



HAL
open science

AMPLIFICATION OPTIQUE DANS DES GUIDES D'ONDE ENSILICIUM POREUX DOPÉS AUX TERRES RARES

Adel Najar, Lazhar Haji

► **To cite this version:**

Adel Najar, Lazhar Haji. AMPLIFICATION OPTIQUE DANS DES GUIDES D'ONDE ENSILICIUM POREUX DOPÉS AUX TERRES RARES. Physique [physics]. Université Rennes 1, 2007. Français. NNT: . tel-00359643

HAL Id: tel-00359643

<https://theses.hal.science/tel-00359643>

Submitted on 9 Feb 2009

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.

THÈSE

présentée devant

L'UNIVERSITÉ DE RENNES1
pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE RENNES1

Mention : PHYSIQUE

par

Adel NAJAR

Équipe d'accueil : Laboratoire d'Optronique CNRS-UMR 6082 "FOTON"
Laboratoire Spectroscopie Raman

École doctorale : Sciences de la Matière

**AMPLIFICATION OPTIQUE DANS DES GUIDES D'ONDE EN
SILICIUM POREUX DOPÉS AUX TERRES RARES**

soutenue le 17 juillet 2007

B. BESSAIS	Professeur, LPMS - INRST	Rapporteur
B. BOULARD	Maître de Conférences HDR, LOF - Université du Maine	Rapporteur
R. RIZK	Directeur de Recherche, LSIFCM - ENSI-CAEN	Examineur
R. CHTOUROU	Maître de Conférences HDR, LPMS - INRST	Invité
S. LOUALICHE	Professeur, LPM - INSA de Rennes	Examineur
M. OUESLATI	Professeur, LSR - Faculté des Sciences de Tunis	Co-directeur de thèse
L. HAJI	Professeur, FOTON - Université de Rennes1	Co-directeur de thèse

Table des matières

Introduction	8
1 Etat de l'art	11
1.1 Présentation du silicium poreux	11
1.1.1 La formation du silicium poreux	11
1.1.2 Propriétés physiques et structurales du silicium poreux	13
1.1.2.1 L'épaisseur	13
1.1.2.2 La porosité et la surface spécifique	14
1.1.2.3 La morphologie	15
1.1.2.4 La rugosité d'interface	16
1.1.3 Propriétés optiques du silicium poreux	18
1.1.3.1 La photoluminescence du silicium poreux	18
1.1.3.2 L'indice de réfraction du silicium poreux	19
1.1.3.3 Le coefficient d'absorption du silicium poreux	19
1.1.3.4 L'anisotropie diélectrique et biréfringence du silicium poreux	20
1.2 Spectroscopie des ions terres rares	21
1.2.1 Configurations électroniques	21
1.2.2 Niveaux d'énergie	22
1.2.2.1 L'ion erbium	22
1.2.2.2 L'ion ytterbium	23
1.3 Silicium poreux dopé aux ions erbium	24
1.3.1 Dopage et activation des ions erbium	24
1.3.2 La luminescence du silicium poreux dopé erbium	26
1.3.3 Interaction du rayonnement avec les ions terres rares	28
1.4 Guides d'onde pour l'amplification optique	32
1.4.1 Les guides d'onde en silicium poreux	33

1.4.2	Les guides d'ondes en silicium poreux dopés erbium	35
1.4.3	Amplification dans les guides d'onde dopés	37
2	Conditions d'élaboration et méthodes de caractérisation	40
2.1	Élaboration des échantillons	41
2.1.1	Élaboration des guides plans	41
2.1.1.1	Formation du silicium poreux	41
2.1.1.2	Réalisation des guides plans	42
2.1.1.3	Dopage des guides plans	43
2.1.2	Élaboration des guides confinés à deux dimensions	44
2.1.2.1	Préparation des guides canaux	44
2.1.2.2	Dopage des guides canaux	46
2.1.3	Traitements thermiques	46
2.2	Dispositifs expérimentaux de caractérisations optiques des guides	48
2.2.1	Mesures d'indice de réfraction	48
2.2.1.1	Méthode de m-lines	48
2.2.1.2	Spectrométrie Visible et Proche-Infra-Rouge	48
2.2.2	Mesure de photoluminescence	52
2.2.3	Mesure de photoluminescence résolue en temps (PLRT)	54
2.2.4	Mesure des pertes optiques	54
2.2.5	Mesure en champ proche	56
2.2.6	Mesure de gain	57
2.3	Conclusion	58
3	Caractéristiques physico-chimiques du Si poreux dopé TR	59
3.1	Étude des guides plans	59
3.1.1	Propriétés structurales	59
3.1.2	Profils de dopage	62
3.1.2.1	Dopage des guides plans par des ions erbium	62
3.1.2.2	Codopage des guides plans par des ions erbium-ytterbium	65
3.1.3	Étude de l'indice de réfraction	66
3.2	Étude des Guides canaux	71
3.2.1	Propriétés structurales des guides	71
3.2.2	Profils de dopage des guides canaux	73
3.2.3	Profils de codopage des guides canaux	73

3.3	Conclusion	75
4	PL et PLRT sur des guides en silicium poreux dopés TR	76
4.1	Étude de la luminescence des ions erbium en fonction des traitements thermiques	77
4.1.1	Effet de la durée d'oxydation à $900^{\circ}C$	77
4.1.2	Effet du recuit sur l'activation des ions erbium	79
4.2	Étude de la PL dans les guides plans et canaux dopés erbium	80
4.2.1	Étude de la luminescence des ions erbium	80
4.2.2	Étude de la PL résolue en temps (PLRT) pour un guide plan	83
4.2.3	Mécanismes d'excitation des ions erbium	86
4.3	Étude de la PL de guides plans codopés Er-Yb en fonction de la concentration d'Yb	89
4.3.1	Étude de la luminescence des ions erbium-ytterbium	89
4.3.2	Étude de la PL des guides codopés en fonction de la puissance d'excitation	91
4.4	Conclusion	93
5	Caractérisation des guides d'onde amplificateurs	94
5.1	Observations en champ proche et mesures des pertes	94
5.1.1	Étude des guides plans	94
5.1.1.1	Études qualitatives de la propagation de la lumière	94
5.1.1.2	Étude des pertes optiques	97
5.1.2	Étude des guides canaux	99
5.1.2.1	Étude qualitative de la propagation de la lumière dans les guides d'onde canaux	100
5.1.2.2	Étude des pertes optiques	101
5.2	Mesures de gain interne dans les guides codopés erbium-ytterbium	104
5.2.1	Mesures de gain dans le cas des guides plans	105
5.2.1.1	Mesures de $G_{on/off}$ en fonction de la puissance de la pompe	105
5.2.1.2	Étude du $G_{on/off}$ en fonction de la longueur d'onde du signal	107
5.2.1.3	Étude de $G_{on/off}$ en fonction de la longueur du guide pour un rapport $T = 3$	108
5.2.2	Mesures de Gain dans le cas des guides canaux	109
5.2.2.1	Mesures de $G_{on/off}$ en fonction de la puissance de la pompe	109
5.2.2.2	Étude de gain on/off en fonction de la longueur d'onde de signal	111
5.2.2.3	Étude de $G_{on/off}$ en fonction de la longueur de guide pour $T = 3$	111

5.3 Conclusion	112
Conclusion et perspectives	114
Bibliographie	117
Annexes	126
Annexe 1 : motif du masque	126
Annexe 2 : équation de dispersion d'un guide plan	128
Liste des publications et conférences relatives à ce travail de thèse	129

Remerciements

Ce travail s'inscrit dans le cadre d'une thèse en cotutelle entre l'Université de Tunis El-Manar et l'Université de Rennes 1. Il a été en partie réalisé au sein du Groupe Matériaux Nanostructurés et Photonique de l'UMR FOTON dirigé par le professeur Jean Claude SIMON. Je lui exprime ici toute ma reconnaissance pour m'avoir apporté les facilités nécessaires.

Monsieur Meherzi OUESLATI, Professeur à la Faculté des Sciences de Tunis (FST), m'a accueilli dans son laboratoire de recherche depuis mon stage de DEA et m'a initié aux premiers secrets de la recherche expérimentale. Je tiens à lui exprimer ma gratitude et ma reconnaissance.

Je suis très sensible à l'honneur que m'a fait Monsieur Mohamed Lazhar HAJI Professeur à l'Université de Rennes 1, en acceptant de diriger cette thèse. Ses qualités humaines et son savoir faire dans le domaine de la Physique des Matériaux et de l'Optoélectronique, m'ont beaucoup aidé à mener ce travail dans les meilleurs délais.

Que Monsieur Richard RIZK Directeur de Recherche à l'ENSICAN, trouve ici l'expression de mes sincères remerciements pour l'honneur qu'il m'a fait en présidant ce jury.

Je tiens également à remercier Mme Brigitte BOULARD, Maître de Conférences - HDR à l'Université du Maine, pour l'intérêt qu'elle a porté à ce travail en acceptant de le juger en qualité de rapporteur.

Mes vifs remerciements vont spécialement à Monsieur Brahim BESSIES, Professeur à l'Institut National de Recherche Scientifique et Technique (INRST), pour avoir également accepté de juger ce travail en qualité de rapporteur. Je tiens à lui exprimer toute ma gratitude en témoignage de son amitié lors de mes visites à l'INRST.

J'adresse également mes remerciements à Monsieur Slimane LOUALICHE, Professeur à l'Université de Rennes 1, d'avoir accepté de faire partie de ce jury.

Que Monsieur Radhouane CHTOUROU, Maître de Conférences - HDR à l'INRSST soit remercié pour sa disponibilité, sa gentillesse et son aide pour les mesures de photoluminescence même pendant ses vacances.

J'exprime tous mes remerciements à Monsieur Joël CHARRIER et Madame Nathalie LORRAIN, Maîtres de Conférences à l'Université de Rennes 1 pour leurs disponibilités, leurs conseils et le grand intérêt qu'ils ont porté à ce travail durant ces trois années de thèse. Je les remercie aussi pour leur amitié et leur présence efficace qui m'a permis de mener à bien mes travaux. Je remercie également Monsieur Hosni AJLANI pour sa gentillesse et sa disponibilité, pour son aide aux mesures de photoluminescence résolue en temps malgré son emploi du temps trop chargé. Durant ces trois années de thèse à Lannion, j'ai eu l'occasion à travailler avec Monsieur Mohammed GUENDOOUZ, je le remercie pour toutes les discussions fructueuses que nous avons eu et d'avoir accepté de consacrer du temps à la lecture de ce manuscrit.

Je remercie également à Séverine HAESAERT pour son aide précieuse en salle blanche et les moments inoubliables que nous avons partagés pendant le jogging sur le chemin de halage ; Yannick DUMEIGE et Annick CHAILLOU pour nos discussions fructueuses qui ont été d'un grand intérêt pour l'amélioration de ce travail. Toutes les personnes du laboratoire d'Optronique plus particulièrement Sylvain FEVE et Vincent RONCIN pour leur aide précieuse et pour leur amitié ainsi que Stéphane Chayed pour son amitié et pour la résolution efficace et des problèmes informatiques.

Je tiens à exprimer aussi mes remerciements à tous les membres du laboratoire Spectroscopie Raman Abdelaziz MEFTEH, Habib ELHOUCHECH, Adel MOADHEN, Salma ALOULOU, Najmedine YAHYAOUI et Sofian DABOUSSI.

Mon séjour à Lannion m'a permis de faire plusieurs amis qui ont contribué d'une façon ou une autre à la réalisation de ce travail. Je remercie spécialement Parastech, Mohamed, Azhar, Khalida, Etienne, Adeline, Mohamed Ali, Jérôme, Julien... pour leurs amitiés.

Introduction

L'optique intégrée est basée fondamentalement sur le fait que la lumière peut être guidée par des couches minces de matériaux optiques. En utilisant de telles couches minces, on peut fabriquer des dispositifs optiques capables d'assurer une large gamme de fonctions sur un seul substrat (multiplexeur, démultiplexeur, diviseur, coupleur, amplificateur...). Ces composants étant compacts, leur intégration peut mener à une miniaturisation extrêmement efficace des circuits optiques avec des puissances de fonctionnement très faibles.

Dans de tels dispositifs miniaturisés, la fonction d'amplification optique est nécessaire pour compenser l'atténuation du signal propagé dans les guides. Elle est réalisée à partir des propriétés spectroscopiques de l'erbium qui présente une transition $^4I_{13/2}$ à $^4I_{15/2}$ à la longueur d'onde $1.55 \mu m$ utilisée dans le domaine des télécommunications.

Pour obtenir l'amplification optique à longues distances, les fibres dopées erbium (EDFA) se sont imposées par rapport à d'autres techniques d'amplification. Dans ces fibres, la faible concentration d'erbium permettant d'obtenir un gain peu élevé est compensé par la longueur de la fibre dopée. De tels amplificateurs à fibres ainsi réalisés sont par conséquent encombrants et se prêtent mal à une intégration.

Au niveau des réseaux locaux de distribution et dans les circuits intégrés, les guides d'onde planaires dopés Erbium (EDWA) sur différents matériaux (verres fluorés, SiO_2 , Al_2O_3 ...) ont attiré considérablement l'attention. De tels guides sont intéressants à plusieurs points de vue ; outre leur coût de production peu élevé, ils présentent un faible encombrement et permettent la réalisation de dispositifs capables de coupler des fonctions actives et passives au sein d'un même composant.

Parmi les matrices utilisées, le silicium poreux présente les avantages d'une part d'avoir une surface spécifique élevée permettant d'introduire des dopants tels que l'erbium en forte concentration et d'autre part de permettre de moduler aisément son indice de réfraction afin de réaliser

des guides d'ondes optiques.

Ce travail de thèse a pour objectif de réaliser un amplificateur optique de faible dimension à $1.55 \mu m$ à base de silicium poreux dopé avec des ions terres rares. Il porte sur l'élaboration et la caractérisation structurale et optique de guides d'onde plans et canaux en silicium poreux dopés avec des ions erbium ou codopés avec des ions ytterbium.

Ce manuscrit, divisé en cinq chapitres, présente les différents aspects de ce travail.

Le premier chapitre décrit le silicium poreux et sa réalisation, les différents paramètres de formation, ses propriétés structurales. Puis, un état de l'art est détaillé sur les amplificateurs optiques dopés erbium déjà réalisés à partir de silicium poreux ainsi qu'à partir d'autres matériaux.

Le deuxième chapitre présente les conditions expérimentales d'élaboration des guides plans et canaux en silicium poreux et les conditions de dopage et de codopage ainsi que les conditions des traitements thermiques permettant l'activation optique des ions terres rares. Les méthodes de mesure de l'indice de réfraction, la photoluminescence et la photoluminescence résolue en temps sont présentées. Les méthodes d'observation en champ proche et de mesure des pertes ainsi que celles de gain optique sont également exposées.

Dans le troisième chapitre, les profils de concentration des ions terres rares dans les guides plans et canaux sont présentés et discutés. Puis, un accent particulier est mis sur la variation de l'indice de réfraction en fonction des conditions d'anodisation, de dopage et de traitements thermiques.

Le quatrième chapitre est consacré à l'étude des guides dopés et codopés par photoluminescence et photoluminescence résolue en temps pour montrer l'activation des ions erbium et pour déterminer de la durée de vie du niveau métastable $^4I_{13/2}$. Ces résultats vont nous permettre d'une part d'optimiser la concentration d'Ytterbium pour le codopage et d'autre part, d'expliquer les mécanismes d'excitation des ions Erbium. La concentration des ions Erbium actifs dans les guides sera déterminée.

Enfin, le dernier chapitre décrit les observations en champ proche et les mesures des pertes réalisées sur les deux types des guides. Le gain "on/off" dans les guides, défini comme étant le rapport de l'intensité lumineuse en sortie avec une pompe à 980 nm et la puissance du signal

en sortie sans la pompe, est mesuré et exploité pour les guides plans codopés avec différentes concentrations d'ytterbium et pour les guides canaux pour un rapport de concentration des dopants égal à 3. Les variations du gain en fonction de la longueur d'onde du signal sont présentées.

Chapitre 1

Etat de l'art

L'histoire du silicium poreux a commencé depuis plus d'un demi-siècle. En effet, la première réalisation d'une couche de silicium poreux a été faite par Uhlir lors de ses travaux sur l'électropolissage en 1956 [1]. C'est à la suite de la découverte par Canham [2] de la forte luminescence du silicium poreux à température ambiante que ce matériau a suscité un regain d'intérêt. Outre, les applications liées à la luminescence, ce nouveau matériau a été utilisé comme matrice pour incorporer des éléments dans ses pores permettant d'assurer diverses fonctions. Par exemple, des guides d'onde élaborés à base de silicium poreux ont été dopés aux ions terres rares (Erbium, Ytterbium) pour envisager de réaliser des fonctions optiques telles que les amplificateurs optiques fonctionnant à $1.55 \mu m$.

D'abord, nous allons décrire les principales propriétés morphologiques et optiques du silicium poreux qui nous serviront par la suite. Ensuite, nous présentons les propriétés optiques des ions terres rares (Erbium et Ytterbium) incorporés dans des couches de silicium poreux. Enfin, une dernière partie sera consacrée à un état de l'art sur les guides d'onde déjà réalisés à partir du silicium poreux ainsi que sur l'amplification optique pour différents matériaux dopés.

1.1 Présentation du silicium poreux

1.1.1 La formation du silicium poreux

Le silicium poreux est obtenu par attaque électrochimique d'un substrat de silicium monocristallin dans une solution à base d'acide fluorhydrique. Le courant électrique est appliqué entre l'anode constituée par le substrat de silicium et la cathode en platine. Les propriétés physiques

et structurales de la couche de silicium poreux obtenue, telles que la porosité, la taille et la morphologie des pores, dépendent des paramètres suivants :

- l'orientation cristallographique, le type et la concentration du dopant du silicium monocristallin,
- la concentration d'acide fluorhydrique dans l'électrolyte,
- la densité de courant appliquée,
- la température de la solution et l'éclairement de la cellule.

Quant à l'épaisseur des couches poreuses, elle dépend uniquement du temps d'anodisation. Les conditions de formation du silicium poreux pour un substrat et un électrolyte donnés varient donc en fonction de la densité de courant anodique appliquée. La figure 1.1 montre une courbe caractéristique de la densité de courant appliquée en fonction de la tension ($J(V)$) [3].

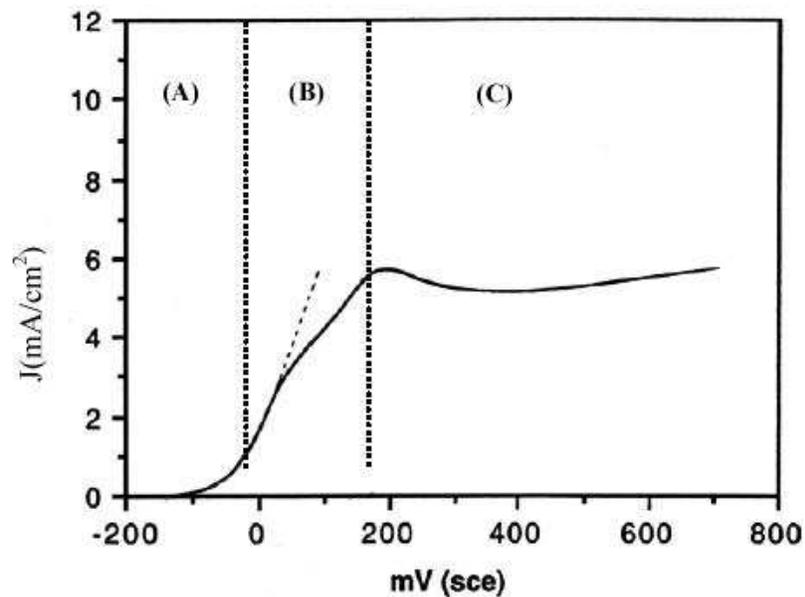
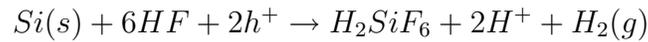


FIG. 1.1 – Caractéristique $J(V)$ relative à un échantillon de silicium poreux (P^+) préparé à partir d'une solution de HF à 1% [3]

Nous pouvons distinguer trois zones (A, B et C). Aux très faibles tensions, il y a formation d'une couche de silicium poreux mal définie (zone A). Pour des tensions plus grandes, inférieures à une valeur critique, il y a formation d'une couche poreuse (zone B). Le domaine des fortes tensions correspond à la dissolution homogène du silicium conduisant à ce qu'on appelle l'électropolissage (zone C).

Les mécanismes physiques et chimiques de formation du silicium poreux ont été beaucoup étudiés. Ils ont fait l'objet de nombreuses discussions en raison de leur complexité. Différents modèles ont été proposés [4, 5].

Les différentes réactions de dissolution du silicium poreux peuvent se résumer par l'équation suivante [6] :



Lors de la formation du silicium poreux par attaque électrochimique dans une solution d'acide fluorhydrique, la réaction d'anodisation s'effectue lorsque le courant délivre des trous issus du matériau vers le front d'anodisation [4]. Juste avant l'application du courant, la surface de silicium présente une surface saturée par des liaisons $Si - H$ qui stabilisent la structure. Lors de l'anodisation, un électron arrive à la cathode et un trou est créé à l'anode. La formation d'une liaison $Si - F$ est établie après la rupture de celle de $Si - H$. Par la suite, un autre ion F^- peut prendre la place d'un atome de H pour former une deuxième liaison $Si - F$. Une fois que la couche de passivation par l'hydrogène a été complètement éliminée, les ions fluors peuvent alors attaquer directement les liaisons $Si - Si$. Cette réaction est accompagnée d'un dégagement de dihydrogène et de la formation de H_2SiF_6 en solution.

1.1.2 Propriétés physiques et structurales du silicium poreux

Nous allons maintenant présenter les caractéristiques de la couche de silicium poreux telles que l'épaisseur, la porosité, la morphologie et la taille des pores qui dépendent principalement de la densité de courant, de la concentration d'acide fluorhydrique, du temps d'anodisation, de l'orientation cristallographique et du dopage du substrat de silicium utilisé.

1.1.2.1 L'épaisseur

L'épaisseur de la couche formée au cours d'une anodisation à courant constant est proportionnelle à la quantité de charges échangées et par conséquent à la durée d'anodisation. Le contrôle de l'épaisseur dépend donc principalement de la durée d'anodisation. En première approximation, l'épaisseur de la couche augmente linéairement avec la durée d'anodisation comme par exemple pour des couches poreuses réalisées avec des substrats de type P et P^+ (Figure 1.2) [7]. Ceci est valable pour des durées d'anodisation courtes (inférieurs à une dizaine de minutes). Pour des durées plus longues, l'épaisseur de la couche devient importante ($>10 \mu m$). Il en résulte

alors un appauvrissement de la solution qui a pour effet de ralentir la vitesse de formation. Dans ce cas la variation de l'épaisseur n'est plus linéaire en fonction de la durée de l'anodisation. La détermination de l'épaisseur (e) des échantillons est déduite directement par observation microscopique ou bien par gravimétrie à l'aide de la relation 1.1 :

$$e = \frac{m_1 - m_3}{\rho \cdot S} \quad (1.1)$$

avec m_1 la masse du substrat de silicium avant la formation de la couche poreuse, m_3 est la masse du substrat après dissolution dans NaOH (ou KOH) de la couche poreuse. ρ est la masse volumique du Si ($\rho = 2.321 \text{ g/cm}^3$) et S la surface anodisée du substrat.

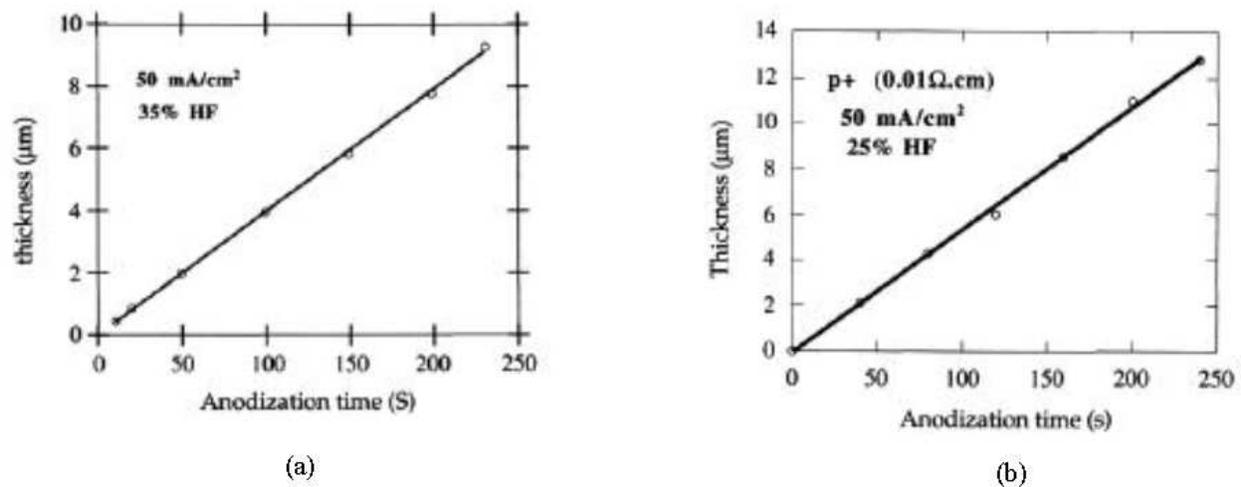


FIG. 1.2 – Variation de l'épaisseur de la couche de silicium poreux en fonction de la durée d'anodisation dans le cas du silicium poreux de type P (a) et de type P^+ (b) [7]

1.1.2.2 La porosité et la surface spécifique

La porosité est définie comme étant le pourcentage volumique d'air par rapport au volume total de la couche de silicium poreux. Elle dépend principalement pour un substrat donné du couple courant d'anodisation - concentration d'acide fluorhydrique (HF). Ces deux paramètres influent différemment sur la porosité : pour une concentration d'acide donnée, plus la densité de courant est élevée et plus la porosité sera élevée ; pour une densité de courant fixée, la porosité diminue avec l'augmentation de la concentration de l'électrolyte. La porosité (p) peut être déterminée par gravimétrie selon la relation 1.2 :

$$p = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} \quad (1.2)$$

où m_1 et m_2 sont les masses de l'échantillon pesées avant et après la formation de la couche poreuse, m_3 est la masse après dissolution complète de la couche du silicium poreux dans la soude.

Le silicium poreux présente une surface spécifique ou surface développée très grande. L'adsorption isotherme de gaz neutre reste la technique la plus utilisée pour la détermination de la surface spécifique du silicium poreux [8, 9]. Ces mesures donnent des valeurs de l'ordre de $200 \text{ m}^2.\text{cm}^{-3}$ pour des échantillons de type P^+ et de l'ordre de $600 \text{ m}^2.\text{cm}^{-3}$ pour ceux de type P .

1.1.2.3 La morphologie

La taille et la morphologie des pores sont essentiellement liées au dopage du substrat de départ. Trois catégories de silicium poreux sont habituellement distinguées selon la résistivité comme l'illustre la figure 1.3 [10] ; il s'agit du :

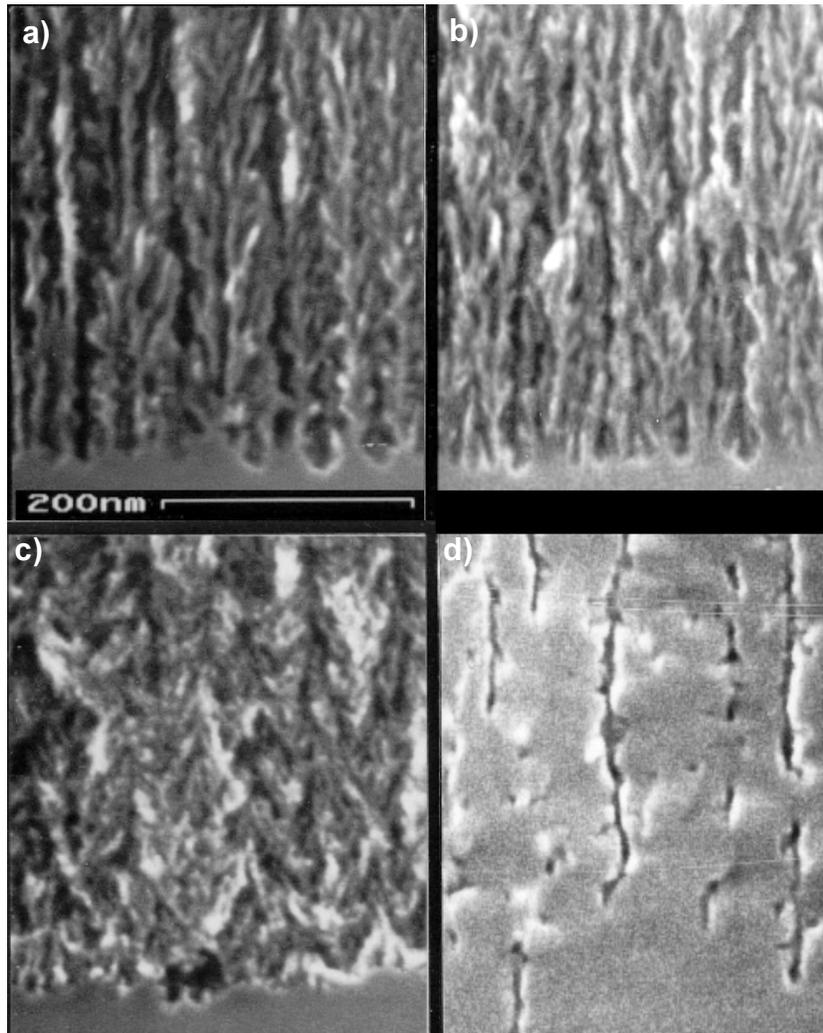
- Silicium poreux de type P : la valeur de la résistivité ρ est supérieure ou égale à $1 \Omega.\text{cm}$, la structure est de type éponge ; elle est homogène et isotrope, les pores assimilables à des ellipsoïdes de taille nanométrique sont fortement interconnectés (nanoporeux)(figure 1.3 c) .
- Silicium poreux de type P^+ ou N^+ : la taille des pores dépend de la valeur de la résistivité ρ du substrat. La structure est de forme colonnaire et anisotrope, les pores quasi-cylindriques d'une taille de quelques dizaines de nanomètres possèdent de nombreux ramifications latéraux (mésoporeux) (figure 1.3 a et b).
- Silicium poreux de type N : la résistivité est de l'ordre de $1 \Omega.\text{cm}$, la formation de la couche nécessite un apport de trous sous éclaircissement . A faible épaisseur, la structure est similaire à celle obtenue sur du silicium de type P (figure 1.3 d) ; mais les dimensions des pores et des cristallites de silicium sont de l'ordre du micromètre (macroporeux).

Après la formation du poreux le caractère monocristallin du substrat est conservé.

Donc, selon la taille des pores, le silicium poreux est classé en 3 catégories regroupées dans le tableau 1.1 [11].

Type du substrat	Morphologie de la de la couche poreuse	Nature du silicium poreux	Diamètres des pores (nm)
P	Homogène et isotrope	nanoporeux	<2
P^+ , N^+	Structure colonnaire	mésoporeux	2-50
N (sous éclairement)	Structure spongieuse	macroporeux	>50

TAB. 1.1 – Les différentes classes du silicium poreux selon la taille des pores [11]

FIG. 1.3 – Micrographies sur la tranche obtenues par MEB de couches de silicium poreux montrant la différence de morphologie selon le type et la concentration de dopants ; type P^+ (a), type N^+ (b), type P (c), type N (d) [10]

1.1.2.4 La rugosité d'interface

La rugosité aux interfaces est un paramètre physique important pour les applications optiques. Dans le cas du silicium poreux, il existe deux types de rugosité :

- une à grande distance appelée "waviness". Elle est due aux stries de croissance du substrat. En effet, lors du tirage du lingot de silicium, il peut y avoir des fluctuations de dopage, en particulier pour les lingots fortement dopés. Ces variations spatiales de dopage donnent naissance aux stries de croissance. Les caractéristiques de ce type de rugosité ont été mesurées à l'aide d'un profilomètre par G. Lerondel et al. [12]. Sa périodicité spatiale est de l'ordre de $250 \mu m$ avec une valeur quadratique moyenne de la rugosité (*rms* : root mean square) qui dépendent bien évidemment du type et de la concentration de dopage des substrats.
- la seconde est à courte distance. Son origine est liée à la fabrication du silicium poreux. En effet, elle est due à une inhomogénéité du front de dissolution durant l'électrolyse. Elle est sensible aux paramètres de formation du silicium poreux notamment, la densité de courant et la viscosité de l'électrolyte [12]. Des mesures de cette rugosité ont été réalisées sur l'interface couche poreuse/substrat et sont présentées sur la figure 1.4 qui donne la variation de la rugosité (σ) en fonction de l'épaisseur de la couche poreuse. La *rms* augmente avec l'épaisseur de la couche poreuse puis sature. Un moyen pour réduire cette rugosité est de réaliser le silicium poreux à basse température en refroidissant l'électrolyte de façon à augmenter la viscosité [13].

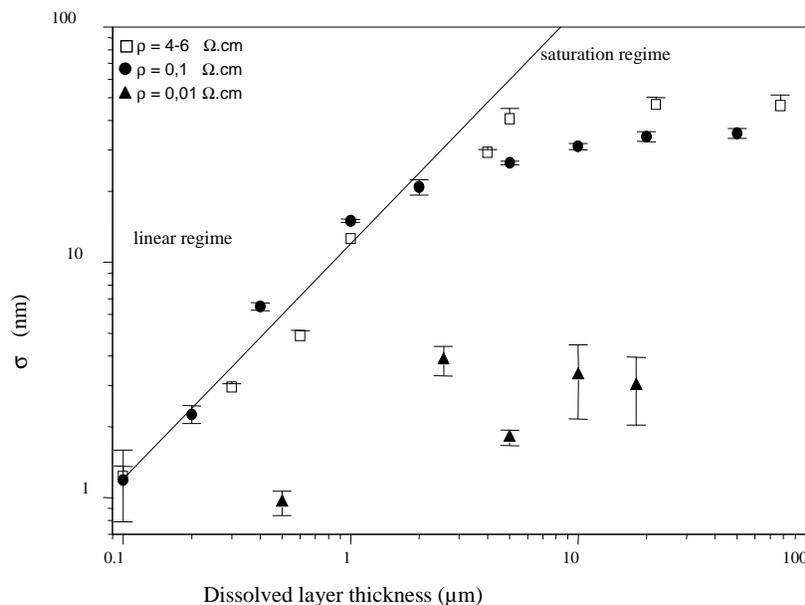


FIG. 1.4 – Rugosité, à courte distance, en fonction de l'épaisseur de la couche de silicium poreux pour trois concentrations de dopage [12]

1.1.3 Propriétés optiques du silicium poreux

Le silicium poreux possède des propriétés optiques intéressantes, très fortement liées à sa nature poreuse. Nous présentons dans cette partie les différentes propriétés optiques comme la luminescence à des longueurs d'onde variables qui vont du bleu au Proche Infrarouge (PIR) [14], l'indice de réfraction, le coefficient d'absorption et l'anisotropie optique.

1.1.3.1 La photoluminescence du silicium poreux

Le silicium cristallin est un semi-conducteur à gap indirect à température ambiante et donc il a une faible efficacité optique. Par contre, la découverte de la forte luminescence du silicium poreux à température ambiante a suscité beaucoup d'intérêt pour ce matériau.

La photoluminescence (PL) a été essentiellement observée dans le domaine du visible sur des couches de silicium poreux formées sur des substrats de type P . Par contre, la PL du silicium poreux élaboré sur des substrats de type P^+ est faible. Après oxydation partielle, la luminescence diminue dans le visible due à la réduction des tailles des cristallites. Après une oxydation totale, la luminescence disparaît complètement dans le visible pour apparaître dans le domaine du proche Infra-Rouge. En effet, la luminescence du silicium poreux en différentes régions a été expliquée par la présence de plusieurs mécanismes [15, 16] : présence d'impuretés, silicium amorphe hydrogéné ou de confinement quantique. La position du pic sur le spectre de PL est centrée autour de 1,7 eV. La durée de vie de cette luminescence est de l'ordre de quelques dizaines de μs à température ambiante et peut atteindre la dizaine de millisecondes à basse température. La PL bleue a été observée la première fois sur des échantillons vieillis (type P) [17, 18]. Cette luminescence n'est observée que pour des couches conservées à l'air, ou après une oxydation thermique [19]. Les auteurs attribuent cette PL à la présence d'oxyde à la surface du silicium poreux [2]. Cette luminescence est très peu intense et a une durée de vie très courte de l'ordre de la nanoseconde. De plus, elle est caractérisée par une bande de largeur à mi-hauteur très importante et la position moyenne en énergie est autour de 2.4 eV.

La luminescence en proche infrarouge a été mesurée pour la première fois par P. M. Fauchet [20]. Elle est centrée autour de 1300 nm. Son intensité est faible après la formation des couches poreuses et augmente après un traitement thermique à 500°C. A cette température, l'hydrogène qui se trouve à la surface des cristallites forme des liaisons $Si - H_x$ qui sont responsables de la bande infrarouge.

1.1.3.2 L'indice de réfraction du silicium poreux

Le silicium poreux peut être décrit comme un milieu moyen (air-silicium) [21] dont l'indice varie sur une grande gamme entre celui du silicium et celui de l'air. L'indice de réfraction du silicium varie avec la porosité. Il diminue lorsque la porosité augmente, comme l'illustre la figure 1.5. Toutefois, il est difficile de calculer avec précision l'indice d'une couche poreuse connaissant sa porosité. Pour cela, plusieurs modèles ont été élaborés (Bruggeman, Looyenga, ...) pour décrire ce matériau [22, 23]. Après oxydation, le silicium poreux subit une diminution de son indice de réfraction qui dépend des conditions d'oxydation et de la porosité initiale. Si la couche de silicium poreux est partiellement oxydée, l'indice va dépendre de la fraction volumique de silicium transformé en silice [24].

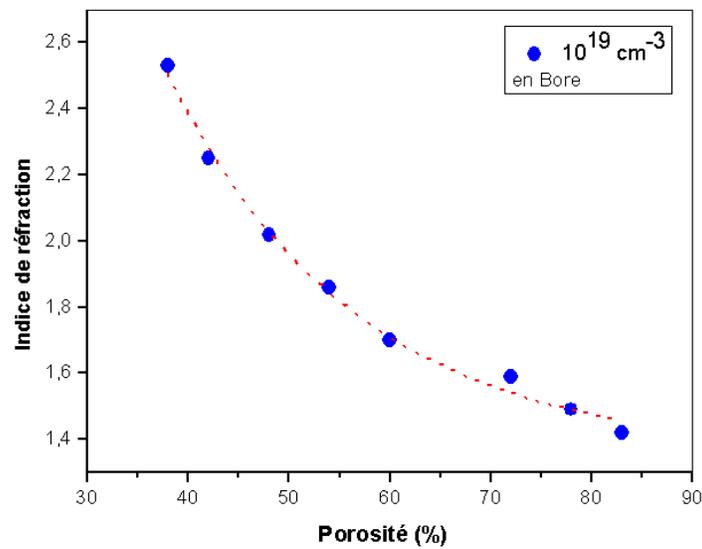


FIG. 1.5 – Variation de l'indice de réfraction en fonction de la porosité pour un substrat de silicium dopé avec 10^{19} cm^{-3} de bore [25]

1.1.3.3 Le coefficient d'absorption du silicium poreux

L'analyse des spectres d'absorption du silicium poreux permet d'expliquer l'origine physique de la luminescence du silicium poreux dans le visible. Généralement, le confinement quantique est considéré comme responsable de la luminescence. Différentes études du coefficient d'absorption [26] ont été menées par des mesures de transmission ou de photoconductivité.

Sur la figure 1.6, nous constatons une forte diminution du coefficient d'absorption des échantillons réalisés sur des substrats de type P dans le domaine des basses énergies. Cette diminution est attribuée à un effet de confinement quantique remarquable sur les échantillons de type P qui sont constitués de cristallites de silicium de faibles dimensions. Cette interprétation est en accord avec le modèle qui décrit l'absorption de l'ensemble des cristallites dont la densité d'états électroniques est modifiée par le confinement quantique [27]. Comme les échantillons de type P ont une luminescence beaucoup plus importante que les échantillons de type P^+ , l'ensemble des résultats confirme le rôle du confinement quantique dans la luminescence du silicium poreux. Après oxydation, le coefficient d'absorption diminue fortement dans le visible et est même négligeable dans l'Infra-Rouge [28].

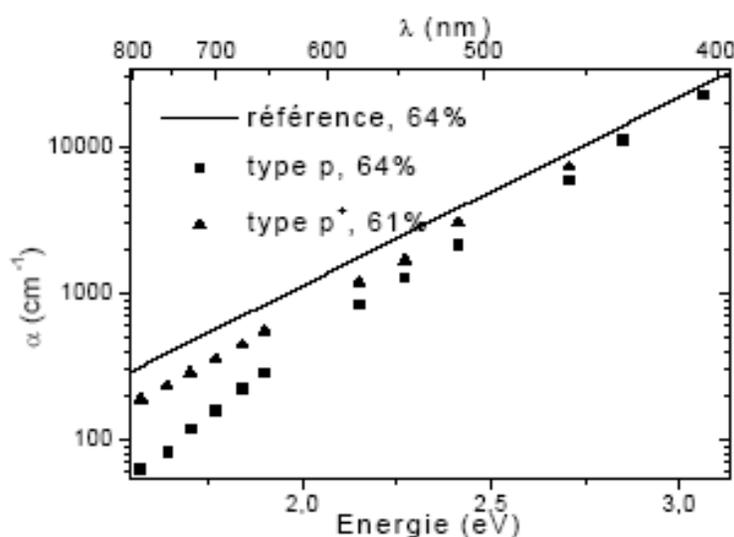


FIG. 1.6 – Spectres d'absorption d'échantillons de silicium poreux de porosités voisines réalisés à partir de substrats de types P et P^+ , comparés à celui du silicium massif (en trait plein) [27].

1.1.3.4 L'anisotropie diélectrique et biréfringence du silicium poreux

Les mesures d'indice de réfraction en fonction de la polarisation montrent que le silicium poreux est un matériau anisotrope uniaxe (l'indice extraordinaire n_e est supérieur à celui ordinaire n_o), avec un axe optique perpendiculaire à la surface du substrat [29]. Le paramètre d'anisotropie δ , dans le cas du silicium poreux de type P est de l'ordre de 0,05. Dans le cas du silicium poreux de type P^+ , le paramètre d'anisotropie est deux fois plus important [29].

La biréfringence est attribuée principalement à l'anisotropie de la structure du matériau. Le silicium poreux de type P^+ est, par la suite plus biréfringent que le type P .

1.2 Spectroscopie des ions terres rares

Pour nos applications, les couches du silicium poreux seront dopées par des ions terres rares (erbium et/ou ytterbium). En effet, les terres rares ont des propriétés spectroscopiques particulièrement intéressantes (spectres d'absorption et d'émission étroits, durées de vie élevées) et peuvent être utilisées comme dopants actifs au sein du silicium poreux. Le groupe des lanthanides (Ln) se caractérise par une sous-couche électronique $4f$ se remplissant progressivement de 1 à 14 électrons. Ce sont les électrons $4f$ qui jouent un rôle primordial dans les propriétés spectroscopiques des lanthanides.

1.2.1 Configurations électroniques

L'erbium utilisé dans ce travail pour doper les guides en silicium poreux fait partie de la famille des lanthanides dont le numéro atomique est compris entre $Z = 57$ (Lanthane) et $Z = 71$ (Lutétium). Dans les matériaux solides, on les retrouve sous forme d'ions trivalents de configuration $[Xe]4f^n$, correspondant au remplissage progressif de la couche $4f$ du système périodique des éléments. La principale caractéristique des terres rares est le phénomène de contraction des sous couches $4f$. Sous l'influence d'un important puits de potentiel à proximité du noyau, l'extension spatiale des fonctions propres diminue au début de la famille des lanthanides. Ceci a pour effet d'attirer vers les couches plus internes les électrons $4f$, qui seront ainsi protégés de l'extérieur par les couches externes $5s$ et $5p$. Les spectres de luminescence des ions terres rares dans un solide comportent des raies fines d'énergie très voisines de celles des ions libres. Pour comprendre l'obtention de ces transitions, nous devons analyser le rôle joué par les différents termes qui composent l'hamiltonien H décrivant l'énergie de l'ion au sein d'une matrice qui s'écrit suivant la relation 1.3 :

$$H = H_{ion\ libre} + H_c \quad (1.3)$$

où $H_{ion\ libre}$ est l'hamiltonien de l'ion libre et H_c l'hamiltonien décrivant l'effet du champ cristallin sous lequel les niveaux d'énergie $^{2S+1}L_J$ sont décomposés en sous niveaux ; c'est l'effet Stark. Cette décomposition dépend de la symétrie du champ cristallin qui est similaire à celle du site occupé par l'ion dans le cristal.

L'ion lanthanide libre est soumis à plusieurs interactions. Dans le cas de l'approximation de Born-Oppenheimer, qui permet de séparer les mouvements du noyau et des électrons, l'hamiltonien

nien correspondant à l'énergie de cet ion s'écrit suivant l'équation 1.4 :

$$H_{ion\ libre} = H_{conf} + H_e + H_{so} \quad (1.4)$$

avec :

- H_{conf} est l'hamiltonien de configuration qui comporte les contributions des énergies cinétiques des électrons et des énergies potentielles associées à l'interaction avec le noyau.
- H_e est l'hamiltonien d'interaction électrostatique qui est associé à la répulsion coulombienne entre les électrons $4f$. Il décompose la configuration $4f$ en différents termes spectraux notés ^{2S+1}L qui sont $(2S + 1)(2L + 1)$ fois dégénérés.
- H_{so} est l'hamiltonien d'interaction spin-orbite, il décompose les multiplets ^{2S+1}L en sous-niveaux séparés notés $^{2S+1}L_J$, où J est le nombre quantique associé au vecteur moment angulaire total $\vec{J} = \vec{L} + \vec{S}$. Ce couplage dit $L - S$ ou de Russel-Sanders est le couplage entre le moment orbital résultant $\vec{L} = \sum_i \vec{l}_i$ et le moment de spin cinétique $\vec{S} = \sum_i \vec{s}_i$. Les niveaux $^{2S+1}L_J$ sont $(2J + 1)$ fois dégénérés avec $|L - S| \leq J \leq |L + S|$.

1.2.2 Niveaux d'énergie

1.2.2.1 L'ion erbium

L'erbium émet dans le proche infrarouge autour de $1,55\ \mu m$. Les niveaux d'énergie $4f$ correspondant à chaque état possible $^{2S+1}L_J$ de l'ion erbium sont schématisés sur la figure 1.7. Ce schéma indique les positions relatives des niveaux excités par rapport au niveau fondamental $^4I_{15/2}$.

Lorsque l'ion erbium est incorporé dans un solide, les transitions au sein d'une même couche d'erbium deviennent possibles car il y a un mélange des parités dû, soit à la distorsion du site, soit au mélange avec des états de la bande de transfert de charge. L'émission à $1,55\ \mu m$ est obtenue à partir d'une configuration à 3 niveaux [30]. Cette émission correspond à la transition de l'état métastable $^4I_{13/2}$ vers l'état fondamental $^4I_{15/2}$. Pour obtenir cette émission, on peut exciter soit directement avec une radiation à $1,48\ \mu m$ (transition $^4I_{15/2} \rightarrow ^4I_{13/2}$) soit à $980\ nm$ (transition $^4I_{15/2} \rightarrow ^4I_{11/2}$). Le premier type d'excitation présente l'inconvénient d'être proche

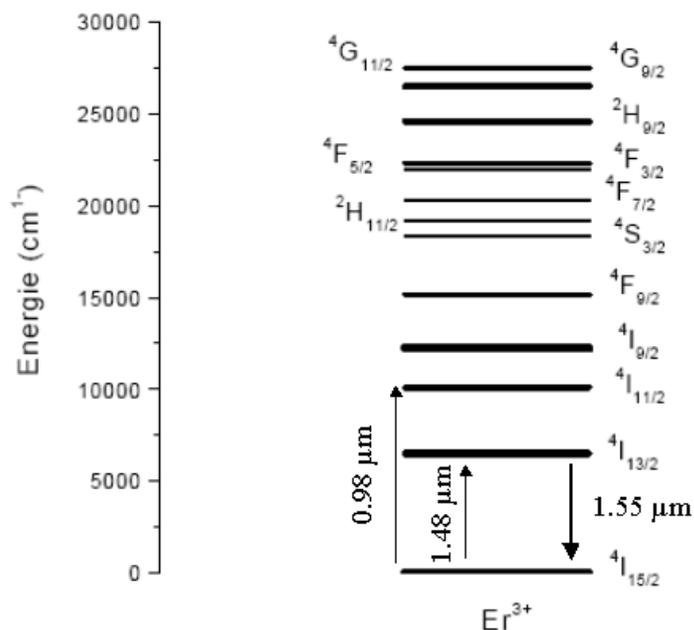


FIG. 1.7 – Diagrammes de l'énergie libre des ions erbium

de la longueur d'onde d'émission et peut donner lieu à des phénomènes de réabsorption. Il est donc préférable d'utiliser l'excitation à 980 nm afin de pouvoir séparer l'émission de l'excitation.

1.2.2.2 L'ion ytterbium

L'ion ytterbium est généralement utilisé comme sensibilisateur car son niveau excité $^2F_{5/2}$ correspond au niveau $^4I_{11/2}$ de l'ion erbium ce qui permet un transfert d'énergie de l'yterbium vers l'erbium. L'yterbium est formé par deux niveaux d'énergie et possède un niveau absorbant entre 960 nm et 1000 nm. L'absorption à 980 nm (transition $^2F_{7/2}$ à $^2F_{5/2}$) s'accompagne d'un transfert d'énergie de l'ion ytterbium (niveau $^2F_{5/2}$) vers l'ion erbium (niveau $^4I_{11/2}$) schématisé sur la figure 1.8.

Le niveau $^2F_{5/2}$ de l'ion ytterbium se trouve à un niveau d'énergie très proche du niveau $^4I_{11/2}$ de l'ion erbium. C'est un transfert résonant d'énergie entre ces deux niveaux. L'ion erbium, après une relaxation non radiative vers le niveau $^4I_{13/2}$, émet un photon à 1,55 μm correspondant à la transition $^4I_{13/2} \rightarrow ^4I_{15/2}$, le niveau $^4I_{15/2}$, étant le niveau fondamental.

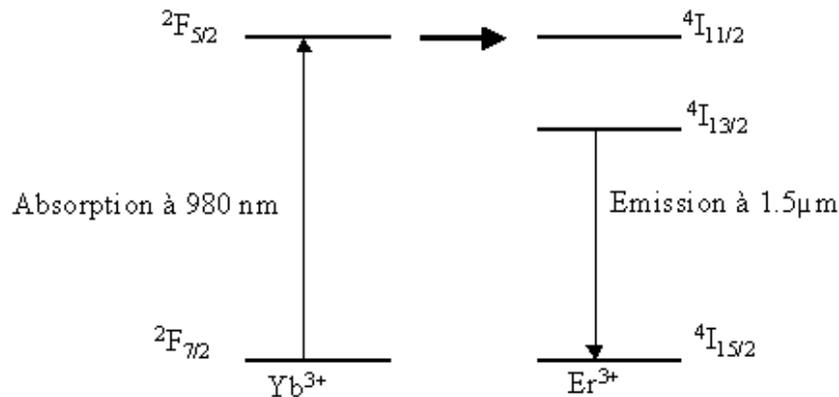


FIG. 1.8 – Schéma du transfert d'énergie de l'ytterbium vers l'erbium

1.3 Silicium poreux dopé aux ions erbium

Comme il a été souligné précédemment, le silicium poreux possède une surface spécifique très importante. Il peut donc être utilisé comme matrice pour incorporer des impuretés telles que des molécules chromophores [31] ou des ions terres rares (erbium, terbium, europium, ytterbium. . .) [32, 33].

1.3.1 Dopage et activation des ions erbium

Le dopage du silicium poreux par des ions erbium se caractérise par une intense luminescence à la longueur d'onde de $1,55 \mu m$. Plusieurs techniques ont été utilisées pour doper le silicium poreux, telles que l'implantation ionique [34], la diffusion thermique [35], l'immersion (dip-coating) [36] ou la méthode électrochimique [32].

Parmi ces techniques, la méthode électrochimique (cathodisation) permet d'obtenir un dépôt homogène des ions terres rares sur les parois de silicium.

La concentration d'erbium déposée dépend principalement de la densité du courant appliquée et de la durée du dépôt électrochimique.

L'utilisation de solutions saturées dont la concentration varie de $0,1$ à $0,2 \text{ mol.l}^{-1}$ permet d'introduire les ions erbium en quantité suffisante pour obtenir une intense luminescence à $1,55 \mu m$ [37].

La concentration d'Erbium dans le silicium poreux peut être estimée par un simple calcul de la charge totale transférée lors de la cathodisation [32]. La concentration d'erbium déterminée par

SIMS correspond à 10% de la charge totale transférée par cm^3 [38]. Par la suite, la concentration en erbium que l'on peut introduire par la méthode électrochimique pour avoir une photoluminescence intense est de l'ordre de 10^{19} à 10^{20} atomes. cm^{-3} .

Les densités de courant utilisées dans la littérature sont de l'ordre de 0,1 à 1,5 $mA.cm^{-2}$ sur du silicium de type *P* [39] et peuvent atteindre des valeurs plus importantes de l'ordre de 50 $mA.cm^{-2}$ sur du silicium de type *N* [40]. La densité de courant utilisée pour doper dépend des paramètres initiaux d'élaboration du silicium poreux (le type et taux de dopage du substrat et l'épaisseur de la couche).

Après cathodisation, l'erbium déposé à la surface des cristallites de silicium n'est pas optiquement actif. Pour le rendre optiquement actif, le silicium poreux dopé doit subir des traitements thermiques pour faire diffuser et activer les atomes d'erbium à l'intérieur des cristallites de silicium et de favoriser les liaisons $Er - O$ qui améliorent la luminescence à 1,55 μm . De plus, le traitement thermique à haute température va permettre d'éliminer les groupements hydroxydes OH et les groupements C_2H_2O qui limitent la luminescence à 1,55 μm par absorption de l'énergie émise [41].

Les recuits sont généralement réalisés sous atmosphère riche en oxygène (mélange $Ar + O_2$ ou $N_2 + O_2$) mais l'oxygène résiduel en surface des couches de silicium poreux serait suffisant pour activer l'erbium [39].

Deux types de traitement thermique sont souvent utilisés :

- soit le recuit classique
- soit le recuit rapide connu sous le nom de RTA (Rapid Thermal Annealing).

L'activation de l'Erbium par RTA nécessite des températures supérieures à $950^\circ C$ soit sous air [41], soit sous un mélange $O_2 + Ar$ avec 20% d' O_2 pendant 10 à 30 s. Alors que le recuit classique s'effectue à une température inférieure à $1200^\circ C$ pendant une durée de quelques minutes à quelques heures [40].

Des auteurs [41] comme Dorofeev et al. ont étudié l'effet de la température d'oxydation sur l'intensité de la photoluminescence. La luminescence à 1,55 μm devient significative à partir d'une température d'oxydation supérieure à $800^\circ C$ pour atteindre un maximum autour de $1000^\circ C$. Au dessus de cette température la luminescence diminue (Figure 1.9) [41]. En plus, l'intensité de la luminescence est plus importante à basse température (77 K).

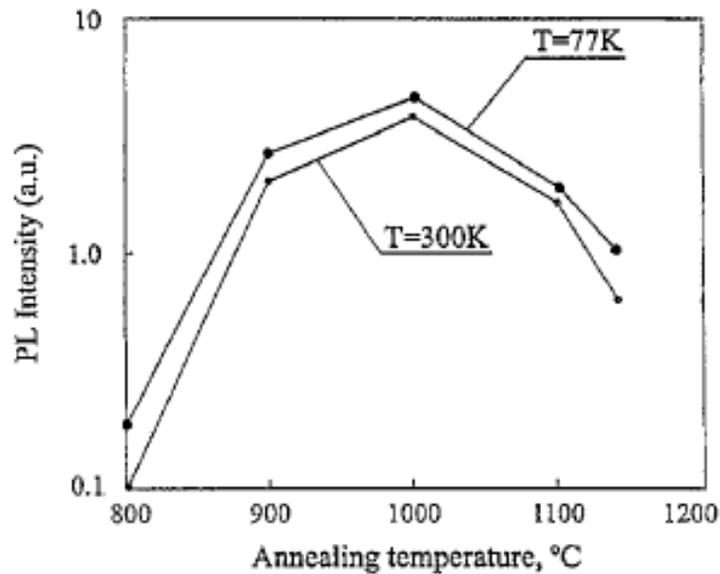


FIG. 1.9 – Intensité de PL à 300 K et 77 K du silicium poreux de type P dopé erbium en fonction de la température de recuit (RTA) [42]

Dans une étude similaire à celle de Dorofeev, Lopez et al. [43] utilisent un traitement thermique en deux étapes :

- (i) une oxydation à une température entre 600°C et 1100°C sous oxygène pour incorporer l'oxygène dans la matrice
- (ii) puis un traitement de densification à 1100°C sous N_2 .

Ils montrent ainsi que l'intensité de photoluminescence à $1,55 \mu\text{m}$ augmente avec la température d'oxydation jusqu'à une température optimale égale à 1000°C .

En se basant sur ces études, nous avons choisi un traitement thermique en 3 étapes : une pré-oxydation à 300°C sous O_2 pendant une heure, une oxydation à 900°C pendant 2 heures et enfin un recuit d'activation à 1000°C pendant 2 heures sous N_2 .

1.3.2 La luminescence du silicium poreux dopé erbium

Différents mécanismes d'excitation ont été proposés par différents auteurs pour expliquer la photoluminescence de l'erbium dans le silicium poreux [44, 45]. A la suite de l'incorporation des ions erbium dans la matrice et sous l'effet du champ cristallin, les niveaux d'énergie de l'erbium se scindent en sous niveaux d'énergie ; c'est l'effet Stark (Figure 1.10) [46]. La transition la plus

intéressante est celle qui correspond à la transition ${}^4I_{13/2}$ à ${}^4I_{15/2}$ donnant lieu à une émission à $1,55\ \mu\text{m}$.

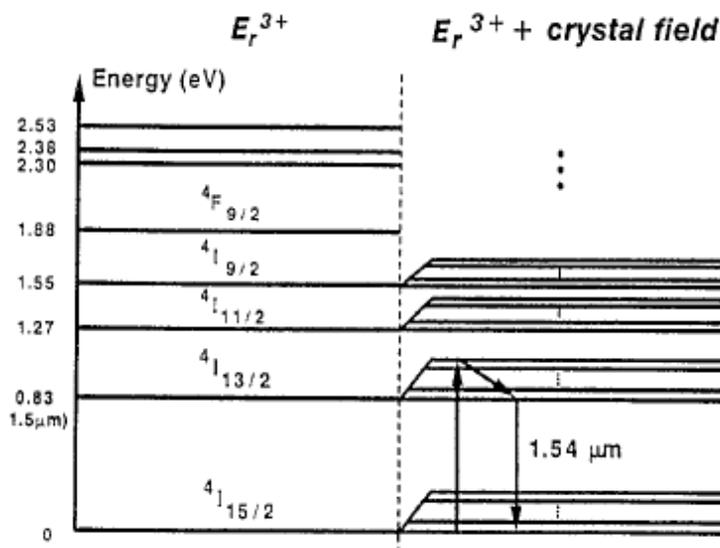


FIG. 1.10 – Diagramme d'énergie de l'ion erbium libre et dans un champ cristallin [46]

Suite à une excitation laser, généralement à une longueur d'onde égale à $488\ \text{nm}$ ou à $514\ \text{nm}$, pour laquelle l'énergie est supérieure au gap du silicium poreux, les photons absorbés par le matériau créent des paires électrons trous (Figure 1.11) [41]. Une partie se recombine radiativement et donne naissance à une bande de luminescence du silicium poreux dans le visible. Une autre partie sera transférée radiativement aux ions erbium. La désexcitation de ces ions Er^{3+} (transitions des niveaux excités vers le niveau fondamental) s'accompagne d'une intense photoluminescence autour de $1,55\ \mu\text{m}$ [47].

Le co-dopage erbium ytterbium améliore considérablement la luminescence autour de $1,55\ \mu\text{m}$ [48]. L'ytterbium agit comme sensibilisateur de l'erbium car sa section efficace d'absorption est plus grande que celle de l'erbium, c'est-à-dire que les ions ytterbium servent à mieux capter l'énergie d'excitation avant de la transmettre aux ions erbium. Le transfert d'énergie entre les deux ions est favorisé lorsque plusieurs ions Yb^{3+} entourent un ion Er^{3+} . Le transfert d'énergie est très efficace du fait du grand recouvrement entre le spectre d'émission de l'ytterbium et celui d'absorption de l'erbium [49].

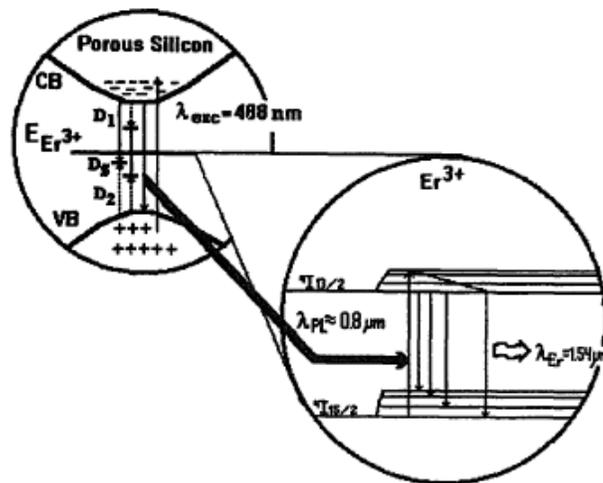


FIG. 1.11 – Mécanisme d'excitation de l'erbium dans la matrice du silicium poreux (type P) [41]

Grâce à l'ytterbium, il est possible d'augmenter les concentrations d'ions erbium actifs sans dégrader l'efficacité du pompage. En effet, le codopage ytterbium fait de la longueur d'onde d'excitation un paramètre moins contraignant vu que l'ytterbium présente une section efficace plus large et surtout une large bande d'absorption entre 800 et 1100 nm permettant ainsi le pompage avec des sources à différentes longueurs d'onde. Ceci est illustré sur la figure 1.12 qui représente les spectres de PL pour une longueur d'onde d'excitation égale à 980 nm , d'une part de Er_2O_3 et d'autre part, du silicium poreux de type N dopé erbium et codopé avec des ions $Er^{3+} - Yb^{3+}$ par la méthode d'immersion [45]. Les auteurs démontrent dans cette étude que le codopage permet d'augmenter l'intensité de la photoluminescence à 1,55 μm .

1.3.3 Interaction du rayonnement avec les ions terres rares

Nous allons présenter les différents mécanismes d'interaction du rayonnement avec les terres rares qui vont nous permettre d'interpréter ultérieurement nos résultats.

– Absorption :

Lorsqu'un atome est excité par une onde lumineuse, un électron initialement dans un état électronique stable d'énergie E_1 passe dans un état électronique excité d'énergie supérieure E_2 en absorbant un photon d'énergie $h\nu = E_2 - E_1$ (figure 1.13 a).

Sur ce schéma, N_1 représente la population du niveau fondamental et N_2 la population

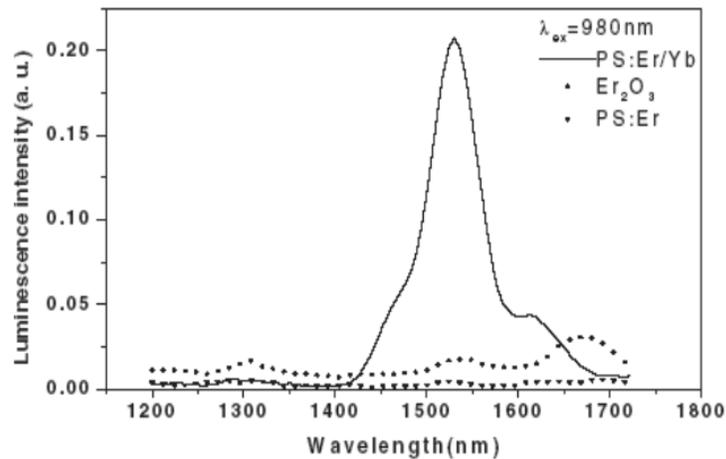


FIG. 1.12 – Spectres de photoluminescence des couches de silicium poreux de type N dopé *Er*, codopé *Er – Yb* et ceux de Er_2O_3 pour une longueur d’onde d’excitation égale à 980 nm [45]

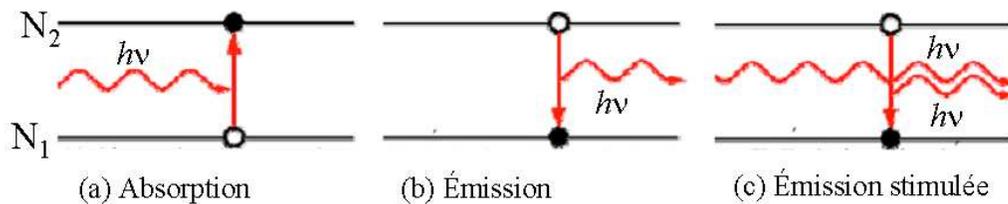


FIG. 1.13 – Schéma du principe d’absorption (a), l’émission spontanée (b) et l’émission stimulée (c)

du niveau excité. Le taux de transition du niveau 1 vers le niveau 2, exprimé en s^{-1} , est proportionnel au nombre d’atomes N_1 dans l’état E_1 et à la densité d’énergie par unité de volume $\rho(\nu)$.

$$\text{Taux d'absorption} = B_{12}N_1(t)\rho(\nu) \tag{1.5}$$

avec B_{12} une constante caractéristique de la transition.

La variation de la population de l’état 2 s’écrit sous la forme : $dN_2(t) = B_{12}N_1(t)\rho(\nu)dt$.

– **Désexcitations radiatives :**

Un ion n’occupe un état excité que pendant un temps déterminé. Sa désexcitation se traduit

par l'émission d'un photon si la transition est radiative. Cette émission peut se produire selon deux mécanismes :

– **Emission spontanée :**

Un électron dans l'état excité n'est pas stable et après un certain temps sans excitation extérieure il va regagner l'état fondamental en émettant un photon (Figure 1.13 b)).

Le taux d'émission spontanée est proportionnel au nombre d'atome excités N_2 .

$$\text{Taux d'émission spontanée} = A_{21}N_2(t) \quad (1.6)$$

avec A_{21} une constante caractéristique de la transition. $dN_2(t)/dt = -A_{21}N_2(t) = N_2/\tau_2$, avec $\tau_2 = 1/A_{21}$ appelée durée de vie de l'état excité.

– **Emission stimulée :**

L'émission stimulée est un phénomène induit par l'interaction entre un ion dans un état excité et un faisceau laser constitué de photons d'énergie correspondant à la transition $E_2 \rightarrow E_1$ (Figure 1.13 c). Au passage d'un des photons, l'ion initialement dans le niveau excité, se désexcite en émettant un photon identique au photon exciteur (même longueur d'onde, même direction, même phase et même polarisation).

Le taux d'émission stimulée est proportionnel à N_2 et à la densité d'énergie par unité de volume $\rho(\nu)$ suivant l'équation ci-dessous.

$$\text{Taux d'émission stimulée} = R_{21} = B_{21}N_2(t)\rho(\nu) \quad (1.7)$$

Il y aura une inversion des populations et un photon incident aura plus de chance de produire une émission stimulée que d'être absorbé. Le processus d'émission prédomine sur celui de l'absorption. L'intensité de la lumière incidente va augmenter au lieu de diminuer au cours de la traversée du milieu, les photons de l'émission stimulée provoquant eux-mêmes de nouvelles émissions stimulées et donc il y a amplification.

– **Les transferts d'énergie :**

Lorsque la concentration en ions actifs augmente, la distance moyenne entre les ions diminue et par la suite l'énergie va avoir de plus en plus tendance à migrer d'ion en ion dans le matériau sous l'influence des forces électrostatiques (interactions dipôle- dipôle, dipôle - quadripôle . . .), en donnant naissance à des phénomènes de transfert d'énergie. Ces transferts d'énergie ont des effets néfastes et diminuent la photoluminescence des ions. Certains auteurs ont émis l'hypothèse de plusieurs types d'interactions qui contribuent au transfert d'énergie [30]. Parmi ces interactions, nous décrivons la luminescence coopérative, l'extinction par relaxation croisée et l'extinction par migration d'énergie.

– **La luminescence coopérative (Coopérative upconversion) :**

La luminescence coopérative est un processus de transfert d'énergie entre 2 ions Er^{3+} excités dans le niveau $^4I_{13/2}$ et situés à proximité l'un de l'autre, comme illustré sur la figure 1.14. L'un des ions transfère de l'énergie à l'autre de sorte que l'un des deux passe au niveau $^4I_{9/2}$ et l'autre au niveau $^4I_{15/2}$. Cet effet est très nuisible pour l'amplification puis qu'il réduit la population du premier état excité et donc l'inversion de population est moins importante. Ainsi, le rendement de la pompe diminue considérablement.

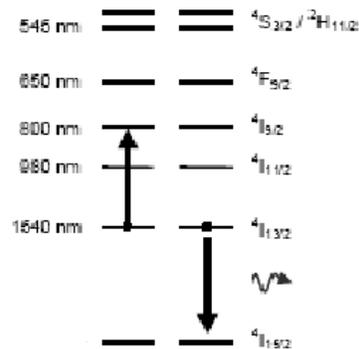


FIG. 1.14 – Schéma de principe de luminescence coopérative dans l'erbium [30]

– **Transfert d'énergie par relaxation croisée (Cross-relaxation) :**

Le transfert d'énergie est dit par relaxation croisée, lorsqu'à la fin du transfert, les électrons de l'ion donneur se trouvent non pas sur le niveau fondamental mais sur un niveau d'énergie compris entre l'état excité initial et l'état fondamental (Figure 1.15). Ce mécanisme est mis en jeu dans le cas des guides d'onde codopés. Quand ce transfert a lieu entre deux ions de même nature, on parlera d'auto-extinction [30].

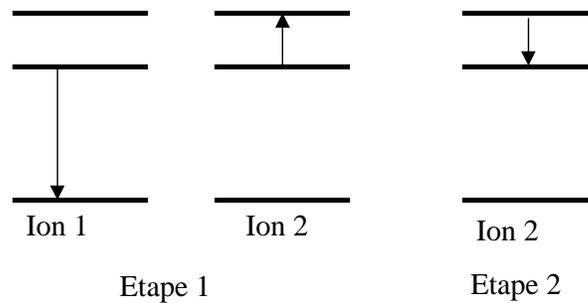


FIG. 1.15 – Schéma de l'extinction par relaxation croisée

– **La durée de vie**

La durée de vie est la durée moyenne pendant laquelle les atomes restent dans l'état excité. La durée de vie est inversement proportionnelle à la probabilité par unité de temps pour qu'un ion quitte l'état excité pour une transition radiative et/ou non radiative. Elle est définie à l'aide des probabilités de transitions radiatives W_R et non radiatives W_{NR} depuis un niveau d'énergie par la relation :

$$1/\tau_{mes} = 1/\tau_R + 1/\tau_{NR} \quad (1.8)$$

la durée de vie radiative $1/\tau_R = W_R$, découle de la luminescence d'un niveau excité vers un niveau excité inférieur.

1.4 Guides d'onde pour l'amplification optique

Dans cette partie, nous allons d'abord présenter les différents types de guides réalisés en silicium poreux. Puis, les guides en silicium poreux dopés erbium seront décrits. Enfin, un état

de l'art concernant les différents guides pour l'amplification optique sera présenté et résumé dans un tableau récapitulatif.

1.4.1 Les guides d'onde en silicium poreux

L'utilisation du silicium poreux comme matériau pour fabriquer des guides d'onde est une solution intéressante, non seulement car c'est un matériau peu coûteux et facile à fabriquer mais également il offre une large gamme d'indice de réfraction. La porosité, et par suite l'indice de réfraction, dépend des paramètres d'élaboration des couches poreuses. Les guides d'onde sont formés d'une couche guidante de faible porosité (indice de réfraction élevé) et d'une couche de confinement de porosité plus élevée (indice de réfraction plus faible). Ensuite, ces guides sont oxydés pour stabiliser la structure et diminuer l'absorption dans le visible.

Par ailleurs, des structures guidantes ont été réalisées en déposant par épitaxie une couche de silicium sur du silicium poreux de type P^+ ce qui est possible car le caractère monocristallin est conservé après la formation du poreux [50, 51]. La couche guidante en silicium est entourée d'une part par la couche de confinement en silicium poreux et d'autre part par l'air (le superstrat). Le confinement latéral de la lumière est réalisé en délimitant, par photolithographie, la couche guidante. Ce type de guide ainsi décrit correspond aux technologies SIMOX [52] et BESOI [53]. Les pertes optiques dans ces structures sont très élevées à cause de la densité élevée de défauts dans la couche épitaxiée.

M. Takahshi et al [54] ont réalisé des guides d'onde enterrés à travers un masque de SiO_2 d'épaisseur $1 \mu m$. Les guides sont obtenus par photolithographie suivie d'une implantation de Bore dans le substrat de silicium pour avoir une couche de surface de type P^+ ($\rho = 0,01 \Omega.cm$). Ensuite, une couche de silicium poreux est formée pour constituer la couche de confinement (Figure 1.16). Les pertes optiques dans ces structures varient de 60 à 10 dB/cm quand la longueur d'onde augmente.

Des guides, de type ruban, en silicium poreux sont formés en élaborant trois couches poreuses [55] où la couche guidante est de porosité égale à 62% entourée de deux couches de porosité égale à 75%. Ces guides rubans, de largeur variant entre 2 à 100 μm , ont été obtenus par photolithographie et par gravure. Les pertes optiques dans ces guides oxydés sont inférieures à 10 dB/cm .

Les mêmes auteurs [56] ont élaboré des guides localement formés à travers une couche de mas-

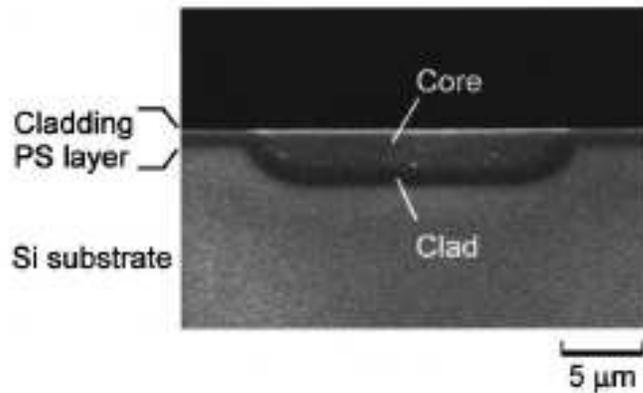


FIG. 1.16 – Micrographie obtenue par microscope électronique à balayage (MEB) d'un guide enterré en silicium poreux après oxydation thermique [54].

quage en nitrure de silicium. Ces guides enterrés présentent après oxydation, des pertes optiques supérieures à 15 dB/cm à 633 nm et à $1,55 \mu\text{m}$.

D'autres guides enterrés ont été réalisés par J. Charrier et al [57] et P. Pirasteh [31] (figure 1.17). Deux couches poreuses sont formées à travers les ouvertures d'un masque formé de silicium amorphe et de silice. La couche supérieure constitue la couche guidante et celle inférieure de porosité plus élevée constitue la couche de confinement. Ces guides ont subi une pré-oxydation à 300°C suivie d'une oxydation à 900°C pour réduire les pertes par absorption dans le silicium poreux. Les pertes optiques mesurées sur ces guides en silicium poreux sont de l'ordre de 3 à 10 dB/cm à $1,55 \mu\text{m}$ selon la largeur du guide [58].

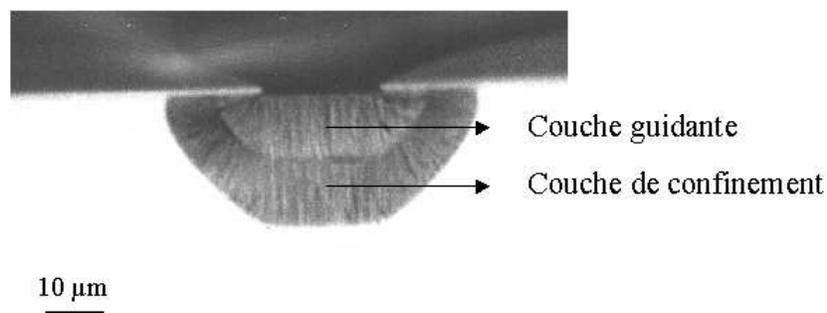


FIG. 1.17 – Micrographie obtenue par microscope électronique à balayage (MEB) d'un guide enterré en silicium poreux après oxydation thermique [57]

De plus, une étude plus approfondie a montré que des pertes de l'ordre de $0,6 \text{ dB/cm}$ à $1,55 \mu\text{m}$ sont obtenues dans des guides plans après oxydation et pour les guides enterrés les pertes sont de l'ordre de $2,5 \text{ dB/cm}$ pour une ouverture de $4 \mu\text{m}$ à $1,55 \mu\text{m}$ [31].

Ces pertes diminuent lorsque la largeur des guides augmente. Ces pertes sont expliquées par la présence des irrégularités des flancs du guide dues à la photolithographie sous forme d'ondulation qui entraînent une augmentation des pertes due à la rugosité des interfaces. Les guides de petites dimensions seraient plus sensibles à ce phénomène ce qui aurait pour conséquence d'augmenter leurs pertes optiques.

Un autre type de guide a été réalisé de façon à améliorer l'homogénéité des indices en profondeur [31], en appliquant une variation de l'intensité de courant durant l'anodisation pour les deux couches. Cette méthode a permis d'avoir une porosité et par conséquent un indice de réfraction plus homogène dans chacune des deux couches. Les pertes optiques dans ces guides sont de l'ordre de $1,4 \text{ dB/cm}$ à $1,55 \mu\text{m}$ pour un guide d'ouverture égale à $4 \mu\text{m}$ après oxydation. Cette diminution est expliquée par le fait que, dans ce cas, la zone de propagation de la lumière est plus éloignée de l'interface couche guidante - couche de confinement. Par conséquent, l'effet de la rugosité est moindre.

1.4.2 Les guides d'ondes en silicium poreux dopés erbium

M. Balucani et al [40] ont réalisé des guides canaux en silicium poreux sur un substrat de type N^+ (Figure 1.18). La formation du poreux est réalisée en appliquant deux densités de courant :

- 40 mA/cm^2 pour former la couche guidante
- 80 mA/cm^2 pour former la couche de confinement.

L'erbium est introduit par méthode électrochimique dans la couche guidante à partir d'une solution de $Er(NO_3)_3$ en appliquant une densité de 50 mA/cm^2 pendant 8 minutes. Ensuite, le dépôt d'erbium à la surface est décapé par une solution de HCl (20%). Les pertes optiques mesurées à $1,53 \mu\text{m}$ sur ces guides après les traitements thermiques sont de l'ordre de 7 dB/cm alors que les pertes sur des guides préparés sur des substrats de type P varient de 5 à 15 dB/cm à la même longueur d'onde.

H. Isshiki et al [59] ont réalisé des guides canaux en silicium poreux dopé erbium. Le silicium poreux est élaboré à partir d'un substrat de type N dans une solution de HF (48%)-éthanol (1 : 1). Deux densités de courant ont été appliquées : 40 mA/cm^2 pendant 30 secondes pour former la première couche d'épaisseur $3,2 \mu\text{m}$ et d'indice de réfraction égal à 3,05 puis une deuxième densité de 10 mA/cm^2 pendant 5 minutes pour avoir une épaisseur de $3,4 \mu\text{m}$ et un indice 2,72 (Figure 1.19).

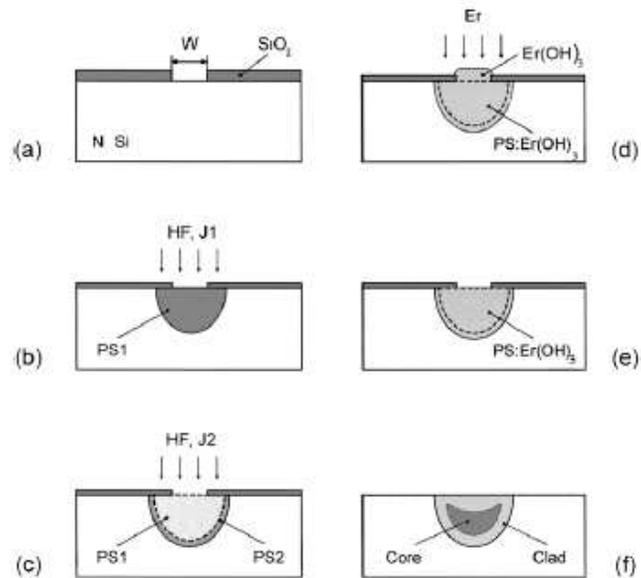


FIG. 1.18 – Processus d’élaboration des guides canaux en silicium poreux dopé erbium [40]

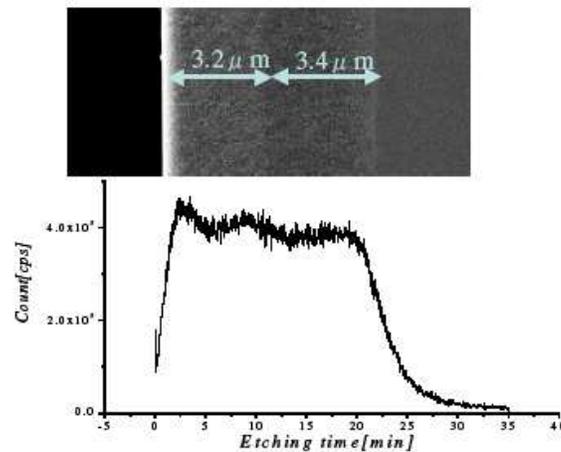


FIG. 1.19 – Image SEM d’un guide plan et profil de concentration d’erbium déterminé par SIMS [59]

Les ions erbium ont été incorporés dans les guides par immersion dans une solution $ErCl_3$ /éthanol. Ces guides sont riches en oxygène dans le but de former des nano-complexes de $Er - Si - O$. La concentration d’erbium dans le guide est estimée à 10^{20} cm^{-3} par SIMS.

Le guide d'onde a subi un recuit rapide à 900°C pendant 4 minutes sous O_2 suivi d'un recuit à 1200°C pendant 3 minutes sous argon. Les auteurs ont étudié la photoluminescence de ces guides à basse température ainsi que la durée de vie à $1,5 \mu\text{m}$, alors qu'ils n'ont pas précisé des mesures d'atténuation dans ces guides.

1.4.3 Amplification dans les guides d'onde dopés

La réalisation d'un amplificateur optique nécessite la présence d'un milieu actif (silicium poreux dopé erbium dans notre cas), d'une pompe et d'un signal (sonde). Dans le cas d'un système à trois niveaux (figure 1.20) ayant les populations N_1 et N_2 . Un premier faisceau très énergétique, dit de pompe, réalise le transfert de population du niveau fondamental vers le niveau de pompage. Une désexcitation non radiative très rapide à partir de ce dernier niveau doit permettre le passage des électrons vers le niveau amplificateur plus bas. Au passage d'un deuxième faisceau, dit faisceau signal ou sonde, dont la longueur d'onde correspond à la transition entre le niveau amplificateur et le niveau fondamental, des photons identiques à ceux de la sonde seront émis par émission stimulée. Si le nombre de photons émis est supérieur au nombre de photons absorbés par le milieu actif, le faisceau signal ressortira amplifié.

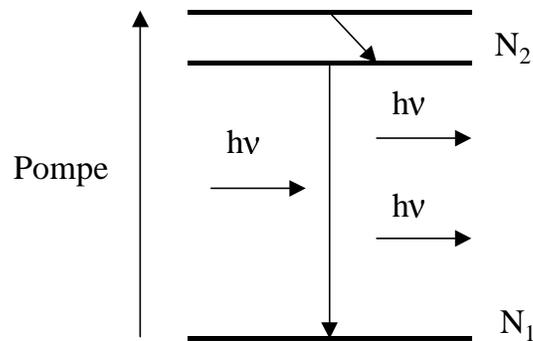


FIG. 1.20 – Principe de l'amplification optique

Jusqu'à ce jour et à notre connaissance, il n'y a pas eu de travaux présentant de mesure de gain net sur des guides à base de silicium poreux dopés terres rares. Par contre, des mesures de gain ont été réalisées sur des matrices à base de silicium qui se rapprochent de celles du silicium poreux oxydé. Les données principales sur ces guides pour différents matrices ont été regroupées dans le tableau 1.2.

Il existe un grand choix de matrices pouvant accueillir des ions terres rares et permettant l'élaboration de guides d'onde. On peut citer des guides canaux en silice formant la couche guidante [60] dopés erbium avec une concentration égale à $0,4 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ et de longueur $47,7 \text{ cm}$. Ces guides présentent des faibles pertes optiques de l'ordre de $0,15 \text{ dB/cm}$ et un gain interne très important de l'ordre de 27 dB qui a permis d'avoir un gain net de l'ordre de $0,6 \text{ dB/cm}$. D'autres types de matrices ont également été étudiées telles que des guides en Al_2O_3 [62] ou encore des guides canaux en verre phosphaté codopé Er-Yb. Les faibles pertes optiques mesurées sur cette dernière matrice, qui sont de l'ordre de $0,1 \text{ dB/cm}$, permettent d'avoir un gain interne supérieur à $16,5 \text{ dB}$ et par la suite un gain net supérieur à $1,8 \text{ dB/cm}$.

D'après ce tableau, on montre bien le rôle de la matrice pour incorporer une concentration importante d'erbium avec de faibles pertes. La longueur ainsi que la géométrie du guide influent sur le gain. Dans la matrice formée par $\text{P}_2\text{O}_5/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Na}_2\text{O}/\text{La}_2\text{O}_3$ [65], la concentration d'erbium incorporée est importante de l'ordre de $5,3 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ pour une longueur de guide (de type ruban) égale à 1 cm . De plus, la présence d'une concentration importante d'oxygène permet d'avoir une forte luminescence d'erbium. La puissance maximale de la pompe injectée dans ce guide est faible de l'ordre de 21 mW . Ainsi, un gain net important de l'ordre de $4,1 \text{ dB/cm}$ a été déterminé avec des pertes relativement faibles de l'ordre de $0,9 \text{ dB/cm}$.

Récemment, des guides ruban en silice riche en nanoclusters de Si dopé avec une concentration importante d'Er égale à $5,4 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ et de longueur de 2 à 3 cm , ont permis de déterminer un gain interne égale à $0,56 \text{ dB}$.

Références	Hatorie [60]	Shmulovitz [61]	Van den Hoven [62]	Barbier [63]	Van Weerden [64]	Yan [65]	D Navarro Urrios [66]
Composition de la couche guidante	SiO_2 dopé P	Soda-lime silicate glass	Al_2O_3	Phosphate glass codopé Yb	$Y_2O_3/$	$P_2O_5/$ $Al_2O_3/$ $Na_2O/$ La_2O_3	Si riche en nanocluster de Si
Concentration d' Er ($10^{20}cm^{-3}$)	0,4	0,7	2,7	16	1,3	5,3	5,4
Longueur du guide (cm)	47,7	6	4	9	4,3	1	2-3
Puissance dans le guide (mW)	264	80	9	200	12 (1480 nm)	21	1, 41 phot. $s^{-1}cm^{-2}$ (532 nm)
Géométrie du guide	Ridge	Ridge	Ridge	Canal	Ridge	Canal	canal
Indice de la couche guidante	1,46	1,49	1,64		1,9	1,53	1,48
Pertes (dB/cm)	0,15	0,1	0,35	0,1	0,8	0,9	
Gain interne (dB)	27	6,5	2,3	sup 16,5	6	4,1	0,56
Gain net (dB/cm)	0,6	1,1	0,6	sup 1,8	1,4	4,1	

TAB. 1.2 – Principales caractéristiques des guides dopés Erbium

Chapitre 2

Conditions d'élaboration et méthodes de caractérisation

Pour cette étude, nous avons utilisé des substrats de silicium monocristallin de type P^+ pour réaliser des guides d'onde plans ou enterrés. La structure principale de ces guides est constituée d'un superstrat d'air, d'une couche guidante d'indice de réfraction n_1 de faible porosité et d'une couche de confinement d'indice n_2 de forte porosité ($n_1 > n_2$). Nous utilisons la variation de l'indice de réfraction en fonction de la porosité pour former les deux couches en silicium poreux. Pour obtenir un effet d'amplification dans ces structures, ces guides ont été dopés avec des ions terres rares (erbium et ytterbium). L'importante surface développée du silicium poreux ($500 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ pour une porosité de 75% [7]) peut être mise à profit pour introduire une concentration importante de dopants.

Dans ce chapitre, nous présentons les conditions expérimentales de formation des couches de silicium poreux, et de dopage pour réaliser des guides plans et canaux. Les traitements thermiques de ces structures sont appliqués d'une part pour oxyder les échantillons et d'autre part pour faire diffuser et activer les ions terres rares dans la matrice. Les différentes méthodes de caractérisation optiques des guides y sont décrites notamment pour la mesure de l'indice de réfraction des couches et des pertes optiques dans les guides. Enfin, les dispositifs de caractérisation de la luminescence et de l'amplification sont présentés.

2.1 Élaboration des échantillons

2.1.1 Élaboration des guides plans

2.1.1.1 Formation du silicium poreux

Lors de cette étude, les échantillons ont été réalisés à partir de substrats de silicium monocristallin de type P^+ dopé avec des atomes de Bore, d'orientation cristalline (100) et de résistivité comprise entre $4-6 m\Omega.cm$. Les épaisseurs de ces substrats sont entre $300-460 \mu m$. On a choisi le substrat de type P^+ pour obtenir des mésopores qui permettent la propagation de la lumière [56] et présentent un minimum de rugosité à l'interface entre la couche poreuse et le substrat [12].

Avant la formation du silicium poreux, le substrat de silicium est dégraissé. Pour cela, l'échantillon a été rincé successivement dans une solution de trichloroéthane, puis rincé dans une solution d'acétone, ensuite d'isopropanol et enfin dans l'eau désionisée. Ces rinçages permettent d'éliminer les poussières et les particules d'origine organique sur la surface du substrat.

La couche de silicium poreux est réalisée par anodisation électrochimique. La surface polie du substrat de silicium est mise en contact avec la solution d'électrolyse constituée d'un mélange d'acide fluorhydrique (HF) à 50%, d'eau désionisée et d'éthanol dans les proportions volumiques suivantes 2 : 1 : 2 ce qui correspond à une concentration de HF de 20%. L'eau permet de diluer l'acide tandis que le rôle de l'éthanol est d'évacuer les bulles de H_2 créées lors de la réaction chimique à la surface de l'échantillon [5].

Le silicium constitue l'anode dans la cellule d'électrolyse ; un courant est appliqué entre l'échantillon et la cathode en platine. Le passage du courant entre l'anode et la cathode s'accompagne de la formation du silicium poreux [4]. Après la formation du poreux, les échantillons sont rincés à l'eau désionisée et séchés sous un flux d'azote. Du fait que le silicium poreux est formé sur toute la surface du substrat en contact avec l'électrolyte, nous pouvons faire varier la surface de l'échantillon obtenu en utilisant différentes dimensions d'orifice.

Les paramètres physiques de la couche poreuse formée sont la porosité et l'épaisseur. La densité de courant d'anodisation définit la porosité, alors que la durée d'anodisation fixe l'épaisseur de la couche poreuse.

2.1.1.2 Réalisation des guides plans

Les guides plans sont formés de deux couches en silicium poreux correspondant à la couche guidante et celle de confinement (Figure 2.1). Elles sont réalisées en appliquant successivement deux densités de courant différentes (donc de porosités différentes) pour former deux couches poreuses possédant un contraste d'indice de réfraction permettant d'assurer le guidage de la lumière dans la couche supérieure. Les paramètres expérimentaux de réalisation de nos guides sont résumés dans le tableau 2.1.

	Densité de courant appliquée ($mA.cm^{-2}$)	Porosité (%)	Épaisseur (μm)
Couche guidante	50	62	3
Couche de confinement	80	71	6

TAB. 2.1 – Caractéristiques des échantillons étudiés

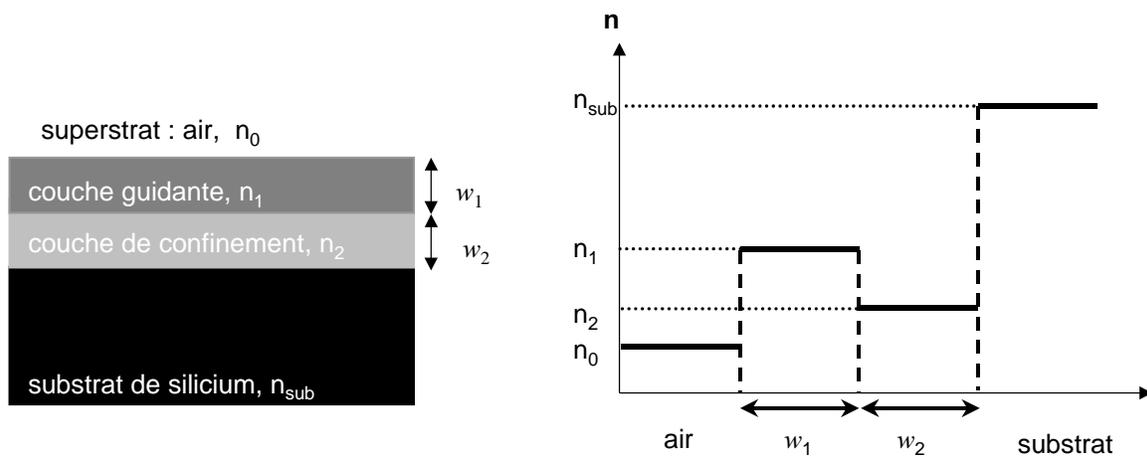


FIG. 2.1 – Représentation schématique de la variation de l'indice de réfraction en fonction de l'épaisseur

En raison de l'indice élevé du substrat ($n_{sub} = 3,5$), une couche de confinement est requise sous la couche guidante. L'épaisseur de cette couche a été fixée à $6\mu m$ pour limiter les modes à fuite qui ont été estimés négligeables à cette épaisseur. Le choix des couples d'indice de réfraction des couches guidante n_1 et de confinement n_2 correspond à des porosités de 62% et 71% déterminées par gravimétrie. Ce choix nous permet, lors de l'oxydation, de limiter le phénomène

de contrainte due à l'expansion volumique lors de la transformation du silicium en silice et de conserver un contraste d'indice entre les deux couches [67]. Enfin, l'épaisseur de $3 \mu\text{m}$ de la couche guidante permet un guidage monomode de la lumière verticalement à $1,55 \mu\text{m}$ pour ce couple de porosités.

2.1.1.3 Dopage des guides plans

Le dopage aux ions terres rares (erbium, ytterbium) des couches de silicium poreux se fait par la méthode électrochimique. Cette méthode a été choisie parce qu'elle permet d'obtenir, selon la profondeur, un dopage homogène et uniforme aux ions terres rares de la couche poreuse [44]. Dans la cellule d'élaboration du silicium poreux, la couche poreuse constitue la cathode et la grille en Pt constitue l'anode (Figure 2.2).

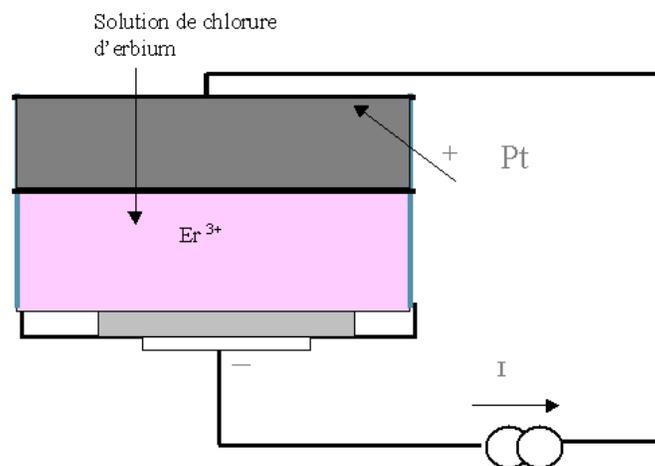


FIG. 2.2 – Dispositif expérimental de dopage électrochimique par les ions terres rares

L'électrodéposition se produit à potentiel constant pendant une durée bien définie dans une solution saturée de chlorure de terres rares ($\text{ErCl}_3 - 6\text{H}_2\text{O}$) pour le dopage en Er^{3+} et ou ($\text{ErCl}_3/\text{YbCl}_3 - 6\text{H}_2\text{O}$) pour le codopage en $\text{Er}^{3+}-\text{Yb}^{3+}$. Les paramètres expérimentaux de dopage (durée de cathodisation et densité de courant) des guides plans ont été optimisés pour doper suffisamment les couches poreuses. Ces conditions sont résumées dans le tableau 2.2 et une étude plus complète sera développée dans le chapitre 3. Après la cathodisation, les échantillons sont directement séchés sous un flux d'azote.

	Densité de courant appliquée (mA/cm^2)	Durée (min)
Guides plans	0, 1	10

TAB. 2.2 – Paramètres expérimentaux de dopage des guides plans durant la cathodisation

2.1.2 Élaboration des guides confinés à deux dimensions

2.1.2.1 Préparation des guides canaux

Pour réaliser des guides canaux, il faut former localement les couches de silicium poreux à travers des ouvertures pratiquées dans une couche de masquage. Cette couche de masquage est constituée successivement d'une couche de SiO_2 obtenue par oxydation thermique du substrat de silicium à $1100^\circ C$ et d'épaisseur égale à 100 nm puis d'une couche de silicium amorphe (a-Si) d'épaisseur égale à 300 nm . La couche de a-Si est déposée par LPCVD à $500^\circ C$ sur la couche d'oxyde. Cette couche d'oxyde est isolante et joue un rôle de protection de la couche de masquage empêchant l'injection des charges h^+ dans le silicium amorphe. En absence de ces charges, le silicium amorphe n'est pas attaqué par le HF assurant son rôle de couche de masquage. Les ouvertures sont réalisées par photolithographie puis par gravure plasma (RIE). Les couches de silicium poreux sont ensuite formées en appliquant successivement deux densités de courant comme dans le cas de guides plans. Les ouvertures des motifs du masque sont de forme rectangulaire de largeurs 4, 6, 8, 10, 50, et $300\text{ }\mu m$ (annexe 1).

Les étapes de réalisation des guides canaux sont résumées dans la figure 2.3.

Afin d'éviter tous les problèmes relatifs aux poussières environnantes et à la contamination de la surface des échantillons, le processus de fabrication des guides a été réalisé en salle blanche. Dans un premier temps, la surface a été nettoyée par le procédé décrit précédemment puis une couche de résine photosensible positive a été déposée à l'aide d'une tournette (technique de Spin Coating). L'échantillon a subi ensuite une pré-cuisson à $95^\circ C$ pendant 1,5 minutes afin d'éliminer les solvants présents dans la résine. Ensuite, un alignement du motif défini par le masque Chrome/Nickel avec le substrat a été effectué puis l'ensemble a été insolé sous une lampe ultraviolette (UV) pour définir le motif du masque sur la résine. L'échantillon a été finalement placé pendant 1,5 minutes dans l'étuve à $115^\circ C$ pour durcir la résine en vue des attaques chimiques. La résine insolée a été polymérisée et ensuite éliminée dans un bain de développement. La caractérisation des rubans des motifs à travers la couche de masquage a été réalisée à l'aide d'un profilomètre pour mesurer les hauteurs de gravure.

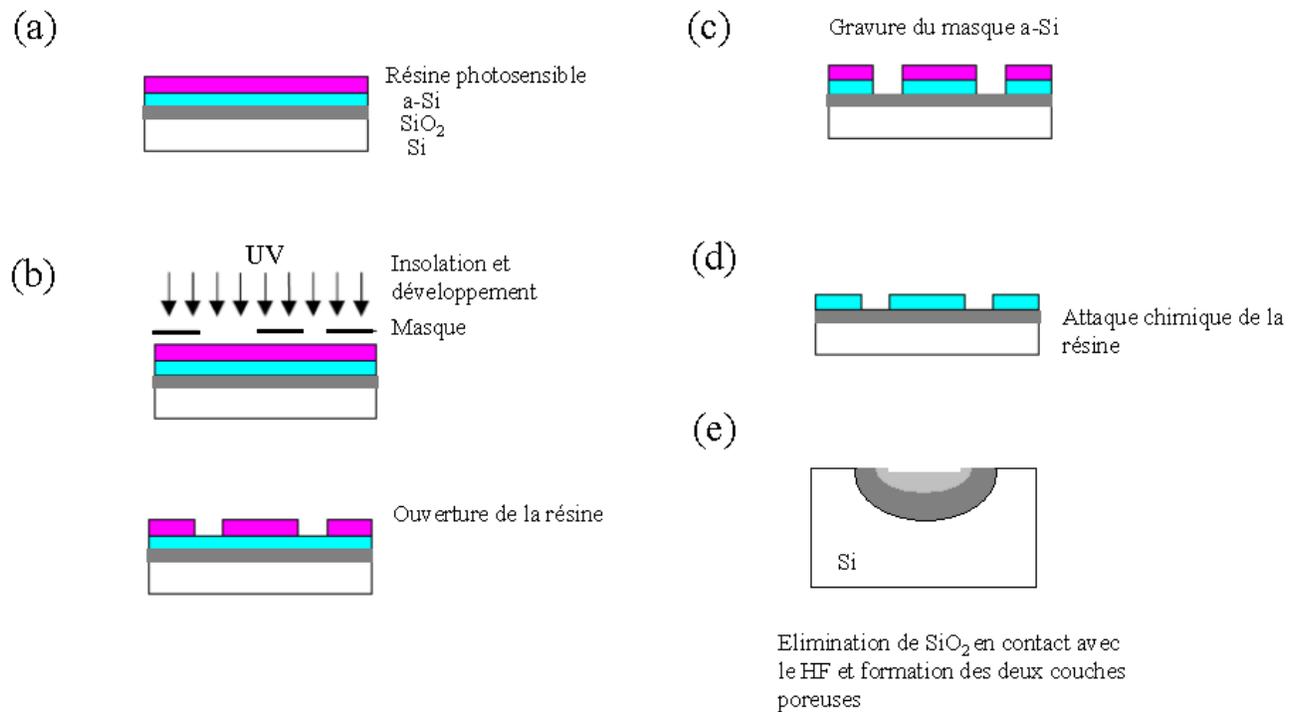


FIG. 2.3 – Étapes technologiques de photolithographie ((a), (b), (c) et (d)) et d'élaboration des guides canaux (e)

Ensuite, la couche de silicium amorphe non recouverte par la résine a été éliminée par une gravure plasma de SF_6 . Enfin, au niveau de l'ouverture, l'élimination de la couche de silice a été effectuée par attaque chimique dans une solution de HF . Les couches guidante et de confinement sont réalisées en appliquant successivement deux densités de courant différentes selon le même principe que celui des guides plans. Les paramètres expérimentaux de réalisation des guides canaux sont résumés dans le tableau 2.3.

	Densité de courant appliquée ($mA.cm^{-2}$)	Durée d'anodisation (s)	Épaisseur (μm)
Couche guidante	50	90	3
Couche de confinement	80	150	6

TAB. 2.3 – Paramètres expérimentaux d'élaboration des guides canaux

La figure 2.4 représente une coupe transverse d'un guide canal ainsi réalisé juste après anodisation.

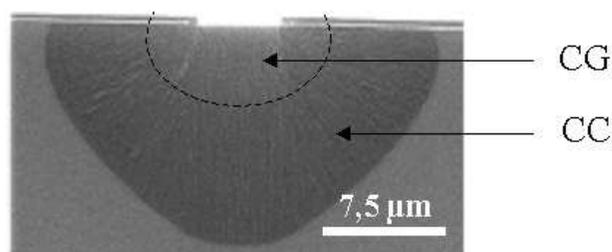


FIG. 2.4 – Micrographie obtenue au MEB d'un guide canal d'ouverture $6\mu m$ après anodisation

2.1.2.2 Dopage des guides canaux

Le dopage des guides canaux a été effectué en utilisant le même principe que celui pour doper les guides plans. Par contre, il faut tenir compte de l'évolution de la surface réactive en contact avec l'électrolyte après la formation des couches poreuses. Cette surface a été estimée en prenant en compte les largeurs des motifs, leur nombre, leur longueur et l'épaisseur des couches poreuses formées. Les paramètres expérimentaux du dopage sont résumés dans le tableau 2.4.

	Densité de courant appliquée (mA/cm^2)	Durée (min)
Guides canaux	0,8	5

TAB. 2.4 – Paramètres expérimentaux de dopage des guides canaux durant la cathodisation

2.1.3 Traitements thermiques

Les traitements thermiques ont été effectués dans un four Nobertherm. Ce four est formé de trois zones chauffantes contrôlées chacune par un thermocouple et commandées par un programmeur. Les échantillons ont été placés au milieu d'un tube en quartz. Le système de régulation permet de définir des paliers ou des rampes de température jusqu'à $1200^{\circ}C$.

Après anodisation et dopage, les échantillons ont subi des traitements thermiques à haute température. Les traitements thermiques se déroulent en trois étapes (Figure 2.5) :

- Une étape de pré-oxydation sous oxygène humide à $300^{\circ}C$ pendant une heure pour stabiliser la structure [7].

- Une oxydation sous oxygène humide à 900°C pendant une heure pour transformer le silicium poreux en silicium poreux oxydé.
- Un recuit de diffusion et d'activation des ions terres rares (erbium, ytterbium) sous un gaz inerte (N_2) à 1000°C pendant deux heures.

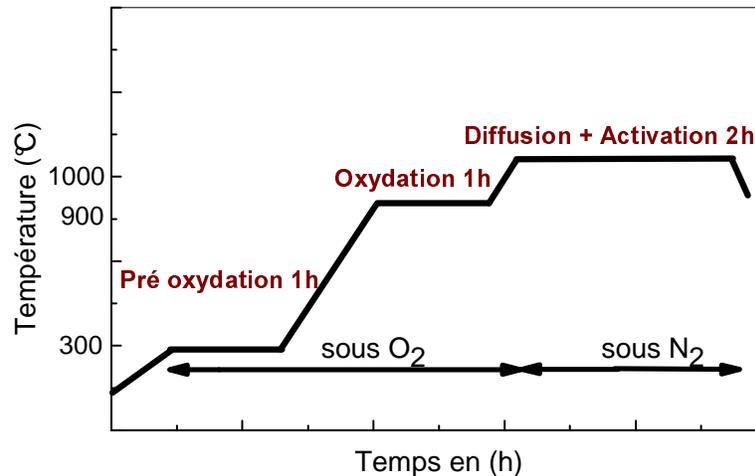


FIG. 2.5 – Représentation schématique des différentes étapes de traitement thermique

Au cours de l'oxydation, le silicium poreux se transforme en silicium poreux oxydé et cette transformation s'accompagne d'une augmentation de volume qui entraîne une diminution de la porosité [67] due à l'expansion thermique de la silice. Au cours du dopage, l'erbium se dépose sur les cristallites de silicium de la couche poreuse (Figure 2.6 a).

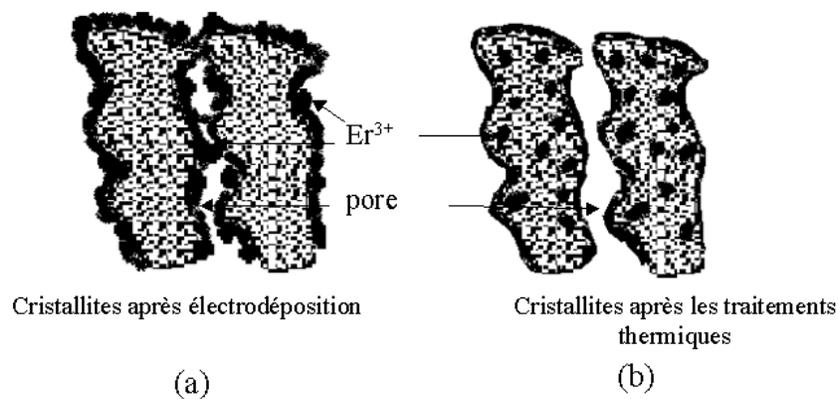


FIG. 2.6 – Représentation schématique de l'incorporation des ions erbium, après électrodéposition de l'erbium (a), après le traitement thermique de diffusion (b)

Ensuite, sous l'effet du recuit de diffusion et d'activation, les ions erbium diffusent à l'inté-

rieur des cristallites de silicium transformées en silice pour occuper des sites bien définis (Figure 2.6 b).

2.2 Dispositifs expérimentaux de caractérisations optiques des guides

2.2.1 Mesures d'indice de réfraction

2.2.1.1 Méthode de m-lines

Cette méthode de détermination de l'indice de réfraction d'une couche de silicium poreux utilise un couplage prisme-couche guidante par onde évanescente [68, 69].

Par ce dispositif (ou banc m-lines), le faisceau réfléchi sur la base du prisme (Figure 2.7) révèle le spectre modal de la couche guidante comme une série de lignes brillantes dues à la réflexion totale à la base du prisme séparées par des lignes plus sombres dues au couplage de l'énergie du faisceau dans le guide pour certains angles θ_p correspondants aux modes excités dans le guide.

En mesurant la position angulaire de ces lignes, nous pouvons trouver expérimentalement les indices des couches guidantes et de confinement. Le faisceau réfléchi est recueilli par une photodiode. La position angulaire de ces lignes est mesurée en pivotant l'ensemble échantillon-prisme à l'aide d'un goniomètre. Le guide plan est maintenu contre un prisme d'indice de réfraction plus élevé que celui du matériau à caractériser. Il suffit alors de résoudre l'équation de dispersion du guide (air, couche guidante et couche de confinement) pour déterminer les valeurs des indices des deux couches et l'épaisseur de la couche guidante.

2.2.1.2 Spectrométrie Visible et Proche-Infra-Rouge

Le spectre de réflectance des échantillons a été étudié au moyen d'un spectromètre Perkin-Elmer Lambda 900 équipé d'un accessoire de réflectance spéculaire (angle 6°). Le schéma de principe de la spectrométrie en réflexion est présenté sur la figure 2.8. La référence utilisée pour étalonner les spectres est un substrat de silicium dont les valeurs d'indice sont issues de la littérature [70]. Le spectre de réflectance absolue des échantillons est ensuite obtenu en normalisant le spectre expérimental en prenant pour référence le spectre de silicium.

Un spectre typique, obtenu dans le proche infrarouge, de nos échantillons est présenté à la figure 2.9 (courbe en continu). Les franges d'interférences sont dues aux réflexions multiples à

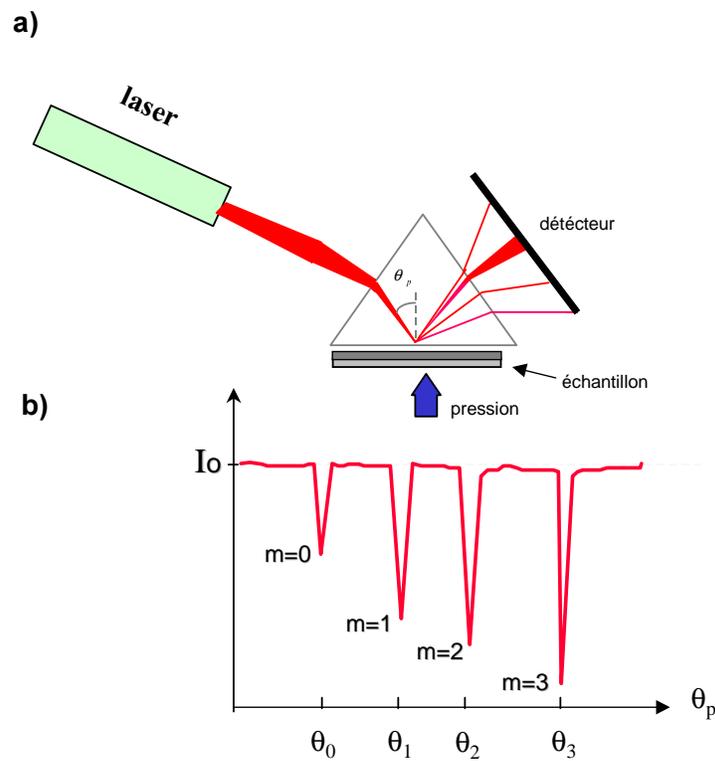


FIG. 2.7 – Représentation schématique du dispositif de m-lines

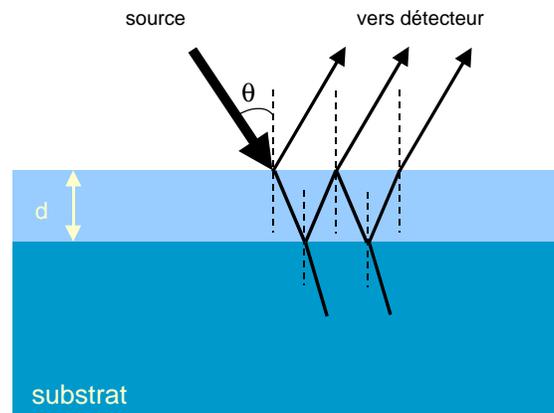


FIG. 2.8 – Représentation schématique du principe de la spectrométrie en réflexion spéculaire l'interface couche poreuse/substrat.

Comme nous le voyons sur cette figure, à ce spectre expérimental est ajusté le spectre théo-

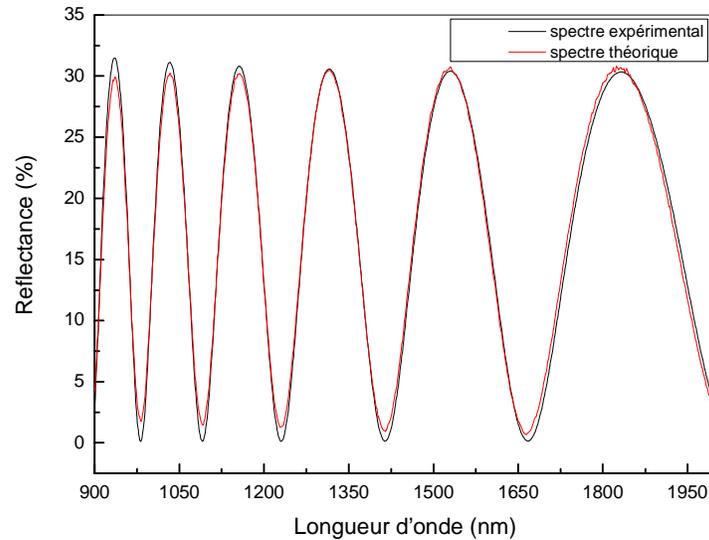


FIG. 2.9 – Spectres de réflectance expérimental et théorique d'une couche de silicium poreux ($J = 50 \text{ mA/cm}^2$)

rique (courbe en pointillé). La méthode consiste à ajuster au spectre expérimental, un spectre théorique calculé rigoureusement en utilisant une méthode à base de matrices de transfert [71, 72]. La méthode des matrices de transfert permet de calculer la réflectivité des couches à partir des données notamment l'indice de réfraction et l'épaisseur des couches. L'épaisseur des couches est mesurée par MEB. L'indice de réfraction de la couche est calculé en utilisant le modèle de milieu effectif qui permet de prendre en considération les différents milieux le constituant et leur fraction volumique. Ainsi, pour une couche de silicium poreux ou silicium poreux oxydé, la courbe de dispersion d'indice est obtenue en connaissant leur porosité.

Par cette méthode, le spectre de réflectance théorique est comparé au spectre de l'échantillon. Les calculs sont poursuivis en faisant varier la porosité des couches jusqu'à l'ajustement des deux courbes expérimentale et théorique. La figure 2.9 présente un tel ajustement de l'interfrange.

Les différents modèles de l'indice effectif qui peuvent être utilisés sont ceux de l'approximation de Bruggeman (EMA : Effectif Medium Approximation), Lorentz-Lorenz, Maxwell-Garnet, et Looyenga [22, 23]. Le matériau poreux est un matériau hétérogène. Sa réponse diélectrique est composée des réponses individuelles de chaque constituant. Les modèles les plus utilisés dans le cas du silicium poreux sont ceux de l'approximation de Bruggeman et de Looyenga. La relation de Bruggeman [22], donnant l'indice d'un milieu recevant des particules de forme sphérique de

deux matériaux a et b est donnée par la relation 2.1 :

$$f_a \frac{\epsilon_a - \epsilon}{\epsilon_a + 2\epsilon} + f_b \frac{\epsilon_b - \epsilon}{\epsilon_b + 2\epsilon} = \frac{\epsilon_e - \epsilon}{\epsilon_e + 2\epsilon} \quad (2.1)$$

avec :

- f_i représente la fraction volumique du constituant i ($i = a$ ou b) avec $\sum_i f_i = 1$
- $\epsilon_e = n_e^2$ est la permittivité relative effective et $\epsilon = n^2$ est la permittivité relative du milieu avant l'inclusion de particules.
- $\epsilon_i = n_i^2$ est la permittivité relative du matériau i ($i = a$ ou b).

Plusieurs hypothèses peuvent être faites à partir de cette équation :

- $\epsilon = 1$: c'est l'approximation de Lorentz-Lorenz qui suppose que le milieu est composé de deux matériaux jouant des rôles identiques (le milieu recevant les particules peut être considéré comme étant le vide).
- $\epsilon = \epsilon_i$: c'est l'approximation de Maxwell-Garnett qui suppose que le milieu recevant des particules est identique à l'un des deux matériaux additionnés.
- $\epsilon = \epsilon_e$: c'est l'approximation de Bruggeman (ou Effective Medium Approximation) qui suppose que le mélange des matériaux a et b est le milieu effectif.

Une autre approximation pour modéliser le milieu effectif est également proposée par Looyenga [23] et est donnée par la relation 2.2.

$$\epsilon_e = [(\epsilon_b^{1/3} - \epsilon_a^{1/3})f_b + \epsilon_a^{1/3}]^3 \quad (2.2)$$

La figure 2.10 présente un exemple de courbe de dispersion d'indice obtenue à partir des mesures de réflectance représentées sur la figure 2.9 pour une couche de silicium poreux de porosité égale à 62% et d'épaisseur égale à $5 \mu m$ en utilisant le modèle de Bruggeman.

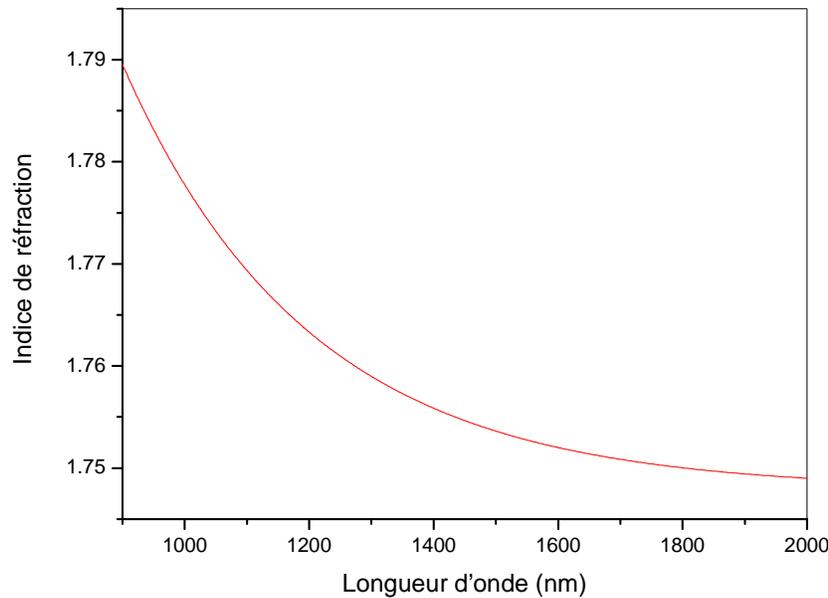


FIG. 2.10 – Courbe de dispersion d'indice d'une couche de silicium poreux de porosité égale à 62% et d'épaisseur égale à $5 \mu\text{m}$ en utilisant le modèle de Bruggeman

2.2.2 Mesure de photoluminescence

Le dispositif expérimental de photoluminescence (*PL*) est représenté sur la figure 2.11. Il est constitué de plusieurs parties :

- Source d'excitation : est un laser à Argon ionisé (Spectra -Physics 2016) qui émet en continu jusqu'à 5 W . Les raies d'émission spontanées du plasma sont filtrées par un monochromateur à quatre prismes. Le faisceau lumineux est focalisé sur l'échantillon par une lentille L_1 . Les principales raies laser d'excitations sont à 488 nm et $514,5 \text{ nm}$. Le faisceau laser est modulé à l'aide d'un hacheur mécanique, nécessaire pour la mesure du signal par la détection synchrone.
- Platine porte échantillon : l'échantillon est placé sur un support à trois degrés de liberté permettant le déplacement de l'échantillon dans les trois directions x , y et z . La lumière réfléchiée par l'échantillon est focalisée à l'aide des deux lentilles L_2 et L_3 sur la fente d'entrée du spectromètre.
- Système d'analyse et de détection : la lumière émise par l'échantillon est analysée par

un spectromètre ayant une fente d'entrée et une fente de sortie de largeur variable. Il est caractérisé par un fort taux de rejection de la lumière diffusée et une bonne résolution. La lumière dispersée est détectée par une photodiode GaInAs qui est reliée à une détection synchrone. La commande de l'équipement expérimental et l'acquisition des données sont gérées par un micro ordinateur qui permet de visualiser en temps réel les résultats obtenus.

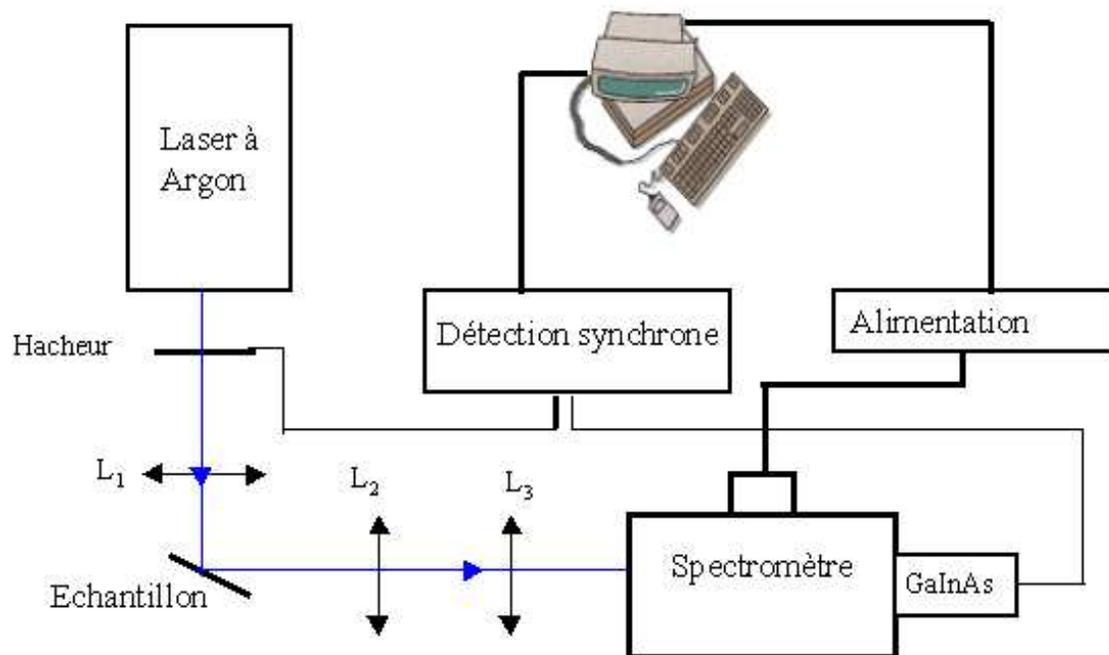


FIG. 2.11 – Schéma du système de mesure de photoluminescence

2.2.3 Mesure de photoluminescence résolue en temps (PLRT)

Le dispositif expérimental de photoluminescence sous excitation continue a été adapté pour l'étude de la photoluminescence résolue en temps (PLRT). Un programme de commande est destiné à l'automatisation du dispositif expérimental de PLRT et au traitement des données recueillies. Un miroir tournant est placé derrière la source laser continue pour générer des impulsions lasers de 10 kHz . Un compteur de photons (Stanford Research *SR 400*) remplace la détection synchrone pour la mesure temporelle de l'intensité de PL (Figure 2.12).

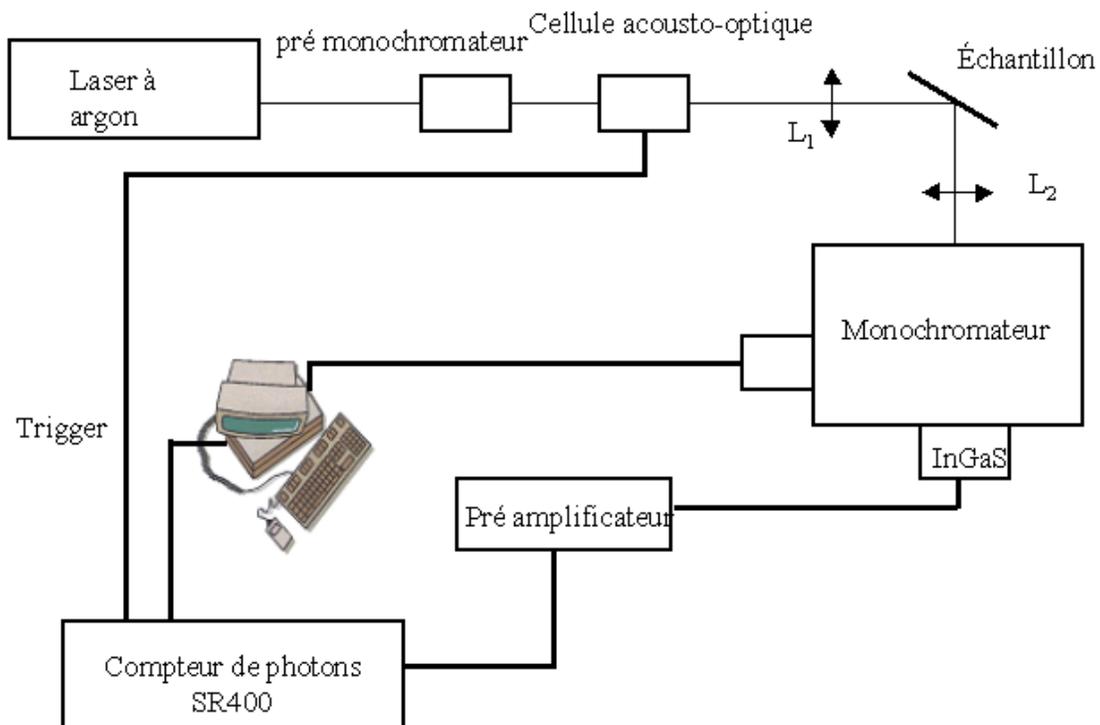


FIG. 2.12 – Schéma du système de mesure de la photoluminescence résolue dans le temps

2.2.4 Mesure des pertes optiques

La mesure des pertes optiques linéiques est un paramètre important pour la caractérisation des guides. Les principales contributions aux pertes optiques sont dues soit au matériau constituant la couche guidante (pertes par absorption ou par diffusion de volume) soit aux modes se propageant dans la structure (modes à fuite et pertes intermodales) et soit à des irrégularités aux interfaces du guide (pertes par diffusion de surface).

La méthode de mesure des pertes optiques que nous avons utilisée consiste à enregistrer la lumière diffusée à la surface du guide de l'onde propagée dans celui-ci [73, 74]. La lumière diffusée à la surface est une image de l'onde guidée. L'analyse de la décroissance de l'intensité de la lumière diffusée le long de la direction de propagation nous permet de calculer les pertes optiques. Le dispositif expérimental utilisé est schématisé sur la figure 2.13. L'onde incidente est injectée dans le guide d'onde à l'aide d'une fibre monomode.

La lumière diffusée provenant de la surface de l'échantillon est enregistrée avec une caméra infrarouge numérique (InGaAS Sensors Unlimited) placée au-dessus de l'échantillon. Ensuite nous réalisons un traitement numérique de l'image ainsi enregistrée afin d'obtenir le profil d'intensité de la lumière dans le guide d'onde. La carte d'acquisition transfère les données sous forme d'une matrice (320×240) et chaque pixel est codé sur 12 bits.

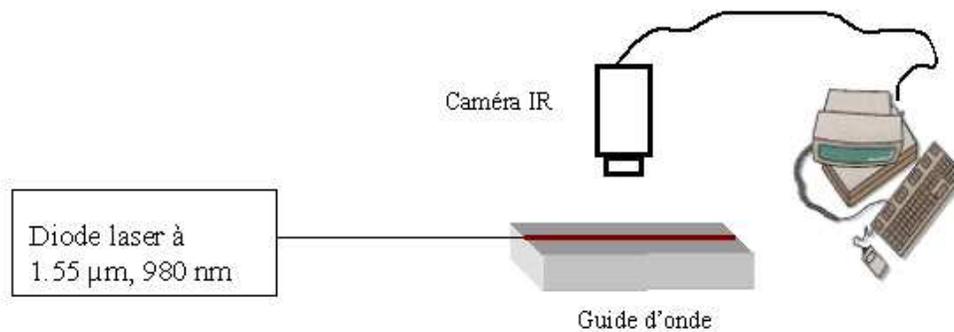


FIG. 2.13 – Schéma du montage de mesure des pertes optiques

Deux exemples de profil d'intensité obtenus par cette technique sont présentés dans la figure 2.14. Pour la détermination des pertes, nous avons éliminé la première partie de l'image (côté injection) car elle correspond à la diffusion de la lumière par la face d'injection. La décroissance de l'intensité est ajustée par une fonction exponentielle le long de la direction de propagation z suivant l'équation $I(z) = I_0 \exp(-\alpha z)$. La valeur de α représente le coefficient d'atténuation en cm^{-1} et correspond à la somme de toutes les contributions aux pertes. Les mesures des pertes ont été faites sans tenir compte de la polarisation. Elles ont été réalisées en différents endroits de l'échantillon et sur plusieurs échantillons de même structure. Les valeurs présentées sont les moyennes de toutes ces mesures. L'incertitude associée est l'écart-type de l'ensemble des valeurs.

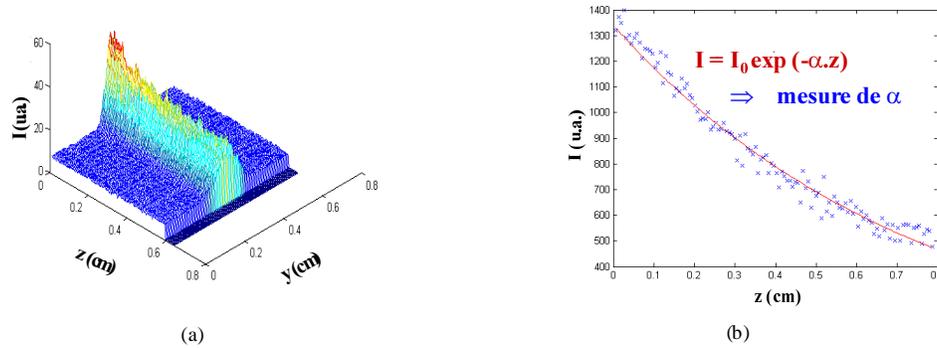


FIG. 2.14 – Profil de l'intensité à $1,55 \mu\text{m}$ de la lumière diffusée à $2D$ (a), et de l'intensité de lumière diffusée en fonction de la distance de propagation (b).

2.2.5 Mesure en champ proche

Le profil de champ des modes propagés dans le guide est intrinsèque au guide et permet de remonter à certaines caractéristiques du guide telles que son caractère modal et la largeur à $1/e^2$ du champ.

La lumière, provenant d'une source laser, est injectée dans le guide à l'aide d'une fibre optique et l'image du champ se propageant dans le guide est enregistrée par une caméra infra-rouge reliée à un ordinateur grâce à un objectif placé à la sortie du guide (Figure 2.15).

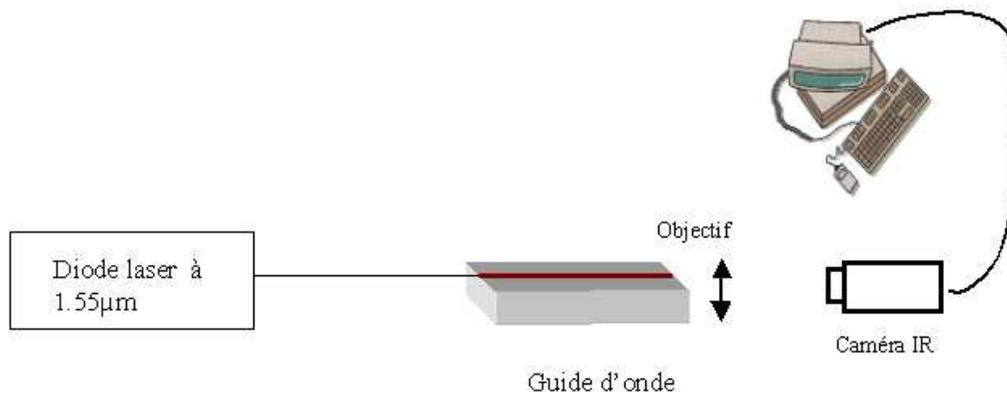


FIG. 2.15 – Schéma du montage de mesure en champ proche

Un traitement numérique de ces images permet de déterminer les tailles des modes en réalisant des ajustements théoriques avec des profils gaussiens. Pour la calibration du banc de mesure, nous déterminons d'abord le rayon de mode d'une fibre monomode à $1,55 \mu\text{m}$.

2.2.6 Mesure de gain

L'amplification optique consiste à l'accroissement du signal *sonde* en utilisant le principe de l'émission stimulée. La figure 2.16 présente le schéma du banc de mesure de gain optique. Une diode laser a été utilisée pour émettre un signal *pompe* à 980 nm pouvant délivrer une puissance maximale égale à 100 mW. Le signal *sonde* est fourni par un laser (Agilent 81680A) dont la longueur d'onde varie entre 1470 et 1586 nm avec une résolution de 0,001 nm. Ces deux faisceaux sont couplés dans le guide grâce à un multiplexeur 980/1550 nm. Les deux signaux sont injectés dans le guide à l'aide d'une fibre lentillée. A la sortie du guide, le signal est focalisé par un objectif sur l'entrée d'un monochromateur dont le réseau est centré à 1,53 μm. Le signal à 1,53 μm à la sortie du monochromateur est enregistré par une caméra InGaAs (caméra Sensor). Ensuite nous réalisons un traitement numérique de l'image ainsi enregistrée en sommant les valeurs des pixels correspondant à l'image du champ à la sortie du guide afin d'obtenir l'intensité de la lumière pour chaque puissance de la pompe. Tous les spectres sont collectés en fonction de la longueur d'onde pour une même puissance de pompe ou l'intensité de lumière est mesurée pour la même longueur d'onde avec une résolution du monochromateur de 11 nm en fonction de la puissance de pompe.

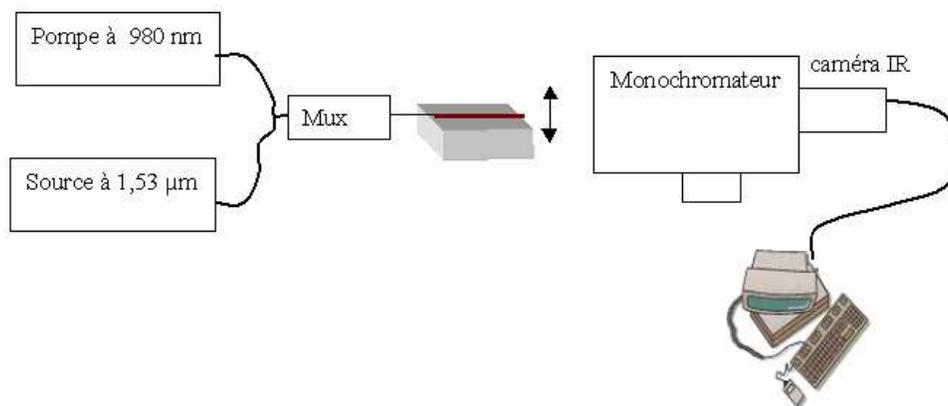


FIG. 2.16 – Schéma du montage de mesure de gain optique

Dans cette étude, le gain mesuré est un gain dit "on/off". Ce gain, correspondant au rapport du signal à la sortie du guide avec et sans pompe (I_{on} et I_{off}) à 1,53 μm, est défini de la manière suivante :

$$G_{on/off}(dB.cm^{-1}) = \frac{10}{L} \log \frac{I_{on}}{I_{off}} \quad (2.3)$$

Le gain interne peut être calculé à partir du gain "on/off" en soustrayant les pertes intrinsèques liées au guide :

$$G_{interne}(dB.cm^{-1}) = G_{on/off}(dB.cm^{-1}) - G_{pertes\ intr}(dB.cm^{-1}) \quad (2.4)$$

où $G_{pertes\ intr}$ représente les pertes intrinsèques au guide (pertes de diffusion de surface, pertes de diffusion de volume et pertes liées aux absorptions).

Le gain net d'un amplificateur est donné par l'équation suivante :

$$G_{net}(dB.cm^{-1}) = G_{interne} - G_{pertes\ extr} \quad (2.5)$$

où $G_{pertes\ extr}$ représente les pertes extrinsèques dues au couplage.

2.3 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les conditions d'élaboration des guides plans et canaux. Ensuite, la méthode de dopage de ces guides par les ions terres rares (erbium, ytterbium) a été présentée. Enfin, nous avons présenté les méthodes de caractérisation des guides d'ondes comme l'indice de réfraction, la photoluminescence, la photoluminescence résolue en temps, les mesures des pertes optiques et en particulier celle de mesure de l'amplification optique que nous avons mise en place.

Chapitre 3

Étude des caractéristiques physico-chimiques des couches de silicium poreux dopées aux ions terres rares (erbium, ytterbium)

Dans ce chapitre nous allons présenter les caractéristiques physico-chimiques des couches de silicium poreux dopées aux ions terres rares (erbium, ytterbium) des guides plans et canaux. Ces caractéristiques telles que, la morphologie, la taille des pores et le profil de dopage aux ions terres rares sont analysées. Par ailleurs, l'indice de réfraction de ces couches dopées a été déterminé en fonction de la longueur d'onde.

3.1 Étude des guides plans

3.1.1 Propriétés structurales

Les guides plans en silicium poreux dont nous étudions la structure, sont préparés dans les conditions définies dans le chapitre 2. Une partie des guides a subi des traitements thermiques (oxydation à $900^{\circ}C$ + recuit à $1000^{\circ}C$). L'épaisseur de la couche poreuse et la taille de pores avant et après les traitements thermiques ont été déterminées par Microscope Électronique à Balayage (MEB).

Nous présentons sur la figure 3.1 une micrographie obtenue par MEB de la tranche d'un

guide plan avant les traitements thermiques. Nous observons deux couches, l'une d'épaisseur de $3 \mu m$ correspond à la couche guidante, l'autre de l'ordre de $6 \mu m$ qui correspond à la couche de confinement. Nous observons également que les pores sont orientés perpendiculairement à la surface des couches selon la direction préférentielle $\langle 100 \rangle$ du substrat. C'est la raison pour laquelle la morphologie est qualifiée de type "colonnaire" [75].

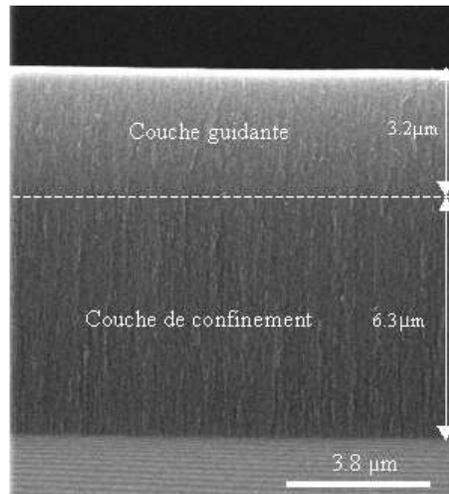


FIG. 3.1 – Micrographie obtenue au MEB de la tranche d'un guide plan après élaboration des deux couches de silicium poreux

Par la suite, nous nous sommes plus particulièrement intéressés à la couche guidante. Les observations de la surface (figure 3.2 a) de ces échantillons de silicium poreux avant les traitements thermiques montrent le réseau de pores (en noir) séparés par les parois de silicium (en blanc) qui semblent être d'épaisseur constante.

Par une analyse d'image de ces micrographies, nous avons pu estimer la taille moyenne des pores. Leur distribution est représentée sur la figure 3.3. Avant les traitements thermiques, le diamètre des pores varie de 8 à 45 nm avec une valeur moyenne de l'ordre de 20 nm (figure 3.3 a). La densité des pores est estimée à 10^{11} pores cm^{-2} .

Après les traitements thermiques (3.2 b), nous constatons que la morphologie du silicium poreux est conservée. Ainsi, la couche reste poreuse avec un réseau de pores de forme pseudo-circulaire de diamètre moyen centré autour de 15 nm (figure 3.3 b). La réduction de la taille des pores est due à l'expansion des parois de silicium. Cette réduction est due à la transformation du silicium en silice caractérisée par le taux d'expansion de la silice [67] qui diminue la porosité et augmente l'épaisseur des parois. D'autre part, cette transformation de silicium en silice entraîne

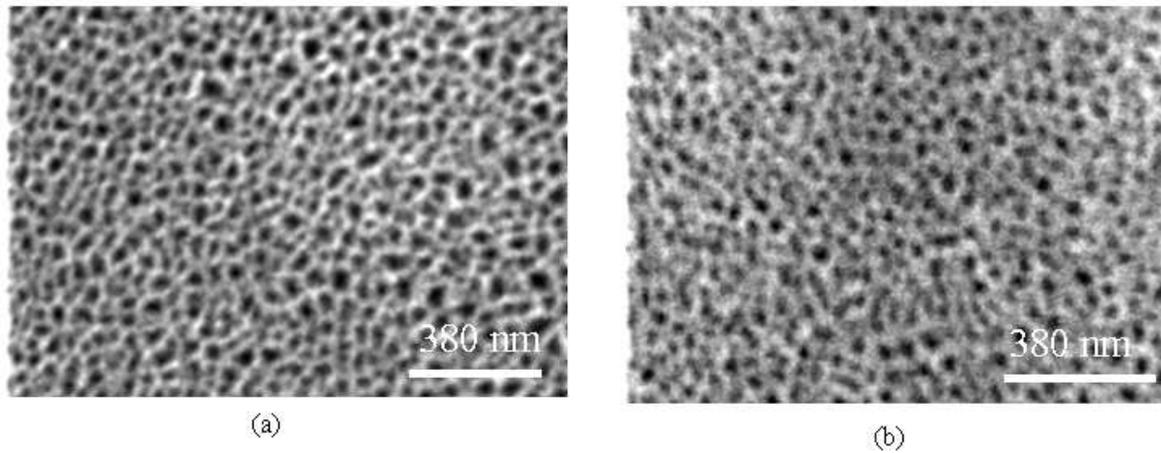


FIG. 3.2 – Micrographies obtenues au MEB de la surface d’une couche non dopée de porosité initiale égale à 62 % avant (a) et après (b) traitements thermiques

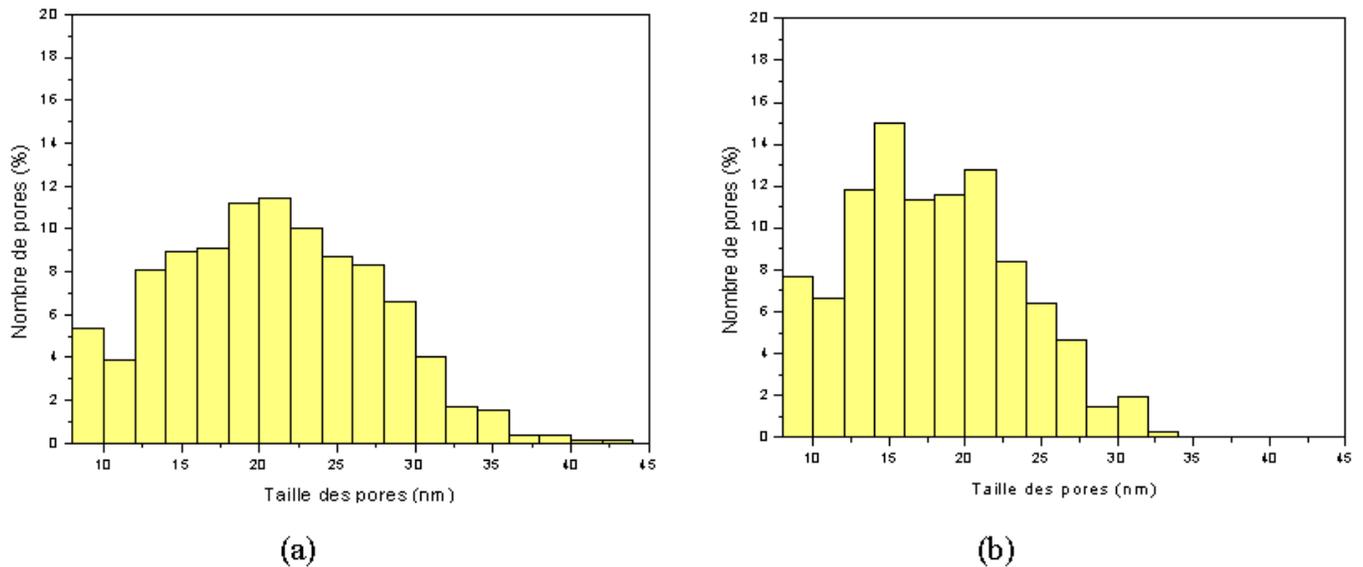


FIG. 3.3 – Distributions des tailles de pores de la couche guidante de porosité initiale égale à 62 % ; avant (a) et après (b) les traitements thermiques

également une augmentation de l’épaisseur de la couche poreuse. L’augmentation de l’épaisseur de la couche guidante est estimée à $0,7\mu m$ pour une épaisseur initiale de $3\mu m$. Dans le tableau 3.1, nous résumons les diamètres moyens des pores estimés par MEB avant et après les traitements thermiques.

	Diamètre (nm)
Silicium poreux	20
Silicium poreux après traitements thermiques	15

TAB. 3.1 – Diamètres moyens des pores estimés à partir des micrographies des couches de silicium poreux avant et après les traitements thermiques

3.1.2 Profils de dopage

Dans cette partie, nous nous sommes intéressés à la détermination des conditions de dopage par la méthode électrochimique (densité de courant, durée de dopage) permettant d'atteindre une concentration d'erbium comprise entre $10^{19} - 10^{20} \text{cm}^{-3}$. De telles concentrations sont nécessaires pour obtenir une forte luminescence des ions terres rares [76] et par la suite une amplification optique.

3.1.2.1 Dopage des guides plans par des ions erbium

Après l'élaboration des guides plans, ceux-ci sont dopés par des ions erbium à partir d'une solution saturée de chlorure d'erbium en utilisant la méthode électrochimique décrite dans le chapitre 2. Les échantillons ont été observés par MEB et analysés par EDX afin d'obtenir les profils de concentration d'erbium dans les couches poreuses.

Le dopage des guides plans en silicium poreux a été initialement effectué en appliquant une densité de courant égale à 1 mA/cm^2 pendant des durées de cathodisation à courant constant égale à 10, 20 ou 30 minutes afin d'étudier l'effet de la durée de cathodisation sur la concentration d'erbium incorporé.

L'analyse de la surface de ces échantillons par MEB a montré qu'il existe un dépôt d'Erbium sous forme de cristaux de tailles micrométriques qui commencent à apparaître à partir d'une durée de cathodisation égale à 20 minutes (figure 3.4b et 3.4c). Par contre pour une durée de 10 minutes, nous n'avons pas décelé la présence de tels cristaux (figure 3.4a).

Sur la figure 3.5, nous représentons les profils de concentration d'Er obtenus par EDX réalisés sur la tranche de ces guides en fonction de la profondeur.

Les mesures ont été effectuées en plusieurs endroits d'échantillon suivant l'épaisseur. Des profils similaires ont été obtenus ce qui atteste l'homogénéité du dopage de nos échantillons. L'incertitude tenant compte des écarts de concentrations entre les différentes zones analysées est estimée à $0,25 \% \text{ at.}$. Nous remarquons que la forme générale des profils est comparable

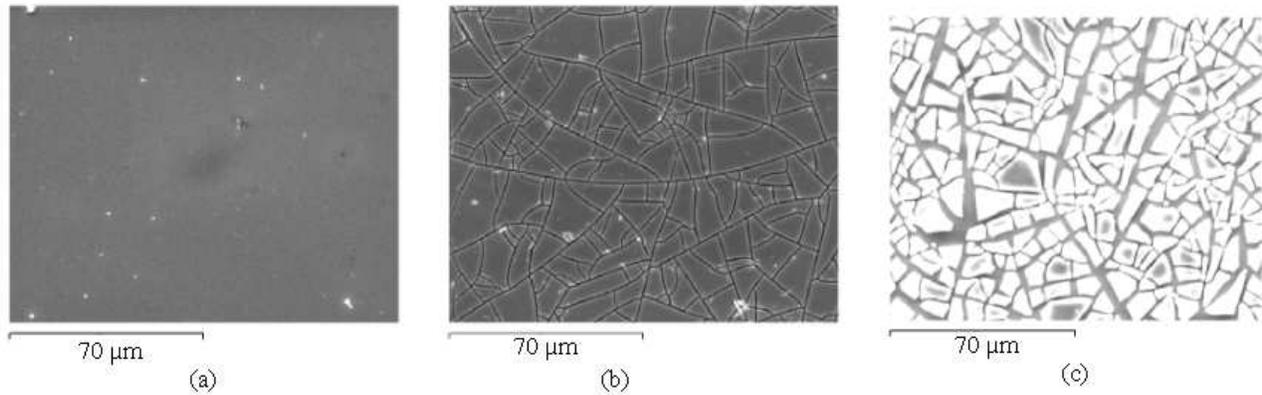


FIG. 3.4 – Micrographies obtenues par MEB de la surface d’un guide plan en silicium poreux dopé erbium pour une densité de courant de cathodisation de 1 mA/cm^2 , pendant 10 minutes (a) 20 minutes (b) et 30 minutes (c)

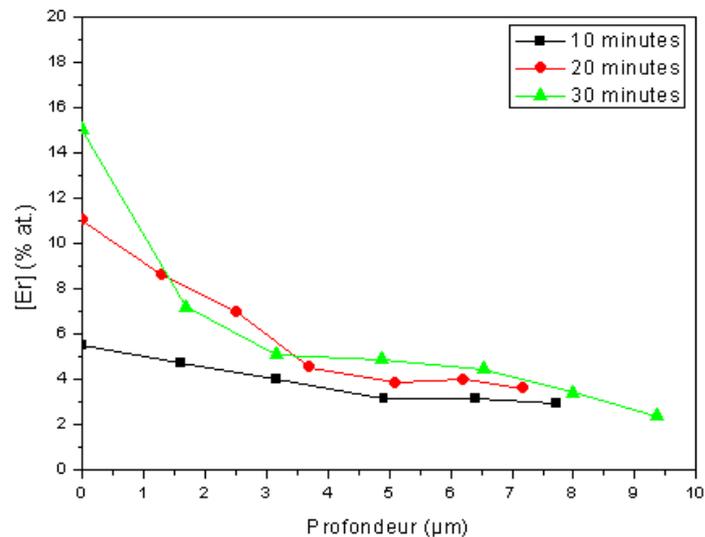


FIG. 3.5 – Profils de concentration d’erbium déterminés par EDX pour une densité de cathodisation à 1 mA/cm^2 pendant 10 minutes (carré), 20 minutes (cercle) et 30 minutes (triangle) dans un guide plan après les traitements thermiques

pour les trois durées utilisées. La concentration décroît plus fortement dans la couche guidante selon la durée de dopage puis tend à devenir constante dans la couche de confinement quelque soit le temps de dopage. La concentration moyenne des ions erbium dans le guide plan dopé pendant 10 minutes est de l’ordre de $5,5 \text{ \%at.}$ à la surface, ce qui correspond à une valeur égale

à $1,37 \cdot 10^{21} \text{ cm}^{-3}$ en tenant compte de la masse volumique et molaire de la silice.

Cette concentration diminue légèrement selon l'épaisseur pour atteindre une valeur moyenne de 4 % at. dans la couche de confinement. Pour des durées supérieures à 10 minutes, la concentration augmente et a une valeur de l'ordre de 15 % at. ($3,7 \cdot 10^{21} \text{ cm}^{-3}$) pour une durée de 30 minutes. La présence d'un dépôt à la surface avec une concentration importante nuit à l'intensité de la PL. En effet, ce dépôt provoque des phénomènes physiques comme la luminescence coopérative (up conversion), l'extinction par relaxation croisée ou l'extinction par migration d'énergie qui diminuent l'efficacité de luminescence des ions erbium [77, 78].

A partir de cette série d'expériences, il apparaît clairement qu'une durée de dopage égale à 10 minutes permet d'éviter la formation des cristaux à la surface. En revanche, la concentration à la surface reste élevée par rapport à la concentration visée. Nous avons par conséquent cherché à réduire la concentration des ions erbium en diminuant la densité de courant appliquée à une valeur égale à $0,1 \text{ mA/cm}^2$ tout en conservant une durée de cathodisation de 10 minutes.

Sur la figure 3.6, nous comparons deux profils de concentration pour deux guides dopés pendant une même durée égale à 10 minutes et pour les deux densités de courants de $0,1$ et 1 mA/cm^2 .

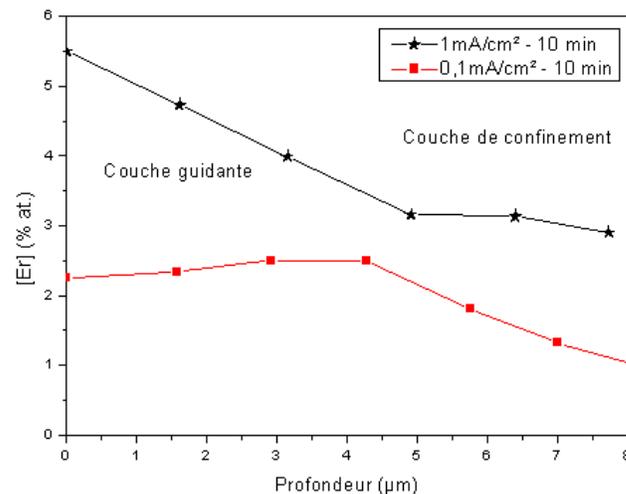


FIG. 3.6 – Profils de concentration d'erbium déterminés par EDX pour deux densités de courant appliquées égale à $0,1 \text{ mA/cm}^2$ et 1 mA/cm^2 pendant 10 minutes dans un guides plans après les traitements thermiques

Le profil de concentration est plus homogène dans la couche guidante pour la plus faible densité de courant appliquée. Ensuite, cette concentration décroît dans la couche de confinement

et la valeur moyenne de la concentration dans la couche guidante est de l'ordre de 2,25 % *at.* ($6.10^{20} \text{ cm}^{-3}$); ceci correspond à la gamme de concentration optimale.

La concentration moyenne dans nos guides est comparable à celle obtenue dans d'autres matrices dopées erbium avec d'autres méthodes d'incorporation, comme par exemple les guides en nc-Si dopés erbium par "sputtering" [66, 79] dans lesquels la concentration est de l'ordre de 4 à 5, $4.10^{20} \text{ cm}^{-3}$. Dans la même gamme de concentration, des guides en verres phosphatés dopés erbium par "sputtering" présentent une concentration de 5, $3.10^{20} \text{ cm}^{-3}$ [65]. Par ailleurs, nous montrons que le profil obtenu par la méthode électrochimique est homogène dans la couche guidante ce qui n'est pas le cas avec d'autres méthodes comme l'immersion [33].

Ainsi, nous pouvons conclure que la densité de courant égale à 0,1 mA/cm^2 , appliquée pendant une durée de dopage égale à 10 minutes, permet de doper de manière homogène les guides plans. La valeur relativement élevée de concentration d'Er, estimée à 2,25 % *at.* ($6.10^{20} \text{ cm}^{-3}$) est suffisante pour mettre en évidence un gain sur ces guides.

3.1.2.2 Codopage des guides plans par des ions erbium-ytterbium

Dans le but d'améliorer l'efficacité de la luminescence des ions erbium (chapitres 4 et 5), nous avons utilisé, dans les mêmes conditions de dopage que précédemment, le codopage par des ions erbium-ytterbium pour différentes solutions en variant le rapport des concentrations, noté $T = \frac{[Yb]}{[Er]}$ des deux impuretés. Nous avons utilisé quatre valeurs de T égales à 1, 2, 3 et 5 tout en gardant constante la concentration d'Er dans les solutions.

Les échantillons ainsi codopés ont été analysés par EDX sur la tranche pour déterminer le profil de concentration des ions erbium et ytterbium. Le profil du rapport des concentrations $T = \frac{[Yb]}{[Er]}$ en fonction de la profondeur est représenté à la figure 3.7. Les concentrations moyennes dans les couches poreuses ainsi que leur rapport sont reportés dans le tableau 2. Ce tableau montre, que le rapport des concentrations T dans les solutions est très proche de celui déterminé par EDX sauf pour $T = 5$ où le rapport est légèrement différent de celui déterminé par EDX. Par ailleurs, nous constatons que dans tous les échantillons étudiés, le rapport T mesuré est quasiment constant selon la profondeur. Les concentrations d'erbium et de l'ytterbium sont toutes de l'ordre de 10^{20} cm^{-3} .

A partir de ce tableau, certaines tendances concernant le codopage peuvent être déduites. Le codopage s'effectue par voie électrochimique avec une densité de courant égale à 0,1 mA/cm^2

Echantillons	[Er] 10^{20}cm^{-3}	[Yb] 10^{20}cm^{-3}	$T = \frac{[Yb]}{[Er]}$	$([Yb]+[Er]) 10^{20} \text{cm}^{-3}$
Guide dopé Er	4,5	—	—	4,5
Guide dopé Yb	—	3,5	—	—
T=1	2,8	2,8	1,0	5,6
T=2	1,4	3,0	2,1	4,4
T=3	1,1	3,5	3,2	4,6
T=5	0,9	3,8	4,3	4,7

TAB. 3.2 – Concentration moyenne d’erbium et d’ytterbium dans la couche guidante pour les guides dopés et codopés

pendant une même durée de cathodisation quelle que soit la valeur de T . Donc la concentration totale des ions (erbium et ytterbium) devrait être égale, ce qui est le cas pour l’ensemble des valeurs de T (sauf pour T égal à 1). La valeur moyenne est de l’ordre de $4,8 10^{20} \text{cm}^{-3} \pm 0,7 10^{20} \text{cm}^{-3}$.

Pour $T = 1$, ces valeurs élevées de concentration sont peut être dues à une augmentation locale des concentrations des dopants aux différents points de mesures.

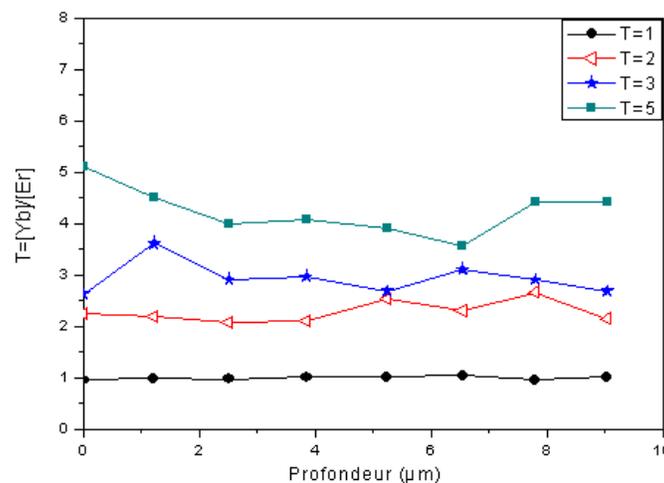


FIG. 3.7 – Profils des rapports de concentration $T = \frac{[Yb]}{[Er]}$ déterminés par EDX pour différentes concentrations d’ytterbium $T = 1, 2, 3$ et 5 , après les traitements thermiques

3.1.3 Étude de l’indice de réfraction

Des mesures d’indice de réfraction ont été faites sur deux monocouches ayant les mêmes caractéristiques que celles formant les couches guidante et de confinement étudiées. Il s’agit de

monocouches obtenues en appliquant deux densités de courant de 50 et 80 mA/cm^2 (chapitre 2). Ces échantillons ont été dopés ou codopés puis recuits dans les mêmes conditions que les guides plans ou canaux.

Les mesures de l'indice de réfraction noté n de ces échantillons ont été faites par les méthodes de m-lines et de spectrométrie Vis-PIR (chapitre 2). Les courbes de dispersion sont obtenues après ajustement des spectres de réflectance aux spectres théoriques pour les porosités de 62 % et de 71 %, correspondant aux deux densités de courant (50 et 80 mA/cm^2), en utilisant le modèle de Bruggeman [23, 22]. Nous avons étudié l'évolution de l'indice de réfraction après élaboration, puis après les étapes de traitements thermiques (oxydation à 900°C, recuit à 1000°C et densification à 1100°C).

- Les valeurs des indices de réfraction obtenues après élaboration par les deux densités de courant sont présentées à la figure 3.8. L'incertitude sur les valeurs d'indice est de l'ordre de $\pm 0,01$. L'indice de réfraction décroît faiblement en fonction de la longueur d'onde. Il est égal à 1,78 pour la couche guidante et à 1,53 pour la couche de confinement à la longueur d'onde de 1,53 μm . Le contraste d'indice entre les deux couches est alors de l'ordre de 0,25.

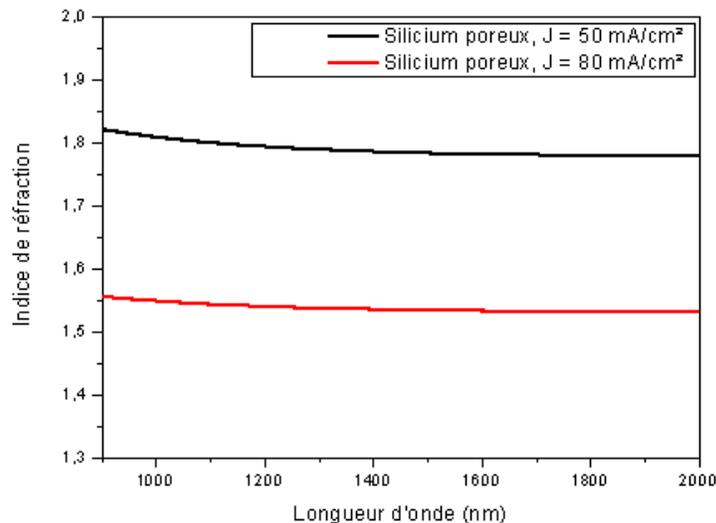


FIG. 3.8 – Evolution de l'indice de réfraction en fonction de la longueur d'onde de deux monocouches de silicium poreux obtenues avec les deux densités de courant 50 et 80 mA/cm^2 après élaboration et sans traitements thermiques

- Sur la figure 3.9, nous présentons l'évolution de l'indice en fonction de la longueur d'onde

de ces deux monocouches après les traitements thermiques. Les courbes de dispersion sont obtenues en supposant que l'oxydation est totale. Nous considérons ainsi que le milieu effectif est celui de la silice poreuse. A partir de ces courbes et pour la longueur d'onde $1,53 \mu m$, l'indice du silicium poreux oxydé décroît. L'indice de la couche guidante est égal à 1,31 et celui de la couche de confinement est égal à 1,23 ce qui correspond à des porosités résiduelles respectivement égales à 28 % et à 45 % avec une incertitude de $\pm 1\%$. Ces deux valeurs d'indice des couches guidante et de confinement sont quasiment les mêmes que celles déterminées par m-lines égale à 1,31 pour la couche guidante et 1,23 pour la couche de confinement. L'écart d'indice entre les deux couches (guidante et de confinement) est réduit à 0,08. Cet écart d'indice est suffisant pour permettre de confiner la lumière dans la couche guidante.

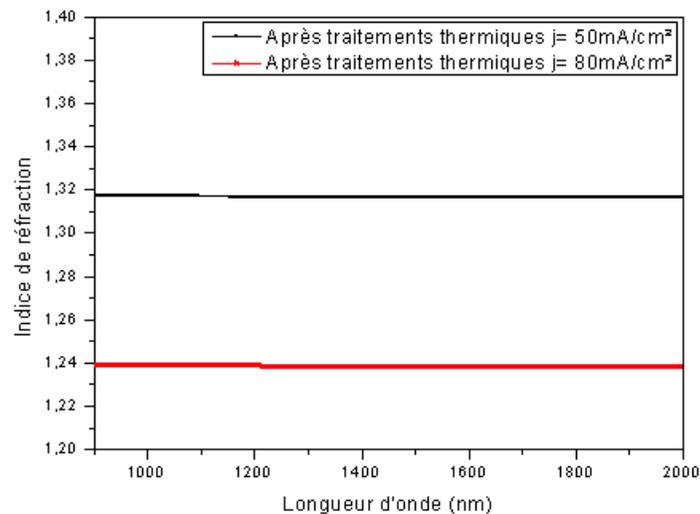


FIG. 3.9 – Evolution de l'indice de réfraction en fonction de la longueur d'onde de deux monocouches de silicium poreux oxydé obtenues avec deux densités de courant 50 et 80 mA/cm^2 après traitements thermiques

- Après le recuit de densification à $1100^\circ C$ pendant une heure sous oxygène, nous avons remarqué une diminution de l'épaisseur de la couche poreuse. En même temps les mesures de réflectance montrent que la porosité diminue à 12 % pour la couche guidante avec un indice égal à 1,39 et à 16 % pour la couche de confinement avec un indice égal à 1,37. La valeur de l'indice de la couche guidante est maintenant plus proche de celui de la silice ($n=1,46$), donc il y a bien un effet de fluage de la silice poreuse du fait de la densification ce qui explique ces observations.

Pour déterminer l'indice de réfraction après dopage et traitements thermiques, les monocouches ont été dopées dans les mêmes conditions que celles décrites dans le chapitre 2. D'après les mesures par spectrométrie Vis-PIR, nous avons constaté qu'il y a une variation d'indice entre les échantillons dopés et non dopés. Les indices de réfraction de la couche guidante avant et après le dopage sont respectivement égaux à 1,78 et 1,9 à $1,53 \mu\text{m}$. La figure 3.10 présente l'évolution de l'indice de réfraction en fonction de la longueur d'onde pour deux monocouches de silicium poreux, l'une est dopée et l'autre est non dopée, après les traitements thermiques. Après oxydation, l'indice de réfraction augmente de 1,32 à 1,35 à $1,53 \mu\text{m}$ à cause de la présence de l'erbium. En effet, Balucani et al. [40], ont observé une augmentation de l'indice de réfraction qu'ils ont expliqué par la présence de l'erbium.

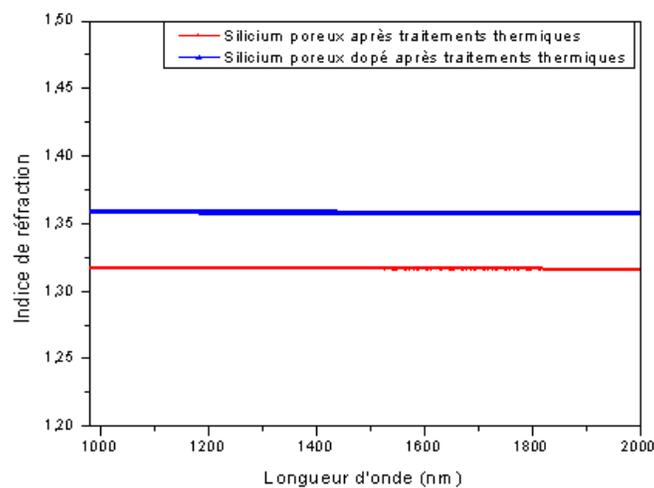


FIG. 3.10 – Comparaison de l'évolution de l'indice de réfraction en fonction de la longueur d'onde pour deux monocouches de silicium poreux dopée et non dopée obtenues avec une densité de courant de $50 \text{ mA}/\text{cm}^2$, après les traitements thermiques

La figure 3.11, présente l'évolution de l'indice en fonction de la longueur d'onde pour les deux monocouches (couche guidante et de confinement) après dopage et les traitements thermiques. A partir de ces courbes, l'indice du silicium poreux dopé oxydé décroît de 1,35 à 1,32 à $1,53 \mu\text{m}$ lorsque la porosité augmente de 28 % à 45 %. La différence d'indice entre la couche guidante et la couche de confinement après dopage et oxydation est de l'ordre de 0,03 ; ainsi, les propriétés de guidage sont bien conservées.

Cet écart d'indice est comparable aux guides en silicium poreux réalisés sur un substrat de type N^+ dopés erbium [40] dont l'indice de la couche guidante est égal à 1,45 et celui de la

couche de confinement est égal à 1,42 avec une concentration d'erbium égale à 0,8 % *at*. La couche guidante dopée présente une augmentation d'indice de l'ordre de 0,04 par rapport à la couche guidante non dopée ; cette augmentation qui est due bien sûr à la présence de l'erbium. La différence d'indice entre les monocouches de confinement des échantillons dopés et non dopés est égale à 0,09. Cette différence est plus importante que la différence d'indice entre la couche guidante dopée et celle non dopée (0,04). En effet, nous avons travaillé sur une monocouche représentant la couche de confinement qui a une porosité (71 %) supérieure à celle de la couche guidante (62 %), donc la quantité d'erbium incorporée est plus importante dans la couche la plus poreuse (couche de confinement).

L'étude de l'indice de réfraction a été effectuée sur des monocouches. En ce qui concerne les structures guidantes (formées par deux couches), le dopage de la couche guidante est similaire à celui effectué sur des monocouches dans les mêmes conditions expérimentales. Par contre, pour la couche de confinement qui correspond à la deuxième couche de la structure guidante, la concentration d'erbium incorporée est moins importante que celle des monocouches élaborées dans les mêmes conditions expérimentales du fait de l'apparition d'un gradient de concentration en profondeur (figure 3.6). Donc, l'indice de la couche de confinement est moins important que celui mesuré pour les monocouches après dopage.

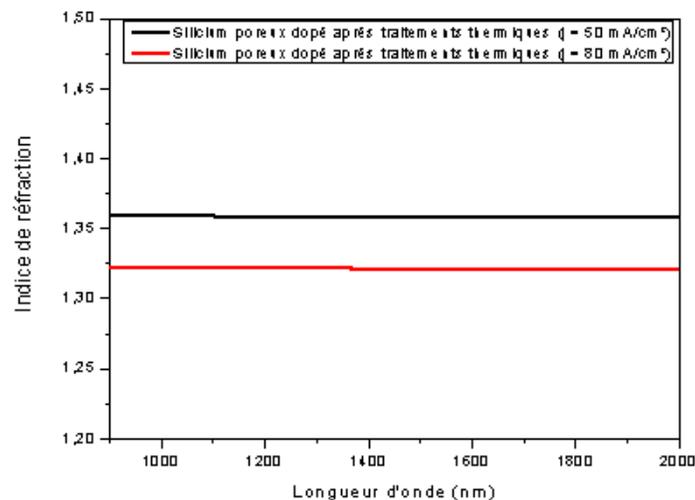


FIG. 3.11 – Evolution de l'indice de réfraction après les traitements thermiques en fonction de la longueur d'onde de deux monocouches de silicium poreux obtenues avec deux densités de courant 50 et 80 mA/cm^2 dopées avec $J = 0,1 \text{ mA}/\text{cm}^2$ pendant 10 minutes

Nous avons regroupé les résultats de l'indice de réfraction et de porosité à $1,53 \mu\text{m}$ dans les

tableaux 3.3 et 3.4.

	Silicium poreux	Silicium poreux oxydé	Silicium poreux dopé oxydé
Couche guidante	1,78	1,31	1,35
Couche de confinement	1,53	1,23	1,32

TAB. 3.3 – Variation de l'indice de réfraction des couches : guidante et de confinement à $1,53 \mu m$

Nous avons comparé les valeurs des porosités déterminées à partir des mesures d'indices de réfraction (Tableau 3.4) et les valeurs mesurées par gravimétrie (chapitre 2). Ces valeurs sont très proches.

	Porosité après élaboration ($\pm 1\%$)	Porosité après oxydation ($\pm 1\%$)
Couche guidante	62	28
Couche de confinement	71	45

TAB. 3.4 – Valeurs de la porosité des deux couches guidante et de confinement

Pour le codopage (erbium-ytterbium), comme nous nous y attendions, l'évolution de l'indice est le même que pour le dopage erbium seul après les traitements thermiques. En effet, les indices de réfraction à $1,53 \mu m$ des couches guidante et celle de confinement sont respectivement égaux à 1,37 et 1,34. Le contraste d'indice est le même que dans le cas des guides dopés erbium car nous avons gardé les mêmes conditions de dopage.

3.2 Étude des Guides canaux

Contrairement aux guides plans, la réalisation des guides canaux nécessite la formation localisée du silicium poreux à travers les ouvertures d'une couche de masquage. Dans cette partie, nous allons présenter les propriétés structurales ainsi que les profils de dopage et de codopage de ces guides.

3.2.1 Propriétés structurales des guides

Contrairement aux guides plans, la surface de réaction entre l'électrolyte et le substrat durant l'anodisation est beaucoup plus petite. La surface active en contact avec l'électrolyte correspond

à celle des ouvertures qui est égale à la somme des aires de chaque motif. Ensuite, l'attaque électrochimique du silicium se déroule uniquement au fond des pores qui se propagent dans le substrat de silicium. Ainsi, l'évolution de la surface de réaction va correspondre à celle du périmètre de l'interface couche poreuse-substrat multiplié par la longueur des guides en tenant compte du nombre de motifs durant l'anodisation. La surface de réaction a été étudiée par J. Charrier et al [57] en modélisant l'évolution du périmètre du profil géométrique du guide. Dans le chapitre 2, nous avons présenté les différentes étapes pour réaliser les guides canaux en utilisant deux densités de courant égales à 50 et 80 mA/cm^2 pour former respectivement les couches guidante et de confinement.

Une micrographie d'un guide canal en coupe transverse est représentée sur la figure 3.12. Les pores du silicium poreux formés aux centres des ouvertures de ces guides sont perpendiculaires à la surface tandis que le silicium poreux formé sous le masque suit une direction radiale. Nous pouvons constater que le silicium poreux se forme non seulement au niveau de l'ouverture mais aussi sous le masque au voisinage de l'ouverture. La largeur du guide ainsi obtenu est plus importante que celle des ouvertures faites par la photolithographie. La vitesse de formation du poreux varie suivant la direction cristallographique du substrat de silicium. Cette vitesse est plus rapide dans la direction $\langle 100 \rangle$ que celle $\langle 111 \rangle$ [75]. Cette variation de vitesse explique en partie le profil géométrique obtenu en U pour les faibles épaisseurs et aussi pour les faibles ouvertures du masque.

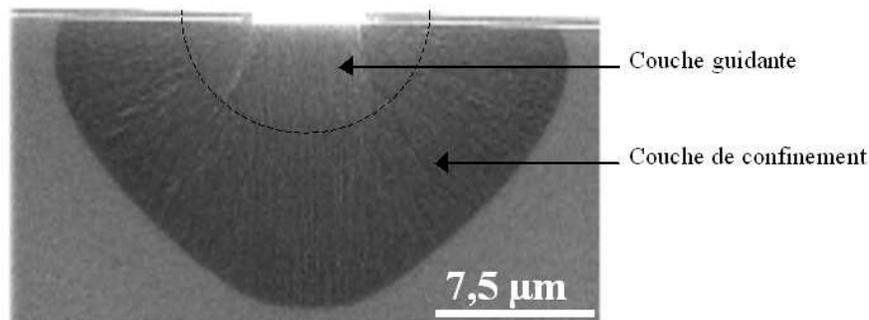


FIG. 3.12 – Micrographie obtenue au MEB d'une vue en coupe d'un guide canal de largeur $6 \mu\text{m}$, après élaboration

3.2.2 Profils de dopage des guides canaux

Pour doper les guides canaux avec une concentration d'ions erbium de l'ordre de $10^{19} - 10^{20} \text{ cm}^{-3}$, nous avons appliqué un courant $I = 0,5 \text{ mA}$ pendant 5 minutes, ce qui correspond à une densité de courant égale à $0,8 \text{ mA/cm}^2$ en tenant compte de la nouvelle surface de réaction des guides canaux précédemment décrite à la fin de l'anodisation. Dans ces conditions, après la cathodisation, les observations de la surface des guides par MEB n'ont pas montré la présence de cristaux de taille micrométriques qui nuisent à la propagation de la lumière. En revanche, quelques amas ont été mis en évidence sur les guides de petites largeurs (ouvertures des motifs égales à 4, 6 ou 8 μm).

Les analyses EDX effectuées sur la tranche après les traitements thermiques montrent que la concentration est quasiment homogène en profondeur pour chacune des deux couches comme le montre la figure 3.13. La concentration moyenne est égale à 1,5 % at. ($3,7 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$) pour les guides de largeur 300 μm et égale à 1,8 % at. ($4,5 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$) pour les guides de largeur 8 μm (Figure 3.13). D'après ces mesures, nous remarquons que la concentration d'erbium est plus importante dans les guides de faible largeur. Pour un même courant appliqué, la quantité de dopants est la même mais elle est distribuée pour une surface plus importante pour les guides obtenus à partir de faibles largeurs ce qui explique la concentration plus importante dans ces guides. Toutefois, les concentrations moyennes sont comprises dans la gamme visée (10^{19} et 10^{20} cm^{-3}).

3.2.3 Profils de codopage des guides canaux

Dans les mêmes conditions que les guides dopés Er, nous avons codopé les guides canaux par des ions erbium et des ions ytterbium pour un rapport $T = \frac{[Yb]}{[Er]} = 3$. Sur la figure 3.14, nous présentons les profils de concentration d'erbium et d'ytterbium déterminés par EDX pour des guides canaux de largeur 8 μm et 300 μm après les traitements thermiques. Le profil de concentration d'Erbium est homogène en profondeur, la valeur moyenne de la concentration dans cette couche est égale à 0,8 % at. ($2 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$). Pour l'ytterbium, nous observons pratiquement le même profil que l'erbium, avec une concentration moyenne dans la couche guidante égale à 2,2 % at. ($5,5 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$). Le rapport des concentrations de l'Ytterbium par rapport à l'erbium est pratiquement égal à 3 qui est le rapport visé initialement.

Les valeurs moyennes des concentrations d'erbium et d'ytterbium en fonction des ouvertures des guides sont résumées dans le tableau 3.5. Ces valeurs sont plus importantes dans les guides

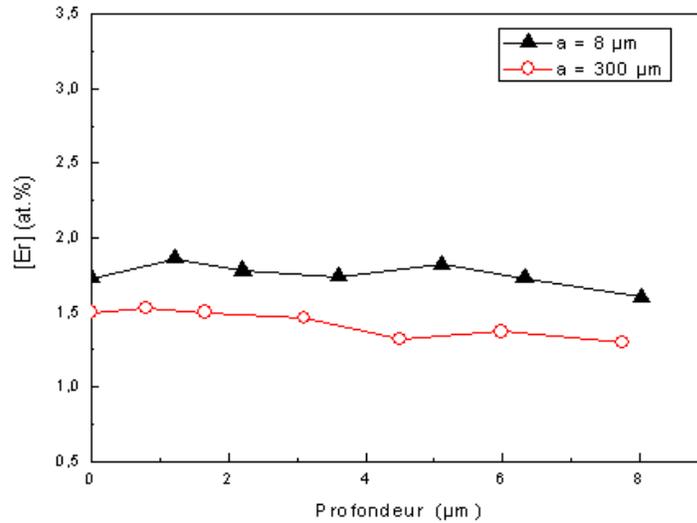


FIG. 3.13 – Profils de concentration d’erbium déterminés par EDX pour deux largeurs de guides canaux $8 \mu m$ (triangles) et $300 \mu m$ (cercles), après traitements thermiques

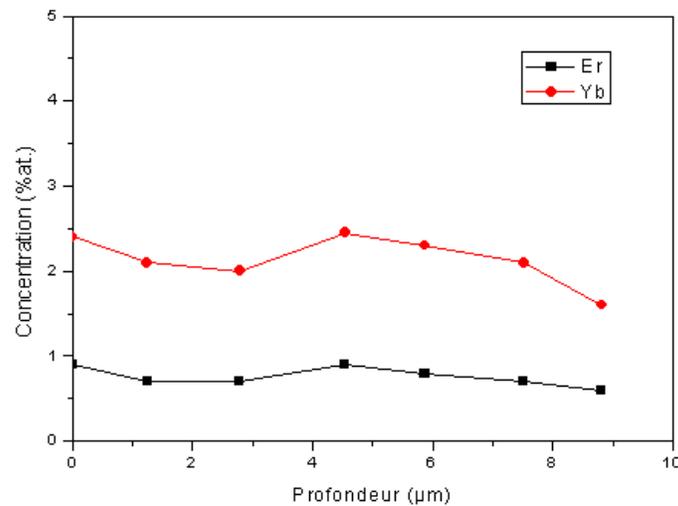


FIG. 3.14 – Profils de concentrations d’erbium (carré) et d’ytterbium (cercle) déterminés par EDX pour un guide canal d’ouverture $8 \mu m$, après les traitements thermiques

de faibles ouvertures que dans les guides de grandes ouvertures (50 et $300 \mu m$), ce qui est en accord avec les résultats obtenus précédemment dans le cas des guides canaux dopés erbium.

	4 μm	6 μm	50 μm	300 μm
[Er] $10^{20} cm^{-3}$	2,1	2	1,2	0,7
[Yb] $10^{20} cm^{-3}$	5,6	5,5	3,3	2
T	2,7	2,8	2,8	2,9

TAB. 3.5 – Concentrations moyennes d’erbium et d’ytterbium dans la couche guidante et rapport des concentrations T pour les guides canaux en fonction de la largeur, après traitements thermiques

3.3 Conclusion

Ces études nous ont permis d’étudier les propriétés physiques des guides en silicium poreux dopés par des ions terres rares. Les couches poreuses ont été étudiées par Microscopie Electronique à Balayage couplés à une analyse EDX. Nous avons montré que la taille des cristallites augmente au détriment du diamètre des pores après les traitements thermiques à cause de la transformation de silicium poreux en silice poreuse.

Les profils des concentrations d’erbium ou ceux d’erbium-ytterbium ont été déterminés en fonction de la densité de courant appliquée et de la durée de dopage pour les guides plans. Ces résultats ont été ensuite utilisés pour l’étude du dopage des guides canaux. Nous avons ainsi défini les conditions de dopage et de codopage des différents guides permettant d’obtenir des concentrations homogènes comprises entre 10^{19} et $10^{20} cm^{-3}$. Ces résultats nous serviront dans le chapitre suivant pour discuter les résultats de luminescence obtenus sur les guides dopés et codopés.

L’indice de réfraction des couches poreuses formant ces guides a été aussi étudié juste après élaboration, dopage ou codopage et après les traitements thermiques. Après dopage et les traitements thermiques, l’écart d’indice entre la couche guidante dopée et non dopée est de 0,04 et celui entre la couche guidante et celle de confinement le contraste d’indice est de 0,03. L’ensemble de ces résultats nous serviront dans le chapitre suivant pour discuter les résultats de luminescence obtenus sur les guides dopés. Les résultats de contraste d’indice après dopage ou codopage et traitements thermiques ainsi que les concentrations importantes des dopants introduits sont prometteurs pour mettre en évidence un gain optique.

Chapitre 4

Étude de la photoluminescence et photoluminescence résolue en temps sur des guides d'onde en silicium poreux dopés terres rares

Les matériaux dopés aux ions terres rares présentent un grand intérêt vu leurs diverses applications en optoélectronique. Les ions erbium sont particulièrement étudiés car ils sont à l'origine d'une émission intense à $1.55 \mu m$ qui coïncide avec la bande de télécommunication. Des matériaux, comme les matrices vitreuses dopées erbium (les silicates, les borates, les fluorures...) sont particulièrement intéressants et ont donné lieu à des émissions intenses de l'UV au PIR. En l'occurrence, nous avons montré dans le chapitre 3 que dans le cas des guides en silicium poreux, nous avons pu doper ces guides avec une concentration importante en erbium ou erbium-ytterbium. Il convient maintenant de caractériser l'activation optique des ions erbium en présence ou non d'ions ytterbium.

Dans ce chapitre, nous allons tout d'abord présenter l'étude de la luminescence de l'erbium dans les guides plans dopés en fonction des conditions de traitements thermiques qui permettent la diffusion et l'activation des ions erbium. La luminescence est également étudiée dans les guides canaux dans les conditions optimales de traitements thermiques. La durée de vie à $1.53 \mu m$ est déterminée dans les guides plans en fonction de la puissance d'excitation. Les mécanismes d'excitation sont par la suite présentés et commentés. Enfin, la luminescence de l'erbium est étudiée en fonction de la concentration d'ytterbium.

4.1 Étude de la luminescence des ions erbium en fonction des traitements thermiques

Les traitements thermiques sont nécessaires pour la diffusion et l'activation optique des ions terre rare. L'efficacité de la luminescence de l'Er à la température ambiante et pour une matrice donnée, dépend des températures et des durées de ces traitements thermiques. Par ailleurs, il a été démontré que l'Er présente une intense luminescence dans les matrices contenant de l'oxygène [32, 30]. Nous avons donc étudié l'influence des conditions des traitements thermiques sur la photoluminescence (PL) dans le cas de guides plans en silicium poreux en faisant varier la durée d'oxydation à 900°C d'une part et la température d'activation optique des ions erbium d'autre part.

4.1.1 Effet de la durée d'oxydation à 900°C

La variation de la durée d'oxydation à 900°C sous O_2 sert à optimiser une oxydation complète du silicium poreux pour laquelle l'environnement cristallin permet l'activation des ions erbium. Les échantillons ont été préalablement pré-oxydés à 300°C pendant une heure. Les échantillons dopés sont ensuite oxydés à 900°C sous O_2 pour différentes durées (5, 10, 30, 60 et 120 minutes). Cette étape est suivie d'un recuit à 1000°C sous N_2 pendant 2 heures.

Sur la figure 4.1 l'évolution de l'intensité de PL en fonction de la durée d'oxydation. Nous remarquons que l'intensité de PL augmente quand la durée d'oxydation à 900°C augmente pour atteindre une intensité de PL maximale pour une durée égale à 60 minutes. Pour des durées supérieures à celle-ci, l'intensité de PL diminue. Pour cette durée de 60 minutes, la transition $^4I_{13/2}$ à $^4I_{15/2}$ présente des sous pics qui sont relatifs à une occupation de sites privilégiés dans le réseau par les ions erbium.

Nous pensons que pour les faibles durées d'oxydation, la concentration d'erbium actif est faible parce qu'il existe peu d'ions erbium qui se lient avec les atomes de silicium et d'oxygène. Une augmentation de la durée d'oxydation, permet d'activer une quantité d'ions plus importante. En effet, une durée égale à une heure permet aux complexes Si-Er-O de se former en quantité acceptable [80]. Henley et al [81] ont montré que lors de l'oxydation de la couche poreuse dopée avec des ions Er suivie d'un recuit de diffusion à 1000°C sous N_2 , l'erbium s'incorpore dans le squelette de silicium de deux manières :

- une partie de l'erbium optiquement active s'incorpore dans le silicium qui contient de l'oxygène pour former des complexes Si-Er-O,

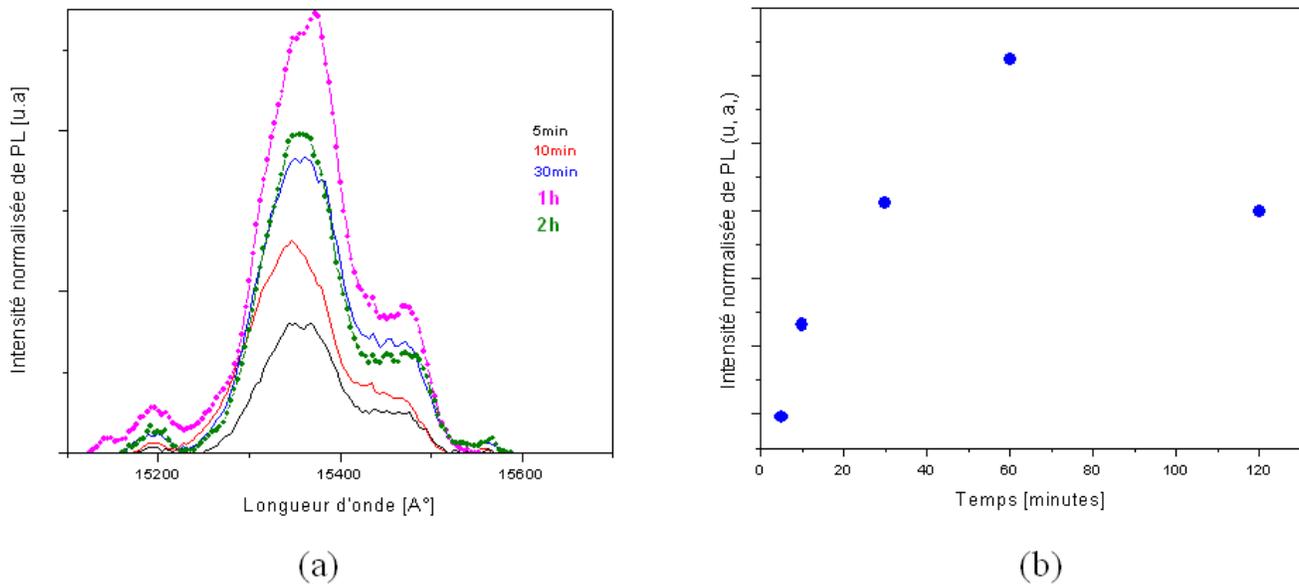


FIG. 4.1 – Effet de la durée d’oxydation à 900°C sur l’intensité de PL pour des durées de recuit égales à 5, 10, 30, 60 et 120 minutes (a) et l’intensité de PL normalisée en fonction de la durée d’oxydation (b)

– une deuxième partie inactive est formée par les complexes Er-Si.

Sous l’effet de l’oxydation, la taille des cristallites de Si (c-Si) diminue au profit du volume de SiO_x et au détriment de la porosité (figure 4.2 a). Ce volume de SiO_x permet d’améliorer le couplage entre le silicium, les ions erbium et l’oxygène. Ainsi, les sections efficaces d’absorption et d’émission augmentent ce qui induit une augmentation du signal de la PL.

La même tendance a été observée sur des nano-cristallites de Si dopé à l’erbium pour lesquelles la luminescence à $1,55\ \mu\text{m}$ augmente avec la durée de recuit [82]. Ces auteurs ont expliqué cette augmentation de l’intensité de PL par l’augmentation de la section efficace effective de l’Erbium dans les nc-Si pour lesquelles il y a un transfert d’énergie du nc-Si vers les ions Er^{3+} et une suppression de la recombinaison non radiative. En plus, les auteurs ont constaté également une augmentation de la durée de vie induisant une amélioration du couplage Er^{3+} -nc-Si.

Par contre, pour une durée d’oxydation égale à 120 minutes, l’intensité de PL diminue. Nous pensons que cette durée d’oxydation modifie la distribution de l’Er dans la matrice entraînant une distribution de l’erbium dans la matrice qui diminue l’intensité de la PL (figure 4.2 b).

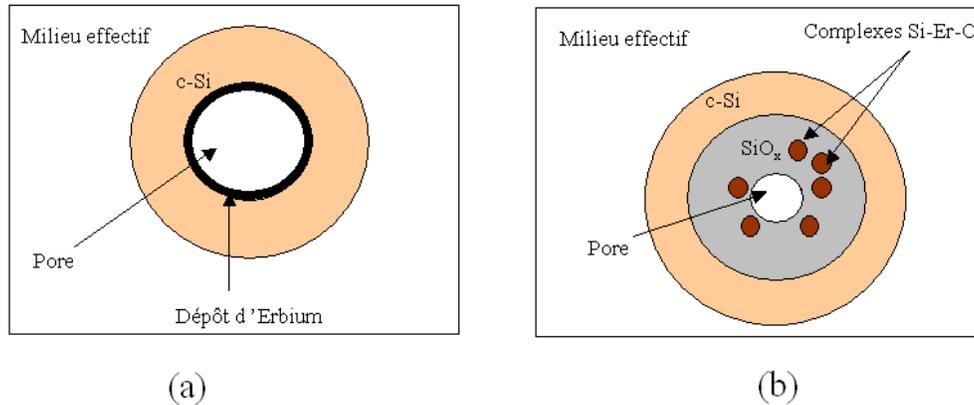


FIG. 4.2 – Schéma de la localisation de l'erbium actif par rapport aux cristallites de silicium et de SiO_x avant (a) et après (b) traitements thermiques

4.1.2 Effet du recuit sur l'activation des ions erbium

Le recuit thermique est nécessaire pour l'activation optique des ions terres rares. Dans notre cas, il est utilisé pour optimiser l'intensité de PL des ions erbium dans les guides. D'après le paragraphe précédent, nous avons montré qu'une durée d'oxydation égale à 1 heure à $900^\circ C$, permet d'avoir une importante luminescence des ions erbium. Dans ce paragraphe, nous avons étudié l'effet de la température de recuit sur la PL des guides plans dopés erbium. Pour cela, nous avons utilisé 3 températures d'activation des ions erbium égales à $900^\circ C$, $1000^\circ C$ et $1100^\circ C$ pendant 2 heures sous N_2 , après une oxydation à $900^\circ C$ pendant 1 heure sous O_2 . La figure 4.3 montre les spectres de PL des guides dopés après recuit pour différentes températures de recuit. L'optimisation du spectre de photoluminescence est obtenue après un recuit à $1000^\circ C$.

A cette température, l'intensité de PL est plus importante que pour les deux autres spectres correspondants aux recuits à $900^\circ C$ et $1100^\circ C$. Du point de vue structural, nous pensons qu'à cette température égale à $1000^\circ C$, les ions terres rares diffusent dans les cristallites de Si et occupent des sites privilégiés dans le réseau cristallin. La diffusion des ions erbium dépend de la température de recuit et elle est moins importante à $900^\circ C$. Nous pensons qu'à $900^\circ C$, la distribution des ions erbium ne correspond pas à une occupation privilégiée de ces sites. A $1000^\circ C$, la diffusion est plus importante et le nombre de sites occupés est plus important ce qui explique l'augmentation de PL. Cette température d'activation à $1000^\circ C$ est pratiquement la même que celle utilisée pour l'activation de l'erbium dans une matrice poreuse préparée à partir des substrats de types *P* et *N* ou encore dans le cas du silicium enrichi en oxyde de silicium [83, 84, 80].

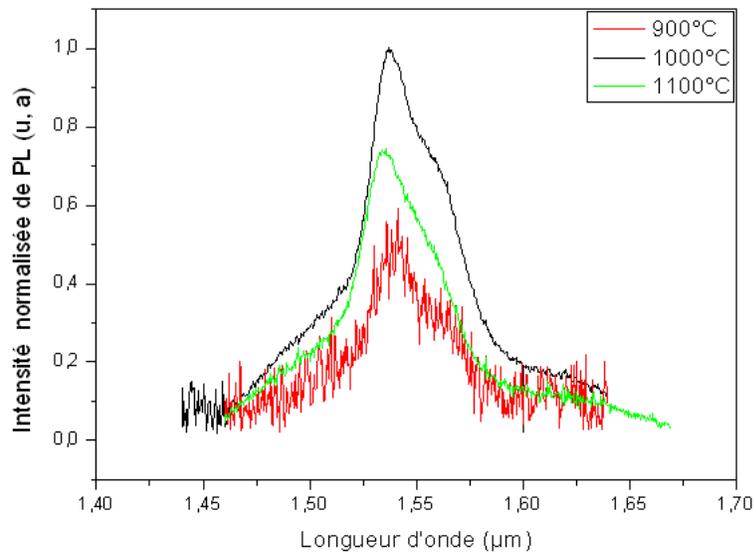


FIG. 4.3 – Effet de la température de recuit sur les spectres de PL des guides dopés erbium ($\lambda_{exc} = 488 \text{ nm}$) pour des températures de recuit égales à 900, 1000 et 1100°C et pour une même durée égale à 2 heures

Cette température d'activation des ions erbium est la même que pour d'autres ions terres rares comme l'euporium (Eu^{3+}) dans le silicium poreux, alors qu'elle est moins importante pour d'autres ions terres rares comme le terbium (Tb^{3+}) dans le silicium poreux (700°C) [85, 33]. A 1100°C, la structure poreuse coalesce due au phénomène de fluage de la silice (chapitre 3) entraînant une distribution différente des ions erbium qui diminue l'intensité de PL. Ainsi, à 900 et à 1100°C, nous pensons que les ions terres rares n'occupent pas préférentiellement les sites les plus favorables pour obtenir une intensité de PL importante.

4.2 Étude de la PL dans les guides plans et canaux dopés erbium

4.2.1 Étude de la luminescence des ions erbium

Après la préparation et le dopage des guides plans et canaux en silicium poreux oxydé, ces guides ont subi un traitement thermique comme il a été expliqué dans le chapitre 2 (oxydation à 900°C pendant 1 heure suivie d'un recuit à 1000°C pendant 2 heures). Nous avons analysé ces

guides par PL à la température ambiante pour une longueur d'onde d'excitation égale à 488 nm d'un laser Argon et pour une puissance égale à 150 mW . Sur la figure 4.4, nous présentons les spectres de PL pour un guide plan et un guide canal dans le domaine IR. Ces deux spectres présentent la même forme avec un maximum égal à $1,53 \mu\text{m}$ qui correspond à la transition ${}^4I_{13/2}$ vers ${}^4I_{15/2}$ de l'erbium. La présence de la luminescence de l'erbium à $1,55 \mu\text{m}$ prouve l'activation de ces ions dans la matrice poreuse. L'intensité de PL est plus importante dans le cas du guide plan parce que la surface excitée par le laser est plus importante que dans le cas des guides canaux. Le rapport entre la surface excitée du guide et celle d'excitation de la source laser est par référence égale à 1 dans le cas des guides plans tandis qu'il est de l'ordre de 3% dans le cas des guides canaux pour une ouverture de $300 \mu\text{m}$. Nous voyons également que pour les guides canaux, le spectre n'est pas bien résolu indiquant que les ions erbium n'occupent pas des sites cristallographiques bien définis dans la matrice. Nous rappelons également que la quantité d'Er dans les guides canaux est moins importante que dans le cas des guides plans (cf. chapitre 3) ce qui explique aussi une intensité de PL moins intense à $1,53 \mu\text{m}$.

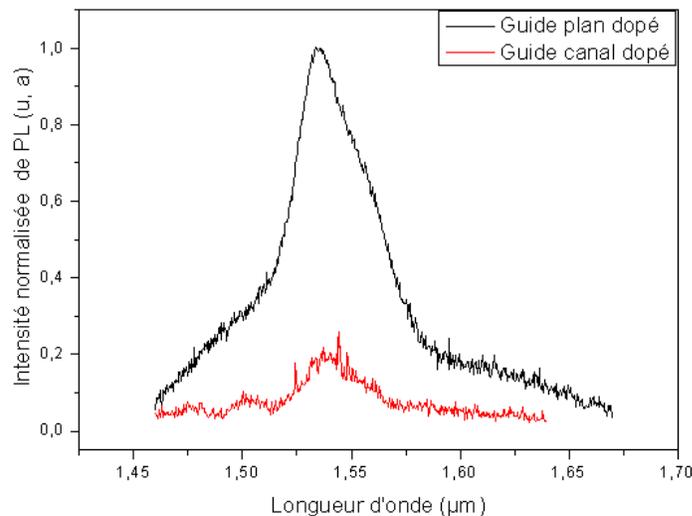


FIG. 4.4 – Spectres de PL de guides plan et canal (ouverture égale à $300 \mu\text{m}$), à la température ambiante ($\lambda_{exc} = 488 \text{ nm}$)

Nous avons ensuite étudié la luminescence des ions erbium à la température ambiante en fonction de la puissance d'excitation pour un guide plan et pour des guides canaux dopés. Les spectres relatifs au guide plan sont portés sur la figure 4.5.

Le maximum de ces pics est à $1,53 \mu\text{m}$ correspond à la transition ${}^4I_{13/2}$ à ${}^4I_{15/2}$ de l'ion

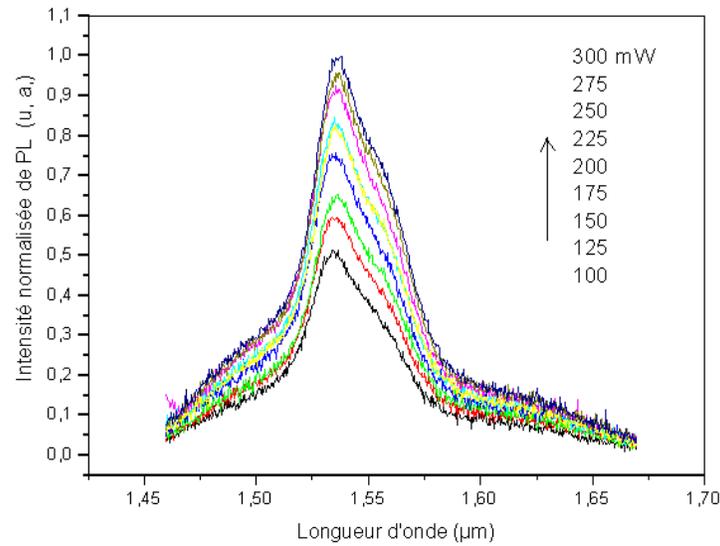


FIG. 4.5 – Spectres de PL d’un guide plan dopé erbium pour différentes puissances d’excitation

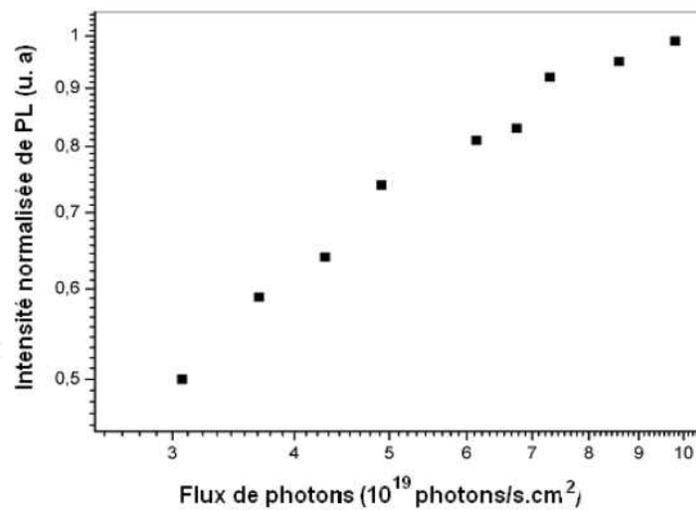


FIG. 4.6 – Evolution de l’intensité intégrée de PL à la température ambiante en fonction du flux de photons à 488 nm d’un guide plan dopé erbium

erbium. Nous notons que l’intensité de PL augmente avec la puissance d’excitation augmente, la même tendance est observée pour les guides canaux (figure 4.7). Dans les deux types de guides, les spectres ont la même forme. Par contre, comme nous l’avons montré ci-dessus, l’intensité de PL est plus importante pour les guides plans à cause notamment de la surface d’excitation qui est plus importante.

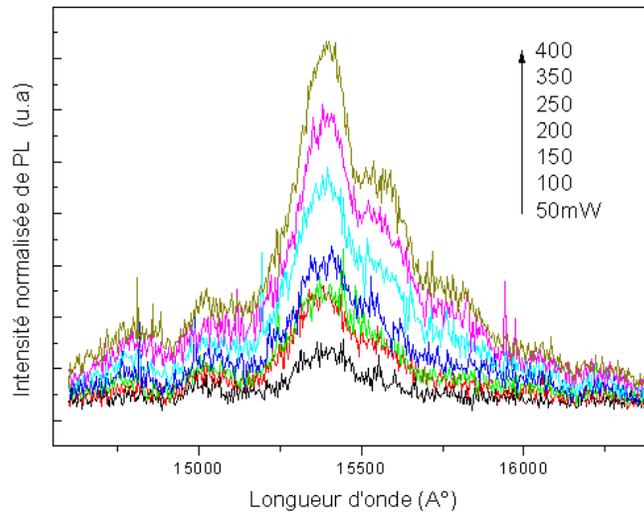


FIG. 4.7 – Spectres de PL d'un guide canal (ouverture égale à $300 \mu m$) dopé erbium

L'augmentation de l'intensité de PL avec la puissance d'excitation (50 à 400 mW) dans les deux cas est expliquée par l'augmentation du nombre d'ions erbium excités. Dans le cas des guides plans, nous avons tracé sur la figure 4.6 la variation de l'intensité de PL normalisée en fonction du flux de photons. Sur cette figure, nous remarquons que l'intensité de PL normalisée augmente d'abord linéairement traduisant ainsi que le nombre d'ions erbium actifs augmente linéairement avec la puissance d'excitation. Ensuite, pour des puissances plus importantes, le nombre d'ions Erbium excités commence à être constant montrant un début d'effet de saturation.

4.2.2 Étude de la PL résolue en temps (PLRT) pour un guide plan

L'étude du temps de déclin de l'intensité de PL des ions erbium a fait l'objet de plusieurs études du fait de son importance pour les applications en optoélectronique notamment dans le cas des fibres EDFA ainsi que pour les diodes électroluminescences.

Le silicium poreux est un système caractérisé par une distribution non uniforme de la taille et de la forme des cristallites. Les vitesses de recombinaison des processus de relaxation sont étendues sur plusieurs temps, nous pouvons donc dire que la matrice est un système désordonné. Dans le cas des guides d'onde en silicium poreux dopé, la présence d'erbium présente également par ce fait une distribution non uniforme. Celle-ci donne lieu à un effet de désordre supplémentaire qui s'ajoute à celui du silicium poreux. Nous avons étudié l'évolution de la durée de vie de la transition ${}^4I_{13/2}$ à ${}^4I_{15/2}$ en fonction de la puissance d'excitation. La figure 4.8 représente

l'évolution des déclin de luminescence pour différentes puissances d'excitation à 488 nm. Les mesures montrent que les formes des déclin de la PL ne sont pas exponentielles. Le désordre et les différents sites occupés par les ions erbium en plus des mécanismes d'excitation sont supposés être à l'origine de ce comportement [86, 87, 88, 89]. Les déclin de l'intensité de PL ont été décrits par une fonction non exponentielle donnée par la loi suivante :

$$I(t) = I_0 \exp\left(-\left(\frac{t}{\tau}\right)^\beta\right) \quad (4.1)$$

où β est le facteur de forme compris entre 0 et 1. Ce facteur caractérise la distribution des durées de vie dans un système. En effet, plus le système est désordonné, plus β est faible c'est à dire le déclin est écarté de l'exponentielle simple. Le cas où $\beta = 1$ correspond à un déclin en exponentielle simple relative à un système à 2 niveaux d'énergie pour lequel l'évolution temporelle de l'intensité de PL est décrite par un seul temps de recombinaison τ .

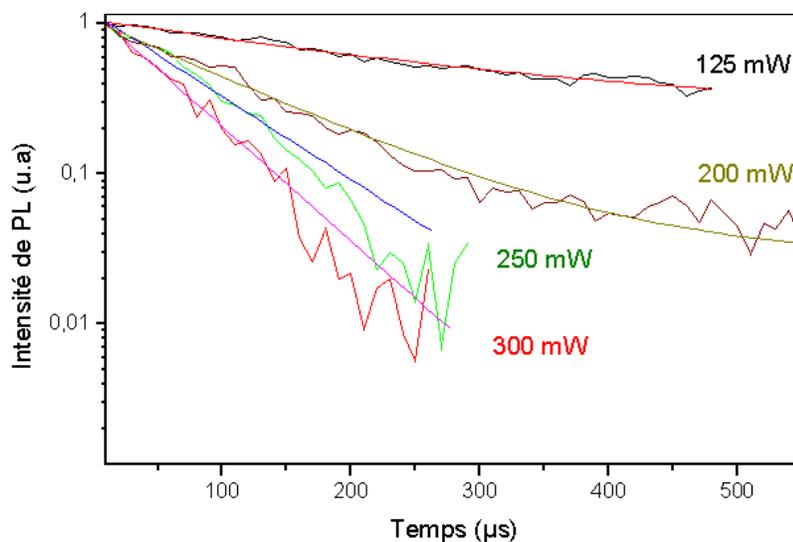


FIG. 4.8 – Variation du temps de déclin de photoluminescence à 1,53 μm correspondant à la transition ${}^4I_{13/2}$ à ${}^4I_{15/2}$ à la température ambiante dans le cas d'un guide plan pour différentes puissances d'excitation

Sur la figure 4.9, nous représentons la variation de la durée de vie en fonction de la puissance d'excitation.

Les valeurs des durées de vie et des facteurs de forme β déduites de l'ajustement des déclin par la relation 4.1 sont résumées dans le tableau 4.1 :

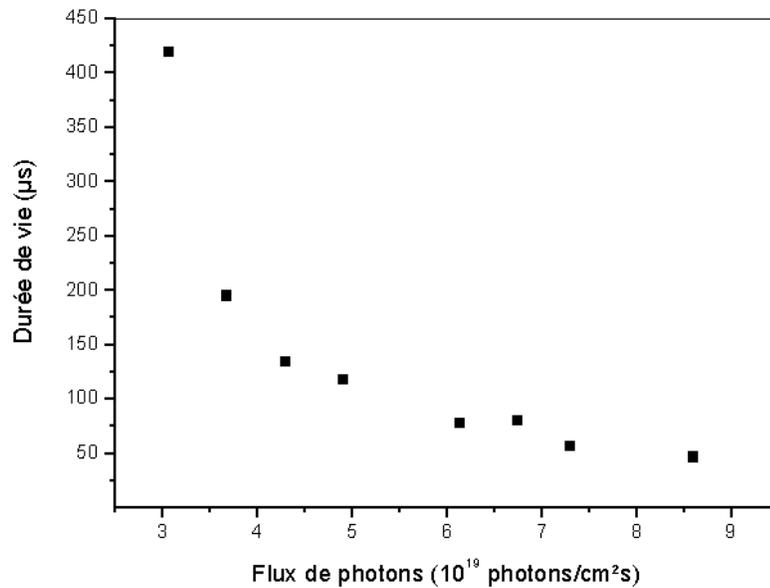


FIG. 4.9 – Déclin de la PL à $1,53 \mu m$ pour différentes puissances d'excitation à $488 nm$ dans le cas d'un guide plan

Puissance (mW)	τ (μ s)	β
125	415,3	0,83
200	118	0,95
250	78,5	1,0
300	57	1,0

TAB. 4.1 – Evolution de la durée de vie τ et du facteur de forme β en fonction de la puissance d'excitation

Pour les puissances d'excitation, jusqu'à $200 mW$, les déclins de luminescence sont ajustés par une exponentielle étirée où $\beta < 1$ et la durée de vie diminue quand la puissance augmente. L'évolution de β est liée à la distribution des durées de vie du niveau excité des ions erbium dans la matrice. En effet, pour les faibles puissances, les ions n'occupent pas des sites privilégiés dans les cristallites de silicium, donc leurs présences ne sont pas ordonnées et l'énergie séparant la transition étudiée varie dans une gamme plus large.

Pour des puissances supérieures à $200 mW$, les déclins sont ajustés par une exponentielle simple avec un facteur de forme β égal à 1. Donc, ces ions sont activés et occupent préférentiellement des sites privilégiés dans les cristallites de Si. Leur présence dans la matrice de Si peut être qualifiée d'ordonnée et donc les mêmes écarts énergétiques des transitions existent pour tous

les ions. Nous nous rapprochons ainsi d'un système à deux niveaux d'énergie et par la suite le déclin est une exponentielle simple avec un facteur de forme égal à 1.

4.2.3 Mécanismes d'excitation des ions erbium

Plusieurs travaux ont été présentés pour expliquer les mécanismes d'excitation des ions erbium pour obtenir la luminescence à $1,55 \mu m$. En effet, les auteurs se sont d'abord intéressés au silicium cristallin (Si-c) dopé Erbium [78]. Ensuite, le dopage du silicium poreux par les ions erbium a suscité beaucoup d'intérêt pour mieux comprendre les mécanismes d'excitation des ces ions [88, 32].

Dans un premier temps, nous allons déterminer la concentration d'erbium actif dans le cas d'un guide plan. Sur la figure 4.10, nous représentons le spectre de PL d'un guide plan ainsi que le déclin de luminescence à $1,53 \mu m$. Ce spectre correspond à un nombre d'ions erbium actifs N_2 (sur le niveau métastable $^4I_{13/2}$) dans la matrice dans laquelle la concentration initiale d'erbium est $N_{Er} = 11 \cdot 10^{20} cm^{-3}$ mesurée par EDX.

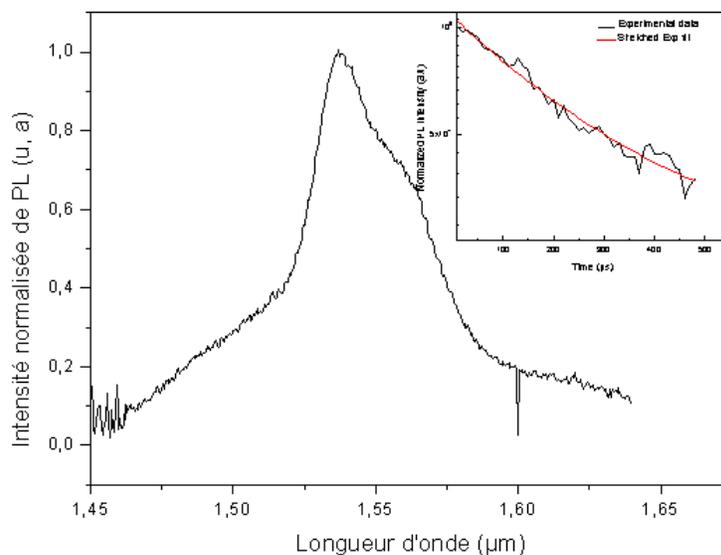


FIG. 4.10 – Spectre de PL d'un guide plan dopé ainsi que le déclin de luminescence à $1,53 \mu m$, les deux spectres sont obtenus pour une même puissance d'excitation

Dans ce cas, la densité des ions erbium actifs dans le guide est donnée par la relation suivante [82, 90] :

$$N_2 = N_{Er} \sigma_{488} \tau_{PL} \Phi \quad (4.2)$$

où σ_{488} est la section efficace d'excitation à 488 nm qui est égale à $8 \cdot 10^{-21} \text{ cm}^2$ [91] et τ_{PL} est la durée de vie des ions erbium égale à $57 \mu\text{s}$ dans notre cas. La densité d'erbium excitée N_2 dans le guide est estimée à $7.3 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ pour un flux Φ d'excitation égal à $9.8 \cdot 10^{19} \text{ phot/cm}^2 \cdot \text{s}$. Le pourcentage des ions erbium excités à cette puissance correspond seulement à 0.07 % de la concentration totale des ions dans le guide. Cette valeur est faible par rapport aux valeurs trouvées dans des guides à base de nanocristallites de Si dopés Er dont la matrice est proche de celle du silicium poreux oxydé [82]. Dans ces guides en nanocristallites de Si dopés erbium, le pourcentage des ions erbium actifs est égal à 3.2 % ($1.4 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$) pour une puissance de $1,4 \cdot 10^{19} \text{ phot/cm}^2 \cdot \text{s}$. Cette même valeur a été trouvée par d'autres auteurs [90]. Le pourcentage maximal d'erbium actif sur ces guides atteint 7 % à la puissance de saturation. Cette faible quantité d'ions erbium actifs est expliquée par les trois hypothèses suivantes :

- Les cristallites de silicium n'excitent qu'une quantité très faible d'ions erbium
- Un faible couplage entre les ions erbium et les cristallites de silicium dépendant de la distribution spatiale de l'erbium qui est dans notre cas inhomogène
- La présence des mécanismes non radiatifs qui interviennent comme la luminescence coopérative (up-conversion), la présence des défauts dans la matrice, l'absorption des états excités et la désexcitation par l'effet Auger.

Nous allons discuter par la suite ces trois points afin d'expliquer les mécanismes d'excitations qui ont donné lieu à une faible concentration d'ions Erbium actifs. D'après la figure 4.5, nous avons montré que l'intensité de PL augmente linéairement en fonction de la puissance d'excitation. Ainsi, les ions erbium sont excités directement par absorption de l'énergie de la pompe à 488 nm et le transfert d'excitation des cristallites de Si vers les ions erbium est pratiquement négligeable. Contrairement au silicium poreux de type P^+ , le silicium de type P est luminescent dans le PIR qui coïncide avec la bande d'absorption des ions erbium à 980 nm [32]. Il se produit donc un transfert d'excitation des cristallites de silicium vers les ions erbium à 980 nm.

Après le dopage et les traitements thermiques des guides, l'erbium s'incorpore dans le squelette de Si sous deux formes. La première forme est active, constituée de complexes Si-O-Er et une deuxième inactive est formée par des liaisons Si-Er [83]. Donc nous pouvons dire que l'oxygène est essentiel pour l'activation des ions erbium dans la matrice. Mais comme l'oxydation est pratiquement totale, ceci n'explique pas la faible concentration d'erbium actif.

D'après l'étude de la PL résolue en temps pour différentes puissances d'excitation, nous avons montré que la durée de vie diminue quand la puissance augmente. Ces valeurs de durée de vie sont inférieures à celles trouvées dans la littérature comme dans le cas de silicium poreux (type P) où la durée de vie dans ce système est de l'ordre de 1 ms [88] et peut atteindre 8 ms dans le cas des nanocristallites de Si dopés erbium [83]. La décroissance de la durée de vie est expliquée par le mécanisme de la luminescence coopérative "cooperative up-conversion" [78, 83, 92] qui est basée sur le transfert d'énergie entre 2 ions voisins dans l'état excité $^4I_{13/2}$. Le premier ion se désexcite sur le niveau fondamental $^4I_{15/2}$ et transfère une partie de son énergie à l'ion voisin de sorte qu'il passe au niveau $^4I_{9/2}$ (Figure 4.11). En augmentant la puissance d'excitation, la concentration des ions erbium dans le premier état excité $^4I_{13/2}$ augmente, on aura une formation de paires d'ions excités. Pour chaque paire, un ion erbium se désexcite sur le niveau $^4I_{15/2}$ et transfère une partie de son énergie à son voisin pour le faire passer au niveau $^4I_{9/2}$. Donc cette diminution de la durée de vie radiative τ_{rad} est suivie d'une augmentation de l'intensité de PL selon l'équation suivante :

$$I_{PL} \propto [Er] \frac{\tau}{\tau_{rad}} \quad (4.3)$$

Comme l'indice de réfraction de la couche guidante est constant, la durée de vie radiative peut être écrite sous la forme [79] :

$$\frac{1}{\tau_{rad}} = \frac{8\pi n^2}{c^2} \int \nu^2 \sigma_{em}(\nu) d\nu \quad (4.4)$$

avec

$$\sigma_{em}(\nu) = \sigma_{ab}(\nu) \exp \frac{\epsilon - h\nu}{K_B T} \quad (4.5)$$

D'après ces formules, la diminution de la durée de vie induit une augmentation de la section efficace d'absorption σ_{abs} et par la suite celle d'émission σ_{em} (équation).

D'autres mécanismes non radiatifs peuvent influencer sur la luminescence des ions erbium à travers la variation de la durée de vie, comme la présence des défauts dans la matrice [93, 66] ou

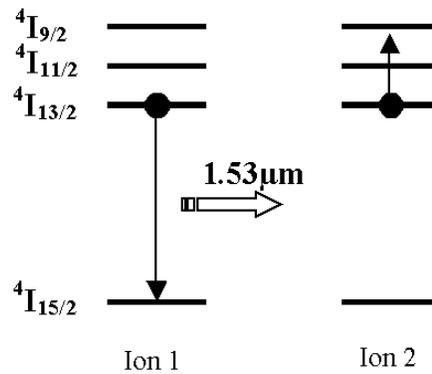


FIG. 4.11 – Représentation schématique de la luminescence coopérative (cooperative up-conversion)

l'effet Auger [92] entre un ion Er à l'état excité ${}^4I_{13/2}$ et les cristallites de silicium ou l'absorption dans l'état excité [94].

4.3 Étude de la PL de guides plans codopés Er-Yb en fonction de la concentration d'Yb

Nous avons montré que l'introduction d'une concentration importante d'erbium dans le guide a pour effet une augmentation des transferts d'énergie entre les ions Er^{3+} , ce qui conduit à une diminution de la durée de vie du niveau ${}^4I_{13/2}$. Donc une solution consiste à augmenter l'absorption de la lumière émise par la pompe en jouant sur la valeur des sections efficaces d'absorption, par l'utilisation d'un codopage ytterbium-erbium. Dans cette partie, nous allons étudier l'effet du codopage sur la luminescence des ions erbium. L'étude des mécanismes d'excitation dans les guides codopés sera par la suite présentée et discutée.

4.3.1 Étude de la luminescence des ions erbium-ytterbium

Sur la figure 4.12, les spectres de la PL à température ambiante de guides plans codopés erbium-ytterbium sont présentés pour différents rapports de codopage T . Pendant le dopage de ces guides, on a fait varier la concentration des ions ytterbium dans la solution comme il a été indiqué dans le chapitre 3. Le maximum de ces pics de PL est situé à $1,53 \mu m$, ce qui correspond à la transition ${}^4I_{13/2}$ à ${}^4I_{15/2}$ des ions erbium. Nous remarquons que l'intensité de

la PL augmente quand la concentration des ions ytterbium augmente dans la solution. Cette intensité est maximale quand la concentration de l'ytterbium est trois fois plus importante.

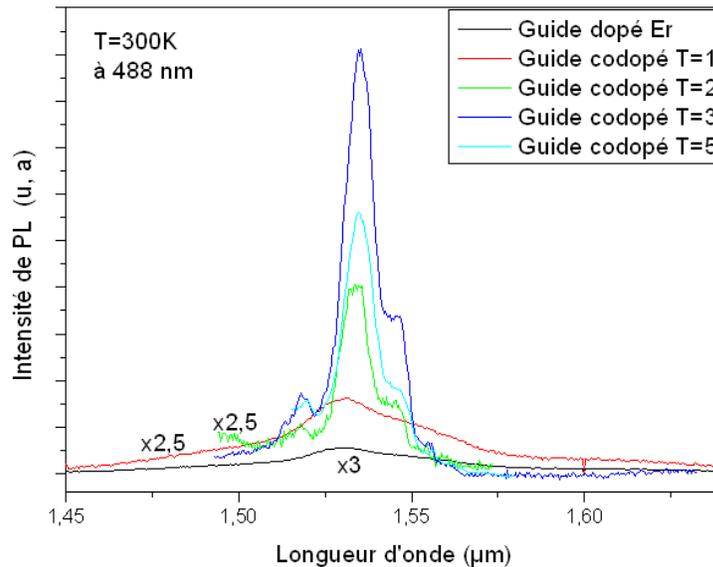


FIG. 4.12 – Spectres de PL des guides dopés avec différentes concentrations d'ytterbium à 1,53 μm

Ces mêmes échantillons ont été étudiés au voisinage de 980 nm pour l'émission de l'ytterbium (figure 4.13), nous remarquons que la luminescence de l'ytterbium à 980 nm diminue quand sa concentration augmente par rapport à l'échantillon dopé ytterbium tout seul. Nous remarquons la bonne correspondance entre les spectres à 980 nm et à 1,53 μm . L'intensité de PL est minimale à 980 nm pour $T = 3$ tandis qu'elle est maximale à 1,53 μm . L'augmentation de la luminescence à 1,53 μm au détriment de celle à 980 nm prouve l'efficacité du transfert Yb^{3+} à Er^{3+} et montre une augmentation de la densité de population sur le niveau $^4I_{11/2}$ de l'ion Er^{3+} . Ceci est expliqué par le fait qu'il existe un recouvrement spectral entre l'émission des ions ytterbium (ions donneurs) et l'absorption des ions erbium (ions accepteurs). Les processus de transferts non radiatifs existent entre les deux types d'ions et entre deux ions voisins de même type.

Le système est excité à la longueur d'onde de 488 nm . Les photons excitateurs sont absorbés par l'ytterbium induisant la transition $^2F_{7/2}$ à $^2F_{5/2}$, comme le montre la figure 4.14. Si l'un des ions Er^{3+} est suffisamment proche d'un ion Yb^{3+} , l'énergie peut alors lui être transférée sur le niveau $^4I_{11/2}$. Par relaxation non radiative, l'ion Er^{3+} , revient sur le niveau $^4I_{13/2}$. Par l'intermédiaire des ions Yb^{3+} la densité de population sur le niveau $^4I_{13/2}$, niveau métastable de

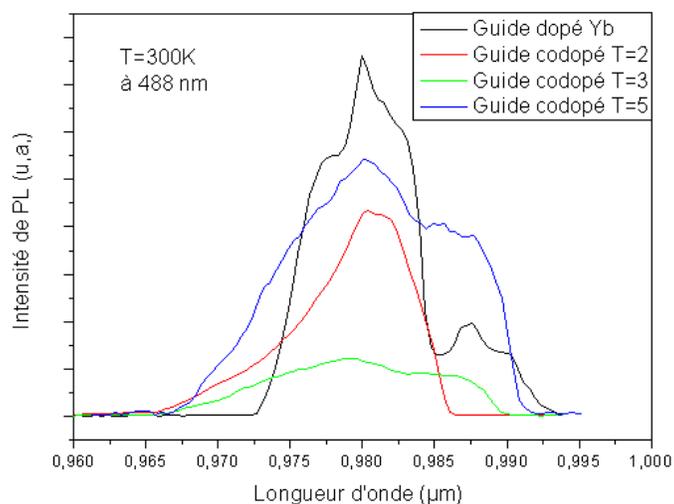


FIG. 4.13 – Spectres de PL des guides dopés avec différentes concentrations d'ytterbium à 980 nm

l'ion Er^{3+} , augmente ce qui entraîne une augmentation de la luminescence à 1,53 μm .

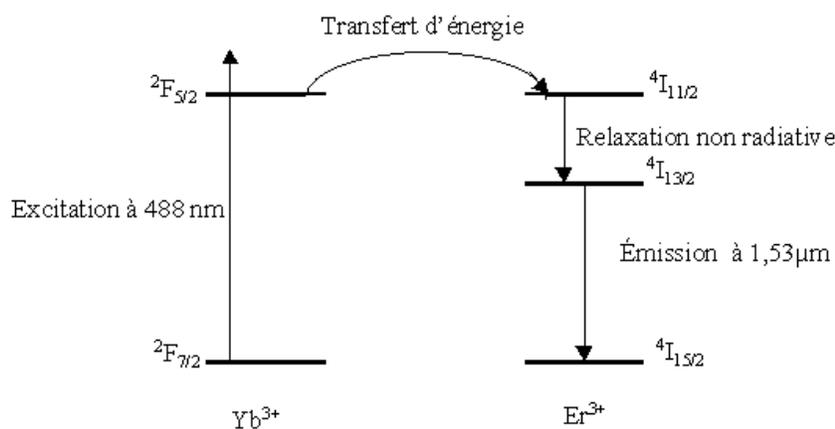


FIG. 4.14 – Schéma du transfert d'énergie de Yb^{3+} à Er^{3+}

4.3.2 Étude de la PL des guides codopés en fonction de la puissance d'excitation

D'après les spectres de luminescence des échantillons codopés, l'intensité de PL à 1,53 μm est plus importante pour $T = 3$. Pour cela, nous avons étudié la variation de l'intensité intégrée

de la PL en fonction de la puissance d'excitation à 488 nm. Sur la figure 4.15, l'intensité de la PL croît quand la puissance d'excitation augmente (de 100 à 400 mW). Donc, nous pouvons dire que le nombre de photons émis est proportionnel aux nombres de centres actifs des ions erbium. Sur la figure 4.16, l'intensité intégrée de PL augmente linéairement avec la puissance. Ceci est expliqué par le fait qu'il n'y a pas de transfert d'énergie de la matrice vers les ions erbium. Par contre comme nous l'avons montré au-dessus, le transfert de l' Yb^{3+} à Er^{3+} existe toujours.

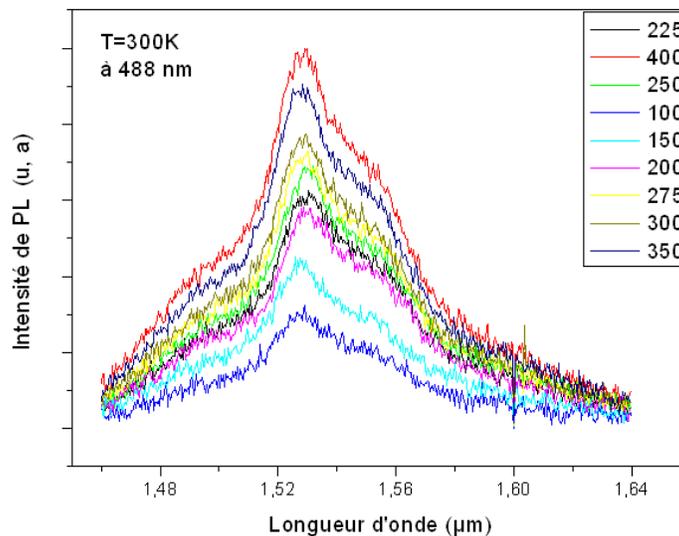


FIG. 4.15 – Étude de la PL en fonction de la puissance d'excitation pour un guide plan codopé ($T = 3$)

Le codopage Er^{3+}/Yb^{3+} a donc été étudié afin d'augmenter l'efficacité de l'absorption à la longueur d'onde de pompe égale à 980 nm, comme il a été démontré précédemment. L'ion Yb^{3+} absorbe efficacement dans ce domaine spectral. Le déclin de la PL à 1,53 μm des ions Er^{3+} dans le guide d'onde codopé montre que la durée de vie augmente considérablement par rapport à la durée de vie des ions Er dans un guide. Cette augmentation de la durée de vie des ions Er en présence de l'Yb prouve l'existence d'un transfert d'énergie entre ces ions. En fait, la durée de vie de l'accepteur augmente en présence du donneur. En effet, l'intensité des pics de PL relatifs aux ions Er et leur durée de vie augmente considérablement quand l'ion Yb contribue à l'émission. Par contre la durée de vie des ions Yb diminue. Donc à 1,53 μm, la concentration des ions Er actifs (sur le niveau $^4I_{13/2}$) dans un guide codopé augmente par rapport à un guide dopé car d'après la relation et pour la même puissance d'excitation, les paramètres qui influent sur l'augmentation de N_2 sont la durée de vie et la section efficace d'excitation.

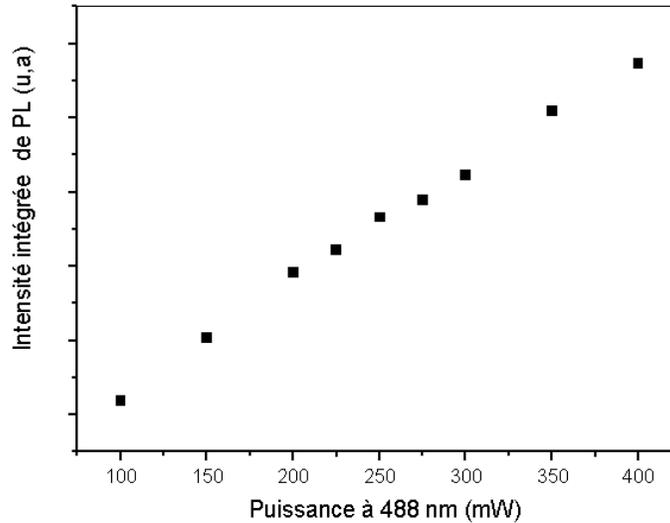


FIG. 4.16 – Évolution de l’intensité intégrée de PL en fonction de la puissance d’excitation pour un guide plan codopé ($T = 3$)

4.4 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons montré qu’une oxydation à 900°C pendant une heure suivie d’un recuit à 1000°C pendant 2 heures permet d’avoir la meilleure luminescence des ions erbium. Pour ces traitements, nous avons remarqué que la luminescence augmente avec la puissance d’excitation, ce qui prouve que ces ions sont excités directement par absorption de l’énergie d’excitation. En même temps, cette augmentation de la luminescence est suivie d’une réduction de la durée de vie qui est expliquée par la présence de la luminescence coopérative. Cependant, la concentration des ions erbium actifs déterminée à partir de la puissance maximale d’excitation de l’ordre de 0.07%.

Pour augmenter la quantité d’erbium active, nous avons étudié l’effet du codopage avec différentes concentrations d’ytterbium. Cette étude a montré que pour $T = 3$ nous avons une luminescence intense et par la suite, la concentration des ions erbium actifs a été augmentée par la présence du transfert d’énergie de l’ytterbium vers l’erbium. La connaissance de ces paramètres (traitements thermiques, taux de codopage, et concentration des ions erbium actifs) nous permet par la suite d’espérer obtenir un gain à $1,53\ \mu\text{m}$.

Chapitre 5

Caractérisation des guides d'onde amplificateurs

Après l'élaboration des guides d'onde plans et canaux, ceux-ci sont étudiés dans l'objectif de réaliser un amplificateur optique à $1,55 \mu m$. Nous avons étudié ces guides en observant les champs proches des modes guidés et en mesurant les pertes optiques sur ces structures après les traitements thermiques. Ces résultats seront discutés par la suite.

Enfin, les mesures d'amplification optique en fonction de la puissance de la pompe, de la longueur d'onde du signal et de la longueur des guides sont présentées et les résultats sont discutés.

5.1 Observations en champ proche et mesures des pertes

5.1.1 Étude des guides plans

5.1.1.1 Études qualitatives de la propagation de la lumière

Nous représentons sur la figure 5.1 (a) une image dans l'infrarouge de la lumière diffusée à la surface d'un guide plan non dopé après les traitements thermiques. Cette image montre que la propagation de la lumière à l'intérieur du guide est homogène, le faisceau est faiblement divergent. Dans certains cas, ce faisceau est formé par plusieurs rayons le long de l'axe de la propagation. L'analyse à 3 dimensions de la lumière diffusée, présentée sur la figure 5.1b, montre une décroissance exponentielle de l'intensité. Cette décroissance exponentielle de l'intensité en fonction de la distance le long de l'axe de la propagation est représentée sur la figure 5.1c. Ce même comportement est observé sur les guides dopés, sauf que la présence de résidu de dopants

à la surface de l'échantillon crée des centres qui diffusent de la lumière de façon très importante à certains endroits de l'échantillon. Ce qui rend quelques fois difficile l'exploitation des images de la lumière diffusée.

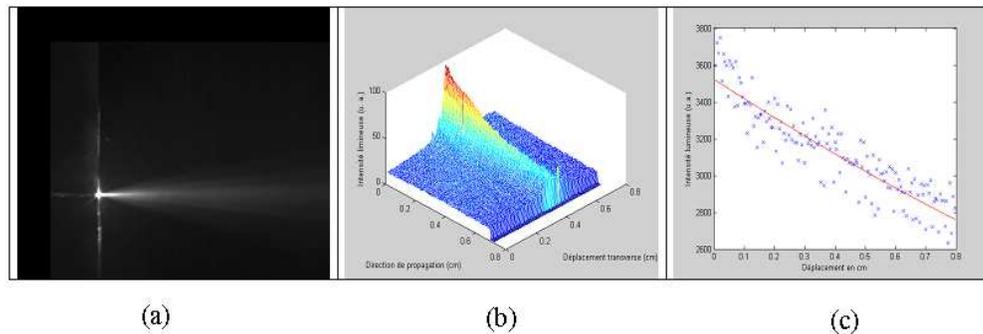


FIG. 5.1 – Image de la lumière à $1,55 \mu m$ diffusée par la surface d'un guide en silicium poreux non dopé après les traitements thermiques (a), Intensité de la lumière diffusée par la surface vue en 2 dimensions (b) et Intensité de la lumière diffusée par la surface en fonction de la distance de propagation (c)

Des observations en champ proche à $1,55 \mu m$ ont été effectuées à la sortie de guides non dopés, dopés Erbium et codopés Erbium-Ytterbium après les différents traitements thermiques. Dans les trois cas, nous remarquons que le profil du champ à la sortie des guides est quasiment identique ; un exemple est présenté à la figure 5.2. Nous observons une continuité de zones d'intensité élevée. Sur quelques guides, nous observons des zones d'intensité plus élevée séparées par celles d'intensité plus faible. Dans ce cas, ces zones sont très distinctes les unes des autres et représentent un phénomène d'interférence de la lumière propagée dans les guides (figure 5.2 a). Le même phénomène a été observé sur de guides plans en cristaux liquides [95]. Sur la figure 5.2 c nous représentons la lumière se propageant le long de l'axe vertical.

Les modes guidés pouvant exister dans chaque cas sont directement liés au contraste d'indice et à l'épaisseur de la couche guidante. Le nombre de modes dans ces guides peut être calculé [96] à partir des couples d'indices après anodisation, dopage et traitements thermiques en supposant que la couche de confinement est infinie et en résolvant l'équation de dispersion.

Nous représentons dans le tableau 5.1, les résultats obtenus pour des guides en silicium poreux oxydé selon l'axe transversal de la couche guidante pour une épaisseur de $3 \mu m$ à $980 nm$ et $1,55 \mu m$. Ce calcul montre que les guides sont toujours multimodes quelle que soit la longueur d'onde, avec moins de modes à $1,55 \mu m$ qu'à $980 nm$ (annexe 2).

Par ailleurs, les observations en champs proche des modes guidés en sortie des guides à

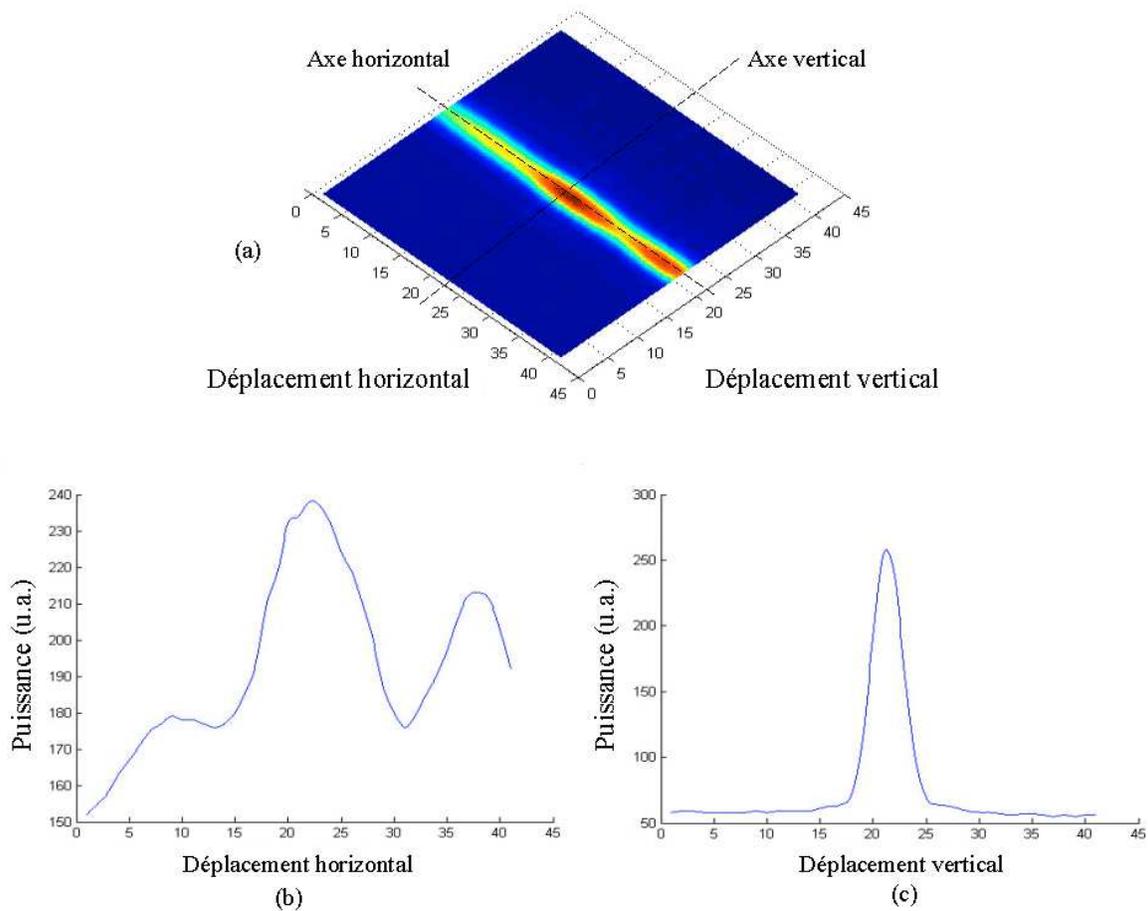


FIG. 5.2 – Observations en champ proche de la lumière transmise en sortie d'un guide plan dopé après traitements thermiques : vue à 2 dimensions (a) ; Profils d'intensité suivant l'axe horizontal (b) et selon l'axe vertical (c) à $1,55 \mu m$ pour un guide plan dopé erbium après les traitements thermiques (unité des axes en nombre de pixel)

	980 nm	1,55 μm
Après anodisation	5	3
Après dopage	5	3
Après les traitements thermiques	3	2

TAB. 5.1 – Nombre de modes calculés pour une épaisseur de $3 \mu m$ pour deux longueurs d'onde ($980 nm$ et $1,55 \mu m$) d'un guide plan en silicium poreux après anodisation, dopage et les traitements thermiques

$1,55 \mu m$ permettent de déterminer de façon expérimentale le nombre de modes. Le profil du champ proche suivant l'épaisseur de la couche guidante, pour un guide dopé après les traitements

thermiques, est représenté à la figure 5.2 b. Ce profil présente un seul pic qui correspond au mode fondamental dont le diamètre ($1/e^2$) est d'environ $3,5 \mu m$. Nous avons vu que le résultat des calculs montre, dans la direction verticale, que le nombre de modes guidés qui peuvent exister est égal à 2 dans ces conditions. Dans la mesure où l'injection de lumière est symétrique par rapport au plan de la couche, la majorité de la lumière va être couplée dans le mode fondamental. D'où, nous pouvons dire qu'à $1,55 \mu m$, ces guides sont monomodes suivant l'épaisseur de la couche guidante (direction de confinement). En même temps le nombre de modes calculés est plus élevé dans les guides avant les traitements thermiques car le contraste d'indice est plus important.

5.1.1.2 Étude des pertes optiques

Après avoir déterminé le profil du champ en sortie du guide en fonction des axes horizontal et vertical, nous allons maintenant présenter et discuter les pertes optiques pour les guides plans en silicium poreux, dopés erbium et codopés erbium-ytterbium après les traitements thermiques. Comme nous l'avons déjà expliqué au chapitre 2, les pertes optiques sont déterminées par analyse de la lumière diffusée à la surface des guides.

D'abord, nous allons présenter les pertes dans le cas des guides non dopés et dopés erbium après les traitements thermiques. Les résultats sont présentés dans le tableau 5.2. Après les traitements thermiques, la propagation de la lumière dans les guides dopés est observée quelle que soit la longueur d'onde. Nous rappelons que ces résultats sont des valeurs moyennes obtenues à partir d'un grand nombre d'échantillons et de mesures.

	Guide non dopé	Guide dopé
Pertes à 980 nm (dB/cm)	$1,0 \pm 0,3$	$1,2 \pm 0,6$
Pertes à $1,55 \mu m$ (dB/cm)	$0,7 \pm 0,3$	$1,1 \pm 0,3$

TAB. 5.2 – Mesures des pertes optiques en fonction de la longueur d'onde pour les guides plans en silicium poreux non dopés et dopés erbium, après les traitements thermiques

Les pertes optiques mesurées à $1,55 \mu m$ sont de l'ordre de $0,7 \text{ dB/cm}$ et elles augmentent légèrement après le dopage. La même tendance est observée à 980 nm . En même temps, nous pouvons constater que ces pertes optiques sont légèrement plus faibles à $1,55 \mu m$. Les valeurs de pertes pour les guides non dopés sont du même ordre de grandeur que les valeurs publiées par P. Pirasteh et al [31]. Par ailleurs, les pertes pour les guides dopés erbium sont de l'ordre de $1,1 \text{ dB/cm}$. Cette valeur est plus faible que celle publiée par M. Balucani et al [40] dans le cas de

guides en silicium poreux dopés erbium réalisés à partir de Si de type N^+ et qui est de l'ordre de 7 dB/cm.

Pour interpréter ces résultats expérimentaux, nous avons analysé les pertes optiques notées α dans ces guides qui peuvent être attribuées en général à 4 processus qui s'écrivent selon l'équation :

$$\alpha = \alpha_{abs} + \alpha_{rad} + \alpha_{vol} + \alpha_s \quad (5.1)$$

où α_{abs} sont les pertes par absorption à une longueur d'onde donnée, α_{rad} sont les pertes dues aux modes à fuite, α_{vol} sont les pertes par diffusion de volume et α_s sont les pertes dues à la rugosité des interfaces.

Dans notre cas, l'épaisseur de la couche de confinement est suffisamment élevée pour que les pertes dues aux modes à fuites soient négligeables (de l'ordre de 10^{-4} dB/cm) [97]. En plus, après les traitements thermiques, l'absorption du silicium poreux oxydé est négligeable [98]. Donc, les pertes peuvent être attribuées à la diffusion de volume et à celle de surface. Les pertes de diffusion de volume sont causées par les fluctuations de la constante diélectrique dans le matériau. Selon l'origine de ces fluctuations, la diffusion qui en résulte est de type Brillouin, Raman ou Rayleigh. Concernant la diffusion de surface, elle a principalement pour origine des défauts aléatoires sous forme d'irrégularités qui forment la rugosité.

Pour les guides en silicium poreux oxydé à $1,55 \mu m$, les pertes de diffusion de volume sont négligeables [99]. Donc nous pouvons dire que les pertes dans les guides non dopés sont dues principalement à la rugosité qui est prépondérante dans l'infrarouge. Pour les guides dopés, l'augmentation des pertes par rapport aux guides non dopés est due d'une part à l'augmentation de la rugosité à l'interface air/couche poreuse créée par la présence d'erbium à la surface et d'autre part à l'absorption de l'erbium à $1,55 \mu m$.

Dans le cas des guides plans codopés erbium-ytterbium, nous avons étudié les pertes en fonction du rapport des concentrations $T = \frac{[Yb]}{[Er]}$. La mesure des pertes optiques à 980 nm n'a pas pu être effectuée du fait de la très forte absorption de l'ytterbium à cette longueur d'onde. En effet, l'ytterbium présente une section efficace d'absorption très importante à 980 nm qui s'ajoute à celle de l'erbium, ce qui a pour conséquence une atténuation totale de la lumière sur une très courte distance de propagation. L'analyse de la lumière diffusée sur une telle distance ne peut donc pas être quantifiée de façon fiable. Par contre, la propagation de la lumière à $1,55 \mu m$

est observée dans cette structure. Les résultats des mesures sont reportés dans le tableau 5.3. Les pertes optiques pour les 4 rapports de codopage T sont comparables et sont légèrement supérieures à celles obtenues pour les guides dopés erbium. Cette augmentation est probablement liée à une augmentation de la rugosité de la surface d'une part et à l'absorption de l'erbium à cette longueur d'onde qui est accentuée par la présence de l'ytterbium d'autre part [94].

$T = \frac{Yb}{Er}$	Pertes (dB/cm) à 1,55 μm
1	$1,7 \pm 0,5$
2	$1,9 \pm 0,7$
3	$2,1 \pm 0,8$
5	$1,9 \pm 0,8$

TAB. 5.3 – Pertes optiques mesurées à 1,55 μm en fonction du rapport de codopage, après les traitements thermiques

A partir de la relation qui relie les pertes liées à l'absorption de l'erbium à la section efficace d'absorption ($\alpha_{Er}(cm^2) = \sigma_{abs}N\Gamma$), nous allons calculer la section efficace d'absorption [94]. Dans le cas du guide codopé pour $T = 3$, nous pouvons déterminer l'absorption des ions erbium à 1,55 μm en soustrayant les pertes à la longueur d'onde 1,586 μm où les pertes d'absorption pour l'erbium sont négligeables mais et en tenant compte des pertes propre de guide lui même plus les pertes de rugosité supplémentaires créées par la présence de l'erbium. Ces pertes à 1,586 μm sont de l'ordre de 1 dB/cm.

Or $\alpha_{Er}(cm^{-1}) = (\text{pertes des guides codopés à } 1,55 \mu m - \text{pertes des guides codopés à } 1,586 \mu m) \times \frac{\ln 10}{10} = 0,23 \text{ cm}^{-1}$,

avec un facteur de confinement $\Gamma = 0,5$ [94] et N la concentration des ions erbium égale à $2,7 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$. La valeur de la section efficace trouvée est égale à $1,7 \pm 1 \cdot 10^{-21} \text{ cm}^2$ à 1,55 μm , cette valeur est plus faible que celle de l'erbium dans le SiO_2 ($4 \pm 2 \cdot 10^{-21} \text{ cm}^2$) [100].

5.1.2 Étude des guides canaux

Comme nous avons procédé dans le cas des guides plans, nous allons étudier en champ proche les modes guidés et les pertes optiques pour les guides canaux en silicium poreux non dopés, dopés et codopés après les différents traitements thermiques.

5.1.2.1 Étude qualitative de la propagation de la lumière dans les guides d'onde canaux

Cette partie est consacrée aux observations en champ proche des modes guidés à la sortie des guides canaux dopés erbium et codopés erbium-ytterbium sur plusieurs motifs de même largeur. Les guides canaux dopés et codopés ont été caractérisés à $1,55 \mu m$, après les traitements thermiques. La figure 5.3 présente un exemple d'observation faite sur un guide dopé ayant une ouverture de $50 \mu m$. Nous présentons la distribution à 2 dimensions de l'intensité lumineuse ainsi que les profils d'intensité suivant l'épaisseur (l'axe vertical) et la largeur (l'axe horizontal) du guide correspondant au maximum d'intensité. Nous ne remarquons pas de changement sur les observations en champ proche des modes guidés pour les guides dopés et codopés.

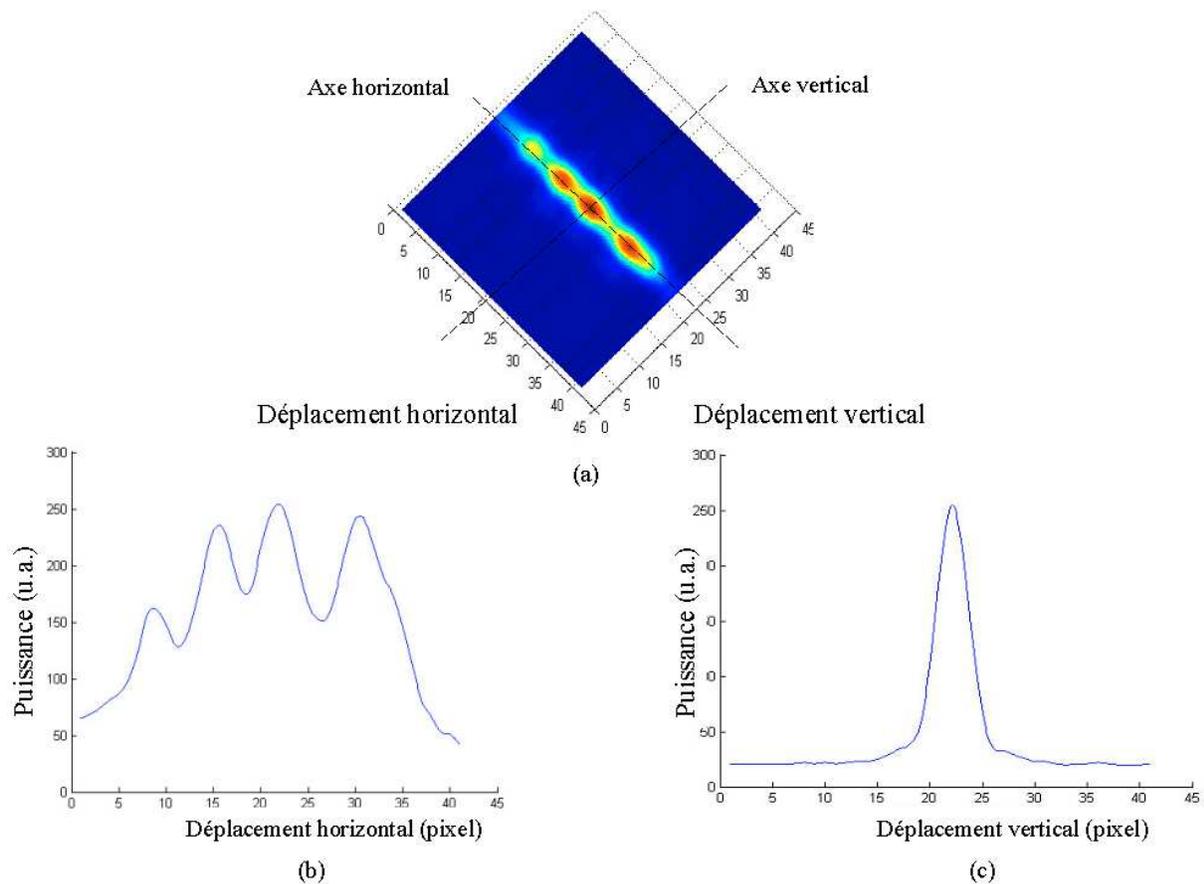


FIG. 5.3 – Observations en champ proche d'un guide dopé Er après les traitements thermiques d'ouverture $50 \mu m$: vue à 2 dimensions (a) ; Profils d'intensité selon l'axe horizontal (b) et selon l'axe vertical (c) (unité des axes en nombre de pixel)

Sur la figure 5.3, nous représentons le champ proche en sortie d'un guide d'ouverture $50 \mu m$.

Sur la figure 5.3 a, nous remarquons la présence de zones de fortes intensités qui correspondent aux différents modes qui se propagent dans les guides. A partir de ces observations, nous avons déterminé la zone de propagation suivant l'épaisseur de la couche (axe vertical) sur la figure 5.3 c. La dimension de cette région, mesurée à $1/e^2$, est de l'ordre de $4,8 \mu m$ pour une ouverture égale à $50 \mu m$. D'autre part sur la figure 5.3 b, nous observons 4 maximums d'intensité suivant la largeur qui correspondent à 4 modes guidés, qui illustrent bien le caractère multimodal dans le guide.

Pour les guides de plus petites ouvertures ($10, 8, 6$ et $4 \mu m$), la distribution de l'intensité observée en champ proche est similaire à celle représentée sur la figure 5.4 qui correspond à un guide d'ouverture $6 \mu m$.

La forme est elliptique avec un seul maximum d'intensité. Selon l'axe vertical, la dimension à $1/e^2$ est égale à $4,82 \mu m$. Le guide est considéré monomode. Suivant l'axe vertical, la dimension pour toutes les ouvertures reste constante. Suivant l'axe horizontal, la région de propagation est réduite par rapport à celle du guide d'ouverture de $50 \mu m$. Cette réduction est associée à la diminution des ouvertures des guides qui explique la présence d'un seul mode. Le même comportement est observé sur les guides codopés dans les deux directions transversales à la propagation de la lumière.

5.1.2.2 Étude des pertes optiques

Comme pour les guides plans, nous avons déterminé les pertes optiques dans le cas des guides canaux non dopés, dopés erbium et codopés erbium-ytterbium après les traitements thermiques et pour différentes ouvertures ($50, 10, 8, 6$ et $4 \mu m$). De la même façon, les mesures ont été effectuées plusieurs fois et pour différents guides possédant les mêmes dimensions. Nous reportons dans le tableau 5.4 les valeurs des pertes pour des guides canaux non dopés après les traitements thermiques (pré-oxydation à $300^\circ C$ puis une oxydation à $900^\circ C$ et un recuit de diffusion à $1000^\circ C$) et pour les deux longueurs d'onde $980 nm$ et $1,55 \mu m$. D'après ce tableau, nous constatons que les pertes sont comparables pour les guides de largeurs comprises entre 4 et $10 \mu m$.

Dans le cas de ces guides canaux, la formation localisée de silicium poreux induit dans l'épaisseur de la couche guidante un gradient de porosité et donc un gradient d'indice. Ce gradient entraîne un déplacement de la zone de propagation vers l'interface couche guidante /couche de confinement, ce déplacement est conforme avec l'augmentation de la dimension de zone de

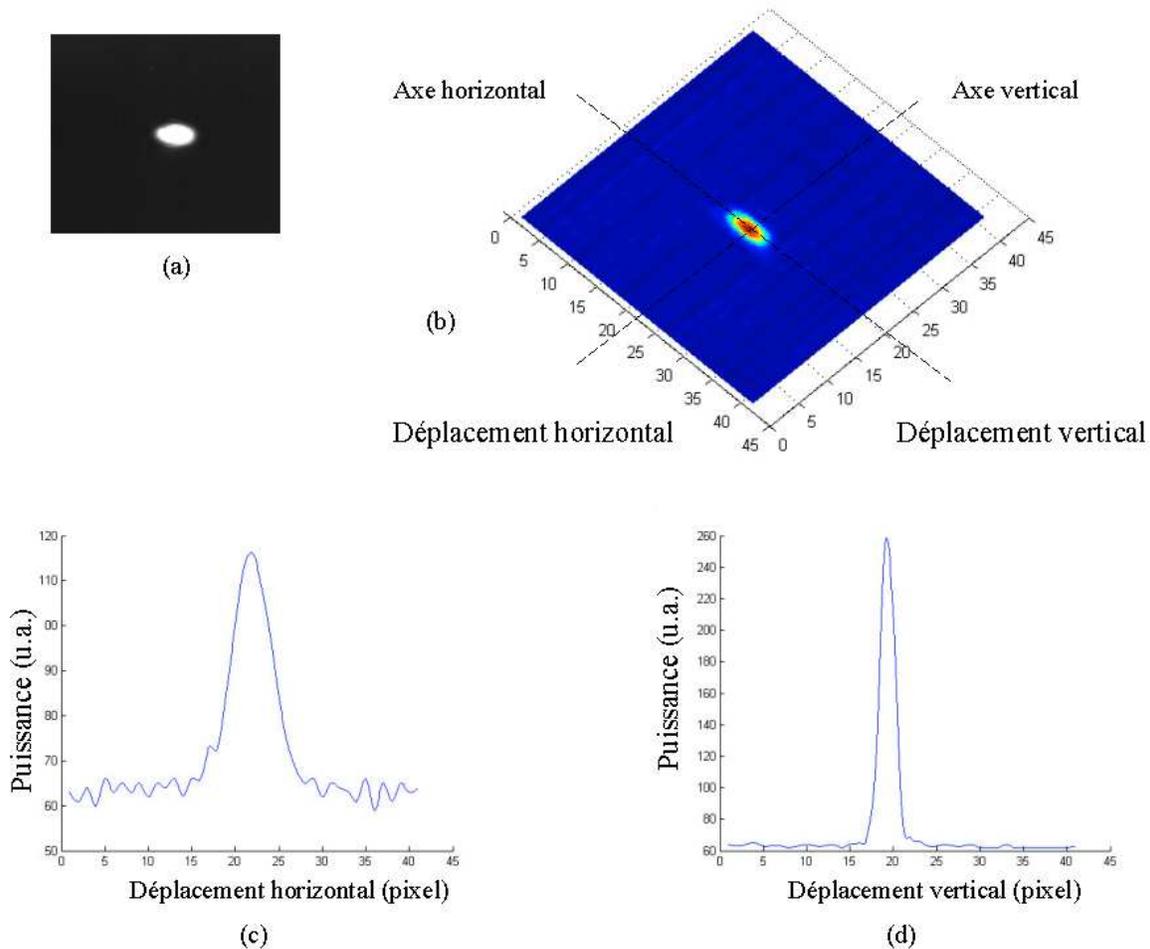


FIG. 5.4 – Propagation de la lumière à la sortie d’un guide de largeur $6 \mu\text{m}$ (a), vue à 2 dimensions de la propagation de la lumière à la sortie de ce guide (b), profil d’intensité suivant l’axe horizontal (c) et selon l’axe vertical (d) (unité des axes en nombre de pixel)

propagation par les observations en champ proche selon l’axe vertical [101]. La principale origine des pertes est la rugosité d’interface entre la couche guidante et celle de confinement. De plus, les irrégularités (ondulations) des bords du guide dues généralement à la photolithographie rajoutent des pertes supplémentaires. Donc, la rugosité dans les guides canaux est plus importante et par conséquent la contribution des pertes par diffusion de surface serait plus élevée que dans le cas des guides plans.

Nous avons élaboré des guides canaux en silicium poreux dopés erbium dans les conditions présentées dans le chapitre 2. Les mesures des pertes optiques sont données dans le tableau 5.5. En comparant ces valeurs à celles obtenues pour des guides non dopés, nous constatons qu’elles

Largeur de guide (μm)	980 nm ($\pm 0,9$ dB/cm)	1,55 μm ($\pm 0,9$ dB/cm)
4	2,0	3,0
6	2,3	2,6
8	2,3	2,4
10	3,5	2,0

TAB. 5.4 – Pertes mesurées à 980 nm et 1,55 μm pour des guides canaux non dopés après les traitements thermiques

augmentent après le dopage quelle que soit la largeur du guide, alors qu'elles sont plus faibles dans les guides de largeur importante (50 μm). En effet, les pertes augmentent de 2,4 dB/cm pour un guide de largeur 8 μm à 5 dB/cm après dopage et à 1,55 μm . L'étude que nous avons menée sur les guides canaux est comparable à celle sur les guides plans. L'augmentation est donc due à l'absorption de l'erbium à cette longueur d'onde et aux pertes de diffusion de surface dues à la rugosité créée par l'erbium à la surface. Ces valeurs de pertes sont plus faibles que celles obtenues dans des guides rubans en nanocristalites de Si dopés Erbium pour lesquels les auteurs ont mesuré des pertes supérieures à 7 dB/cm à 1,53 μm pour des guides de largeurs similaires égales à 8 μm [94].

Largeur de guide (μm)	980 nm ($\pm 1,2$ dB/cm)	1,55 μm ($\pm 0,9$ dB/cm)
4	4,4	4,0
6	4,2	5,0
8	4,2	5,0
10	3,2	5,0

TAB. 5.5 – Pertes mesurées à 980 nm et 1,55 μm pour des guides canaux dopés erbium après les traitements thermiques en fonction de la largeur des ouvertures

Enfin, pour étudier les pertes optiques dans les guides codopés, nous avons réalisé des guides canaux codopés erbium-ytterbium avec un rapport T de concentration égal à 3. Les pertes mesurées à 1,55 μm dans ces guides codopés sont comparables à celles dans les guides dopés erbium (tableau 5.6). Par contre à 980 nm, la lumière est complètement atténuée à cause de la section efficace d'absorption importante de l'ytterbium à cette longueur d'onde ; ce qui rend donc les mesures impossibles dans le cas des guides codopés.

En tenant compte des pertes mesurées dans le cas d'un guide canal d'ouverture 8 μm qui sont de l'ordre de 4,4 dB/cm après codopage à 1,55 μm et de l'ordre de 2,8 dB/cm à 1,586 μm , nous pouvons déterminer la section efficace d'absorption comme dans le cas des guides plans.

Ouvertures (μm)	1,55 μm (± 1 dB/cm)
6	5,1
8	4,4
10	5,0
50	4,0

TAB. 5.6 – Pertes mesurées à 1,55 μm pour des guides canaux codopés ($T=3$) après les traitements thermiques en fonction de la largeur des guides

Pour une concentration des ions Er égale à $2.10^{20} cm^{-3}$ et un facteur de confinement $\Gamma = 0,55$ [94], la valeur de $\sigma_{abs} \simeq 3,3 \pm 1.10^{-21} cm^2$ à 1,55 μm .

Cette valeur de section efficace d'absorption trouvée dans le cas d'un guide canal est plus importante que celle des guides plans codopés ($T = 3$) due notamment au meilleur confinement entre la pompe à 980 nm et la distribution des ions erbium dans le guide. La valeur de σ_{abs} est du même ordre de grandeur que dans le cas des guides ruban en nanoclusteurs de Si dopés Er pour lesquels $\sigma_{abs} \simeq 5 \pm 2.10^{-21} cm^2$ [94] ainsi que dans le cas des guides en verre phosphaté dopés Er où σ_{abs} est de l'ordre de $5,4.10^{-21} cm^2$ à 1,53 μm [65].

5.2 Mesures de gain interne dans les guides codopés erbium-ytterbium

En général, le gain dépend de deux types de paramètres : les paramètres spectroscopiques caractéristiques de la matrice et les paramètres géométriques qui dépendent du guide et du procédé de fabrication.

- Les paramètres spectroscopiques : l'amplification est due au phénomène d'émission stimulée pour lequel la section efficace d'émission σ_{em} à 1,53 μm doit être la plus grande possible. La durée de vie du niveau amplificateur τ , joue également un rôle très important car elle quantifie la capacité de stockage de l'énergie dans ce niveau. De plus, le phénomène d'absorption σ_{ab} doit être maximal à la longueur d'onde de pompe (à 980 nm). Enfin, les fortes concentrations en ion erbium utilisées entraînent des phénomènes de transfert d'énergie (up conversion...) qui font diminuer la durée de vie du niveau amplificateur et donc le gain.
- Les paramètres géométriques : le gain dépend fortement du facteur de recouvrement entre

les deux faisceaux, signal et pompe, et la distribution des ions erbium dans la matrice. Il est alors nécessaire d'utiliser des guides d'onde très confinés. De plus, la longueur des guides l joue un rôle très important et peut avoir deux effets contraires : D'une part il est nécessaire d'utiliser des guides suffisamment longs pour absorber efficacement la puissance de la pompe. D'autre part, si la longueur est trop grande, l'inversion de population n'est plus réalisée sur la dernière portion du guide et le gain diminue. Aussi, l'utilisation de guides courts minimise les pertes globales de propagation qui constituent le principal handicap pour le gain.

Cette partie de notre travail est consacrée à l'étude de l'amplification dans les guides plans et canaux. Les résultats portent essentiellement sur les guides plans codopés erbium-ytterbium pour différents rapport de codopage T ainsi que sur des guides canaux codopés avec un rapport T égal à 3.

5.2.1 Mesures de gain dans le cas des guides plans

5.2.1.1 Mesures de $G_{on/off}$ en fonction de la puissance de la pompe

Dans la pratique, l'amplification optique dans des matrices dopées par des ions de terres rares, tels que l'Er, est obtenue en utilisant un pompage optique à 980 nm. Bien que la concentration en ions Er^{3+} est relativement élevée dans le cas des guides plans ou canaux en silicium poreux dopés erbium, nous n'avons pas pu mesurer un gain du fait essentiellement de la très faible section efficace d'absorption de l'Erbium à 980 nm [102, 30]. L'augmentation considérable de la luminescence observée dans les guides codopés erbium/ytterbium (chapitre 4) peut remédier à cela et permet d'espérer la mesure d'un gain. Nous avons étudié le gain on/off en fonction de la puissance de la pompe pour différents rapports T de codopage ($T = 1, 2, 3$ et 5).

Lorsque la puissance de la pompe est relativement faible, la désexcitation des ions erbium conduit à l'émission spontanée. Au-delà d'une certaine valeur de la puissance de pompe dépendant principalement de la concentration des ions erbium, l'inversion de population peut avoir lieu conduisant à l'émission stimulée. Comme il a été décrit dans le chapitre 2, la détermination du gain est effectuée en comparant l'intensité du rayonnement à 1,53 μm mesurée à la sortie du guide avec et sans pompe. Dans le cas des guides étudiés, la contribution de l'émission spontanée amplifiée (ESA) au signal mesuré est négligeable pour les puissances de pompe utilisées. Les courbes d'évolution du Gain ($G_{on/off}$) en fonction de la puissance de la pompe et pour les

différents rapports de codage T sont données à la figure 5.5. La puissance de la pompe et celle du signal, fixée à $100 \mu W$, sont mesurées à la sortie de la fibre d'injection. Toutes les mesures ont été réalisées de sorte que les conditions d'injection soient les mêmes pour tous les guides étudiés. De plus, ces mesures ont été effectuées en plusieurs endroits pour s'assurer de leur reproductibilité.

D'après la figure 5.5, nous constatons clairement un effet du rapport T du codage. On observe que le gain augmente quand T croît pour atteindre un maximum pour $T = 3$ puis diminue drastiquement pour $T = 5$. Ce comportement du gain en fonction de T est d'autant plus évident que la puissance de la pompe est élevée. Ces résultats sont en accord avec les spectres de PL obtenus pour ces guides codopés (chapitre 4).

Pour $T = 1$ ou 2 le gain augmente progressivement en fonction de la puissance de pompe sans atteindre la saturation ce qui pourrait être attribué au faible transfert d'énergie des ions ytterbium vers les ions erbium. En revanche, pour $T = 3$ nous constatons une augmentation rapide du gain à partir d'une puissance de l'ordre de $25 mW$. Dans ce cas, la concentration élevée en ions ytterbium et leur forte section efficace d'absorption à $980 nm$ entraînent un meilleur transfert d'énergie, contrairement aux cas précédents (les mêmes tendances sont observées sur les spectres de PL de ces guides codopés (chapitre 4) et donc une augmentation du gain.

Enfin, pour $T = 5$, l'évolution du gain est similaire à celle observée pour $T = 1$ et 2 mais avec de plus faibles valeurs ; ceci malgré une augmentation de la concentration des ions Yb. Ce comportement peut être expliqué d'une part par l'interaction entre des ions ytterbium voisins et d'autre part par la présence d'un phénomène de transfert d'énergie inverse de l'Er vers l'Yb. Ces deux effets contribueraient à la réduction de l'émission stimulée due à la désexcitation des ions Er. Par ailleurs, pour $T = 5$ nous avons observé une diminution importante de la PL à $1,53 \mu m$ (chapitre 4).

Pour des puissances de pompe élevées ($> 50 mW$), le gain augmente d'autant plus que le transfert devient de plus en plus efficace et par conséquent la concentration des ions erbium actifs augmente. Un gain on/off maximum de $7,9 \pm 1 dB/cm$ est atteint pour $T = 3$ à une puissance de pompe égale à $70 mW$

En tenant compte des pertes pour le guide codopé qui sont de l'ordre de $2,1 dB/cm$ pour $T = 3$, nous pouvons déterminer le gain interne à partir de la relation suivante :

$$G_{interne}(dB.cm^{-1}) = G_{on/off}(dB.cm^{-1}) - G_{pertes\ intr}(dB.cm^{-1}) \quad (5.2)$$

Ainsi pour le taux optimal de codage égal à 3, le gain interne obtenu est de l'ordre de 5,8 dB/cm. Pour déterminer le gain net, il faut connaître précisément les pertes par couplage qui sont très difficiles à quantifier à cause du caractère multimodal des guides.

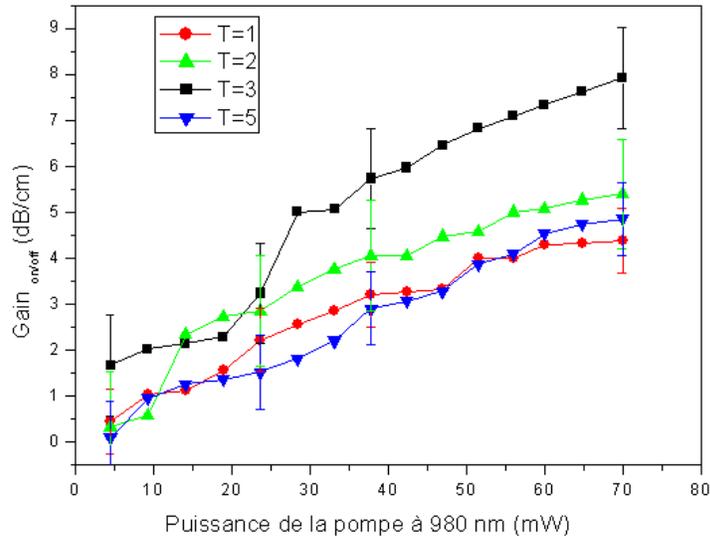


FIG. 5.5 – Evolution du $G_{on/off}$ en fonction de la puissance de pompe pour différents rapports de codage. La puissance du signal est égale à $100 \mu W$

5.2.1.2 Étude du $G_{on/off}$ en fonction de la longueur d'onde du signal

Afin d'étudier la platitude de la bande de gain, nous avons déterminé le spectre de $G_{on/off}$ dans la gamme $1,48$ à $1,58 \mu m$. Les résultats sont reportés à la figure 5.6, et ont été obtenus pour deux puissances de pompe égales à 38 et $70 mW$ et pour un rapport de codage égal à 3. Ces spectres montrent que le $G_{on/off}$ est maximal à la longueur d'onde $1,53 \mu m$ qui correspond au maximum d'émission de l'erbium et diminue autour de $1,53 \mu m$ ce qui pose des problèmes pour des applications WDM (Wavelength-Division Multiplexing) contrairement à d'autres matrices comme les verres fluorés qui donnent une meilleure platitude de gain à cause de leur composition chimique [103].

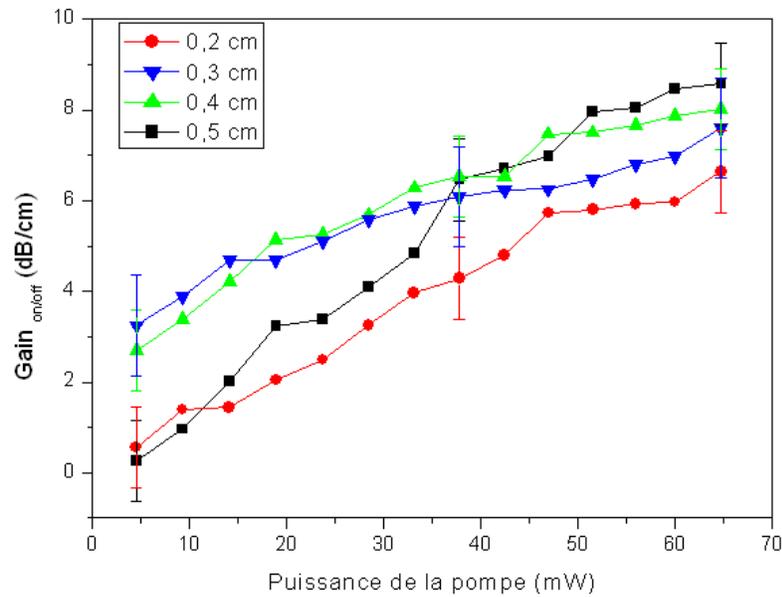


FIG. 5.6 – Evolution du $G_{on/off}$ en fonction de la longueur d'onde du signal, pour deux puissances de pompe égales à 38 et 70 mW pour un rapport de codage $T = 3$; la puissance du signal est égale à $100 \mu W$

5.2.1.3 Étude de $G_{on/off}$ en fonction de la longueur du guide pour un rapport $T = 3$

Dans cette partie, nous avons étudié la variation de $G_{on/off}$ à $1,53 \mu m$ en fonction de la longueur du guide dans le cas d'un guide codé avec $T = 3$ (figure 5.7) qui présente un meilleur gain. Nous supposons que le clivage est pratiquement identique pour les différents guides et que les conditions d'injection sont les mêmes pour les différents longueur guides. La puissance du signal à $1,53 \mu m$ est égale à $100 \mu W$. Nous remarquons que le $G_{on/off}$ varie faiblement avec la longueur des guides car les longueurs utilisées sont proches et ne permettent pas d'avoir une variation nette. Aussi pour les fortes puissances de la pompe et en tenant compte des incertitudes, les valeurs des gains sont comparables. La valeur de gain pour le guide de longueur 0,5 cm est de l'ordre de $7,7 \pm 0,9$ dB/cm alors que pour le guide de longueur 0,2 cm le gain est de l'ordre de $6 \pm 1,1$ dB/cm. Ainsi, pour des guides de longueurs proches, les valeurs de gain sont similaires compte tenu des approximations de mesure comme nous pouvions nous y attendre.

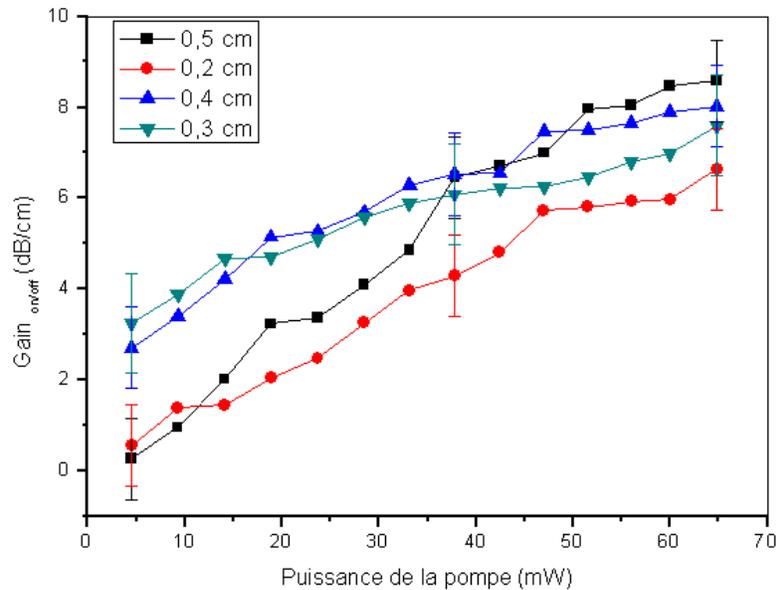


FIG. 5.7 – Evolution du $G_{on/off}$ en fonction de la longueur du guide codopé $T = 3$, la puissance du signal est égale à $100 \mu W$

5.2.2 Mesures de Gain dans le cas des guides canaux

5.2.2.1 Mesures de $G_{on/off}$ en fonction de la puissance de la pompe

Concernant les guides canaux, nous avons travaillé sur des guides codopés avec $T = 3$, puisqu'avec ce taux de codopage nous avons montré qu'il y a un meilleur transfert d'énergie dans le cas des guides plans. Nous avons en effet observé une forte luminescence à $1,53 \mu m$ ainsi qu'un meilleur $G_{on/off}$ avec ce type de guide. Sur la figure 5.8, nous représentons l'évolution de $G_{on/off}$ en fonction de la puissance de pompe pour deux guides canaux de largeur 6 et $8 \mu m$. Nous supposons que les conditions d'injection de la pompe et de signal dans les guides étudiés sont conservées avec une puissance de signal égale à $10 nW$ durant notre étude. Signalons, que cette faible valeur de puissance de signal par rapport à celle utilisée dans le cas de guides plans est due à un meilleur confinement de la lumière pour les guides canaux.

Nous remarquons que le $G_{on/off}$ augmente en fonction de la puissance de pompe pour les deux largeurs de guides et leurs valeurs de gain se rejoignent vers les fortes puissances de pompe. Selon les mesures EDX, la concentration des ions erbium dans les deux guides est proche. Ces deux guides présentent la même longueur et pratiquement la même concentration d'erbium et

d'ytterbium, cependant, ils ne présentent pas les mêmes pertes par couplage ni le même taux de recouvrement entre le signal et la pompe qui se propagent et la distribution des ions erbium et ytterbium. Des $G_{on/off}$ de l'ordre de 7,35 et 7 ± 1 dB/cm sont obtenus respectivement pour les guides de largeur 8 et 6 μm pour une puissance de pompe égale à 70 mW.

En tenant compte des pertes dans ces guides qui sont dues en partie à l'absorption de l'erbium à 1,53 μm , nous avons calculé le gain interne dans ces guides. La valeur du gain interne est de l'ordre de 2,3 dB/cm pour le guide de largeur 8 μm et de l'ordre de 2 dB/cm pour le guide de largeur 6 μm . Ces valeurs de gain interne sont faibles par rapport à des guides en verre phosphaté codopés erbium-ytterbium pour lesquels le gain interne est supérieur à 16,5 dB/cm [63]. Cette valeur s'explique par la concentration importante d'erbium qui est de l'ordre de $16.10^{20} cm^{-3}$ ainsi que par sa longueur qui est de l'ordre de 9 cm et par ces faibles pertes qui sont de l'ordre de 0,1 dB/cm. Cependant, nos valeurs de gain interne sont encourageantes par rapport à des guides en nanocristallites de silicium dopé erbium dont la matrice est similaire à celle du silicium poreux où les auteurs ont mesuré un gain interne de 0,56 dB [66].

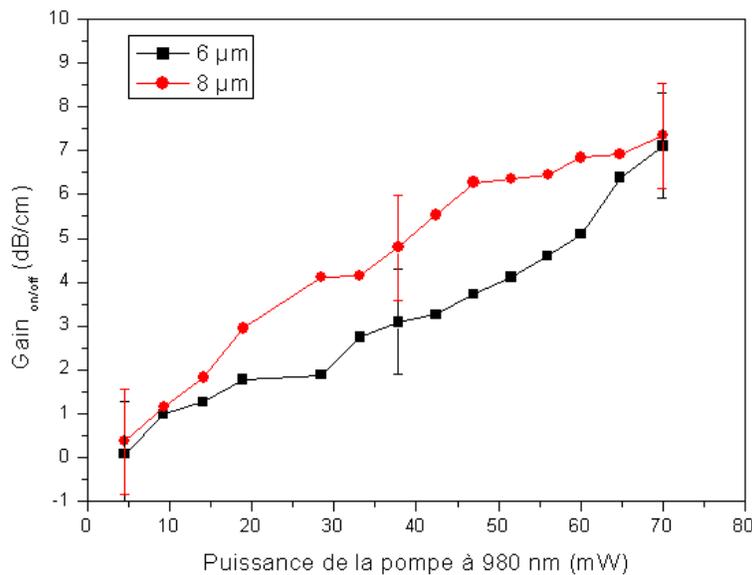


FIG. 5.8 – Evolution du gain on/off en fonction de la puissance de pompe pour T=3, pour deux largeurs différentes égales à 6 μm et 8 μm , la puissance du signal est égale à 10 nW

5.2.2.2 Étude de gain on/off en fonction de la longueur d'onde de signal

Nous avons étudié par la suite la variation du $G_{on/off}$ pour un guide canal de largeur $8 \mu m$ en fonction de la longueur d'onde du signal (Figure 5.9). Sur cette figure, le $G_{on/off}$ maximal est centré à $1,53 \mu m$, alors qu'il diminue pour les autres longueurs d'onde. La forme générale du spectre est pratiquement la même que celui des guides plans codopés.

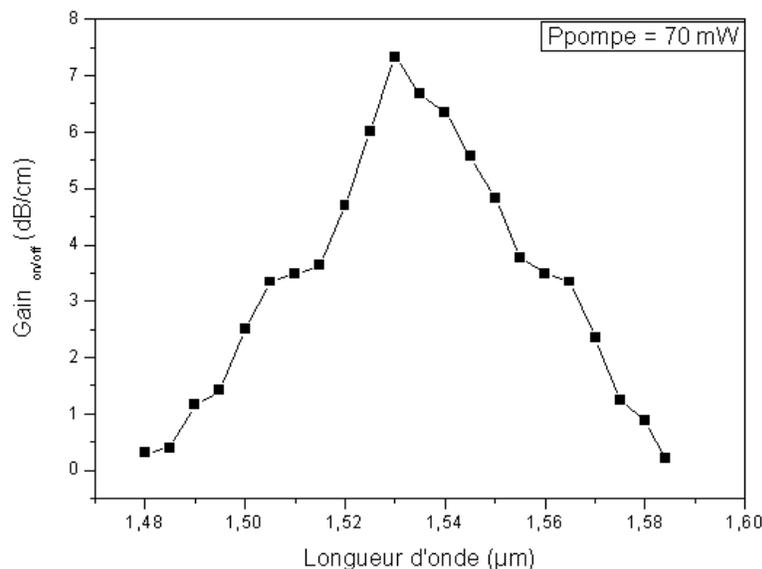


FIG. 5.9 – Evolution du Gain on/off en fonction de la longueur d'onde du signal pour un guide canal codopé ($T=3$ et largeur égale à $8 \mu m$), pour une puissance de pompe égale à $70 mW$, la puissance due signal est égale à $10 nW$

5.2.2.3 Étude de $G_{on/off}$ en fonction de la longueur de guide pour $T = 3$

Nous avons étudié l'effet de la longueur sur l'évolution du $G_{on/off}$ dans le cas d'un guide canal de largeur de $8 \mu m$ avec un rapport de codage égal à 3. Cette étude est présentée sur la figure 5.10. Nous remarquons comme dans le cas des guides plans (pour $T = 3$) et en tenant compte des incertitudes, le $G_{on/off}$ est pratiquement le même pour les trois longueurs. L'effet de la longueur du guide est peu significatif du fait des valeurs de longueur très proches. Probablement, si les pertes avaient été plus faibles que celles que nous avons actuellement, l'étude de l'effet de la longueur sur le gain serait été significative pour des longueurs très différentes.

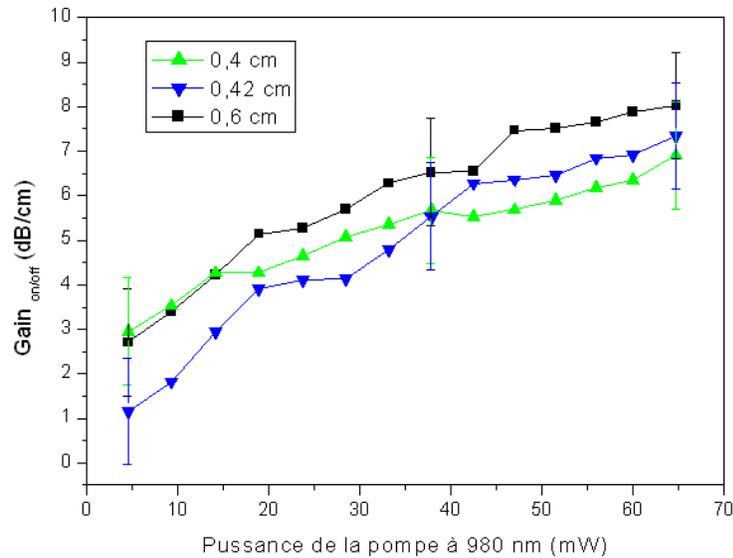


FIG. 5.10 – Evolution du Gain on/off en fonction de la longueur d'un guide canal codopé ($T = 3$ et largeur égale à $8 \mu m$), la puissance du signal est égale à $10 nW$

5.3 Conclusion

Dans ce chapitre, les observations en champ proche ont été réalisées pour étudier le caractère modal suivant les différentes largeurs de guides. Tous les guides étudiés sont monomodes selon l'axe transversal ; par contre ce caractère monomode est conservé selon la direction horizontale uniquement pour les ouvertures de $4 \mu m$.

Les pertes mesurées à $1,55 \mu m$ sur les guides plans sont de l'ordre de $0,7 \text{ dB/cm}$ pour les guides non dopés et de l'ordre de $1,1 \text{ dB/cm}$ après dopage et les traitements thermiques. Les pertes dans les guides non dopés sont principalement dues à la rugosité des interfaces (diffusion de surface) alors que pour les guides dopés et codopés il faut tenir compte des pertes supplémentaires dues à l'absorption des ions erbium et ytterbium qui font croître la section efficace d'absorption et d'émission. La section efficace d'absorption a été déterminée dans le cas des guides codopés, elle est de l'ordre $1,7 \pm 1.10^{-21} \text{ cm}^2$ à $1,55 \mu m$ ce qui a été interprété par la présence de l'ytterbium comme élément sensibilisateur.

Des mesures de gain ont été réalisées sur des guides plans et canaux codopés Er-Yb à la longueur d'onde égale à $1,55 \mu m$. Un gain interne de $5,8 \text{ dB/cm}$ a été obtenu à la longueur d'onde de $1,53 \mu m$ pour une puissance de pompe de 70 mW à 980 nm dans le cas des guides

plans ($T = 3$). Un gain interne est obtenu sur des guides canaux de l'ordre de 2,3 dB/cm et 2,9 dB/cm respectivement sur des guides canaux de largeurs 6 et 8 μm pour une puissance de pompe égale à 70 mW. Ces valeurs de $G_{on/off}$ sont dues aux importantes valeurs de la section efficace d'absorption qui est estimée à $3.3 \pm 1.10^{-21} \text{ cm}^2$ dans le cas d'un guide canal d'ouverture 8 μm . La différence de gain interne entre les guides plans et canaux est due au fait que les pertes de couplage ne sont pas prises en compte. Par ailleurs, ces pertes de couplage dans le cas des guides plans sont plus importantes mais malheureusement difficilement estimables. Ces résultats d'amplification sur ces guides plans et canaux en silicium poreux codopés sont inédits et promoteurs dans le domaine des guides en silicium poreux.

Conclusion et perspectives

L'objectif de ce travail a été de réaliser un amplificateur optique à $1,55 \mu m$ à courte distance à partir de guides d'onde en silicium poreux dopés avec des ions terres rares. Au cours de cette étude, des guides d'onde plans et canaux ont été élaborés puis dopés aux ions Erbium par la méthode électrochimique. Ils ont ensuite subi des traitements thermiques permettant la diffusion et l'activation optique de ces ions. Des guides codopés avec des ions erbium et ytterbium ont également été réalisés afin d'augmenter la luminescence de l'erbium à $1,55 \mu m$.

Les différents guides élaborés ont été caractérisés tant sur le plan de leur structure (micro-structure, homogénéité de dopage...) que sur le plan de leurs propriétés optiques (indice de réfraction, photoluminescence, mesure des pertes, amplification).

Grâce à des observations microscopiques (MEB) couplées à des analyses EDX, nous avons déterminé les profils des concentrations d'erbium ou ceux d'erbium-ytterbium pour les deux types de guides (plans ou canaux). Ces résultats ont montré que la distribution de ces ions terres rares est homogène dans la couche guidante avec une concentration comprise entre 10^{19} et $10^{20} cm^{-3}$ qui correspond aux concentrations visées permettant d'obtenir l'amplification. Nous avons donc mis en évidence que la méthode électrochimique permettait de doper de manière efficace des guides en silicium poreux avec des concentrations relativement importantes en erbium et/ou ytterbium à cause de la grande surface spécifique du matériau.

L'indice de réfraction des couches poreuses (couche guidante et couche de confinement) formant ces guides a été étudié juste après élaboration, dopage ou codopage et après les traitements thermiques. Après dopage et les traitements thermiques, l'écart d'indice entre la couche guidante et celle de confinement est de l'ordre 0,03 ce qui permet un meilleur confinement de la lumière. La caractérisation par photoluminescence des guides en fonction des conditions de traitement thermique a permis de montrer qu'une oxydation à $900^{\circ}C$ pendant une heure sous O_2 suivie d'un recuit à $1000^{\circ}C$ sous N_2 pendant 2 heures permet d'avoir une meilleure luminescence des ions

erbium. De plus, pour ces conditions de traitements thermiques, nous avons remarqué que la luminescence augmente avec la puissance d'excitation ce qui prouve que les ions erbium sont excités directement par absorption de l'énergie d'excitation à 488 nm. En même temps, cette augmentation de la luminescence est suivie d'une réduction de la durée de vie que nous avons attribuée principalement à la présence de la luminescence coopérative. A partir de cette étude, nous avons pu estimer la concentration des ions erbium actifs qui est de l'ordre de 0,07 %. Cette concentration est relativement faible par rapport à d'autres matrices à cause de l'absence de transfert d'énergie de la matrice poreuse vers les ions erbium.

Pour augmenter la quantité d'erbium active, nous avons étudié l'effet du codopage avec des ions ytterbium sur la luminescence pour différents rapports de concentration ($T = \frac{[Yb]}{[Er]}$) dans le cas des guides plans. Cette étude a montré que, pour $T = 3$, la luminescence est maximale et par la suite la concentration des ions erbium actifs a été augmentée grâce au transfert d'énergie de l'ytterbium vers l'erbium.

Des mesures des pertes optiques ont été effectuées sur des guides plans et canaux dopés et codopés par la méthode de diffusion. Les pertes sont de l'ordre de 0,7 dB/cm à 1,55 μm pour les guides plans non dopés et de l'ordre de 1,1 dB/cm après dopage et traitements thermiques. L'augmentation des pertes mesurées est principalement due à la diffusion de la surface rendue plus rugueuse par la présence de l'erbium, et à son absorption. Dans le cas des guides codopés, les pertes sont comparables pour les différents rapports de concentration mais sont légèrement supérieures à celles mesurées dans les guides dopés erbium. A partir du coefficient d'absorption de l'erbium déterminé dans le cas des guides codopés, nous avons estimé la section efficace d'absorption à 1,55 μm qui est de l'ordre de $3,3 \pm 1.10^{-21} cm^2$ pour un guide canal d'ouverture de 8 μm .

Des mesures de gain effectuées sur des guides plans et canaux codopés erbium-ytterbium ont été étudiées à 1,53 μm en fonction de la puissance de la pompe à 980 nm et de la longueur des guides. Un gain interne maximal de l'ordre de 5,8 dB/cm a été obtenu à la longueur d'onde de 1,53 μm pour une puissance de pompe de 70 mW à 980 nm dans le cas des guides plans ($T = 3$). Alors qu'un gain interne est obtenu sur des guides canaux de l'ordre de 2,3 dB/cm et 2,95 dB/cm respectivement sur des guides de largeur 6 μm et 8 μm pour une puissance de pompe égale à 70 mW. Ces gains internes que nous avons obtenu sur des guides en silicium poreux sont inédits à notre connaissance et très prometteurs pour l'amplification à courte distance.

Afin d'améliorer le gain interne, une solution serait de réaliser des guides codopés erbium - ytterbium en silicium poreux à basse température sur des substrats type P afin de diminuer la rugosité des interfaces et d'exploiter la forte luminescence du silicium poreux (type P) dans le proche IR (à $0,8 \mu m$) permettrait d'améliorer le transfert de silicium poreux vers les ions erbium et par la suite d'augmenter la section efficace d'absorption à $980 nm$ et d'émission à $1,55 \mu m$. Une autre possibilité que l'on peut envisager pour améliorer le gain serait de faire un tridopage des guides en incorporant en plus de l'erbium et de l'ytterbium, du cérium pour limiter le transfert inverse des ions erbium vers les ions ytterbium, phénomène qui est observé pour des fortes concentrations d'ytterbium.

Par ailleurs, une autre perspective serait de développer une modélisation de l'amplification optique qui permettrait de comprendre quels sont les paramètres décisifs pour obtenir un gain maximum puis de comparer les résultats simulés aux résultats expérimentaux.

Bibliographie

- [1] A. Ulhir. "Electrolytic shaping of germanium and silicon". *Bell. Sys. Tech. J.*, **vol. 35** :page 333, (1956).
- [2] L. T. Canham. "Silicon quantum wire array fabrication by electrochemical and chemical dissolution of wafers". *Appl. Phys. Lett.*, **vol. 57** :page 1046, (1990).
- [3] G.Zhang, S. D. Collins, and R. L. Smith. "Porous Silicon Formation and Electropolishing of Silicon by Anodic Polarization in HF Solution". *Journal of Electrochemical Society*, **vol. 136**(5) :page 1561, (1989).
- [4] V. Lehmann and U. Gösele. "Porous silicon formation : a quantum wire effect". *Appl. Phys. Lett.*, **vol. 58**(8) :page 856, (1991).
- [5] H. Gerisher, P. Allongue, and V. Costa Kieling. "The mechanism of the anodic oxidation of silicon in acid fluoride solutions revisited". *Ber. Bunsenges. Phys. Chem.*, **vol. 97** :page 753, (1993).
- [6] O. Bisi, S. Ossicini, and L. Pavesi. "Porous silicon : a quantum sponge structure for Silicon based optoelectronics". *Surf. Sci. Rep.*, **vol. 38** :page 1, (2000).
- [7] A. Halimaoui. "Porous Silicon : material processing properties and applications". *Les éditions de la Physique*, page 33, (1995).
- [8] G. Bomchil, R. Hérino, K. Barla, and J. C. Pfister. "Pore size distribution in porous silicon layer studied by adsorption isotherms". *J. Electrochem. Soc.*, **vol. 130**(7) :page 1611, (1983).
- [9] R. Hérino, G. Bomchil, K. Barla, C. Bertrand, and J. L. Ginoux. "Porosity and pore size distributions of porous silicon layers". *J. Electrochem. Soc.*, **vol. 134**(8) :page 1994, (1987).
- [10] R. L. Smith and S. D. Collins. "Porous Silicon formation mechanisms". *J. Appl. Phys.*, **vol. 71**(8) :page R1, (1992).

- [11] A. G. Cullis, L. T. Canham, and P. D. J. Calcott. "The structural and luminescence properties of porous silicon". *J. Appl. Phys.*, **vol. 82**(3) :page 909, (1997).
- [12] G. Lerondel, R. Romestain, and S. Barret. "Roughness of porous silicon dissolution interface". *J. Appl. Phys.*, **vol. 81**(9) :page 6171, (1997).
- [13] S. Setzu, G. Lerondel, and R. Romestain. "Temperature effect on the roughness of the formation interface of P^+ -type porous silicon". *J. Appl. Phys.*, **vol. 84**(6) :page 3129, (1998).
- [14] A. J. Kontkiewicz, J. Siejka, S. Seu, G. Nowak, A.M. Hoff, P. Saktival, K.Ahmed, P.Mukherju, S.Witanachi, and J.Lagouski. *Appl. Phys. Lett.*, **vol. 65** :page 6535, (1994).
- [15] C. Pickering, M. I. J. Bacale, D. J. Rollins, P.G. Pearson, and R.Geef. "Optical studies of the structure of porous silicon films formed in p-type degenerate and non-degenerate silicon". *J Phys c*, **vol. 17** :page 6535, (1991).
- [16] V. Petrova, F.Koch, and T. Muschik. "The luminescence of porous Si : the case for the surface state mechanism". *J. of Luminescence*, **vol. 57** :page 271, (1993).
- [17] J.F. Harvey, H Shen, R.A Lux, M. Dutta, J. Pamulapati, and R. Tsu. *Materials Reserch Society Symposium Proceeding*, **vol. 265** :page 175, (1992).
- [18] D. T. Jiany, I. Corclthard, T.K. Sham, J. W. Lorimer, S. P. Frigo, X. Hfeng, and R. H. Rosemberg. "Observations on the surface and bulk luminescence of porous silicon". *Journal of Applied Physics*, **vol. 74**(10) :page 6335, (1993).
- [19] L. Tsybskov, J.V. Vandyshev, and P. M. Fauchet. Blue emission in porous silicon : Oxygen-related photoluminescence. *Phys. Rev. B*, **vol. 49** :page 7821, (1994).
- [20] P. M. Fauchet, E. Ettegui, A. Raisanen, L. J. Brillson, F. Seiferth, S. K. Kurinc, Y. Gao, L. Peny, and L. Tsybskov. *Materials Reserch Society Symposium Proceeding*, **vol. 298** :page 271, (1993).
- [21] C. Pickering, M. I. J. Beale, D. J. Robbins, P. J. Pearson, and R. Greef. "Optical Properties of porous silicon film". *Thin Solid Films*, **vol. 125** :page 157, (1985).
- [22] D. E. Aspnes. "Optical properties of thin films". *Thin Solid Films*, **vol. 89** :page 249, (1982).
- [23] H. Looyenga. "Dielectric constants of heterogeneous mixtures". *Physica (Amsterdam)*, **vol. 31** :page 401, (1965).
- [24] W. Theiss. in "*Structural and optical properties of porous silicon nanostructures*". Eds G. Amato, C. Delerue, H. J. Von Bardeleben - Gordon Breach, (1997).

- [25] M.G. Berger. "Poröse silicium für die mikrooptik, mikrostruktur und optische eigenschaften von einzelschichten und schichtsystemen". PhD thesis, Forschungszentrum Jülich, (1996).
- [26] P. A. Badoz, D. Bensahel, G. Bomchil, F. Ferrier, A. Halimaoui, P. Perret, J. L. Regolini, I. Sagnes, and G. Vinceny. "Characterisation of porous silicon : structural, optical and electrical properties". *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **vol. 283** :page 97, (1993).
- [27] H. Diesenger, A. Bsiesy, R. Hérino, and B. Gelloz. "Effect of the quantum confinement on the optical absorption of porous silicon investigated by a new in-situ method". *E-MRS Srasbourg*, pages I–31, (1999).
- [28] M. Guendouz, M. Ben Salah, B. Le Jeune, S. Rivet, G. Le Brun, and M. Gaillet. "Porous silica composite material for nonlinear optical properties : characterisation by spectroscopic ellipsometry and second harmonic generation. *Phys. stat; Sol. (c)*, **vol. 2(9)** :page 3371, (2005).
- [29] I. Mihalcescu, G. Lerondel, and R. Romestain. "Porous silicon anisotropy investigated by guided light". *Thin Solid Films*, **vol. 297** :page 245, (1997).
- [30] A Polman. "Erbium implanted thin film photonic materials". *J. Appl. Phys.*, **vol. 82(1)** :page 1–39, (1997).
- [31] P. Parastech. "Etude de guides d'onde en matériaux nanocomposites à base de silicium poreux". PhD thesis, Université de Rennes - Rennes 1, (2005).
- [32] T. Kimura, A. Yokoi, H. Horiguchi, and R. Saito. "Electrochemical Er doping of porous silicon and its room-temperature luminescence at $1.54\mu\text{m}$ ". *Appl. Phys. Lett.*, **vol. 65(8)** :page 983, (1994).
- [33] A Moadhen, H Elhouichet, , M Oueslati, and M Férid. "Photoluminescence properties of Tb^{3+} in porous silicon". *J. of Luminescence*, **vol. 97-1** :page 34, (2002).
- [34] F. Namovar, F. Lu, C. H. Perry, A. Cremins, N. M. Kalhorau, J. T. Daly, and R. A. Soref. *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.*, **vol. 358** :page 375, (1995).
- [35] A. M. Dorofeev, N. V. Gaponenko, and V. P. Bondarenko. "Erbium luminescence in porous silicon doped from spin-on films". *J. App. Phys.*, **vol. 77** :2679, (1995).
- [36] H.A. Lopez, X.L. Chen, S.A. Jenekhe, and P.M. Fauchet. "Tunability of the photoluminescence in porous silicon due to different polymer dielectric environments". *J. of Luminescence*, **vol. 80** :page 115, (1999).

- [37] W. Wang, H. Isshiki, S. Yugo, R. Saito, and T. Kimura. "Site of the Er^{3+} optical centers of the $1.54\mu m$ room-temperature emission in Er-doped porous silicon and the excitation mechanism". *J. of Luminescence*, **vol. 87-89** :page 319, (2000).
- [38] Tohru Dejima, Riichiro Saito, Shigemi Yugo, Hideo Isshiki, and Tadamas Kimura. "Effects of hydrogen plasma treatment on the $1,54\mu m$ luminescence of erbium-doped porous silicon". *J. Appl. Phys.*, **vol. 84(2)** :page 1036, (1998).
- [39] Y. Zhou, P. A. Snow, and P. St. J. Russell. "Room-temperature photoluminescence from erbium-doped multilayer porous silicon microcavity". *Mat. Scien. Engi B*, **vol. 81** :page 40, (2001).
- [40] M. Balucani, V. Bondarenko, G. Lamedica, A. Ferrari, L. Dologyi, N. Vorozov, V. Yakovtseva, S. Volchek, V. Petrovich, and N. Kazuchits. "Er-doped oxidised porous silicon waveguides". *Thin solid films*, **vol.396** :page 201, (2001).
- [41] A. Dorofeev, E. Bachilo, and V. Bodarenko. "Strong $1.54\mu m$ luminescence from erbium-doped porous silicon". *Thin Solid Film*, **vol. 276** :page 171, (1996).
- [42] V. P. Bondarenko, V. S. Varichenko, A. M. Dorofeev, N. M. Kazyuchits, V. A. Labunov, and V. F. Stei'makh. "Integrated optical waveguides fabricated with porous silicon". *Tech. Phys. Lett.*, **vol. 19(7)** :page 463, (1993).
- [43] H.A. Lopez, X.L. Chen, S.A. Jenekhe, and P.M. Fauchet. "Tunability of the photoluminescence in porous silicon due to different polymer dielectric environments". *J. of Luminescence*, **vol. 80** :page 115, (1999).
- [44] T. Kimura, A. Yokoi, Y. Nishida, R. Saito, S. Yugo, and T. Ikoma. "Photoluminescence of Ytterbium-doped porous silicon". *Appl. Phys. Lett.*, **vol. 67(18)** :page 2687, (1995).
- [45] L. Luo, X. X. Zgang, K. FaiLi, K. W. Cheah, W. K. Wong J. X. Shi, and M. L. Gong. "Er/Yb Doped Porous Silicon - A Novel White Light Source". *Advanced Materials*, **vol. 16(18)** :page 1664, (2004).
- [46] Y. H. Xie, E. A. Fitzgerald, and Y. J. Mii. "Evaluation of erbium-doped silicon for optoelectronic applications". *J. Appl. Phys.*, **vol. 70** :page 3223, (1991).
- [47] G. Muckner, J. Hamann, and W. Rebitzer et al. *Mater. Res. Soc. Syrup. Proc.*, **vol. 358** :page 489, (1995).
- [48] M. Federighi and F. Di Pasquale. "The effect of pair-induced energy transfer on the performance of silica waveguide amplifiers with high Er^{3+}/Yb^{3+} concentrations". *IEEE Photonics Technology Letters*, **vol. 3** :page 303, (1995).

- [49] Hwang B.C., Jiang S., Luo T., Watson J., Sorbello G., and Peyghambarian N. "Cooperative upconversion and energy transfer of new high Er^{3+} - and Yb^{3+} - Er^{3+} doped phosphate glasses". *Journal of the Optical Society of America B*, **vol. 17**(5) :page 833, (2000).
- [50] C. Oules, A. Halimaoui, J.L. Regolini, A. Pierio, and G. Bomchil. "Silicon on insulator structure obtained by epitaxial growth of silicon over porous silicon". *J. Electrochem. Soc.*, **vol. 139**(12) :page 3595, (1992).
- [51] A. G. Cullis, L. T. Canham, and O. D. Dosser. "The structure of porous silicon revealed by electron microscopy". *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **vol. 256** :page 7, (1992).
- [52] J. Schmidtchen, A. Splett, A. Schüppert, and K. Peterman. "Low loss singlemode optical waveguides with large cross-section in silicon-on-insulator". *Electron. Lett.*, **vol. 27** :page 1486, (1991).
- [53] R. M. Emmons, B. N. Kurdi, and D. G. Hall. "Buried-oxide silicon-on-insulator structures". *IEEE J. Of Quantum Electronics*, **vol. 28** :page 157, (1992).
- [54] Mario Takahshi and N. Koshida. "Fabrication and characteristics of three-dimensionally buried porous silicon optical waveguides". *J. App. Phys.*, **vol. 86**(9) :page 5274, (1999).
- [55] H. F. Arrand, T. M. Benson, A. Loni P., M. G. Krüger, M. Thönissen, and H. Lüth. "self-aligned porous silicon optical waveguides". *Electon. Lett.*, **vol. 33** :page 1724, (1997).
- [56] H.F. Arrand. "*Optical Waveguides and components based on porous silicon*". PhD thesis, University of Nottingham, (1997).
- [57] J. Charrier, C. Lupi, L. Haji, and C. Boisrobert. "Optical study of porous silicon buried waveguides fabricated from *p*-type silicon". *Mat. Sc. in Semicond. Processing*, **vol. 3** :page 357, (2000).
- [58] J. Charrier. "*Contribution à l'étude de guides optiques enterrés en silicium poreux*". PhD thesis, Université de Rennes", (2000).
- [59] H.Isshiki, M J A de Dood, T. Kimura, and A. Polman. *Mat. Res. Soc. Sympo. Proc*, **vol. 770** :page 833, (2003).
- [60] K. Hattori, T. Kitagawa, M. Oguma, Y. Ohmori, and M. horiguchi. "Erbium-doped silica-based waveguide amplifier integrated with a 980/1530 nm WDM coupler". *Electron. Lett.*, **vol. 30** :page 856, (1994).
- [61] R. N. Ghosh, J. Shumulovich, and C. F. Kane et al. "8 mV threshold Er^{3+} doped planar waveguide amplifier". *IEEE Photonics Technol. Lett*, **vol. 8** :page 518, (1996).
- [62] G. N. Van den Hoven et al. *J. App. Phys*, **vol. 59** :page 3430, (1986).

- [63] D. Barbier and J. M. Delavaux. "Stress in oxidised porous silicon layers". *Proc. OFC95, San Diego*, 2(2) :2, (1995).
- [64] H. J. Van Weerden, T. H. Hoekstra, P. V. Lambeck, and Th. J. A. Popma. . *Proc. 8th European conference on integrated optics, Stockholm, Abstract EThA4*, page page 169, (1997).
- [65] Y. C. Yan, A. J. Faber, H. de Waal, P. G. Kik, and A. Polman. "Erbium-doped phosphate glass waveguide on silicon with 4,1 dB/cm gain at 1,535 μ m". *Appl. Phys. Lett.*, **vol. 71**(20) :page 2922, (1997).
- [66] D. Navarro-Urrios, M. Melchiorri, N. Daldosso, L. Pavesi, C. Garci'a, P. Pellegrino, B. Garrido, G. Pucker, F. Gourbilleau, and R. Rizk. "Optical losses and gain in silicon-rich silica waveguides containing Er ions". *J. of Luminescence*, **vol. 121** :page 249, (2006).
- [67] K. Barla, R. Herino, and G. Bomchil. "Stress in oxidised porous silicon layers". *J. Appl. Phys.*, **vol. 59**(2) :page 439, (1986).
- [68] K. Tien and R. Ulrich. "Theory of prism-film coupler and thin-film light guides". *J. Opt. Soc. America*, **vol. 60**(10) :page 1325, (1970).
- [69] R. Ulrich and R. Torge. "Measurement of thin film parameters with a prism coupler". *Appl. Opt.*, **vol. 12**(12) :page 2901, (1973).
- [70] "*Properties of silicon (Emis Datereviews series N°4)*". INSPEC, London and New York, (1988).
- [71] P. Yeh, A. Yariv, and C-S. Hong. "Electromagnetic propagation in periodic stratified media. I. General theory". *J. Opt. Soc. America*, **vol. 67**(4) :page 423, (1976).
- [72] A. Yariv and P. Yeh. "Electromagnetic propagation in periodic stratified media. II. birefringence, phase matching and X-ray lasers". *J. Opt. Soc. America*, **vol. 67**(4) :page 438, (1976).
- [73] S. Dutta, H. E. Jackson, R. L. Davis J. T. Boyd, and F. Hickernell. "*CO*₂ Laser Annealing of *Si*₃*N*₄, *Nb*₂*O*₅ and *Ta*₂*O*₅ thin-film optical waveguides to achieve scattering loss reduction". *IEEE J. Of Quantum Electronics*, **vol. QE 18**(4) :page 800, (1982).
- [74] Y. Okamura, S. Sato, and S. Yamamoto. "Simple method of measuring propagation properties of integrated optical waveguides : an improvement". *Applied Optics*, **vol. 24**(1) :page 57, (1985).
- [75] V. Lehmann. "Electrochemistry of silicon". *Wiley-VCH, London, United Kingdom*.

- [76] P.G. Kik and A. Polman. "Erbium doped optical waveguide amplifiers on silicon". *MRS Bulletin*, **vol. 23**(4) :page 48, (1998).
- [77] P.G. Kik and A. Polman. "Cooperative upconversion as the gain-limiting factor in Er doped miniature Al_2O_3 optical waveguide amplifiers". *J. Appl. Phy.*, **vol. 93**(9) :page 5008, (2003).
- [78] S. Coffa, G. Franzo, Priolo, A. Polman, and R. Serna. "Temperature dependence and quenching processes of the intra-4f luminescence of Er in crystalline Si". *Phys. Rev. B.*, **vol. 49**(23) :page 16313, (1994).
- [79] N. Daldosso, D. N. Urrios, M. Melchiorri, L. Pavesi, C. Sada, F. Gourbilleau, and R. Rizk. "Refractive index dependence of the absorption and emission cross sections at $1.54\mu m$ of Er_{3+} coupled to Si nanoclusters". *Appl. Phys. Lett.*, **vol. 88** :page 161901, (2006).
- [80] N. A. Sobolev, Yu. A. Nikolaev, A. M. Emel'yanov, K. F. Shtel'makh, P. E. Khakuashev, and M. A. Trishenkov. "Excitation cross-section and lifetime of the excited state of erbium ions in avalanching light-emitting Si :Er :O diodes". *J. of Luminescence*, **vol. 80** :page 315, (1999).
- [81] W. Henley, Y. Koshka, J. Lagowski, and J. Siejka. "Infrared photoluminescence from Er doped porous Si". *J. App. Phys.*, **vol. 87**(11) :page 7848, (2000).
- [82] N. Daldosso, D. N. Urrios, M. Melchiorri, C. Garcia, P. Pellegrino, B. Garrido, C. Sada, G. Battaglin, F. Gourbilleau, R. Rizk, and L. Pavesi. " Er Coupled Si nanocluster waveguide". *IEEE, J. Sel. Top. Quan. Elect.*, **vol. 12**(6) :page 1607, (2006).
- [83] K. Masaki, H. Isshiki, and T. Kimura. "Erbium Silicon Oxide crystalline films prepared by MOMBE". *Optical Materials*, **vol. 27-5** :page 876, (2005).
- [84] Hak-Seung Han, Se-Young Seo, Jung H. Shin, and Dong-Su Kim. " $1.54\mu m$ Er^{3+} photoluminescent and waveguiding properties of erbium-doped silicon-rich silicon oxide". *J. App. Phys.*, **vol. 88-4** :2160, (2000).
- [85] H. Elhouichet, A. Moadhen, M. Oueslati, and M. Férid. "Photoluminescence properties of europium-doped porous silicon nanocomposites". *J. of Luminescence*, **vol. 99**(1) :page 13, (2002).
- [86] N. Jaba, A. Kanoun, H. Mejri, H. Maaref, and A. Brenier. "Time-resolved luminescence data on the $1060 nm$ transition in Nd^{3+} -doped zinc tellurite glasses". *J.Phys. Cond. Matter*, **vol. 12** :page 7303, (2000).
- [87] L. Pavesi and M. Ceschini. "Stretched-exponential decay of the luminescence in porous silicon". *Phys. Rev. B*, **vol.48** :page 17625, (1993).

- [88] X. Wu, R. White, U. Hömmerich, F. Namavar, and A. M. Costa. "Time-resolved photoluminescence spectroscopy of Er-implanted porous silicon". *J. of Luminescence*, **vol. 71** :page 13, (1997).
- [89] W.M. Jadwisienczak, H.J. Lozykowski, I. Berishev, A. Bensaoula, and I.G. Brown. "Visible emission from AlN doped with Eu and Tb ions". *J. Appl. Phys.*, **vol. 89**(8) :page 4384, (2001).
- [90] M. Wojdak, M. KliK, M. Forcales, O. B. Gusev, and T. Gregorkiewicz. "Sensitization of Er luminescence by Si nanoclusters". *Phys. Rev. B*, **vol. 69** :page 233315, (2004).
- [91] A. Najar, H. Elhouichet, N. Lorrain, and M. Oueslati. "Silica waveguides fabricated by oxidization of selectively anodized porous silicon". *Applied Surface Science*, **vol. 252** :page 5808, (2006).
- [92] F. Priolo, G. Franzo, F. Iacona, D. Pacifici, and V. Vinciguerra. "Excitation and non-radiative de-excitation processes in Er-doped Si nanocrystals". *Mat. Sci. Eng. B*, **vol. 81** :page 9, (2001).
- [93] F. Priolo, G. Franzo, S. Coffa, and A. Carnera. "Excitation and nonradiative deexcitation processes of Er^{3+} in crystalline Si ". *Phys. Rev. B*, **vol. 57**(8) :page 4443, (1998).
- [94] N. Daldosso, D. N. Urrios, M. Melchiorri, L. Pavesi, F. Gourbilleau, M. Carrada, R. Rizk, C. Garcia, P. Pellegrino, B. Garrido, and L. Cognolato. "Absorption cross section and signal enhancement in Er-doped Si nanocluster rib-loaded waveguides". *Appl. Phys. Lett.*, **vol. 86** :page 261103, (2005).
- [95] J. Beeckman, K. Neyts, X. Hutsebaut, C. Cambournac, and M. Haelterman. "Simulations and experiments on self-focusing conditions in nematic liquid-crystal planar cells". *Optics Express*, **vol. 12**(6) :page 1011, (2004).
- [96] A. Yariv. "*Quantum electronics*". Third Edition, Wiley, (1984).
- [97] P. Ferrand. "*Structures guidantes à bande interdite photonique à base de silicium nanoporeux*". PhD thesis, Université Joseph Fourier - Grenoble 1, (2001).
- [98] M. Gaillet, M. Guendouz, M. Ben Salah, B. Le Jeune, and G. Le Brun. "Characterisation of porous silicon composite material by spectroscopic ellipsometry". *Thin Solid Films*, **vol. 455-456** :page 410, (2004).
- [99] P. Pirasteh, J. Charrier, Y. Dumeige, S. Haesaert, and P. Joubert. "Optical loss study of porous silicon and oxidized porous silicon planar waveguides". *J. Appl. Phys.*, **vol. 101** :page 083110, (2007).

- [100] W. J. Miniscalco and R. S. Quimby. "General procedure for the analysis of Er^{3+} cross sections". *Opt. Lett.*, **vol. 16** :page 258, (1991).
- [101] P. Pirasteh, J. Charrier, Y. Dumeige, P. Joubert, S. Haesaert, and L. Haji. "Further results on porous silicon optical waveguides at $1.55 \mu m$ ". *phys. stat. sol. (a)*, **vol. 204**(5) :page 1346, (2007).
- [102] Lanlan Gu, Z. Xiong, G. Chen, Z. Xiao, D. Gong, X. Hou, and X. Wang. "Luminescent Erbium-Doped Porous Silicon Bilayer Structures". *Advanced Materials*, **vol. 13**(18) :page 1402, (1993).
- [103] I. Vasilief. "Guides d'onde canaux amplificateurs en verres de fluorures dopés erbium : Sopectroscopie et amplification optique". *Université Claude Bernard - Lyon 1*, (2003).

Annexes

Annexe 1

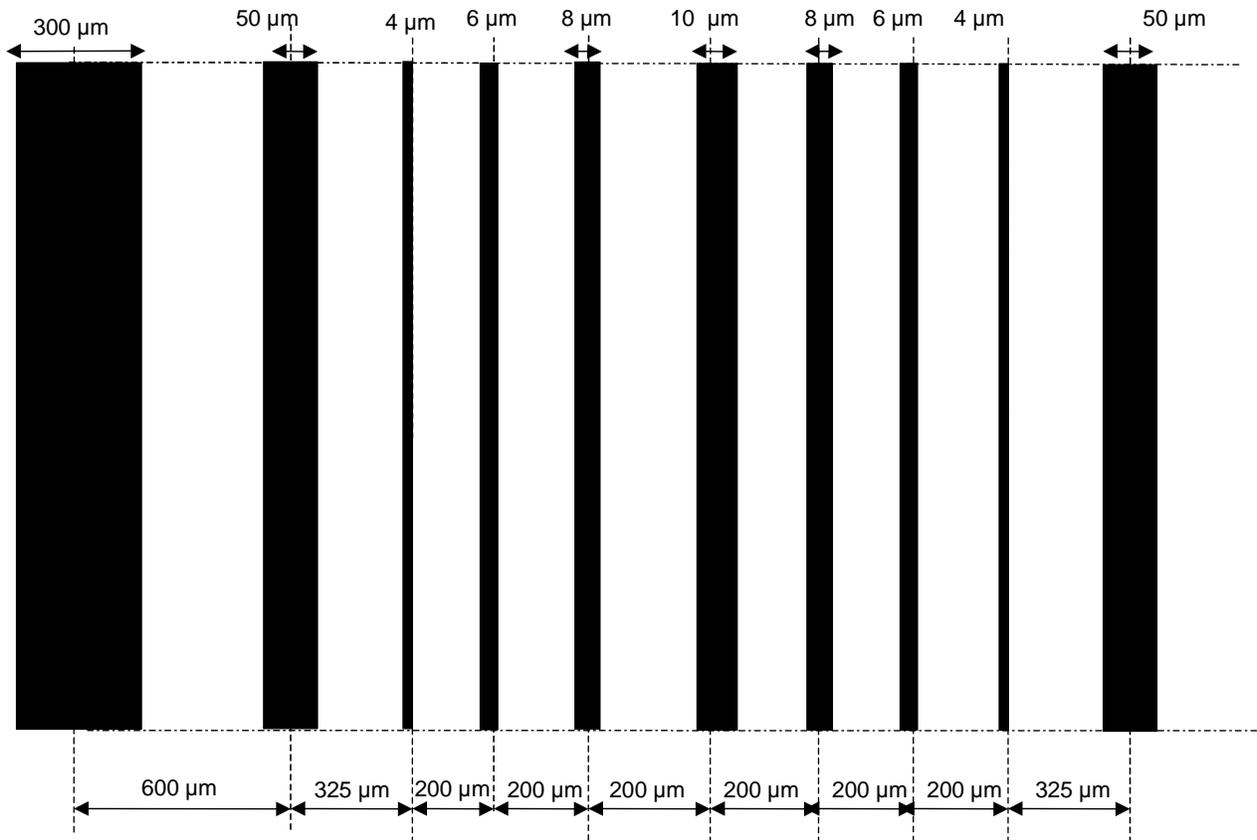


Fig. A1 Représentation schématique des motifs du masque

Annexe 2

Pour un guide planaire constitué de deux couches de silicium poreux dont la couche supérieure possède une porosité inférieure à celle de la deuxième (figure 5.11). Dans ce cas, il suffit de résoudre l'équation de dispersion du guide (air n_0 , couche guidante n_g et couche de confinement n_s). Par la suite selon la valeur de m trouvée on peut déterminer le nombre de modes.

$$wk_0 \sqrt{(n_g^2 - n_p^2 \sin^2 \theta_p)} - \arctan g_1 \frac{\sqrt{(n_p^2 \sin^2 \theta_p - n_0^2)}}{\sqrt{(n_g^2 - n_p^2 \sin^2 \theta_p)}} - \arctan g_2 \frac{\sqrt{(n_p^2 \sin^2 \theta_p - n_s^2)}}{\sqrt{(n_g^2 - n_p^2 \sin^2 \theta_p)}} = m \pi$$

avec :

- $K_0 = \frac{2\pi}{\lambda}$ vecteur d'onde dans le vide
- m : ordre du mode
- $g_1 = g_2 = 1$ en mode Transverse Electrique
- $g_1 = \frac{n_g^2}{n_0^2}$ et $g_2 = \frac{n_g^2}{n_s^2}$ en mode Transverse Magnétique



FIG. 5.11 – Schéma d'un guide plan

Liste des publications et conférences relatives à ce travail de thèse

Publications dans des revues internationales avec comités de lecture :

1. **A. Najjar**, J.Charrier, N. Lorrain, S. Haesaert, M. Oueslati and L. Haji, *Optical gain measurements in porous silicon planar waveguides codoped by Erbium and Ytterbium ions at 1,53 μm* , **Applied Physics Letters**, 91, 121120 (2007).
2. **A. Najjar**, J. Charrier, H. Ajlani, N. Lorrain, S. Haesaert, M. Oueslati and L. Haji, *Optical gain at 1,53 μm in $\text{Er}^{3+} - \text{Yb}^{3+}$ codoped porous waveguides silicon*, **Materials Science and Engineering B**, 146, 260 – 263 (2008).
3. **A. Najjar**, H. Ajlani, J.Charrier, N. Lorrain, S. Haesaert, M. Oueslati and L. Haji, *Optical study of Erbium-doped-porous silicon based planar waveguides*, **Physica B Condensed Matter**, Vol. 396, Issue 1 – 2, 145 – 149 (2007).
4. J. Charrier, V. Alaiwan, P. Pirasteh, **A. Najjar** and M. Gadonna, *Influence of experimental parameters on physical properties of porous silicon and oxidized porous silicon layers*, **Applied Surface Science**, Vol. 253, Issue. 21, 8632 – 8636 (2007).
5. **A. Najjar**, J.Charrier, H. Ajlani, N. Lorrain, H. Elhouichet, M. Oueslati and L. Haji, *Optical properties of erbium doped porous silicon waveguides*, **Journal of Luminescence**, Vol. 121, Issue : 2, 245 – 248 (2006).
6. **A. Najjar**, H. Elhouichet, N. Lorrain and M. Oueslati, *Excitation mechanisms and localization sites of erbium-doped porous silicon*, **Applied Surface Science**, Vol. 252, Issue. 16, 5808 – 5813 (2005).
7. H. Elhouichet, S. Daboussi, H. Ajlani, **A. Najjar**, A. Moadhen, M. Oueslati, I.M. Tiginyanu, S. Langa and H. Föll, *Strong visible emission from porous GaP doped with Eu and Tb ions*, **Journal of Luminescence**, Vol. 113, (3 – 4), 329 – 337 (2005).

Communications dans des congrès internationaux avec actes :

1. **A. Najjar**, J.Charrier, H. Ajlani, N. Lorrain, S. Haesaert, M. Oueslati and L. Haji, *Optical gain measurements in porous silicon planar waveguides codoped by Erbium and Ytterbium ions at 1,53 μm* , Poster présenté à **E-MRS** Strasbourg, France, 28 mai-1 Juin (2007).

2. **A. Najjar**, J.ChARRIER, H. Ajlani, N. Lorrain, H. Elhouichet, M. Oueslati and L. Haji, *Optical properties of erbium doped porous silicon waveguides*, Poster présenté à **E-MRS** Nice, France, 28 mai-1 Juin (2006).

Communications dans des congrès nationaux avec actes :

1. **A. Najjar**, J.ChARRIER, H. Ajlani, N. Lorrain, M. Oueslati and L. Haji, *Guides canaux en silicium poreux dopé Erbium : propriétés optiques*, Poster présenté aux 25^{èmes} Journées Nationales d'Optique Guidée (JNOG), Metz, France, 7, 8 et 9 Novembre (2006).
2. **A. Najjar**, J.ChARRIER, N. Lorrain, M. Oueslati and L. Haji, *Réalisation et étude de guides en matériaux nanoporeux dopés Erbium pour l'amplification optique*, 1^{ères}, Présentation orale aux Journées Nanosciences de Bretagne (JNB) , Rennes, France, 29-30 Juin(2006).
3. **A. Najjar**, N. Lorrain, J.ChARRIER and L. Haji, *Elaboration des guides plans dopés erbium : caractérisations structurales et optiques*, Présentation orale aux Journées des Doctorants, Rennes, France, 14 Décembre (2005).
4. **A. Najjar**, H. Elhouichet and M. Oueslati *Etudes optiques des nanocomposites de SP/Eu³⁺ et SP/Tb³⁺*, Poster présenté aux 7^{èmes} journées Francophones des Jeunes Physico Chimistes, Monastir, Tunisie, 19-21 Mars(2004).

RESUME

Ce manuscrit, divisé en cinq chapitres, présente les différents aspects de ce travail. Le premier chapitre décrit le silicium poreux et sa réalisation, les différents paramètres de formation, ses propriétés structurales. Les propriétés de luminescence des ces ions (Erbium et Ytterbium) sont exposées par la suite. Enfin, un état de l'art est détaillé sur les amplificateurs optiques dopés Erbium déjà réalisés à partir de silicium poreux ainsi qu'à partir d'autres matériaux.

Le deuxième chapitre présente les conditions expérimentales d'élaboration des guides plans et canaux en silicium poreux et les conditions de dopage et/ou codopage ainsi que les traitements thermiques. Les méthodes de mesures de l'indice de réfraction, la photoluminescence et la photoluminescence résolue en temps sont présentées. Les observations en champ proche et les mesures des pertes ainsi que les mesures de gain optique sont également exposées.

Dans le troisième chapitre, les profils de concentration des ions terres rares pour les guides plans et canaux sont présentés et discutés. Dans ce chapitre, un accent particulier est mis sur la variation de l'indice de réfraction en fonction des conditions d'anodisation de dopage et des traitements thermiques.

Le quatrième chapitre est consacré à l'étude des guides dopés et codopés par photoluminescence et photoluminescence résolue en temps pour montrer l'activation des ions Erbium ainsi que la détermination de la durée de vie du niveau métastable $^4I_{13/2}$. Ces résultats vont nous permettre d'optimiser la meilleure concentration d'Ytterbium pour le codopage ainsi que d'expliquer les mécanismes d'excitation des ions Erbium. La concentration des ions Erbium actifs dans les guides sera déterminée.

Le dernier chapitre décrit les observations en champ proche et les mesures des pertes pour les guides ainsi réalisés. Le gain on/off dans les guides, définie comme étant le rapport de l'intensité lumineuse du sortie avec pompage à 980 nm sur la puissance du signal de sortie sans pompage, a été mesuré et exploité pour les guides codopés avec différentes concentrations d'Ytterbium. Les variations du gain en fonction de la longueur d'onde sont présentées.

Mots clés :

Silicium poreux, guide d'onde, terres rares, EDX, photoluminescence, pertes optiques, gain optique.

ABSTRACT

This manuscript is divided in five chapters dealing with the different aspects of this work.

In the first chapter we describe the porous silicon characteristics, its realisation and the various parameters which have to be controlled. Then, the state of art of Erbium Doped Optical Amplifiers based on porous silicon as well as on other materials will be presented in details.

In chapter 2, the experimental conditions for the realisation of porous silicon based planar and channel optical waveguides are presented. The experimental conditions for the doping and codoping with rare earth elements as well as those used for thermally activated these elements are given. The techniques for the refractive index measurement, the photoluminescence (PL) and time resolved PL are presented. Near field method and optical losses and gain methods are also described.

In the third chapter, the concentration profiles for rare earth ions in planar and channel waveguides are presented and discussed. Then, a particular attention is given to the refractive index variation as a function of the anodisation, doping and thermal treatments conditions.

Chapter 4 is dedicated to the photoluminescence and time resolved PL study of doped and co doped waveguides in order to investigate the Er activation and the $^4I_{13/2}$ excited level lifetime. The results are used to optimise the Yb concentration in the case of codoping and to discuss the excitation mechanisms of Erbium ions. The concentration of activated ions in the Waveguides was determined.

In chapter 5, we describe and discuss the near field and loss measurements for the two types of waveguides. The on/off gain, defined as the ratio between the out put light signal with and without the 980 *nm* pump, is measured in the case of planar waveguides codoped with various Ytterbium concentrations and for channel waveguide codoped with a concentration ratio equal to 3. The gain change as a function of the signal wavelength is also presented and discussed.

Keywords :

Porous silicon, waveguide, rare earth, EDX, Photoluminescence, optical losses, optical gain.