

Lasers monofréquences à base de GaSb émettant à 2,6 $\mu{\rm m}$ pour l'analyse de gaz

David Barat

► To cite this version:

David Barat. Las ers monofréquences à base de GaSb émettant à 2,6 $\mu{\rm m}$ pour l'analyse de gaz. Physique [physics]. montpellier; Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc, 2007. Français. NNT: . tel-00258628

HAL Id: tel-00258628 https://theses.hal.science/tel-00258628

Submitted on 22 Feb 2008

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés. UNIVERSITE MONTPELLIER II SCIENCES ET TECHNIQUES DU LANGUEDOC

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE MONTPELLIER II

Discipline : Electronique, Optronique et Systèmes Formation Doctorale : Electronique, Composants et Systèmes Ecole Doctorale : Information, Structures et Systèmes

Lasers monofréquences à base de GaSb émettant à 2,6 µm pour l'analyse de gaz

~

présentée et soutenue publiquement par

David BARAT

Le 22 novembre 2007

JURY

Alexeï BARANOV Philippe ARGUEL François LARUELLE Pascale GALL-BORRUT Aurore VICET Abderrahim RAMDANE Yves ROUILLARD Stephane SCHILT Directeur de recherche, UM2-IES-CNRS Maître de conférence, LAAS-CNRS Directeur de recherche, 3S Photonics Professeur, UM2-IES-CNRS Maître de conférence, UM2-IES-CNRS Directeur de recherche, LPN-CNRS Maître de conférence, UM2-IES-CNRS Ingénieur de recherche, IR-Microsystems Directeur de Thèse Rapporteur Rapporteur Présidente Codirectrice Examinateur Examinateur Examinateur

Pour toi, Pierre

Remerciements

Cette partie, ayant l'avantage de n'avoir pas de corrections, va me demander un dernier effort vu le nombre de gens qui ont été là durant ces trois années de thèse....Encore un plan à faire avec une introduction, des parties argumentées et une conclusion...Décidemment, la rédaction du mémoire n'est jamais finie....

Mes premiers remerciements s'adressent à Mr François Laruelle et Mr Arguel Philippe pour avoir accepté d'être mes rapporteurs. Je remercie également Mme Pascale Gall Borrut, Mr Stéphane Schilt et Mr Abderrahim Ramdane d'avoir participé à mon jury.

Voilà pour les remerciements officiels, passons maintenant aux autres...

Je commencerais donc par remercier les personnes du laboratoire IES et particulièrement les gens de l'équipe Composants à NANOstructures pour Moyen InfraRouge avec, en premier lieu, Mr le professeur Claude Alibert qui m'a permis d'intégrer ce laboratoire et qui est un exemple pour nous tous.

Ensuite et tu ne m'en voudras pas, j'espère, d'être juste la deuxième personne, je dois remercier Melle Aurore Vicet qui m'a encadré, supporté et épaulé de mon stage de DEA jusqu'à aujourd'hui. Je dois avouer que sans sa patience et sa gentillesse de tous les jours, j'aurais difficilement atteint le bout du tunnel. J'espère que tu resteras telle que tu es....Je te remercie vraiment du fond du cœur.

Merci aussi au correcteur le plus craint du laboratoire, j'ai nommé Vouvoune (ou Mr Yves Rouillard pour les non-intimes), pour ses corrections (et il y en a eu !!!), sa patience et toutes les explications scientifiques qu'il m'a apporté.

Je remercie également mon directeur de thèse officiel Mr Alexeï Baranov qui m'a beaucoup apporté avec ses corrections et force le respect vu tous les travaux accomplis tout au long de sa carrière. Merci aussi à Mr Eric Tournié, chef de l'équipe Nanomir, pour ses conseils et son efficacité.

Ensuite le reste de l'équipe avec encore énormément de personnes.... Je commence donc par la personne qui m'a fait découvrir la joie de la technologie des composants laser, j'ai nommé notre ingénieur sécurité, Mr Pierre Grech.

Pour pouvoir faire de la techno, il faut évidemment avoir des plaques, c'est pour cela que je remercie mes fournisseurs officiels Melle Julie Angellier (docteur et supermaman de deux enfants) et Mr Guilhem Boissier (Avé Guilhem).

Ensuite, pour pouvoir faire une thèse il faut des moyens techniques que ce soit des pièces mécaniques, du café ou tout simplement internet c'est pourquoi je remercie notre Mr Bricolo, Jean-Marc Aniel (oui je vais bientôt recevoir mon portable!!). Le

remerciement qui vient logiquement par la suite, ne serait ce pour les stylos, feuilles, souris..Bref la logistique, s'adresse à notre super secrétaire et camarade de café-clope j'ai nommé Mme Anne Triaire. Merci pour ta simplicité et ton soutien...

Je remercierais par la suite Mr G à savoir Mr Arnaud Garnache pour ton apport scientifique et ton aide pour les manips. Pour faire un tir groupé je remercie lolo (merci pour ta gentillesse), Fred (ce n'est pas grave si on a perdu au volley), Philippe (qui possède le ríre le plus bruyant de la région), Yvan, Roland, France et le nouvel arrivant Thierry (fini ! plus de secrétaire !).

Je finirais par remercier les autres doctorants c'est-à-dire Alain (c'est bien à Brive ?), Nico, Alban, Thibaut, Arnaud et Olivier en leur souhaitant bien du courage pour la suite.

Bon l'équipe ca c'est fait ! Mais il reste d'autres équipes.....

Durant mon année d'ATER, j'ai eu le privilège d'enseigner et je tiens donc à remercier Mme Libourel et Mr Richard Arinero pour leur aide et leur confiance.

Ensuite lorsqu'on fait de la techno à Montpellier on est sensé utiliser les services de l'Atemi c'est pourquoi je remercie Mr Fréderic Pichot pour toute son aide et ses explications dans la réalisation et l'apprivoisement de la lithographie ebeam.

Ensuite toujours pour le coté scientifique, je dois remercier toute l'équipe du LPN (LePeNe pour les habitués) à Marcoussis qui m'a chaleureusement accueilli pour pouvoir réaliser les fameux lasers DFB. Leur gentillesse m'a fait changé radicalement d'avis sur la mentalité parisienne (remarque Marcoussis ce n'est pas paris). Je commencerais donc par remercier Mr Abderrahim Ramdane pour son aide, sa chaleur et son accessibilité (qualité rare dans ce milieu). Mes remerciements s'adressent ensuite à son bras droit Mr Anthony Martinez pour m'avoir aidé durant ces séjours. Enfin, un grand merci aux ingénieurs de ce laboratoire qui m'ont accordé tout leur temps disponible à savoir Mr Kamel Merghem (merci pour les plaques), Mr Stéphane Guilet (l'ICP n'a presque plus de secret pour moi maintenant), Mr Luc le Gratiet (Leika-man), Melle Laetitia Leroy (pour sa gentillesse et sa disponibilité) et bien d'autres car je ne peux pas citer tout le monde.

La dernière équipe scientifique que je dois remercier est l'équipe de l'autre centrale technologique de France, le LAAS. Mes remerciements s'adressent en particulier à Mme Françoise Lauze-Dupuis qui m'a accueilli dans son équipe. Merci également à Mme Sophie Bonnefont et Mr Olivier Gauthier-Lafaye pour leur support tout au long de ces deux séjours. Enfin un grand merci à Mr Gravure j'ai nommé Jaja (ou Mr Laurent Jallabert) qui, malgré le temps imparti, a su, avec beaucoup de compétence et de gentillesse, m'aider à graver mes structures. Voila, comme je vous l'avais annoncé, ce travail de thèse est vraiment à mon sens un travail d'équipe c'est pour cela qu'il m'a semblé tres important de n'oublier personne.

Le coté scientifique c'est bien mais une thèse c'est quand même trois années de recherche où on perd ces repères et où on ne sait pas trop où on va... C'est pour cela que je dois remercier l'association Contact quí a bien rempli son rôle et m'a guidé et aidé à garder le moral tout au long de ma thèse. L'association c'est bien sûr une équipe menée de main de maître par sa directrice Mme Catherine Morales à qui j'adresse tout d'abord mes remerciements. A travers divers événements et en étant en plus trésorier pendant une année (Méfiez vous qu'il disait...) j'ai pu rencontrer des personnes pleins de qualité que je vais remercier maintenant. Merci en particulier à Christelle pour ta générosité et d'avoir été la. Merci ensuite à tous les copinous (celui qui se moque, gare à lui !!) à savoir pour les plus importants (car il faut faire une sélection) le p'tit lutin Mélanie, Audrey, Sarah (et Mike bien sûr), Lala, Chacha, le vétéran Fabrice, Laetitia, Julie et bien bien d'autres. Un grand merci à vous !!!

Enfin et j'avoue que j'aime bien garder le meilleur pour la fin, je remercie les très très proches pour leur soutien, leur patience (j'ai vraiment un sale caractère) et leur amour à savoir mon p'tit pandipanda Steph, Christophe (HOuuuuu !), mon p'tit lapin (merci pour avoir toujours les mots justes), Philou (Ma pauvre !) et toute ma famille que je ne peux citer en détails mais qui se reconnaitront très certainement.

Cette thèse a été, à mon sens, un travail d'équipe et surtout une expérience humaine très enrichissante qui, grâce à la disponibilité et la gentillesse des gens que j'ai pu rencontrer, a été possible...

Table des matières

Int	roduction	.15	
Ch	apitre 1 : Les lasers à semi-conducteurs et l'analyse de gaz	23	
1	Introduction	. 25	
2	Les lasers à semi-conducteurs	. 26	
2.1	Définition	26	
2.2	Principe de fonctionnement du laser	27	
	2.2.1 Interactions entre rayonnement et matière	27	
	2.2.2 Seuil de transparence, inversion de population	28	
	2.2.3 Cavité laser	29	
	2.2.4 Oscillation laser	30	
	2.2.5 Gain du milieu et Spectre laser	31	
2.3	Propriétés spécifiques des lasers sur substrat GaSb	32	
	2.3.1 Lasers de type I	32	
	2.3.2 Structure générale d'un laser et paramètre de maille	33	
	2.3.3 Propriétés des lasers Fabry-Pérot	34	
3	La spectroscopie d'absorption par diodes laser accordables 35		
3.1	Principe	35	
3.2	Méthode développée au laboratoire	37	
3.3	Propriétés spécifiques des lasers pour l'analyse de gaz	38	
	3.3.1 Longueur d'onde	38	
	3.3.2 Largeur de raie et monochromaticité	39	
	3.3.3 Accordabilité	39	
3.4	Etat de l'art des lasers monofréquences pour une émission entre 2 et 3 µm	40	
4	Conclusion	. 42	
Ch	apitre 2: Les lasers Fabry-Pérot	43	
1	Introduction	. 45	
2	L'épitaxie par jets moléculaires	. 46	
3	Optimisations technologiques pour une émission		
monofréquence			
31	Emission monomode transverse	Δ7	
3.2	Emission monomode latérale	+ / 48	
5.4	3.2.1 Définition et paramètres critiques	48	
		10	

	3.2.2 Application au procédé du laboratoire	
3.3	Emission monomode longitudinale	
4	Etapes Technologiques	
4.1	Réalisation du ruban laser	
	4.1.1 Lithographie optique	
	4.1.2 Gravure humide	
4.2	Isolation électrique	
4.3	Dépôts métalliques, amincissement et montage	
5	Conclusion	

65

95

Chapitre 3: Le laser DFB

1	Introduction	67
2	Introduction au laser DFB	
2.1	Principe de fonctionnement	
2.2	2 Analyse des lasers DFB par la théorie des modes couplés	
	2.2.1 Equation des modes couplés	
	2.2.2 Ecriture matricielle	
	2.2.3 Résolution matricielle	
	2.2.4 Description des modes DFB	
2.3	Fabrication	
3	Le laser DFB à couplage latéral	
3.1	Définition	
3.2	Etat de l'art	
3.3	Principe de fonctionnement	
	3.3.1 Couplage par l'indice	
	3.3.2 Couplage par le gain	
	3.3.3 Expression du coefficient de couplage	
3.4	Fabrication des lasers DFB à couplage latéral	
	3.4.1 Réalisation du ruban laser	
	3.4.2 Réalisation du réseau latéral	
4	Conclusion	

Chapitre 4: Performances des composants et transfert technologique

1	Intro	oduction	
2	Les	résultats laser	
2.1	C	Caractérisations des diodes laser	
	2.1.1	Propriétés électriques	
	2.1.2	Divergence du faisceau	
	2.1.3	Propriétés spectrales	
	2.1.4	Propriétés thermiques	
2.2	F	Résultats de la technologie classique	
	2.2.1	Bilan électrique	
	2.2.2	Bilan spectral	

2.3	Résultat de la technologie <i>DFB</i>	
	2.3.1 Bilan électrique	
	2.3.2 Bilan spectral	
2.4	Conclusion	
3	Transfert technologique	
3.1	Matériels et méthode	
3.2	Définition de la dose	
3.3	Protocole de test	
3.4	Résultats	
	3.4.1 Optimisation de la dose	
	3.4.2 Paramètres critiques	
4	Conclusion	
Со	nclusion et perspectives	125
Bil	oliographie	131

Introduction

∽≽≓

Le moyen infrarouge (*MIR*), couvrant la gamme de longueurs d'onde de 2 à 12 μ m, est un domaine spectral présentant de nombreux intérêts. Les fenêtres de transparence de l'atmosphère centrées autour de 2,3 μ m, 4,0 μ m et 10,4 μ m sont exploitées par des applications faisant usage de lasers de puissance comme les télécommunications en espace libre ou les contre-mesures infrarouges. D'autre part, les raies d'absorption de nombreux gaz polluants (CH₄, CO₂, CO...), présentes dans ce domaine spectral (cf. Figure 1), peuvent être analysées par spectroscopie d'absorption par diodes laser accordables, ce qui peut être mis à profit dans des applications telles que la surveillance de pollution ou l'aide au diagnostic médical. La réalisation de sources lasers, destinées à ces applications, est un des principaux sujets d'investigation du groupe *NANOMIR* du laboratoire IES où j'ai effectué ce travail de thèse.



Figure 1 : Intensité des raies d'absorption de différents gaz entre 1 et 10 μm avec les fenêtres de transparence de l'atmosphère [Rothman 2001].

Pour atteindre ces longueurs d'onde, les matériaux à base de GaAs ou d'InP, utilisés pour le stockage optique et les télécommunications, ne peuvent être utilisés pour réaliser les diodes laser. Il faut, soit utiliser des matériaux III-V à plus petit gap (GaSb ou InAs), soit changer de filière de matériaux et utiliser des composés IV-VI (PbSnSe, PbSe...) comme l'illustre la Figure suivante.



Figure 2 : Schéma représentant les longueurs d'onde laser obtenues suivant les différentes filières de matériaux [Werle 2002].

De plus, pour couvrir entièrement ce domaine spectral, les lasers présentent des types de structures différentes (puits quantiques de type I, de type II, lasers cascade...). La Figure suivante présente un état de l'art, au début de ce travail de thèse, des lasers à semi-conducteurs entre 2 et 5 µm suivant le type de zone active.



Figure 3 : Etat de l'art des lasers émettant dans l'infrarouge entre 2 et 5 µm. Les carrés représentent un fonctionnement en continu et les étoiles un fonctionnement en pulsé.

Comme on peut le constater, dans la fenêtre 2 -3 µm, le fonctionnement laser, en continu et à température ambiante, est essentiellement assuré par la filière antimoniure avec des diodes lasers à puits quantiques de type I, de type II et des doubles hétérostructures. La longueur d'onde maximale, pour les diodes à puits quantiques de type I, est obtenue à 3,04 µm par l'équipe du *Walter Schottky Institut* de Munich avec des puits quantiques en GaInAsSb sur GaSb [Lin 2004] et pour les puits quantiques II, elle est obtenue à 2,63 µm par l'équipe de l'IES [Cuminal 1999].

L'émission laser au delà de 3 μ m est assurée avec d'autres types de structure comme les lasers aux sels de plomb (IV-VI), les lasers W de type II et enfin les lasers à cascade quantique.

Les lasers à cascade quantique interbande (*ICL*), qui combinent l'effet cascade et les transitions interbandes dans la filière antimoniure, permettent de couvrir le domaine spectral de 3,1 à 3,8 µm. Au début de cette thèse, ces composants lasers, réalisés essentiellement par les équipes du *JPL* (*Jet Propulsion Laboratory*) et du *NRL* (*Naval Research Laboratory*), fonctionnaient en continu mais pour des températures très inférieures à l'ambiante.

Enfin, en ce qui concerne les lasers à cascade quantique intrabandes (*QCL*), qui utilisent des transitions entre deux états confinés de la bande de conduction, les efforts se poursuivent pour atteindre les courtes longueurs d'onde. Pour un fonctionnement à température ambiante et en régime pulsé, la plus courte longueur d'onde obtenue, au début de ce travail de thèse, était de 3,58 µm [Faist 1999] pour une structure en InGaAs/AlInAs sur substrat InP.

C'est dans ce contexte scientifique que le groupe "Composants à nanostructures pour moyen infrarouge" (*NANOMIR*) du laboratoire IES (Institut d'Electronique du Sud) s'est forgé une expérience depuis plus de trente ans. La principale activité de recherche est la réalisation et l'étude de composants optoélectroniques (émetteurs et détecteurs) reposant sur des nanostructures de semi-conducteurs à base d'antimoniures (GaSb, AlSb, InAs et leurs alliages).

Les divers composants, réalisés par épitaxie par jets moléculaires, sont les suivants :

- Diodes laser à puits quantiques pour émission de puissance ou pour l'analyse de gaz
- Lasers émettant par la surface à microcavité (VCSEL) ou à cavité externe (VECSEL)
- Lasers à Cascade Quantique (QCL) InAs/AlSb
- Boîtes quantiques pour lasers infrarouge à très faible seuil
- Détecteurs pour imagerie infrarouge

L'application principale de ces composants est l'analyse de polluants dans l'atmosphère principalement entre 2 et 3 µm par la technique de spectroscopie d'absorption par diodes lasers accordables (SDLA). En utilisant les fenêtres de transparence de l'atmosphère, un système de

spectroscopie infrarouge permet de détecter l'absorption de la lumière par des molécules comme par exemple le CH_4 , le CO et le NH_3 . Ce système peut s'avérer très utile pour le contrôle de pollution, le suivi de procédés industriels ou certaines études de l'atmosphère.

Ce travail de thèse s'est effectué dans le cadre d'un contrat avec le CNES (Centre National d'Etudes Spatiales, Toulouse) en collaboration avec le LPN (Laboratoire de Photonique et Nanostructures, UPR 20, Marcoussis) visant à réaliser des diodes lasers à 2,63 µm et 2,65 µm.

La réalisation de ces diodes lasers à puits quantiques de type I a pour objectif la mesure du dioxyde de carbone à partir de ballons stratosphériques sur Terre (λ =2,65 µm) et la mesure des isotopes de l'eau et du dioxyde de carbone (λ =2,63 µm) sur la planète Mars. Ces gaz présentent en effet des raies d'absorption intenses à ces longueurs d'onde (cf. Figure 4 et tableau 1).



Figure 4 : Forces de raies de la vapeur d'eau et du dioxyde de carbone entre 2 et 4 μ m.

Molécules	Région spectrale d'absorption	Absorption
H ₂ ¹⁸ O	2,6 µm	2.10 ⁻²
$H_2^{17}O$	2,6 µm	2.10^{-3}
HDO	2,65 μm	8.10-4
¹³ CO ₂	2,68 µm	10-4
$^{16}O^{12}C^{18}O$	2,5-2,6 μm	10-3
$^{16}O^{12}C^{17}O$	2,68 µm	10^{-3}

Tableau 1 : Absorptions des isotopes de l'eau et du dioxyde de carbone dans l'atmosphère martienne (P~ 7 mbar, T~210 K) obtenues par simulation pour un chemin absorbant de 10 m [Durry 2004].

Une autre application à ces longueurs d'onde a fait l'objet d'un contrat de collaboration entre les équipes pluridisciplinaires de l'INRA (Institut Scientifique de Recherche Agronomique, UMR R&S, Montpellier), du LMGC (Laboratoire de Mécanique et de Génie Civil, Université Montpellier 2) et de l'IES.

Ce contrat Biostic, visant la fabrication d'une sonde infrarouge, a pour objectif la mesure des échanges gazeux (CH_4 , $I'H_2O$, $CO_2...$) dans la rhizosphère pour mieux comprendre son fonctionnement. Un autre objectif de cette sonde est l'étude des flux de vapeur d'eau dans les sols arides dans le but d'optimiser l'irrigation des terres africaines comme au Burkina Faso.

La sensibilité et la sélectivité de l'analyse de gaz par spectroscopie d'absorption par diodes lasers accordables implique que les diodes laser, utilisées dans le système, doivent présenter un certain nombre de propriétés spécifiques. Les composants laser doivent fonctionner, de préférence, en continu et à température ambiante et avoir une émission sur un seul mode. Elles doivent aussi présenter une faible largeur de raie (Δv =quelques mégahertz), un rapport de suppression des modes secondaires important (*SMSR*>25 dB) et une accordabilité en continu suffisante ($\Delta\lambda \approx 1$ nm) pour pourvoir balayer spectralement les raies de gaz à analyser.

Les lasers à puits quantiques de type I, fabriqués classiquement au laboratoire, ne présentaient, au début de ce travail de thèse, qu'une émission maximale à 2,6 µm avec un fonctionnement monomode uniquement sous certaines conditions de température et de courant pour une technologie à ruban large.

La problématique de ce travail de thèse est donc d'améliorer et de développer de nouveaux procédés technologiques de fabrication pour des diodes lasers à ruban étroit afin de pouvoir obtenir un comportement monomode systématique avec une émission laser au dessus de 2,6 µm. Ce mémoire, qui rapporte les travaux effectués au sein de l'IES pendant ces trois années de recherche, se divise en quatre chapitres.

Le premier chapitre présente le principe de fonctionnement d'un laser à semi-conducteur en établissant les équations de fonctionnement. Les propriétés des lasers sur GaSb du laboratoire sont exposées par la suite. Cette partie se termine par la présentation de la méthode d'analyse de gaz utilisée et par un état de l'art des différentes technologies laser permettant une émission monofréquence.

Le deuxième chapitre présente, en détail, les étapes de fabrication des lasers du laboratoire de l'épitaxie par jets moléculaires au montage du composant sur son embase. Une optimisation des paramètres de croissance et de technologie pour favoriser un comportement monofréquence est présentée par la suite. Enfin, les améliorations technologiques apportées au procédé de fabrication sont présentées. Ce manuscrit se poursuit par la présentation de la nouvelle technologie mise en place en collaboration avec le LPN, la technologie *DFB*. Apres une introduction sur la théorie des modes couplés et sur les conditions d'émission pour un laser *DFB* à couplage latéral, ce chapitre expose les étapes de fabrication d'un tel laser effectuées au LPN au cours de plusieurs missions.

Avant de conclure, un quatrième chapitre porte sur l'ensemble des résultats obtenus durant ce travail de thèse. Les résultats sur les composants *DFB* et non *DFB* sont présentés avec une étude des propriétés électriques, spectrales et thermiques. Ce chapitre se termine par un bilan sur les essais de transfert technologique du procédé *DFB*, mis au point au LPN, avec les moyens techniques du laboratoire de Montpellier.

Chapitre 1

Les lasers à semi-conducteurs pour l'analyse de gaz

1 Introduction

Pour une émission dans l'infrarouge, les lasers à semi-conducteurs peuvent être composés de différents matériaux principalement à base de composés III-V (GaAs, InP, GaSb) ou de composés IV-VI (PbSe, PbTe...).

Les types de structures sont nombreuses avec les lasers à puits quantiques de types I, II et III, les doubles hétérostructures ou les lasers à cascade quantique.

Enfin le caractère monofréquence de l'émission laser peut être obtenu par diverses technologies comme, par exemple, les structures DFB, les VCSELs ou les cavités externes.

Parmi tous ces paramètres, les diodes lasers pour l'analyse de gaz et la détection de polluants doivent présenter un certain nombre de propriétés électriques et spectrales bien spécifiques.

Pour préciser le cadre de cette thèse, ce chapitre est consacré tout d'abord à quelques rappels théoriques sur les lasers à semi-conducteurs. Ensuite seront présentées, les propriétés spécifiques des lasers, sur substrat GaSb, fabriqués au laboratoire. L'analyse de gaz par spectroscopie d'absorption par diodes laser accordables sera présentée par la suite. Enfin, un état de l'art des lasers monofréquences, émettant entre 2 et 3 µm, sera exposé pour illustrer l'intérêt de ce travail.

2 Les lasers à semi-conducteurs

Après la découverte en 1917, par Einstein, du phénomène de l'émission stimulée, le premier fonctionnement laser est obtenu en 1960 grâce à un laser solide avec un cristal de rubis [Maiman 1960].

En ce qui concerne les lasers à semi-conducteurs, qui sont le sujet de cette thèse, Basov établit en 1959 leur principe [Basov 1960]. A la différence des lasers à gaz ou des lasers solides, l'amplification de la lumière est assurée par un milieu actif composé de semi-conducteurs et le premier fonctionnement est obtenu en 1962 avec une homojonction sur GaAs [Hall 1962]. Un peu plus tard en 1977, grâce à l'épitaxie par jets moléculaires, les lasers à semi-conducteurs à multi-puits quantiques voient le jour [Dupuis 1978]. A la différence des lasers à double hétérostructure, ces derniers présentent une densité d'état abrupte permettant d'obtenir des densités de courant de seuil plus faibles. Ces composants, développés au laboratoire, présentent aussi des pertes internes réduites.

2.1 Définition

Е

La diode LASER (Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation) est une jonction P-N un peu particulière. En effet, dans le cas des lasers à semi-conducteurs à multi-puits quantiques, on insère entre les régions P et N, des couches minces d'un matériau semiconducteur à petit gap (puits quantiques) confinées dans la matrice d'un matériau semiconducteur à plus grand gap (barrières).

Ainsi, si on dépose des épaisseurs de l'ordre de quelques nanomètres de ces couches, l'énergie des particules se trouve quantifiée dans la direction de croissance et on parle alors de puits quantique. On juxtapose en général plusieurs puits quantiques pour former la zone active du laser. Les électrons et les trous provenant des régions N et P tombent dans ces puits de potentiel et remplissent les différents niveaux d'énergie disponibles. Quand leur densité est suffisamment élevée, le seuil laser est atteint (cf. Figure 1.01).



Figure 1.01 : Zone active du laser.

Pour déterminer le nombre optimal de puits dans nos structures pour une émission à 2,65 µm, une étude [Rouillard 2005] a été effectuée au sein de notre laboratoire. Il est apparu que pour des cavités laser de longueur inférieure à 1000 µm, le nombre optimal de puits est de deux.

2.2 Principe de fonctionnement du laser

Le laser est un oscillateur optique. Il est composé d'un milieu amplificateur, ici un semiconducteur, placé dans une cavité qui joue le rôle de résonateur. Cette cavité assure la réinjection en phase vers le milieu amplificateur du signal amplifié. (cf. Figure 1.02)



pompage électrique.

2.2.1 Interactions entre rayonnement et matière

L'effet laser repose sur l'interaction du milieu amplificateur avec le rayonnement électromagnétique par le biais de trois phénomènes.

✓ Le phénomène aléatoire d'émission spontanée qui se traduit par la recombinaison d'un électron d'un niveau énergétique haut E_2 avec un trou d'un niveau énergétique bas E_1 et par l'émission d'un photon d'énergie hv.

✓ Le phénomène d'absorption se traduisant par l'absorption d'un photon hv et la promotion d'un électron d'un niveau bas E_1 à un niveau haut E_2 .

✓ Le phénomène d'émission stimulée qui est la recombinaison d'un électron d'un niveau haut E_2 avec un trou d'un niveau bas E_1 induite par un photon sans transfert d'énergie. Cette recombinaison particulière va entraîner l'émission d'un photon ayant les mêmes propriétés que le photon incident (même fréquence, même direction de propagation, même polarisation et même phase).

Ce dernier phénomène est à la base de l'amplification de la lumière et donc du fonctionnement laser (cf. Figure 1.03).



Figure 1.03 : Interactions mises en jeu dans le milieu amplificateur : (a) l'émission spontanée, (b) l'absorption et (c) l'émission stimulée.

2.2.2 Seuil de transparence, inversion de population

Dans un semi-conducteur, à l'équilibre thermodynamique, la très grande majorité des états électroniques de la bande de valence sont occupés par des électrons (cf. Figure 1.04). Lors du pompage, des électrons sont injectés dans la bande de conduction et des trous dans la bande de valence. Les pseudos niveaux de Fermi E_{Fe} et E_{Fv} pénètrent respectivement dans ces bandes.

Pour un puits quantique, lorsque les pseudos niveaux de Fermi atteignent les premiers niveaux quantifiés E_1 et HH_1 , on atteint le seuil de transparence :



Figure 1.04 : Profils énergétiques dans un puits quantique : (a) à l'équilibre thermodynamique, (b) à la transparence et (c) après la transparence.

L'inversion de population commence à partir de ce seuil et les électrons sur les niveaux quantiques de la bande de conduction sont de plus en plus nombreux. Les photons d'énergie hy

supérieure à l'énergie de bande interdite E_g subissent alors une amplification optique d'après la condition de Bernard-Duraffourg [Bernard 1961] suivante:

$$E_g < h\nu < E_{F_c} - E_{F_\nu}$$
(1.02)

2.2.3 Cavité laser

Une fois l'inversion de population atteinte, un faisceau lumineux amplifié naît dans la cavité Fabry-Pérot. Cette cavité, composée de deux miroirs plans parallèles semi-réfléchissants va permettre à l'onde de faire des allers et retours et d'être amplifiée (cf. Figure 1.05).



D'après la loi de Beer-Lambert, on peut établir l'équation de l'intensité de l'onde lumineuse après un aller-retour dans la cavité :

$$I_{R1R2} (2L) = I_0 * R_1 * R_2 * \exp[2(g - \alpha_i)L]$$
(1.03)

Avec:

 $I_{R_1R_2}$: Intensité du faisceau lumineux après un aller-retour (Candela). I_0 : Intensité avant amplification du faisceau lumineux (Candela). R_1 et R_2 : Pouvoirs réflecteurs des miroirs de la cavité ($R_1=R_2=30\%$). g: Gain du milieu amplificateur (cm⁻¹).

 α_i : Pertes intrinsèques du matériau (cm⁻¹).

L : Longueur de la cavité (cm).

On peut écrire les pertes de la cavité de la façon suivante :

$$\alpha = \alpha_{i} + \alpha_{m} \tag{1.04}$$

Avec :

 $\alpha_{m} = \frac{1}{2L} * \ln[\frac{1}{R_{1} * R_{2}}] : Pertes \ aux \ miroirs \ ou \ pertes \ Fabry-Pérot \ (cm^{-1}).$ $R_{1} \ et \ R_{2} : Pouvoirs \ réflecteurs \ des \ faces \ de \ la \ cavité.$ $\alpha_{i} : Pertes \ intrinsèques \ du \ matériau \ (cm^{-1}).$

Si on exprime le champ électrique de l'onde électromagnétique après un aller-retour dans le milieu amplificateur [Rosencher 2002], on a :

$$E_{R1R2}(t) = E_0 * r_1 * r_2 * e^{iwt} * e^{(g-\alpha_i)L} * e^{2ikL}$$
(1.05)

Avec:

E_{R1R2}(t): Champ électrique après un aller-retour dans la cavité (V/m).
 E₀: Amplitude du champ au départ (V/m).
 r₁ et r₂. Coefficients de réflexion des faces de la cavité(R~ r²).
 e^{(g-α_i)L}: Facteur de gain correspondant au passage dans le milieu amplificateur.
 e^{i2kL}: Déphasage induit par le trajet, k le vecteur d'onde (m⁻¹).

Ainsi, le champ électrique résultant de la somme de toutes les ondes se propageant dans la cavité et correspondant aux interférences constructives devient :

$$E = E_0 \frac{e^{iwt}}{1 - r_1 * r_2 * e^{(g - \alpha_i)L} * e^{i2kL}}$$
(1.06)

2.2.4 Oscillation laser

Lorsque le champ électromagnétique devient divergent, c'est à dire que le dénominateur de l'équation (1.06) s'annule, on atteint la condition d'obtention de l'oscillation laser. Ceci conduit à deux conditions.

2.2.4.1 Condition sur le gain

Pour avoir amplification laser, le gain g du milieu doit être supérieur aux pertes α de la cavité, on obtient d'après l'équation (1.06) l'inégalité suivante :

$$r_{1} * r_{2} * e^{(g - \alpha_{i})L} > 1$$

soit g>g_{th} avec :
$$g_{th} = \alpha_{i} - \frac{1}{2L} \ln(R_{1} * R_{2})$$
(1.07)

Avec :

g_{th}: Gain au seuil

R1 et R2 : Pouvoirs réflecteurs des faces de la cavité

2.2.4.2 Condition sur la phase

Pour que le champ diverge, la condition imposée à la phase est la suivante :

e =1
donc
$$2kL = 2m\pi$$
 or $k = \frac{2\pi n_{eff}}{\lambda}$

2:1-1

Ainsi on trouve:

$$2n_{eff}L = m\lambda \tag{1.08}$$

Avec :

m : Numéro du mode.
 n_{eff} : Indice effectif du mode
 λ: Longueur d'onde (μm).

Si on différencie λ par rapport à m en supposant que l'indice effectif n_{eff} est indépendant de la longueur d'onde dans le domaine spectral d'étude, on obtient l'intervalle spectral libre $\Delta\lambda$ c'est à dire l'intervalle entre deux modes longitudinaux consécutifs :

$$\Delta \lambda = \frac{\lambda^2}{2n_{eff}L} \tag{1.09}$$

La cavité sera résonnante pour tous les modes vérifiant ces deux conditions, le spectre de cette cavité est donc un peigne de Dirac donc les pics sont espacés de la quantité $\Delta\lambda$.

2.2.5 Gain du milieu et Spectre laser

Pour une injection nulle, le matériau est absorbant (g<0). Plus on augmente le pompage plus le gain croit jusqu'à atteindre la valeur des pertes de la cavité : c'est le seuil laser (cf. Figure 1.06). C'est à partir de ce moment qu'il y a amplification laser.



Figure 1.06 : Evolution du gain en fonction de l'énergie à injections de courant n croissantes. L'intersection avec les axes des abscisses se fait pour $E=E_{Fc}-E_{Fv}$.

Au delà du seuil laser, lorsque le pompage augmente, la densité de porteurs sature, le gain n'augmente plus alors que la densité de photons émis ne cesse d'augmenter : on parle alors de clampage du gain.

Le spectre laser résultant est la convolution du spectre de gain du milieu amplificateur avec le spectre de résonance de la cavité (cf. Figure 1.07). Le mode émis théoriquement est celui qui correspond au maximum de la courbe de gain.



Figure 1.07 : Schéma du spectre laser d'une cavité Fabry-Pérot.

2.3 Propriétés spécifiques des lasers sur substrat GaSb

Les diodes lasers évoquées dans ce manuscrit sont fabriquées par épitaxie par jets moléculaires sur substrat GaSb au sein de l'équipe NANOMIR du laboratoire IES. Ce sont des structures à multi-puits quantiques contraints à confinement séparé réalisées à partir de matériaux III-V permettant d'obtenir des diodes lasers à émission par la tranche pour des longueurs d'onde dans le moyen infrarouge comprises entre 2 et 3 µm. Les premiers lasers de ce type ont vu le jour en 1992 [Choi 1992].

2.3.1 Lasers de type I

Les lasers à puits quantiques peuvent être de trois types suivant les matériaux utilisés lors de la croissance et donc suivant la discontinuité des bandes à l'interface des deux matériaux (cf. Figure 1.08).



Figure 1.08 : Raccordements de bandes pour des hétérostructures de type I (a), de type II (b) et de type III (c). E_{cQW} et E_{vB} représentent respectivement le niveau de la bande de conduction du puits quantique et le niveau de la bande de valence de la barrière.

Les lasers de type I ont des électrons et des trous spatialement localisés dans les puits quantiques, le recouvrement des fonctions d'onde des électrons et des trous est élevé. Nos structures sont de ce type avec du GaInAsSb pour les puits et de l'AlGaAsSb pour les barrières.

Les lasers de type II et III présentent des électrons spatialement localisés dans les puits quantiques mais les trous sont dans la bande de valence de la barrière. Le recouvrement des fonctions d'onde des électrons et des trous y est faible. Les recombinaisons radiatives sont donc moins probables que dans les puits de type I.

2.3.2 Structure générale d'un laser et paramètre de maille

Pour une émission à une longueur d'onde de 2,65 µm, la zone active de ces lasers est composée de deux puits quantiques et d'une barrière.

Toutes les couches, à l'exception des puits, sont en condition d'accord de maille sur le substrat en GaSb de paramètre de maille 6.1 Å [Milnes 1993]. L'accord de maille est nécessaire pour éviter les dislocations des couches de la structure qui génèrent une augmentation du taux de recombinaisons non-radiatives et donc du courant de seuil. Ainsi, on prend soin de garder le désaccord des couches de recouvrement (*claddings*) et des barrières en Al_xGa_{1-x}As_ySb_{1-y} de sorte qu'on se déplace sur le rectangle (a) de la Figure 1.09 [Lazzari 1993]. On utilise un léger désaccord de maille (de 0 à 2%, typiquement de 1,5 %) pour les puits quantiques qui sont contraints en compression de sorte qu'on se déplace sur la surface (b) de la Figure 1.09. Ceci permet notamment une diminution du courant de transparence et donc du seuil laser [Angellier 2006].



Figure 1.09 : Energie de bande interdite en fonction du paramètre de maille pour les matériaux III-V.

La composition et l'épaisseur des couches utilisées dans nos structures laser seront détaillées dans le prochain chapitre.

2.3.3 Propriétés des lasers Fabry-Pérot

Les propriétés électriques et optiques typiques des diodes lasers à semi-conducteurs de type I, sur substrat GaSb, sont illustrées dans le tableau suivant. Ce sont des composants à rubans étroits présentant une longueur de cavité de l'ordre de 600 µm.

Paramètres	Valeurs typiques
Courant de seuil I _{th} (mA)	50-70
Tension de coude V _d (V)	1 - 2
Résistance série R _s (Ω)	≈4
Rendement quantique externe $\eta_d (\%)$	30
Température caractéristique ${ m T_{0}}~({ m K})$	50 à 100
Puissance optique maximale P _{max} (mW)	5 à 10
Emission monomode	Transverse et latérale. Longitudinale sous certaines conditions de courant et de température
Taux d'accordabilité en courant Δλ/ΔΙ (nm/mA)	0.04
Taux d'accordabilité en température Δλ/ΔT (nm/°C)	0.2

Tableau 1.01 : Propriétés typiques des diodes lasers à ruban étroit sur GaSb de type I.

Ce sont des diodes peu puissantes (P < 10 mW), présentant une émission monomode uniquement dans la direction transverse et latérale. Le caractère monomode dans la direction longitudinale n'est observable que sous certaines conditions de température et de courant. On verra, dans le prochain chapitre, que cette particularité est liée à l'inhomogénéité de la courbe de gain de la zone active.

3 La spectroscopie d'absorption par diodes laser accordables

Depuis quelques années, dans le cadre des politiques de développement durable, la communauté scientifique s'intéresse de plus en plus aux problèmes liés à la pollution et la sécurité industrielle. De nouveaux dispositifs ont été conçus pour mesurer et contrôler les émissions de gaz dans l'atmosphère. Plusieurs méthodes non optiques existent déjà comme la chromatographie en phase gazeuse, la calorimétrie ou les capteurs électrochimiques. Leurs principaux inconvénients sont leur encombrement, l'absence de sélectivité des espèces gazeuses et leur prix.

Avec l'émergence des micro et nano technologies et la recherche de dispositifs à moindre coût, la spectroscopie d'absorption par diodes lasers accordables (SDLA), méthode optique existant depuis une trentaine d'années, a été adaptée à la mesure de polluants.

Cette méthode, née au départ avec des lasers à sels de plomb, est une alternative intéressante aux dispositifs non optiques de part sa sensibilité et sa sélectivité.

3.1 Principe

La spectroscopie d'absorption par diodes lasers accordables se base sur le fait que les molécules gazeuses présentent des raies d'absorption à des longueurs d'onde bien précises dans l'infrarouge [Rothman 2005] (cf. Figure 1.10).



Figure 1.10 : Intensité des raies d'absorption d'espèces gazeuses entre 2 et 3 µm. La vapeur d'eau et le dioxyde de carbone sont portés en échelle inverse.

Cette méthode permet de détecter et de quantifier la présence d'un gaz en mesurant l'absorption par une espèce gazeuse de la lumière émise par un laser. En général, la variation de longueur d'onde nécessaire est obtenue en injectant dans le laser une rampe de courant qui s'accompagne d'une rampe de la puissance émise.

On explore ainsi une zone en longueur d'onde de quelques nanomètres ce qui permet de balayer la raie d'absorption dont on cherche à déterminer l'amplitude. Cette amplitude est fonction de la concentration et de la pression de l'espèce à détecter (cf. Figures 1.11 et 1.12).



Figure 1.11 : Schéma simplifié d'un système de détection de gaz par diodes laser accordables.



Figure 1.12: Signal transmis reçu par le détecteur en fonction du nombre d'onde. La diminution du signal est due à l'absorption optique de l'espèce gazeuse au nombre d'onde σ_0 .

A partir du signal transmis, on peut déterminer l'absorption A (σ_0) du gaz, présent dans une cellule de longueur L, à l'aide de la loi de Beer-Lambert :

$$P_T(\sigma_0) = P_0(\sigma_0).\exp(-\alpha(\sigma_0, P, T).L)$$
(1.10)

$$\mathbf{A}\left(\boldsymbol{\sigma}_{0}\right) = \frac{\Delta P(\boldsymbol{\sigma}_{0})}{P_{0}\left(\boldsymbol{\sigma}_{0}\right)} = 1 - \frac{P_{T}\left(\boldsymbol{\sigma}_{0}\right)}{P_{0}\left(\boldsymbol{\sigma}_{0}\right)} = \alpha(\boldsymbol{\sigma}_{0}, \boldsymbol{P}, \boldsymbol{T}).\boldsymbol{L}$$
(1.11)

Avec :

 P_T : Puissance du signal transmis (W). σ_0 : Nombre d'onde (cm⁻¹) α : Coefficient d'absorption (cm⁻¹) L: Chemin absorbant (cm) P et T : Conditions respectives de pression et de température

L'approximation de l'équation (1.11) est valable si l'absorption est très faible. On peut alors remplacer l'exponentielle par son développement limité à l'ordre un. L'absorption est alors proportionnelle à la concentration de l'espèce absorbante par l'intermédiaire du coefficient d'absorption $\alpha(\sigma_0, P, T)$.

Ce coefficient dépend du nombre d'onde, de la pression et de la température du milieu absorbant. Il s'écrit comme le produit de trois termes [Rosier 1990] :

$$\alpha(\sigma, P, T) = S(\sigma, T) \cdot N \cdot f(\sigma, P, T)$$
(1.12)

Avec : $S(\sigma_0, T)$: Force de la raie centrée sur le nombre d'onde σ_0 qui décrit la capacité d'absorption de la raie (cm⁻¹/molécule.cm⁻²) N : Concentration de l'espèce absorbante (molécule/cm³) f (σ , P, T) : profil normalisé de la raie qui décrit la distribution spectrale de l'intensité absorbée de part et d'autre du nombre d'onde σ_0 (cm).

Ensuite, par comparaison avec un signal ayant traversé une cellule contenant le même gaz à détecter de concentration connue (cf. Figure 1.13), on peut déterminer la présence et la concentration du gaz à analyser.



Figure 1.13 : Schéma de principe de la mesure par SDLA.

3.2 Méthode développée au laboratoire

La détection directe est parfois insuffisante lorsqu'il s'agit de mesurer de faibles quantités de gaz. Des techniques de modulation ont été mises au point, qui permettent de faire des mesures à plus haute fréquence et d'augmenter les seuils de détection en portant la mesure à des fréquences s'éloignant du bruit en 1/f des composants électroniques, des lasers ou des détecteurs.

La méthode utilisée au laboratoire, ayant fait son apparition au début des années 70, est la spectroscopie par modulation de longueur d'onde (WMS). En pratique, on superpose à la rampe de courant une modulation sinusoïdale à haute fréquence f_m . Si l'on fait, grâce à une détection synchrone, une mesure à la pulsation ω_m , on recueille un signal proportionnel à la dérivée première de l'intensité transmise. Si on mesure à la pulsation $2\omega_m$ (détection *2f*), le signal recueilli est proportionnel à la dérivée seconde de l'intensité transmise. Comme l'amplitude de la dérivée seconde est proportionnelle à la concentration de l'espèce absorbante, le signal *2f* le sera
également [Vicet 2001]. Dans notre cas, on utilise une détection effectuée autour de la seconde harmonique à la fréquence $2f_m$.

Les fréquences de modulation employées sont en général inférieures au mégahertz pour s'adapter aux détections synchrones classiques. La fréquence de modulation, que nous utilisons, est de l'ordre de 10-30 kHz.

Cette technique de détection donne de très bons résultats. Une sensibilité en absorption de 10^{-6} à 100 mbar de pression a ainsi été obtenue pour un chemin de 100 m ramené à une bande passante de 1 Hz ce qui donne des limites de détection allant jusqu'à 120 pptv à 3,6 µm pour le formaldéhyde (HCHO) et 2 ppb à 3,26 µm pour le CH₄ en utilisant des diodes lasers à antimoniures [Werle 2002].

3.3 Propriétés spécifiques des lasers pour l'analyse de gaz

Pour pouvoir faire de la spectroscopie d'absorption par diodes laser accordables, les diodes laser doivent présenter un certain nombre de propriétés bien spécifiques.

Tout d'abord, pour simplifier l'utilisation du système d'analyse de gaz, il est préférable que les composants laser fonctionnent en continu et à température ambiante. Ensuite, pour les dispositifs portables, les diodes lasers doivent présenter de faibles seuils et une faible consommation électrique. Enfin, ces composants doivent avoir certaines caractéristiques spectrales que l'on va détailler par la suite.

3.3.1 Longueur d'onde

L'atmosphère est un mélange gazeux composé essentiellement d'azote (78%), d'oxygène (21%) et de gaz rares (argon, néon, hélium...) avec des teneurs fixes et, dans ses basses couches (h<15 km), de vapeur d'eau et de dioxyde de carbone dont les teneurs varient suivant les régions géographiques et l'altitude.

Ces deux derniers gaz présentent des raies d'absorption intenses dans l'infrarouge. Une mesure dans l'air ambiant de polluants, comme par exemple le CH₄ ou l'HCl, devra tenir compte de la présence de ces interférents qui pourraient altérer les mesures par SDLA.

Ainsi, suivant ce que l'on veut mesurer, le laser devra avoir une émission dans des fenêtres spectrales où l'eau et le dioxyde de carbone ne présentent pas de raies intenses, les fenêtres de transparence de l'atmosphère. Elles sont centrées autour de 0,85 μ m, 1,0 μ m, 1,2 μ m, 1,6 μ m, 2,3 μ m, 4,0 μ m et 10,4 μ m.

En général, les raies d'absorption des gaz de l'atmosphère sont très nombreuses et, dans certains cas, très proches spectralement (dixième de nm), le laser devra émettre dans une région spectrale où les raies d'absorption du gaz à analyser sont suffisamment intenses pour augmenter la sensibilité du système et distinctes pour augmenter sa sélectivité.

3.3.2 Largeur de raie et monochromaticité

Les raies d'absorption des gaz étant fines (quelques gigahertz), le laser doit présenter une largeur de raie largement inférieure ($\Delta v < 10$ MHz) pour pouvoir les balayer (cf. Figure 1.14).



Figure 1.14 : Allure d'une raie d'absorption de la vapeur d'eau dans l'air ambiant à λ =2,39 µm pour une température de 296 K.

Le laser doit aussi présenter une émission monochromatique avec un rapport de suppression des modes secondaires (*SMSR : Side Mode Suppression Ratio*) supérieur à 25 dB. Le caractère monomode de l'émission du composant laser doit être assuré dans les trois directions (latérale, transverse et longitudinale).

3.3.3 Accordabilité

Le principe de la SDLA, étant basé sur le balayage en longueur d'onde des raies d'absorption des gaz par l'émission laser, la source doit présenter une plage d'accordabilité en continu suffisamment étendue ($\Delta\lambda$ = 1 à 2 nm) pour pouvoir traverser spectralement les raies d'absorption.

Comme, on le verra, le taux d'accordabilité en courant $\Delta\lambda/\Delta I$ (I) est proportionnel à la résistance thermique du composant, la diode laser doit présenter, de préférence, une résistance thermique élevée pour bénéficier d'une plage d'accordabilité suffisante sur une faible excursion en courant.

Pour résumer, le laser pour la SDLA doit être monofréquence (SMSR > 25 dB), doit présenter une faible largeur de raie (quelques mégahertz) et une plage d'accordabilité, sans saut de mode, supérieure à 1 nm. Un fonctionnement de préférence en continu et à température ambiante est préférable notamment dans la perspective de réalisation d'un dispositif portable.

3.4 Etat de l'art des lasers monofréquences pour une émission entre 2 et 3 μm

Le moyen infrarouge est une zone spectrale présentant un grand intérêt pour l'analyse de gaz par SDLA. Comme énoncé dans le paragraphe précédent, il est nécessaire d'avoir des lasers présentant certaines caractéristiques spectrales pour pouvoir détecter et analyser les gaz.

Pour cela, plusieurs technologies sont employées pour assurer une émission monofréquence et/ou accordable d'un laser à semi-conducteurs.

Pour une émission entre 2 et 3 µm, il existe trois technologies :

- o le laser DFB (Distributed FeedBack)
- o le laser VCSEL (Vertical-Cavity Surface-Emission Laser)
- o le laser à cavité externe.

Actuellement, les technologies à base de cristaux photoniques ou de DBR (Distributed Bragg Reflector) n'ont été appliquées qu'à des composants émettant au dessous de 2 µm.

Technologies	λ (μm)	T _{max} (K)	Matériaux	Equipes	
	2 à 2,3 µm	350 (cw)	GaInAsSb (GaSb)	Nanoplus GmbH [2004] (Allemagne)	
DFB	2 à 2,4 μm	350 (cw)	GaInAsSb (GaSb)	Université de Würzburg (Würzburg, Allemagne) [Bleuel 2001] [Hummer 2004]	
VCSEL	2 µm (EP)	300 (cw)	AlGaInAs (InP)	Walter Schottky Institut (Munich, Allemagne) [Boehm 2003]	
	2,2 (EP) à 2,36 μm (OP)	300 (pw) 310 (cw)	GaInAsSb (GaSb)	IES [Baranov 1998] [Cerutti 2004a]	

	2,63 µm (OP)	190 (pw)	CdHgTe	CEA Grenoble		
			(CdZnTe)	[Roux 1999]		
	2,9 µm (OP)	160 (pw)	InAs/GaSb/InAs	Naval Research Laboratory		
			/AlSb	(Washington D.C., USA)		
			(GaSb)	[Bewley 1998]		
VECSELS	2,32 µm (OP)	350 (cw)	GaInAsSb	IES		
			(GaSb)	[Cerutti 2004b]		
Cavité externe	2,35 μm	300 (cw)	GaInAsSb (GaSb)	IES [Vicet 2000]		

Tableau 1.02 : Etat de l'art au début de ce travail de thèse des lasers à semi-conducteurs monofréquences pour une émission, entre 2 et 3 μm, en continu (cw), en pulsé (pw), pour un pompage électrique (EP) ou optique (OP).

Dans cette gamme de longueurs d'onde, les lasers à contre réaction répartie ou lasers DFB couvrent la majeure partie. Ce sont des composants qui fonctionnent en continu à température ambiante avec une longueur d'onde maximum, au début de ce travail de thèse, de 2,4 µm. En ce qui concerne les propriétés spectrales, ces lasers présentent un rapport de suppression de mode d'environ 30 dB et une plage d'accordabilité de quelques nanomètres.

Les lasers à émission par la surface ou *VCSEL* sont des composants qui fonctionnent en continu à température ambiante avec une longueur d'onde maximum de 2,36 µm dans le cas d'un pompage optique et une longueur d'onde maximum de 2 µm dans le cas d'un pompage électrique. Ces lasers présentent un rapport de suppression de mode d'environ 20 dB et une large plage d'accordabilité d'environ 4-5 nm. En ce qui concerne les *VECSELs*, ces composants fonctionnent à température ambiante et en continu avec une longueur d'onde maximum de 2,32 µm pour un pompage optique. Ils présentent un rapport de suppression de mode supérieur à 25 dB et une plage d'accordabilité en continu de quelques nanomètres [Garnache 2006].

Enfin, les lasers à cavité externe fonctionnent en continu à température ambiante avec une longueur d'onde maximum de 2,35 μ m. Ces composants présentent des propriétés spectrales correctes avec un rapport de suppression de mode d'environ 20 dB et une large plage d'accordabilité de 1 à 2 nm.

Au regard de ces résultats, on peut constater qu'il n'existait pas, au début de ce travail de thèse, de composants laser monofréquences émettant au dessus de 2,6 µm.

Cette gamme de longueur d'onde, faisant l'objet du contrat avec le CNES et du contrat de collaboration Biostic, est intéressante car, comme énoncé précédemment, elle permet la mesure

par SDLA de la vapeur d'eau, du dioxyde de carbone ainsi que de leurs isotopes. La réalisation de tels composants émettant autour de 2,65 µm était donc un travail novateur et enrichissant pour l'équipe permettant d'acquérir un savoir-faire technologique riche en possibilités pour l'avenir.

4 Conclusion

Les diodes lasers à semi-conducteurs à multi-puits quantiques de type I sur GaSb présentent un intérêt pour la SDLA entre 2 et 3 µm et particulièrement entre 2,6 µm et 2,65 µm pour la mesure de la vapeur d'eau, du dioxyde de carbone et de leur isotopes dans l'air ambiant.

Pour cela, les diodes doivent avoir une émission monofréquence et une large plage d'accordabilité pour un fonctionnement en continu et à température ambiante.

Les lasers fabriqués au laboratoire présentent la particularité d'être monomodes longitudinaux seulement sous certaines conditions de courant et de température. Ils présentent aussi des sauts de modes ce qui les rend délicats à utiliser pour les applications visées.

Pour parvenir aux spécifications requises, un nouveau procédé technologique sera présenté dans le chapitre 3. Le chapitre 2 est consacré à la présentation des lasers Fabry-Pérot du laboratoire. Nous présenterons les étapes de fabrication et les améliorations technologiques apportées au cours de cette thèse.

Chapitre 2

Les lasers Fabry-Pérot

1 Introduction

Après une revue des principes et des propriétés de base des lasers à semi-conducteurs sur substrat GaSb et de la spectroscopie d'absorption par diodes laser accordables, ce chapitre présente en détail les lasers Fabry-Pérot fabriqués au laboratoire.

Nous verrons toutes les étapes de fabrication, de la croissance par EJM (Epitaxie par jets moléculaires) au montage du composant laser sur son support.

Pour acquérir les propriétés requises par l'application, les étapes technologiques ont du être améliorées. Le but de ce chapitre est donc de présenter ces améliorations facilitant la réalisation de composants Fabry-Pérot destinés à l'analyse de gaz.

2 L'épitaxie par jets moléculaires

L'épitaxie, dont les principes ont été énoncés en 1928 par le minéralogiste français Royer, permet la croissance de couches très fines de matériaux semi-conducteurs, métalliques ou isolants. L'épitaxie par jets moléculaires consiste à déposer une couche cristalline sur un monocristal de même composition, ou de composition différente mais de paramètre de maille proche, en exposant celui-ci à des flux atomiques ou moléculaires. Sa mise en application a été réalisée à la fin des années 50 par Günther mais cette technique a vraiment pris son essor dans les années 70.

Les lasers du laboratoire sont à multi-puits quantiques à base de composés III-V déposés sur substrat GaSb par épitaxie par jets moléculaires. Le laboratoire possède deux bâtis d'épitaxie : un Varian GEN 2 (cf. Figure 2.01) et un Riber Compact 21.



Figure 2.01 : Schéma du bâti d'épitaxie Varian Gen II utilisé au laboratoire.

Cette technique permet la croissance sous ultravide ($P=10^{-10}$ Torr) de couches ultraminces allant de 3 Å jusqu'à quelques micromètres d'épaisseur grâce à des vitesses de croissance faibles (de l'ordre d'une monocouche atomique par seconde). Un système de caches devant les cellules permet la réalisation d'interfaces abruptes.

Pour une émission à 2,65 μ m, la structure laser est constituée de deux couches de recouvrement (*claddings*) en Al_{0,90}Ga_{0,10}As_{0,07}Sb_{0,93} permettant le confinement optique de la lumière dans le guide d'onde.

La zone active est constituée de 2 puits quantiques en $Ga_{0,57}In_{0,43}As_{0,20}Sb_{0,80}$ de 16 nm d'épaisseur séparés par une barrière en $Al_{0,30}Ga_{0,70}As_{0,03}Sb_{0,97}$ de 30 nm d'épaisseur.

Cette dernière est entourée par deux couches en $Al_{0,30}Ga_{0,70}As_{0,03}Sb_{0.97}$. L'ensemble de ces couches forme le guide d'onde (cf. Figure 2.02).



Figure 2.02 : Structure laser pour une émission à 2,65 µm.

3 Optimisations technologiques pour une émission monofréquence

Pour la détection de gaz, une des caractéristiques indispensables de l'émission laser est son caractère monomode dans la direction latérale (selon x), transverse (selon y) et longitudinale (selon z) comme illustré sur la Figure 2.03.



Figure 2.03 : Schéma d'un laser à semi-conducteurs à émission par la tranche avec les trois directions représentées. La zone noire représente la zone active.

Pour obtenir une émission monomode dans les trois directions, il va falloir optimiser certains paramètres du laser.

3.1 Emission monomode transverse

Le caractère monomode dans la direction transverse est déterminé lors de la croissance car il dépend de l'épaisseur et des indices optiques des couches du guide d'onde.

En utilisant une modélisation à une dimension sous *Matlab*, on a calculé le nombre de modes guidés dans un guide d'onde plan. On constate que, plus l'épaisseur du guide d'onde est grande, plus le nombre de modes guidés est élevé pour une longueur d'onde donnée. Dans le cas d'une structure émettant à 2,65 μ m, si l'épaisseur du guide d'onde est inférieure à 0,9 μ m, un seul mode est guidé, si elle est comprise entre 0,9 μ m et 1,7 μ m, deux modes sont guidés et enfin si elle est supérieure à 1,7 μ m, trois modes coexistent.

Au laboratoire, les lasers ont des guides d'onde ayant une épaisseur d'environ 0,8 µm ce qui ne permet le confinement optique transverse que d'un seul mode guidé (cf. Figure 2.04).



Figure 2.04 : Schéma représentant la répartition du champ dans la direction transverse lorsque le laser est monomode.

3.2 Emission monomode latérale

3.2.1 Définition et paramètres critiques

Cette propriété est définie essentiellement lors de l'étape de gravure car elle dépend de la largeur du ruban et de l'épaisseur du *cladding* supérieur laissée après gravure (cf. Figure 2.05).



Figure 2.05 : Schéma illustrant le mode guidé latéral. Les grandeurs l et p représentent respectivement la largeur du ruban et la profondeur de gravure.

L'optimisation de ces deux paramètres se fait à l'aide du logiciel de simulation par éléments finis à deux dimensions *Femlab* en s'appuyant sur le modèle physique des équations de Helmoltz [Rosencher 1998a] :

$$\Psi''(x) + k_0^2 (n^2 - n_e^2) \Psi(x) = 0$$
(2.01)

Avec : $\Psi(x)$: Champ électrique de l'onde électromagnétique

k₀: Vecteur d'onde (cm¹)
n: Indice du milieu
n_e: Indice effectif du mode guidé

En fixant les épaisseurs et les indices optiques des différentes couches de la structure laser, on détermine les solutions de cette équation, c'est-à-dire, les modes (TE ou TM) susceptibles d'être guidés dans la structure, représentés par leur indice effectif. Comme les puits quantiques de nos lasers sont contraints en compression, les modes TE sont prépondérants dans la structure [Rosencher 1998b]. Il suffira donc d'identifier, dans le résultat de la simulation, les modes TE compatibles.

Une étude a été faite en faisant varier la largeur du ruban et l'épaisseur de la couche résiduelle de *cladding* supérieur. Si la largeur du ruban est trop étroite (l<2 μ m) pour une couche résiduelle de *cladding* supérieur de 150 nm, le mode n'est plus guidé et si elle devient trop grande (l>6 μ m), deux modes coexistent. Nous avons donc choisi une largeur de ruban de 5 μ m qui est, par ailleurs, plus facile à réaliser technologiquement. Pour l'épaisseur résiduelle de *cladding* supérieur, si la gravure est trop profonde, le guide d'onde supporte deux modes car le contraste d'indice entre le ruban et le reste de la structure est plus fort (cf. Figure 2.06).



Figure 2.06 : Résultat donné par la simulation avec Femlab pour une largeur de ruban de 5 µm et un cladding entièrement gravé. Les couleurs allant du bleu au rouge indiquent l'amplitude du champ électrique des modes guidés TE.

On montre ainsi qu'une largeur de ruban de 5 μ m et qu'une épaisseur restante du *cladding* supérieur après gravure de 150 nm sont suffisantes pour obtenir un plus faible contraste d'indice et ainsi avoir une émission monomode dans la direction latérale (cf. Figure 2.07).

Chapitre 2 : Les lasers Fabry-Pérot



Figure 2.07 : Résultat donné par la simulation avec Femlab pour une largeur de ruban de 5 µm et une épaisseur de cladding restante de 150 nm. La tache multicolore représente le seul mode guidé par cette structure. Les couleurs allant du bleu au rouge indiquent l'amplitude du champ électrique du mode guidé TE.

3.2.2 Application au procédé du laboratoire

Pour réaliser concrètement l'arrêt de la gravure à une distance de l'ordre de 150 nm de la zone active, plusieurs problèmes se sont posées au cours de ce travail de thèse.

En effet, la solution d'attaque utilisée, qui sera détaillée par la suite, présente une vitesse d'attaque trop importante (de 0,25 à 0,5 μ m/s) rendant difficile l'arrêt de la gravure à la distance voulue. Pour obtenir un meilleur contrôle de l'épaisseur gravée, une étude sur d'autres solutions de gravure et une étude sur l'introduction d'une couche d'arrêt lors de la croissance ont été faites et sont décrites dans ce qui suit.

3.2.2.1 Test d'autres solutions de gravure

L'objectif fixé étant de réduire la vitesse d'attaque, une étude bibliographique a été menée et trois solutions, permettant d'attaquer le GaSb, ont été retenues.

La structure épitaxiale de test est composée tout d'abord d'une couche tampon en GaSb de 300 nm suivie par un *cladding* en $Al_{0,90}Ga_{0,10}As_{0,07}Sb_{0,93}$ de 1 µm et d'une couche de 90 nm ayant une composition croissante en aluminium allant de 10 % à 90 %.

La première solution est à base d'acide tartrique, d'acide chlorhydrique et d'eau oxygénée [Dier 2004] selon les proportions suivantes :

$$\begin{array}{ccc} C_4 H_6 O_6 : \text{HCl} : \text{H}_2 \text{O}_2 \\ (14) & (11) & (1) \end{array} \tag{2.02}$$

Sur nos matériaux, cette solution donne les résultats de la Figure 2.08.



Figure 2.08 : Profil de gravure après 70 s de process.

Cette solution n'est pas adaptée au *process* technologique pour plusieurs raisons. Tout d'abord, elle génère un état de surface très rugueux. De plus, cette solution grave très lentement le GaSb et très vite le *cladding* au regard des flancs de gravure et de l'épaisseur restante de la couche de GaSb après 70 secondes d'attaque. La vitesse totale est faible compte tenu du temps mis pour graver la couche tampon en GaSb (v≈ 17 nm/s). Enfin pour un masque de résine de 6 μ m au départ, la largeur du ruban final après gravure est trop étroite (environ 2 μ m) pour les étapes suivantes.

La deuxième solution testée est à base d'acide nitrique et chlorhydrique [Chernyuk 2003] selon les proportions suivantes :

HNO₃: HCl : CH₃COOH
(3,5) (5) (1)
$$(2.03)$$

Cette solution donne le résultat de la Figure 2.09.



Figure 2.09 : Profil de gravure après 5 s de process

Le résultat de cette gravure est plus satisfaisant que le précédent. L'état de surface est correct et on obtient après gravure un ruban de largeur d'environ 5,3 μ m. Par contre, la vitesse de gravure est trop rapide (v \approx 300 nm/s) car en un temps très court de 5 s, la couche tampon de GaSb et la totalité du *cladding* supérieur, soit une épaisseur de 1,39 μ m, ont été gravés. La vitesse de gravure du GaSb est ici aussi inférieure à celle du *cladding*.

De plus, on peut noter la présence d'une couche à la surface de l'échantillon, provenant d'un redépôt ou d'une oxydation, ce qui peut être gênant par la suite. Cette solution pourrait être utilisée si la vitesse était réduite par dilution et si ce redépôt pouvait être éliminé en augmentant par exemple le pourcentage d'acide chlorhydrique.

La dernière solution testée est à base d'acide nitrique et fluorhydrique [Nieto 2005] selon les proportions suivantes :

$$\begin{array}{rrrr} HNO_3: & HF : CH_3COOH \\ (19) & (1) & (30) \end{array}$$
(2.04)

Cette solution donne le résultat de la Figure 2.10.



Figure 2.10 : Profil de gravure après 15 s de process

Le résultat de cette gravure est satisfaisant avec un état de surface correct et un ruban final de largeur de l'ordre de 5,3 μ m. De plus, la vitesse de gravure est convenable (v \approx 90 nm/s) car en 15 s la couche tampon en GaSb et le *cladding* supérieur sont complètement gravés soit une épaisseur de 1,9 μ m. Toutefois, une faible couche d'oxyde est apparente sur la surface de l'échantillon mais peut être éliminée en augmentant le pourcentage d'acide fluorhydrique. Cette solution attaque plus lentement le GaSb que la couche riche en aluminium.

Ces premiers résultats donnent une indication pour d'autres essais en vue d'améliorer la solution d'attaque du laboratoire. La solution à base d'acide nitrique, d'acide fluorhydrique et d'acide acétique s'avère plus performante que celle utilisée jusqu'ici de part sa vitesse de gravure plus lente et la bonne qualité de l'état de surface. Une autre possibilité serait d'étudier l'influence de la dilution sur les performances des solutions d'attaque. Elle ne sera pas exposée dans ce manuscrit en raison de la priorité des résultats sur les lasers *DFB*.

3.2.2.2 Introduction d'une couche d'arrêt

Une autre solution envisageable aux problèmes rencontrés lors de l'étape de gravure est d'introduire lors de la croissance une couche d'arrêt, c'est-à-dire une couche d'un matériau inattaquable par la solution de gravure utilisée. L'intérêt d'une telle couche est de pouvoir arrêter précisément la gravure à la distance souhaitée de la zone active. Selon les matériaux, plusieurs types de couches d'arrêt ont été mises au point. Pour les structures sur substrat GaAs, les couches d'arrêt sont en InGaP [Horie 1999] et pour celles sur substrat InP, elles sont en AlAs [Choi 1993]. En ce qui concerne les lasers à semi-conducteurs épitaxiés sur substrat GaSb, il n'existe aucune référence.

Cette couche d'arrêt doit permettre de stopper la gravure de la solution d'attaque sur nos matériaux. Elle doit présenter un indice optique plus faible que celui de la zone active et une transparence aux longueurs d'onde visées pour ne pas gêner l'émission laser de nos structures. Enfin cette couche doit être suffisamment fine pour ne pas gêner le passage du courant.

La solution utilisée au laboratoire ne grave pas les couches en InAs. Ce composé présente un indice de réfraction de 3,5 et un coefficient d'absorption de $6,2 \times 10^3$ cm⁻¹ pour des longueurs d'onde proches de 2,6 µm [Palik 1985]. Ce fort coefficient n'est pas gênant si la couche est suffisamment fine. De plus, l'InAs est en condition de quasi-accord sur nos substrats car son paramètre de maille de 6,05 Å est proche de celui du GaSb. L'InAs est un donc un candidat de choix pour une couche d'arrêt si cette couche est suffisamment fine.

Un premier test a été fait avec une couche d'InAs sur une structure dont la composition est illustrée sur la Figure 2.11.



Figure 2.11 : Schéma de la structure de test contenant une couche d'InAs

Après un temps de gravure de 5 s, avec la solution du laboratoire, on obtient le résultat de la Figure 2.12.



Figure 2.12 : Photo MEB du flanc du ridge montrant le résultat de l'attaque sur une structure avec une couche d'arrêt d'InAs.

Le résultat n'est pas satisfaisant, la couche d'arrêt en InAs de 2 nm n'a pas résisté à l'attaque chimique et toutes les couches épitaxiées ont été gravées.

Un deuxième test a été effectué en utilisant un super-réseau en tant que couche d'arrêt. Le super-réseau a la particularité de présenter des propriétés optiques et électriques qui dépendent uniquement des épaisseurs et des raccords de bande des matériaux qui le constituent [Bastard 1990].

Pour arrêter la gravure à 150 nm de la zone active, nous avons fait le choix d'introduire un super-réseau accordé sur GaSb. Ce nouveau matériau est composé de 5 paires de deux couches d'InAs/AlSb de 2 nm d'épaisseur chacune (cf. Figure 2.13). Comme, il présente une énergie de bande interdite de 0,9 eV (contre 0,36 eV pour l'InAs), ce super-réseau est transparent entre 2 et 3 μ m.



Figure 2.13 : Schéma de la structure de test contenant le super réseau

Les résultats de gravure avec cette couche d'arrêt sont présentés sur la Figure 2.14.



Figure 2.14 : Photo MEB du résultat de la gravure après 10 secondes d'attaque.

La couche d'arrêt est très efficace et résiste à un temps de gravure important. En effet, l'épaisseur gravée est de 900 nm alors que la solution aurait dû graver une épaisseur de 2,5 µm sans couche d'arrêt. Elle permet aussi d'obtenir, suivant le temps d'exposition, des flancs de gravure droits.

Le résultat de ce test est très satisfaisant. L'introduction de ce super réseau dans les structures est une solution aux problèmes rencontrés lors de la gravure.

3.3 Emission monomode longitudinale

Dans le spectre d'émission d'un laser à semi-conducteurs réel, on observe plusieurs raies correspondant chacune à un mode longitudinal différent. La raie principale est celle correspondant au maximum du gain net et les raies adjacentes sont séparées par l'intervalle spectral libre (cf. Formule 1.09) typiquement de l'ordre de 1,25 nm dans un laser de 600 μ m de long émettant à 2,3 μ m.

La coexistence de plusieurs raies est due à une saturation inhomogène du gain c'est-à-dire à une réduction du gain plus forte autour de la raie principale. Le phénomène sous-jacent est désigné par le terme anglais « *spectral hole burning* » et correspond au fait que la diminution rapide de porteurs d'énergies correspondantes à la transition laser est compensée par un apport de porteurs se faisant à une vitesse limitée par le temps de relaxation intrabande et de capture par le puits.

Dans un laser à cavité Fabry-Pérot, la raie principale peut être jusqu'à 100 fois plus intense que les raies des modes secondaires (*SMSR*=20 dB). Mais, sous injection de courant, comme la température interne du laser augmente, le maximum du spectre de gain se déplace vers les hautes longueurs d'onde. On observe alors des sauts de mode correspondant au passage de l'oscillation laser à des modes de longueurs d'onde plus élevés et le rapport de suppression de mode est fortement diminué.

Les lasers classiques ont plutôt une émission multimode dans la direction longitudinale avec un fonctionnement monofréquence uniquement sous certaines conditions de température et de courant.

Pour résumer, en optimisant l'épaisseur du guide d'onde, la largeur et la profondeur du ruban à l'aide de l'introduction de la couche d'arrêt, les lasers présentent systématiquement une émission monomode transverse et latérale.

Il est donc nécessaire de se doter d'une technologie permettant d'assurer un comportement monofréquence systématique dans la direction longitudinale. C'est cette technique qui sera présentée dans le troisième chapitre.

4 Etapes Technologiques

Après la croissance, de nombreuses étapes technologiques sont nécessaires pour assurer l'émission laser du composant. Le *process* technologique du laboratoire, amélioré au cours de ce travail de thèse, est exposé dans ce qui suit.

4.1 Réalisation du ruban laser

Cette étape, divisée en deux parties, permet d'une part de confiner l'injection des porteurs dans une zone étroite mais aussi de favoriser le confinement optique latéral et d'obtenir ainsi une émission monomode dans cette direction.

4.1.1 Lithographie optique

La lithographie optique (cf. Figure 2.15) permet de définir un masque de résine pour la gravure en déposant une résine photosensible et en l'insolant avec une lampe à vapeur de mercure ($350 < \lambda < 450$ nm).



Figure 2.15: Schéma du masquage, la résine positive non exposée (en rose) restera après révélation.

4.1.2 Gravure humide

La gravure humide permet de transférer le motif défini par la résine dans le semiconducteur.

4.1.2.1 Principe

La gravure humide peut suivre plusieurs mécanismes. Elle peut être électrochimique, c'est à dire que la gravure du semi-conducteur se fait soit à l'aide d'une tension extérieure (électrolyse) ou d'un agent oxydant (Ce⁴⁺ pour le GaAs) ou, dans notre cas, purement chimique c'est-à-dire qu'elle fait intervenir une suite de réactions d'oxydo-réduction. Pour la gravure purement chimique des semi-conducteurs III-V, on distingue trois réactions successives :

Tout d'abord, le semi-conducteur III-V, immergé dans une solution réactive, s'oxyde :

$$A_{III}B_V + 6 H^+ \leftrightarrow A_{III}^{3+} + B_V^{3+}$$
(2.05)

Puis, cette couche oxydée est attaquée, dans notre cas, par une solution à base d'acide chromique et fluorhydrique. Les molécules réactives $(Cr_2O_7^{2-}, H^+)$ vont attaquer le semiconducteur en cassant les liaisons des atomes de sa surface et en formant de nouvelles liaisons avec ceux-ci.

Les nouveaux composés ainsi formés se dissolvent dans la solution de gravure ou s'échappent sous forme de gaz [Gatzke 1998].

Le bilan des réactions chimiques de la gravure humide du GaSb avec notre solution (1 CrO_3 :1 HF : 3 H₂O) est le suivant :

$$GaSb + Cr_2O_7^{2-} + 7HF + 7H^+ \leftrightarrow GaF_3 + SbF_4^- + 2Cr^{3+} + 7H_2O$$
(2.06)

4.1.2.2 Propriétés

4.1.2.2.1 Isotropie

Le caractère isotropique d'une gravure indique que la vitesse de gravure est la même dans toutes les directions (cf. Figure 2.16).



Figure 2.16 : Vue de profil d'un ruban après gravure humide.

Cette propriété peut poser un problème car l'attaque latérale grignote les espaces protégés par la résine. Pratiquement, on obtient un effet de sous-gravure et donc un ruban de plus petite largeur que prévu [Fuller 2004]. Dans notre cas, la gravure est isotropique et l'attaque latérale « grignote » environ 1 µm de part et d'autre du masque.

4.1.2.2.2 Sélectivité [Dier 2004]

La sélectivité est une propriété caractérisant la capacité de la solution de gravure à attaquer préférentiellement certains des matériaux présents dans la structure (cf. Figure 2.17). Elle est définie par le rapport des vitesses de gravure.



Figure 2.17 : Structure laser avant le lift off : $v_{Résine}$, $v_{Zone Active}$ et v_{Mesa} sont les vitesses de gravure respectifs de la résine, de la zone active et du mesa.

La solution utilisée au laboratoire grave préférentiellement les couches contenant de l'aluminium par rapport à celles constituées de GaSb pur.

4.1.2.3 Paramètres critiques

Plusieurs facteurs vont influencer la reproductibilité de la vitesse et des profils de gravure [Kadhim 1998].

4.1.2.3.1 Composition chimique du semi-conducteur

Suivant la composition chimique du semi-conducteur, la gravure chimique aura une vitesse d'attaque, une sélectivité et une anisotropie variables. Le tableau suivant, tiré des travaux de Dier *et al*, donne les vitesses d'attaque pour différents antimoniures [Dier 2004].

Vitesse d'attaque (nm.min ⁻¹)	InAs	InAsSb	GaSb	AlAsSb
Solution d'acide citrique C ₆ H ₈ O ₇ :H ₂ O	92,8 ±2,8	88,9±3,0	0,84±0,04	-
Solution d'acide tartrique C ₄ H ₄ KNaO ₆ :H ₂ O:HCl:H ₂ O ₂				
	75,3±12,3	26,1±2,4	449,5±6,3	>2000
Solution d'acide chlorhydrique HCl:H ₂ O ₂ :H ₂ O				
	176,8±14,5	51,2±7,9	281,2±25,4	1371,2±13,6

Tableau 2.01 : Vitesse d'attaque de trois solutions pour différents matériaux.

4.1.2.3.2 Contamination, oxydation et défauts de surface

Lorsqu'on expose les échantillons à l'atmosphère, il se crée dans tous les cas une couche d'oxyde à la surface de l'échantillon. Ainsi, avant tout processus de gravure, une étape de désoxydation, dans un bain d'acide chlorhydrique, est indispensable. D'autre part, après la croissance, les surfaces présentent souvent des défauts, provenant de projections des cellules du bâti ou de poussières microscopiques, qui peuvent affecter le profil et la vitesse de gravure.

4.1.2.3.3 Plans cristallins

Le profil de gravure dépend des plans cristallins rencontrés lors de l'attaque. Pour nos échantillons, la croissance des couches se fait sur le plan (001) du GaSb. La figure suivante montre les différentes directions du substrat de GaSb, selon la norme européenne et japonaise, facilement identifiables grâce à deux méplats.



Figure 2.18 : Schéma illustrant le substrat de GaSb. Le grand méplat est le plan (011) et le petit méplat est le plan (01 $\overline{1}$).

Suivant la direction cristalline suivie par la gravure chimique, les profils d'attaque obtenus sont différents (cf. Figure 2.19).



Figure 2.19 : Profils de gravure obtenus suivant la direction cristalline de la gravure.

Comme Cich *et al*, lors de leurs travaux sur InGaP/GaAs, on peut observer que le front de gravure correspond aux plans (111)A [Cich 2003]. Ces plans sont ceux qui présentent la plus grande densité surfacique de liaisons antimoine. Chaque atome d'antimoine a, dans ce plan, trois liaisons dirigées vers l'extérieur. La formation des ions Sb_4^- est donc favorisée.

Le clivage du *wafer* de GaSb se fait préférentiellement dans la direction parallèle au grand méplat lorsqu'il se fait coté substrat en raison des liaisons pendantes des atomes d'antimoine dirigées vers le bas. Les facettes du composant laser sont donc réalisées dans le plan (011) pour optimiser la qualité des miroirs de la cavité.

4.1.2.3.4 La température

La température de la solution peut jouer un rôle très important sur la vitesse de réaction [Salzenstein 1996]. En effet, si la concentration de l'espèce responsable de la vitesse de gravure à la surface de l'échantillon peut être assimilée à celle au centre de la solution réactive c_b alors la vitesse de gravure r_k est régie par l'équation suivante :

$$r_k = \mathbf{k} * \mathbf{c}_b^{\mathbf{n}} \tag{2.07}$$

Avec : k : Constante d'équilibre de la réaction : $k = A \exp(\frac{-E_a}{RT})$

A : Constante.
E_a: Energie d'activation de la réaction (J.mol¹).
T : Température absolue (K).
R : Constante des gaz parfaits : R = 8.314 J.K¹.mol¹.
n : Ordre de la réaction chimique.

Ainsi, si la température peut être contrôlée, la vitesse de gravure peut l'être aussi.

4.1.2.3.5 La diffusion

Pour des procédés de gravure où la vitesse est très élevée, la réaction chimique est limitée par le processus de diffusion du réactif à la surface de l'échantillon [Kelly 1988]. Dans ce cas, la vitesse de gravure est proportionnelle au gradient de concentration à la surface et on peut faire une approximation grâce à l'équation suivante :

$$r_d \approx \frac{\mathrm{D}}{\delta} (\mathbf{c}_{\mathrm{b}} - \mathbf{c}_s) \tag{2.08}$$

Avec : D : Coefficient de diffusion $(m^2.s^{-1})$.

 δ : Epaisseur de la couche de diffusion à la surface (μm).

- c_s : Concentration de l'espèce responsable du taux de gravure à la surface de l'échantillon (mol.L⁻¹).
- c_{b} . Concentration de l'espèce responsable du taux de gravure au centre de la solution (mol.L⁻¹).

Dans ce cas, une agitation de la solution permet de diminuer l'épaisseur de la couche de diffusion et donc d'augmenter la vitesse de réaction.

4.1.2.4 Application au laboratoire

Au laboratoire, la solution de gravure utilisée pour graver le *cladding* supérieur et ne laisser qu'une épaisseur de 150 nm est à base d'acide chromique et a la composition et les proportions suivantes :

$$\begin{array}{rcl} CrO_3 : & HF : & H_2O \\ (1) & (1) & (3) \end{array}$$
(2.09)

Cette solution, utilisée à l'origine pour révéler les dislocations du GaAs [Weyher 1983], a été adaptée empiriquement sur nos structures [Baranov 1986]. Elle présente une vitesse d'attaque élevée d'environ 0,25 µm par seconde pour les structures à simple canal et d'environ 0,5 µm par seconde pour celles à double canal (cf. Figure 2.20).



Figure 2.20 : Variation de l'épaisseur gravée en fonction du temps pour une structure simple canal.

Elle est sélective et plutôt isotrope car elle attaque plus rapidement les couches contenant de l'aluminium du *cladding* supérieur que celles composées de GaSb pur comme l'illustre la figure suivante.



Figure 2.21 : Exemple de profil de gravure d'un simple canal après un temps de 15 s. La zone active a été atteinte.

Ainsi, pour graver l'épaisseur de la couche de GaSb et s'arrêter à 150 nm de la zone active, le temps de gravure est d'environ 6 secondes pour une structure à simple canal.

Cette solution présente donc une vitesse importante et rend difficile l'arrêt précis à 150 nm de la zone active. L'introduction de la couche d'arrêt, exposée précédemment, est une solution à ce problème.

Cette étape se finit par une dissolution du masque de résine dans une solution d'acétone.

4.2 Isolation électrique

L'isolation électrique du composant se fait par un dépôt de résine. La résine a remplacé le diélectrique SiO₂, utilisé auparavant, pour plus de simplicité et de rapidité dans la réalisation du composant laser.

Cette étape permet de confiner l'injection électrique au niveau du ruban. La Figure 2.22 illustre le résultat sur nos structures laser après isolation électrique.



Figure 2.22 : Facette du composant laser après isolation électrique.

4.3 Dépôts métalliques, amincissement et montage

La réalisation des contacts est une étape déterminante pour la résistance série du futur composant car la composition et la qualité des couches déposées influent sur sa valeur. Une étude faite pour des contacts larges, a montré qu'une couche d'accroche de titane suivie par une couche d'or permettent d'obtenir des valeurs de résistance série satisfaisantes [Salhi 2004].

Elle se réalise par une étape de lithographie optique suivie d'un dépôt métallique de titane et d'or (de 30 et 300 nm d'épaisseurs respectives) et se termine par un processus de lift-off (cf. Figure 2.23).



Figure 2.23 : Schéma de la diode laser avec son ruban métallique.

Ensuite, un amincissement du substrat à 150 μ m et un dépôt métallique face inférieure, identique à celui réalisé sur la face supérieure, sont réalisés. Enfin, après avoir clivé des diodes de différentes longueurs, les composants sont montés sur des embases en cuivre. Le composant final est illustré sur la Figure 2.24.



Figure 2.24 : Photo de la diode laser sur son support.

5 Conclusion

Dans ce chapitre, les étapes technologiques de fabrication des lasers Fabry-Pérot ont été décrites. C'est un procédé mature et adapté à nos structures permettant de réaliser rapidement des composants lasers à contacts larges ou étroits.

Cependant, il présentait, au début de ce travail de thèse, quelques inconvénients pour l'application visée provenant essentiellement de l'étape de gravure.

En effet, pour répondre aux spécifications de l'application et obtenir une émission monomode, dans les trois directions, à une longueur d'onde de 2,6 µm, plusieurs paramètres ont été optimisés.

Le caractère monomode de l'émission transverse est favorisé lors de la croissance en réalisant un guide d'onde d'épaisseur inférieure à 900 nm.

Pour avoir une émission monomode latérale, les simulations ont montré que, pour un ruban de 5 µm de large, il est nécessaire d'avoir une couche résiduelle de *cladding* supérieur de 150 nm. Or, l'arrêt de l'attaque, à une distance de l'ordre de 150 nm de la zone active, est difficile avec la solution de gravure du laboratoire en raison d'une vitesse trop importante.

Plusieurs études ont donc été menées sur d'autres solutions de gravure mais la solution retenue pour cette étape de gravure réside en l'introduction d'une couche d'arrêt. Cette couche, composée d'un super réseau en InAs/AlSb, permet l'arrêt systématique de l'attaque chimique et assure ainsi une émission monomode latérale.

La technologie *DFB*, expliquée en détails dans la troisième partie de ce manuscrit, devrait permettre de forcer l'émission du laser à être systématiquement monofréquence dans la direction longitudinale. Cette technologie consiste, grâce à un réseau métallique déposé de part et d'autre du ruban, à effectuer un couplage par les pertes dans la cavité. Ce couplage introduit des pertes pour tous les modes de la cavité Fabry-Pérot. Ces pertes sont minimales pour le mode satisfaisant la condition de Bragg qui est celui sur lequel se fera l'oscillation laser.

Chapitre 3

Le laser DFB

1

de.

1 Introduction

Ce chapitre est consacré à une nouvelle technologie mise en place au laboratoire, la technologie DFB à couplage latéral ou LC-DFB.

Pour assurer une émission laser sur un seul mode longitudinal et ainsi pouvoir mesurer le dioxyde de carbone et la vapeur d'eau dans l'air ambiant par *TDLAS*, cette technologie a été mise au point sur nos structures à base d'antimoniure de gallium. Elle consiste, pour l'essentiel, à déposer un réseau de Bragg métallique de part et d'autre du ruban laser pour générer une modulation périodique des pertes de la cavité.

Cette réalisation s'est faite au cours de diverses missions au LPN dans le cadre d'un projet avec le CNES.

Dans un premier temps, des éléments de théorie vont être exposés pour mieux comprendre comment un réseau de Bragg induit un phénomène de couplage de modes dans la cavité d'un laser *DFB*. Puis, nous verrons la particularité des lasers *DFB* à couplage latéral réalisés au cours de cette thèse. Enfin, les étapes de fabrication d'un tel laser seront décrites.

2 Introduction au laser DFB

Le laser à contre réaction répartie, que l'on appelle plus communément laser *DFB* pour *Distributed FeedBack* en anglais, fit sa première apparition dans la recherche scientifique au début des années 1970 avec les travaux entrepris par H. Kogelnik sur les réseaux holographiques [Kogelnik 1969]. La première émission laser *DFB* fut mise en évidence, un an plus tard, sur substrat GaAs [Kogelnik 1971] avec une longueur d'onde de 630 nm. Cette technologie, permettant d'obtenir des lasers avec des très bonnes propriétés spectrales, a entrainé de nombreuses recherches, sur substrat InP et GaAs, dans le domaine des télécommunications pour améliorer les systèmes optiques fibrés comme, par exemple, les systèmes *WDM* (*Wavelength Division Multiplexing*).

Un laser *DFB* offre, en effet, de nombreux intérêts tels qu'une émission monofréquence, une bonne sélectivité spectrale, une largueur de raie étroite et un grand rapport de suppression des modes secondaires même sous modulation. Par ailleurs, il présente les mêmes avantages que les lasers Fabry-Pérot classiques avec une faible consommation électrique et un faible encombrement.

2.1 Principe de fonctionnement

L'idée de base est de réaliser un guide d'onde ondulé en introduisant un réseau de Bragg à proximité immédiate de la zone active (cf. Figure 3.01).



Figure 3.01 : Géométrie d'une cavité laser DFB.

Les ondes, se propageant dans cette structure périodique, vont être réfléchies à chaque période du réseau Λ et amplifier, par dispersion de Bragg, les ondes se propageant en sens inverse. Ce mécanisme de rétroaction, distribué le long de la cavité (cf. Figure 3.02), va engendrer un « couplage » entre les ondes aller et les ondes retour.



Figure 3.02 : Schéma du couplage entre les ondes propagatives et contrapropagatives dans une structure DFB.

De plus, si ce milieu présente un spectre de gain centré sur la fréquence de résonance du réseau, il y aura une condition d'oscillation laser pour une longueur d'onde bien précise. Le réseau permettra ainsi une sélection spectrale et la longueur d'onde d'émission de ce laser sera déterminée par la condition de Bragg de l'équation suivante :

$$\lambda_{emis} = \frac{2n_{eff} * \Lambda}{k} \tag{3.01}$$

Avec :

λ_{emis}: Longueur d'onde émise (m).
n_{eff}: Indice du mode guidé.
Λ : Pas du réseau (m).
k : Ordre de diffraction du réseau pris égal à 1.

2.2 Analyse des lasers DFB par la théorie des modes couplés

2.2.1 Equation des modes couplés

La théorie des lasers DFB se base sur le formalisme des modes couplés [Kogelnik 1972].

Le but de cette théorie est d'exprimer les champs électromagnétiques \vec{E} et \vec{H} de la structure DFB complète comme étant une combinaison linéaire des modes du guide d'onde non perturbé \vec{e} et \vec{h} suivant les équations suivantes :

$$\vec{E}(x, y, z) = a_{+}(z)\vec{e}_{+}(x, y) + a_{-}(z)\vec{e}_{-}(x, y)$$
 (3.02)

$$\vec{H}(x, y, z) = a_{+}(z)\vec{h}_{+}(x, y) + a_{-}(z)\vec{h}_{-}(x, y)$$
 (3.03)

Avec: $a_{\pm}(z) = \exp[j(\omega t \pm \beta z) : Ondes \text{ propagatives et contrapropagatives.}]$

Ceci permet de remplacer les équations de Maxwell satisfaites par \vec{E} et \vec{H} par une paire d'équations différentielles couplées qui décrivent l'évolution des amplitudes des modes aller a_{+} et des modes retour a_{-} dans le réseau.

On suppose dans le modèle des ondes couplées que l'amplitude E du champ électrique et les constantes du guide d'onde ne sont dépendantes que de la direction de propagation z. Le champ électrique vérifie donc l'équation de propagation suivante :

$$\frac{\partial^2}{\partial z^2} \mathbf{E} + \mathbf{k}^2 \mathbf{E} = \mathbf{0} \tag{3.04}$$

En l'absence de réseau, les champs décrivant la propagation de la lumière dans un guide d'onde non perturbé obéissent aux relations suivantes:

$$\frac{\mathrm{d}}{\mathrm{d}z}\mathbf{a}_{+}(z) = \mathbf{j}\boldsymbol{\beta}\,\mathbf{a}_{+}(z) \tag{3.05}$$

$$\frac{\mathrm{d}}{\mathrm{d}z}\mathbf{a}_{-}(z) = -\mathbf{j}\beta\,\mathbf{a}_{-}(z) \tag{3.06}$$

Avec: $\beta = \frac{2\pi n_{eff}}{\lambda} + j \frac{g - \alpha_i}{2}$: Constante de propagation du guide d'onde à une longueur d'onde λ (cm⁻¹). g: Gain modal (cm⁻¹) α_i : Pertes internes (cm⁻¹)

L'ajout du réseau dans le guide d'onde entraîne le couplage de ces deux équations, traduit par le second terme dans les relations suivantes [Garidel 2004] :

$$\frac{d}{dz}a_{+}(z) = j\beta a_{+}(z) + \kappa \exp(jk_{g}z) a_{-}(z)$$
(3.07)

$$\frac{d}{dz}a_{-}(z) = -j\beta a_{-}(z) + \kappa^{*} \exp(-jk_{g}z) a_{+}(z)$$
(3.08)

Avec : κ : Coefficient de couplage (m^{-1}) .

 κ^{\ast} : Complexe conjugué du coefficient de couplage

$$k_{g} = \frac{2\pi}{\Lambda}$$
: Vecteur d'onde du réseau (m⁻¹)

2.2.2 Ecriture matricielle

Pour résoudre ce système d'équations, on effectue le changement de variables suivant :

$$a_{+}(z) = A_{+}(z) \exp\left(\frac{j}{2}k_{g}z\right)$$
 (3.09)

$$a_{-}(z) = A_{-}(z) \exp\left(-\frac{j}{2}k_{g}z\right)$$
 (3.10)

Et on obtient un nouveau système d'équations :

$$\begin{cases} \frac{d}{dz} A_{+}(z) = j\delta A_{+}(z) + \kappa A_{-}(z) \\ \frac{d}{dz} A_{-}(z) = -j\delta A_{-}(z) + \kappa^{*}A_{+}(z) \end{cases}$$
(3.11)

Avec: $\delta = \frac{\beta^2 - \beta_0^2}{2\beta} \approx \beta_{\text{th}} - \beta_0 = n \frac{w - w_0}{c}$: Fréquence normalisée.

 β_0 et β_{th} : Constantes de propagation à la fréquence de Bragg et au seuil laser (m^{-1})

 w_0 : Fréquence de Bragg (Hz)

On peut alors écrire les équations des modes couplés sous la forme du système matriciel suivant :

$$\frac{\mathrm{d}}{\mathrm{d}z} \begin{bmatrix} A_{+}(z) \\ A_{-}(z) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} j\delta & \kappa \\ \kappa^{*} & -j\delta \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A_{+}(z) \\ A_{-}(z) \end{bmatrix}$$
(3.12)

2.2.3 Résolution matricielle

La méthode de résolution consiste à utiliser une décomposition en vecteurs propres. Après calcul, on trouve les valeurs propres et les vecteurs propres suivants :

$$\begin{cases} \lambda_1 = \gamma \\ \lambda_2 = -\gamma \end{cases}$$
(3.13)

$$\begin{cases} \overrightarrow{V_{1}} = \begin{bmatrix} j\delta + \gamma \\ \kappa^{*} \end{bmatrix} \\ \overrightarrow{V_{2}} = \begin{bmatrix} -\kappa \\ j\delta + \gamma \end{bmatrix} \end{cases}$$
(3.14)

En posant : $\gamma = \sqrt{\kappa^2 + (\alpha - j\delta^2)}$: Constante de propagation complexe (m^{-1})

L'égalité matricielle résultante fait apparaitre des conditions initiales provenant de la résolution du système d'équations différentielles par la décomposition en vecteurs propres :

$$\begin{bmatrix} A_{+}(z) \\ A_{-}(z) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \vec{V}_{1} & \vec{V}_{2} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \exp(\lambda_{1}z) & 0 \\ 0 & \exp(\lambda_{2}z) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \vec{V}_{1} & \vec{V}_{2} \end{bmatrix}^{-1} \begin{bmatrix} A_{+}(0) \\ A_{-}(0) \end{bmatrix}$$
(3.15)

En remplaçant les valeurs et vecteurs propres, on trouve après calcul :

$$\begin{bmatrix} A_{+}(z) \\ A_{-}(z) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cosh(\gamma z) + j\frac{\delta}{\gamma}\sinh(\gamma z) & \frac{\kappa}{\gamma}\sinh(\gamma z) \\ \frac{\kappa^{*}}{\gamma}\sinh(\gamma z) & \cosh(\gamma z) - j\frac{\delta}{\gamma}\sinh(\gamma z) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A_{+}(0) \\ A_{-}(0) \end{bmatrix}$$
(3.16)

En revenant à l'expression originale des amplitudes des modes aller et retour a_+ et a_- , on exprime les solutions des équations des modes couplées sous la forme matricielle suivante :

$$\begin{bmatrix} a_{+}(z) \\ a_{-}(z) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \exp(\frac{j}{2}k_{g}z) & 0 \\ 0 & \exp(-\frac{j}{2}k_{g}z) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \cosh(\gamma z) + j\frac{\delta}{\gamma}\sinh(\gamma z) & \frac{\kappa}{\gamma}\sinh(\gamma z) \\ \frac{\kappa^{*}}{\gamma}\sinh(\gamma z) & \cosh(\gamma z) - j\frac{\delta}{\gamma}\sinh(\gamma z) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} a_{+}(0) \\ a_{-}(0) \end{bmatrix} (3.17)$$

Cette matrice permet de définir les amplitudes des modes couplés en chaque point z connaissant les conditions initiales en z=0, c'est-à-dire à l'entrée du réseau.

Si on suppose qu'il n'y a aucune lumière incidente sur la droite du guide, c'est-à-dire que $a_{-}(L) = 0$ et que la seule lumière incidente dans le guide vient de la gauche, c'est-à-dire $a_{+}(0) = 1$, alors on peut écrire :

$$\begin{bmatrix} t \\ 0 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \exp(\frac{j}{2}k_{g}z) & 0 \\ 0 & \exp(-\frac{j}{2}k_{g}z) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \cosh(\gamma L) + j\frac{\delta}{\gamma}\sinh(\gamma L) & \frac{\kappa}{\gamma}\sinh(\gamma L) \\ \frac{\kappa^{*}}{\gamma}\sinh(\gamma L) & \cosh(\gamma L) - j\frac{\delta}{\gamma}\sinh(\gamma L) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 \\ r \end{bmatrix} (3.18)$$

Cela donne le coefficient de réflexion du réseau suivant :

$$r(\delta) = -\frac{\kappa^* \tanh(\gamma L)}{\gamma - j\delta \tanh(\gamma L)}$$
(3.19)

Pour un laser *DFB* « idéal », sans réflexion aux facettes, les solutions de l'équation des modes couplés, correspondant aux modes *DFB* de la structure, se déduisent de la divergence du coefficient de réflexion du réseau, c'est-à-dire, lorsqu'il devient le plus grand possible. Il faut donc que le dénominateur de l'équation 3.19 devienne nul :

$$\gamma_{th} = j\delta_{th} \tanh(\gamma_{th}L) \tag{3.20}$$

La résolution numérique de cette équation donne pour solutions les différents modes *DFB* possibles de la cavité. Chacun est associé à une valeur propre de constante de propagation complexe γ_{th} avec une constante de gain α_{th} et une fréquence de résonance normalisée δ_{th} .

La détermination de ces paramètres pour un *DFB* avec réflexion aux facettes se fait de la même manière mais fait intervenir les coefficients de réflexion et de transmission des facettes [Coldren 1995].

2.2.4 Description des modes DFB

2.2.4.1 Coefficient de couplage

Le paramètre essentiel qui caractérise un laser DFB est le coefficient de couplage κ . Il quantifie la force de la dispersion arrière de Bragg et donc la quantité de rétroaction, c'est-à-dire de puissance transférée du mode aller a_+ (z) vers le mode retour a_- (z) par unité de longueur (cf.



Figure 3.03 : Schéma illustrant le couplage entre les ondes contrapropagatives dans une structure DFB. a et t représentent respectivement la profondeur du réseau et la distance de la zone active par rapport au réseau. R et T représentent respectivement les facteurs de reflexion et transmission des facettes de la cavité.La couche d'indice n₃ représente la zone active.

Selon la littérature, il y a plusieurs expressions de ce coefficient. Une première approximation est donnée, en 1972, dans les travaux de Kogelnik. Selon ces travaux, un laser *DFB* peut être soit à couplage par le gain, soit à couplage par les pertes soit une combinaison des deux.

En effet, suivant les propriétés du réseau de Bragg inséré aux alentours de la zone active, il y a une modulation spatiale de l'indice de réfraction n(z) et/ou de la constante de gain α (z). Ces deux paramètres sont définis par les équations suivantes selon une modulation supposée ici sinusoïdale :

$$n(z) = n + n_1 \cos 2\beta_0 z \tag{3.21}$$

$$\alpha(z) = \alpha + \alpha_1 \cos 2\beta_0 z \tag{3.22}$$
Avec : n et α : Valeurs moyennes de l'indice de réfraction et de la constante de gain du milieu (m^{1})

 n_1 et α_1 : Amplitudes des modulations spatiales de l'indice de réfraction et de la constante de gain du milieu

 (m^{i}) β_0 : Constante de propagation de l'onde à la fréquence de Bragg (m^{i})

Le coefficient de couplage s'écrit alors sous la forme suivante :

$$\kappa = \frac{\pi n_1}{\lambda} + \frac{1}{2}j\alpha_1 \tag{3.23}$$

Cette expression se simplifie si on a affaire à une modulation uniquement par l'indice ou uniquement par le gain. Ainsi si le laser *DFB* est à couplage par l'indice (*IC-DFB Laser*), il y a une modulation spatiale de l'indice de réfraction, le coefficient de couplage est réel et α_1 est nul. Pour un laser à couplage par le gain (*GC-DFB Laser*), équivalent à un laser à couplage par les pertes, le couplage entre les ondes aller et retour est fourni par un milieu à gain qui varie périodiquement le long de la cavité [Osowski 1997], le coefficient de couplage est imaginaire et n₁ est nul.

Une autre approximation, donnée un an plus tard, dans les travaux de Yariv [Yariv 1973] exprime le coefficient de couplage comme étant dépendant des paramètres géométriques du guide d'onde (cf. Figure 3.03) :

$$\kappa = \frac{2\pi^2}{3\lambda_0 k} \frac{(n_2^2 - n_1^2)}{n_2} \left(\frac{a}{t}\right)^3 \left[1 + \frac{3(\frac{\lambda_0}{a})}{2\pi(n_2^2 - n_1^2)^{1/2}} + \frac{3(\frac{\lambda_0}{a})^2}{4\pi^2(n_2^2 - n_1^2)}\right]$$
(3.24)

Avec : k : ordre du réseau

Il existe encore d'autres expressions théoriques du coefficient de couplage [Kudo 1993] [Caroll 1998] mais, dans ce manuscrit, nous retiendrons la première expression issue des travaux de Kogelnik.

2.2.4.2 Couplage par l'indice, couplage par le gain

D'après la théorie de Kogelnik, pour un laser à couplage par l'indice (κ réel, $\alpha_1=0$), la résolution numérique de l'équation aux valeurs propres 3.20 montre que l'évolution de la constante de propagation en fonction de la fréquence normalisée (ω/c_0) présente une bande interdite centrée sur la fréquence de Bragg ω_0 . Cette *stopband* entraîne un spectre de modes symétrique autour de la fréquence de Bragg et donc une émission bimode autour de cette même fréquence (cf. Figure 3.04).





Pour éviter le fonctionnement bimode d'une structure à couplage par l'indice, plusieurs techniques ont été utilisées comme les lasers *DFB* à saut de phase (*Phase-Shift DFB*) [Jacquet 1992] ou les lasers *DFB* à couplage latéral (*LC-DFB*) qui sont le sujet de cette thèse.

Les lasers à couplage par le gain (κ imaginaire, $n_1=0$) ne présentent pas de bande interdite en fréquence. L'émission se produit donc à la fréquence de Bragg avec un spectre de modes symétrique (cf. Figure 3.05).



Figure 3.05 : Schéma illustrant le spectre de modes pour un laser DFB à couplage par le gain.

L'espacement entre les modes pour les lasers *DFB* est défini par la relation suivante [Willems 1991] :

$$\Delta v_{DFB} = \frac{1.5\sqrt{2}}{\pi n_{eff} \tanh(\kappa L)} c\kappa$$
(3.25)

On constate sur ces deux figures que plus on s'éloigne de la condition de Bragg, plus les seuils lasers des modes *DFB* augmentent, ce qui rend ces structures très sélectives spectralement.

Enfin, la force du couplage κ L sur de telles structures a une grande influence. En effet, plus le couplage est fort plus la largeur de la bande interdite est grande pour une structure à couplage par l'indice. Inversement, plus ce couplage est faible plus les propriétés de résonance de ces deux types de structures se rapprochent d'une cavité Fabry-Pérot classique.

En réalité, il est difficile de réaliser des lasers *DFB* à couplage purement par l'indice ou par le gain, on parle alors de lasers à couplage complexe (*CC-DFB Laser*) [Kapon 1982].

2.3 Fabrication

Pour fabriquer un laser DFB et ainsi obtenir une modulation périodique de l'indice de réfraction et/ou de la constante de gain, on réalise un réseau à proximité de la zone active, s'apparentant à une couche présentant une rugosité périodique.

Classiquement, la réalisation de cette structure se fait par une gravure du guide d'onde et nécessite donc une reprise d'épitaxie. On obtient alors un laser *DFB* avec un réseau « enterré » (cf. Figure 3.06).



Figure 3.06: Schéma d'une structure laser DFB « classique ».

Cette méthode est bien maitrisée sur substrats GaAs et InP pour des longueurs d'onde télécoms mais la reprise d'épitaxie pose un problème pour les structures dont les couches ont une forte concentration en aluminium car ces couches s'oxydent lors de la mise à l'air pour réaliser le réseau.

Pour éviter une reprise d'épitaxie, le réseau de Bragg doit être réalisé une fois la croissance des couches effectuée. C'est le cas des lasers *DFB* à couplage latéral (*LC-DFB laser*).

Plusieurs techniques de fabrication existent pour générer ce couplage latéral. La première ayant été développée consiste à graver profondément un réseau directement sur le ruban laser [Liau 1985] et d'injecter le courant par les cotés (cf. Figure 3.07). Une autre technique utilisée pour les lasers *RWG (Ridwe WaveGuide Laser)* [Miller 1992] consiste à réaliser le réseau de part et d'autre du laser en effectuant une gravure profonde à travers la couche tampon et le *cladding* supérieur (cf. Figure 3.08).





Figure 3.07: Schéma d'une structure laser DFB avec un réseau sur le ruban laser.

Figure 3.08: Schéma d'une structure laser RWG-DFB.

L'inconvénient de ces deux techniques est qu'une gravure profonde ($p \approx 1 \mu m$) et uniforme de la structure est nécessaire pour définir le réseau.

Une alternative, faisant l'objet de cette thèse, est apportée par les lasers *DFB* à couplage latéral avec un réseau défini sur les flancs et de part et d'autre du ruban laser. Ce réseau peut être constitué d'un diélectrique [Martin 1994] ou d'un métal [Kamp 2001] qui apporte un couplage complexe majoritairement par le gain.

3 Le laser DFB à couplage latéral

3.1 Définition

Le laser *DFB* à couplage latéral (*LC-DFB laser*) est apparu au début des années 1990 avec les travaux du *Jet Propulsion laboratory* [Lang 1992] pour répondre aux problèmes de fabrication causés par la reprise d'épitaxie des lasers *DFB* classiques. En effet, pour les lasers à courtes longueurs d'onde (λ <850 nm) et les lasers moyen infrarouge sur substrat GaSb, les fortes concentrations en aluminium rendent difficile la fabrication en deux étapes d'épitaxie car l'exposition à l'air, pour réaliser le réseau, engendre une oxydation systématique des couches créant des problèmes d'interface.

Pour fabriquer un laser *DFB* sans reprise d'épitaxie, on réalise un ruban par gravure après la croissance de la structure et on définit alors un réseau de Bragg métallique de part et d'autre de ce ruban (cf. Figure 3.09).



Figure 3.09 : Structure d'un laser LC-DFB, A est le pas du réseau.

3.2 Etat de l'art

De tels lasers ont été réalisés sur des matériaux divers, donnant accès à des longueurs d'onde allant de 400 nm à presque 2,4 μ m. Ces composants sont utilisés en tant que diodes de pompe ou pour des applications spectroscopiques (400 nm- 1 μ m), pour les télécommunications (1,3 et 1,55 μ m) et enfin pour l'analyse de gaz (λ >2 μ m).

Le tableau ci-dessous présente un état de l'art au début de ce travail de thèse, suivant la longueur d'onde, de ces composants (nous n'avons retenu que les lasers à puits quantiques).

Applications	λ (μm)	I _{th} (mA)	SMSR (dB)	Matériaux	Equipes
Diode de pompe, Spectroscopie	0,4	470 (Pulsé)	≈20	GaInN/GaN (SiC)	Université de Stuttgart (Stuttgart, Allemagne) [Schweizer 2002]
	0,518	25 (Pulsé)	25	CdZnSe (SiC)	Université de Würzburg (Würzburg, Allemagne) [Legge 1999]
	0,935	25	30	InGaAs (GaAs)	Université de Delaware, (Delaware, USA) [Martin 1995]
	0,937	25	30	InGaAs (GaAs)	Université de Cornell (New york, USA) [Tiberio 1995]
	0,968	15	46	InGaAs (GaAs)	Université d'Osaka (Osaka, Japon) [Das 2004]
	0,98	9	45	InGaAs (GaAs)	Université de Würzburg (Würzburg, Allemagne) [Kamp 1999]
	1,05	28 (Pulsé)	40	InGaAs (GaAs)	Université d'Illinois (Illinois, USA) [Osowski 1997]
Télécoms	1,27-1,304	30	44	GaInNAs (GaAs)	Nanoplus GmbH (Allemagne) [Gollub 2002]
	1,3	17	45	InGaAsP (InP)	Pioneer Corp (Japon) [Chen 2000b]

	1,53	21	47	InGaAsP (InP)	Jet Propulsion Laboratory (Californie, USA) [sin 2001]
	1,55	50	45	InGaAsP (InP)	Université de Würzburg (Würzburg, Allemagne) [Rennon 2000]
	1,57	12	55	InGaAsP (InP)	Infineon Technologies (Munich, Allemagne) [Schreiner 2003]
	1,57	18	40	InGaAsP (InP)	Pioneer Corp (Japon) [Watanabe 1998]
	1,58	32	42	InGaAsP (InP)	Université de Würzburg [Muller 2001]
TDLS	2	20	31	GaInAsSb (GaSb)	Université de Wurzburg [Bleuel 2001]
	2,08	35	30	GaInAsSb (GaSb)	Université de Wurzburg [Kamp 2001]
	2,33	50	35	GaInAsSb (GaSb)	Nanoplus GmbH (Allemagne)
	2,4	30	33	GaInAsSb (GaSb)	Université de Würzburg [Hummer 2004]

Tableau 3.01 : Etat de l'art des lasers DFB à couplage latéral. Tous les composants sont à ruban étroit ($l \approx 2 \mu m$) et fonctionnent à température ambiante.

Comme on peut le constater dans ce tableau, ces diodes lasers couvrent un spectre très large avec des longueurs d'onde allant du visible au moyen infrarouge. Ces composants fonctionnent en continu et à température ambiante exception faite des lasers émettant aux faibles longueurs d'onde (λ =400 nm et λ =1 µm) qui fonctionnent en pulsé.

En ce qui concerne les matériaux utilisés, la plupart de ces composants sont à base d'éléments III-V avec une faible utilisation des éléments II-VI pour les très faibles longueurs d'onde.

Pour les faibles longueurs d'onde, l'essentiel des composants sont sur substrat GaAs avec des zones actives composées de puits quantiques en InGaAs. Ils fonctionnement en pulsé ou en continu et présentent un rapport de suppression des modes secondaires élevé ($SMSR \approx 30$ dB).

Pour les applications de télécommunications à 1,3 µm et 1,55 µm sur substrats GaAs et InP, la technologie à couplage latéral est préférée à la fabrication classique car l'utilisation d'une seule étape d'épitaxie est plus simple. Ces lasers présentent un fonctionnement en continu et à température ambiante avec des seuils laser honorables ($10 < I_{th} < 50$ mA) et des rapports de suppression de modes secondaires très élevés (*SMSR*≈40 dB).

Au début de ce travail de thèse, peu de recherches existent sur les lasers DFB à couplage latéral avec des zones actives composées de puits quantiques émettant au dessus de 2 μ m et l'essentiel des efforts est réalisé par l'équipe du Pr Forchel (Université de Würzburg).

Pour atteindre les longueurs d'onde plus élevées (λ >2 µm), les matériaux télécoms ne suffisent pas. Il faut changer de filière et passer aux matériaux à petits gaps (GaSb, InAs) qui permettent d'atteindre des longueurs d'onde élevées compatibles avec la détection de gaz tels que le méthane ou le dioxyde de carbone.

Ces lasers ont des zones actives constituées de puits quantiques en GaInAsSb. Ce sont des composants qui fonctionnent à température ambiante et qui présentent des seuils lasers relativement faibles ($20 < I_{th} < 50$ mA) et des rapports de suppression de modes secondaires élevés (*SMSR*≈30 dB)

Pour rendre l'émission adaptée à l'analyse de gaz avec un fonctionnement monofréquence et des seuils lasers bas entre 2 et 3 µm, le couplage latéral des lasers *DFB*, mis au point dans le cadre de ma thèse, s'effectue avec un réseau métallique de part et d'autre du ruban. C'est cette technologie qui va être définie dans ce qui suit.

3.3 Principe de fonctionnement

On parle de couplage latéral ou par les pertes car le couplage entre les ondes contrapropagatives est fourni par le réseau métallique absorbant entrainant une variation de la partie complexe de l'indice et donc des pertes périodiques le long de la cavité. Le fonctionnement de ces lasers repose sur l'interaction entre la partie évanescente du mode guidé de la cavité et le réseau latéral. Il est donc indispensable que le recouvrement latéral du champ optique avec le réseau soit suffisant.

Pour faire un parallèle avec la théorie de Kogelnik, ce sont des lasers à couplage complexe majoritairement par le gain avec une émission sur un mode et pas de bande interdite. On peut écrire le coefficient de couplage de la manière suivante [Liew 1995] :

$$\kappa = \kappa_n - i\kappa_l \tag{3.26}$$

Avec : K_n : Coefficient de couplage par l'indice (m^{-1})

 κ_l : Coefficient de couplage par les pertes (m^{-1})

L'influence de ces deux types de couplage sur nos structures va être détaillée dans ce qui suit.

3.3.1 Couplage par l'indice

Le couplage par l'indice, représenté par son coefficient κ_n , est lié à la profondeur de gravure p du ruban laser, à sa largeur l et à l'épaisseur du réseau [Choi 1996].

En effet, ces trois paramètres vont influer sur le contraste d'indice et par conséquent sur le recouvrement du mode avec le réseau de Bragg [Martin 1994] (cf. Figure 3.10).



Figure 3.10: Schéma illustrant l'influence de la profondeur de gravure p sur le recouvrement (représenté en rouge) du champ optique et du réseau.

Comme énoncé au chapitre 2, pour favoriser une émission monomode dans la direction latérale, la largeur du *ridge* doit être de 5 µm et la couche résiduelle de *cladding* supérieur doit être de l'ordre de 150 nm. En ce qui concerne le réseau, l'épaisseur de la couche métallique ne doit pas être trop importante car le mode risque d'être déconfiné. Pour nos longueurs d'onde, une couche métallique de chrome d'épaisseur 50 nm est suffisante pour assurer un couplage efficace [Kamp 2001]. Une simulation du confinement optique du champ sur nos structures, à l'aide du logiciel de simulation à 1 dimension *Matlab* compte tenu de ces paramètres montre que le recouvrement du mode guidé avec le réseau est de 12 % (cf. Figure 3.11).



Figure 3.11 : Simulation du confinement optique du champ pour une structure DFB émettant à 2,6 µm.

3.3.2 Couplage par le gain

Le couplage par le gain (ou les pertes), représenté par son coefficient κ_l , est majoritairement lié au réseau métallique qui fournit une modulation périodique de l'absorption.

Lorsque le recouvrement entre la partie évanescente du mode et le réseau est suffisant, le réseau va jouer le rôle d'un filtre fréquentiel en introduisant des pertes aux modes guidés ne respectant pas la condition de Bragg permettant ainsi l'émission d'un seul mode avec une bonne sélectivité spectrale.

L'efficacité de ce couplage est reliée à plusieurs paramètres du réseau. Tout d'abord le réseau doit être constitué d'un matériau fortement absorbant (partie imaginaire forte) à la longueur d'onde de travail. Pour nos longueurs d'onde, on utilise du chrome ($\alpha \approx 3.9 \times 10^5 \text{ cm}^{-1}$).

Ensuite les pertes introduites peuvent être optimisées en ajustant le rapport cyclique du réseau. Une étude sur l'influence du rapport cyclique pour des lasers *DFB* à couplage par le gain avec un réseau absorbant a démontré qu'un rapport cyclique autour de 15% donne un coefficient de couplage optimum quelque soit l'ordre du réseau [Cao 1992].

Enfin, la proximité du réseau par rapport au ruban laser est très importante car le champ optique décroit exponentiellement en dehors du guide d'onde. Par conséquent, plus le réseau est proche du ruban laser meilleure est l'interaction entre la partie évanescente du mode guidé et le réseau.

3.3.3 Expression du coefficient de couplage

En se basant sur la théorie exposée sur les lasers RWG-DFB (Ridge WaveGuide DFB) déduite du formalisme de Kogelnik, on peut écrire le coefficient de couplage de la façon suivante [Agrawal 1985]:

$$\boldsymbol{\kappa} = \boldsymbol{\Gamma}_{L}\boldsymbol{\kappa}_{1} + \boldsymbol{\Gamma}_{L}\boldsymbol{\kappa}_{2} \tag{3.27}$$

Avec : :

$$\Gamma_L = \frac{\int_{-w/2}^{w/2} \psi^2(x) dx}{\int_{-\infty}^{\infty} \psi^2(x) dx} : Facteur \ de \ confinement \ latéral$$

 $\psi(x)$: Champ optique

 $\kappa_1 \ et \ \kappa_2$: Coefficients de couplage sur les cotés du ridge et sous le ridge (m^1) .

Mais, pour nos lasers, le réseau de Bragg n'est présent que de part et d'autre du *ridge* $(\kappa_2 = 0)$, on peut donc écrire :

$$\kappa = \Gamma_L \kappa_1 = \Gamma_L \frac{k_0^2}{2\beta} \int \Delta \mathcal{E}_1(y, z) \phi^2(y) dy$$
(3.28)

Avec: k_0 : Nombre d'onde dans le vide (m^{-1})

 β : Constante de propagation du mode (m^{-1})

 $\Delta \mathcal{E}_1$: Permittivité induite par le réseau de part et d'autre du ruban (F. m⁻¹)

ϕ_v : Distribution transverse du champ optique

Cette expression peut être simplifiée dans le cas des réseaux rectangulaires et on obtient l'expression suivante :

$$\left|\kappa\right| = \frac{\left(n_2^2 - n_1^2\right)}{n_{eff}\lambda} \frac{\sin(\pi m\gamma)}{m} \Gamma_L$$
(3.29)

Avec :

 n_1 et n_2 : Indices de réfraction des matériaux au dessus et au dessous du réseau

n_{eff} : Indice effectif du mode guidé

m :Ordre du réseau

 γ : Rapport cyclique du réseau

Comme on peut le constater, le coefficient de couplage κ est étroitement lié au contraste d'indice $(n_2^2 - n_1^2)$ aux paramètres du réseau *m et \gamma*.

Selon la littérature, les valeurs des coefficients de couplage des composants DFB à couplage latéral sont illustrées dans le tableau suivant.

λ (μm)	$\kappa (\mathrm{cm}^{-1})$	Matériaux	Equipes
0.035	5,9	InGaAs	Université de Delaware,
0,200		(GaAs)	[Martin 1995]
0.980	10	InGaAs	Université de Würzburg
0,200		(GaAs)	[Kamp 1999]
1 3	79	InGaAsP	Pioneer Corp (Japon)
1,5		(InP)	[Chen 2000b]
1 57	95	InGaAsP	Pioneer Corp (Japon)
1,07		(InP)	[Watanabe 1998]
2.08	5< K < 20	GaInAsSb	Université de Wurzburg
2,00	J~ A ~20	(GaSb)	[Kamp 2001]

Tableau 3.02 : Valeurs du coefficient de couplage pour les composants DFB à couplage latéral.

Comme on peut le constater, le coefficient de couplage ne dépend pas de la longueur d'onde mais de la technologie mise en œuvre pour réaliser l'effet *DFB*. Les valeurs élevées obtenues [Chen 2000b] [Watanabe 1998] sont expliquées par une profondeur de réseau et un rapport cyclique importants (p>300 nm, d=60 %). Ensuite si le réseau est réalisé par gravure du *cladding* [Martin 1995], l'écart d'indice est peu important et par conséquent le coefficient de couplage aussi. Enfin, dans notre cas, lorsque le réseau est réalisé par un dépôt et qu'il est donc constitué d'un métal, les valeurs du coefficient de couplage, lié principalement aux paramètres d'absorption du métal, sont de l'ordre de 10-20 cm⁻¹[Kamp 1999] [Kamp 2001].

Pour résumer, en vue d'obtenir un couplage complexe efficace pour les lasers DFB à couplage latéral, la profondeur de gravure p et les propriétés du réseau comme son pas Λ , son rapport cyclique et le matériau le constituant doivent être bien choisis.

Nous avons donc utilisé pour nos lasers, à base d'antimoine émettant au dessus de 2,6 μ m, une épaisseur de *cladding* restante après gravure de 150 nm pour une largeur de *ridge* de 5 μ m et un réseau avec un pas autour de 400 nm présentant un rapport cyclique de 15 %. Une estimation du coefficient de couplage sur nos structures avec ces paramètres a été réalisée avec le logiciel aux éléments finis *Femlab*. Ce logiciel nous permet de calculer l'indice effectif du mode guidé pour une structure avec le réseau métallique et une structure sans réseau. De ces deux valeurs on peut déduire le contraste d'indice. Enfin, en utilisant l'approximation de l'équation (3.23) sans partie imaginaire, la valeur du coefficient de couplage pour nos structures obtenue est de 12 cm⁻¹, du même ordre que celles trouvées dans la littérature.

Après avoir décrit la théorie des lasers DFB et, en particulier, les lasers DFB à couplage latéral (LC DFB laser), nous allons maintenant exposer les étapes de fabrication de ces lasers.

3.4 Fabrication des lasers DFB à couplage latéral

Après la croissance de la structure, de nombreuses étapes technologiques sont nécessaires pour assurer l'émission laser du composant. La difficulté avec les lasers *DFB* à couplage latéral est d'obtenir une interaction suffisante entre la partie évanescente du champ optique et le réseau en surface. Pour optimiser cette interaction, le réseau latéral doit venir bien au contact de la base du ruban laser. Le ruban doit ainsi présenter des flancs de gravure droits et le fond de gravure doit avoir un bon état de surface pour optimiser le dépôt du réseau.

Les étapes de fabrication se différencient de celles exposées au chapitre précédent principalement pour l'étape de gravure et pour la réalisation du réseau latéral.

Au début de ce travail de thèse, le procédé *DFB* n'existait au LPN que sur des composés InP. La mise au point de ce procédé sur GaSb, a été faite en collaboration avec les ingénieurs du LPN au cours de six missions d'une à deux semaines durant ces trois années de recherche.

3.4.1 Réalisation du ruban laser

Cette étape, divisée en deux parties, permet d'une part de configurer l'injection des porteurs sur une zone étroite mais aussi, de favoriser le confinement optique horizontal pour obtenir ainsi une émission monomode latérale.

3.4.1.1 Réalisation du masque

Pour la gravure sèche, on utilise un masque métallique en titane/or qui sert, une fois le procédé réalisé, de contact ohmique pour le composant. Pour réaliser ce masque, on suit les étapes de la Figure 3.12.



Figure 3.12 : Schéma du dépôt du masque métallique en titane/or de 300/3000 Å. Le titane est déposé pour l'accrochage du masque d'or au semi-conducteur.

Comme expliqué dans le chapitre précédent, la largeur du masque est de 5 µm.

3.4.1.2 Gravure

On utilise ici un procédé de gravure sèche. Il permet d'obtenir des flancs de gravure droits mieux adaptés au dépôt ultérieur du réseau métallique. Ce procédé est beaucoup plus contrôlable que la gravure humide car il permet, en jouant sur les paramètres du procédé (gaz utilisé, pression, puissance RF...), d'optimiser la vitesse (et donc la profondeur de gravure) et l'anisotropie de la réaction.

Après un rappel sur le fonctionnement de la gravure sèche, nous verrons comment nous avons gravé nos structures

3.4.1.2.1 Rappels sur la gravure sèche

Pour pouvoir transférer des motifs de plus en plus petits, on utilise la gravure sèche qui se fait dans des bâtis sous vide à l'aide d'un milieu gazeux partiellement ionisé, le plasma. Il existe plusieurs systèmes de gravure plasma, les trois principaux utilisent, soit un plasma créé par un couplage capacitif (*CCP*: *Capacitively Coupled Plasma*) utilisé dans un système *RIE* (*Reactive Ion Etching*), soit un plasma créé par un couplage inductif (*ICP*: *Inductively Coupled Plasma*), soit un plasma créé par résonance cyclotronique des électrons (*ECR*: *Electron Cyclotron Resonance*).

3.4.1.2.1.1 Principe du plasma

C'est un gaz partiellement ou totalement ionisé. Cette ionisation se fait à l'aide d'une cathode en présence de gaz dans le bâti ($Ex : SF_6$, SiCl₄, O₂, Ar, CH₄, H₂, CHF₃).

La cathode, située à la base du bâti, va générer une onde électromagnétique (f=13,56 MHz). Cette onde radiofréquence va, suivant sa puissance, ioniser, dissocier ou exciter sur des niveaux métastables les atomes et molécules présents dans le bâti par impact. Cette ionisation partielle crée le plasma qui est un mélange gazeux composé d'ions⁺, de quelques ions⁻, d'électrons et d'atomes ou molécules neutres (radicaux libres).

Lors de la gravure, une lumière, issue de la désexcitation électronique à partir des niveaux métastables des espèces excitées, est émise dans le bâti. (Ex : bleue pour un plasma de SF_6 , blanche pour l'O₂ et rose foncé pour l'H₂).

C'est ce plasma qui va permettre la gravure du semi-conducteur.

3.4.1.2.1.2 Principe de la gravure

Juste au dessus du semi-conducteur, à l'interface plasma / semi-conducteur, une « gaine plasma » se crée. C'est une zone de déplétion où aucune collision électronique ne se déroule. Les électrons du plasma, qui ont une mobilité plus importante que les ions et une inertie plus faible, vont migrer dans cette zone.

Puisqu'aucune évacuation de charges n'est possible par la cathode, il va se créer un champ électrique vertical au dessus de la surface ou potentiel d'autopolarisation (*self-bias*) qui va avoir pour effet d'attirer les ions⁺ (cf. Figure 3.13).



Figure 3.13 : Schéma des phénomènes mis en jeu dans la gaine plasma.

Les ions du plasma attirés à la surface du semi-conducteur vont réagir avec ce dernier par réaction chimique. Les composés formés sont volatils (ex : GaCl, AlCl...) et quittent la surface : le semi-conducteur est gravé.

Plusieurs paramètres agissent sur les propriétés du plasma et donc, de la gravure sèche. La vitesse de réaction et l'anisotropie sont fonction des débits, de la composition du mélange gazeux et des pressions partielles des gaz, de la pression totale du bâti, de la puissance RF appliquée, du *bias*, de la température de la cathode et enfin de la géométrie du réacteur.

3.4.1.2.2 Application à nos structures

Pour graver nos structures, nous avons utilisé un système *ICP*, c'est-à-dire que le couplage entre l'onde et l'antenne est de type inductif. Ce système permet un transfert de puissance au plasma plus efficace que le couplage capacitif [Rax 2005].

Dans le but de réaliser des rubans lasers d'une largeur de 5 µm et ne laisser qu'une couche résiduelle de *cladding* supérieure d'environ 150 nm, un procédé a dû être mis au point.

Chaque plasma est spécifique aux matériaux à graver (cf. Tableau 3.03) et, après une étude bibliographique, il est apparu que les matériaux III-V et, plus particulièrement, les matériaux à base de GaSb peuvent se graver avec des mélanges gazeux à base de $CH_4/H_2/Ar$ [Mileham 1997] ou à base de chlore sous forme de Cl_2 ou de $SiCl_4$ [Pearton 1990].

Matériaux à graver	Plasma utilisé		
Silicium	CF_4 , CF_2Cl_2 , CF_3Cl , $SF_6C_2CIF_5$, C_2F_6		
SiO ₂	CF_4 , C_2F_6 , C_3F_8 , CHF_3		
Si ₃ N ₄	CF_4 , C_2F_6 , C_3F_8 , CHF_3		
Résine photosensible	O ₂		
Aluminium	$BCl_3, CCl_4, SiCl_4, Cl_2$		
Chrome	$\text{Cl}_2, \text{CCl}_4$		
Or	$C_2Cl_2F_4$, Cl_2 , $CCIF_3$		
II-V ou II-VI	BCl ₃ , CCl ₄ , SiCl ₄ , Cl ₂ , CCl ₃ , CCl ₂ F ₂ , CH ₄ /H ₂ , C ₂ H ₆ /H ₂		

Tableau 3.03 : Différents gaz composant le plasma en fonction du matériau à attaquer [Chen 2000a].

Après plusieurs essais, le procédé mis au point, pour graver une épaisseur de 1,2 μm (couche en GaSb+*cladding* supérieur), est à base d'un mélange gazeux de composition suivante:

On utilise, pour graver nos couches, deux gaz contenant du chlore (BCl_3 et Cl_2) ce qui va générer, après dissociation des deux gaz, un ensemble de radicaux et d'ions plus lourds dans le but de diminuer la rugosité du fond de gravure. L'argon, utilisé comme gaz vecteur, facilite la génération d'électrons et permet le bombardement de la surface ce qui favorise les réactions chimiques (apport énergétique par transfert lors des collisions).

A l'aide du suivi interférométrique (cf. Figure 3.14), en employant un laser rouge, on peut compter les oscillations et en déduire l'épaisseur gravée grâce à la formule suivante:

$$e = \frac{p\lambda}{2n} \tag{3.31}$$

Avec :

e : Epaisseur gravée pour p oscillations (nm).

p : Nombre d'oscillations.

- λ : Longueur d'onde du laser rouge : 679 nm.
- n : Indice de réfraction du cladding : 3,16.



Figure 3.14 : Oscillations obtenues lors de la gravure avec le procédé à base de BCl_3 (20 sccm), Cl_2 (5 sccm) et Ar (10 sccm) pour une pression de 1,5 mTorr pendant 50 secondes.

La vitesse de gravure obtenue est de l'ordre de 26 nm/s et le résultat est illustré sur les Figures 3.15 et 3.16.







Figure 3.16 : Photo MEB du résultat de gravure vu de face.

Ce procédé de gravure donne des flancs abrupts et un fond de gravure lisse et propre. Il est parfaitement adapté au dépôt ultérieur du réseau métallique de Bragg.

Cette étape est terminée par un dépôt de diélectrique Si_3N_4 de 20 nm pour isoler électriquement le semi-conducteur du réseau *DFB*.

3.4.2 Réalisation du réseau latéral

Le réseau peut être défini en utilisant plusieurs technologies, soit par lithographie à rayon X [Wong 1993], soit par lithographie électronique.

La lithographie à rayon X utilise un masque holographique lui donnant l'avantage d'une grande profondeur de champ. Sa résolution est faible (de l'ordre de la dizaine de nanomètres) car elle est limitée par la diffraction entre le masque et la résine. La lithographie électronique, utilisé dans notre cas, possède l'avantage de réaliser des dispositifs non uniformes comme les réseaux à décalage de phase. Cette méthode, présentant une vitesse d'écriture importante, a l'inconvénient d'avoir un champ d'écriture limité avec, par conséquent, la présence de raccords de champ. Elle présente, par contre, une résolution (de l'ordre du nanomètre) plus importante que la lithographie à rayon X limitée essentiellement par la taille du faisceau d'électrons.

Comme le système, utilisé dans le cadre de cette thèse, présente des raccords de champ non mécaniques très précis (20 nm), la réalisation du réseau de Bragg par lithographie électronique a été possible.

Le réseau latéral adapté à notre longueur d'onde de 2,6 μ m doit présenter un pas de l'ordre de 400 nm (cf. équation 3.01) et donc, avec le rapport cyclique optimal de 15 %, doit présenter des lignes d'une largeur de 50 nm.

3.4.2.1.1 Enduction de PMMA et définition du masque électronique

On dépose tout d'abord une épaisseur de 150 nm de *PMMA* (Polyméthacrylate de méthyle) qui est une résine positive sensible aux électrons après cuisson (cf. Figure 3.17).



Figure 3.17 : Schéma de la structure après enduction par du PMMA.

Avant la lithographie électronique, il faut définir par C.A.O. les motifs qui seront insolés. Nous avons choisi d'insoler un ruban gravé sur deux et de réaliser le réseau latéral sur des zones de 2 mm de longueur espacées de 1 mm (cf. Figure 3.18). Dans ces zones, le motif du réseau est défini et va pouvoir être insolé par le faisceau électronique.



Figure 3.18 : Schéma du motif pour la lithographie électronique. Les zones bleues sont les zones insolées sur les rubans laser préalablement gravés. Pour chaque ruban insolé, un pas différent de réseau sera définit.

La détermination du pas, pour une longueur d'onde donnée, se fait à l'aide du calcul de l'indice effectif avec le logiciel de simulation aux éléments finis *Femlab* et en utilisant la condition de Bragg de l'équation (3.01). Il est important de connaitre précisément la longueur d'onde laser de la structure pour ce calcul car une variation du pas de 1 nm entraine une variation de la longueur d'onde de Bragg d'environ 6 nm autour de 2,6 µm (cf. Figure 3.19).



Figure 3.19 : Variation du pas du réseau en fonction de la longueur d'onde laser de la structure obtenue par simulation avec le logiciel Femlab.

De plus, si la longueur d'onde de Bragg ne correspond plus exactement au maximum de la courbe de gain de la structure laser, l'effet *DFB* s'en trouve diminué.

3.4.2.1.2 Lithographie électronique

Une fois la résine déposée et les motifs du masque définis, on procède à l'insolation électronique. Elle se fait par plusieurs balayages avec un faisceau d'électrons (cf. Figure 3.20).



Figure 3.20 : Schéma du balayage par le faisceau d'électrons.

La résolution du système utilisé est d'environ 10 nm. L'intensité, la fréquence de travail du faisceau d'électrons et la dimension des motifs vont définir la « dose » appliquée par le faisceau au *PMMA*.

Suivant la dose imposée à la résine, on obtiendra après révélation une géométrie en forme de goutte plus ou moins évasée (cf. Figure 3.21).



Figure 3.21 : Schéma en coupe montrant la géométrie en forme de goutte. Cette géométrie particulière est due à la diffusion des électrons dans le PMMA.

Pour chaque ruban insolé, nous avons appliqué une dose différente (1500 μ C/cm² à 3000 μ C/cm² par pas de 250 μ C/cm²). La dose de 2500 C/cm² est celle qui permet d'obtenir le meilleur résultat.

Une fois l'insolation terminée, l'échantillon subit une révélation pour enlever le *PMMA* insolé (cf. Figure 3.22).



Figure 3.22 : Vue en coupe du réseau. Les parties hachurées contiennent du PMMA restant non insolé.

3.4.2.1.3 Dépôt de chrome

Le dépôt de chrome vient finaliser la réalisation du réseau métallique de Bragg. Il se fait par pulvérisation cathodique. L'épaisseur de la couche déposée doit être d'environ le tiers de l'épaisseur de la couche de *PMMA* (e=50nm). On obtient le résultat de la Figure 3.23.



Figure 3.23: Vue en coupe du réseau avant lift-off. A est le pas du réseau.

Enfin, on enlève le *PMMA* restant par un *lift-off* dans une solution d'acétone. Le réseau latéral métallique obtenu est illustré sur les Figures 3.24 et 3.25.



Figure 3.24 : Photo MEB du réseau DFB latéral.



Figure 3.25 : Photo MEB détaillée montrant les flancs du ridge.

Le résultat de cette étape est un succès. On obtient un réseau latéral, au pas voulu, avec des traits bien définis venant au contact des flancs du ruban laser.

3.4.2.2 Planarisation

Le but de cette étape est de réduire le relief du ruban pour pouvoir déposer ensuite une couche de contact. La planarisation sert aussi à isoler le composant laser en déposant de part et d'autre du ruban une couche de résine. On utilise ici du *BCB* (Benzocyclobutane) d'indice de l'ordre de 1,9 pour nos longueurs d'onde.

Cette couche, permettant d'obtenir un contraste d'indice important, améliore le coefficient de couplage du réseau [Agrawal 1985].

3.4.2.2.1 Dépôt du BCB

C'est un polymère isolant qui a une très grande stabilité thermique. Etant très visqueux, il a un faible coefficient d'expansion thermique (*CTE*) de 3 ppm/°C du même ordre que celui de nos couches (4 ppm/°C pour l'AlSb) permettant une très faible contrainte entre le *BCB* et la surface où il est déposé (cf. Figure 3.26).



Figure 3.26 : Schéma de la planarisation du BCB sur les rubans de 4 µm.

3.4.2.2.2 Gravure du BCB

Pour pouvoir accéder au ruban et déposer les couches de contact du composant, il faut effectuer une gravure. On utilise un procédé de gravure sèche, sans masquage, à base du mélange gazeux SF_6 (1 sccm) et O_2 (50 sccm). Dans cette réaction, c'est l'oxygène qui attaque le polymère (cf. Figure 3.27).



Figure 3.27 : Schéma après la gravure du BCB : Le haut du ruban est découvert et prêt pour le dépôt de la couche de contact.

3.4.2.3 Réalisation du contact métallique

Le dépôt des contacts métalliques est l'étape finale du procédé. On dépose une couche de titane/or de 300/3000 Å sur la face supérieure pour la prise de contact. Pour la face arrière on réalise le même dépôt après amincissement du substrat jusqu'à une épaisseur de 150 µm. Le composant final est illustré sur la Figure 3.28.



Figure 3.28 : Schéma de la structure finale d'un laser DFB à couplage latéral [Martin 1995].

Le composant est ainsi prêt à être clivé en barrette pour être monté sur son embase et testé comme énoncé dans le chapitre précédent.

4 Conclusion

Dans cette partie, le principe de la contre réaction distribuée a été décrit en utilisant la théorie des équations des modes couplées issue des travaux de Kogelnik *et al.* Le coefficient de

couplage, paramètre essentiel de ces lasers, et les propriétés d'émission ont été définis. Nous avons mis l'accent sur les lasers *DFB* à couplage latéral fabriqués lors de ce travail. Enfin, nous avons passé en revue toutes les étapes de fabrication en insistant sur l'adaptation de la technologie *LC-DFB*, développée sur InP, à nos matériaux à base d'antimoniures, adaptation qui fait la particularité de cette thèse.

En ayant toujours à l'esprit ces éléments, nous allons exposer, dans le chapitre suivant, les mesures et les résultats obtenus, pendant ces trois années de recherche, sur les lasers Fabry-Pérot et *DFB* émettant au dessus de 2,6 µm.

Chapitre 4

Performances des composants

Et

Transfert technologique

1 Introduction

Après avoir vu en détails tous les concepts et les étapes de fabrication des lasers Fabry-Pérot et *DFB*, nous allons voir, dans cette partie, les résultats obtenus tout au long de ce travail de thèse.

Nous verrons, en premier lieu, les résultats des caractérisations des lasers classiques et des lasers *DFB* émettant au dessus de 2,6 µm permettant de détecter le dioxyde de carbone, la vapeur d'eau et leurs isotopes respectifs.

Dans une deuxième partie, nous exposerons l'action que nous avons entreprise au sein même du laboratoire, à savoir, le transfert technologique dans notre équipe et avec les équipements locaux, des techniques développées en collaboration avec le LPN pour la réalisation des lasers *DFB*.

2 Les résultats laser

Au début de ce travail de thèse, les lasers à antimoniure, avec une technologie à ruban large, émettaient à une longueur d'onde maximale de 2,6 μ m pour un fonctionnement monomode uniquement sous certaines conditions de température et de courant. Dans le but de mesurer le dioxyde de carbone et la vapeur d'eau de l'air ambiant par *TDLS* dans les couches stratosphériques terrestres (λ =2,65 μ m) et de détecter les isotopes de l'eau (HDO, H₂¹⁸O, H₂¹⁷O...) sur la planète Mars (λ =2,63 μ m), il est nécessaire d'avoir des lasers monofréquences.

Après un rappel sur les moyens mis en œuvre pour extraire les paramètres les plus courants des composants laser, un bilan des résultats obtenus sur les lasers classiques et les lasers *DFB* sera détaillé.

2.1 Caractérisations des diodes laser

Les différentes mesures mises en œuvre et les valeurs typiques des propriétés électriques et optiques de nos structures, émettant à 2,3 µm, vont être exposées dans ce qui suit.

2.1.1 Propriétés électriques

2.1.1.1 Lasers à ruban large

Une fois la structure réalisée par épitaxie par jets moléculaires, un premier test est effectué en réalisant des lasers à ruban large. Il s'agit de réaliser des rubans lasers de plus grande dimension (100 µm) en suivant le procédé technologique décrit au chapitre 2.

Ce test permet de connaitre la qualité de la structure laser en mesurant la densité de courant de seuil obtenue. Les valeurs typiques pour nos composants, à base d'antimoniures pour une longueur d'onde de 2,3 μ m, sont de l'ordre de 300 A/cm².

Grâce à cette étape, on peut choisir les meilleures plaques épitaxiales pour pouvoir fabriquer, par la suite, les lasers à ruban étroit (Fabry-Pérot et DFB).

2.1.1.2 Courant de seuil et température caractéristique

Ces paramètres se déduisent directement de l'évolution de la puissance optique en fonction du courant injecté P(I). En ce qui concerne le courant de seuil, la valeur typique pour des diodes lasers à ruban étroit est de 50 mA.

La température caractéristique d'un laser est un critère de qualité. Elle caractérise la variation du courant de seuil I_{th} lorsque la température augmente et se détermine par un calcul basé sur la relation suivante [Pankove 1968] :

$$I_{th} = I_0 * \exp(\frac{T}{T_0})$$
(4.01)

Pour déterminer ce paramètre, il faut effectuer plusieurs mesures de P(I) à différentes températures (cf. Figure 4.01).



Figure 4.01 : Graphes P(I) pour plusieurs températures pour un composant laser à ruban étroit émettant à 2,3 µm. La largeur du ruban est 5 µm et de longueur de cavité est de 700 µm.

Si on exprime le logarithme de l'équation (4.01) la température caractéristique T_0 devient l'inverse de la pente de la droite. La valeur typique pour nos composants est de 50 K.

2.1.1.3 Résistance série et tension de coude

On peut déduire ces deux paramètres des courbes V(I) donnant l'évolution de la tension aux bornes de la diode laser en fonction du courant.

Le schéma électrique équivalent d'une diode laser est donné sur la Figure 4.02.



Figure 4.02 : Schéma électrique équivalent d'une diode laser.

Si on néglige la résistance shunt R, on peut écrire :

$$V = \mathbf{V}_{\mathrm{d}} + \mathbf{R}_{\mathrm{s}} * I \tag{4.02}$$

Avec :

$$I = I_d = I_{sat}(\exp(\frac{qV}{nkT}) - 1)$$
(4.03)

I_{sar}: Courant de saturation (A) V: Tension aux bornes de la diode (V) n : Facteur d'idéalité k : Constante de Boltzmann : 1,38.10²³ J.K^{1.} T : Température (K)

Au-dessus du seuil ($I > I_{th}$), la densité de porteurs et la tension aux bornes de la diode saturent. Ainsi, en continuant à augmenter le courant, seule la résistance série contribue à l'augmentation de V et la tension de coude V_d est constante. La caractéristique V(I) de la diode devient linéaire et la pente de la courbe permet de déterminer ces deux paramètres comme l'illustre la figure suivante.



Figure 4.03 : Extraction de la tension de coude et de la résistance série pour une diode laser à ruban étroit à température ambiante.

L'intérêt de mesurer la résistance série est qu'elle participe en grande partie à l'échauffement de la diode par effet Joule. Nos diodes lasers présentent typiquement une tension de coude de 1 V et une résistance série de 4 Ω .

2.1.1.4 Rendement quantique différentiel

Ce paramètre caractérise l'efficacité de la recombinaison radiative au sein de la zone active du laser au dessus du seuil. On peut le définir comme le rapport suivant :

$$\eta_d = \frac{\text{nombre de photons émis au dessus du seuil}}{\text{nombre de porteurs injectés au dessus du seuil}}$$
(4.04)

Il se déduit de l'évolution de la puissance optique en fonction du courant injecté P(I) d'après l'équation suivante :

$$P_{opt} = \frac{h\nu}{q} * \eta_d * (I - I_{th}) \tag{4.05}$$

Avec :

 P_{opt} : Puissance optique totale délivrée par le laser (W)

h : Constante de Planck : 6.6261*10³⁴ J.s

v : Fréquence du photon(Hz)

q: Charge de l'électron : 1.6*10⁻¹⁹ C

Si on se place au-dessus du seuil ($I > I_{th}$), le rendement quantique différentiel pour les deux facettes du laser est proportionnel à la pente des caractéristiques P(I) :

$$\eta_d = \frac{q}{h\nu} \frac{\Delta P}{\Delta I} \tag{4.06}$$

La valeur typique de ce paramètre pour nos composants est de 30 %.

2.1.2 Divergence du faisceau

La divergence correspond à la répartition du champ optique à grande distance, c'est à dire au champ lointain. Cette divergence est due à la diffraction du champ proche qui est le champ optique sur la face de sortie du laser. En champ proche, la répartition du champ se fait selon deux directions, la direction perpendiculaire (ou transverse) limitée par l'épaisseur de la zone active e et la direction parallèle (ou latérale) limitée par la largeur du ruban l comme nous l'avons énoncé au chapitre 2.

Comme le champ lointain se déduit du champ proche par transformée de Fourier, la répartition du champ lointain se fait aussi selon deux directions caractérisées par leur demi-angle d'ouverture (cf. Figure 4.04).



Figure 4.04 : Champ lointain d'un composant laser avec e l'épaisseur de la zone active, l la largeur du ruban, θ_v demi-angle d'ouverture vertical et θ_h demi-angle d'ouverture horizontal.

De plus, si on assimile le champ proche à une gaussienne, le champ lointain sera aussi une gaussienne (cf. Figure 4.05).



Figure 4.05 : Illustration de la diffraction avec l'approximation par une gaussienne.

L'angle d'ouverture θ est relié aux dimensions de la source selon l'équation suivante :

$$\tan(\vartheta) = \frac{w(z)}{z} = \frac{\lambda}{\pi w_0}$$
(4.07)

Avec :

 θ : Demi-angle d'ouverture (°) z: Distance de la mesure en champ lointain (m). w_0 : Demi-taille de la source (demi-waist en m).

Les valeurs typiques de la divergence du faisceau, pour nos composants à ruban étroits, émettant à 2,3 μ m, sont de l'ordre de 50° pour la direction perpendiculaire et de 10 ° pour la direction parallèle (cf. Figure 4.06).



Figure 4.06 : Champ lointain d'un composant laser à ruban étroit émettant à 2,3 µm. Cette mesure est faite à l'aide d'une barrette de photodiodes InGaAs.

Ces valeurs sont comparables à celles obtenues avec l'équation (4.07) pour une largeur de ruban de 5 μ m et une épaisseur de zone active de 900 nm.

Ces composants laser sont fortement divergents. Il est donc nécessaire de tenir compte de ce paramètre pour mettre en forme correctement les faisceaux issus de ces composants en utilisant des lentilles à très grande ouverture numérique.

2.1.3 Propriétés spectrales

2.1.3.1 Dispositif expérimental

Le tracé des spectres d'émission des composants laser se fait à l'aide d'un spectromètre à réseau associé à une détection synchrone. La source laser émet une lumière focalisée sur la fente d'entrée F_e puis collimatée par un miroir sphérique. Le faisceau parallèle est ensuite dispersé par le réseau, focalisé sur la fente de sortie F_s et recueilli par le détecteur (Figure 4.07).



Figure 4.07 : Spectromètre à réseau. Le montage est de type Czerny-Turner. La focale des miroirs est de 600 mm, pour un réseau de 300 traits/mm.

Les fentes d'entrée et de sortie ont une ouverture réglée à 100 µm permettant d'obtenir une résolution de 2,6 Å à l'ordre -2 autour de 2,3 µm. Suivant le domaine de longueur d'onde des composants laser, les détecteurs utilisés sont une photodiode InGaAs étendue ($\lambda < 2,6$ µm) ou une photodiode InAs refroidie ($\lambda > 2,6$ µm).

2.1.3.2 Suppression des modes secondaire *SMSR*

Le SMSR (Side Mode Suppression Ratio) caractérise le caractère monofréquence de l'émission. Il se calcule en faisant le rapport logarithmique entre l'intensité du mode laser principal et celle du deuxième mode longitudinal le plus intense (cf. Figure 4.08).



Figure 4.08 : Spectre d'émission obtenu pour une diode émettant à 2,6 μ m à température ambiante.

Nos diodes lasers Fabry-Pérot présentent un comportement monofréquence sous certaines conditions de température et de courant et, par conséquent, elles ont un *SMSR* variable. La technologie *DFB*, exposée dans le chapitre précédent, permet d'obtenir systématiquement un *SMSR* supérieur à 25 dB.

2.1.3.3 Taux d'accordabilité

Le taux d'accordabilité, caractéristique essentielle pour l'analyse de gaz, est la variation de la longueur d'onde émise par un laser en fonction d'un paramètre (température ou courant).

D'après l'équation (1.08), pour une cavité Fabry-Pérot, les longueurs d'onde permises sont fonction de l'indice effectif et de la longueur de la cavité. Lorsque le courant ou la température varient, l'indice effectif et la longueur (dans une moindre mesure) de la cavité varient ce qui entraîne une variation de la longueur d'onde [Vicet 2003].

On aura des taux d'accordabilité en température $\frac{\Delta \lambda}{\Delta T}$ et en courant $\frac{\Delta \lambda}{\Delta I}$ puisqu'une augmentation de courant se traduit par une augmentation de température.

2.1.3.3.1 Taux d'accordabilité en température

Pour déterminer ce paramètre, on réalise des spectres d'émission à différentes températures pour un courant fixe (cf. Figure 4.09).



Figure 4.09 : Exemple de variation des spectres d'émission, sans saut de mode, à différentes températures pour une diode émettant à 2,3 µm à 100 mA.

L'évolution de la longueur d'onde en fonction de la température s'assimile à une droite. On déduit de sa pente le taux d'accordabilité en température (cf. Figure 4.10).



Figure 4.10 : Evolution de la longueur d'onde émise en fonction de la température et extraction de l'accordabilité en température pour une diode à 2,3 µm à 100 mA.

Pour nos structures lasers, on obtient une valeur typique de 0,2 nm/K.

2.1.3.3.2 Taux d'accordabilité en courant

Pour déterminer ce paramètre, il existe deux méthodes. La première est de faire varier le courant et de mesurer les spectres d'émission de la diode à température fixe. Cette méthode est peu précise et on utilise de préférence la mesure avec un étalon Fabry-Pérot, exposée dans ce qui suit.

L'étalon Fabry-Pérot utilisé ici est une cavité de longueur L délimitée par deux faces parallèles et composée de germanium massif. Le montage permettant cette mesure est donné dans la Figure 4.11.



Figure 4.11 : Schéma de principe de la mesure de l'accordabilité en courant à l'aide de l'étalon Fabry-Pérot en Germanium.

Si on fait varier la longueur d'onde du laser avec une rampe de courant et qu'on mesure l'intensité transmise par cet étalon en incidence normale, on obtient la fonction d'Airy correspondant à une figure d'interférences:

$$I_T = I_0 * \frac{1}{1 + F * \sin^2 \frac{\varphi}{2}}$$
(4.08)

Avec : I_t : Intensité transmise.

I₀: Intensité incidente.

F: Finesse de la cavité $F = \frac{4R}{(1-R)^2}$.

 φ : Différence de phase entre deux faisceaux partiellement réfléchis sur l'étalon: $\varphi = \frac{2\pi\delta}{\lambda} + \Delta\varphi$.

 δ : Différence de marche entre deux faisceaux partiellement réfléchis sur l'étalon : $\delta = 2Ln$.

n : Indice de diffraction de l'étalon germanium (n=4).

Les maxima de transmission sont obtenus pour :

 $I_t = I_0$ soit pour : $\varphi = 2\pi m$, avec m entier

donc pour : $\delta = n\lambda = \frac{nc}{v}$

Ainsi, l'intervalle de fréquence entre deux maxima consécutifs en incidence normale est :

$$\Delta \nu = \frac{c}{2dn} \tag{4.09}$$

Or, pour l'étalon germanium, d'indice n = 4,07 pour une longueur d'onde de 2,6 μ m et de longueur de cavité d=16 mm, l'espacement entre deux maxima est $\Delta \nu$ = 2.34 GHz.

Lorsqu'on impose une rampe de courant au composant laser et qu'on collecte l'intensité du signal transmis à travers l'étalon, le signal obtenu est une rampe de puissance modulée par les interférences dues à l'étalon (cf. Figure 4.12).



Figure 4.12 : Exemple d'oscillations Fabry-Pérot obtenues avec l'étalon germanium.

De cette mesure, on peut calculer pas à pas $\frac{\Delta \nu}{\Delta I}$ (I) et en déduire la variation du taux d'accordabilité en courant en fonction du courant $\frac{\Delta \lambda}{\Delta I}$ (I) . On peut assimiler cette courbe à une droite (cf. Figure 4.13).



Figure 4.13 : Exemple d'accordabilité en courant en fonction du courant pour une température de 25°C pour une diode DFB à ruban étroit émettant à 2.3 um.

Le taux d'accordabilité en courant $\frac{\Delta\lambda}{\Delta I}$, pour une température fixée, se déduit de l'équation de cette droite obtenue par régression linéaire. Un ordre de grandeur typique pour nos composants, réalisés avec une technologie classique (sans *DFB*), est de 0,02 nm/mA.

Comme le taux d'accordabilité en température est plus important, on préférera l'employer pour ajuster grossièrement la longueur d'onde des composants laser. L'accordabilité en courant sera employée pour balayer les raies d'absorption des gaz.

2.1.4 Propriétés thermiques

Les propriétés thermiques du composant, monté sur son embase, sont essentiellement gouvernées par la résistance thermique qui traduit l'augmentation de la température du composant laser sous injection de courant [Amann 1998].

Pour nos applications, il est préférable d'avoir une résistance thermique élevée de façon à avoir une grande sensibilité de la température du laser aux variations de courant et ainsi obtenir une grande accordabilité.

Cette résistance thermique relie directement la température interne du laser et la puissance dissipée en chaleur par le composant, monté sur son embase, selon l'équation suivante :

$$T_{laser} = T_{support} + R_{th} * P_{th}$$
(4.10)

Avec:

T_{laser}: Température interne du laser (K) T_{suppon}: Température de consigne (K) R_{th}: Résistance thermique du composant (K/W) P_{th}: Puissance thermique dissipée en chaleur par le composant (W)

On définit la puissance thermique selon l'équation suivante :

$$P_{th} = \mathbf{P}_{\text{élec}} - \mathbf{P}_{\text{opt}} \tag{4.11}$$

Avec:

$$\begin{split} P_{élec} : Puissance \ \acute{electrique} \ du \ composant \ (P_{\acute{elec}} = U*I) \\ U : Tension \ aux \ bornes \ du \ composant \ (U = V_d + R_s*I) \\ P_{opt} : Puissance \ optique \ d\acute{elivrée} \ par \ la \ diode \ (cf. \ Equation \ 4.05) \ pour \ les \ deux \ facettes \\ I : Courant \ traversant \ le \ composant \\ V_d : Tension \ de \ coude \\ R_c : Résistance \ série \ de \ la \ diode \end{split}$$

Or, la puissance optique, de l'ordre du milliwatt pour nos composants, peut être négligée devant la puissance électrique de l'ordre du watt, on obtient l'équation suivante :

$$T_{laser} = T_{support} + R_{th} * V_d * I + R_{th} * R_s * I^2$$
(4.12)

Pour déterminer la résistance thermique de nos composants, on calcule, tout d'abord, la variation de la température du laser en fonction du courant injecté $\frac{\Delta T}{\Delta I}(I)$. On utilise les taux d'accordabilité en température et en courant déterminés précédemment :

$$\frac{\Delta T}{\Delta I}(I) = \frac{\Delta \lambda}{\Delta I} (I)^* \frac{\Delta T}{\Delta \lambda}$$
(4.13)

On obtient une droite en fonction du courant que l'on peut intégrer et identifier à un polynôme du second degré dont la constante c représente la température du support :

$$T(I) = aI^2 + bI + c \tag{4.14}$$

D'un autre coté, en utilisant l'équation (4.10), on peut, après détermination de la puissance thermique en mesurant le courant, la tension et la puissance optique du laser pour une température fixée, tracer la variation de la température du composant laser avec le courant.

Enfin, en traçant les équations (4.10) et (4.14) sur le même graphe, on ajuste la valeur de la résistance thermique de l'équation (4.10) pour avoir un recouvrement de ces courbes (cf. Figure 4.14).



Figure 4.14 : Exemple d'interpolation pour la détermination de la résistance thermique à une température fixée pour un laser à ruban étroit de 5 μ m de longueur de cavité de l'ordre de700 μ m.

Ce paramètre dépend fortement du montage du composant laser sur son embase (montage epi-side up ou epi-side down).

Suivant le montage, la température de la zone active du laser, sous injection de courant, sera plus ou moins élevée. On peut la modéliser par la quantité de chaleur définie par la relation suivante :

$$Q = \frac{V * I - P_{opt}}{v_{za}}$$
(4.15)

Avec :

V: Tension aux bornes du composant (V)

I: Courant d'injection (A)

 P_{opt} : Puissance optique totale délivrée par le laser (W) v_{ZA} : Volume de la zone active (m^3) Q: Quantité de chaleur (W/m^3)

Une simulation de la variation de température pour ces deux types de montage à l'équilibre a été faite. Les résultats, illustrés sur les figures suivantes, ont été calculés pour un courant de 140 mA et une température de consigne de 300 K imposée par le module Peltier sur lequel est placé le composant laser.

















On constate, lorsque l'équilibre est atteint, que la température de la zone active est plus importante dans le cas d'un montage *up* pour les mêmes conditions de température de consigne et de courant.

Ceci peut être expliqué par le fait que, pour un montage *down*, la proximité de la zone active du support en cuivre (conductivité thermique élevée de 400 W.m⁻¹.K⁻¹) entraine une meilleure dissipation de chaleur que le montage *np* (faible conductivité thermique du substrat de 32 W.m^{-1} .K⁻¹). On préférera donc un montage *epi-side down*.
De cette modélisation on peut déterminer la température du laser T_{laser} et sachant la température du support $T_{support}$ et les valeurs de courant injecté et tension aux bornes du composant, on peut en déduire la résistance thermique du composant selon la relation suivante :

$$T_{laser} = T_{support} + R_{th} * U * I$$
(4.16)

La valeur typique de la résistance thermique, pour nos composants à ruban étroit avec un montage *epi-side down*, est de l'ordre de 100 K/W.

Après avoir vu les valeurs typiques et les méthodes de caractérisation des lasers à semiconducteurs émettant dans le moyen infrarouge, nous allons présenter, dans ce qui suit, les résultats obtenus sur les composants dans le cadre de cette thèse.

2.2 Résultats de la technologie classique

Comme nous l'avons vu aux chapitres précédents, une optimisation des paramètres de croissance et de technologie a été faite pour obtenir une émission monomode dans la direction latérale et transverse. La technologie classique ne favorise pas une émission monofréquence longitudinale et un fonctionnement monomode dans cette direction ne peut être possible que sous certaines conditions de température et de courant.

Le confinement transverse a ainsi été optimisé, lors de la croissance, avec une largeur de guide d'onde n'excédant pas 800 nm. Pour favoriser le caractère monofréquence dans la direction latérale, une largeur de *ridge* de 5 μ m a été choisie et on a laissé une épaisseur de *cladding* restante après gravure de l'ordre de 150 nm. Un bilan des résultats pour une émission laser autour de 2,6 μ m est présenté, dans ce qui suit, pour une structure classique (A168) et une structure avec couche d'arrêt (A167).

2.2.1 Bilan électrique

Les résultats obtenus sur des composants à ruban étroit montés « *down* » et de longueur de cavité de 1100 µm sont illustrés sur les Figures 4.19 et 4.20.



Figure 4.19 : Evolution de la tension aux bornes du laser en fonction du courant injecté pour l'échantillon A 168.



Figure 4.20 : Evolution de la puissance optique du laser en fonction du courant injecté pour l'échantillon A 168.

Comme on peut le constater, ces composants présentent, pour un fonctionnement en continu et à une température ambiante, une résistance série de 4 Ω et une tension de coude de 1V. On observe un seuil laser à 75 mA et un rendement quantique de 15%.

Avec l'introduction d'une couche d'arrêt pour stopper la gravure à une distance de 150 nm de la zone active, d'autres résultats laser, présentés sur les figures suivantes, ont été obtenus pour une longueur de cavité de 630 µm.



Figure 4.21 : Evolution de la tension aux bornes du laser en fonction du courant injecté pour l'échantillon A167 avec couche d'arrêt.



Figure 4.22 : Evolution de la puissance du laser en fonction du courant injecté pour l'échantillon A167 avec couche d'arrêt.

On observe des résultats comparables à ceux obtenus pour l'échantillon A168 à l'exception d'un courant de seuil plus faible (I_{th} =50 mA) et d'un rendement moins important. On observe, par ailleurs, sur les courbes P(I) des raies d'absorption dues à la présence de gaz absorbants dans l'air ambiant (de la vapeur d'eau dans ce cas). La couche d'arrêt ne semble pas influer sur les propriétés électriques du composant et les différences observées entre une structure avec et sans couche d'arrêt ne sont pas significatives.

On obtient ainsi un fonctionnement en continu et à température ambiante avec des propriétés électriques correctes pour l'application. Les propriétés spectrales de ces mêmes composants sont exposées dans ce qui suit.

2.2.2 Bilan spectral

Les propriétés spectrales des composants à ruban étroit, sans couche d'arrêt, sont illustrées sur les figures suivantes.



Figure 4.23 : Spectre d'émission laser de l'échantillon A168 pour un courant de 90 mA et une température de 25°C.



Figure 4.24 : Cartographie des spectres de l'échantillon A168 à T=25°C.

On obtient une émission laser aux alentours de 2,65 µm pour un fonctionnement en continu et à température ambiante. Une émission monofréquence uniquement pour quelques valeurs de température et de courant est obtenue avec un *SMSR* maximum de 23 dB.

Avec l'introduction d'une couche d'arrêt on obtient également un fonctionnement en continu et à température ambiante comme le montrent les figures suivantes.



Figure 4.25 : Spectre d'émission laser de l'échantillon A167 pour un courant de 160 mA et une température de 25°C.



Figure 4.26 : Cartographie des spectres de l'échantillon A167 à T=25°C.

Une émission laser est obtenue autour de 2,65 µm avec, comme l'échantillon précédent, une monochromaticité par endroits et un *SMSR* maximum de 28 dB. L'introduction de la couche d'arrêt n'affecte pas les propriétés de l'émission laser.

Une étude sur l'accordabilité de ces deux structures est illustrée sur les figures suivantes.



Figure 4.27 : Variation de la longueur d'onde laser suivant la température pour les échantillons A167 et A168.



Figure 4.28 : Variation de la longueur d'onde laser suivant le courant injecté pour les échantillons A167 et A168.

On constate une émission dont les plages d'accord sans saut de mode sont peu étendues. Les valeurs des taux d'accordabilité sur un mode sont de l'ordre de 0,2 nm/K et de 0,03-0,04 nm/mA pour les deux structures.

Les composants issus de la technologie classique sur nos structures présentent une émission laser au dessus de 2,6 µm, région spectrale des raies d'absorption du dioxyde de carbone et de la vapeur d'eau. Néanmoins, l'absence de monochromaticité systématique des composants entraîne une accordabilité insuffisante sur un mode pour pouvoir faire une mesure de ces gaz par *TDLAS* avec un seul composant laser. Par ailleurs, on peut constater que la couche d'arrêt, composée d'un super réseau en InAs/AlSb, n'a pas d'influence significative sur les propriétés électriques et optiques des composants.

Dans le but d'obtenir des composants avec une émission systématiquement monofréquence, nous avons appliqué la technologie *DFB*, exposée au chapitre précédent, à nos structures. Les résultats correspondants sont exposés ci-dessous.

2.3 Résultat de la technologie DFB

La technologie *DFB* a été appliquée à nos structures. Pour une émission laser au dessus de 2,6 μ m, nous avons réalisé des composants présentant une largeur de ruban de 5 μ m, une épaisseur de *cladding* restante après gravure de 150 nm et un réseau métallique en chrome avec un pas de 391 nm et un rapport cyclique de 15 %.

Les résultats, exposés ci-dessous, sont issus d'une seule session de travail. D'autres composants sont en cours de fabrication.

2.3.1 Bilan électrique

Les résultats laser obtenus sur des composants à ruban étroit montés « *down* » et de longueur de cavité de 640 µm sont illustrés sur les figures suivantes.



Figure 4.29 : Evolution de la tension aux bornes du laser DFB en fonction du courant injecté pour l'échantillon A131.



Figure 4.30 : Evolution de la puissance du laser DFB en fonction du courant injecté pour l'échantillon A131.

On obtient un fonctionnement en continu et à température ambiante. Les propriétés électriques des lasers *DFB* sont correctes à l'exception d'un seuil élevé dû au couplage latéral qui rajoute des pertes dans le milieu et augmente le seuil laser.

2.3.2 Bilan spectral

Les propriétés spectrales des composants à ruban étroit sont illustrées sur les figures suivantes.



Figure 4.31 : Spectre d'émission laser DFB de l'échantillon A131 pour un courant de 140 mA à une température de 15°C.



Figure 4.32 : Cartographie des spectres DFB de l'échantillon A131 à T=20°C.

On constate que le fonctionnement des lasers *DFB* est bien régi par un couplage par le gain vu l'absence d'une émission bimode autour d'une *stopband*. Ce couplage par le gain est assuré par les pertes du réseau distribuées tout au long de la cavité. Une émission laser au dessus de 2,6 µm est obtenue avec un *SMSR* maximum de 25 dB. L'émission est monofréquence sur toute la gamme de courant pour une accordabilité atteignant près d'un nanomètre.

Une étude de l'accordabilité en température et en courant est exposée sur les figures suivantes.



Figure 4.33 : Variation du signal transmis par l'étalon Germanium pour une rampe de courant imposée au composant laser DFB de l'échantillon A131. L'interruption du signal est due à deux mesures successives. Le graphe inséré représente le taux d'accordabilité en fonction du courant.



Figure 4.34 : Variation de la longueur d'onde du laser DFB en fonction de la température pour un courant de 140 mA.

On observe un taux d'accordabilité en courant sur un mode de 0,032 nm/mA pour une température de 25°C et un courant de 100 mA. La mesure du taux d'accordabilité en température donne une valeur correcte de 0,3 nm/K, pour un courant de 140 mA, avec la présence de nombreux sauts de mode.

La présence de sauts de mode, permettant notamment d'atteindre la longueur d'onde utile de 2,65 µm, peut avoir plusieurs explications. Tout d'abord, cela peut être expliqué par un léger désaccord spectral entre la longueur d'onde de Bragg et le maximum de la courbe de gain de la structure, provoquant une diminution de l'efficacité du couplage avec le réseau pour certaines longueurs d'onde. Ensuite, comme énoncé dans le chapitre 3, une variation de réseau de 1 nm entraine une variation de la longueur d'onde de Bragg de 6 nm. Par conséquent, ces sauts de mode pourraient être expliqués par un décalage du pas du réseau dans une partie de la cavité impliquant la coexistence de deux modes longitudinaux. Enfin une dernière d'explication pourrait être dans l'utilisation d'un faible rapport cyclique pour le réseau. En effet un rapport cyclique faible implique une faible probabilité de recouvrement d'un mode guidé avec le réseau et donc un filtrage moins efficace.

Les valeurs obtenues pour le *SMSR* et les taux d'accordabilité rendent ces composants bien adaptés à la détection de la vapeur d'eau et du dioxyde de carbone par *TDLAS*. Ce sont de premiers résultats très encourageants mais des efforts sont à poursuivre pour assurer l'effet *DFB* sur toute la gamme de longueur d'onde et éviter les nombreux sauts de mode de l'émission.

2.4 Conclusion

Un bilan de tous les résultats des lasers classiques et des lasers DFB obtenus durant ces trois années de recherche est exposé sur le tableau suivant.

Paramètres	Technologie classique	Technologie classique avec couche d'arrêt	Technologie <i>DFB</i>
Courant de seuil I _{th} (mA)	75	50	100
Température caractéristique ${ m T_0}~{ m (K)}$	45	40	55
Résistance série $\mathrm{R}_{\mathrm{s}}(\Omega)$	4-6	4-5	4
Tension de coude V _d	1	1,09	1,17
Longueur d'onde laser λ (μm)	2,658	2,684	2,59 <\<2,65
SMSR _{max}	23	28	25
Taux d'accordabilité en température $\frac{\Delta\lambda}{\Delta T}$ à I fixe (nm/K)	(I=100 mA) 0,2	(I=120 mA) 0,22	0,3
Taux d'accordabilité en courant $\frac{\Delta\lambda}{\Delta I}$ à I et T fixes (nm/mA)	(I=100mA) (T=24°C) 0,04	(I=100mA) (T=20°C) 0,03	(I=100 mA) (T=20°C) 0,032
Résistance thermique R _{th} (K/W)	70	90	50

Tableau 4.01 : Tableau récapitulatif des propriétés des lasers classiques, avec et sans couche d'arrêt, et des lasers DFB pour des rubans étroits de 5 μm. Nous avons obtenus des lasers émettant au dessus de 2,6 µm pour un fonctionnement en continu et à température ambiante pour les deux technologies. La région spectrale couverte présente un intérêt majeur pour la détection du dioxyde de carbone et de la vapeur d'eau par *TDLAS*.

Les propriétés électriques et spectrales des lasers issus de la technologie classique s'avèrent bonnes [Barat 2007a] avec des seuils bas et des températures caractéristiques similaires à celles obtenues pour des longueurs d'onde inférieures. On obtient un fonctionnement monomode par endroit avec des plages d'accord sans saut de mode réduites du fait de l'existence de sauts de mode. Les valeurs de résistance thermique sont élevées (70<R_{th}<90 K/W) ce qui rend ces composants très sensibles aux variations de courant. Même si les composants de la technologie avec et sans couche d'arrêt ne sont pas issus de la même plaque épitaxiale, on peut constater que la couche d'arrêt n'affecte pas l'ensemble des propriétés des composants.

A la fin de ce travail de thèse, d'autres structures sont encore en cours de développement *DFB* au LPN. Les premiers composants *DFB* sont peu nombreux pour permettre une évaluation statistique de leurs performances. On peut quand même noter que les premiers résultats de cette technologie sont très encourageants [Barat 2007b]. La technologie *DFB* apporte des améliorations notables en ce qui concerne les propriétés spectrales avec un fonctionnement monomode sur toute la gamme de courant et de température étudiée et une accordabilité en continu sur 1 nm. La présence de sauts de mode est attribuée soit au fait que la longueur d'onde de Bragg ne correspond pas exactement au maximum de la courbe de gain de nos structures, soit à un décalage du pas du réseau, soit enfin à l'utilisation d'un faible rapport cyclique. Les propriétés électriques sont comparables à celles des composants non-*DFB* à l'exception d'un seuil laser plus élevé dû au réseau métallique qui rajoute des pertes dans le milieu. Enfin la valeur de résistance thermique est faible par rapport à celles obtenues pour la technologie classique. Ce résultat n'est pas significatif et les mesures sur les composants *DFB*.

3 Transfert technologique

La réalisation de la technologie *DFB* sur nos structures, consistant pour l'essentiel en la définition d'un réseau de Bragg de part et d'autre du ruban par lithographie électronique, a été rendue possible grâce à l'utilisation, dans le cadre d'une collaboration, des moyens technologiques du LPN.

Le laboratoire IES ayant fait récemment l'acquisition d'un système de lithographie électronique, nous avons évalué les possibilités de ce système dans la perspective d'une application locale du procédé *DFB* mis au point lors de cette thèse.

3.1 Matériels et méthode

Pour réaliser le réseau, un microscope électronique à balayage JEOL 6460, équipé d'une carte électronique RAITH ELPHY QUANTUM, a été utilisé comme système de lithographie électronique à une fréquence de travail de 2,56 MHz permettant des temps minimums d'insolation de 0,39 µs.

Les paramètres optimaux du réseau pour nos longueurs d'onde, présentés au chapitre précédent (pas de 400 nm avec un rapport cyclique de 15 %), correspondent à des lignes de réseau ayant une largeur de 50 nm.

Cette largeur correspondant aux limites pratiques de l'appareil, nous avons préféré réaliser, tout d'abord, un réseau avec des lignes plus larges. Nous avons donc choisi une largeur de 200 nm pour les premiers essais. L'expérience acquise nous permettra ensuite de diminuer cette largeur.

3.2 Définition de la dose

On peut avoir deux types d'insolation, l'insolation en ligne ou l'insolation en région. L'insolation en région implique plusieurs passages du faisceau d'électrons sur la résine alors que l'insolation en ligne n'en nécessite qu'un.

Compte tenu des dimensions de nos motifs et de la taille minimale du faisceau (de l'ordre de 5 nm), l'insolation en région a été choisie pour éviter des temps d'insolation trop long. Cette insolation se fait par *shut*, c'est-à-dire, par insolation intermittente de la résine par le faisceau (cf. Figure 4.35).



Figure 4.35 : Schéma illustrant une insolation par shut en région pour définir un masque triangulaire. Le faisceau a une section sphérique et un profil d'intensité gaussien [Raith 2004].

La dose, pour ce type d'insolation, est définie par l'équation suivante :

$$D = \frac{I_{beam} * T_{dwell}}{s^2}$$
(4.17)

Avec :

D : Dose ($\mu As/cm^2$). I_{beam} : Courant du faisceau (μA) T_{dvell} : Temps d'exposition d'un shut (s). s: distance entre deux shuts (cm)

Les principaux facteurs influant sur la dose, et donc sur la résolution de la lithographie électronique, sont principalement la tension d'accélération, le courant du filament et la distance de travail [Jeol 1999]. Pour une résolution optimisée, on utilisera une forte tension d'accélération $(20 < V_{acc} < 30 \text{ kV})$, une faible taille de faisceau impliquant un faible courant de filament (8<I<10 pA) et une faible distance de travail entre le faisceau d'électrons et le support de l'échantillon (d= 9 mm).

3.3 Protocole de test

Le protocole utilisé, sensiblement différent de celui exposé au chapitre 3, consiste à utiliser un échantillon non structuré, c'est-à-dire un échantillon non gravé.

Il commence par une enduction de 200 nm de *PMMA* suivi d'un recuit à 180°C. Après introduction dans le bâti et réglage du *MEB*, les paramètres d'insolation sont ajustés (courant de filament, temps d'exposition, grossissement...) pour obtenir la dose voulue. L'échantillon subit alors l'étape de lithographie électronique. Après révélation du *PMMA* insolé, un dépôt de 50 nm de chrome est effectué par effet Joule pour pouvoir observer le résultat au *MEB*. Pour réaliser des lignes de largeur de 200 nm, nous avons utilisé le masque représenté sur la Figure 4.36.



Figure 4.36 : Motif élémentaire utilisé pour la lithographie électronique. Les lignes ont une largeur de 200 nm avec un pas de 700 nm.

Ce masque est constitué de lignes et d'un carré d'un micron de côté pour tester le résultat de la lithographie électronique dans les deux directions. Le masque correspond à une fenêtre de travail de $25*10 \ \mu m^2$.

3.4 Résultats

Nous avons démarré avec une dose de 300 μ C/cm². Après avoir réglé les paramètres d'insolation, on peut définir une matrice d'insolation permettant de répéter un motif élémentaire avec la possibilité de faire varier la dose et de tester le raccord de champ.

3.4.1 Optimisation de la dose

Nous avons étudié l'influence de la dose imposée. Cette étude dont les résultats sont illustrés sur les figures suivantes a montré qu'une dose de 300 μ C/cm² pour une tension d'accélération de 20 kV avec un courant de filament de 8 pA permettent d'obtenir un réseau bien défini ayant des lignes à la largeur visée (200 nm).



Figure 4.37 : Photo MEB du résultat de l'insolation avec une dose de 300 μ C/cm² pour un grossissement de 10 000.



Figure 4.38 : Photo MEB du résultat de l'insolation avec une dose de 300 µC/cm² pour un grossissement de 19 000.

Les dimensions du motif élémentaire, après dépôt du chrome, sont respectées dans les directions

deux directions.

3.4.2 Paramètres critiques

3.4.2.1 Raccord de champ et fenêtre de travail

Ce paramètre est très important car le réseau doit être présent de part et d'autre du ruban au moins sur une longueur de cavité, c'est-à-dire sur une distance de 500 à 1100 μ m.

Pour tester le raccord de champ, nous avons utilisé un motif élémentaire que nous avons répété en X et en Y. Le résultat du test est exposé sur la Figure 4.39.



Figure 4.39 : Photo MEB montrant le résultat du test de raccord de champ pour un grossissement de 600.

Comme on peut le constater sur cette figure, le raccord de champ avec notre système n'est pas précis et on obtient des motifs décalés d'une distance de l'ordre de 3 µm. Cela s'explique par le fait que la précision du raccord de champ est dépendante de la précision du déplacement mécanique qui est de l'ordre du micromètre.

Une solution à ce problème est d'utiliser un motif élémentaire ayant une fenêtre de travail de surface plus importante sans perte de résolution. Nous avons réalisé le test avec une fenêtre de $300*300 \ \mu\text{m}^2$ et les motifs obtenus sont comparables à ceux obtenus avec une fenêtre de travail de $25*10 \ \mu\text{m}^2$.

3.4.2.2 Lift-off

Le lift-off est le processus permettant d'enlever la résine non insolée de l'échantillon pour faire apparaitre le réseau métallique. Nous utilisons pour cela des bains de trichoéthylène et d'acétone soumis à des ultrasons. Ce processus peut s'avérer délicat (cf. Figure 4.40).



Figure 4.40 : Photo MEB montrant un processus de lift-off pour un grossissement de 4300.

Comme on peut le constater, tout le chrome n'est pas parti après le lift-off. Ceci peut être dû au profil de la résine (lié à son épaisseur, à la dose utilisée et à la tension d'accélération) ne permettant pas un dégagement facile du chrome déposé sur les parties non insolées.

Pour résumer, ces premiers essais de transfert technologique de la technologie *DFB* sont encourageants. On arrive à obtenir des lignes de 200 nm de largeur avec une dose de 300 μ C/cm² et une tension d'accélération de 20 kV pour une fenêtre de travail de 300*300 μ m².

Des efforts restent à fournir pour pouvoir réaliser des lignes moins larges (l=100 nm) avec une plus grande fenêtre de travail ($\approx 800*800 \ \mu m^2$) sachant que nous sommes proches, dans ces conditions, des limites de l'appareil. D'autres tests pourraient être réalisés sur des structures gravées pour étudier le résultat de la lithographie à la base des rubans et l'impact des effets de bord. Enfin, l'influence de l'épaisseur du *PMMA* pourrait être étudiée.

4 Conclusion

Dans ce chapitre, les résultats obtenus sur les lasers issus d'une technologie classique et avec une technologie *DFB* ont été présentés. On obtient un fonctionnement en continu et à température ambiante avec une émission au dessus de 2,6 µm avec les deux technologies.

En ce qui concerne la technologie classique, les composants laser présentent des seuils bas et des températures caractéristiques similaires à celles obtenues à des longueurs d'onde inférieures. On obtient un fonctionnement monofréquence par endroit avec une plage d'accordabilité réduite due aux nombreux sauts de mode. Enfin, la couche d'arrêt introduite lors de la croissance n'affecte pas l'ensemble des propriétés du composant et facilite grandement l'étape de gravure. Avec la technologie *DFB*, les premiers résultats sont très encourageants. La technologie *DFB* apporte des améliorations sur les propriétés spectrales avec un fonctionnement monofréquence sur toute la gamme de courant et de température étudiée et une accordabilité de 1 nm en continu. Ces composants présentent ainsi les propriétés requises pour l'application

Enfin, les premiers résultats du transfert technologique de la technologie *DFB* au laboratoire sont prometteurs. Nous avons obtenu un réseau composé de lignes de largeur de 200 nm. Des efforts restent à faire pour réduire cette largeur et appliquer localement cette technologie sur des surfaces structurées en utilisant un champ plus grand.

Conclusion et Perspectives

- 22

1

Au début de ce travail de thèse, les lasers à puits quantiques de type I, de la filière antimoniure du laboratoire, présentaient une émission à une longueur d'onde maximum de 2,6 µm et n'avaient un comportement monofréquence que sous certaines conditions de température et de courant pour une technologie à ruban large. Leur utilisation dans un système d'analyse de gaz par spectroscopie d'absorption par diodes lasers accordables était donc délicate.

L'objet de cette thèse a été de développer de nouveaux procédés technologiques pour la réalisation de diodes laser monofréquences ($\Delta v \approx$ qqs MHz, *SMSR*>25 dB et $\Delta \lambda \approx 1$ nm), émettant au dessus de 2,6 µm, afin de balayer spectralement les raies d'absorption de gaz comme le dioxyde de carbone, la vapeur d'eau et leurs isotopes respectifs.

Après avoir présenté, dans le premier chapitre, les points essentiels des lasers à semiconducteurs sur substrat GaSb et de l'analyse de gaz, j'ai exposé, dans le second chapitre, les étapes technologiques pour la réalisation de diodes lasers Fabry-Pérot au laboratoire. J'ai pu apporter, dans cette partie, des améliorations au procédé existant essentiellement en ce qui concerne l'étape de gravure du ruban laser.

Tout d'abord, une optimisation des paramètres de la gravure humide (profondeur, largeur de *ridge*) a été réalisée et il est apparu que pour une longueur d'onde de 2,6 μ m, une épaisseur de *cladding* supérieur restante de 150 nm et une largeur de *ridge* de 5 μ m sont les conditions nécessaires pour favoriser un fonctionnement monomode dans la direction latérale.

Par ailleurs, une étude visant à solutionner le problème du contrôle de la profondeur de gravure pour réaliser le *ridge* a été mise en œuvre. J'ai ainsi étudié et mis en évidence les avantages apportés par une solution à base d'acide nitrique et fluorhydrique. D'autre part, j'ai étudié l'impact de l'introduction d'une couche d'arrêt d'attaque chimique composée d'un super réseau InAs/AlSb. Cette couche d'arrêt permet le contrôle de la profondeur de gravure et ne modifie pas de façon significative les performances du laser.

Les moyens pour obtenir une émission monomode dans la direction longitudinale ont été étudiés, dans le chapitre 3, avec la mise en place de la technologie *DFB* à couplage latéral (*LC*-*DFB*) sur nos composants. Elle consiste en l'introduction d'un réseau métallique latéral de part et d'autre du ruban et permet de réaliser un filtrage fréquentiel des différents modes longitudinaux. Apres avoir présenté le calcul du pas de réseau pour obtenir une émission laser à la longueur d'onde visée (Λ =400 nm pour λ =2,6 µm), j'ai décrit les étapes de fabrication des lasers *DFB* que j'ai réalisé en collaboration avec les chercheurs du LPN. J'ai notamment travaillé sur l'adaptation des procédés mis au point sur InP aux matériaux antimoniures, adaptation qui fait l'originalité de cette thèse.

Enfin, le dernier chapitre expose l'ensemble des résultats laser *DFB* et non *DFB* obtenus au cours de ces trois années de recherche. On obtient un fonctionnement en continu et à température ambiante avec une émission au dessus de 2,6 µm pour les deux technologies.

Pour la technologie classique, les composants laser présentent des propriétés électriques similaires à celles obtenues pour des longueurs d'onde inférieures (I_{th} =75 mA, T_0 =44 K). En ce qui concerne les propriétés spectrales, un fonctionnement monomode par endroit avec une accordabilité réduite, due aux nombreux sauts de mode, est obtenu.

Les premiers résultats sur la technologie *DFB* mettent en évidence des améliorations fondamentales sur les propriétés spectrales avec un fonctionnement monomode (*SMSR*>25 dB) sur toute la gamme de courant et de température étudiée et une accordabilité en continu sur 1 nm. On obtient cependant des seuils plus élevés (I_{th} =100 mA) attribués aux pertes introduites par le réseau métallique et une émission laser avec des sauts de mode dans l'émission laser. Ces sauts de modes pourraient disparaitre en s'assurant que la longueur de Bragg correspond exactement au maximum de la courbe de gain de nos structures et que le pas du réseau est uniforme sur toute la longueur de cavité.

Enfin, les premiers résultats du transfert technologique de la technologie *DFB* au laboratoire sont encourageants avec l'obtention des réseaux composés de lignes bien définies. Celles-ci ont, toutefois, une largeur encore trop importante (200 nm) pour pouvoir être utilisées.

Un état de l'art à la fin de ce travail de thèse est présenté, dans ce qui suit, pour les lasers monofréquences entre 2 et 3 µm.

Technologies	λ (μm)	T _{max} (K)	I _{th} (mA)	SMSR (dB)	Matériaux	Equipes
DFB	2,3 µm	350 (cw)	43	35	GaInAsSb (GaSb)	IES (Nanoplus GmbH) [Salhi 2006]

	2,55 μm	350 (cw)	60	32	GaInAsSb (GaSb)	Université de Würzburg [Rößner 2005]
	2,65 µm	350 (cw)	100	25	GaInAsSb (GaSb)	IES [Barat 2007b]
	2,74 µm	350 (cw)	50	35	GaInAsSb (GaSb)	Nanoplus GmbH
	2, 84 µm	350 (cw)	75	26	GaInAsSb (GaSb)	Université de Würzburg [Hummer 2006]
VCSEL	2,3 μm (EP)	315 (cw)	12	20	AlGaInAs (InP)	Walter Schottky Institut [Boehm 2007]
VECSELs	2,33 µm (OP)	300 (cw)			GaInAsSb (GaSb)	Fraunhofer Freiburg [Schulz 2006]
Cavité externe	2,3 µm	300 (cw)	60		GaInAsSb (GaSb)	Fraunhofer Freiburg [Geerlings 2006]

Tableau 1 : Etat de l'art des lasers à semi-conducteurs III-V monofréquences pour une émission entre 2 et 3 µm

Quelle que soit la technologie employée, les composants présentés dans ce tableau fonctionnent en continu et à température ambiante pour un fonctionnement monofréquence (*SMSR*>20 dB) et des courants de seuils relativement bas.

Plusieurs résultats ont été obtenus à une longueur d'onde autour de 2,3 µm toutes technologies confondues mais ces trois années ont montré de gros progrès sur les composants laser DFB.

En effet, au début de cette thèse, l'émission maximale pour les lasers *DFB* à couplage latéral (*LC-DFB*) était de 2,3 μ m. Les équipes de l'université de Würzburg et de l'entreprise Nanoplus ont obtenu des composants fonctionnant à des longueurs d'onde proches de 3 μ m pour des caractéristiques électriques et spectrales honorables (I_{th}<80 mA, *SMSR*>25 dB).

D'un autre coté, en ce qui concerne ce travail de thèse, on peut constater que les résultats obtenus sont très bons avec une longueur d'onde autour de 2,65 μ m pour un fonctionnement monofréquence (*SMSR* > 25 dB) avec par contre des seuils élévés (I_{th}=100 mA).

Ce travail de thèse a permis d'apporter des améliorations notables aux procédés technologiques mais aussi en termes de résultats lasers pour le laboratoire. Des efforts restent à faire au niveau du transfert technologique pour réduire la largeur du réseau et appliquer localement cette technologie sur des surfaces structurées. D'autre part, d'autres technologies pourraient être adaptées à nos matériaux pour rendre l'émission monofréquence et largement accordable comme les lasers *DFB* à cavités couplées à double réseaux ou les lasers à cristaux photoniques.

Bibliographie

et e

A.

[Abare 1999] A.C. Abare, M. Hansen, J.S. Speck, S.P. DenBaars and L.A. Coldren *Electrically pumped distributed feedback nitride lasers employing embedded dielectric gratings* Electronics Letters, 35 (18), p. 1559, 1999

[Agrawal 1985] G.P. Agrawal and N.K. Dutta *Analysis of ridge-waveguide distributed feedback lasers* IEEE Journal of Quantum Electronics, 21 (6), p. 534, 1985

[Amann 1998] Amann M. C.and J. Buus. *Tunable laser diodes.* Edition Artech house, 1998.

[Angellier 2006] J. Angellier *Elaboration et analyse de diodes laser émettant entre 2,3 μm et 3,1 μm* Thèse, Université Montpellier 2, 2006.

В.

[Baranov 1986] A.N. Baranov, A.M. Litvak and Yu.P. Yakovlev Etchant for treatment of the GaSb-Based semiconductor materials USSR patent n° 1396861, 1986

[Baranov 1998]

A.N. Baranov, Y. Rouillard, G. Boissier, P. Grech, S. Gaillard and C. Alibert Sb-based monolithic VCSEL operating near 2.2 μm at room temperature
 Electronics Letters 34 (3), p. 281, 1998

[Barat 2007a]

D. Barat, J. Angellier, A. Vicet and Y. Rouillard *Antimonide-based lasers and DFB laser diodes in the 2-2.7 μm wavelength range for absorption spectroscopy* Soumis à Applied Physics B: Lasers and Optics

[Barat 2007b] D. Barat, J. Angellier, A. Vicet, Y. Rouillard L. Le Gratiet, S. Guilet, A. Martinez and A. Ramdane *Antimonide-based DFB lasers emitting above 2.6 μm* Soumis à Electronics Letters [Basov 1960] N.G. Basov, B.M. Vul and Y.M. Popov *Quantum-mechanical semiconductor generators and amplifiers of electromagnetic oscillations* Soviet Physics JETP-USSR 10 (2), p.16, 1960

[Bastard 1990]
G. Bastard *Wave mechanics applied to semiconductor heterostructures*Les éditions de physique, p.18, 1990
[Bernard 1961]
M.G. Bernard and G. Duraffourg *Laser conditions in semiconductors*Physica Status Solidi 1 (7), p. 699, 1961

[Bewley 1998]
W.W. Bewley, C.L. Felix, I. Vurgaftman, E.H. Aifer, J.R. Meyer, L. Goldberg, J.F. Lindle, P.H. Chow and E. Selvig *Continuous-wave mid-infrared VCSEL's*IEEE Photonics Technology Letters 10 (5), p. 660, 1998

[Bleuel 2001]
T. Bleuel, M. Muller and A. Forchel
2 µm GaInSb-AlGaAsSb distributed-feedback lasers
IEEE Photonics Technology Letters 13 (6), p. 553, 2001

[Boehm 2003]

G. Boehm, M. Ortsiefer, R. Shau, J. Rosskopf, C. Lauer, M. Maute, F. Kohler, F. Mederer, R. Meyer and M.C. Amann

InP-based VCSEL technology covering the wavelength range from 1.3 to 2.0 μ m Journal of Crystal Growth 251 (1-4), p. 748, 2003

[Boehm 2007]

G. Boehm, M. Grau, O. Dier, K. Windhorn, E. Roenneberg, J. Rosskopf, R. Shau, R. Meyer, M. Ortsiefer and M.C. Amann

Growth of InAs-containing quantum wells for InP-based VCSELs emitting at 2.3 µm Journal of Crystal Growth 301-302, p. 941, 2007

[Botez 1978] Dan botez, Michael Ettenberg, *Beamvidth approximations for the fundamental mode in symmetric double-beterojunction lasers.* IEEE Journal of Quantum Electronics 14 (11), p. 827, 1978.

C.

[Cao 1992]

H.L. Cao, Y. Luo, Y. Nakano, K. Tada, M. Dobashi and H. Hosomatsu *Optimization of grating duty factor in Gain-coupled DFB lasers with absorptive grating - analysis and fabrication*IEEE Photonics Technology Letters 4 (10), p. 1099, 1992
[Carroll 1998]
J. Carroll, J. Whiteaway and D. Plumb *Distributed feedback semiconductor lasers*IEEE Circuits devices and systems series 10, SPI Press, p.26, 1998

[Cerutti 2004a]

L. Cerutti, A. Garnache, A. Ouvrard, M. Garcia, E. Cerda and F. Genty 2.36 µm diode pumped VCSEL operating at room temperature in continuous wave with circular TEM00 output beam Electronics Letters 40 (14), p. 869, 2004

[Cerutti 2004b]

L. Cerutti, A. Garnache, A. Ouvrard and F. Genty High temperature continuous wave operation of Sb-based vertical external cavity surface emitting laser near 2.3 µm Journal of Crystal Growth 268 (1-2), p. 128, 2004

[Chen 2000a] H.Y. Chen *Inductively coupled plasma etching of InP* Thèse, Université de Toronto, 2000.

[Chen 2000b] N. Chen, Y. Watanabe, K. Takei and K. Chikuma InGaAsP/InP laterally coupled distributed feedback ridge laser Japanese Journal of Applied Physics Part 1-Regular Papers Short Notes & Review Papers 39 (3B), p. 1508, 2000

[Chernyuk 2003]

O. S. Chernyuk, V. N. Tomashik, V. I. Grytsiv, Z. F. Tomashik and V. M. Kashpor *Chemical dissolution of gallium antimonide in the HNO3-HCl-CH3COOH solutions* Proceedings of International Conference on Material Science and Material Properties for Infrared Optoelectronics, 5065, p. 246, 2003, Ukraine.

[Choi 1992] H.K. Choi and S.J. Eglash High-power multiple-quantum-well GaInAsSb/AlGaAsSb diode lasers emitting at 2.1 μm with low threshold current density Applied Physics Letters, 61(10), p. 1154, 1992 [Choi 1993]
W.Y. Choi, T.P.E. Broekaert and C.G. Fonstad
MBE-grown InGaAlAs 1.5 μm MQW ridge-wave-guide laser-diodes with AlAs etch stop layers
Electronics Letters 29 (5), p. 483, 1993

[Choi 1996]

W.Y. Choi, J.C. Chen and C.G. Fonstad

Evaluation of coupling coefficients for laterally-coupled distributed feedback lasers

Japanese Journal of Applied Physics Part 1-Regular Papers Short Notes & Review Papers 35 (9A), p. 4654, 1996

[Cich 2003]
M. J. Cich, J. A. Johnson, G. M. Peake, and O. B. Spahn *Crystallographic dependence of the lateral undercut wet etching rate of InGaP in HCl*Applied Physics Letters Vol. 82 (4), p.651, 2003

[Coldren 1995]

L. A. Coldren and S.W. Corzine Diode lasers and Photonic Integrated Circuits Wiley –Interscience publication, Kai Chang Editor, p.276, 1995

D.

[Das 2004] P.K. Das, M. Uemukai, T. Suhara InGaAs/AlGaAs quantum well laterally-coupled distributed feedback laser Japanese Journal of Applied Physics Part 1-Regular Papers Short Notes & Review Papers 43 (5A), p. 2549, 2004

[Dier 2004]
O. Dier, C. Lin, M. Grau and M.C. Amann.
Selective and non-selective wet-chemical etchants for GaSb-based materials,
Semiconductor Science Technology 19 (11), p.1252, 2004

[Digneton 2006] M. Digneton Caractérisation de diodes lasers DFB émettant à 2,6 µm pour l'analyse de gaz Rapport de stage, 2006

[Dupuis 1978]

R.D. Dupuis, P.D. Dapkus, N.Jr. Holonyak, E.A. Rezek and R. Chin Room temperature operation of quantum-well Ga1-xAlxAs-GaAs laser diodes grown by metalorganic chemical vapor deposition Applied Physics Letters, 32 (5), p. 295, 1978

[Durry 2004] G. Durry TDLAS – a diode laser sensor for the in situ monitoring of H_2O and CO_2 isotopes Notes du pôle de planétologie (Institut Pierre Simon Laplace), 7, p. 6, 2004

F.

[Faist 1999]

J. Faist, F. Capasso, D.L. Sivco, A.L. Hutchinson, S.N.G. Chu and A.Y. Cho Short wavelength (lambda similar to 3.4 µm) quantum cascade laser based on strained compensated InGaAs/AlInAs Applied Physics Letters 72 (6), p. 680, 1998

[Fuller 2004] L. Fuller *Wet etch for microelectronics* http://www.rit.edu/~lffeee/wet_etch.pdf

G.

[Garidel 2004]

S. Garidel

Fabrication de réseaux de Bragg particuliers par lithographie électronique: Application à la réalisation de dispositifs photoniques et optoélectroniques sur matériaux de la filière InP Thèse, Université de Lille, 2004

[Garnache 2006]

A. Garnache, A. Ouvrard, L. Cerutti, D. Barat, A. Vicet, F. Genty, Y. Rouillard, D. Romanini and E. A. Cerda-Mendez

2-2.7µm single frequency tunable Sb-based lasers operating in CW at RT: microcavity and external cavity VCSELs, DFB Proceedings of SPIE, , Semiconductor Lasers and Laser Dynamics II, vol. 6184, 2006

[Gatzke 1998]

C. Gatzke, S.J. Webb, K. Fobelets and R.A. Stradling. In situ Raman spectroscopy of the selective etching of antimonides in GaSb/AlSb/InAs heterostructures, Semiconductor Science and Technology 13(4), p 402, 1998

[Geerlings 2006]

E. Geerlings, M. Rattunde, J. Schmitz, G. Kaufel, H. Zappe and J. Wagner Widely tunable GaSb-based external cavity diode laser emitting around 2.3 μm IEEE Photonics Technology Letters 18 (17-20), p. 1913, 2006

[Gollub 2002]
D. Gollub, M. Fischer, M. Kamp and A. Forchel
1.3 μm continuous-wave GaInNAs/GaAs distributed feedback laser diodes
Applied Physics Letters 81 (23), p. 4330, 2002

H.

[Hall 1962]
R.N. Hall, R.O. Carlson, T.J. Soltys, G.E. Fenner and J.D. Kingsley Coherent light emission from GaAs junctions
Physical Review Letters 9 (9), p. 366, 1962

[Horie 1999]

H. Horie, S. Nagao, K. Shimoyama and T. Fujimori Weakly index guided buried-stripe type 980 nm laser diodes grown by a combination of gas source molecular beam epitaxy and metalorganic vapor phase epitaxy with an AlGaAs/InGaP/GaAs double etch stop structure Japanese Journal of Applied Physics PART 1-Regular Papers Short Notes & Review Papers 38 (10), p. 5888, 1999

[Hummer 2004]

M. Hummer, K. Rossner, A. Benkert and A. Forchel
 GaInAsSb-AlGaAsSb distributed feedback lasers emitting near 2.4 μm
 IEEE Photonics Technology Letters 16 (2), p. 380, 2004

[Hummer 2006]

M. Hummer, K. Rossner, T. Lehnhardt, M. Muller, A. Forchel, R. Werner, M. Fischer and J. Koeth Long wavelength GaInAsSb-AlGaAsSb distributed-feedback lasers emitting at 2.84 μm Electronics Letters 42 (10), p. 583, 2006

J.

[Jacobs 2004] U.H. Jacobs, K. Scholle, E. Heumann, G. Huber, M. Rattunde and J. Wagner *Room-temperature external cavity GaSb-based diode laser around 2.13 μm* Applied Physics Letters 85 (24), p. 5825, 2004

[Jacquet 1992]

J. Jacquet

Contribution à l'étude de lasers à semi-conducteurs multisections émettant à 1,5 µm accordables en longueur d'onde. Thèse, Ecole nationale supérieure des télécommunications, 1992.

[Jeol 1999] A Guide to Scanning Microscope Observation. Jeol, 1999

K.

[Kadhim 1998] N. J. Kadhim, S. H. Laurie and D. Mukherjee Chemical Etching of group III-V semiconductors, Journal of chemical education 75 (7), p.840, 1998

[Kamp 1999]
 M. Kamp, J. Hofmann, A. Forchel , F. Schäfer and J.P. Reithmaier
 Low-threshold high-quantum-efficiency laterally gain-coupled InGaAs/AlGaAs distributed feedback lasers.
 Applied Physics Letters 74 (4), p.483, 1999

[Kamp 2001]
M. Kamp, J. Hofmann, F. Schäfer, M. Reinhard, M. Fischer, T. Bleuel, J.P. Reithmaier and A. Forchel Lateral coupling- a material independent way to complex coupled DFB lasers
Optical Materials 17 (1-2), p.19, 2001

[Kapon 1982]
E. Kapon, A. Hardy and A. Katzir
The effect of complex coupling-coefficients on distributed feedback lasers
IEEE Journal of Quantum Electronics 18 (1), p.66, 1982

[Kelly 1988] J. Kelly, J.E.A.M. van der Meerakker, P.H.L. Notten and R.P. Tijburg. *Wet-chemical etching of III-V semiconductors,* Philips Technical Review 44 (3), p.62, 1988

[Kogelnik 1969]
H. Kogelnik *Coupled Wave Theory for Thick Hologram Gratings*Bell System Technical Journal 48(9), p. 2909, 1969

[Kogelnik 1971] H. Kogelnik and C.V. Shank *Stimulated emission in a periodic structure* Applied Physics Letters 18 (4), p. 152, 1971

[Kogelnik 1972] H. Kogelnik and C.V. Shank *Coupled-wave theory of distributed feedback lasers* Journal of applied physics 43(5), p. 2327, 1972

[Kudo 1993]
K. Kudo, S. Arai and J.I Sim *Linewidth reduction of DSM lasers due to effects of composite cavity and distributed reflectors*IEEE Journal of Quantum Electronics 29(6), p.1769, 1993

L.

[Lang 1992] R.G. Lang, S. Forouhar, R.C. Tiberio and G.A. Porkolab *Laterally coupled distributed feedback lasers* NASA Tech Briefs, 11, p. 24, 1992

[Lazzari 1993] J.L. Lazzari *Etude des hétérostructures GaInAsSb/GaSb et GaAlAsSb/GaSb,* Thèse, Université de Montpellier 2, 1993

[Legge 1999]
M Legge, G. Bacher, A. Forchel, M. Klude, M. Fehrer and D. Hommel Green emitting DFB laser diodes based on ZnSe
Electronics Letters 35 (9), p. 718, 1999

[Liau 1985]
Z.L. Liau, D.C. Flanders, J.N. Walpole and N.L. DeMeo A novel GaInAsP/InP distributed feedback laser
Applied Physic Letters 46 (3), p.221, 1985

[Liew 1995]
S.K.C. Liew *Above-threshold analysis of loss-coupled DFB lasers: Threshold current and power efficiency*IEEE Photonics Technology Letters 7 (12), p.1400, 1995

[Lin 2004]
C. Lin, M. Grau, O. Dier and M.-C. Amann
Low threshold room-temperature continuous-wave operation of 2.24–3.04 µm GaInAsSb/AlGaAsSb quantum-well lasers
Applied Physics Letters 84(25), p. 21, 2004

М.

[Maiman 1960] T. Maiman Stimulated optical radiation in ruby Nature 187 (4736), p. 493, 1960.

[Martin 1994]

R. D. Martin, S. Forouhar, S. Keo, R. J. Lang, R. G. Hunsperger, R. Tiberio and P.F. Chapman InGaAs-GaAs-AlGaAs laterally-coupled distributed feedback (LC-DFB) ridge laser diode Electronics Letters 30(13), p.1058, 1994

[Martin 1995]

R. D. Martin, S. Forouhar, S. Keo, R. J. Lang, R. G. Hunsperger, R. Tiberio and P.F. Chapman *Cw performance of an InGaAs-GaAs-AlGaAs laterally-coupled distributed-feedback (LC-DFB) ridge laser-diode* IEEE Photonics Technology Letters 7 (3), p. 244, 1995

[Mileham 1997] J.R. Mileham,J.W. Lee, E.S. Lambers and S.J. Pearton *Dry etching of GaSb and InSb in CH4/H-2/Ar* Semiconductor Science and Technology 12 (3), p. 338, 1997

[Miller 1992]

L.M. Miller, K.J. Beernink, J.T. Verdeyen, J.J. Coleman, J.S. Hughes, G.M. Smith, J. Honig and T.M. Cockerill *Characterization of an InGaAs-GaAs-AlGaAs strained-layer distributed-feedback ridge-waveguide quantum-well beterostructure laser* IEEE Photonics Technology Letters 4(4), p. 296, 1992

[Milnes 1993] A.G. Milnes and A.Y. Polyakov. *Gallium Antimonide device related properties,* Review, Solid state electronics 36(6), 1993

[Mohou 1990] M. Mohou *Caractérisation optique de doubles hétérostructures laser GaAlAsSb/GaInAsSb/GaAlAsSb* Thèse, Université Montpellier 2, 1990.

[Muller 2001] M. Muller, M. Kamp, A. Forchel and J.L. Gentner *Wide-range-tunable laterally coupled distributed feedback lasers based on InGaAsP-InP* Applied Physics Letters 79 (17), p. 2684, 2001

N.

[Nieto 2005] J. Nieto *Réalisation et étude de photodétecteurs à GaInAsSb pour application à l'analyse de gaz* Thèse, Université Montpellier 2, 2005.

О.

[Osowski 1997] M.L. Osowski, J.S. Hughes, R.M. Lammert and J.J. Coleman An asymmetric cladding gain-coupled DFB laser with oxide defined metal surface grating by MOCVD, IEEE Photonics Technology Letters 9 (11), p. 1460, 1997

P.

[Palik 1985] E.D. Palik *Handbook of optical constants of solids* Edition Academic Press, p.487

[Pankove 1968] J.I. Pankove *Temperature dependence of emission efficiency and lasing threshold in laser diodes,* IEEE Journal of Quantum Electronics 4(4), p. 119, 1968.

[Pearton 1990]

S.J. Pearton, U.K. Chakrabarti, W.S. Hobson and A.P. Kinsella Reactive ion etching of GaAs, AlGaAs, and GaSb in Cl2 and SiCl4 Journal of Vacuum Science & Technology B 8 (4), p. 607, 1990

R.

[Raith 2004] Documentation technique Raith, 2004

[Rax 2005] J.M. Rax *Physique des plasmas* Edition Dunod, 2005

[Rennon 2000]

S. Rennon, L. Bach, J.P. Reithmaier, A. Forchel, J.L. Gentner and L. Goldstein High-frequency properties of 1.55 μm laterally complex coupled distributed feedback lasers fabricated by focused-ion-beam lithography Applied Physics Letters 77 (3), p. 325, 2000

[Robadey 1997]

J. Robadey, D. Martin, M. Glick, P.C. Silva, P.-H. Jouneau, U. Marti and F.K. Reinhart Gain coupled DFB lasers with active layer grown on a corrugated substrate by molecular beam epitaxy Electronics Letters 33(4), p. 297, 1997

[Rosencher 1998a] E. Rosencher and B. Vinter *Optoélectronique* Edition Masson, p. 320-328, 1998

[Rosencher 1998b] E. Rosencher and B. Vinter *Optoélectronique* Edition Masson, p. 292, 1998

[Rosencher 2002] E. Rosencher and B. Vinter *Optoélectronique* Edition Dunod, p. 124, 2002

[Rosier 1990] B. Rosier Spectres synthétiques, calcul des spectres. ONERA, 1990

[Rößner 2005]

K. Rossner, M. Hummer, A. Benkert and A. Forchel
Long-wavelength GaInAsSb/AlGaAsSb DFB lasers emitting near 2.6 μm
Physica E-Low-Dimensional Systems & Nanostructures 30 (1-2), p. 159, 2005

[Rothman 2005]

L.S. Rothman, D. Jacquemart, A. Barbe, D. Chris Benner, M. Birk, L.R. Brown, M.R. Carleer, C. Chackerian, K. Chance, L.H. Coudert, V. Dana, V.M. Devi, J.-M. Flaud, R.R. Gamache, A. Goldman, J.M. Hartmann, K.W. Jucks, A.G. Maki, J.-Y. Mandin, S.T. Massie, J. Orphal, A. Perrin, C.P. Rinsland, M.A.H. Smith, J. Tennyson, R.N. Tolchenov, R.A. Toth, J.Vander Auwera, P. Varanasi and G. Wagner *The HITRAN 2004 molecular spectroscopic database* Journal of Quantitative Spectroscopy & Radiative Transfer 96 (2), p. 139, 2005

[Rouillard 2005]

Y. Rouillard, J. Angellier, A. Salhi, P. Grech and F. Chevrier GaInAsSb/AlGaAsSb laser diodes for the 2-3 μm range Proceedings of SPIE, 5738, p. 120, 2005

[Roux 1999]
C. Roux, E. Hadji and J.L. Pautrat
2.6 μm optically pumped vertical-cavity surface-emitting laser in the CdHgTe system
Applied Physics Letters 75 (24), p. 3763, 1999

S. [Salhi 2004] A. Salhi

Elaboration par EJM et optimisation de diodes laser à base de GaSb pour des applications de puissance et de spectroscopie dans le moyen infrarouge

Thèse, Université Montpellier 2, 2004

[Salhi 2006]

A. Salhi, D. Barat, D. Romanini, Y. Rouillard, A. Ouvrard, R. Werner, J. Seufert, J. Koeth, A. Vicet and A. Garnache Single-frequency Sb-based distributed-feedback lasers emitting at 2.3 µm above room temperature for application in tunable diode laser absorption spectroscopy Applied Optics 45 (20), p. 4957, 2006

ripplied Oplies 45 (20), p. 4757, 20

[Salzenstein 1996]

P. Salzenstein

Technologie des composants à hétérostructures pour les têtes de réception aux longueurs d'onde millimétriques Thèse, Université des sciences et technologies de Lille, 1996

[Schreiner 2003]

R. Schreiner and H. Schweizer

High-frequency operation of 1.57 µm laterally coupled distributed feedback lasers with self-aligned ohmic contacts and nickel surface gratings

IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics 9 (5), p. 1179, 2003

[Schulz 2006]

N. Schulz, A. Rattunde, C. Manz, K. Kohler, C. Wild, J. Wagner, S.S. Beyertt, U. Brauch, T. Kubler and A. Giesen Optically pumped GaSb-based VECSEL emitting 0.6 W at 2.3 μm
 IEEE Photonics Technology Letters 18 (9-12), p. 1070, 2006

[Schweizer 2002]

H. Schweizer, H. Grabeldinger, V. Dumitru, M. Jetter, S. Bader, G. Bruderl, A. Weimar, A. Lell and V. Harle Laterally coupled InGaN/GaN DFB laser diodes Physica Status Solidi A-Applied Research 192 (2), p. 301, 2002

[Sin 2001]

Y.K. Sin, Y. Qiu, R.E. Muller and S. Forouhar Laterally coupled InGaAsP/InP distributed feedback lasers at 1.5 μm for chemical sensing applications Electronics Letters 37 (9), p. 567, 2001

[Sobel 2001] F. Sobel *Effet laser à contre réaction répartie (DFB) excité par voie optique dans les films minces polymères* Thèse, Université d'Angers, 2001

T.

[Tiberio 1995]

R.C. Tiberio, P.F. Chapman, J.P. Drumheller, R.D. Martin, S. Forouhar and R.J. Lang Laterally-coupled distributed-feedback laser fabricated with electron-beam lithography and chemically assisted ion-beam etching Microelectronic Engineering 27 (1-4), p. 67, 1995

V.

[Vicet 2000]

A. Vicet, J.C. Nicolas, F. Genty, Y. Rouillard, E.M. Skouri, A.N. Baranov and C. Alibert Room temperature GaInAsSb/GaSb quantum well laser for tunable diode laser absorption spectroscopy around 2.35 μm IEE Proceedings-Optoelectronics 147 (3), p. 172, 2000

[Vicet 2001]

A. Vicet

Etude et réalisation d'un analyseur multigaz à diodes lasers accordables. Thèse, Université Montpellier 2, 2001.

[Vicet 2003]

A. Vicet, D.A. Yarekha, A. Ouvrard, R. Teissier, C. Alibert and A.N. Baranov *Tunability of antimonide-based semiconductor lasers diodes and experimental evaluation of the thermal resistance* IEE Proceedings-Optoelectronics 150 (4), p. 310, 2003

W.

[Watanabe 1998]

Y. Watanabe, N. Chen, K. Takei, K. Chikuma, N. Futakuchi and Y. Nakano Laterally coupled strained MQW ridge waveguide distributed-feedback laser diode fabricated by wet-dry hybrid etching process IEEE Photonics Technology Letters 10 (12), p. 1688, 1998

[Werle 2002]

P. Werle, F. Slemr, K. Maurer, R. Kormann, R. Mücke and B. Jänker *Near- and mid-infrared laser-optical sensors for gas analysis.*Optics and Lasers in Engineering 37(2-3), p.101, 2002

[Weyher 1983]

J. Weyher and J. Vandeven

Selective etching and photoetching of (100) gallium-arsenide in CrO_3 -HF aqueous-solutions .1. influence of composition on etching behavior

Journal of Crystal Growth 63 (2), p. 285, 1983

[Willems 1991]
J. Willems, K. David, G. Morthier and R. Baets *Filter characteristics of DBR amplifier with index and gain coupling* Electronics Letters 27 (10), p. 831, 1991.

[Wong 1993]

V.V. Wong, W.Y. Choi, J.M. Carter, C.G. Fonstad, H.I. Smith, Y. Chung and N. Dagli *Ridge-wave-guide sidewall-grating distributed-feedback structures fabricated by x-ray-lithography* Journal of Vacuum Science & Technology B 11 (6), p. 2621, 1993

Y.

[Yariv 1973] A. Yariv *Coupled-mode theory for guided-wave optics.* IEEE Journal of Quantum Electronics 9(9), p. 919, 1993

Résumé

Cette thèse porte sur l'étude et le développement de diodes laser à semi-conducteurs monofréquences émettant à une longueur d'onde de 2,6 µm. Afin de pouvoir analyser la vapeur d'eau et le dioxyde de carbone par spectroscopie d'absorption par diodes laser accordables, les composants laser doivent présenter une émission monomode dans les directions transverse, latérale et longitudinale. Les lasers, fabriqués au laboratoire, présentaient au début de cette thèse un fonctionnement monofréquence à 2,6 µm que sous certaines conditions de température et de courant.

Ce manuscrit met l'accent sur les améliorations apportées à la fabrication des diodes laser.

Apres avoir décrit dans une première partie le principe et les propriétés des lasers à antimoniures et de la méthode d'analyse de gaz, le second chapitre expose l'optimisation des paramètres technologiques dans le but d'obtenir une émission monomode latérale et transverse. L'amélioration de l'étape de gravure y est présentée avec l'étude d'autres solutions d'attaque et la mise en place d'une couche d'arrêt.

La mise au point de la technologie DFB à couplage latéral permettant d'obtenir une émission monomode longitudinale est présentée dans le troisième chapitre. Cette technique, adaptée sur GaSb au cours de cette thèse, consiste pour l'essentiel à déposer de part et d'autre du ruban laser un réseau de Bragg métallique qui joue le rôle d'un filtre fréquentiel.

La dernière partie expose l'ensemble des résultats sur les composants laser. Les composants à ruban étroit présentent une émission au dessus de 2,6 µm pour un fonctionnement en continu et à température ambiante. La technologie DFB apporte des améliorations notables sur les propriétés d'émission des composants.

Ce travail a permis d'une part d'obtenir des composants lasers présentant les propriétés requises par l'application et d'autre part de faire acquérir au laboratoire un savoir-faire technologique riche en perspectives pour l'avenir.

Abstract

This work deals with the study and development of single-frequency semiconductor laser diodes emitting at 2.6 µm. In order to analyze carbon dioxide and water vapor by tunable diode absorption spectroscopy, the components must present a single mode emission in lateral, transverse and longitudinal directions. Laser diodes, made at the laboratory, had before this work a single mode-emission only under certain conditions of temperature and current.

The first part of this thesis explains the principle and properties of antimonide-based laser diodes and presents the gas sensing method.

The second part shows the improvements of technological steps necessary to achieve a single-mode emission in the lateral and transverse direction. As far as the etching step is concerned, a study of other etching solutions and a setting up of a stop layer is presented.

The lateral-coupling DFB technology is exposed in the third part. It permits to obtain a singlemode emission in the longitudinal direction. This technique has been adapted to our materials during this work and consists in realizing a metallic Bragg grating on each side of the laser ridge.

The last part shows results of the components with classical and DFB technologies. We have obtained laser diodes emitting at 2.6 μ m in continuous wave regime at room temperature. The DFB technology leads to sensible improvements on the emission of these components making them well adapted for gas sensing.

This work has led to obtain laser diodes with good electrical and optical properties for carbon dioxide and water vapor analysis. It has allowed gaining an experience in a novel technology with excellent future prospects.

Mots clés

Lasers à semi-conducteurs Technologie DFB Spectroscopie d'absorption infrarouge