

Congress : Photon 83.
Paris (FRANCE)
1983, 16-19 May.
CEA-CONF-- 6726

FR85011 54

403-21

1

6726

L4

COUPLEURS A FIBRES OPTIQUES POUR SPECTROPHOTOMETRIE
PERSPECTIVES POUR LA MESURE IN SITU EN LIGNE ET A DISTANCE

G. BOISDE - C. LINGER - G. CHEVALIER - J. J. PEREZ

Centre d'Etudes Nucléaires de Fontenay-aux-Roses (France)

Abstract

Fiber optic couplers have been developed specially for nuclear chemical spectrophotometric applications. Coupling devices are described for TELEPHOT[®] industrial photometers and different commercial spectrophotometer, as well as the probes and measurement cells employed.

The value of optical multiplexing is discussed for the time-sharing assignment of measurement instrument to several work stations.

Non nuclear applications in medical analysis are also mentioned, together with the possibilities offered by these devices for uses other than spectrophotometry.

Introduction

Réalisés principalement pour les besoins des télécommunications, les coupleurs à fibres optiques sont utilisés également en instrumentation et notamment dans le domaine de l'analyse spectrophotométrique où le CEA est intervenu dès 1974 avec des dispositifs de contrôle à distance des installations de Chimie Nucléaire [1].

En effet, le développement de dispositifs de couplage par fibres optiques, a permis de banaliser dans un 1^{er} temps l'emploi des spectrophotomètres pour les mesures en milieu radioactif.

A partir de ces expériences on s'est aperçu que ces dispositifs convenaient également au contrôle en ligne industriel, dans les installations où des appareils d'optique réputés fragiles n'avaient jamais pu être utilisés en exploitation.

Cependant, si la fibre optique constitue le vecteur idéal de transfert des photons, il n'en demeure pas moins qu'il a fallu développer et réaliser les couplages de cette fibre, avec la cellule de mesure d'une part, avec l'analyseur d'autre part.

Ce sont les caractéristiques de ces couplages qui vont être évoqués à partir d'exemples d'utilisation mis en oeuvre en chimie nucléaire.

Les différents éléments qui interviennent pour les mesures en enceinte radioactive sont illustrés en figure 1.

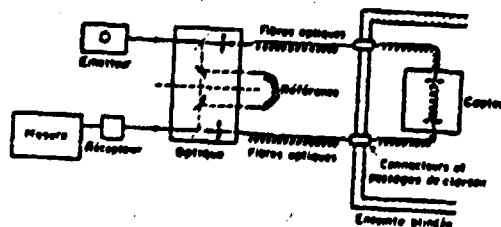


Figure 1. Principe d'une mesure à distance par fibres optiques.

on trouve les éléments suivants :

- un ensemble analytique émetteur-récepteur de lumière,
- une paire de fibres optiques avec ou sans connecteurs et passages de cloisons,

- une sonde ou cuve optique constituant le capteur. Dans certains cas, pour d'autres types de mesures comme la téléthermométrie, la fibre elle-même peut servir de capteur.
- une boucle de référence active ou passive.
 - Active, une cuve identique reçoit un produit de référence.
 - Passive, une fibre optique ou un faisceau de référence sert à équilibrer l'énergie lumineuse par rapport au circuit de mesure.

Rappel de spectrophotométrie.

L'analyse spectrophotométrique est basée sur la proportionnalité, à une longueur d'onde donnée, de l'absorbance d'une espèce chimique en solution avec sa concentration suivant la loi de BEER-LAMBERT :

$$A = \epsilon \cdot L \cdot C.$$

où A est l'absorbance, L le parcours optique (en cm), C la concentration et ϵ un coefficient d'extinction moléculaire lorsque la concentration est exprimée en moles.l⁻¹.

Les dispositifs colorimétriques les plus simples disposent d'une sélection de la bande spectrale par filtre interférentiel interchangeable. Les spectrophotomètres plus élaborés permettent une exploration spectrale continue par monochromateur à réseau.

Les mesures sont généralement réalisées au sommet des pics d'absorption caractéristiques de l'espèce à analyser, là où la variation du coefficient d'absorption moléculaire, donc l'erreur sur la mesure, est la plus faible. L'intérêt d'une mesure différentielle (par exemple entre un pic ou un flanc et une vallée d'absorption moléculaire) est d'éliminer un "bruit de fond" ou une turbidité supposé identique aux deux longueurs d'onde de mesure. La mesure d'une espèce dont le pic d'absorption est partiellement occulté par un "bruit de fond" variable est généralement obtenue grâce à la correction d'Allen [2], suivant :

$$A = A_2 - \frac{(A_1 + A_3)}{2}$$

On peut démontrer que l'absorbance résultante peut s'écrire, I étant les intensités lumineuses :

$$A = \text{Log} \frac{I_1}{I_2} + 1/2 \text{Log} \frac{I_3}{I_1}$$

Il est rare que le spectre d'absorption soit symétrique par rapport au pic, mais on peut démontrer la validité de sa généralisation quel que soit le choix des longueurs d'onde de mesure suivant l'équation :

$$A = KC = \text{Log} (I_2/I_1) + k \cdot \text{Log} (I_2/I_3).$$

Les dispositifs de couplage.

Les pertes de lumière observées dans les dispositifs spectrophotométriques proviennent des diverses connexions (coupleur-fibre optique, fibre optique-sonde de mesure, passages de cloison etc...) et du système de couplage sur le spectrophotomètre.

Ce dernier dispositif comporte les optiques de focalisation des faisceaux lumineux dans une monofibre de silice. Dans la figure 2 le spectre d'une fibre QSF - A 1000 est comparé avec celui de même fibre raccordée à la chaîne de mesure. On constate un effet de couplage important (plusieurs dizaines de db) dans les zones spectrales 700-900 nm et 970-1050 nm. On évalue les pertes totales de la chaîne à :

- 20 db avec passages de cloisons pour enceinte blindée,
- 14 à 15 db avec des passages presse-étoupe,
- 3 à 9 db lorsque la fibre est elle-même capteur, c'est-à-dire sans cuve optique.

Les pertes dues à la fibre (50 mètres par exemple) sont pratiquement négligeables (0,5db), celles de la sonde sont d'environ 6 db, celles des passages de cloisons de 6 db pour 2 ensembles, celles du coupleur de 5 db à l'entrée et 3 db à la sortie vers l'appareil de mesure. Si les zones spectrales utilisées pour les mesures sont des zones à forte atténuation, il conviendra d'en tenir compte car il y a risque de perte de résolution et de dynamique d'échelle. On peut intervenir si nécessaire, en renforçant la puissance de la source lumineuse, de préférence à l'amplification du signal.

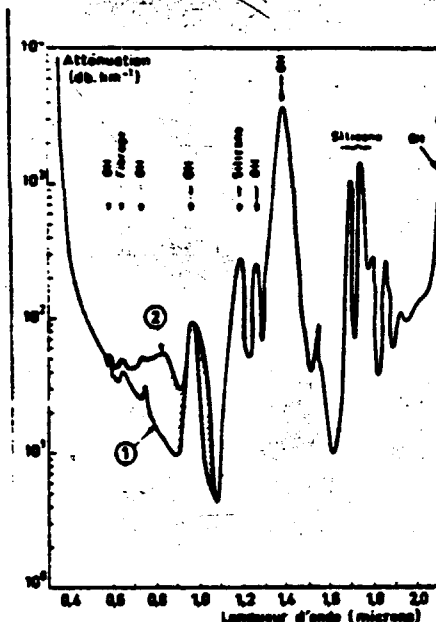


Figure 2. Atténuations spectrales comparées d'une QSF-A 1000 ① en boucle fermée, ② avec coupleur et cellule de mesure.

Dans le domaine de la chimie nucléaire la bande 800-900 nm est utilisée pour les mesures de précision des teneurs en plutonium des combustibles irradiés [3], [4]. L'espèce chimique mesurée (PuVI) ayant une structure fine d'absorption nécessite une résolution spectrale de l'ordre de 0,3 nm, aussi la qualité des coupleurs doit être particulièrement bonne.

Un autre exemple concerne le couplage d'une cuve optique de grand parcours telle que celles qui ont été développées au CEA [3]. On observe avec cette cuve une atténuation supplémentaire due aux réflexions multiples nécessaires pour atteindre, à partir de 3 ou 9 cm d'épaisseur apparente, 1 mètre de parcours réel (fig.3).

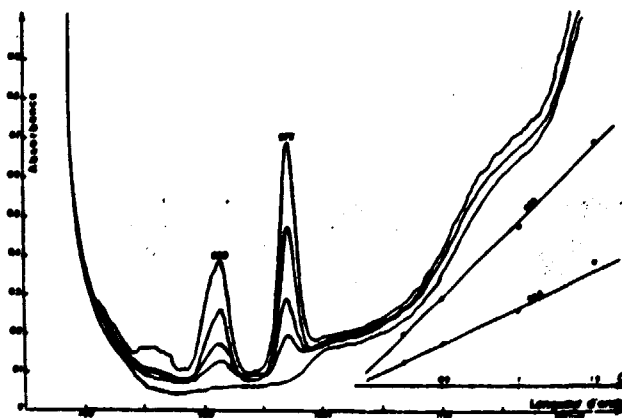


Figure 3. Spectre du néodyme avec une cellule de grand parcours optique (1 mètre). Spectrophotomètre Beckman DK2. Le front d'absorption I.R. provient du traitement multivex des miroirs.

Exemples de réalisations.

Les développements ont concerné 2 classes d'instruments.

Les photomètres à filtres interférentiels.

Les appareils dénommés TELEPHOT[®] ont été conçus spécifiquement pour l'analyse industrielle, à distance par fibres optiques, en multilongueurs d'onde. A 2 longueurs d'onde ils

permettent la déduction d'un bruit de fond fixe. A 3 longueurs d'onde ils réalisent la mesure avec correction pour les bruits de fond variables. Les composants (saucie, détecteur, connecteurs) ont donc été étudiés en fonction des utilisations. En courte distance (quelques mètres) par les applications non nucléaires on utilise des fibres de verre en faisceaux de diamètre 4 mm. Pour des distances de plusieurs dizaines de mètres et sous rayonnement γ on, utilise des fibres silice avec diamètre de coeur 1 mm (QSP-A 1000) [5].

Les spectrophotomètres commerciaux.

Il s'agit là d'adaptations qui sont traitées cas par cas, en fonction des problèmes et avec les appareils dont disposent les utilisateurs.

Ces appareils sont, soit du type monofaisceau à performances moyennes, suffisantes pour effectuer les analyses de routine et des phototitrages, soit des doubles faisceaux haut de gamme pour l'analyse des éléments à structure fine d'absorption tels les actinides.

Ainsi les appareils existants se trouvent valorisés par l'adjonction de ces coupleurs, qui ont dû être étudiés spécifiquement afin de tenir compte des caractéristiques géométriques et énergétiques des faisceaux lumineux disponibles.

La figure 4 montre le schéma de principe d'un coupleur quelque soit la forme du faisceau, le problème consiste à condenser un maximum de lumière dans la fibre, dont le diamètre de coeur est, rappelons le, de 1 mm seulement.

Les réalisations déjà faites équipent les appareils suivants :

- BECKMAN DK2, 5240, 5270,
- CARY 14, VARIAN 2300 (figure 5),
- SAFAS 310 (figure 6),
- HEWLETT-PACKARD 8450 (figure 7).

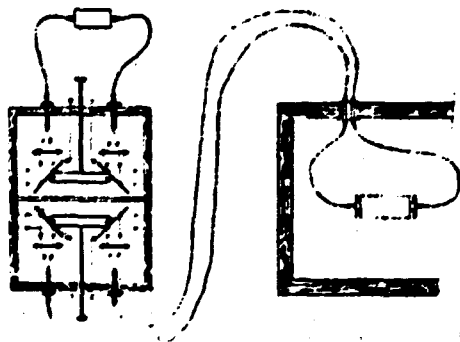


Figure 4. Schéma de principe du couplage d'un spectrophotomètre double faisceau.

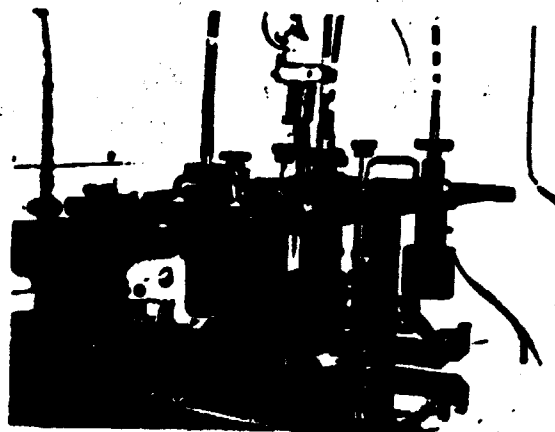


Figure 5. Coupleur pour spectrophotomètre CARY 14 utilisé pour l'analyse des éléments actinides.

A noter que l'équipement de ces appareils pour les mesures à distance ne les condamnent pas à ce rôle, en effet en moins d'une minute on peut déconnecter le coupleur installé dans le guide optique et rendre ainsi l'appareil à son usage d'origine. Un autre intérêt du système, et non les moindres, consiste dans la facilité de mise en place d'un multiplexage optique qui permet de connecter différents postes de travail au même spectrophotomètre. L'investissement d'un ensemble à hautes performances avec informatique associée se trouve ainsi d'autant plus valorisé.

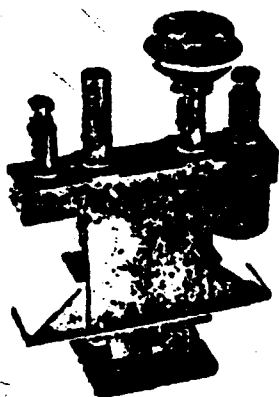
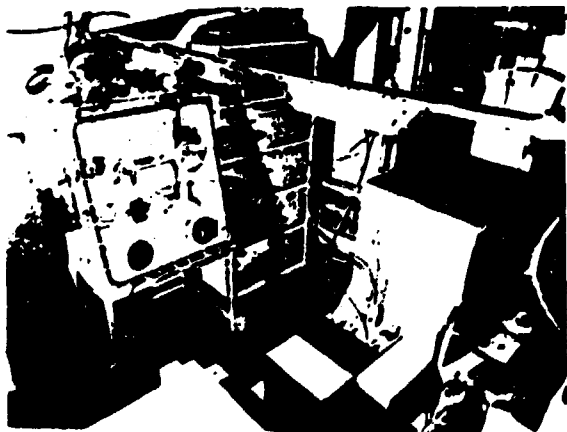


Figure 6. Coupleur pour spectrophotomètre monofaisceau SAFAS 310 utilisé en photométrie.



Figure 7. Coupleur multivoies pour spectrophotomètre Hewlett-Packard 8450 utilisé pour le contrôle en ligne nucléaire.

En exemple de réalisation on voit dans les figures 8 et 9 un spectrophotomètre relié, d'une part à une boîte à gants (mesures en α), d'autre part à une enceinte blindée. Les fibres optiques ont été placés dans un chemin de câble.



Couplage d'un spectrophotomètre CARY 14 à 2 postes de travail
Figure 8. Boîte à gants.

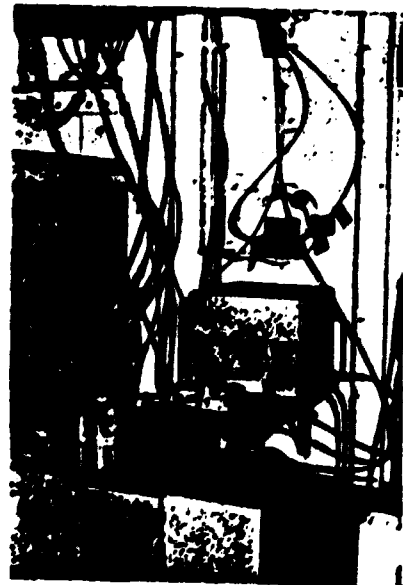


Figure 9. Enceinte blindée.

Avec les systèmes précédemment utilisés il fallait équiper la boîte à gants d'un ombilic étanche et l'enceinte blindée d'une verrière elle-même blindée. La cuve de mesure dans le puits blindé pouvait alors être alimentée en solution radioactive à partir de la boîte ou de l'enceinte.

En fait, puisque le spectrophotomètre était affecté à l'appendice il y avait également

des inconvénients dus au volume mort de la ligne d'alimentation et à l'insuffisance du blindage puisque que celui-ci était limité par la géométrie du puits optique. Avec la fibre optique on retrouve donc l'intégralité de la protection biologique ce qui va dans le sens de l'amélioration des conditions de travail des personnels affectés à ces travaux.

La figure 10 montre l'intérieur de l'enceinte blindée avec la cuve optique à circulation et son jeu de fibres QSF-A 1000.

La figure 11 montre un autre système à cuves interchangeables de différents parcours et placés sur des portoirs télémanipulables.

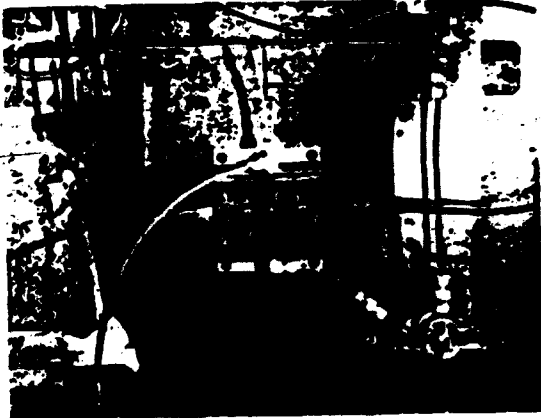


Figure 10. Cuve optique à circulation pour analyse du plutonium en enceinte blindée.

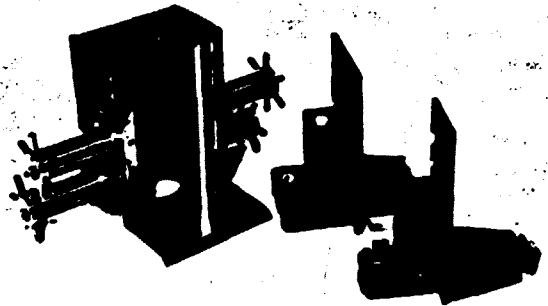


Figure 11. Porte-cuves télémanipulable avec mesure et référence.

Les fibres optiques sont déconnectables au moyen de positionneurs à cabestan. Enfin, il faut noter que des passages de cloisons en inox ont été spécialement développés pour nos applications avec des fibres de 1 mm de diamètre, par la Société Radiall. L'atténuation supplémentaire apportée par ce connecteur est faible, de l'ordre de 3 db [6].

Pour revenir au multiplexage optique, il faut souligner le triple avantage que présente l'équipement du spectrophotomètre H.P. 8450 :

- Sa mise en oeuvre est plus simple, donc plus performante et moins coûteuse,
- il permet la restitution instantanée sur écran du spectre d'absorption (barrette de diodes 200-800 nm),
- on dispose de 4 voies de mesure et d'1 référence.

Réalisations hors nucléaire.

En exemples d'applications, hors nucléaire, deux réalisations ont été faites pour l'analyse médicale.

La première date de 1974, avec un dispositif original de mesure en milieu éther d'hormones stéroïdes [7]. Une sonde optique montée sur vérin pneumatique permettait des mesures en 3 longueurs d'onde avec correction d'Allen. Cette sonde était dimensionnée pour pouvoir plonger dans les tubes à hémolyse contenant les échantillons maintenus à 4°C.

La seconde découle d'une collaboration industrielle du CEA avec la Société INTERTECHNIQUE pour le développement d'un appareil de mesure automatique en bactériologie. Dans cet appareil nouveau, appelé ABAC 6600S, un dispositif à fibres optiques permet d'analyser 6 couleurs simultanément afin de fournir l'antibiogramme et une identification des bacilles gram négatif.

Perspectives.

Des systèmes précédemment décrits peuvent être évidemment être utilisés pour de multiples applications, qu'elles soient nucléaires ou non [8].

On pourra ainsi suivre un procédé de fabrication, l'appareil étant placé en salle de contrôle, ou bien, en laboratoire, effectuer des analyses diverses lorsque la déconnection de la cuve optique s'impose comme en chromatographie.

A noter cependant, que la réalisation d'un coupleur à fibres optiques pour un appareillage déjà existant a sa contrepartie : Les pertes obtenues sont assez élevées puisqu'on ne maîtrise pas les caractéristiques du faisceau lumineux d'origine, ni le système optique de sortie auquel il faut s'adapter.

En conséquence, pour le contrôle en ligne industriel, on devrait voir naître des appareils spécifiques, de type nouveau mieux adaptés aux fibres optiques et disposant d'une large dynamique d'échelle.

Dans ces conditions, l'atténuation requise pour une chaîne complète de mesure, est de moins de 10 db. La possibilité de réaliser des capteurs de tous modèles permet d'envisager de nombreux types de mesure à distance où l'interférométrie serait largement utilisée, d'où l'avenir des optiques intégrées utilisables en instrumentation [9].

La réalisation d'appareils multivoies est en outre un avantage industriel notable pour éviter des investissements élevés à chaque point de contrôle.

Conclusions

De ces développements et réalisations il est possible de retenir la possibilité de :

- banaliser l'emploi d'analyseurs réputés fragiles pour toutes applications nucléaires ou non,
- disposer de sondes de mesure "in-situ" et de cuves de différents modèles dont certains comme les cuves à grand parcours apportent des possibilités nouvelles dans la recherche des traces,
- économiser en équipements grâce au multiplexage optique,
- innover en analyse automatique multi-longueurs d'onde, avec d'une part les coupleurs à fibres optiques, d'autre part l'emploi de barrettes de diodes qui permettent la restitution instantanée des spectres avec leur saisie en informatique.

De ces progrès découlent des perspectives qu'il est encore difficile d'évaluer dans leur totalité car tous les dispositifs développés pour l'analyse spectrophotométrique vont pouvoir être élargis à d'autres applications telles que le repérage d'objets, l'imagerie, le téléthermométrie, autres domaines où le nucléaire est fortement demandeur.

Il s'ensuivra, des avancées technologiques dont les autres secteurs de l'industrie pourront alors bénéficier.

Bibliographie

[1] Boisdé, G., Pérez, J.J., Photométrie à distance par fibres optiques PHOTON 1980. Rapport CEA R-5083 - février 1981.

[2] Boisdé, G., Les fibres optiques et leurs applications en instrumentation. Note CEA N-2301 - septembre 1982.

[3] Pérez, J.J., Boisdé, G., Goujon de Beauvivre, M., Chevalier, G., Isaac, M., Automatisation de la spectrophotométrie du plutonium. Analisis 1980, v.8 n°8.

[4] Guichard, C., Isaac, M., Boisdé, G., Spectrophotométrie d'absorption à fibres optiques en cellules blindées. 22^{ème} réunion du Comité Laboratoires chauds et Télémanipulation d'Euratom, PETTEN (juin 1983).

[5] Boisdé, G., Linger, C., Pérez, J.J., Développements récents de la spectrophotométrie par fibres optiques pour le contrôle "in-situ" de l'uranium VI en solution. 5th Annual symposium on Safeguards and Nuclear Material Management. Versailles (avril 1983).

[6] Hernandez, A., Connecteurs optiques à billes apparentes. PHOTON 80 pp. 141-155 Gibier (1981).

[7] Degrelle, H., Eglouff, M., Jayle, M.F., Boisdé, G., Pérez, J.J., Mesure semi-automatique des 17-cetostéroïdes urinaires. 3^{ème} Colloque International de Biologie Prospective. Pont-à-Mousson (1975) Expansion Scientifique - Française pp.463-457 (1976).

[8] Optrodes. Analytical Chemistry Vol 53, n°14 pp. 1616A-1618A (décembre 1981).

[9] Arditty, H.J., Bourbin, Y., Graindorge, P., Lefèvre, H.C., Les capteurs à fibre optique: principes et technologies. OPTON 82 pp. 55-62 ESI Publications (1982).