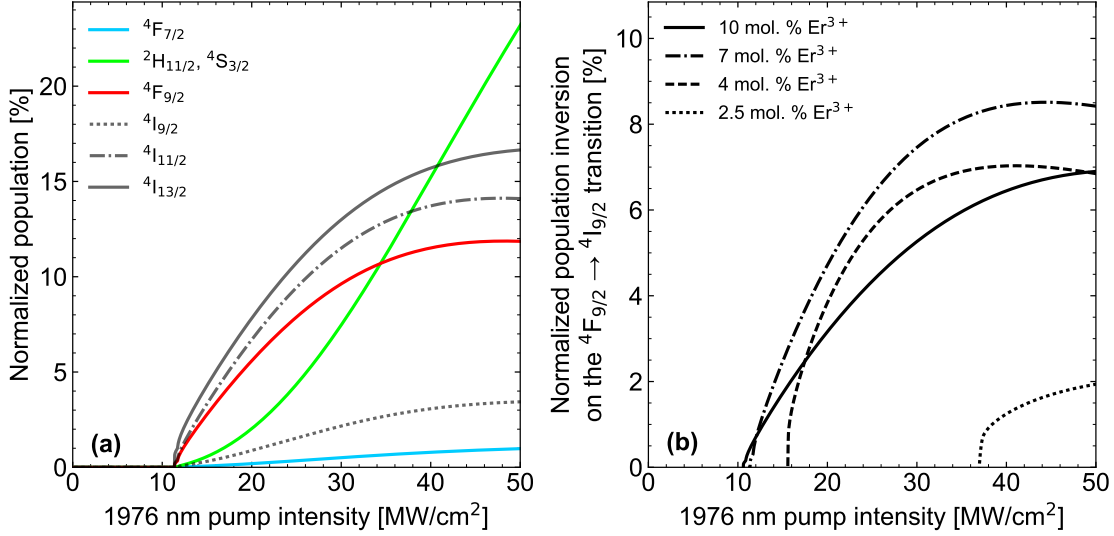


FIGURE 3.8 – (a) Normalized population in the excited energy levels of the 7 mol% Er³⁺:ZrF₄ system as a function of the 1976 nm pump intensity. (b) Normalized population inversion on the ⁴F_{9/2} → ⁴I_{9/2} transition at 3.4 μm as a function of the 1976 nm pump intensity for different Er³⁺ concentrations. The colored curves are representative of the color of the fluorescence emitted by their associated levels.

population rate equations of the different energy levels were solved in the steady-state regime with only the 1976 nm core pump applied. In order to reproduce an initial 976 nm pumping, the initial guess for the energy level populations assumes that a certain fraction of the Er³⁺ ions are evenly distributed over the six excited energy levels (⁴I_{13/2} up to ⁴F_{7/2}). It should be noted that the choice of initial guess for the ion distribution did not affect the steady state solution of the rate equations. Figure 3.8(a) presents the population of the different excited energy levels as a function of the 1976 nm pump intensity. For intensities below 11 MW/cm², a trivial solution is found where all the Er³⁺ ions are in the ground-state. However, once the 1976 nm pump intensity exceeds this threshold, the excited energy levels begin to build-up a significant steady-state population, hence indicating that the 1976 nm pump is able to trap the initial excitation provided by the 976 nm pump.

We propose that this threshold behavior for excitation trapping, combined with mode-beating, is at the origin of the LG shown in Fig. 3.7(a). We believe the dark fringes of the LG are regions within the Er³⁺:ZrF₄ fiber core where the 1976 nm core pump intensity is below the excitation trapping threshold and therefore produce no luminescence, while the bright fringes of the LG are regions where the 1976 nm core pump intensity is above the excitation trapping threshold. As a result, these latter regions produce spontaneous visible emission associated with radiative decay from the excited energy levels to the ground-state. Additionally, the model predicts the red color of the LG shown in Fig. 3.7(a), i.e. when the 1976 nm pump intensity is close to the excitation trapping threshold. Indeed, it is seen in Fig. 3.8(a) that for pump intensities between

the excitation trapping threshold and three times this value, the population of the ${}^4F_{9/2}$ energy level, which emits red fluorescence around 655 nm [125], is significantly higher than the population of the (${}^2H_{11/2}$, ${}^4S_{3/2}$) levels which emit fluorescence around 550 nm (green). This prediction is further confirmed by analyzing the side fluorescence produced by the fiber shown in Fig. 3.7(a) with a visible OSA. The main peak of the fluorescence spectrum was centered at 655 nm whereas the peak around 550 nm was significantly (≈ 6 dB) weaker.

Upon further numerical modeling, it was found that by de-activating either VGSA, VESA, W_{50} or W_{11} in the model, no excitation trapping could occur and this for any given 1976 nm pump power. As for the other processes, i.e. ESA at 976 nm, W_{22} and W_{42} , varying their strength would only shift the excitation trapping threshold and affect the ion distribution within the excited energy levels. These results allow us to propose the following excitation trapping mechanism, illustrated with the help of numerical labels in Fig. 3.1 : given an initial population in the ${}^4I_{11/2}$ level, the 1976 nm core pump excites the ions successively in the ${}^4F_{9/2}$ and the ${}^4F_{7/2}$ levels through VGSA (1) and VESA (2), respectively. The ions in the ${}^4F_{7/2}$ level then undergo MPR (3) to reach the thermally coupled levels (${}^2H_{11/2}$, ${}^4S_{3/2}$). Due to the long lifetime of these levels (530 μ s), a significant population can build-up and efficient ET W_{50} can occur, which promotes the upconversion of ions from the ground state to the ${}^4I_{13/2}$ level (4). Finally, the ions in the ${}^4I_{13/2}$ level can be upconverted through ET W_{11} to the ${}^4I_{9/2}$ level (5), hence re-entering the 1976 nm pump cycle. Additionally, the threshold intensity for excitation trapping can be seen as the point at which the 1976 nm pump intensity is sufficient to generate a net influx of ions in the ${}^4I_{11/2}$ level to balance out the outflux of ions caused by radiative and non-radiative decay, W_{22} and W_{42} . This net influx of ions is provided by the concurrent effects of VGSA, VESA, W_{11} and W_{50} which are driven by the 1976 nm pump.

Figure 3.8(b) presents the population inversion by excitation trapping on the ${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^4I_{9/2}$ transition at 3.4 μ m as a function of the 1976 nm core pump intensity for Er^{3+} concentrations from 2.5 to 10 mol%. Firstly, one can see that the excitation trapping threshold increases as the Er^{3+} concentration decreases. This can be attributed to the fact that the magnitude of ET processes scales with the square of the ion concentration and that the value of the W_{ij} parameter of each ET process also increases with concentration [176]. It should be noted that for a 1 mol% concentration of Er^{3+} , modeling showed that no excitation trapping could occur for any given 1976 nm pump intensity. This is in agreement with prior demonstrations of DWP 3.4 μ m 1 mol% Er^{3+} fiber lasers where no evidence for excitation trapping has been reported. Secondly, Fig. 3.8(b) shows that population inversion on the 3.4 μ m transition is directly reached once excitation trapping occurs, therefore hinting at the possibility of operating the 3.4 μ m laser through the use of excitation trapping.

3.6.4 Laser output power bistability

The measured output power of the 3.42 μm DWP 7 mol% $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber laser showed signs of bistability depending on the order of activation of the 976 nm and 1976 nm pumps, as shown in Fig. 3.9. For varying power combinations of the 976 nm and 1976 nm pumps, the 3.42 μm output power was measured when the 1976 nm pump was activated after the 976 nm pump (red data) and vice-versa (blue data). As can be seen, once the 1976 nm core pump power exceeds a certain threshold, roughly 7 W, the 3.42 μm output power is significantly higher when the 1976 nm core pump is activated after the 976 nm cladding pump. In the case of Fig. 3.9(a) for a 1976 nm pump power of 8 W, a 0.65 W discrepancy exists between both laser curves which amounts to a 23 % variation with respect to the 3.42 μm output power. Interestingly, the slope efficiency of both the blue and the red data points are fairly identical and remain constant over the whole 1976 nm pumping range, except in the transition zone. It should be noted that the curves were recorded from the highest output power down to the laser's threshold.

We believe bistability occurs since the order in which the pumps are activated determines how the ions are distributed within the energy levels of the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ system. For instance, when the 1976 nm pump is activated after the 976 nm pump, the ions are mostly pumped from the $^4\text{I}_{11/2}$ level to the $^4\text{F}_{9/2}$ level through VGSA, and only weak VESA occurs given that most 1976 nm photons are consumed for VGSA. However, when the 976 nm pump is activated after the 1976 nm pump, very few ions are present in the $^4\text{I}_{11/2}$ state in the first few moments while a comparatively large number of photons are present at 1976 nm. Hence, every ion in the $^4\text{I}_{11/2}$ state undergoes successive excitation to the $^4\text{F}_{9/2}$ and $^4\text{F}_{7/2}$ state through VGSA and VESA. This has the net effect that, in the steady-state regime, a considerable amount of

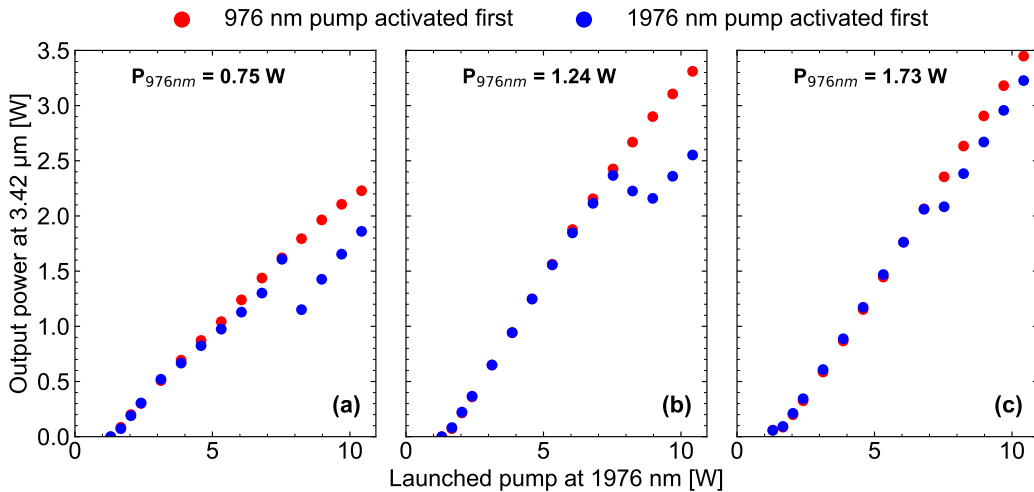


FIGURE 3.9 – Experimentally observed bistability of the 3.42 μm output power from the DWP 7 mol% $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber laser depending on which pump is activated first.

ions are stuck in the (${}^2\text{H}_{11/2}$, ${}^4\text{S}_{3/2}$) levels and cannot participate in 3.42 μm laser emission. To date, the steady-state numerical model was not able to reproduce the bistability phenomenon, however we believe that using a transient model may provide the means to do so in the future.

3.7 Conclusion

We have studied in this work a DWP 7 mol% $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ monolithic fiber laser cavity in order to investigate the potential of heavily-doped $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fibers for laser emission around 3.4 μm . Achieving a record efficiency of 38.6 % with respect to the launched 1976 nm core pump, along with a maximum output power of 3.4 W at 3.42 μm , our cavity demonstrates that heavily-doped fibers can achieve similar laser performances at 3.4 μm compared to their lightly-doped counterparts. However, the high Er^{3+} concentration significantly increased the heat load in the fiber, therefore limiting the laser’s power scaling potential. The performance of the 7 mol% cavity was well reproduced through numerical modeling, which was subsequently used to validate that equivalent 3.4 μm output powers and slope efficiencies can be reached with 1, 4 or 7 mol% $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fibers, albeit with increasingly higher heat loads. Based on these results, it is therefore clear that future power scaling of DWP 3.4 μm fiber laser cavities must rely on lightly-doped $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fibers in order to minimize the heat load and ensure the stability of the FBGs. However, heavily-doped $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ cavities at 3.4 μm require 4 times less fiber and 3 times less 976 nm cladding pump compared to their lightly-doped counterparts, making them a cost-effective option for low-power applications. Moreover, this investigation has shown that 7 mol% fibers prevent output power quenching of 3.4 μm fiber lasers. Heavily-doped $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fibers can therefore be of great interest for gain-switched DWP 3.4 μm fiber lasers where quenching was shown to be a major bottleneck in achieving stable and high-power pulses [163].

This work also reports the formation of a luminescent grating in the core of the 7 mol% $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber as a result of the combined effects of transverse mode-beating associated with the 1976 nm core pump and excitation trapping within the metastable energy levels of the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ system. Through numerical modeling, it is shown that the excitation trapping phenomenon possesses a 1976 nm pump threshold which can be met by relying on constructive interference of the LP_{01} and LP_{11} modes at 1976 nm. This is confirmed given that the periodicity of the luminescent grating, 391 μm , is in agreement with the transverse mode-beating interference pattern. Finally, this work also reports on the bistability of the 3.42 μm output power depending on which pump wavelength was activated first.

Acknowledgements

The authors acknowledge the financial support of the Canada Foundation for Innovation (CFI) through the grant agreement (5180), the Fonds de Recherche du Québec—Nature et Techno-

logies (FRQNT) through the grant agreement (144616), the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC) through the grant agreement (IRCPJ469414-13) and the German Research Foundation (DFG) within the International Research Training Group (IRTG) 2101.

Chapitre 4

Room temperature fiber laser at 3.92 μm

F. Maes¹, V. Fortin¹, S. Poulain², M. Poulain², J.-Y. Carrée², M. Bernier¹ et R. Vallée¹

¹Centre d'optique, photonique et laser, Université Laval, Québec G1V 0A6, Canada

² Le Verre Fluoré, Campus KerLann, F-35170 Bruz, Bretagne, France

Publié dans *Optica*, Vol. 5, no. 7, 761-764 (2018).

4.1 Résumé

Les lasers en fibre optique dopés aux ions de terres rares rendent possibles le développement d'applications de spectroscopie, de communication en espace libre et de contre-mesure militaire dans la bande spectrale entre 3 et 5 μm . Toutefois, en raison de la transparence limitée des fibres de fluorozirconate, ces systèmes ont seulement permis une couverture spectrale jusqu'à 3.8 μm , une situation ayant stimulé le développement de nouvelles fibres optiques plus adaptées pour l'infrarouge. À cette fin, nous proposons dans cette Lettre une nouvelle fibre optique de fluoroindate fortement dopée à l'ion holmium, disposant d'une transparence jusqu'à 5 μm , afin de démontrer le laser à fibre émettant à la plus longue longueur d'onde à la température de la pièce, soit 3.92 μm . Générant ~ 200 mW de puissance en régime continu avec un pompage par la gaine fournit par une diode commerciale à 888 nm, cette démonstration ouvre la voie à des lasers à fibre optique puissants émettant au-delà de 4 μm .

4.2 Abstract

Rare-earth-doped fiber lasers are promising contenders in the development of spectroscopy, free-space communications and countermeasure applications in the 3–5 μm spectral region.

However, given the limited transparency of the commonly used fluorozirconate glass fiber, these systems have only achieved wavelength coverage up to 3.8 μm , hence fueling the development of more suitable fiber glass compositions. To this extent, we propose in this Letter a novel heavily holmium-doped fluoroindate fiber, providing extended transparency up to 5 μm , to demonstrate the longest wavelength room temperature fiber laser at 3.92 μm . Achieving ~ 200 mW of output power when cladding pumped by a commercial 888 nm laser diode, this demonstration paves the way for powerful mid-infrared fiber lasers emitting at and beyond 4 μm .

4.3 Introduction

Fiber lasers (FLs) find many applications in the medical, spectroscopy and manufacturing fields owing to their diffraction limited beam quality, as well as their rugged, maintenance-free and small footprint design [196]. However, extending the wavelength coverage of FLs in the mid-infrared (MIR) region, especially above 3 μm , while maintaining significant output power is an ongoing challenge. This spectral region has gathered much attention owing to the presence of fundamental molecular absorption bands enabling spectroscopy and remote sensing applications [24]. In addition, its overlap with the atmospheric transmission window at 3.9 μm is of particular interest for countermeasure and free-space communication applications [59; 183].

Given the large number of optical transitions offered by rare-earth (RE) -doped glasses, RE-doped fibers have demonstrated significant wavelength coverage in the MIR, as shown in Fig. 4.1. At wavelengths around 2 μm , near-infrared diode pumped thulium (Tm^{3+})-doped silica FLs have reached the kilowatt output power level, an achievement made possible by the availability of high power fiber-based components as well as the high mechanical and thermal strength of silica fibers [134]. However, the limited transmission and high phonon energy (1100 cm^{-1}) of silica-based fibers render laser emission above 2.2 μm very unlikely [183]. Fluorozirconate (ZrF_4)-based fibers, on the other hand, possess a relatively low phonon energy of 574 cm^{-1} that sets their infrared transmission edge around 4 μm [183]. They have been the most successful in the demonstration of MIR laser emission above 2.4 μm , as seen in Fig. 4.1. Indeed, using core written fiber Bragg gratings (FBGs) [139] as well as single mode splices, near-infrared pumped erbium (Er^{3+})-doped monolithic all-fiber lasers have been demonstrated at both 2.94 μm and 3.55 μm , with output powers of 30 and 5.6 W respectively [197; 89]. Additionally, 1.06 W at 3.15 μm has been demonstrated in a free-space in-band core pumped dysprosium (Dy^{3+})-doped ZrF_4 fiber laser [148] and 4 mW were achieved at 3.78 μm by stretching to its limit the 3.5 μm transition in $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fibers [87]. Finally, the longest wavelength achieved from a fiber laser, to date, was reported two decades ago by Schneider *et al.* who demonstrated 11 mW of output power at 3.9 μm on the ${}^5I_5 \rightarrow {}^5I_6$ transition of a holmium (Ho^{3+})-doped ZrF_4 fiber [20]. However, this demonstration had the major drawback

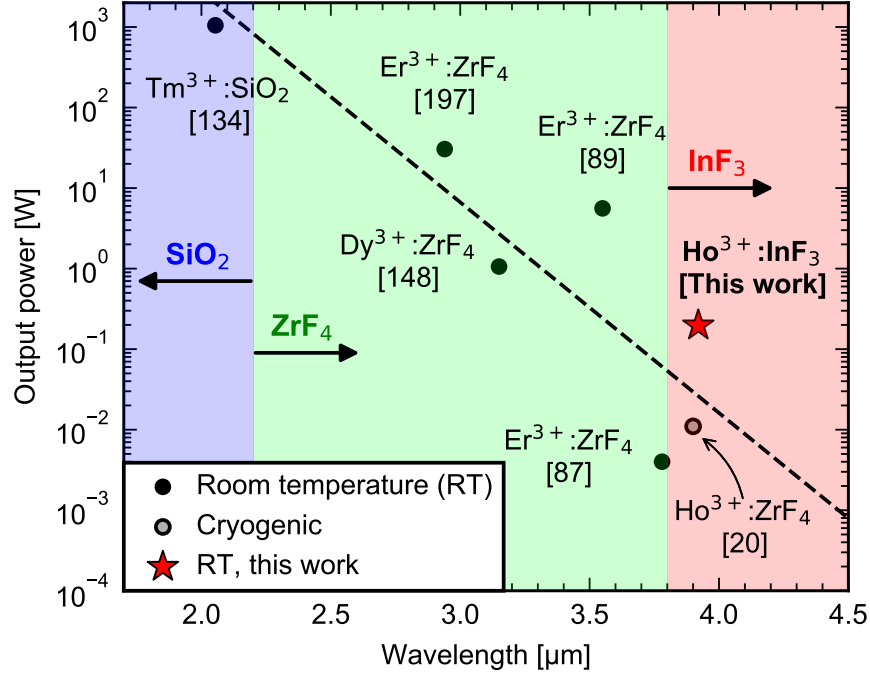


FIGURE 4.1 – Record continuous-wave output powers from room temperature RE-doped MIR FLs with respect to emitted wavelength.

of requiring both liquid nitrogen cooling as well as core pumping by a Ti :Sapphire laser to achieve threshold, hence revealing the shortcoming of RE-doped ZrF₄ fiber lasers in terms of MIR wavelength coverage. This shortcoming stems from the phonon-related properties of ZrF₄-based glasses that prevent laser emission to longer wavelengths for two main reasons : Firstly, because the emission of RE ions is quenched by multi-phonon (MP) decay, which increases exponentially with both temperature and emission wavelength [117]. Secondly, laser emission at longer wavelengths is also hampered by the transparency of the ZrF₄ glass which rapidly falls off around 4 μm. Therefore, different RE-doped glass matrices have been sought in order to provide suitable optical properties for laser emission around and beyond 4 μm. Now, the recent availability of a new generation of low-loss and heavily RE-doped InF₃ glass fibers with a transmission window extending up to 5 μm represents a crucial step towards a new generation of MIR fiber lasers.

Accordingly, we report here the longest wavelength room temperature diode-pumped fiber laser operating at 3.92 μm based on a novel holmium-doped fluoroindate glass (Ho³⁺ :InF₃). Relying on a high Ho³⁺ concentration to enhance ion-pair energy transfer upconversion (ETU) processes and on excited state absorption (ESA) at the pump wavelength, the free-running cavity produces nearly 200 mW of output power with a slope efficiency of around 10% with respect to the launched 888 nm cladding pump power. This demonstration shows the benefits

of using InF_3 fibers to unlock room temperature emission of long-wavelength transitions in RE ions and heralds a new generation of MIR FLs emitting near $3.9\ \mu\text{m}$ and above.

4.4 Theoretical Background

The partial energy level diagram of the $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ system, along with relevant physical processes, is presented in Fig. 4.2.(a), where on the right hand side the lifetimes of the different energy levels are given. Ground state absorption (GSA) at $888\ \text{nm}$ on the $^5I_8 \rightarrow ^5I_5$ transition provides direct pumping of the upper laser level of the $3.9\ \mu\text{m}$ transition [166]. Figure 4.2.(c) presents the cross-section of this transition which peaks around $888\ \text{nm}$ at a value of $4.3 \times 10^{-26}\ \text{m}^2$. Such pumping wavelength is readily available through high-power commercial multimode laser diodes and offers a simple and convenient approach to generate $3.9\ \mu\text{m}$ emission in $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ fibers. Laser emission around $3.9\ \mu\text{m}$ occurs between two excited levels of the $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ system on the $^5I_5 \rightarrow ^5I_6$ transition. The cross-section of this transition has been measured in bulk $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ as previously reported in [166] and is presented in Fig. 4.2.(b). One can see that it spans from 3840 to $4020\ \text{nm}$, overlapping the atmosphere's transmission window at $3.9\ \mu\text{m}$ [59], and possesses a peak cross-section of $3.4 \times 10^{-25}\ \text{m}^2$ around $3.92\ \mu\text{m}$. The lifetime, including radiative and non-radiative decay, of the upper laser level 5I_5 in $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ bulks has been measured to be $135\ \mu\text{s}$. For comparison, the measured lifetime of the same level in $\text{Ho}^{3+}:\text{ZrF}_4$ bulks is $4.3\ \mu\text{s}$, a decrease mostly attributed to the higher phonon energy of ZrF_4 ($574\ \text{cm}^{-1}$) compared to that of InF_3 ($509\ \text{cm}^{-1}$) [76]. Nonetheless, the $3.9\ \mu\text{m}$ transition in $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ glasses remains self-terminated since the lifetime of the lower level (5I_6) is 46 times longer than that of the upper level. However, recent spectroscopic studies have suggested that this limitation could be alleviated by using high Ho^{3+} concentrations to enhance ETU processes [167]. Moreover, excited state absorption (ESA) at $888\ \text{nm}$ can also occur on the $^5I_7 \rightarrow ^5I_4$ transition [198], a process that has a two-fold effect on the $3.9\ \mu\text{m}$ laser efficiency. Not only does it counteract ion bottlenecking in the long-lived 5I_7 level, it actually upconverts ions from the latter level to the 5I_4 level which then undergo MP decay to level 5I_5 . Among the different energy transfers that have been reported in $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ [167], the one illustrated in Fig. 4.2.(a) (i.e. $^5I_6, ^5I_6 \rightarrow ^5I_8, ^5I_4$) appears to be the most beneficial for laser emission at $3.9\ \mu\text{m}$. This ETU contributes to the population inversion of the $3.9\ \mu\text{m}$ transition since it removes two ions from the lower energy level 5I_6 and recycles one of those ions back to the upper laser level 5I_5 . A similar recycling mechanism is already exploited to increase the efficiency of the self-terminated $^4I_{11/2} \rightarrow ^4I_{13/2}$ transition in highly-doped $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber lasers at $2.8\ \mu\text{m}$ [123].

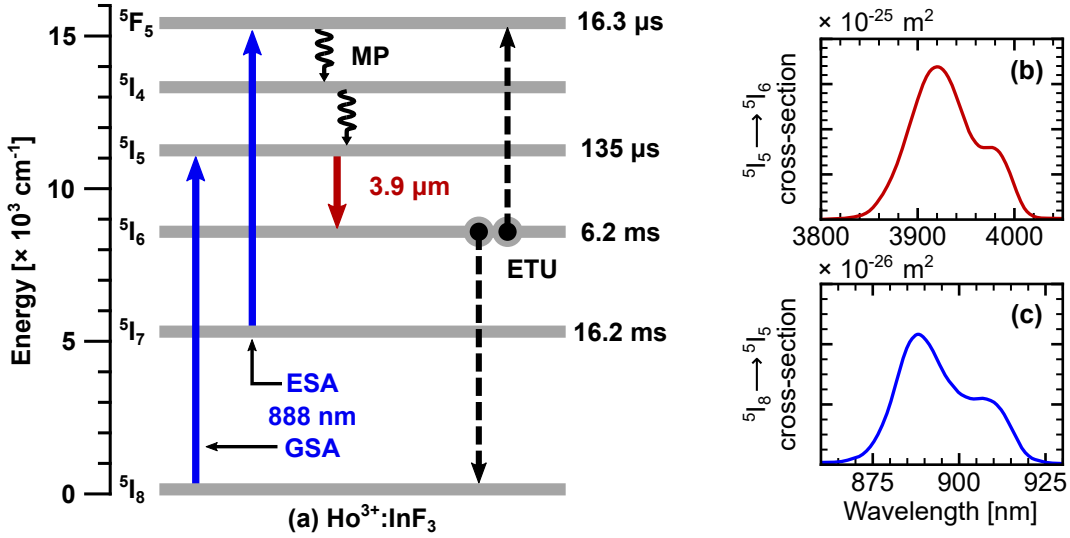


FIGURE 4.2 – (a) Energy level diagram of the $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ system with relevant physical processes, (b) cross-section of the $^5I_5 \rightarrow ^5I_6$ emission and (c) cross-section of the $^5I_8 \rightarrow ^5I_5$ absorption reported in [166; 167; 198]. GSA, ground state absorption; ESA, excited state absorption; ETU, energy transfer upconversion.

4.5 Experimental Setup

The schematic of the 3.92 μm room temperature fiber laser reported here is depicted in Fig. 4.3. The fiber cavity is made of a 23 cm long 10 mol % $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ double-clad fiber developed by Le Verre Fluoré. A short length of fiber was selected to limit potential signal reabsorption from the lower level of the transition which can occur for insufficient pumping [13]. The measured fiber core’s molar composition is 31 InF_3 - 30.5 BaF_2 - 19 ZnF_2 - 9.5 SrF_2 - 10 HoF_3 while the cladding’s molar composition is 41 InF_3 - 33 BaF_2 - 18 ZnF_2 - 8 SrF_2 . The slightly multimode fiber core has a diameter of 16 μm and a numerical aperture (NA) of 0.2. The cladding has a circular diameter of 100 μm truncated by two parallel flats separated by 90 μm to enhance cladding pump absorption, and is coated with a low-index fluoroacrylate providing multimode guidance (NA > 0.4) at 890 nm. As seen in Fig. 4.4, the core attenuation of the drawn fiber is lying below 0.2 dB/m over the 3.4 – 4.0 μm spectral region, making the InF_3 fiber particularly suited for laser emission around 3.9 μm .

The $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ fiber cavity was bounded by two dichroic mirrors (DMs). The entrance DM1, providing 87% transmission at 888 nm and a broadband 99% reflectivity around 3.9 μm , was deposited on a quartz substrate while the output DM2 was fabricated on a ZnSe substrate with a reflectivity of 84% around 3.9 μm and 15% at 888 nm. The right-angled cleaved endfaces of the $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ fiber were secured in copper v-grooves with UV cured low-index polymer and were butted against the DMs using precision alignment stages. Optical pumping at 888 nm was provided by a multimode laser diode (LD, nLight element® e03) pigtailed to a 200/220 μm 0.22 NA silica fiber. A set of lenses (L_1 , L_2) in a 1 :2 demagnification configuration and

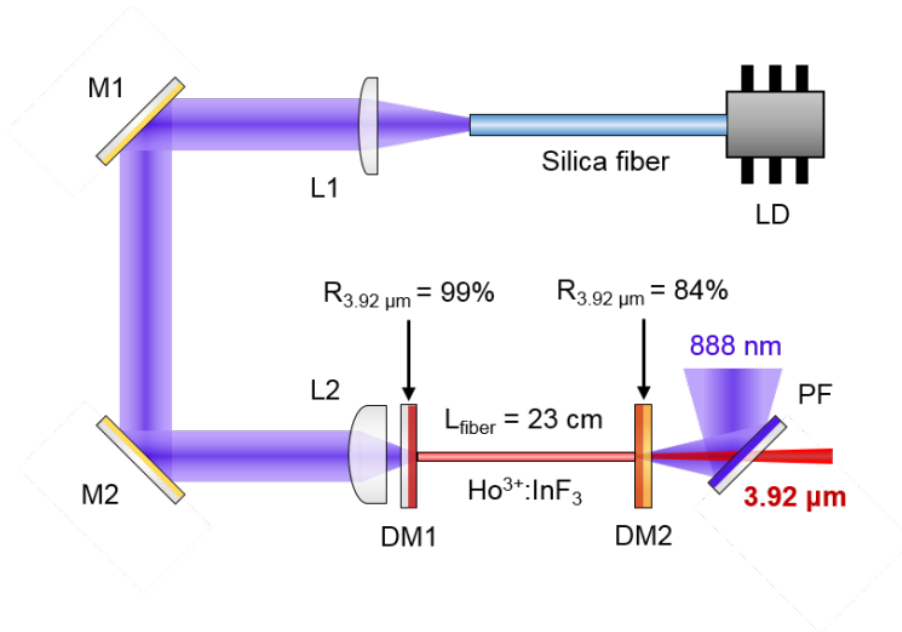


FIGURE 4.3 – Experimental setup of the room temperature fiber laser at 3.92 μm . LD, 888 nm multimode laser diode; $L_1 - L_2$, lenses in 1 :2 de-magnification configuration; M_1 - M_2 , gold sputtered mirrors; DM_1 , home sputtered quartz dichroic mirror; DM_2 , home sputtered ZnSe dichroic mirror; PF, pump filter.

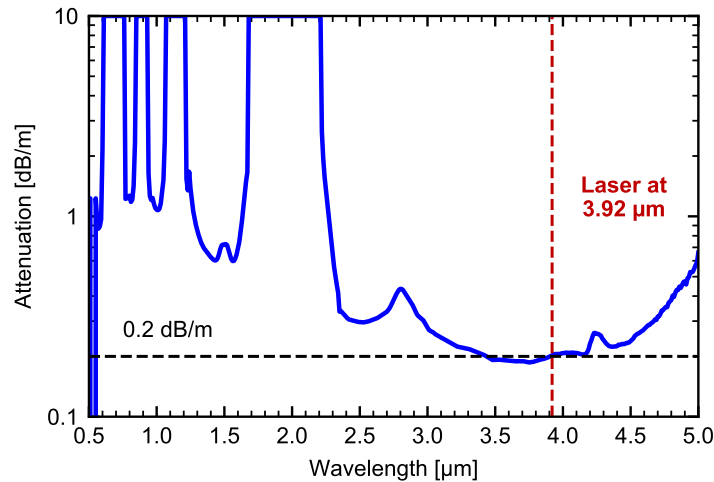


FIGURE 4.4 – Core attenuation of the $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ fiber from 0.5 to 5.0 μm measured by cutback.

gold mirrors (M_1 , M_2) enabled the injection of the pump through the entrance DM_1 into the cladding of the $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ fiber. Through a standard cutback measurement, the cladding absorption at 888 nm and the pump launch efficiency were measured to be 7.7 dB/m and 45 %, respectively. An aluminum plate was used to passively cool the length of the fiber while fans provided forced convection to cool down the fiber tips protruding from the copper v-grooves.

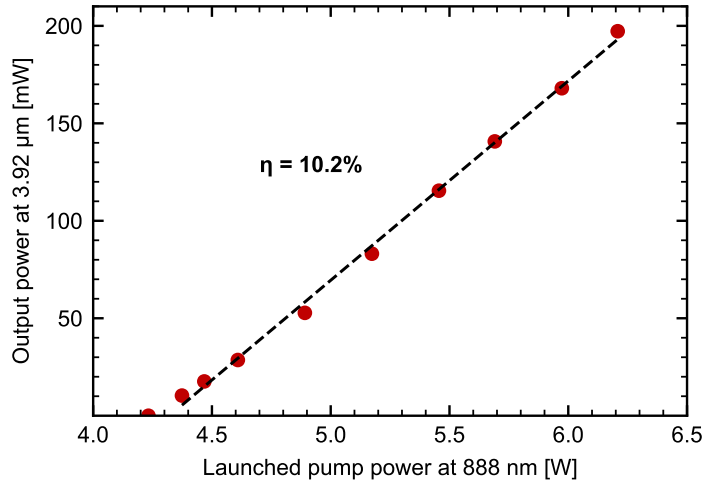


FIGURE 4.5 – Output power at 3.92 μm with respect to the absorbed pump power.

The output power at 3.9 μm was measured with a low power thermopile detector (Gentec EO, model XLP12-3S-H2) along with a pump filter (PF) to reject residual pump power. The spectrum was analyzed by a mid-infrared optical spectrum analyzer (Yokogawa, model AQ6376 with extended wavelength coverage up to 5000 nm) at a spectral resolution of 0.2 nm.

4.6 Results and Analysis

The 3.92 μm output power as a function of the launched pump power at 888 nm is presented in Fig. 4.5. The laser threshold is located at 4.3 W while the slope efficiency is 10.2%. Based on the single-pass pump absorption measured through cut-back, the efficiency with respect to the absorbed pump power was estimated to be around 24%, i.e. close to the system’s Stokes efficiency of 23%. It should be noted that the Stokes efficiency does not take into account excitation recycling through ETU, a phenomenon that has been shown numerically and experimentally to allow heavily-doped fiber lasers to exceed the Stokes efficiency [123; 199]. A record output power of 197 mW was achieved for a launched pump power of 6.2 W. Above this pump level, the cavity underwent failure at the butt-coupling between the fiber and the entrance DM1 due to an excess heat load. Figure 4.6 displays the laser output spectrum for various output powers. As can be seen, the free-running cavity emits on four different laser lines between 3917 and 3924 nm that are located near the peak of the emission cross-section measured in Ho³⁺:InF₃ bulks having an identical glass composition [166]. Broad wavelength scans did not reveal any spectral features near 2.1 and 2.9 μm, which could have been generated from transitions from lower lying energy levels. These transitions were possibly hindered by ESA and ETU processes illustrated in Fig. 4.2, to the benefit of the 3.9 μm transition.

When the pump diode was operated at low powers, the fluorescence emitted by the Ho³⁺:InF₃

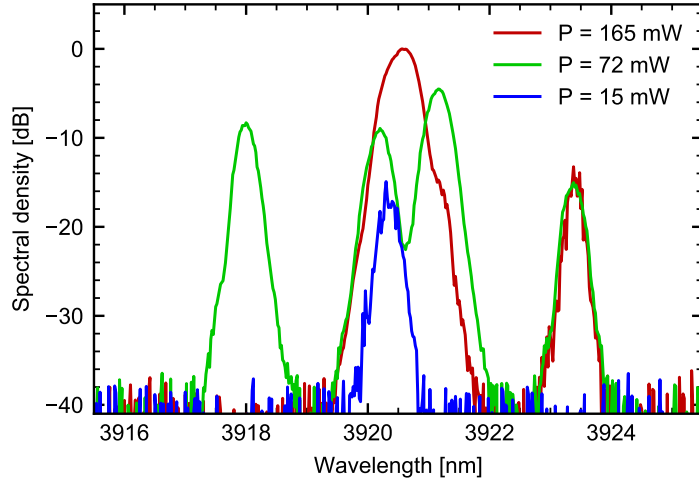


FIGURE 4.6 – Spectrum of the $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ fiber laser for different output powers.

fiber had a vivid red color. As the power of the pump was increased, the red fluorescence increased accordingly while additional visible components were seen to give more of a pink glow to the fiber. At the maximum launched pump power of 6.2 W, green visible fluorescence was clearly observed at the input of the $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ cavity. The evolution of the fiber color gives an insight into the kinetics of the local energy level populations. The constant red fluorescence emitted by the Ho^{3+} ions corresponds to spontaneous radiative decay to the ground state originating from the 5I_4 level, therefore indicating a population build-up in this level. This observation is in agreement with the energy level diagram depicted in Fig. 4.2 where ESA at 888 nm from the 5I_7 level and ETU from the 5I_6 level are seen to promote ions to the 5I_4 level. Moreover, the red fluorescence suggests that the contribution of ESA and ETU is increasing the efficiency of the $3.9\ \mu\text{m}$ laser by enabling recycling of the pump excitation and limiting ion bottlenecking in lower lying energy levels (5I_7 , 5I_6). As for the additional visible fluorescent components emitted by the fiber at higher pumping levels, spectroscopic investigations on $\text{Ho}^{3+}:\text{ZrF}_4$ bulks suggest that they are the result of a second ESA at 888 nm originating from level 5I_5 [198]. Furthermore, the benefit of ESA at 888 nm (${}^5I_7 \rightarrow {}^5I_4$) and ETU on the $3.9\ \mu\text{m}$ transition was investigated through preliminary numerical modeling. Although the accuracy of the model is seriously limited given that crucial spectroscopic parameters are currently unknown, the model clearly shows that no gain can be achieved if ETU does not occur. Moreover, while ESA alone is not sufficient to produce gain at $3.9\ \mu\text{m}$, modeling also confirms the benefit of ESA on the gain when ETU occurs.

4.7 Discussion

Nonetheless, in order to clearly assess the contribution of the different ESAs and ETUs on the 3.9 μm transition, additional spectroscopic investigations, supported by numerical modeling, need to be conducted. Simultaneously, laser experiments with low Ho^{3+} -doping concentration InF_3 fibers will be carried out to further clarify the impact of ETUs on 3.9 μm laser emission. Such low doping concentration fibers may also provide a simple pathway to mitigate heat load related failure of the cavity. Furthermore, laser emission at 3.9 μm with currently available $\text{Ho}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fibers may be attempted to evaluate the direct benefit of InF_3 fibers on long-wavelength MIR transitions. Given the significant progress of ZrF_4 fiber lasers at 2.8 μm in the last decade stemming from improvement in the fiber composition and manufacturing, state-of-the-art $\text{Ho}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fibers may allow more efficient performances at 3.9 μm than those reported two decades ago [20].

Future research will also be devoted to the power-scaling of the laser system. To this extent, the cladding of the $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ fiber will be increased in order to increase the pump launch efficiency and reduce the heat load at the launch site. Meanwhile, the core's diameter and NA will be optimized in order to maintain a high pump excitation density to activate energy recycling processes, while ensuring single mode operation at 3.9 μm . The inscription of FBGs in the core of the InF_3 fiber by femtosecond laser will also be developed so to eliminate the need for bulk reflectors at 3.9 μm and enable the use of more efficient passive cooling methods. Simultaneously, low-loss splice processes will allow all-fiber pump delivery and will further mitigate the heat load at the pump launch site. We believe such implementations will lead to watt-level monolithic all-fiber cavities at 3.9 μm , a design that has shown unparalleled output power, efficiency and stability at 2.9 and 3.5 μm [197; 89].

4.8 Conclusion

In summary, we have reported in this Letter the longest wavelength room temperature fiber laser. Based on a novel 10 mol % $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ fiber, cladding pumped by an 888 nm commercial laser diode, the free-running cavity provides 197 mW of output power at 3.92 μm with a slope efficiency of 10.2% with respect to the launched pump power. This feat is likely enabled by excitation recycling processes enhanced by the high Ho^{3+} -doping concentration as well as by the extended transparency ($>5 \mu\text{m}$) and the lower phonon energy of the InF_3 fiber. We believe that this demonstration will spark the development of a new generation of RE-doped InF_3 fiber laser systems operating at 3.9 μm and beyond, which will address the unfulfilled needs of MIR applications in the 3 – 5 μm spectral region.

4.9 Funding

Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC) (IRCPJ469414-13); Canada Foundation for Innovation (CFI) (5180); Fonds de Recherche du Québec-Nature et Technologies (FRQNT) (144616).

4.10 Acknowledgments

We thank the Yokogawa Test and Measurement Corporation for providing the OSA used for the spectral measurements, as well as Souleymane T. Bah and Marc D'Auteuil for their contribution in fabricating the dichroic mirrors.

Chapitre 5

Endcapping of high-power 3 μm fiber lasers

Y.O. Aydin, **F. Maes**, V. Fortin, S.T. Bah, R. Vallée and M. Bernier

Centre d'optique, photonique et laser, Université Laval, Québec G1V 0A6, Canada

Publié dans Optics Express, Vol. **27**, 20659-20669 (2019).

5.1 Résumé

La durée de vie des lasers et des amplificateurs à fibre optique de haute puissance opérant à 3 μm est actuellement limitée par la photodégradation de l'embout de sortie causée par la diffusion OH. Dans ce contexte, nous investiguons la résistance à la diffusion OH d'embouts de protection en verre fluoré et en verre d'oxyde fabriqués à partir de fibres de ZrF_4 , AlF_3 , GeO_2 , SiO_2 et Al_2O_3 . À cette fin, les embouts de protection sont fusionnés à la sortie d'un laser à fibre émettant 20 W en régime continu à 2.8 μm et leur dégradation est mesurée sur une période de 100 heures. Tandis que les embouts de protection en verre fluoré se sont totalement dégradés en moins de 10 heures, les embouts en verre d'oxyde ont survécu à l'expérience, bien qu'ils aient démontré un certain degré de dégradation s'étant manifesté par une élévation de la température de la face de sortie en fonction du temps. Afin de pallier ce problème, nous proposons une nouvelle méthode pour éliminer complètement la diffusion OH consistant en la déposition par pulvérisation cathodique d'une couche mince nanoscopique de nitrure de silicium (Si_3N_4) sur la face de sortie de l'embout de protection. L'efficacité de cette méthode est validée sur des embouts de protection en Al_2O_3 , ZrF_4 et AlF_3 qui n'ont montré aucun signe de dégradation après avoir été utilisés sur une période de plus de 100 heures à la sortie d'un laser à fibre haute puissance opérant à 3 μm .

5.2 Abstract

Fiber tip photodegradation through OH diffusion currently limits the long term operation of high-power fiber lasers and amplifiers operating near 3 μm . To address this issue, we investigate the resistance to OH diffusion of fluoride and oxide endcaps manufactured out of ZrF_4 , AlF_3 , GeO_2 , SiO_2 and Al_2O_3 fibers. To this extent, the endcaps are spliced at the output of a 20 W continuous-wave fiber laser operating at 2.8 μm and their degradation over a 100 h time period is monitored. While the fluoride-based endcaps underwent failure during the first 10 h, their oxide counterparts survived the experiment, although showcasing degradation which was reflected as an increase of the endface temperature over time. To overcome this issue, we propose a novel method to completely suppress OH diffusion which consists in sputtering a nanoscopic diffusion barrier film made of silicon nitride (Si_3N_4) on the output face of the endcap. The effectiveness of the approach is validated on Al_2O_3 , ZrF_4 and AlF_3 endcaps which show no sign of degradation after being used for more than a 100 h at the output of a 3 μm high-power fiber laser.

5.3 Introduction

Fiber laser technologies are playing an instrumental role in the development of various applications [200]. However, as the output power of fiber laser systems increases, the likelihood of end-face damage increases accordingly. In the case of the well-known Yb^{3+} :silica fiber lasers operating at 1 μm , such failure is related to the fact that their output intensity exceeds the air-glass surface damage threshold, and damage occurs either due to overheating in continuous-wave (CW) regime or laser-induced breakdown due to intense pulses [141]. To mitigate this issue, fiber-based endcaps, spliced at the output of the fiber laser systems, have been developed to allow the beam to expand in a controlled manner and therefore lower its intensity below the glass' damage threshold. Such endcaps have enabled the demonstration of fiber laser systems delivering over 100 kW of output power in CW operation [201].

Fluoride-based fiber lasers provide the means to achieve powerful laser emission between 2.8 and 4 μm [144; 191; 89; 92], although their current output power is significantly less than their silica counterparts. Yet, we recently reported an erbium-doped zirconium fluoride fiber laser delivering 42 W of CW output power at 2.83 μm which highlighted the potential of 3 μm fiber lasers for further power-scaling up to the 100 W level [144]. Such all-fiber laser sources are coveted in the development of biological tissue ablation and remote-sensing applications given their excellent overlap with the OH bond's strong vibrational absorption band, their unrivalled beam-quality as well as their compact yet rugged design [183]. Nonetheless, the widespread deployment of high-power 3 μm -class all-fiber lasers is currently hindered by the short lifetime of such laser sources due to fiber tip degradation. Contrarily to silica fiber laser systems, this issue is the direct consequence of operating within the OH absorption band at

3 μm and the propensity of fluoride based-glasses to absorb water vapor. Through analytical modeling, it was shown that the time elapsed before catastrophic failure of the fluoride fiber tip was inversely proportional to the square of the 3 μm output power [143]. As a result, for a 20 W power level, the all-fiber cavity reported in [144] lasted less than 10 h before the fiber laser’s fluoride-based endcap underwent catastrophic failure due to OH diffusion.

To address this issue, this work investigates the efficiency of different endcap materials to mitigate fiber tip degradation of 3 μm -class high-power fluoride fiber lasers. To this extent, we monitored over a 100 h time period the degradation of endcaps made out of fluoride-based glass fibers (zirconium and aluminum fluoride), oxide-based glass fibers (fluorogermanate and silica) as well as single crystal sapphire fibers when spliced at the output of a high-power fiber laser operating near 3 μm . Upon experimentation, fluoride-based endcaps underwent catastrophic failure after less than 10 h during the test, suggesting they should only be used in low-power (Watt - level) 3 μm fiber laser systems. Although the oxide and crystal-based endcaps survived the 100 h long experiment, they showcased a significant rise of their temperature over time, hence indicating they should only be used in medium-power (20 W - level) fiber laser systems to ensure long term operation. Finally, this work proposes a definitive method to suppress OH diffusion within any type of endcap material by using an efficient OH diffusion barrier. This method, which consists in sputtering a thin-film of silicon nitride (Si_3N_4) on the output face of the endcap, was validated on ZrF_4 , AlF_3 and Al_2O_3 endcaps which have shown no sign of degradation under high-power 3 μm radiation over more than 100 h of experimentation.

5.4 Experimental setup

The home-made high-power 3 μm -class fiber laser used to investigate the degradation of the different endcap materials is depicted in Fig. 5.1 and is similar to the system reported in [144]. Briefly, it is made out of a 6.5 m double-clad 7 mol% erbium-doped fluorozirconate ($\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$) fiber manufactured by *Le Verre Fluoré*. The 15 μm diameter core of the fiber has a numerical aperture of 0.12 enabling singlemode operation above 2.4 μm . The fiber laser cavity is bounded by two intracore fiber Bragg gratings (FBGs) written through the polymer of the fiber using femtosecond pulses with the scanning phase-mask technique [139; 202]. The entrance high-reflectivity (HR) FBG has a reflectivity $> 99\%$ at 2.825 μm while the output low-reflectivity (LR) FBG has a reflectivity of 8%. The active fiber and the HR and LR-FBGs were spooled on a 32 cm diameter grooved and fan cooled aluminum spool, and secured with UV-cured polymer.

In contrast to the system reported in [144], the system was solely pumped from the forward end by a 135 W commercial InGaAs 980 nm multimode laser diode whose silica delivery fiber was fusion-spliced (S1) to the $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber. At the output of the fiber laser cavity, a residual cladding pump stripper (RCPS) was fabricated by applying high-index UV-cured polymer on

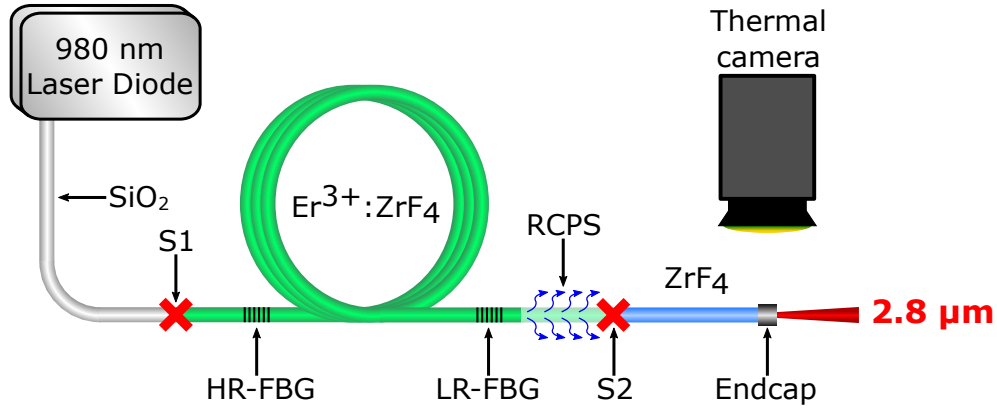


FIGURE 5.1 – Experimental setup used to monitor the degradation over time of the different endcaps when subjected to 20 W of output power at 3 μm .

the bare $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber. This pumping scheme enabled an efficiency of 23% with respect to the launched pump and a pump power limited maximum output power of around 29 W at 2.825 μm . A singlemode fusion-splice (S2) was made between the output $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber and a mode-matched passive ZrF_4 relay fiber to carry out multiple endcap degradation experiments. The relay fiber has a 15 μm core diameter, a numerical aperture of 0.12 and a 250 μm cladding diameter. The high-power all-fiber laser cavity was operated at an output power of around 20 W for all degradation experiments.

The degradation over time of the various endcaps was monitored by measuring the temperature of the endcaps' output face with a thermal camera (Jenoptik, Variocam) equipped with a close-up lens. Simultaneously, the output power of the laser system was recorded with a thermopile detector (Gentec E-O, UP25N-250F-H12-D0) to ensure it operated at a 20 W output power level throughout the experiment. It should be noted that the laser cavity was operated at this power level with the same nominal performances for over 800 h during these experiments with a stability similar to the one showcased in [144], i.e. RMS fluctuations less than 0.1%.

5.5 Endcap splicing and manufacturing

In this investigation, we studied the degradation of 6 different endcap fiber materials : fluorozirconate ($\text{ZrF}_4 - \text{BaF}_2 - \text{LaF}_3 - \text{AlF}_3 - \text{NaF} - \text{SrF}_2 - \text{HfF}_4$), fluoroaluminate ($\text{AlF}_3 - \text{AlCl}_3 - \text{NaF} - \text{ZrF}_4 - \text{YF}_3 - \text{SrF}_2 - \text{BaF}_2 - \text{LaF}_3$), fluorogermanate ($\text{GeO}_2 - \text{ZnO} - \text{PbO} - \text{K}_2\text{O} - \text{PbF}_2$), silica (SiO_2) and sapphire single crystal (Al_2O_3). All endcap materials were provided in fiber (or single crystal fiber) form and their specifications are presented in Table. 5.1. The silica fiber was home-drawn using a *Heraeus* preform composed of an F-300 pure silica core and an F-320 fluorine-doped silica cladding [203]. Manufacturing an endcap out of a 50%-doped $\text{Er}^{3+}:\text{YAG}$ single crystal ($\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$) fiber was also studied given the unavailability of an undoped YAG fiber. Moreover, in the remainder of this work, the endcap materials will be referred to by

their main constituent, for example ZrF_4 for fluorozirconate.

The endcaps were fusion-spliced to the passive ZrF_4 relay fiber using a Vytran GPX system equipped with an iridium filament (Vytran, FRAV4). For the ZrF_4 endcap, the filament was positioned at the splice point between the relay fiber and the endcap fiber. All other fibers were spliced to the ZrF_4 relay fiber by offsetting the longitudinal position of the filament in direction of the endcap fiber material as detailed in [206]. Once the fusion splice was achieved, the endcap fiber material was cleaved at a given length with a Vytran LDC cleaver. Images of the final endcaps resulting from this manufacturing process are presented in Figs. 5.2(a)-5.2(c). Typical output power losses at $2.83\ \mu\text{m}$ after splicing the fluoride and GeO_2 endcaps were around 4% and 8%, respectively, including fiber transmission losses and Fresnel reflections at the output endcap face and splice interface. Prior to the degradation tests, the assembly was secured using a low-index UV-cured polymer in a copper V-groove to ensure good heat conduction from the endface to the heat sink. Special care was taken to limit the length of the endcap protruding out of the copper V-groove. In contrast to natural convection, which was used in the past to study the degradation of ZrF_4 fiber tips [143], thermal conduction was chosen in the current experiment given this cooling method is more efficient, thus limiting at maximum the endface temperature.

In contrast to fluoride and GeO_2 fibers, the SiO_2 , $\text{Er}^{3+}:\text{YAG}$ and Al_2O_3 fibers form no thermal bonds when spliced to the ZrF_4 glass fiber. To overcome this limitation, we relied on the fact that the thermal expansion of ZrF_4 glass is significantly larger than that of all the oxide-based fiber materials tested, as seen in Table 5.1. Hence, by pushing in a controlled manner the oxide-based fiber material into the ZrF_4 fiber, after the former has been heated sufficiently,

Tableau 5.1 – Endcap specifications^a.

Endcap	Manufacturer	n^b	α^c [$\times 10^{-6}\ \text{K}^{-1}$]	T_g^d [$^{\circ}\text{C}$]	\varnothing_c^f [μm]	L^g [μm]
ZrF_4	Le Verre Fluoré	1.49	17.2	265	200	480
AlF_3	Fiberlabs	1.46	18.6	390	200	450
GeO_2	Infrared Fiber Systems	1.83	10.9	420	230	380
GeO_2	Le Verre Fluoré	1.83	10.9	420	230	410
SiO_2	Heraeus F-300	1.42	0.55	1175	242	190
$\text{Er}^{3+}:\text{YAG}$	Shasta Crystals	1.79	6.14	$T_f = 1940^e$	220	320
Al_2O_3	Shasta Crystals	1.72	5 - 5.6	$T_f = 2030^e$	240	N.A.

^a Optomechanical properties taken from [203; 14; 204; 205].

^b Refractive index around $3\ \mu\text{m}$.

^c Thermal expansion coefficient.

^d Transition temperature.

^e Melting temperature.

^f Core diameter.

^g Length.

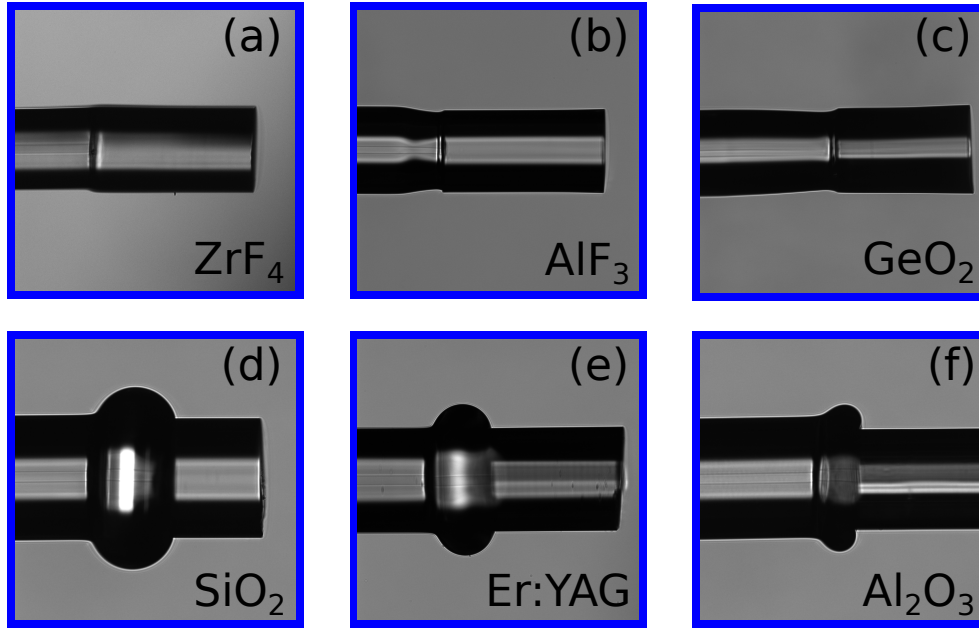


FIGURE 5.2 – Photographs of the different endcaps taken with the imaging system of the Vytran GPX.

a permanent and robust joint is created as seen in Fig. 5.2(d)-(f). The joint's strength is provided by the ZrF_4 glass which tightly wraps around the oxide-based fiber material once the splice point cools down. In fact, all fusion-splices resulting from this splice procedure were proof-tested at a tension of 200 g (roughly 4.4 MPa) prior to being used in the tests. It should be noted that this splicing method was also used to achieve the splice (S1) between the silica delivery fiber of the InGaAs multimode laser pump diode and the active $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber shown in Fig 5.1. A similar splicing method, relying on the same principle but using a CO_2 fusion-splicer, was recently shown to enable robust single-mode splices between silica and ZrF_4 fibers [207]. This principle was most-likely also employed in a number of other reports where silica and ZrF_4 fibers, or silica and chalcogenide fibers, were fusion-spliced [208; 209; 210; 211; 212]. The typical output power losses at $2.83 \mu\text{m}$ after splicing the SiO_2 , $\text{Er}^{3+}:\text{YAG}$ and Al_2O_3 endcaps were 8%, 10% and 16%, respectively.

In the case of the SiO_2 and $\text{Er}^{3+}:\text{YAG}$ endcaps, it was possible to cleave the fiber material after the splice process, as seen in Fig. 5.2(d)-(e), and cool the assembly in the same manner as the fluoride and GeO_2 -based endcaps. It should be noted that the length of the SiO_2 endcap was shortened as much as possible due to the fiber's high absorption losses of $\sim 25 \text{ dB/m}$ near $2.825 \mu\text{m}$. For the $\text{Er}^{3+}:\text{YAG}$ endcap, cleaving was greatly simplified by the fact that the crystalline planes of the $\text{Er}^{3+}:\text{YAG}$ fiber are perpendicular to its optical axis, as shown in [213]. A photograph of the splice interface between the ZrF_4 fiber and the SiO_2 and $\text{Er}^{3+}:\text{YAG}$ endcap is shown in Fig. 5.3(a)-(b). From these images, it is clear that the interface between the SiO_2 endcap and the ZrF_4 fiber is smooth and that it does not deteriorate the quality of

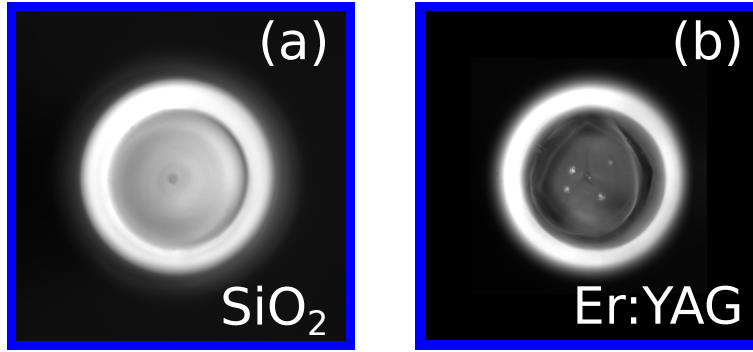


FIGURE 5.3 – Photographs of the interface between the ZrF_4 relay fiber and (a) the SiO_2 and (b) the $\text{Er}^{3+}:\text{YAG}$ endcaps.

the laser beam. For the $\text{Er}^{3+}:\text{YAG}$ endcap, one can see some bubbles at the interface which might degrade the beam-quality if they are located in the beam path. However, we believe optimization of the splice recipe can prevent the formation of such bubbles and enable flawless splice interfaces similar to that of the SiO_2 endcap. For the sapphire single crystal fiber, it was not possible to cleave or polish the fiber material without breaking the splice point. This stems from the fact that the crystalline planes are at 45° with respect to the optical axis of the fiber and also from its high mechanical strength. Therefore, the whole length of the sapphire fiber (50 cm) was kept for the degradation test. Given the sapphire fiber is coreless, any attempts at cooling the fiber extremity using the copper assembly described above resulted in leakage of the $3\ \mu\text{m}$ signal from the side and the eventual failure of the assembly. Therefore, the sapphire fiber tip was tested under natural heat convection instead of heat conduction as for the other endcaps.

5.6 Results and discussion

5.6.1 Endcap degradation

Figure 5.4 showcases the degradation of the various endcaps under the action of 20 W CW output power at $2.83\ \mu\text{m}$ over a 100 h time period. The initial temperature of the various endcaps varies between $40 - 75^\circ\text{C}$, a variation accounted for by the difference of initial OH compound concentration, absorption coefficient at $2.83\ \mu\text{m}$, thermal conductivity [143] as well as their refractive index which determines the intensity of the Fresnel reflection at the endcap interface. As reported in [144], the fluoride fiber-based endcaps did not survive the experiment more than 10 h. While the initial temperature of the multimode ZrF_4 fiber endcap was the lowest of all the endcaps that were tested (40°C), it underwent catastrophic failure after only 10 minutes. The degradation curve of the ZrF_4 endcap, as well as the time elapsed before failure, are in agreement with the results found in [143]. It should be noted that in the latter, the fiber tip experienced natural heat convection which increased the thermal resistance between

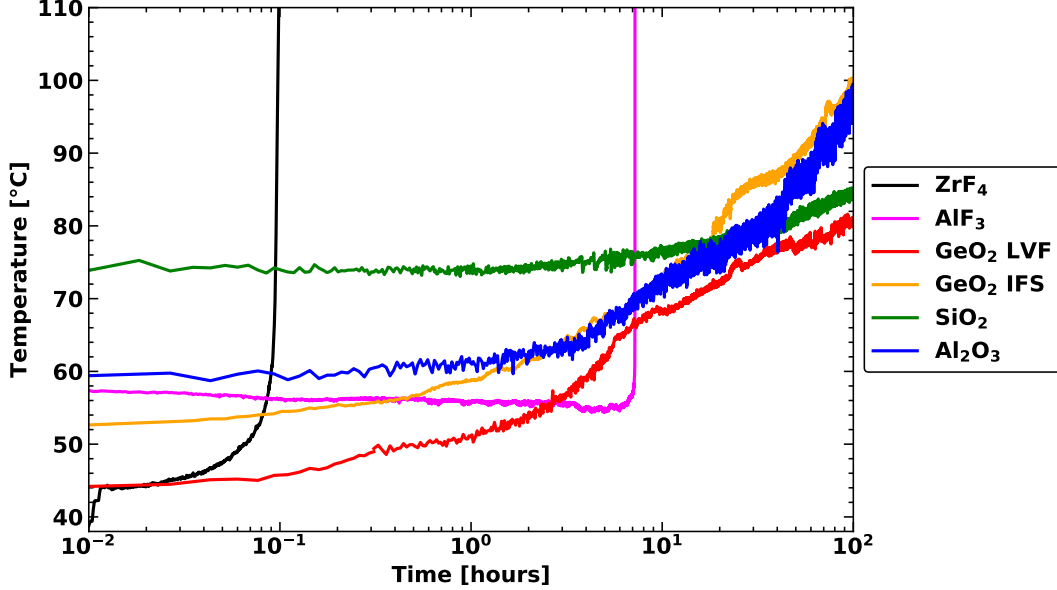


FIGURE 5.4 – Measured temperature of the endcaps’ output face as a function time for a constant $3\ \mu\text{m}$ output power of 20 W

the fiber and its surroundings, and resulted in an accelerated degradation rate. As for the AlF_3 endcap, it survived for about 10 h under similar conditions given its glass matrix is more than ten times more stable in water than that of ZrF_4 [214]. It is therefore clear that AlF_3 , and even more so ZrF_4 -based endcaps are not suitable long term solutions when dealing with output powers above a few watts around $3\ \mu\text{m}$. Based on the different reports having used AlF_3 endcaps to protect fiber laser systems from photo-degradation [215; 216], it can be stated that AlF_3 endcaps should be restricted to $3\ \mu\text{m}$ fiber laser systems delivering output powers of a few watts in order to guarantee their long term operation. On the other hand, multimode ZrF_4 fiber endcaps should only be used in low-power systems where the output power is kept below the watt-level range. However, due to their perfectly matched refractive index, ZrF_4 endcaps produce the lowest splice interface reflection among all the tested endcaps, a significant advantage for mode-locked and in-amplifier supercontinuum $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ fiber laser systems. In both cases, the performance of these systems is greatly limited by parasitic lasing at $2.8\ \mu\text{m}$ and it is therefore paramount to use an endcap producing the lowest possible feedback [217; 218].

From Fig. 5.4 it can be seen that all the oxide-based and crystalline endcaps that were tested survived the 100 h long degradation experiment. However, the experiment also revealed that their temperature increased over time, hence indicating the existence of some degradation phenomenon. Table 5.2 summarizes the degradation performance of the SiO_2 and GeO_2 -based

Tableau 5.2 – SiO₂ and GeO₂ endcap performances.

Endcap	T_i^a °C	$\Delta T_i / \Delta P^b$ °C / W	$T_{i,100W}^c$ °C	$\Delta T / \Delta t^d$ °C / hr
GeO ₂ LVF	44	1.20	140	0.37
GeO ₂ IFS	53	1.65	218	0.47
SiO ₂	74	2.70	290	0.10

^a Initial temperature.

^b T_i variation with 3 μm output power.

^c Extrapolated T_i at 100 W of output power.

^d Temperature variation over time.

endcaps. The initial temperature of the SiO₂ endcap (74 °C) is significantly higher than that of the GeO₂ endcaps (≈ 50 °C), a direct result of the strong absorption of SiO₂ around 3 μm . Given the constant ambient temperature during the experiment of 20 °C, the initial temperature rise of the SiO₂ endcap per watt of output power at 3 μm is found to be 2.7 °C/W while that of GeO₂ endcaps is roughly twice less, i.e. 1.4 °C/W. Hence, in the perspective of power-scaling the output power of 3 μm -class all-fiber lasers to 100 W, we can expect a SiO₂ endcap to reach an initial temperature of 290 °C while the temperature of a GeO₂ endcap would be between 140 - 218 °C. This allows us to conclude that GeO₂ endcaps are better candidates for high-power 3 μm systems since the splice between the SiO₂ endcaps and the ZrF₄ fiber cannot sustain temperatures in excess of the transition temperature of ZrF₄ (i.e. 270 °C [14]). Nonetheless, for medium-power systems (≈ 20 W), SiO₂ fibers could be considered a better alternative than GeO₂ fibers, given their degradation rate is more than three times slower than that of GeO₂. This fact has enabled the SiO₂ endcap to reach after 100 h a similar final temperature as the GeO₂ (*LVF*) endcap although their initial temperature difference was 33 °C. Moreover, SiO₂ fibers, comparatively to GeO₂ fibers, are less expensive and significantly easier to handle and process. Additionally, the refractive index of SiO₂ around 3 μm (1.42) is closer to the refractive index of ZrF₄ glass (1.49) than that of GeO₂ (1.83). This characteristic also favors SiO₂ endcaps in the design of powerful MIR mode-lock or in-amplifier fiber lasers [217; 218], as discussed earlier. It should be noted that both GeO₂ endcaps that were tested behaved similarly during the experimentation, although the endcap manufactured out of the fiber provided by *Le Verre Fluoré* had a lower initial temperature. However, it is difficult to assess if this is the result of a less OH diffusion prone glass composition or a more efficient cooling.

As stated earlier, the Al₂O₃ fiber tip surprisingly showed signs of degradation over time under the influence of high power 3 μm laser light. The initial temperature of the Al₂O₃ fiber tip was 60 °C and its final temperature is 97 °C, which results in a 0.37 °C/h degradation rate. While the initial temperature and degradation rate of the Al₂O₃ fiber tip is comparable to those of GeO₂ endcaps, it should be noted that the former experienced natural convection instead of heat conduction, a condition which accelerates degradation easily by a tenfold [143]. Therefore,

we believe Al_2O_3 endcaps are potentially an interesting solution for high-power $3\ \mu\text{m}$ fiber laser systems, contingent upon the ability to manufacture endcaps out of single crystal Al_2O_3 fibers. An alternative to manufacturing such endcaps would be to inscribe depressed cladding single-mode waveguides with femtosecond pulses in the Al_2O_3 rod fiber, as shown recently in [54]. This method would preserve the beam-quality of the $3\ \mu\text{m}$ fiber laser although long lengths of Al_2O_3 fiber are used for beam delivery purposes.

Similarly to fluoride-based endcaps, we believe the degradation witnessed in the SiO_2 and GeO_2 endcaps is related to ambient water vapor diffusion within the glass matrix. In both cases, the OH vapor could be incorporated into the glass matrix in the form of GeOH or SiOH groups, as discussed in [219; 220; 221; 222]. It is unlikely that water vapor diffused within the matrix of the single-crystal Al_2O_3 fiber given the high degree of order of its crystalline matrix. Instead, we believe the temperature increase observed during the experiment is related to water vapor adsorption at the polished surface of the sapphire fiber [223]. The occurrence of water adsorption is caused by the fact that at the surface of the single-crystal sapphire fiber, the chemistry of a pure crystal does not hold given Al-O-Al compounds are deprived of neighboring compounds. This gives rise to various chemical mechanisms through which OH can bind itself to the surface and alter the latter's properties with increasing pressure, humidity, temperature and time. However, further investigations need to be conducted in order to validate how ambient OH vapor interacts with the different oxide-based and crystalline endcaps

As for the Er^{3+} :YAG endcap, it could not be tested given its temperature at a $3\ \mu\text{m}$ power level of 2.4 W was already around $120\ ^\circ\text{C}$. This temperature was measured at the splice point between the relay fiber and the Er^{3+} :YAG endcap. By analyzing with a near-infrared optical spectrum analyzer the output of the $2.83\ \mu\text{m}$ all-fiber laser cavity, a clear, yet weak, peak at 980 nm was observed. This indicated that some residual cladding pump remained at the output of the laser cavity which was absorbed by the heavily-doped (50%) Er^{3+} :YAG endcap and caused its excessive heating. In spite of this, we believe undoped YAG single crystal fibers are highly interesting endcap materials given they possess thermal and mechanical properties similar to Al_2O_3 fibers while simultaneously offering the possibility to be easily processed into endcaps at the tip of ZrF_4 fibers. It should also be noted that coreless calcium fluoride (CaF_2) crystals have been recently used to endcap $3\ \mu\text{m}$ fiber laser systems operating at 16 W near $2.8\ \mu\text{m}$ [224]. However, given the unavailability of such material to the authors, it was not possible to evaluate its long term degradation behaviour in the current experiment.

5.6.2 Si_3N_4 coatings for high-power $3\ \mu\text{m}$ fiber lasers

In order to inhibit in a definite manner OH diffusion within endcap materials, we propose to coat the output face of the endcap with a nanoscopic thin-film of silicon nitride (Si_3N_4). Such materials are already extensively used in electronics as a diffusion barrier for SiO_2 dielectric

layers or passivation layers in flexible electroluminescent devices [225].

In this experiment, the Si_3N_4 thin-films were deposited on the facet of the endcaps using reactive ion beam-assisted double magnetron sputtering as described in [226] under a 1.46×10^{-3} Torr environment. The target material was a 6" diameter 99.99% pure silicon disk. The temperature of the substrate was kept at 115°C and deposition of the thin-film was done at a 0.24 nm/s . The argon gas flow was maintained at 32 sccm during the sputtering process and the reactive gas nitrogen gas (22 sccm) was introduced into chamber by the ion source. The uniformity of the deposited thin-film was enhanced by a rotating the substrate holder at 80 rpm .

Figure 5.5 compares the degradation of Si_3N_4 -coated and uncoated ZrF_4 , AlF_3 and Al_2O_3 endcaps under the impact of $3\ \mu\text{m}$ light over a 100 h long time period. For the ZrF_4 and AlF_3 endcaps, the Si_3N_4 coating had a 25 nm thickness and the output power of the $3\ \mu\text{m}$ fiber laser was 7 W , while in the case of the Al_2O_3 endcaps they were 100 nm and 20 W , respectively. For both ZrF_4 and AlF_3 , the coating thickness was limited to less than 1% of the wavelength to limit the Fresnel reflection given the high refractive index of ($n \sim 1.95$) Si_3N_4 . Moreover, all endcaps experienced natural convection to accelerate the photodegradation process. From Fig. 5.5 it is clear that the Si_3N_4 coating inhibits OH diffusion for all the tested endcaps given no increase of temperature over time is recorded. It also demonstrates that Si_3N_4 coatings can be applied on a variety of fiber materials.

However, some Si_3N_4 coatings showed signs of cracking a few months after their deposition

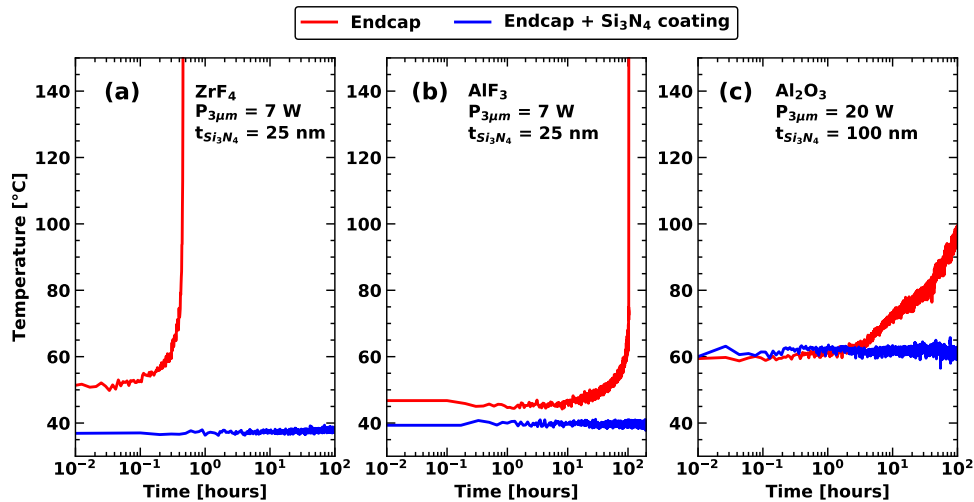


FIGURE 5.5 – Measured temperature of the (a) ZrF_4 , (b) AlF_3 and (c) Al_2O_3 endcaps compared to their Si_3N_4 coated counterparts as a function of time. The $3\ \mu\text{m}$ output power and Si_3N_4 coating thickness used for the ZrF_4 and AlF_3 endcaps were 7 W and 25 nm , respectively, while those for the Al_2O_3 endcap were 20 W and 100 nm , respectively.

upon the fibers as result of high surface stresses. Such stresses can nonetheless be relieved through the deposition of thinner Si_3N_4 thin-films. Hence, future investigation will attempt to find a thickness range where Si_3N_4 coatings do not crack over time while simultaneously preserving their OH impermeability. These investigations will also consider the introduction of oxygen within the Si_3N_4 matrix which has been show to improve its flexibility [227]. Finally, the Si_3N_4 coating optimization will also be facilitated by the number of potential endcap substrates upon which they can be deposited, i.e. ZrF_4 , AlF_3 , GeO_2 , SiO_2 , YAG and Al_2O_3 . We believe that an optimized endcap properly coated with Si_3N_4 will enable the long term operation ($> 10,000$ h) of 100 W - level 3 μm -class fiber laser systems in the near future. It should be noted that silicon nitride or silicon oxynitride could also be used to coat the outer glass cladding of optical fibers. Such coatings could constitute a transparent alternative to thin carbon, metallic or ORMOCER® coatings which have been shown to provide an excellent protection against OH diffusion within SiO_2 -based fibers [228; 229; 230].

5.7 Conclusion

In this work, the OH degradation of various endcaps spliced at the output of a 20 W all-fiber laser at 3 μm was monitored over a 100 h time period. This investigation showed that fluoride, i.e. ZrF_4 and AlF_3 ,-based endcaps lasted for less than 10 h before undergoing catastrophic failure, hence indicating they should only be used for low-power applications. On the other hand, the oxide-based endcaps (GeO_2 and SiO_2) as well as the tip of a Al_2O_3 fiber survived the experiment, which makes them interesting endcap solutions for medium-power systems (~ 20 W). To the best of our knowledge, this is the first report in which oxide-based materials are spliced and processed into endcaps at the output of a fluoride fiber laser. Nonetheless, all oxide materials showcased a clear temperature increase over time, an observation which is believed to stem from OH diffusion in the GeO_2 and SiO_2 glass matrix or presumably OH adsorption in the case of Al_2O_3 .

In order to inhibit OH interaction with endcap materials under the irradiation of intense 3 μm light, we also propose in this work to coat the output face of endcaps with a silicon nitride (Si_3N_4) thin-film. The effectiveness of the proposed method is demonstrated on Si_3N_4 coated ZrF_4 and AlF_3 endcaps, as well as on an Al_2O_3 fiber tip. Upon illumination with 3 μm light for 100 h, the coated endcaps and fiber tip showed no sign of degradation, whereas their uncoated counterparts either underwent catastrophic failure (ZrF_4 and AlF_3) or showed a significant temperature rise (Al_2O_3). We believe optimized Si_3N_4 -coated endcaps will allow the long-term operation of 100 W-level 3 μm class all-fiber lasers in the near future, and spark the development of cutting-edge mid-infrared applications.

Funding and acknowledgements

The authors wish to thank Yannick Ledemi for insightful discussions and acknowledge the financial support of the Canada Foundation for Innovation (CFI) through the grant agreement (5180), the Fonds de Recherche du Québec—Nature et Technologies (FRQNT) through the grant agreement (144616), the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC) through the grant agreements (IRCPJ469414-13, CG112389).

Conclusion

L'objectif de cette thèse était le développement de LFOs dopés aux ions de TR opérant au-delà de $3\mu\text{m}$. Pour ce faire, différentes stratégies permettant de mitiger la faible efficacité intrinsèque des transitions laser à haute longueur d'onde au sein des TRs ont été étudiées et implémentées. Ces stratégies incluent l'utilisation d'un schéma de pompage à deux longueurs d'onde afin d'exciter efficacement la transition ${}^4F_{9/2} \rightarrow {}^4I_{9/2}$ à $3.5\mu\text{m}$ dans les fibres de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$, ainsi que l'utilisation d'une nouvelle fibre d' InF_3 , possédant une faible énergie de phonon, dopée à l'ion Ho^{3+} afin de favoriser l'émission à $3.9\mu\text{m}$ sur la transition ${}^5I_5 \rightarrow {}^5I_6$. Pour ces deux transitions, le bénéfice lié à l'utilisation de montages expérimentaux fibrés et de concentrations élevées de dopants Er^{3+} et Ho^{3+} dans le coeur de la fibre ont également été étudiées. L'utilisation de ces stratégies a permis la démonstration de LFOs opérant autour de 3.5 et $3.9\mu\text{m}$ ayant établi des records de puissance, d'efficacité laser, de stabilité spectrale et temporelle, ainsi que de longueur d'onde d'émission à la température pièce.

La thèse s'est également attardée à pallier la dégradation de l'extrémité de sortie des LFOs haute puissance infrarouges en verre fluoré, un enjeu restreignant l'opération à long terme de ces systèmes. Cette étude a mené au développement de différents embouts de protection limitant, et inhibant, la photodégradation de l'extrémité des fibres de verre fluoré, une avancée majeure ouvrant la porte à la commercialisation de LFOs infrarouges.

C.1 Résumé

L'introduction de cette thèse a tout d'abord mis l'accent sur les applications technologiques, soit la spectroscopie des gaz, l'usinage de polymères, la contre-mesure militaire et les télécommunications optiques en espace libre, pouvant bénéficier du développement de LFOs opérant au-delà de $3\mu\text{m}$. Ensuite, les fondements des LFOs ont été discutés, ce qui a permis de présenter les composants principaux entrant dans la fabrication d'un LFO, soit la composition vitreuse et les propriétés de la fibre optique, les ions de TR, les sources de pompage, les réflecteurs et les embouts de protection. Finalement, l'introduction fait un survol de l'état de l'art des LFOs dopés aux ions de Dy^{3+} , Er^{3+} et Ho^{3+} opérant au-delà de $3\mu\text{m}$. Une attention particulière a toutefois été accordée aux LFOs dopés aux ions de Er^{3+} et de Ho^{3+} autour de 3.5 et $3.9\mu\text{m}$.

Dans le chapitre 1, un modèle numérique basé sur les équations de niveaux du système $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ et des équations de propagation de la puissance est présenté. Ce dernier est par la suite utilisé afin d'étudier le co-pompage à 976 et 1976 nm de LFOs à 3.5 μm , une étude qui a permis de révéler l'existence d'une absorption parasite à l'état excité à 1976 nm ainsi que son rôle important dans la détérioration de la puissance (*quenching*) laser à 3.5 μm . Les prédictions du modèle numérique sont également confrontées à des résultats expérimentaux provenant d'un LFO à 3.5 μm et un bon accord est atteint. Ce travail est le sujet d'une publication parue en avril 2017 dans la revue *IEEE Journal of Quantum Electronics*.

Au chapitre 2 de cette thèse, un LFO tout-fibre monolithique composé d'une fibre faiblement dopée de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ et co-pompé à 976 et 1976 nm est discuté. Un élément critique de cette cavité monolithique était l'inscription de FBGs dans le coeur de la fibre active de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ dont les propriétés étaient optimisées afin de fournir la rétroaction à 3.55 μm tout en limitant les pertes de diffusion dans le coeur à 1976 nm et 3.55 μm . Ce travail a mené à la démonstration d'une puissance CW record de 5.6 W à 3.55 μm ainsi que d'une efficacité laser de 36.9 % en fonction de la pompe dans le coeur à 1976 nm. L'architecture monolithique a également pallié la dégradation de l'extrémité de fibre à l'entrée du LFO, un enjeu ayant limité la puissance de cavités antérieures, et a permis de démontrer une excellente stabilité temporelle et spectrale. Finalement, les performances du laser sont comparées aux simulations numériques produites par le modèle exposé au chapitre 1, et un excellent accord fut atteint. Ce travail de recherche est le sujet d'une publication parue en juin 2017 dans la revue *Optics Letters*.

Le chapitre 3 examine l'influence de la concentration d'ion Er^{3+} sur les performances de LFOs à 3.5 μm co-pompés à deux longueurs d'onde. Pour ce faire, une cavité monolithique composée d'une fibre fortement dopée de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ est construite et caractérisée, et ses performances sont également comparées aux stimulations du modèle numérique présenté au chapitre 1. Ce travail a montré que la concentration élevée d'ions Er^{3+} favorise les transferts d'énergie par paires d'ions, remédiant au *quenching* laser et favorisant l'efficacité des lasers à 3.5 μm . D'autre part, il a révélé la présence d'interférence modale transverse dans le coeur de la fibre à la longueur d'onde de pompe à 1976 nm, et son rôle dans la génération d'un réseau luminescent périodique ainsi que le stockage d'ions dans les états excités. Finalement, ce travail s'est également attardé à l'optimisation en puissance de LFOs à 3.5 μm en fonction de la concentration d'ions Er^{3+} , des niveaux de pompage optique ainsi que de la réflectivité du coupleur de sortie. L'étude présentée dans ce chapitre est le sujet d'une publication parue en février 2019 dans la revue *Optics Express*.

Le LFO émettant à la plus longue longueur d'onde et opérant à la température de la pièce est présenté au chapitre 4. Opérant sur la transition ${}^5I_5 \rightarrow {}^5I_6$ de l'ion Ho^{3+} , ce LFO est composé d'une nouvelle fibre double gaine de InF_3 possédant une faible énergie de phonon, favorisant l'émission à 3.9 μm ainsi que la transparence à la même longueur d'onde. D'autre part, une concentration élevée de 10 mol % d'ions Ho^{3+} est utilisée afin d'augmenter les transferts

d'énergie par paires d'ions et favoriser l'inversion de population. Sous un pompage à 888 nm fourni par une diode laser multimode, une puissance laser record de 197 mW à 3.92 μm avec une efficacité de 10 % en fonction de la pompe injectée est démontrée à la température de la pièce. Ce travail est le sujet d'une publication parue en juin 2018 dans la revue *Optica*.

Enfin, le chapitre 5 étudie la photodégradation par diffusion OH de l'extrémité de sortie de LFOs haute puissance infrarouges et propose des embouts de protection permettant de la limiter. À cette fin, des embouts de protection faits à base de fibres sont fabriqués à la sortie d'un LFO $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ haute puissance (20 W) à 3 μm et leur photodégradation est mesurée sur une période de 100 h. Cette étude a notamment permis d'identifier différentes solutions adaptées à différents régimes de puissance et a démontré l'utilisation des tout premiers embouts de protection pour LFOs infrarouges à base de fibres d'oxydes. Contrairement aux embouts de fibre à base de fluor, les embouts d'oxyde ont survécu à l'expérience de photodégradation à haute puissance. Une méthode, basée sur le dépôt d'une couche nanoscopique de nitrure de silicium (Si_3N_4) à la surface de la fibre de sortie du LFO, a également été mise au point et a permis d'inhiber complètement la photodégradation par diffusion OH. Les résultats de cette étude sont détaillés dans une publication parue en juillet 2019 dans la revue *Optics Express*.

C.2 Perspectives

Les travaux réalisés dans le contexte de cette thèse ouvrent la porte à des perspectives scientifiques et applicatives intéressantes liées au développement de LFOs opérant au-delà de 3 μm . Dans ce qui suit, des avenues de recherche prometteuses en lien avec les lasers $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ à 3.5 μm et les lasers $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ à 3.9 μm sont abordées.

C.2.1 LFOs $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ à 3.5 μm

- Tel qu'exposé au chapitre 2, le LFO $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ co-pompé à deux longueurs d'onde a permis la génération de 5.6 W de puissance laser à 3.5 μm , une puissance limitée par la pompe à 1976 nm dans le coeur. Considérant qu'aucune limitation pratique n'a été rencontrée durant cette expérience, c.-à-d. échauffement non contrôlé de la fibre de gain, des FBGs ou de la zone de couplage en butée, un accroissement de la puissance à 3.5 μm est à portée de main en utilisant une source de pompage plus puissante à 1976 nm. Cette conclusion est vérifiée par l'optimisation réalisée au chapitre 3 où il a été démontré qu'une puissance d'environ 20 W peut être générée en utilisant une fibre dopée à 1 mol % de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ d'une longueur de 8 m et en la pompant avec 50 W et 15 W de puissance incidente à respectivement 1976 nm et 976 nm. Dans l'objectif d'accroître la puissance des LFOs à 3.5 μm , une source de pompage tout-fibre $\text{Tm}^{3+}:\text{SiO}_2$ générant environ 110 W de puissance monomode à 1976 nm a été développée dans le contexte de cette thèse, voire la section I.2.4 pour ses performances. D'autre part, dans l'éventualité où des

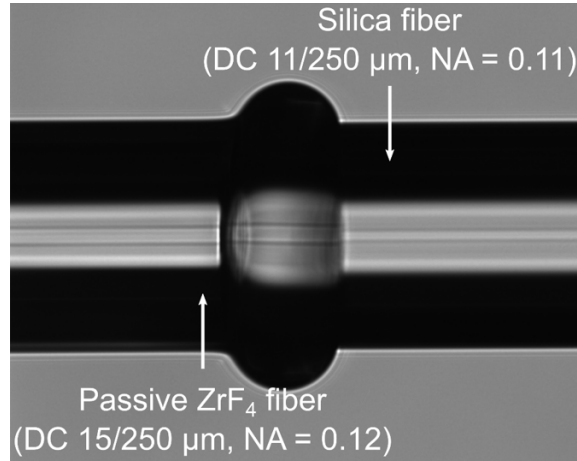


FIGURE C.6 – Image d’une fusion monomode entre une fibre de silice double gaine (droite) et une fibre de ZrF₄ double gaine (gauche) réalisée avec une fusionneuse Vytran GPX équipée d’un filament d’iridium.

problèmes de photodégradation à l’extrémité de sortie de LFO haute puissance à 3.5 μm se présentaient, ceux-ci pourront être palliés par l’utilisation d’embouts de protection développés au chapitre 5.

- Malgré la stabilité en puissance démontrée par le LFO monolithique à 3.5 μm détaillé au chapitre 2, un élément pouvant limiter le développement futur de ces systèmes est le couplage en butée entre la fibre de silice livrant les pompes à 976 et 1976 nm et la fibre de Er³⁺:ZrF₄. Ce couplage en butée est réalisé en alignant précisément les deux extrémités de fibres et doit demeurer intact durant l’opération du laser afin d’éviter aux extrémités de la fibre optique d’être endommagées sous l’effet de la pompe mal injectée. Le couplage en butée peut donc freiner l’accroissement futur de la puissance des lasers à 3.5 μm et n’est pas adapté pour le développement de systèmes commerciaux robustes. Au courant de ce projet de thèse, une épissure fusionnée entre la fibre de silice et la fibre de Er³⁺:ZrF₄, ou ZrF₄, permettant le couplage permanent de la pompe à 1976 nm dans le coeur et la pompe à 976 nm dans la gaine a été développée. Le processus de fusion utilisé est très similaire à la méthode détaillée au chapitre 5 qui a permis de fusionner des embouts de protection à base de fibres d’oxydes à la fibre de ZrF₄. Une image d’une telle fusion est présentée à la figure C.6 où on constate que la fibre de silice à la droite de l’image est fermement maintenue par un joint de ZrF₄ et que le coeur des fibres optiques est très peu dévié. Cette fusion a permis de coupler ≈ 500 W de pompe à 976 nm dans la gaine d’une fibre de relais de ZrF₄ et ≈ 100 W de pompe à 1976 nm dans le coeur de cette même fibre. Dans les deux cas, l’échauffement de la jonction fusionnée ne dépassait pas 5°C. L’utilisation de ce type de fusion dans des LFOs Er³⁺:ZrF₄ à 3.5 μm pourra donc être étudiée et peut potentiellement augmenter leur robustesse.
- Comme élaboré à la section I.1.1 de cette thèse, la lumière autour de 3.4 μm est très

résonante avec la bande d'absorption des polymères, dont le fluoroacrylate utilisé afin de recouvrir la gaine des fibres de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$. Le développement de LFOs à $3.4\ \mu\text{m}$ pourra donc potentiellement être freiné par des problèmes liés à l'échauffement incontrôlé du polymère de la fibre de gain causé par la diffusion d'une fraction infime de lumière laser hautement résonante avec la bande d'absorption du polymère. Une solution à ce problème serait l'utilisation de fibres de gain possédant un revêtement de Teflon [231]. Le Teflon est composé de liaisons fluor-carbone (CF), plutôt que carbone-hydrogène (CH), ce qui repousse la bande d'absorption du polymère à $4.2\ \mu\text{m}$ [232].

- Au chapitre 3, il a été démontré que des fibres fortement dopées de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ permettent de palier le *quenching* de la puissance à $3.5\ \mu\text{m}$ causé par une abondance de pompe à $1976\ \text{nm}$. Ce *quenching* a d'ailleurs également été identifié comme un facteur pouvant limiter les performances des systèmes $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ à $3.5\ \mu\text{m}$ pulsés employant la commutation du gain [163] ou des pertes [164]. L'utilisation de fibres fortement dopées de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ pourrait donc significativement améliorer les performances de ces systèmes pulsés, et même possiblement des systèmes employant la synchronisation modale [162].
- Au chapitre 3, il a été montré qu'un pompage intense dans le coeur de la fibre fortement dopée de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ à $1976\ \text{nm}$ permet le stockage d'ions dans les niveaux métastables de l'erbium, et ce sans qu'il n'y ait aucun pompage appliqué sur l'état fondamental de l'ion. Ce processus est possible par l'interaction équilibrée entre les transferts d'énergie par paires d'ions ainsi que les absorptions à l'état excité à $1976\ \text{nm}$. Depuis la publication du manuscrit sur lequel est basé le chapitre 3 de cette thèse, l'auteur a découvert que le processus qu'il a mis en évidence n'est autre que l'avalanche photonique, ou *photon avalanche* en anglais, un processus décrit par Koch *et al.* ainsi que Joubert [233; 234]. Tout comme expliqué dans le chapitre 3 de cette thèse, Koch *et al.* et Joubert montrent que l'avalanche photonique est caractérisée par un pompage à l'état excité appliqué à un ion possédant un transfert d'énergie impliquant l'état fondamental, et que le phénomène possède une intensité de pompage seuil. D'autre part, l'avalanche photonique a été utilisée au sein de cristaux fortement dopés de $\text{Pr}^{3+}:\text{LaF}_3$ afin de démontrer un laser à $644\ \text{nm}$ pompé à $677\ \text{nm}$ [233]. À la connaissance de l'auteur, aucun LFO employant purement l'avalanche photonique n'a été démontré jusqu'à présent. Cette démonstration pourrait toutefois être réalisée en pompant fortement à $1976\ \text{nm}$ un LFO composé d'une fibre fortement dopée de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ et possédant des réflecteurs forts à $3.5\ \mu\text{m}$. Toutefois, il est à noter que Scheife a démontré que l'avalanche photonique contribue à l'inversion de population au sein d'un laser à fibre $\text{Pr}^{3+}, \text{Yb}^{3+}:\text{ZBLAN}$ opérant dans le visible [235] et pompé dans l'infrarouge proche.

C.2.2 LFOs $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ à 3.9 μm

- La première étape dans le développement futur des LFOs $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ à 3.9 μm est la fabrication d'une nouvelle fibre optique. Cette fibre possédera tout d'abord un diamètre de gaine plus élevé, idéalement de 250 μm , afin de faciliter le couplage de la pompe multimode à 890 nm. Un diamètre de fibre plus élevé facilitera également la manipulation de la fibre optique et l'assemblage de cavités laser puisqu'il est plus adapté aux fibres optiques passives existantes ayant un diamètre de gaine de 125 ou 250 μm . D'autre part, la concentration de Ho^{3+} dans le coeur de la fibre de InF_3 se verrait un peu diminuée afin de réduire la charge thermique sur le LFO. Toutefois, une augmentation de la taille de la gaine, menant à une réduction de l'intensité de pompage, ou une diminution de la concentration d'ions Ho^{3+} peut potentiellement nuire aux transferts d'énergie par paires d'ions qui sont primordiaux à l'émission laser à 3.9 μm . Il est possible qu'un compromis sur la taille de la gaine et la concentration de Ho^{3+} devra être fait. Contrairement à la fibre utilisée au chapitre 4, la nouvelle fibre optique de $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ possédera également un coeur monomode autour de 3.9 μm . Considérant qu'une ouverture numérique minimale de 0.08 peut être réalisée, on trouve qu'un diamètre de coeur maximal de $\sim 37 \mu\text{m}$ peut être employé afin d'assurer une opération monomode à partir de 3.85 μm .
- La disponibilité d'une fibre optimisée de $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ mènera rapidement au développement de lasers haute puissance monolithiques et tout-fibres à 3.9 μm . Ce développement sera tout d'abord assuré par l'utilisation de FBGs photo-inscrits dans le coeur de la fibre optique de gain [139] qui substitueront les miroirs dichroïques utilisés au chapitre 4. Outre leur capacité à fournir une rétroaction stable, ces FBGs permettront l'utilisation de techniques de refroidissement de l'entrée de la cavité, là où la pompe à 890 nm est incidente et a causé la défaillance du système précédent par échauffement. La robustesse et la stabilité de la cavité peuvent être augmentées davantage en réalisant une fusion entre la fibre de silice livrant la pompe à 890 nm et la fibre de $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$, tel qu'illustré à la figure C.6. On peut s'attendre à ce qu'un LFO tout-fibre $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ à 3.9 μm composé de FBGs produisant autour de 1 W de puissance CW soit démontré dans l'avenir proche.
- En modulant la diode laser à 890 nm pompant le LFO tout-fibre $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ à 3.9 μm détaillé précédemment, il est également possible de produire des impulsions nanosecondes énergétiques par commutation du gain. Cette méthode a notamment été utilisée par Paradis *et al.* qui a modulé la puissance d'une diode multimode à 976 nm afin de démontrer un LFO $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ à 2.8 μm produisant une puissance moyenne de 11.2 W caractérisée par des impulsions d'une durée de 170 ns possédant une énergie de 80 μJ [236]. Des impulsions de 7.2 mJ autour de 3.9 μm ont également été démontrées par Berrou *et al.* en pompant au moyen d'impulsions de 650 mJ à 889 nm une cavité laser composée d'un pavé dopé à 10 mol % de $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ [170].
- En considérant de nouveau le diagramme d'énergie de la figure I.15, il est possible de

constater que les transitions laser à $2.9\ \mu\text{m}$ (${}^5I_6 \rightarrow {}^5I_7$) et à $2.1\ \mu\text{m}$ (${}^5I_7 \rightarrow {}^5I_8$) suivent directement la transition à $3.9\ \mu\text{m}$ (${}^5I_5 \rightarrow {}^5I_6$). Il est donc possible de réaliser un système opérant sur le principe de cascade laser émettant simultanément à 3.9 , 2.9 et $2.1\ \mu\text{m}$ en pompant une fibre de $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ par la gaine à $889\ \text{nm}$. La cascade laser a déjà été employée dans des LFOs afin d'émettre simultanément à deux longueurs d'onde, soit à 2.9 et à $2.1\ \mu\text{m}$ dans des fibres de $\text{Ho}^{3+}:\text{ZrF}_4$ [237] et à 2.8 et à $1.6\ \mu\text{m}$ dans des fibres de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ [238]. D'ailleurs, il a été démontré dans ces systèmes que la transition laser supérieure voit son efficacité laser augmentée une fois que le LFO commence à émettre sur les deux transitions laser. Outre le fait qu'aucun LFO cascadié sur trois transitions laser n'a été démontré, une telle démonstration possède un important intérêt scientifique et applicatif. L'opération en régime triplement cascadié du LFO $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ permettrait notamment d'augmenter l'efficacité de la transition à $3.9\ \mu\text{m}$ en limitant le stockage d'ions dans les niveaux inférieurs. D'autre part, un système émettant simultanément au sein des différentes bandes de transparence de l'atmosphère autour 2 , 3 et $4\ \mu\text{m}$ est très prisé dans le domaine de la contre-mesure militaire [59].

- Une méthode simple et élégante afin de produire des impulsions femtosecondes à $2.8\ \mu\text{m}$ à l'aide de fibres de $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ est la synchronisation modale via rotation non linéaire de la polarisation (RNP). Duval *et al.* ont utilisé cette méthode afin de démontrer un LFO $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ à $2.8\ \mu\text{m}$ pompé par la gaine à $980\ \text{nm}$ produisant une puissance moyenne de $44\ \text{mW}$ caractérisée par des impulsions d'une durée de $207\ \text{fs}$ possédant une puissance crête de $3.5\ \text{kW}$ [218]. Le laser $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ à $3.9\ \mu\text{m}$ détaillé au chapitre 4 est en tout point similaire, du point de vue de la synchronisation modale par RNP, aux lasers $\text{Er}^{3+}:\text{ZrF}_4$ à $2.9\ \mu\text{m}$. Notamment, chaque système est pompé par une diode multimode laser injectée dans la gaine de la fibre, et l'impulsion laser subit une dispersion anormale. L'utilisation de la RNP afin de réaliser la synchronisation modale dans un LFO $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ serait une méthode prometteuse afin d'obtenir un train d'impulsions femtosecondes puissant à 3.9 microns.
- Finalement, bien que les travaux de Gomes *et al.* sur les pavés de $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ ont servis de tremplin pour la démonstration du LFO à $3.9\ \mu\text{m}$, ces travaux ont conclu que l'émission laser à $3.9\ \mu\text{m}$ n'était pas possible à la température de la pièce [166; 167]. Ceci implique donc que les paramètres spectroscopiques mesurés par Gomes *et al.* et utilisés subséquemment par ce dernier afin de réaliser de la modélisation numérique n'étaient pas suffisamment précis. Ainsi, une nouvelle ronde de mesures spectroscopiques devrait être réalisée afin de déterminer plus précisément ces paramètres et de fournir une meilleure compréhension du système. Ces nouveaux paramètres pourront par la suite alimenter des simulations numériques de cavités laser qui permettront d'orienter les efforts d'optimisation et d'accroissement des performances des LFOs $\text{Ho}^{3+}:\text{InF}_3$ opérant à $3.9\ \mu\text{m}$.

Bibliographie

- [1] T. Maiman, “Speech by Dr. Theodore H. Maiman,” June 1960, Hughes Aircraft Company at a Press Conference at the Hotel Delmonico, New York [Retrieved December 31, 2013].
- [2] R. G. Gould, “The LASER, light amplification by stimulated emission of radiation,” in *The Ann Arbor Conference on Optical Pumping, the University of Michigan*, vol. 15, 1959, p. 128.
- [3] J. P. Gordon, H. J. Zeiger, and C. H. Townes, “The maser—new type of microwave amplifier, frequency standard, and spectrometer,” *Physical Review*, vol. 99, no. 4, pp. 1264–1274, aug 1955. [Online]. Available : <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRev.99.1264>
- [4] A. L. Schawlow and C. H. Townes, “Infrared and Optical Masers,” *Physical Review*, vol. 112, no. 6, pp. 1940–1949, dec 1958. [Online]. Available : <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRev.112.1940>
- [5] H. Jelinkova, *Lasers For Medical Applications : Diagnostics, Therapy And Surgery*. Woodhead Publishing, 2013.
- [6] W. M. Steen and J. Mazumder, *Laser Material Processing*. Springer, 2010.
- [7] G. Maes, “Instelling van een kleurstoflaser tussen 560 nm en 650 nm en zijn gebruik in de studie van de predissociatie van diatomische moleculen,” Master’s thesis, Vrije Universiteit Brussel, 1983.
- [8] W. Demtröder, *Laser Spectroscopy : Basic Concepts and Instrumentation*. Springer, 2013.
- [9] R. Mears, L. Reekie, S. Poole, and D. Payne, “Neodymium-doped silica single-mode fibre lasers,” *Electronics Letters*, vol. 21, no. 17, p. 738, 1985. [Online]. Available : <https://digital-library.theiet.org/content/journals/10.1049/el{ }19850521>
- [10] IPG Photonics, “High-Power CW Fiber Lasers,” 2019. [Online]. Available : [https://www.ipgphotonics.com/en/products/lasers/high-power-cw-fiber-lasers{#}\[overview-7\]](https://www.ipgphotonics.com/en/products/lasers/high-power-cw-fiber-lasers{#}[overview-7])

- [11] Heraeus, “Specialty fiber preforms for the most demanding applications,” p. 2, 2012.
- [12] B. M. Walsh and N. P. Barnes, “Mid infrared lasers for remote sensing applications,” *Journal of Luminescence*, vol. 169, pp. 400–405, 2015.
- [13] M. Poulain, M. Poulain, and J. Lucas, “Verres fluorés au tétrafluorure de zirconium : propriétés optiques d’un verre dopé au Nd^{3+} ,” *Materials Research Bulletin*, vol. 10, no. 4, pp. 243–246, apr 1975. [Online]. Available : <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0025540875901063>
- [14] X. Zhu and N. Peyghambarian, “High-power ZBLAN glass fiber lasers : Review and prospect,” *Advances in OptoElectronics*, vol. 2010, p. 23, 2010.
- [15] M. Brierley and P. France, “Continuous wave lasing at 2.7 μm in an erbium-doped fluorozirconate fibre,” *Electronics Letters*, vol. 24, no. 15, pp. 935–937, 1988.
- [16] J. Schneider, “Fluoride fibre laser operating at 3.9 μm ,” *Electronics Letters*, vol. 31, no. 15, pp. 1250–1251, 1995. [Online]. Available : <http://digital-library.theiet.org/content/journals/10.1049/el{ }19950858>
- [17] C. Carbonnier, H. Tobben, and U. B. Unrau, “Room temperature CW fibre laser at 3.22 μm ,” *Electronics Letters*, vol. 34, no. 9, pp. 893–894, 1998.
- [18] H. Tobben, “Room temperature CW fibre laser at 3.5 μm in Er^{3+} -doped ZBLAN glass,” *Electronics Letters*, vol. 28, no. 14, pp. 1361–1362, 1992.
- [19] H. Tobben, “Temperature-Tunable 3.5 micron fibre laser,” *Electronics Letters*, vol. 29, no. 8, pp. 667–669, 1993.
- [20] J. Schneider, C. Carbonnier, and U. B. Unrau, “Characterization of a Ho^{3+} -doped fluoride fiber laser with a 3.9 μm emission wavelength,” *Appl. Opt.*, vol. 36, no. 33, pp. 8595–8600, 1997.
- [21] S. D. Jackson, T. A. King, and M. Pollnau, “Diode-pumped 1.7-W erbium 3 μm fiber laser,” *Optics Letters*, vol. 24, no. 16, pp. 1133–1135, 1999.
- [22] O. Henderson-Sapir, J. Munch, and D. J. Ottaway, “Mid-infrared fiber lasers at and beyond 3.5 μm using dual-wavelength pumping,” *Optics Letters*, vol. 39, no. 3, pp. 493–496, 2014. [Online]. Available : <http://ol.osa.org/abstract.cfm?URI=ol-39-3-493>
- [23] B. Stuart, *Infrared spectroscopy : Fundamentals and Applications*. Chichester, West Sussex, England : John Wiley & Sons, Ltd, 2004.
- [24] A. Schliesser, N. Picqué, and T. W. Hänsch, “Mid-infrared frequency combs,” *Nature Photonics*, vol. 6, no. 7, pp. 440–449, 2012.

- [25] P. Kluczynski, M. Jahjah, L. Nähle, O. Axner, S. Belahsene, M. Fischer, J. Koeth, Y. Rouillard, J. Westberg, A. Vicet, and S. Lundqvist, “Detection of acetylene impurities in ethylene and polyethylene manufacturing processes using tunable diode laser spectroscopy in the 3- μ m range,” *Applied Physics B : Lasers and Optics*, vol. 105, no. 2, pp. 427–434, 2011.
- [26] J. G. Speight, *Handbook of Industrial Hydrocarbon Processes*. Oxford, Royaume-Uni : Elsevier, 2011. [Online]. Available : <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/C20090184647>
- [27] D. Meadows, “Recent developments with biosensing technology and applications in the pharmaceutical industry,” *Advanced Drug Delivery Reviews*, vol. 21, no. 3, pp. 179–189, 1996.
- [28] G. Etiopie, “Detecting and Measuring Gas Seepage,” in *Natural Gas Seepage*. Cham : Springer International Publishing, 2015, p. 206. [Online]. Available : <http://link.springer.com/10.1007/978-3-319-14601-0>
- [29] V. Bellassen, N. Stephan, M. Afriat, E. Alberola, A. Barker, J.-P. Chang, C. Chiquet, I. Cochran, M. Deheza, C. Dimopoulos, C. Foucherot, G. Jacquier, R. Morel, R. Robinson, and I. Shishlov, “Monitoring, reporting and verifying emissions in the climate economy,” *Nature climate change*, vol. 5, pp. 319–328, 2015.
- [30] S. Kirschke, P. Bousquet, P. Ciais, M. Saunois, J. G. Canadell, E. J. Dlugokencky, P. Bergamaschi, D. Bergmann, D. R. Blake, L. Bruhwiler, P. Cameron-Smith, S. Castaldi, F. Chevallier, L. Feng, A. Fraser, M. Heimann, E. L. Hodson, S. Houweling, B. Josse, P. J. Fraser, P. B. Krummel, J. F. Lamarque, R. L. Langenfelds, C. Le Quéré, V. Naik, S. O’doherly, P. I. Palmer, I. Pison, D. Plummer, B. Poulter, R. G. Prinn, M. Rigby, B. Ringeval, M. Santini, M. Schmidt, D. T. Shindell, I. J. Simpson, R. Spahni, L. P. Steele, S. A. Strode, K. Sudo, S. Szopa, G. R. Van Der Werf, A. Voulgarakis, M. Van Weele, R. F. Weiss, J. E. Williams, and G. Zeng, “Three decades of global methane sources and sinks,” *Nature Geoscience*, vol. 6, no. 10, pp. 813–823, 2013.
- [31] E. A. Schuur, A. D. McGuire, C. Schädel, G. Grosse, J. W. Harden, D. J. Hayes, G. Hugelius, C. D. Koven, P. Kuhry, D. M. Lawrence, S. M. Natali, D. Olefeldt, V. E. Romanovsky, K. Schaefer, M. R. Turetsky, C. C. Treat, and J. E. Vonk, “Climate change and the permafrost carbon feedback,” *Nature*, vol. 520, no. 7546, pp. 171–179, 2015.
- [32] M. Dunbabin and L. Marques, “Robots for environmental monitoring : significant advancements and applications,” *IEEE Robotics & Automation Magazine*, vol. 19, no. 1, pp. 24–39, 2012.

- [33] M. M. Blanke, “Reducing ethylene levels along the food supply chain : a key to reducing food waste?” *Journal of the Science of Food and Agriculture*, vol. 94, pp. 2357–2361, 2014.
- [34] C. Wang and P. Sahay, “Breath analysis using laser spectroscopic techniques : Breath biomarkers, spectral fingerprints, and detection limits,” *Sensors*, vol. 9, no. 10, pp. 8230–8262, 2009.
- [35] J. Hodgkinson and R. P. Tatam, “Optical gas sensing : A review,” *Measurement Science and Technology*, vol. 24, no. 1, p. 59, 2013.
- [36] N. Picqué and T. W. Hänsch, “Frequency comb spectroscopy,” *Nature Photonics*, vol. 13, no. 3, pp. 146–157, mar 2019. [Online]. Available : <http://www.nature.com/articles/s41566-018-0347-5>
- [37] B. Stuart, *Infrared Spectroscopy*. American Cancer Society, 2015, pp. 1–18. [Online]. Available : <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/0471238961.0914061810151405.a01.pub3>
- [38] M. R. Jung, F. D. Horgen, S. V. Orski, V. C. Rodriguez, K. L. Beers, G. H. Balazs, T. T. Jones, T. M. Work, K. C. Brignac, S.-J. Royer, K. David Hyrenbach, B. A. Jensen, and J. M. Lynch, “Validation of ATR FT-IR to identify polymers of plastic marine debris, including those ingested by marine organisms,” *Marine Pollution Bulletin*, vol. 127, no. November 2017, pp. 704–716, 2018. [Online]. Available : <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2017.12.061>
- [39] D. Kim and J. Seo, “A review : Breathable films for packaging applications,” *Trends in Food Science & Technology*, vol. 76, pp. 15–27, 2018.
- [40] B. C. Winotapun, N. Kerddonfag, P. Kumsang, B. Hararak, V. Chonhenchob, and T. Yamwong, “Microperforation of three common plastic films by laser and their enhanced oxygen transmission for fresh produce packaging,” *Packaging Technology and Science*, vol. 28, pp. 367–383, 2015.
- [41] P. Shukla, J. Lawrence, and D. G. Waugh, “Laser sealing of dissimilar polymers for manufacturing packaging products,” *Journal of Laser Applications*, vol. 28, no. 2, pp. 1–6, 2016.
- [42] T. Rodts, S. R. Schmid, M. A. Selles, T. Pasang, and S. Sanchez-Caballero, “Selective laser fiber welding on woven polymer fabrics for biomedical applications,” *Materials Science & Engineering C*, vol. 94, pp. 628–634, 2019.
- [43] J. D. Pelsmaecker, G.-j. Graulus, S. V. Vlierberghe, H. Thienpont, D. V. Hemelrijck, P. Dubruel, and H. Ottevaere, “Clear to clear laser welding for joining thermoplastic

- polymers : A comparative study based on physicochemical characterization,” *Journal of Materials processing Tech.*, vol. 255, pp. 808–815, 2018.
- [44] J. Fei and R. Liu, “Drug-laden 3D biodegradable label using QR code for anti-counterfeiting of drugs,” *Materials Science & Engineering C*, vol. 63, pp. 657–662, 2016.
- [45] F. Benayad-Cherif, “Vision assisted laser marking delivers lean manufacturing,” *SAE International Journal of Materials and Manufacturing*, vol. 1, pp. 554–558, 2009.
- [46] A. Riveiro, A. L. B. Maçon, J. Val, R. Comesaña, and J. Pou, “Laser surface texturing of polymers for biomedical applications,” *Frontiers in Physics*, vol. 6, no. February, 2018.
- [47] S. R. Forrest, “The path to ubiquitous and low-cost organic electronic appliances on plastic,” *Nature*, vol. 428, pp. 911–918, 2004.
- [48] S. Ravi-kumar, B. Lies, and X. Zhang, “Laser ablation of polymers : a review,” *Polymer International*, vol. 68, no. April, pp. 1391–1401, 2019.
- [49] T. Lippert, “Interaction of photons with polymers : From surface modification to ablation,” *Plasma Processes and Polymers*, vol. 2, pp. 525–546, 2005.
- [50] U. Stamm, R. Paetzel, I. Bragin, F. Voss, U. Stamm, R. Paetzel, I. Bragin, J. Kleinschmidt, and F. Voss, “Recent developments in industrial excimer laser technology,” in *SPIE 3092, XI International Symposium on Gas Flow and Chemical Lasers and High-Power Laser Conference*, 1997.
- [51] Coherent, “DC series : High power CO₂ slab lasers,” p. 16, 2019.
- [52] S. Naithani, A. Grisard, D. Schaubroeck, E. Lallier, and G. V. Steenberge, “Mid-infrared resonant ablation of PMMA,” *Journal of Laser Micro/Nanoengineering*, vol. 9, no. 2, pp. 147–152, 2014.
- [53] C. Frayssinous, V. Fortin, J.-P. Bérubé, A. Fraser, and R. Vallée, “Resonant polymer ablation using a compact 3.44 μm fiber laser,” *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 252, no. April 2017, pp. 813–820, 2018. [Online]. Available : <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0924013617305009>
- [54] J.-P. Bérubé, J. Lapointe, S. Duval, V. Fortin, and R. Vallée, “Direct Inscription of on-surface waveguides in polymers using a mid-ir fiber laser,” *Optics Express*, vol. 27, no. 21, pp. 31 013–31 022, 2019.
- [55] A. Berk, G. Anderson, P. Acharya, J. Chetwynd, L. Bernstein, E. Shettle, M. Matthew, and S. Adler-Golden, “Modtran,” Burlington, E.U., 2000. [Online]. Available : <http://modtran.spectral.com>

- [56] S. P. Mahulikar, H. R. Sonawane, and G. A. Rao, "Infrared signature studies of aerospace vehicles," *Progress in Aerospace Sciences*, vol. 43, no. 7, pp. 218 – 245, 2007. [Online]. Available : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0376042107000504>
- [57] B. Saleh and M. C. Teich, *Fundamentals of Photonics*, 3rd ed. Hoboken, New Jersey : John Wiley & Sons, Inc., 2007.
- [58] H. D. Tholl, "Review and prospects of optical countermeasure technologies," in *Technologies for Optical Countermeasures XV*, D. H. Titterton, R. J. Grasso, and M. A. Richardson, Eds., vol. 10797, International Society for Optics and Photonics. SPIE, 2018, pp. 1 – 14. [Online]. Available : <https://doi.org/10.1117/12.2326594>
- [59] H. H. P. T. Bekman, J. C. van den Heuvel, F. J. M. van Putten, and R. Schleijsen, "Development of a mid-infrared laser for study of infrared countermeasures techniques," in *Technologies for Optical Countermeasures*, D. H. Titterton, Ed., vol. 5615, International Society for Optics and Photonics. SPIE, 2004, pp. 27 – 38. [Online]. Available : <https://doi.org/10.1117/12.578214>
- [60] A. Sijan, "Development of military lasers for optical countermeasures in the mid-IR," in *Technologies for Optical Countermeasures VI*, D. H. Titterton and M. A. Richardson, Eds., vol. 7483, International Society for Optics and Photonics. SPIE, 2009, pp. 32 – 45. [Online]. Available : <https://doi.org/10.1117/12.835439>
- [61] Y. Yao, A. J. Hoffman, and C. F. Gmachl, "Mid-infrared quantum cascade lasers," *Nature Photonics*, vol. 6, no. 7, pp. 432–439, 2012.
- [62] H. Kaushal, V. Jain, and S. Kar, *Free Space Optical Communication*, B. Mukherjee, Ed. Springer Nature, 2017. [Online]. Available : <http://link.springer.com/10.1007/978-81-322-3691-7>
- [63] E. Luzhansky, F.-S. Choa, S. Merritt, A. Yu, and M. Krainak, "Mid-IR free-space optical communication with quantum cascade lasers," in *Laser Radar Technology and Applications XX; and Atmospheric Propagation XII*, M. D. Turner, G. W. Kamerman, L. M. W. Thomas, and E. J. Spillar, Eds., vol. 9465, International Society for Optics and Photonics. SPIE, 2015, pp. 267 – 273. [Online]. Available : <https://doi.org/10.1117/12.2189315>
- [64] J. J. Liu, B. L. Stann, K. K. Klett, P. S. Cho, and P. M. Pellegrino, "Mid and long-wave infrared free-space optical communication," in *Laser Communication and Propagation through the Atmosphere and Oceans VIII*, J. P. Bos, A. M. J. van Eijk, and S. Hammel, Eds., vol. 11133, International Society for Optics and Photonics. SPIE, 2019, pp. 1 – 18. [Online]. Available : <https://doi.org/10.1117/12.2530969>

- [65] A. Delga and L. Leviandier, “Free-space optical communications with quantum cascade lasers,” in *Quantum Sensing and Nano Electronics and Photonics XVI*, M. Razeghi, J. S. Lewis, E. Tournié, and G. A. Khodaparast, Eds., vol. 10926, International Society for Optics and Photonics. SPIE, 2019, pp. 140 – 155. [Online]. Available : <https://doi.org/10.1117/12.2515651>
- [66] M. S. Vitiello, G. Scalari, B. Williams, and P. De Natale, “Quantum cascade lasers : 20 years of challenges,” *Optics Express*, vol. 23, no. 4, p. 5167, 2015.
- [67] X. Pang, O. Ozolins, R. Schatz, J. Storck, A. Udalcovs, J. R. Navarro, A. Kakkar, G. Maisons, M. Carras, G. Jacobsen, S. Popov, and S. Lourdudoss, “Gigabit free-space multi-level signal transmission with a mid-infrared quantum cascade laser operating at room temperature,” *Optics Letters*, vol. 42, no. 18, p. 3646, 2017.
- [68] M. N. Zervas and C. A. Codemard, “High power fiber lasers : A review,” *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics*, vol. 20, no. September 2014, 2016.
- [69] Y. Kowada and D. E. Ellis, “Application of the embedded cluster method to the electronic state of silicate glasses,” *Advances in Quantum Chemistry*, vol. 29, no. C, pp. 233–251, 1998.
- [70] G. P. Agrawal, *Fiber-Optic Communication Systems*, 4th ed. John Wiley & Sons, 2012.
- [71] Y. Tamura, H. Sakuma, K. Morita, M. Suzuki, Y. Yamamoto, K. Shimada, Y. Honma, K. Sohma, T. Fujii, and T. Hasegawa, “The first 0.14-dB/km loss optical fiber and its impact on submarine transmission,” *Journal of Lightwave Technology*, vol. 36, no. 1, pp. 44–49, 2018.
- [72] M. D. Shinn, W. a. Sibley, M. G. Drexhage, and R. N. Brown, “Optical transitions of Er^{3+} ions in fluorozirconate glass,” *Physical Review B*, vol. 27, no. 11, pp. 6635–6648, 1983.
- [73] Z. S. Sacks, Z. Schiffer, and D. David, “Long wavelength operation of double-clad Tm:silica fiber lasers,” *Fiber Lasers IV : Technology, Systems, and Applications*, vol. 6453, no. February 2007, p. 645320, 2007.
- [74] S. Cozic, S. Poulain, and M. Poulain, “Low loss fluoride optical fibers : Fabrication and applications,” *Optics InfoBase Conference Papers*, vol. Part F111-SOF 2018, pp. 2–3, 2018.
- [75] W. H. Kim, V. Q. Nguyen, L. B. Shaw, L. E. Busse, C. Florea, D. J. Gibson, R. R. Gattass, S. S. Bayya, F. H. Kung, G. D. Chin, R. E. Miklos, I. D. Aggarwal, and J. S. Sanghera, “Recent progress in chalcogenide fiber technology at NRL,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 431, pp. 8–15, 2016.

- [76] A. Akella, E. A. Downing, and L. Hesselink, “New fluorindate glass compositions,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 213 & 214, pp. 1–5, 1997.
- [77] R. Kobliska and S. Solin, “Raman spectrum of vitreous As_2S_3 ,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 8-10, pp. 191–195, jun 1972. [Online]. Available : <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0022309372901354>
- [78] J. Freitas, U. Strom, and D. Treacy, “Raman scattering of the mixed chalcogenide glass system $\text{As}_2\text{S}_x\text{Se}_{3-x}$,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 59-60, pp. 875–878, dec 1983. [Online]. Available : <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0022309383903095>
- [79] Y. Messaddeq, A. Delben, M. Boscolo, M. Aergarter, A. Soufiane, and M. Poulain, “New fluorindate glass compositions,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 161, pp. 210–212, 1993.
- [80] S. Aasland and T. Grande, “Crystallization of ZBLAN glass,” *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 79, no. 8, pp. 2205–2206, aug 1996. [Online]. Available : <http://doi.wiley.com/10.1111/j.1151-2916.1996.tb08961.x>
- [81] L. Zhang, F. Gan, and P. Wang, “Evaluation of refractive-index and material dispersion in fluoride glasses,” *Applied Optics*, vol. 33, no. 1, pp. 50–56, 1994.
- [82] M. Poulain, “Fluoride glass composition and processing,” in *Fluoride Glass Fiber Optics*, I. D. AGGARWAL and G. LU, Eds. Elsevier, 1991, pp. 1–35. [Online]. Available : <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/C20130102747https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B978012044505950005X>
- [83] J. Málek, “Dilatometric study of structural relaxation in arsenic sulfide glass,” *Thermochimica Acta*, vol. 311, no. 1-2, pp. 183–198, 1998.
- [84] J. R. Bosnell and J. A. Savage, “Differential thermal analysis, structure and switching of thin chalcogenide films,” *Journal of Materials Science*, vol. 7, no. 11, pp. 1235–1243, 1972.
- [85] M. Maklad, R. Mohr, R. Howard, P. Macedo, and C. Moynihan, “Multiphonon absorption in As_2S_3 - As_2Se_3 glasses,” *Solid State Communications*, vol. 15, no. 5, pp. 855–858, sep 1974. [Online]. Available : <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0038109874906796>
- [86] M. Poulain and M. Poulain, “Multicomponent fluoride glasses,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 213-214, pp. 40–43, 1997.

- [87] O. Henderson-Sapir, S. D. Jackson, and D. Ottaway, "Versatile and widely tunable mid-infrared erbium doped ZBLAN fiber laser," *Optics letters*, vol. 41, no. 7, pp. 1676–1679, 2016.
- [88] F. Maes, V. Fortin, M. Bernier, and R. Vallée, "Quenching of 3.4 μm dual-wavelength pumped erbium doped fiber lasers," *IEEE Journal of Quantum Electronics*, vol. 53, no. 2, pp. 1–8, 2017.
- [89] F. Maes, V. Fortin, M. Bernier, and R. Vallée, "5.6 W monolithic fiber laser at 3.55 μm ," *Optics Letters*, vol. 42, no. 11, pp. 2054 – 2057, 2017.
- [90] F. Maes, C. Stihler, L.-P. Pleau, V. Fortin, J. Limpert, M. Bernier, and R. Vallée, "3.42 μm lasing in heavily-erbium-doped fluoride fibers," *Optics Express*, vol. 27, no. 3, p. 2170, feb 2019. [Online]. Available : <https://www.osapublishing.org/abstract.cfm?URI=oe-27-3-2170>
- [91] A. Boutarfaia and M. Poulain, "New stable fluoroindate glasses," *Solid State Ionics*, vol. 144, no. 1-2, pp. 117–121, 2001.
- [92] F. Maes, V. Fortin, S. Poulain, M. Poulain, J.-Y. Carrée, M. Bernier, and R. Vallée, "Room-temperature fiber laser at 3.92 μm ," *Optica*, vol. 5, no. 7, pp. 761–764, 2018.
- [93] D. Tran, R. Ginther, and G. Sigel, "Fluorozirconate glasses with improved viscosity behavior for fiber drawing," *Materials Research Bulletin*, vol. 17, no. 9, pp. 1177–1184, sep 1982. [Online]. Available : <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0025540882900666>
- [94] T. C. Ong, T. A. Steinberg, E. Jaatinen, and J. Bell, "Semi-empirical estimation of the attenuation loss for amorphous ZBLAN glass," *Optical and Quantum Electronics*, vol. 51, no. 8, 2019.
- [95] P. K. Singh and D. K. Dwivedi, "Chalcogenide glass : Fabrication techniques, properties and applications," *Ferroelectrics*, vol. 520, no. 1, pp. 256–273, 2017.
- [96] J. S. Sanghera and I. D. Aggarwal, "Active and passive chalcogenide glass optical fibers for IR applications : A review," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 256, pp. 6–16, 1999.
- [97] T. Schweizer, B. N. Samson, R. C. Moore, D. W. Hewak, and D. N. Payne, "Rare-earth doped chalcogenide glass fibre laser," *Electronics Letters*, vol. 33, no. 5, pp. 414–416, 1997.
- [98] J. A. Buck, *Fundamentals of Optical Fibers*, 2nd ed., B. E. A. Saleh, Ed. Hoboken, New Jersey : Wiley-Interscience, 2004.

- [99] T. Kogo, M. Onishi, H. Kanamori, and H. Yokota, "Characterization of fluoride glasses for single-mode optical fibers with large refractive index difference," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 161, no. C, pp. 169–172, 1993.
- [100] H. Zellmer, A. Tünnermann, H. Welling, and V. Reichel, "Double-clad fiber laser with 30 w output power," in *Optical Amplifiers and Their Applications*. Optical Society of America, 1997, p. FAW18. [Online]. Available : <http://www.osapublishing.org/abstract.cfm?URI=OAA-1997-FAW18>
- [101] M. J. Weber, "Lanthanide and actinide lasers," in *Lanthanide and Actinide Chemistry and Spectroscopy*, sep 1980, pp. 275–311. [Online]. Available : <http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/bk-1980-0131.ch014><https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/bk-1980-0131.ch014>
- [102] P. P. Sorokin and M. J. Stevenson, "Stimulated infrared emission from trivalent uranium," *Physical Review Letters*, vol. 5, no. 12, pp. 557–559, 1960.
- [103] D. Meichenin, F. Auzel, S. Hubert, E. Simoni, M. Louis, and J. Y. Gesland, "New room temperature CW laser at 2.82 μm : $\text{U}^{3+}:\text{LiYF}_4$," *Electronics Letters*, vol. 30, no. 16, pp. 1309–1311, 1994.
- [104] J. Lambard and H. Poignant, " U^{3+} -doped bulk and fibre fluoride glasses," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 161, no. C, pp. 286–289, 1993.
- [105] M. J. F. Digonnet, *Rare-Earth-Doped Fiber Lasers and Amplifiers, Revised and Expanded*, 2nd ed. CRC Press, 2001.
- [106] M. P. Hehlen, M. G. Brik, and K. W. Krämer, "50th anniversary of the Judd-Ofelt theory : An experimentalist's view of the formalism and its application," *Journal of Luminescence*, vol. 136, pp. 221–239, 2013.
- [107] B. R. Judd, "Optical absorption intensities of rare-earth ions," *Physical Review*, vol. 127, no. 3, pp. 750–761, aug 1962. [Online]. Available : <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRev.127.750>
- [108] G. S. Ofelt, "Intensities of crystal spectra of rare-earth ions," *The Journal of Chemical Physics*, vol. 37, no. 3, pp. 511–520, 1962.
- [109] V. K. Bogdanov, "Energy exchange processes in erbium-doped fluoride glasses," Ph.D. dissertation, Victoria University, 1999.
- [110] M. Pollnau, E. Heumann, and G. Huber, "Time-resolved spectra of excited-state absorption in Er^{3+} doped YAlO_3 ," *Applied Physics A Solids and Surfaces*, vol. 54, no. 5, pp. 404–410, 1992.

- [111] O. Henderson-Sapir, A. Malouf, N. Bawden, J. Munch, S. Jackson, and D. J. Ottaway, "Recent advances in 3.5 μm erbium doped mid-infrared fiber lasers," *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics*, vol. 23, no. 3, 2017. [Online]. Available : <http://ieeexplore.ieee.org/document/7586117/>
- [112] B. F. Aull and H. P. Jenssen, "Vibronic interactions in Nd:YAG resulting in nonreciprocity of absorption and stimulated emission cross sections," *IEEE Journal of Quantum Electronics*, vol. 18, no. 5, pp. 925–930, 1982.
- [113] T. Schweizer, B. N. Samson, J. R. Hector, W. S. Brocklesby, D. W. Hewak, and D. N. Payne, "Infrared emission from holmium doped gallium lanthanum sulphide glass," *Infrared Physics and Technology*, vol. 40, pp. 329–335, 1999.
- [114] D. E. McCumber, "Einstein relations connecting broadband emission and absorption spectra," *Physical Review*, vol. 136, no. 4A, pp. 16–19, 1964.
- [115] W. J. Miniscalco and R. S. Quimby, "General procedure for the analysis of Er^{3+} cross sections," *Optics Letters*, vol. 16, no. 4, pp. 258–260, 1991.
- [116] R. M. Martin, "Reciprocity between emission and absorption for rare earth ions in glass," Ph.D. dissertation, Worcester Polytechnic Institute, 2006.
- [117] L. A. Riseberg and H. W. Moos, "Multiphonon orbit-lattice relaxation of excited states of rare-earth ions in crystals," *Physical Review*, vol. 174, no. 2, pp. 429–438, 1968.
- [118] H. Többen, "CW Lasing at 3.45 μm in Er^{3+} -doped fluorozirconate fibres," *Frequenz*, vol. 45, no. 9-10, pp. 250–252, 1991.
- [119] R. Reisfeld and C. K. Jørgensen, "Chapter 58 excited state phenomena in vitreous materials," in *Handbook on the Physics and Chemistry of Rare Earths*. Elsevier, 1987, vol. 9, pp. 1 – 90. [Online]. Available : <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0168127387090044>
- [120] R. K. Watts and H. J. Richter, "Diffusion and transfer of optical excitation in $\text{YF}_3 : \text{Yb}, \text{Ho}$," *Physical Review B*, vol. 6, no. 4, pp. 1584–1589, aug 1972. [Online]. Available : <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.6.1584>
- [121] M. Inokuti and F. Hirayama, "Influence of energy transfer by the exchange mechanism on donor luminescence," *The Journal of Chemical Physics*, vol. 43, no. 6, pp. 1978–1989, 1965.
- [122] M. Yokota and O. Tanimoto, "Effects of diffusion on energy transfer by resonance," *Journal of the Physical Society of Japan*, vol. 22, no. 3, pp. 779–784, mar 1967. [Online]. Available : <http://journals.jps.jp/doi/10.1143/JPSJ.22.779>

- [123] M. Pollnau and S. D. Jackson, “Energy recycling versus lifetime quenching in erbium-doped 3 micron fiber lasers,” *Journal of Quantum Electronics*, vol. 38, no. 2, pp. 162–169, 2002.
- [124] D. L. Dexter, “A theory of sensitized luminescence in solids,” *The Journal of Chemical Physics*, vol. 21, no. 5, pp. 836–850, 1953.
- [125] V. K. Bogdanov, D. J. Booth, W. E. K. Gibbs, J. S. Javorniczky, P. J. Newman, and D. R. MacFarlane, “Population dynamics in Er³⁺-doped fluoride glasses,” *Physical Review B*, vol. 63, no. 20, pp. 1–15, 2001. [Online]. Available : <http://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.63.205107>
- [126] I. Carrasco, L. Laversenne, S. Bigotta, A. Toncelli, M. Tonelli, A. I. Zaguminyi, and M. Polnau, “Super-quadratic upconversion luminescence among lanthanide ions,” *Optics Express*, vol. 27, no. 23, pp. 33 217–33 232, 2019.
- [127] H. K. Choi and C. A. Wang, “InGaAs/AlGaAs strained single quantum well diode lasers with extremely low threshold current density and high efficiency,” *Applied Physics Letters*, vol. 57, no. 4, pp. 321–323, 1990.
- [128] M. Kelemen, J. Gilly, P. Friedmann, S. Hilzensauer, L. Ogradowski, H. Kissel, and J. Biesenbach, “Diode lasers optimized in brightness for fiber laser pumping,” in *High-Power Diode Laser Technology XVI*, M. S. Zediker, Ed., vol. 10514, International Society for Optics and Photonics. SPIE, 2018, pp. 69 – 76. [Online]. Available : <https://doi.org/10.1117/12.2290030>
- [129] Thorlabs, “BL976-PAG900 BL976-PAG900 - 976 nm, 900 mW, Butterfly FBG-Stabilized Laser, PM Fiber, FC/APC,” p. 1, 2019. [Online]. Available : <https://www.thorlabs.com/thorproduct.cfm?partnumber=BL976-PAG900>
- [130] F. Gonthier, L. Martineau, N. Azami, M. Faucher, F. Seguin, D. Stryckman, and A. Villeneuve, “High-power all-Fiber components : the missing link for high-power fiber lasers,” in *Fiber Lasers : Technology, Systems, and Applications*, L. N. Durvasula, Ed., vol. 5335, International Society for Optics and Photonics. SPIE, 2004, pp. 266 – 276. [Online]. Available : <https://doi.org/10.1117/12.548946>
- [131] BWT, “976nm 25W Wavelength-Stabilized High Brightness Diode Laser,” 2019. [Online]. Available : <http://file.bwt-bj.com/upfile/20140410030056.pdf>
- [132] A. Sincore, J. D. Bradford, J. Cook, L. Shah, and M. C. Richardson, “High average power thulium-doped silica fiber lasers : Review of systems and concepts,” *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics*, vol. 24, no. 3, pp. 1–8, 2018.

- [133] G. Frith, D. Lancaster, and S. Jackson, “85 W Tm³⁺-doped silica fibre laser,” *Electronics Letters*, vol. 41, no. 12, p. 687, 2005. [Online]. Available : <https://digital-library.theiet.org/content/journals/10.1049/el{ }20051207>
- [134] T. Ehrenreich, R. Leveille, I. Majid, K. Tankala, G. Rines, and P. Moulton, “1-kW, all-Glass Tm :fiber laser,” in *SPIE Photonics West 2010 : LASE, Fibre Lasers VII : Technology, Systems and Applications, Conference 7850*, 2010.
- [135] T. Walbaum, M. Heinzig, T. Schreiber, R. Eberhardt, and A. Tünnermann, “Monolithic thulium fiber laser with 567 W output power at 1970 nm,” *Optics Letters*, vol. 41, no. 11, p. 2632, 2016. [Online]. Available : <https://www.osapublishing.org/abstract.cfm?URI=ol-41-11-2632>
- [136] NLight, “element® e18 Fiber Coupled Diode Laser,” 2019. [Online]. Available : <http://www.nlight.net/products/diode-lasers/120-element-e18-Fiber-Coupled-Diode-Laser>
- [137] T. Erdogan, “Fiber Grating Spectra,” *Journal of Lightwave Technology*, vol. 15, no. 8, pp. 1277–1294, 1997.
- [138] K. O. Hill and G. Meltz, “Fiber Bragg grating technology fundamentals and overview,” *Journal of Lightwave Technology*, vol. 15, no. 8, pp. 1263–1276, 1997.
- [139] M. Bernier, D. Faucher, R. Vallée, A. Saliminia, G. Androz, Y. Sheng, and S. L. Chin, “Bragg gratings photoinduced in ZBLAN fibers by femtosecond pulses at 800 nm,” *Optics Letters*, vol. 32, no. 5, pp. 454–456, 2007. [Online]. Available : <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/17392885{ }5Cnhttp://www.opticsinfobase.org/abstract.cfm?URI=ol-32-5-454>
- [140] E. Brown-dussault, “Atténuation d’effets non linéaires dans les lasers fibrés de haute puissance opérés en régime continu,” Master’s thesis, Université Laval, 2016.
- [141] A. Carter, B. N. Samson, K. Tankala, D. P. Machewirth, V. Khitrov, U. H. Manyam, F. Gonthier, and F. Seguin, “Damage mechanisms in components for fiber lasers and amplifiers,” *Laser-Induced Damage in Optical Materials : 2004*, vol. 5647, no. February 2005, p. 561, 2005.
- [142] R. H. Doremus, D. Murphy, N. P. Bansal, W. A. Lanford, and C. Burman, “Reaction of zirconium fluoride glass with water : kinetics of dissolution,” *Journal of Materials Science*, vol. 20, no. 12, pp. 4445–4453, 1985.
- [143] N. Caron, M. Bernier, D. Faucher, and R. Vallée, “Understanding the fiber tip thermal runaway present in 3 μm fluoride glass fiber lasers.” *Optics express*, vol. 20, no. 20, pp. 22 188–22 194, 2012. [Online]. Available : <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/23037367>

- [144] Y. O. Aydin, V. Fortin, M. Bernier, and R. Vallée, “Towards power scaling of 2.8 μm fiber lasers,” *Optics Letters*, vol. 43, no. 18, pp. 4542–4545, 2018.
- [145] L. Gomes, A. F. H. Librantz, and S. D. Jackson, “Energy level decay and excited state absorption processes in dysprosium-doped fluoride glass,” *Journal of Applied Physics*, vol. 107, no. 5, 2010.
- [146] M. R. Majewski and S. D. Jackson, “Highly efficient mid-infrared dysprosium fiber laser,” *Optics Letters*, vol. 41, no. 10, pp. 2173–2176, 2016. [Online]. Available : <http://www.osapublishing.org/viewmedia.cfm?uri=ol-41-10-2173&seq=0&html=true>
- [147] S. D. Jackson, “Continuous wave 2.9 microns dysprosium-doped fluoride fiber laser,” *Applied Physics Letters*, vol. 83, no. 7, pp. 1316–1318, 2003.
- [148] R. I. Woodward, M. R. Majewski, G. Bharathan, D. D. Hudson, A. Fuerbach, and S. D. Jackson, “Watt-level dysprosium fiber laser at 3.15 μm with 73% slope efficiency,” *Optics Letters*, vol. 43, no. 7, pp. 1471–1474, 2018.
- [149] M. R. Majewski, R. I. Woodward, and S. D. Jackson, “Dysprosium-doped ZBLAN fiber laser tunable from 2.8 μm to 3.4 μm , pumped at 1.7 μm ,” *Optics Letters*, vol. 43, no. 5, p. 971, 2018.
- [150] M. R. Majewski, R. I. Woodward, J.-Y. Carrée, S. Poulain, M. Poulain, and S. D. Jackson, “Emission beyond 4 μm and mid-infrared lasing in a dysprosium-doped indium fluoride (InF_3) fiber,” *Optics Letters*, vol. 43, no. 8, p. 1926, apr 2018. [Online]. Available : <https://www.osapublishing.org/abstract.cfm?URI=ol-43-8-1926>
- [151] L. Sojka, L. Pajewski, M. Popenda, E. Beres-Pawlik, S. Lamrini, K. Markowski, T. Osuch, T. M. Benson, A. B. Seddon, and S. Sujecki, “Experimental investigation of mid-infrared laser action from Dy^{3+} doped fluorozirconate fiber,” *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 30, no. 12, pp. 1083–1086, jun 2018. [Online]. Available : <https://ieeexplore.ieee.org/document/8353461/>
- [152] R. Reisfeld, G. Katz, N. Spector, C. K. Jørgensen, C. Jacoboni, and R. De Pape, “Optical transition probabilities of Er^{3+} in fluoride glasses,” *Journal of Solid State Chemistry*, vol. 41, no. 3, pp. 253–261, 1982.
- [153] O. Henderson-Sapir, “Development of dual-wavelength pumped mid-infrared fibre laser,” Ph.D. dissertation, University of Adelaide, 2015.
- [154] Y. D. Huang, M. Mortier, and F. Auzel, “Stark level analysis for Er^{3+} -doped ZBLAN glass,” *Optical Materials*, vol. 17, no. 4, pp. 501–511, 2001.

- [155] R. S. Quimby, W. J. Miniscalco, and B. Thompson, "Excited state absorption at 980 nm in erbium doped glass," *Fiber Laser Sources and Amplifiers III*, vol. 1581, pp. 72–79, 1991.
- [156] A. Malouf, O. Henderson-Sapir, M. Gorjan, and D. J. Ottaway, "Numerical modeling of 3.5 μm dual-wavelength pumped erbium-doped mid-infrared fiber lasers," *IEEE Journal of Quantum Electronics*, vol. 52, no. 11, pp. 1–12, 2016.
- [157] V. Fortin, F. Maes, M. Bernier, S. Toubou Bah, M. D'Auteuil, and R. Vallée, "Watt-level erbium-doped all-fiber laser at 3.44 μm ," *Optics Letters*, vol. 41, no. 3, pp. 559–562, 2016.
- [158] W. Hofle and H. Tobben, "Analysis, measurement and optimization of threshold power of 3.5 μm ZBLAN-glass fiber lasers," *International Journal of Infrared and Millimeter Waves*, vol. 14, no. 7, pp. 1407–1424, 1993.
- [159] O. Henderson-Sapir, J. Munch, and D. J. Ottaway, "Wavelength tunable mid-infrared Er^{3+} :ZBLAN fiber laser at 3.5 μm using dual Wavelength pumping," *2015 Conference on Lasers and Electro-Optics (CLEO)*, pp. 1–2, 2015.
- [160] Z. Qin, G. Xie, J. Ma, P. Yuan, and L. Qian, "Mid-infrared Er :ZBLAN fiber laser reaching 3.68 μm wavelength," *Chinese Optics Letters*, vol. 15, no. 11, p. 4, 2017. [Online]. Available : <http://col.osa.org/abstract.cfm?URI=col-15-11-111402>
- [161] C. Zhang, J. Wu, P. Tang, C. Zhao, and S. Wen, " 3.5 μm Er^{3+} :ZBLAN fiber laser in dual-end pumping regime," *IEEE Access*, vol. 7, pp. 147 238–147 243, 2019.
- [162] Z. Qin, T. Hai, G. Xie, M. Jingui, P. Yuan, L. Qian, L. Li, L. Zhao, and D. Shen, "Black phosphorus Q-switched and mode-locked mid-infrared Er^{3+} :ZBLAN fiber laser at 3.5 μm wavelength," *Optics Express*, vol. 26, no. 7, pp. 8224–8231, 2018.
- [163] F. Jobin, V. Fortin, F. Maes, M. Bernier, and R. Vallée, "Gain-switched fiber laser at 3.55 μm ," *Optics Letters*, vol. 43, no. 8, p. 1770, 2018.
- [164] N. Bawden, H. Matsukuma, O. Henderson-Sapir, E. Klantsataya, S. Tokita, and D. J. Ottaway, "Actively Q-switched dual-wavelength pumped Er^{3+} :ZBLAN fiber laser at 3.47 μm ," *Optics Letters*, vol. 43, no. 11, pp. 2724–2727, 2018. [Online]. Available : <https://www.osapublishing.org/abstract.cfm?URI=ol-36-15-2812>
- [165] L. Wetenkamp, G. F. West, and H. Többen, "Optical properties of rare earth-doped ZBLAN glasses," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 140, no. C, pp. 35–40, 1992.
- [166] L. Gomes, V. Fortin, M. Bernier, R. Vallée, S. Poulain, M. Poulain, and S. D. Jackson, "The basic spectroscopic parameters of Ho^{3+} -doped fluoroindate glass for

- emission at 3.9 μm ,” *Optical Materials*, vol. 60, pp. 618–626, 2016. [Online]. Available : <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925346716304256>
- [167] L. Gomes, V. Fortin, M. Bernier, F. Maes, R. Vallée, S. Poulain, M. Poulain, and S. D. Jackson, “Excited state absorption and energy transfer in Ho^{3+} -doped indium fluoride glass,” *Optical Materials*, vol. 66, pp. 519–526, 2017. [Online]. Available : <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925346717301180>
- [168] A. F. H. Librantz, S. D. Jackson, F. H. Jagosich, L. Gomes, G. Poirier, S. J. L. Ribeiro, and Y. Messaddeq, “Excited state dynamics of the Ho^{3+} ions in holmium singly doped and holmium, praseodymium-codoped fluoride glasses,” *Journal of Applied Physics*, vol. 101, no. 12, 2007.
- [169] R. Stutz, H. C. Miller, K. M. Dinndorf, A. Cassanho, and H. P. Jenssen, “High-pulse-energy 3.9 μm lasers in $\text{Ho}:\text{BYF}$,” in *Solid State Lasers XIII : Technology and Devices*, R. Scheps and H. J. Hoffman, Eds., vol. 5332, International Society for Optics and Photonics. SPIE, 2004, pp. 111 – 119. [Online]. Available : <https://doi.org/10.1117/12.538417>
- [170] A. Berrou, C. Kieleck, and M. Eichhorn, “Mid-infrared lasing from Ho^{3+} in bulk InF_3 glass,” *Optics Letters*, vol. 40, no. 8, pp. 1699–1701, 2015. [Online]. Available : <http://ol.osa.org/abstract.cfm?URI=ol-40-8-1699>
- [171] L. Esterowitz, R. C. Eckardt, and R. E. Allen, “Long-wavelength stimulated emission via cascade laser action in $\text{Ho}:\text{YLF}$,” *Applied Physics Letters*, vol. 35, pp. 236–239, 1979.
- [172] J. Schneider, “Superfluorescent fiber source at 3.9 μm in the attenuation minimum of the atmospheric window 3 - 5 μm ,” *International Journal of Infrared and Millimeter Waves*, vol. 16, no. 1, pp. 75–82, 1995.
- [173] O. Oyebola, U. Hömmerich, E. Brown, S. B. Trivedi, A. G. Bluiett, and J. M. Zavada, “Growth and optical spectroscopy of Ho -doped KPB_2Cl_5 for infrared solid-state lasers,” *Journal of Crystal Growth*, vol. 312, pp. 1154–1156, 2010.
- [174] B. Zhou, T. Wei, M. Cai, Y. Tian, J. Zhou, D. Deng, S. Xu, and J. Zhang, “Observation of mid-infrared 4 μm emission in Ho^{3+} -doped fluoroaluminate glasses,” *Photonics*, vol. 27, no. 9, pp. 959–962, 2015.
- [175] A. M. Tabirian, S. C. Buchter, H. P. Jenssen, and A. Cassanho, “Efficient, room temperature cascade laser action at 1.4 μm and 3.9 μm in $\text{Ho}:\text{BaY}_2\text{F}_8$,” in *Conference on Lasers and Electro-Optics*. Baltimore, MD, USA, USA : OSA, 1999, p. CThJ2.
- [176] O. Henderson-Sapir, J. Munch, and D. J. Ottaway, “New energy-transfer upconversion process in $\text{Er}^{3+}:\text{ZBLAN}$ mid-infrared fiber lasers,” *Optics Express*, vol. 24, no. 7,

- pp. 6869–6883, 2016. [Online]. Available : <https://www.osapublishing.org/abstract.cfm?URI=oe-24-7-6869>
- [177] T. C. Ralph, A. J. Stevenson, C. M. Savage, and H.-A. Bachor, “High-power quenching resulting from pump excited-state absorption in an erbium-doped fiber laser.” *Optics Letters*, vol. 18, no. 14, pp. 1162–1164, 1993. [Online]. Available : <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/19823321>
- [178] J. Li and S. D. Jackson, “Numerical modeling and optimization of diode pumped heavily-erbium-doped fluoride fiber lasers,” *IEEE Journal of Quantum Electronics*, vol. 48, no. 4, pp. 454–464, 2012.
- [179] D. Marcuse, “Gaussian approximation of the fundamental modes of graded-index fibers,” *Journal of the Optical Society of America*, vol. 68, no. 2, p. 103, 1978.
- [180] S. Sujecki, “An efficient algorithm for steady state analysis of fibre lasers operating under cascade pumping scheme,” *International Journal of Electronics and Telecommunications*, vol. 60, no. 2, pp. 143–149, 2014.
- [181] P. S. Golding, S. D. Jackson, T. A. King, and M. Pollnau, “Energy transfer processes in Er^{3+} -doped and Er^{3+} , Pr^{3+} -codoped ZBLAN glasses,” *Physical Review B*, vol. 62, no. 2, pp. 856–864, 2000.
- [182] K. Yin, B. Zhang, G. Xue, L. Li, and J. Hou, “High-power all-fiber wavelength-tunable thulium doped fiber laser at 2 μm ,” *Optics Express*, vol. 22, no. 17, p. 19947, 2014. [Online]. Available : <https://www.osapublishing.org/oe/abstract.cfm?uri=oe-22-17-19947>
- [183] S. D. Jackson, “Towards high-power mid-infrared emission from a fibre laser,” *Nature Photonics*, vol. 6, no. 7, pp. 423–431, 2012.
- [184] M. Razeghi, N. Bandyopadhyay, Y. Bai, Q. Lu, and S. Slivken, “Recent advances in mid infrared (3-5 μm) Quantum Cascade Lasers,” *Optical Materials Express*, vol. 3, no. 11, pp. 1872–1884, 2013. [Online]. Available : <http://www.opticsinfobase.org/ome/abstract.cfm?URI=ome-3-11-1872>
- [185] M. Bernier, V. Fortin, M. El-Amraoui, Y. Messaddeq, and R. Vallée, “3.77 μm fiber laser based on cascaded Raman gain in a chalcogenide glass fiber.” *Optics letters*, vol. 39, no. 7, pp. 2052–5, 2014. [Online]. Available : <http://ol.osa.org/abstract.cfm?URI=ol-39-7-2052>
- [186] M. Ebrahim-Zadeh and S. Chaitanya Kumar, “Yb-fiber-laser-pumped continuous-wave frequency conversion sources from the mid-infrared to the ultraviolet,” *IEEE Journal on Selected Topics in Quantum Electronics*, vol. 20, no. 5, 2014.

- [187] D.-D. McAlevy Bubb and R. F. Haglund, “Resonant infrared pulsed laser ablation and deposition of thin polymer films,” in *Pulsed Laser Deposition of Thin Films*, R. Eason, Ed. Hoboken, NJ, USA : John Wiley & Sons, Inc., mar 2006, pp. 33–61. [Online]. Available : <http://doi.wiley.com/10.1002/9780470052129.ch2>
- [188] A. E. Klingbeil, J. B. Jeffries, and R. K. Hanson, “Temperature- and pressure-dependent absorption cross sections of gaseous hydrocarbons at 3.39 μm ,” *Measurement Science and Technology*, vol. 17, no. 7, pp. 1950–1957, 2006. [Online]. Available : <http://stacks.iop.org/0957-0233/17/i=7/a=038?key=crossref.42b1dca811a7660d74a82bea68379ea3>
- [189] M. Bernier, F. Trépanier, J. Carrier, and R. Vallée, “High mechanical strength fiber Bragg gratings made with infrared femtosecond pulses and a phase mask,” *Optics letters*, vol. 39, no. 12, pp. 3646–3649, 2014. [Online]. Available : <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/24978558>
- [190] R. Reisfeld, G. Katz, C. Jacoboni, R. D. E. Pape, and R. N. Brown, “The comparison of calculated transition probabilities with luminescence characteristics of erbium (III) in fluoride glasses and in the mixed yttrium-zirconium oxide crystal,” *Journal of Solid State Chemistry*, vol. 48, no. 3, pp. 323–332, 1983.
- [191] V. Fortin, F. Jobin, M. Larose, M. Bernier, and R. Vallée, “10-W-level monolithic dysprosium-doped fiber laser at 3.24 μm ,” *Optics Letters*, vol. 44, no. 3, p. 491, feb 2019. [Online]. Available : <https://www.osapublishing.org/abstract.cfm?URI=ol-44-3-491>
- [192] Le Verre Fluoré website, “Discover our range of fluoride fibers,” Le Verre Fluoré, 2018. [Online]. Available : <http://leverrefluore.com/products/ir-fibers/>
- [193] S. Luo, R. Soulard, R. Moncorgé, C. Labbé, J.-L. Doualan, H. Xu, Z. Cai, A. Braud, and P. Camy, “Simulation of dual-wavelength pumped 3.5 μm CW laser operation of Er:CaF₂ in waveguide configuration,” *High-Brightness Sources and Light-driven Interactions*, p. JT5A.12, 2018. [Online]. Available : <http://www.osapublishing.org/abstract.cfm?URI=HILAS-2018-JT5A.12>
- [194] S. J. Mihailov, D. Grobnic, C. W. Smelser, P. Lu, R. B. Walker, and H. Ding, “Bragg grating inscription in various optical fibers with femtosecond infrared lasers and a phase mask,” *Optical Materials Express*, vol. 1, no. 4, pp. 754–765, 2011. [Online]. Available : <https://www.osapublishing.org/ome/abstract.cfm?uri=ome-1-4-754>
- [195] C. Jauregui, T. Eidam, J. Limpert, and A. Tünnermann, “The impact of modal interference on the beam quality of high-power fiber amplifiers,” *Optics Express*, vol. 19, no. 4, pp. 3258–3271, 2011. [Online]. Available : <https://www.osapublishing.org/oe/abstract.cfm?uri=oe-19-4-3258>

- [196] D. J. Richardson, J. Nilsson, and W. A. Clarkson, “High power fiber lasers : current status and future perspectives [Invited],” *Journal of the Optical Society of America B*, vol. 27, no. 11, pp. B63–B92, 2010. [Online]. Available : <https://www.osapublishing.org/abstract.cfm?URI=josab-27-11-B63>
- [197] V. Fortin, M. Bernier, S. T. Bah, and R. Vallée, “30 W fluoride glass all-fiber laser at 2.94 μm ,” *Optics Letters*, vol. 40, no. 12, pp. 2882–2885, 2015. [Online]. Available : <http://ol.osa.org/abstract.cfm?URI=ol-40-12-2882>
- [198] D. Piatkowski, K. Wisniewski, M. Rozanski, C. Koepke, M. Kaczkan, M. Klimczak, R. Pyramidowicz, and M. Malinowski, “Excited state absorption spectroscopy of ZBLAN :Ho³⁺ glass — experiment and simulation,” *Journal of Physics : Condensed Matter*, vol. 20, no. 15, p. 155201, 2008. [Online]. Available : <http://iopscience.iop.org/0953-8984/20/15/155201>
- [199] D. Faucher, M. Bernier, G. Androz, N. Caron, and R. Vallée, “20 W passively cooled single-mode all-fiber laser at 2.8 μm ,” *Optics Letters*, vol. 36, no. 7, p. 1104, apr 2011. [Online]. Available : <https://www.osapublishing.org/abstract.cfm?URI=ol-36-7-1104>
- [200] W. Shi, Q. Fang, X. Zhu, R. A. Norwood, and N. Peyghambarian, “Fiber lasers and their applications,” *Appl. Opt.*, vol. 53, no. 28, pp. 6554–6568, Oct 2014.
- [201] E. A. Shcherbakov, V. V. Fomin, A. A. Abramov, A. A. Ferin, D. V. Mochalov, and V. P. Gapontsev, “Industrial grade 100 kW power CW fiber laser,” in *Advanced Solid-State Lasers Congress*. Optical Society of America, 2013, p. ATh4A.2.
- [202] J. Habel, T. Boilard, J. S. Frenière, F. Trépanier, and M. Bernier, “Femtosecond FBG written through the coating for sensing applications,” *Sensors*, vol. 17, no. 11, p. 2519, 2017.
- [203] Heraeus, “Datasheet, Specialty fiber preforms for the most demanding applications,” <https://www.heraeus.com>, 2018.
- [204] H. Li, J. Lousteau, W. N. Macpherson, X. Jiang, H. T. Bookey, J. S. Barton, A. Jha, and A. K. Kar, “Thermal sensitivity of tellurite and germanate optical fibers,” *Optics Express*, vol. 15, no. 14, pp. 8857–8863, 2007.
- [205] Shasta Crystals, “Product Catalog,” 2018.
- [206] S. Jiang and J. Wang, “Method of fusion splicing silica fiber with low-temperature multi-component glass fiber,” 2004, U.S. patent 6,705,771.
- [207] R. Carbonnier and W. Zheng, “New approach for high reliability, low loss splicing between silica and ZBLAN fibers,” in *Components and Packaging for Laser Systems IV*, A. L. Glebov and P. O. Leisher, Eds., vol. 10513, International Society

- for Optics and Photonics. SPIE, 2018, pp. 229 – 237. [Online]. Available : <https://doi.org/10.1117/12.2286353>
- [208] K. Yin, B. Zhang, J. Yao, L. Yang, S. Chen, and J. Hou, “Highly stable, monolithic, single-mode mid-infrared supercontinuum source based on low-loss fusion spliced silica and fluoride fibers,” *Optics Letters*, vol. 41, no. 5, pp. 946–949, 2016.
- [209] R. Thapa, R. R. Gattass, V. Nguyen, G. Chin, D. Gibson, W. Kim, L. B. Shaw, and J. S. Sanghera, “Low-loss, robust fusion splicing of silica to chalcogenide fiber for integrated mid-infrared laser technology development,” *Optics Letters*, vol. 40, no. 21, pp. 5074–5077, 2015.
- [210] T. Huang, Q. He, X. She, X. Shu, and C. Liu, “Study on thermal splicing of ZBLAN fiber to silica fiber,” *Optical Engineering*, vol. 55, no. 10, p. 106119, 2016.
- [211] Z. Zheng, D. Ouyang, J. Zhao, M. , S. Ruan, P. Yan, and J. Wang, “Scaling all-fiber mid-infrared supercontinuum up to 10 W-level based on thermal-spliced silica fiber and ZBLAN fiber,” *Photon. Res.*, vol. 4, no. 4, pp. 135–139, 2016.
- [212] R. Al-Mahrous, R. Caspary, and W. Kowalsky, “A thermal splicing method to join silica and fluoride fibers,” *Journal of Lightwave Technology*, vol. 32, no. 2, pp. 303–308, 2014.
- [213] R. Thapa, D. Gibson, R. R. Gattass, C. Askins, W. Kim, S. Bayya, L. B. Shaw, and J. S. Sanghera, “Fusion splicing of highly dissimilar YAG crystal fiber and silica fiber with reaction bonding,” *Optical Materials Express*, vol. 6, no. 8, pp. 2560–2566, 2016.
- [214] G. Frischat, B. Hueber, and B. Ramdohr, “Chemical stability of ZrF₄- and AlF₃-based heavy metal fluoride glasses in water,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 284, no. 1-3, pp. 105–109, 2001.
- [215] Y. O. Aydm, V. Fortin, D. Kraemer, A. Fraser, R. Vallée, and M. Bernier, “High-energy picosecond pulses from a 2850 nm fiber amplifier,” *Optics Letters*, vol. 43, no. 12, pp. 2748–2751, 2018.
- [216] S. Duval, J.-C. Gauthier, L.-R. Robichaud, P. Paradis, M. Olivier, V. Fortin, M. Bernier, M. Piché, and R. Vallée, “Watt-level fiber-based femtosecond laser source tunable from 2.8 to 3.6 μm ,” *Optics Letters*, vol. 41, no. 22, pp. 5294–5297, 2016.
- [217] J.-C. Gauthier, V. Fortin, S. Duval, R. Vallée, and M. Bernier, “In-amplifier mid-infrared supercontinuum generation,” *Optics Letters*, vol. 40, no. 22, pp. 5247–5250, 2015.
- [218] S. Duval, M. Bernier, V. Fortin, J. Genest, M. Piché, and R. Vallée, “Femtosecond fiber lasers reach the mid-infrared,” *Optica*, vol. 2, no. 7, pp. 623–626, 2015.

- [219] A. J. Moulson and J. P. Roberts, “Water in silica glass,” *Transaction of the Faraday Society*, vol. 57, pp. 1208–1216, 1960.
- [220] M. Tomozawa, H. Li, and K. Davis, “Water diffusion , oxygen vacancy annihilation and structural relaxation in silica glasses,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 179, pp. 162–169, 1994.
- [221] K. Davis, A. Agarwal, M. Tomozawa, and K. Hirao, “Quantitative infrared spectroscopic measurement of hydroxyl concentrations in silica glass,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 203, pp. 27–36, 1996.
- [222] X. Jiang, J. Lousteau, S. Shen, and A. Jha, “Fluorogermanate glass with reduced content of OH-groups for infrared fiber optics,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 355, pp. 2015–2019, 2009.
- [223] H. Knözinger and P. Ratnasamy, “Catalytic aluminas : surface models and characterization of surface sites,” *Catalysis Reviews Science and Engineering*, vol. 17, no. 1, pp. 31–70, 1978.
- [224] C. A. Schäfer, H. Uehara, D. Konishi, S. Hattori, H. Matsukuma, M. Murakami, S. Shimizu, and S. Tokita, “Fluoride-fiber-based side-pump coupler for high-power fiber lasers at 2.8 μm ,” *Optics Letters*, vol. 43, no. 10, pp. 2340–2343, 2018.
- [225] A. E. Kaloyeros, F. A. Jové, J. Goff, and B. Arkles, “Review—silicon nitride and silicon nitride-rich thin film technologies : trends in deposition techniques and related applications,” *ECS Journal of Solid State Science and Technology*, vol. 6, no. 10, pp. 691–714, 2017.
- [226] S. T. Bah, C. O. Ba, M. D’Auteuil, P. Ashrit, L. Sorelli, and R. Vallée, “Fabrication of TaO_xN_y thin films by reactive ion beam-assisted ac double magnetron sputtering for optical applications,” *Thin Solid Films*, vol. 615, pp. 351–357, 2016.
- [227] M. Józwik, P. Delobelle, C. Gorecki, A. Sabac, L. Nieradko, C. Meunier, F. Munnik, and M. Jo, “Optomechanical characterisation of compressively prestressed silicon oxynitride films deposited by plasma-enhanced chemical vapour deposition on silicon membranes,” *Thin Solid Films*, vol. 468, pp. 84–92, 2004.
- [228] C. A. Taylor and W. K. Chiu, “Characterization of CVD carbon films for hermetic optical fiber coatings,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 168, no. 1, pp. 1–11, 2003.
- [229] K.-H. Haas and H. Wolter, “Synthesis , properties and applications of inorganic – organic copolymers,” *Current Opinion in Solide State & Materials Science*, vol. 4, no. 1999, pp. 571–580, 1999.

- [230] D. A. Pinnow, G. D. Robertson, and J. A. Wysocki, "Reductions in static fatigue of silica fibers by hermetic jacketing," *Applied Physics Letters*, vol. 34, no. 1, pp. 17–19, 1979.
- [231] S. Jia, Z. Jia, C. Yao, L. Zhang, Y. Feng, G. Qin, Y. Ohishi, and W. Qin, "2875 nm lasing from Ho³⁺-doped fluoroindate glass fibers," *IEEE Photonics Technology Letters*, vol. 30, no. 4, pp. 323–326, feb 2018. [Online]. Available : <http://ieeexplore.ieee.org/document/8239839/>
- [232] R. E. Moynihan, "The molecular structure of perfluorocarbon polymers. Infrared studies on polytetrafluoroethylene," *Journal of the American Chemical Society*, vol. 81, no. 5, pp. 1045–1050, mar 1959. [Online]. Available : <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ja01514a009>
- [233] M. E. Koch, A. W. Kueny, and W. E. Case, "Photon avalanche upconversion laser at 644 nm," *Applied Physics Letters*, vol. 56, no. 12, pp. 1083–1085, 1990.
- [234] M. F. Joubert, "Photon avalanche upconversion in rare earth laser materials," *Optical Materials*, vol. 11, no. 2-3, pp. 181–203, 1999.
- [235] H. Scheife, "Praseodym-,Ytterbium-dotierter Upconversion-Faserlaser im roten Spektralbereich," Diploma thesis, Hamburg University, 1997.
- [236] P. Paradis, V. Fortin, Y. O. Aydin, R. Vallée, and M. Bernier, "10 W-level gain-switched all-fiber laser at 2.8 μm ," *Optics Letters*, vol. 43, no. 13, p. 3196, jul 2018. [Online]. Available : <https://www.osapublishing.org/abstract.cfm?URI=ol-43-13-3196>
- [237] T. Sumiyoshi and H. Sekita, "Dual-wavelength continuous-wave cascade oscillation at 3 and 2 μm with a holmium-doped fluoride-glass fiber laser," *Optics Letters*, vol. 23, no. 23, p. 1837, dec 1998. [Online]. Available : <https://www.osapublishing.org/abstract.cfm?URI=ol-23-23-1837>
- [238] Y. O. Aydın, V. Fortin, F. Maes, F. Jobin, S. D. Jackson, R. Vallée, and M. Bernier, "Diode-pumped mid-infrared fiber laser with 50% slope efficiency," *Optica*, vol. 4, no. 2, p. 235, feb 2017. [Online]. Available : <https://www.osapublishing.org/abstract.cfm?URI=optica-4-2-235>