HAL
open science

Conception et fabrication de capteurs et de leur technique d'interrogation pour des applications dans les domaines de la santé et de l'environnement

Yacouba Sanogo

To cite this version:

Yacouba Sanogo. Conception et fabrication de capteurs et de leur technique d'interrogation pour des applications dans les domaines de la santé et de l'environnement. Autre [cond-mat.other]. École normale supérieure de Cachan - ENS Cachan, 2012. Français. NNT : 2012DENS0080 . tel-00825038

HAL Id: tel-00825038

https://theses.hal.science/tel-00825038v1

Submitted on 26 May 2014

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.

ENSC-(UMR **8537**)

THESE DE DOCTORAT
DE L'ECOLE NORMALE SUPERIEURE DE CACHAN

Présentée par

Yacouba SANOGO

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'ECOLE NORMALE SUPERIEURE DE CACHAN

Spécialité : **Physique**

Sujet de la thèse :

Conception et fabrication de capteurs et de leur technique d'interrogation pour des applications dans les domaines de la santé et de l'environnement.

Thèse soutenue le 10 décembre 2012 devant le jury composé de :

Président :	Marc **HIMBERT**	Professeur au CNAM
Rapporteurs :	Eric **CASSAN**	Professeur à l'Université PARIS-SUD
	Andrea **MELLONI**	Professeur à l'Ecole Polytechnique de Milan
Directrices :	Isabelle **LEDOUX-RAK**	Professeur à l'ENS de Cachan
	Anne-Françoise **OBATON**	Docteur, Ingenieur de Recherche au LNE
Encadrant :	Chi Thanh **NGUYEN**	Docteur, Ingenieur de Recherche au CNRS
Examinatrice :	Claude **NOGUES**	Docteur, Chargée de Recherche au CNRS

Nom du Laboratoire : Laboratoire de photonique quantique et moléculaire
ENS CACHAN/CNRS/UMR **8537**
61, avenue du Président Wilson, 94235 CACHAN CEDEX (France)

Liste des domaines :
SCIENCES PHYSIQUES
CHIMIE ET SCIENCES DE LA VIE ET DE LA SANTE

Remerciements

De prime abord je remercie vivement, Pr Andrea MELLONI et Pr Eric CASSAN, d'avoir accepté d'assumer le travail de rapporteur de ce manuscrit, Pr Marc HIMBERT pour l'honneur qu'il m'a accordé en acceptant de présider mon jury de thèse.

Je remercie également Pr Isabelle LEDOUX-RAK et Dr Anne-Francoise OBATON, co-directrices, Dr Chi Thanh NGUYEN, encadrant de cette thèse. Malgré leurs nombreuses autres responsabilités, ils se sont toujours montrés très disponibles et ont su m'orienter scientifiquement dans les moments importants et décisifs de la thèse. Leurs qualités de visionnaire en terme de nouveaux projets, associées à leur remarquable énergie mis à profit de la recherche scientifique, font d'eux des directeurs et encadrant de thèse très enviés. De par leur grande expérience dans les domaines de la recherche, ils m'ont permis de mener à bien cette thèse de doctorat, tant sur un point de vue scientifique qu'humain. Ils ont toujours su être présents, tout en me laissant une grande autonomie dans le choix de mes orientations. Que Dr NGUYEN trouve particulière ici l'expression de toute mon amitié et de ma plus grande reconnaissance. Je sais qu'il répondra par modestie « oh non je n'ai rien fait, je ne suis qu'un simple aide soignant ». A mon tour je lui répond par avance « Merci d'avoir soigné l'électronicien qui n'avait aucune notion de l'optique avant sa thèse ».

Je remercie très sincèrement Dr Claude NOGUES, chargée de recherche au CNRS, Pr Malcolm BUCKLE, Directeur de recherche au CNRS, M. Joseph LAUTRU, Ingénieur de recherche et responsable de la salle blanche de l'ENS Cachan et Camille DELOZOIDE, futur docteur en physique, qui ont su m'accompagner au quotidien pour surmonter chaque moment crucial, et m'ont ainsi permis de m'affirmer sur bien des points. Je les remercie grandement de m'avoir fait profité de leurs compétences et surtout de leurs qualités humaines. J'exprime vivement et singulièrement ma reconnaissance au Dr Claude NOGUES pour l'honneur accordé en acceptant d'examiner ma thèse, pour ces nombreuses aides apportées pendant toutes les expériences biologiques réalisées et pour son soutien indéfectible pendant les moments pénibles.

Je tiens également à exprimer toute ma gratitude aux responsables du Laboratoire National de Métrologie et d'Essais (LNE) et l'ENS Cachan, pour m'avoir accueilli dans des établissements aussi prestigieux comme les leurs pour effectuer ce travail de thèse. Je remercie tous mes collègues du pôle Photonique Energétique du LNE Trappes. En singulier, Dr Jimmy DUBARD, responsable de ce pôle, pour ses qualités humaines, sa disponibilité et surtout son soutien quotidien pour surmonter les nombreuses difficultés rencontrées durant cette thèse. Je remercie également Mr Mohamed MALHI, Ingénieur au département Informatique, pour ses conseils récurrents et Géraldine EBRARD, mathématicienne au LNE, pour son aide dans les étapes de modélisation.

Je tiens également à remercier toute l'équipe du LPQM qui malgré la complexité et le volume de leur travail garde le sourire, organise des débats scientifiques entre les doctorants. Votre sympathie et vos qualités humaines ont eu raison des trois années de thèse qui sont passées de façon inaperçue au vu du nombre incalculable de moments inoubliables. Je remercie tous les doctorants de ce laboratoire avec en tête de proue, le futur Docteur en physique, Clément LAFARGUE.
Je n'oublie pas mes amis de longues galères, Marina OUFFOUE, Lionel AKPAGNI, Ulrich KOGUIA, Goy KOYAPALATA, Hervé NGUETTA, Daniel MUTTEBA, David OUATTARA, Habiba COULIBALY, Adama KAMA, Moctar DIAW, Clément CISSE, Daouda SAMB, Mardoché YEPOUA, Abou KONE, Moussa DOUKOURE, Florent

OLOUSSOUMAI, Tahiri SYLLA. Je ne peux clore cette liste d'amis sans remercier la famille Delay (Romain, Sandrine, Béatrice et son mari), la famille LIBESSART (Thierry et Céline, Camille et surtout Laurent), Mr Jean PRUVOST et Mr Bernard SOLIVERES, sans qui je n'aurais pu finaliser un tel travail.

Je tiens à remercier tous mes enseignants et Professeurs à qui je dois en grande partie ce travail : des enseignants du primaire, de l'EPP Gbablasso-Yégolé-Kanta, en Côte d'Ivoire, aux Professeurs des Universités, en particulier Dr Nicolas TENTILLIER qui m'a toujours encouragé et soutenu dépuis mon stage de Master dont il était le Directeur.

Enfin, je remercie et dédie également ce travail à toute ma famille du coté de Yégolé, en Cote d'ivoire, à ma famille versaillaise (les 5 FEIGNIER que remercie infiniment, béni soit le jour où je les ai connu), à Mr et Mme SANOGO (Miamo et Naobly Marie Paule) du coté de Saint Denis en région Parisienne, à mes oncles Famony et Vadroh DOSSO, Vassiaffa DIOMANDE, Kobla, Sigui et Logoné SOUMAHORO, à mes parents que j'aime de tout mon cœur.

Un grand merci à ceux qui de proche ou de loin ont participé à l'accomplissement de ce travail.

Résumé

Le besoin croissant de biocapteurs optiques compacts, sélectifs, ultrasensibles, rapides et bas coût dans les domaines médical et environnemental a engendré une émergence de solutions technologiques, notamment les capteurs à bases de microrésonateurs optiques. Ces types de biocapteurs sont capables de fournir une détection sélective de très faibles concentrations de biomolécules si leurs surfaces sont fonctionnalisées. En revanche, les deux méthodes optiques d'interrogation actuelles, balayage spectral et variation de l'intensité, ne peuvent ni fournir la sensibilité de la phase du signal optique propagé dans le capteur, ni les paramètres opto-géométriques (perte par propagation, l'indice effectif, coefficient de couplage, etc) nécessaires pour une modélisation de la réponse du capteur. Pour accéder à ces informations, nous avons proposé d'utiliser l'interféromètre optique à faible cohérence sensible à la phase (PS-OLCI : Phase Sensitive-Optical Low Coherence Interferometer) comme une technique alternative d'interrogation et de caractérisation de microrésonateurs.

La première partie des travaux de cette thèse est consacrée à l'étude de conception et de réalisation de microrésonateurs monomodes possédant un facteur est de qualité supérieur à 20000 dans l'eau. Cette étude a été validée par la réalisation technologique, à l'aide des procédés de photolithographie classique et de gravure sèche au plasma d'oxygène, de microrésonateurs polymères possédant des facteurs de qualité allant jusqu'à 38 200.

La deuxième partie des travaux de thèse est dédiée à l'adaptation du dispositif PS-OLCI, initialement développé au Laboratoire National de Métrologie et d'Essais (LNE) pour interroger les composants des télécommunications optiques, pour la caractérisation de microrésonateurs optiques. Les résultats obtenus en évaluant les performances spatiales et spectrales de différents microrésonateurs ont montré que le dispositif PS-OLCI n'est pas seulement un outil d'interrogation et de caractérisation mais aussi un véritable outil d'aide à la conception de microrésonateurs optiques. Une modélisation, validée par l'ajustement des mesures expérimentales, de la réponse PS-OLCI d'un microrésonateur, met en évidence la relation existant entre l'interférogramme et les intégrales de Fresnel.

La dernière partie de nos travaux concerne l'association du dispositif PS-OLCI et d'un composant optofluidique, constitué de microrésonateurs et d'un circuit microfluidique en polymères, pour la détection d'espèces biologiques. A cet effet, la molécule de glucose a été choisie pour démontrer la détection homogène ou volumique en solution aqueuse en obtenant respectivement les limites de détection de l'ordre de 50 µg/ml et de 2 µg/ml en exploitant l'intensité ou la phase des mesures PS-OLCI. Ces performances démontrent la capacité de notre capteur à déceler des biomolécules en faible concentration ainsi que la pertinence de la mesure de la phase, d'où l'intérêt du dispositif PS-OLCI. Pour remédier au problème de sélectivité du capteur en détection homogène, la méthode de détection surfacique est utilisée. La problématique de chimie de surface des polymères, c'est à dire la fonctionnalisation des surfaces des guides polymères en vue d'une détection surfacique, a d'abord été effectuée. Les limites de détection obtenues en détection surfacique sont ensuite évaluées à leur tour pour différents types de molécules particulièrement les protéines telles que la streptavidine ou la biotine. Les performances de détection de streptavidine obtenues, 0,02 pg/mm^2, sont au moins 10 fois meilleures que celles obtenues à l'aide de la technique de Résonance de Plasmons de Surface considérée à ce jour comme la technique de référence en biodétection sans marqueur.

Ces premiers résultats, présentant des marges importantes d'amélioration, contribuent à démontrer que les capteurs à base de microrésonateurs optiques sont des candidats potentiels très prometteurs pour la détection de très faibles concentrations de biomolécules pour l'analyse biochimique.

ABSTRACT

The increasing need for compact, selective, ultrasensitive, fast and affordable optical biosensors in the medical and environmental sectors gave rise to new technological solutions, especially regarding sensors based on optical microresonators. If their surfaces are functionalized, these biosensors can provide a selective detection of low concentrations of biomolecules. However, two common optical interrogation methods – spectral scanning and intensity variation – cannot provide the same sensitivity as the method using phase detection of the guided modes nor the opto-geometrical parameters (propagation loss, effective refractive index, coupling coefficient), needed for the modeling of the sensor response. To get this information, we proposed to use the Phase Sensitive-Optical Low Coherence Interferometer (PS-OLCI) as a new alternative technical solution for interrogation and characterization of microresonators.

The first part of this thesis is dedicated to the conception and fabrication of single mode microresonators with a quality factor higher than 20 000 in water. This work was validated by the manufacture of polymer microresonators with a quality factor up to 38 200, using UV photolithography and Reactive Ion Etching (RIE) processes.

The second part of this work covers the adaptation of PS-OLCI setup, initially developed at Laboratoire national de métrologie et d'essais (LNE), to interrogate optical telecommunication devices, for the characterization of optical microresonators. The results, obtained through the analysis of spatial and spectral performances of various microresonators, showed that the PS-OLCI setup is not only an interrogation and characterization tool but also a real support tool for designing optical microresonators. The performed modelling of the PS-OLCI and microresonator association response, validated by the fitting of the experimental data, demonstrated the relation between PS-OLCI measurements and Fresnel integrals.

The last part of this work is dedicated to label free biosensing experiments using PS-OLCI setup associated to an optofluidic component, made of polymer optical microresonators and polymer microfluidic circuit, to detect biological species. The glucose molecule was chosen to demonstrate the homogeneous sensing experiments in aqueous solution. The obtained detection limits are around 50 µg/ml when we exploited intensity and around 2 µg/ml when we exploited the PS-OLCI measurements phase. These results demonstrate the high sensitivity of the proposed biosensor as well as the value of the optical phase measurement, hence the interest of PS-OLCI set up.
To address the problem of sensor selectivity in homogeneous sensing method, surface sensing experiences were performed. The first step of this method was the functionalization of the sensor surface, by binding adequate recognition molecular sites to the sensor surface in order to immobilize target molecules. Proteins were then chosen to perform this very same type of experiences. The preliminary results in the 0.02 pg/mm^2 range clearly show that our sensors is ten times more sensitive than Surface Plasmon Resonance, which is actually considered among the most successful label free sensing methods.

These first results, which can be improved, demonstrate that the sensors based on optical microresonators are promising candidates for the detection of low concentrations of biomolecules for biochemical investigation.

Introduction Générale

La détection de très faibles concentrations d'espèces chimiques et biologiques représente un enjeu de plus en plus important dans des domaines comme la santé et l'environnement. En effet, la détection de molécules biochimiques, à l'aide d'outils d'analyses rapides et très sensibles, permettra, dans les domaines médical et pharmaceutique, d'effectuer des diagnostics précoces et d'augmenter les chances de guérison des patients, ou encore dans des domaines comme l'environnement, de détecter des polluants dans l'eau ou dans l'air.

Ces besoins croissants de biocapteurs ultrasensibles et rapides ont engendré une émergence de solutions technologiques basées sur des principes de détection très variés combinant des domaines de recherche pluridisciplinaires : association de la physique avec la chimie, avec la biologie, ou la biologie avec la chimie, etc.
Dans le secteur biomédical, le mariage de la biologie et de l'optique occupe une place de plus en plus importante dans la métrologie actuelle car il présente des potentialités très intéressantes pour répondre à de nombreuses exigences[1].
En effet, l'exploitation de la lumière, à la différence de l'électricité, offre la possibilité de mesures dans des conditions extrêmes présentant de fortes perturbations. En guise d'exemple la fibroscopie[2,3] qui consiste à introduire dans le corps humain, par les voies naturelles, un endoscope souple constitué de fibres optiques afin d'examiner différents organes, notamment digestifs ou urinaires. Cet examen peut être utilisé pour effectuer un diagnostic, ou un traitement. Selon les besoins, l'endoscope peut accueillir des outils chirurgicaux pour réaliser des prélèvements, traiter une tumeur ou extraire des corps étrangers. En plus, les principes de fonctionnement des capteurs optiques sont très variés car capables de se décliner de la variation d'amplitude[4] à la fluorescence[5] en passant par la variation de phase[6]. A ce jour, il existe plusieurs techniques optiques de biodétection qui selon le principe de détection utilisé peuvent être classées en deux catégories[7] : les techniques avec marquage fluorescent et les techniques sans marquage fluorescent.

Les techniques avec marquage fluorescent offrent les meilleures sensibilités, mais nécessitent l'utilisation d'une molécule fluorescente appelée marqueur[7]. Par ailleurs, les marqueurs fluorescents peuvent interagir avec les molécules cibles pour non seulement influencer les résultats de mesures mais aussi dénaturer la molécule étudiée[7].
Certes les techniques sans marquage fluorescent possèdent une moins bonne sensibilité par rapport à celles avec marquage, en revanche elles présentent l'avantage d'étudier les molécules dans leur état naturel [7].

Plusieurs techniques optiques de biodétection sans marqueur sont actuellement répertoriées dans la littérature [7]. Les principales sont la diffusion Raman par effet de surface (« Surface-Enhanced Raman Scattering » (SERS) en anglais) ; la méthode interférométrique DPI (« Dual Polarization Interferometry » en anglais) ou encore la résonance de plasmon de surface (« Surface Plasmon Resonance » (SPR) en anglais). Les capteurs SPR, aujourd'hui commercialisés par plusieurs groupes internationaux notamment Biacore[8], sont considérés comme les plus performants avec une limite de détection de l'ordre du pg/mm^2 [7]. Cependant, ils sont difficilement utilisables pour étudier l'orientation des molécules cibles car ils n'exploitent que la polarisation transverse magnétique [7].
Contrairement aux capteurs SPR, les DPI présentent l'avantage d'exploiter les polarisations transverses magnétiques TM et transverses électriques TE. En revanche, ils sont moins performants que les SPR, en termes de limite de détection qui est de quelques pg/mm^2 [9].

Ces deux types de capteurs sont actuellement utilisés dans le domaine biomédical. Néanmoins, le coût des équipements et la nécessité de personnels qualifiés freinent encore leur apparition dans les autres secteurs tels que l'environnement.

Pour pallier cet état de fait, des recherches sont en cours dans plusieurs laboratoires afin de développer des capteurs optiques sans marqueur et bas coût capable de détecter la présence, en surface ou dans une solution, d'une molécule cible en très faible quantité (limite de détection < 1 pg/mm²), et cela avec un temps de réponse inférieur à quelques minutes. Parmi ces capteurs, les microrésonateurs optiques, du fait de leur facteur de qualité élevé, permettent d'observer des molécules immobilisées en quantité infime sur leur surface [7]. Ce type de capteur est constitué d'une cavité résonante dans laquelle la lumière sonde se propage par réflexion totale interne, créant ainsi des ondes localisées, appelées ondes évanescentes, sur la surface du capteur. Ainsi, la présence de biomolécules sur la surface du capteur modifie la propagation des modes guidés par interaction entre l'onde évanescente et les molécules. Cette modification, dépendant des propriétés optiques de la molécule cible, sert à quantifier les molécules présentes en surface. Ces biocapteurs à base de microrésonateurs optiques peuvent fournir deux méthodes de détection : détection homogène et détection surfacique.

La détection homogène consiste à mesurer la variation de l'indice de réfraction optique d'une solution aqueuse dans laquelle sont reparties, de façon homogène, les molécules cibles. Cette méthode de détection a été utilisée par diverses équipes pour démontrer la capacité des microrésonateurs à détecter de faibles concentrations de biomolécules, en obtenant des limites de détection comprise entre 10^{-7} à 10^{-4} unité d'indice de réfraction (RIU de l'anglais « Refractive Index Unit ») [7,10]. Cependant, cette méthode est limitée lorsque l'on recherche la sélectivité. En effet, la modification des modes guidés, liée à la variation de l'indice de réfraction optique de la solution, est due à la présence de toutes les biomolécules présentes dans la solution et pas seulement à celle de la molécule cible. Pour remédier à ce problème de sélectivité, plusieurs équipes ont utilisé la détection surfacique ou spécifique.

Dans la méthode de détection spécifique, la surface du microrésonateur est fonctionnalisée, en y accrochant des récepteurs appropriés qui permettent d'immobiliser par des liaisons covalentes les molécules cibles sur la surface. Ainsi, les molécules immobilisées et celles reparties dans la solution pourront modifier l'indice effectif du mode guidé. L'immobilisation par liaison covalente étant irréversible, la surface du capteur peut être rincée pour éliminer l'influence de la détection homogène (molécules réparties dans la solution), rendant le capteur plus sélectif. Des expériences de détections spécifiques réalisées dans divers laboratoires ont démontré les performances des microrésonateurs dans ce domaine avec des limites de détection allant jusqu'à 20 pg/mm^2 [7,10,11,12,13]. Les travaux de thèse de Chao[10] ont également montré que les microrésonateurs peuvent être facilement fonctionnalisés lorsqu'ils sont à base de matériaux polymères. Ces différents résultats démontrent le potentiel des capteurs à base de microrésonateurs optiques.

Cependant, les techniques optiques (balayage spectral et variation de l'intensité) utilisées à ce jour pour les interroger n'exploitent qu'une partie du signal optique propagé dans la cavité, à savoir l'amplitude de la transmission spectrale[10]. Or, la présence de biomolécules sur la surface du capteur ne modifie pas seulement l'amplitude du signal optique, mais aussi sa phase. La sensibilité de la phase n'étant pas à ce jour renseignée, nous proposons, en conséquence, d'utiliser un interféromètre optique à faible cohérence sensible à la phase[14] (« Phase Sensitive-Optical Low Coherence Interferometer » (PS-OLCI) en anglais) comme nouveau protocole d'interrogation des microrésonateurs optiques. Ce dispositif permet de mesurer les réponses spatiales, exploitées pour extraire les pertes de propagation et l'indice de

groupe, et les réponses spectrales complexes (amplitude et phase) d'un composant photonique. La mesure de la phase permet non seulement d'étudier les phénomènes liés à la dispersion dans un guide d'onde, mais représente également une véritable grandeur de comparaison des performances des méthodes traditionnelles d'interrogation.
Afin de profiter simultanément des avantages des capteurs à base de microrésonateurs optiques et ceux du dispositif d'interrogation PS-OLCI, nous avons utilisé leur association comme un nouveau protocole de biodétection sans marqueur.

Le sujet de thèse ainsi proposé concerne la conception, la réalisation et l'interrogation de microrésonateurs polymères capables de fournir une détection sélective pour des applications de biodétection en régime optofluidique. Ce projet novateur s'inscrit parfaitement dans les préoccupations sociétales et les orientations stratégiques du Laboratoire National de Métrologie et d'Essais (LNE) dans le domaine de la santé et de l'environnement. Par ailleurs, il permettra au LNE de disposer d'une nouvelle expertise : génération de nouvelles compétences dans le domaine des capteurs photoniques pour détecter des espèces chimiques et des molécules biologiques.
Il implique trois laboratoires : deux de l'Institut d'Alembert (le Laboratoire de Photonique Quantique et Moléculaire (LPQM) et le Laboratoire de Biologie et Pharmacologie Appliquée (LBPA)) de l'Ecole Normale Supérieure (ENS) de Cachan et le Laboratoire Commun de Métrologie (LCM) LNE-CNAM (EA 2367). Les diverses compétences des trois laboratoires ont été combinées et mises à profit pour effectuer les travaux dont la synthèse est présentée dans ce mémoire de thèse : le LPQM pour la conception, la fabrication de composants optofluidiques (microrésonateur et cellule microfluidique) et la caractérisation par balayage spectral, le LBPA pour la chimie de surface des capteurs et la quantification des molécules cibles, et le LNE pour la caractérisation des microrésonateurs.

Cette thèse est structurée en six chapitres. **Le chapitre I** présente une introduction de quelques notions de base de l'optique guidée ainsi qu'un état de l'art relatif aux biocapteurs optiques. Après un bref rappel du principe de fonctionnement et de quelques caractéristiques d'un capteur, nous utilisons la théorie des rayons lumineux pour définir quelques notions de l'optique guidée. Ensuite, est présenté un état de l'art des performances et des limites des techniques de biodétections actuelles notamment des capteurs à base de microrésonateurs optiques. Cet état de l'art met en évidence l'enjeu et l'apport des matériaux polymères dans la réalisation de microrésonateurs.

Le chapitre II est consacré à la conception et à la fabrication de microrésonateurs en polymère monomodes possédant un facteur de qualité supérieur à 20000 dans l'eau. La première partie de ce chapitre présente la conception, à l'aide de la méthode de l'indice effectif, de microrésonateurs à guides rectangulaires monomodes. Nous y présentons les biens fondés des matériaux polymères SU-8 et CYTOP choisis pour réaliser les microrésonateurs. Ensuite, la deuxième partie du chapitre est consacrée à la présentation des différentes étapes de fabrication de microrésonateurs à guides rectangulaires. La troisième partie présente les résultats de caractérisation, à l'aide de la méthode de balayage spectral du LPQM, permettant de valider la procédure de fabrication des composants. Enfin la dernière partie décrit la procédure de réalisation et d'intégration de circuits microfluidiques sur les microrésonateurs pour former un composant optofluidique. Ce circuit sert à introduire et à contrôler la quantité de biomolécules à étudier sur la surface du capteur.

Le chapitre III est d'abord consacré à la présentation du principe de fonctionnement d'un interféromètre optique à faible cohérence sensible à la phase. Dans la deuxième partie de ce chapitre, nous exposons une brève description des différentes améliorations apportées au

dispositif PS-OLCI du LNE, initialement conçu pour caractériser les composants des télécommunications optiques, en vue de caractériser des microrésonateurs.

Le chapitre IV décrit l'approche théorique, tenant compte de la dispersion de l'indice effectif, de l'association d'un PS-OLCI et d'un microrésonateur optique permettant d'ajuster les mesures expérimentales. Le modèle théorique développé dans ce chapitre met en évidence la relation existant entre l'interférogramme et les intégrales de Fresnel. Après avoir validé ce modèle théorique par l'ajustement des mesures expérimentales, une étude de l'influence de la dispersion sur la réponse du capteur, en vue de prédire son comportement en présence de biomolécules, a été effectuée.

Le chapitre V présente les différents résultats de caractérisation de microrésonateurs. La première partie expose l'extraction des performances spectrales, l'étude de la sensibilité thermique de microrésonateurs et l'évaluation de la répétabilité et de la reproductibilité des mesures PS-OLCI. La comparaison de ces performances avec celles obtenues sur le banc de mesure en transmission du LPQM sert à valider le dispositif PS-OLCI comme outil de caractérisation de microrésonateur. Ensuite, la deuxième partie décrit l'exploitation de l'amplitude des réponses spatiales des mesures PS-OLCI pour déterminer les paramètres caractéristiques des microrésonateurs comme les pertes de propagation et de couplage. L'exploitation des mesures PS-OLCI pour différencier les régimes de couplage entre le guide d'injection et la cavité, validant le dispositif PS-OLCI comme outil d'aide à la conception de microrésonateurs est également présenté.

Enfin le dernier chapitre concerne les différentes expériences de biodétection. La première partie de ce chapitre décrit les différentes expériences de détection homogène de glucose. Dans la deuxième partie est présentée la description de la procédure de greffage et de quantification de biomolécules sur la surface des microrésonateurs. Ensuite, sont décrites les différentes expériences de détection surfacique de la molécule de TAMRA cadavérine, de la protéine streptavidine et de la biotine. La comparaison de nos résultats avec les performances des capteurs de références actuels, permettant de valider les objectifs de départs, est également présentée.

BIBLIOGRAPHIE

[1] R. Narayanaswamy, O.S. Wolfbeis "Optical Sensors : industrial, environmental and diagnostic application", analytical and bioanalytical chemistry, vol 381, New York (2005).

[2] L. Fanti, M. Agostoni, M. Gemma, F. Radaelli, R. Conigliaro, L. Beretta, G. Rossi, M. Guslandi, P. A. Testoni "Sedation and monitoring for gastrointestinal endoscopy: A nationwide web survey in Italy", Digestive and Liver Disease, vol 43, pp. 726– 730 (2011).

[3] Multisociety sedation curriculum for gastrointestinal endoscopy (2012).

[4] N. Lagakos, J. H. Cole, J. A. Bucaro, "Microbend fiber-optic sensor", Applied Optics, vol. 26, n°11, pp. 2171-2180 (1987).

[5] T. F. McGrath , K. Andersson, K. Campbell, T.L. Fodey, C.T. Elliott, "Development of a rapid low cost fluorescent biosensor for the detection of food contaminants", Biosensors and Bioelectronics (2012) (accepté).

[6] S.Y. Wu, H.P. Ho, W. C. Law, C. Lin and S.K. Kong, "Highly sensitive differential phase-sensitive surface plasmon resonance biosensor based on the Mach–Zehnder configuration",Optics Letters, Vol. 29, Issue 20, pp. 2378-2380 (2004).

[7] Fan X., White I.M., Shopova S. I., Zhu H., Suter J. D., Sun Y., "Sensitive optical biosensors for unlabeled targets: A review," Anal. Chim. Acta., 620, 8-26 (2008).

[8] http://www.biacore.com/lifesciences/index.html, consulté en octobre 2012.

[9] M. J. Swann, L. L. Peel, S. Carrington, N.J. Freeman, "Dual-polarization interferometry: an analytical technique to measure changes in protein structure in real time, to determine the stoichiometry of binding events, and to differentiate between specific and nonspecific interactions", Analytical Biochemistry, vol.329, pp. 190-198, (2004).

[10] C.-Y. Chao, "Polymer microring resonators for biochemical sensing applications, PhD Thesis, University of Michigan (2005).

[11] J.T. Gohring, P.S. Dale, X. Fan, "Detection of HER2 breast cancer biomarker using the opto-fluidic ring resonator biosensor", Sensors and Actuators B, vol. 146 , pp.226–230 (2010)

[12] M.K. Park, J.S. Kee, J.Y. Quah, V. Netto, J. Song, Q. Fang, E.M.L. Fosse, G.-Q. Lo, "Label-Free Aptamer Sensor based on silicon microring resonators", Sensors and Actuators B: Chemical (2012) (accepté).

[13] Al. Palaniappan, W.H. Goh, U.H. Yildiz, B. Swarnalatha, S. Priyanka, C.R. Suri, S.G. Mhaisalkhar, B. Liedberg," Detection of low molecular weight compounds using carbon nanotube grafted resonators" Sensors and Actuators B, vol. 161, pp. 689– 696 (2012) .

[14] A. Melloni, C. Canavesi, F. Persia, « Phase-sensitive low-coherence interferometry apparatus", pending patent WO2008035389 (2008).

SOMMAIRE

Chapitre I 13

Introduction sur les microrésonateurs pour des applications de capteurs 13

Introduction : 13

I- Généralité sur les capteurs 13

1- Définition 13
2- Principales caractéristiques des capteurs 14
2.1- Etendue de la mesure ou dynamique 14
2.2- Résolution 14
2.3- Fonction de transfert 15
2.4- Linéarité 15
2.5- Caractéristiques statistiques 15
2.6- Rapidité 16
2.7- Sensibilité 17
2.8- Limite de détection 17
3- Chaîne de mesure 17
4- Différents types de capteurs optiques 18

II- Rappel de quelques notions théoriques d'optique guidée 19

1- Guide d'onde optique 20
2- Longueur d'onde 20
3- Indice de réfraction 20
4- Dispersion de matériau 21
5- Propriétés caractéristiques de propagation de l'onde optique : cas d'un guide d'onde planaire 21

III- Techniques optiques de biodétection actuelles 25

1- Biocapteurs avec marqueur fluorescent 25
2- Biocapteurs sans marqueur fluorescent 25

IV- Capteurs utilisant des microrésonateurs optiques 27

A- Introduction 27

B- Caractéristiques spectrales d'un microrésonateur 28

C- Performances des biocapteurs à base de microrésonateurs optiques 29

1- Biocapteurs à base de microrésonateurs optiques 29

2- Performances des microrésonateurs optiques 30
a- Technique d'interrogation de microrésonateurs 30
b- Matériaux constituants un microrésonateur optique 30
c- Différentes formes du microrésonateur 31
d- Différents types de couplage 31
e- Principe de détection d'un capteur à base de microrésonateur 33

D- Modélisation d'un microrésonateur 34

1- Principe physique 34
2- Modèle théorique d'un microrésonateur tenant compte des pertes 35
3- Paramètres caractéristiques d'un microrésonateur 36
4- Influence du couplage sur la réponse d'un microrésonateur 39

Conclusion 40

BIBLIOGRAPHIE 41

Chapitre I
Introduction sur les microrésonateurs pour des applications de capteurs

Introduction :

L'objectif des travaux réalisés et exposés au sein de ce document concerne la conception, la réalisation et la caractérisation de microrésonateurs à base de matériaux polymères en vue de leur utilisation comme biocapteurs en régime optofluidique. Ce premier chapitre a pour objectif d'introduire quelques principes de base de l'optique guidée ainsi qu'un état de l'art succinct relatif aux biocapteurs optiques.
Dans un premier temps, le principe de fonctionnement ainsi que les principales caractéristiques d'un capteur seront présentés de façon générale. Dans cette partie, les avantages des capteurs optiques sont mis en évidence. Ensuite, sont rappelées quelques notions permettant de mieux cerner les principes de base de l'optique guidée, suivi d'un état de l'art des performances et des limites des techniques de biodétections actuelles. Dans la troisième partie de ce chapitre, un état de l'art relatif aux applications et performances des capteurs à base de microrésonateurs optiques est également présenté. Dans cette étape, la physique des matériaux est abordée afin de mettre en évidence l'apport de plus en plus significatif des matériaux organiques de type polymères face à l'existence bien ancrée des matériaux inorganiques dans le domaine de la photonique. Enfin, une modélisation du microrésonateur, basée sur la théorie des modes couplés, est présentée, afin d'introduire précisément l'influence des paramètres optogéométriques des microrésonateurs sur les performances recherchées.

I- Généralité sur les capteurs

1- Définition

Un capteur est un dispositif qui sous l'effet d'une grandeur physique que l'on souhaite connaître et caractériser délivre une grandeur physique exploitable (signal électrique par exemple). On parle aussi de transducteur (Figure I 1), puisque la grandeur physique d'entrée est généralement transformée en une autre grandeur physique de sortie comme un signal électrique tel qu'un courant, une tension, une charge, une impédance, etc.
Le capteur permet de prélever une grandeur abstraite, appelée information, qui sélectionne un événement particulier parmi un ensemble d'événements possibles. Pour pouvoir être traitée, cette information sera portée par un support physique, appelé alors de signal. L'information délivrée par un capteur pourra être logique (2 états), numérique (valeur discrète) ou analogique. D'une façon générale, les capteurs peuvent être classés selon deux critères:

- Grandeur mesurée : capteur de position, de température, de vitesse, de force, de pression, etc.
- Caractère de l'information délivrée : capteurs logiques appelés aussi capteurs tout ou rien (TOR), capteurs analogiques ou numériques.

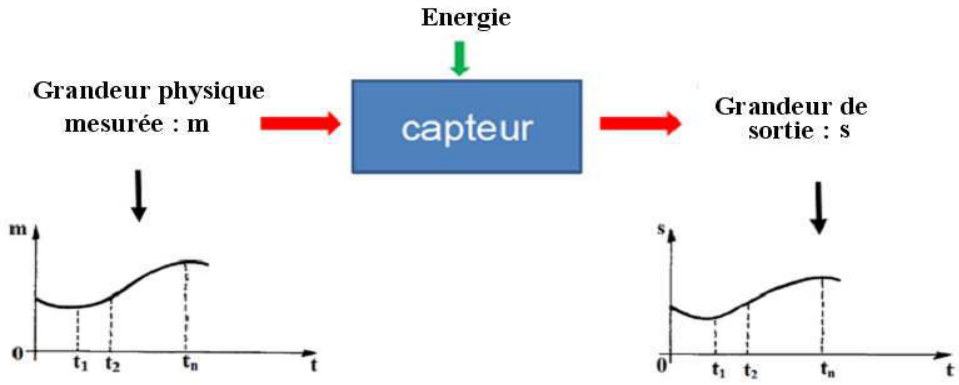


Figure I 1 : Principe d'un capteur.

En fonction du mécanisme d'apport d'énergie à l'élément sensible qui permet de transformer le phénomène physique en signal exploitable, chaque catégorie peut être subdivisée en plusieurs sous catégories de capteurs : les capteurs mécaniques, électriques, optiques, etc.

2- Principales caractéristiques des capteurs

Suivant les applications souhaitées, le choix d'un capteur adéquat nécessite l'établissement préalable d'un cahier des charges dans lequel sont énumérés :

- le type de l'événement à détecter,
- la nature de cet événement,
- la grandeur de l'événement,
- l'environnement de l'événement,
- etc.

A partir de ces paramètres, le choix du capteur est effectué. Par ailleurs, l'utilisation d'un capteur dans les meilleures conditions, nécessite un étalonnage qui permet de connaître les incertitudes de mesure relatives aux paramètres caractéristiques du capteur. Un certificat d'étalonnage d'un capteur contient généralement les caractéristiques suivantes : étendue de mesure, résolution, fonction de transfert, linéarité, caractéristiques statistiques, temps de réponse, sensibilité, limite de détection, etc. Des définitions métrologiques plus complètes, très bien élaborées et plus précises de ces paramètres sont présentées dans le Vocabulaire International de Métrologie (VIM)[I.1], dans le Guide pour l'expression de l'Incertitude de Mesure (GUM de l'anglais : Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement) ou encore dans les publications[I.2]. En revanche, un bref rappel de la définition de ces paramètres est présenté dans la suite de ce paragraphe.

2.1- Etendue de la mesure ou dynamique

Elle définit la zone dans laquelle les caractéristiques du capteur sont assurées par rapport à des spécifications données.

2.2- Résolution

Elle correspond à la plus petite variation de la grandeur que le capteur est susceptible de déceler. La résolution R_m dépend non seulement de la caractéristique des instruments de mesure associés au capteur mais aussi du rapport signal sur bruit du capteur.

2.3- Fonction de transfert

Elle donne la relation d'évolution de la grandeur de sortie en fonction de la grandeur d'entrée. Elle est donnée par une courbe en régime permanent (Figure I 2) et ne donne pas d'informations sur les caractéristiques transitoires du capteur.

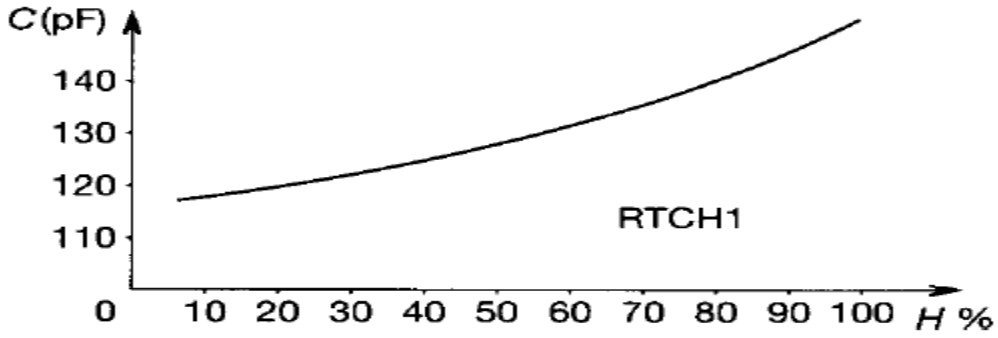


Figure I 2: Exemple de caractéristique d'un capteur d'humidité du type capacitif.

2.4- Linéarité

C'est la zone de la réponse du capteur dans laquelle sa sensibilité est indépendante de la valeur de la grandeur mesurée. Cette zone peut être définie à partir de la définition d'une droite obtenue comme approchant au mieux la caractéristique réelle du capteur, par exemple par la méthode des moindres carrés. L'ajustement au moindre carré χ^2, prenant en compte des incertitudes σ_i de chaque point de mesure, consiste à minimiser l'écart de linéarité entre la caractéristique linéarisée et la réponse expérimentale (Figure I 3) :

$$\chi^2 = \sum_{i=1}^{N} \left(\frac{s(e_i) - s_{lin}(e_i)}{\sigma_i} \right)^2 \qquad \textit{Eq.I 1}$$

où e_i représente la $i^{ième}$ valeur de l'entrée e et s_{lin} la caractéristique linéarisée.

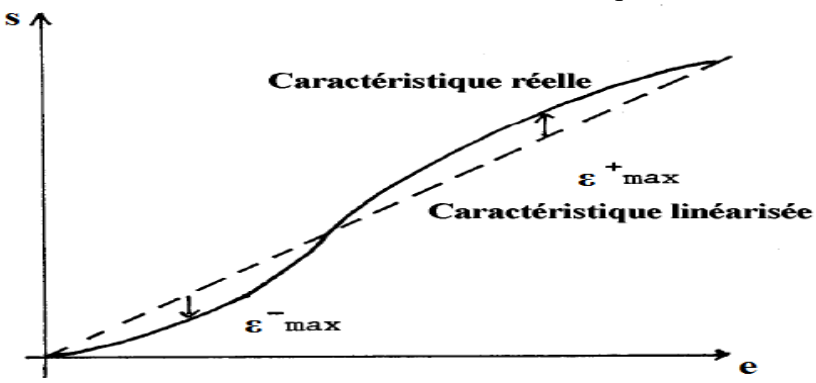


Figure I 3: Exemple de linéarisation de caractéristiques.

2.5- Caractéristiques statistiques

Les caractéristiques statistiques permettent de prendre en compte la notion d'erreurs accidentelles qui peuvent survenir sur un capteur.

a- Fidélité

Elle définie la qualité d'un capteur à délivrer des résultats les plus proches possibles lors d'analyses répétées sur une même grandeur physique *m*. L'erreur de fidélité correspond à la dispersion (écart type) σ des résultats autour de la valeur moyenne <*m*> de *n* mesures effectuées sur *m* :

$$\langle m \rangle = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} m_i \qquad \textit{Eq.I 2}$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}\left(m_i - \langle m \rangle\right)^2}{n-1}} \qquad \textit{Eq.I 3}$$

où m_i est la valeur de *m* à la $i^{\text{ième}}$ mesure.
Parmi les écarts de fidélité on distingue : la répétabilité et la reproductibilité.

- **Répétabilité :**

La répétabilité correspond à la variation aléatoire des résultats d'une série de mesures successives d'une même grandeur physique *m*, effectuée dans les mêmes conditions de mesure pendant un court intervalle de temps. Selon les normes ISO 3534-1 et ISO 5725-2, ces conditions sont appelées conditions de répétabilité et elles comprennent : même mode opératoire de mesure, même observateur, même équipement de mesure, même lieu de mesure [I.1].

- **Reproductibilité :**

Elle représente la variation aléatoire des résultats de plusieurs séries de mesures, réalisées sur une même grandeur *m*, espacée dans le temps, dans des conditions expérimentales différentes. Selon les normes ISO 3534-1, ISO 5725-2, pour que la reproductibilité soit valable, il est nécessaire de spécifier les conditions que l'on fait varier. Ces conditions peuvent comprendre : principe de mesure, méthode de mesure, observateur, instrument de mesure, conditions d'utilisation, temps de mesure.

b- Justesse

C'est l'aptitude d'un capteur à délivrer une réponse proche de la valeur vraie et ceci indépendamment de la notion de fidélité. Elle est liée à la valeur moyenne obtenue sur un grand nombre de mesures par rapport à la valeur réelle.

c- Précision

La définition du terme « précision » varie d'un auteur à un autre et inclut soit uniquement la reproductibilité ou la fidélité, soit également la notion de « justesse ». Elle définie l'écart en % que l'on peut obtenir entre la valeur réelle et la valeur obtenue en sortie du capteur.

2.6- Rapidité

C'est la qualité d'un capteur à suivre les variations de la grandeur mesurée. On peut la chiffrer par :

- la bande passante du capteur (à –3 dB) mesurée en fréquence ;

- le temps de réponse (en %) à un échelon.

2.7- Sensibilité

La sensibilité S_v détermine l'évolution de la grandeur de sortie Δs en fonction de la grandeur d'entrée Δm en un point donné, c'est-à-dire la dérivée de la grandeur de sortie par rapport à celle d'entrée en ce point :

$$S_v = \frac{\Delta s}{\Delta m} = \frac{\partial s}{\partial m} \qquad Eq.I\ 4$$

Elle correspond à la pente de la tangente à la courbe issue de la caractéristique du capteur en un point donné. Dans le cas d'un capteur linéaire, la sensibilité est constante et égale à la pente de la droite. Il est important de signaler que cette grandeur est intrinsèque au capteur et ne dépend pas ou peu des autres équipements de mesure associé au capteur dans une chaîne de mesure (description de la chaîne de mesure dans le paragraphe suivant). Par conséquent, plus cette grandeur intrinsèque du capteur est forte, plus il est sensible.

2.8- Limite de détection

La limite de détection est la valeur minimale de la grandeur physique m que l'on est capable de déceler. La limite de détection ne doit pas être confondue avec la sensibilité du capteur car elle dépend à la fois de la sensibilité et de la résolution instrumentale R_m liée aux équipements utilisés pour la mesure du signal. Par conséquent, la limite de détection est utilisée pour évaluer la performance de l'association d'un capteur et du dispositif de mesure. Plus elle est faible, plus l'association est sensible. L'expression de la limite de détection LD, déduite à partir de la définition de la sensibilité du capteur, est de la forme :

$$LD = \frac{R_m}{S_v} \qquad Eq.I\ 5$$

Selon le VIM, la valeur de DL obtenue par une procédure de mesure doit tenir compte d'un intervalle de confiance. Si le bruit de mesure, donc la résolution du dispositif de mesure, est assimilé à une gaussienne, les probabilités que la limite de détection soit dans l'intervalle de confiance sont de 68,2 %, 95,4% et 99,8% lorsqu'elle est déterminé en utilisant respectivement R_m, $2R_m$ ou $3R_m$.

3- Chaîne de mesure

Généralement, un capteur est utilisé dans une chaîne de mesure faisant intervenir plusieurs phénomènes différents (Figure I 4)[I.2].

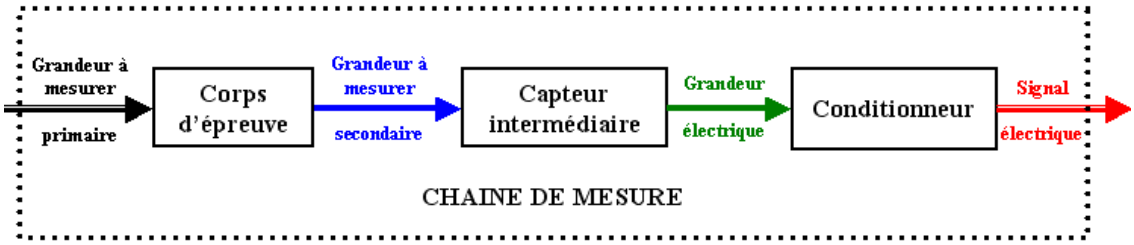


Figure I 4: Schéma de principe d'une chaîne de mesure.

De manière générale, la sortie d'une chaîne de mesure est du type électrique. Si la chaîne de mesure fait intervenir plusieurs transducteurs, on appelle corps d'épreuve celui en contact direct avec le phénomène à quantifier. Le dernier transducteur est associé à un conditionneur qui fournit la grandeur électrique de sortie de manière exploitable. Le choix de ce

conditionneur est une étape très importante dans le cadre de la chaîne de mesure car, associé au capteur, il détermine la nature finale du signal électrique et va influencer les performances de la mesure. Ce capteur doit être insensible ou isolé de toutes perturbations extérieures.
C'est l'une des raisons pour laquelle les capteurs optiques prennent une place de plus en plus importante dans la métrologie actuelle[I.3]. En effet, l'exploitation de la lumière, à la différence de l'électricité, offre la possibilité de mesures dans des conditions extrêmes, telle qu'un environnement dangereux ou présentant de fortes perturbations électromagnétiques basses fréquences. En plus, l'utilisation des dispositifs optiques (fibre optique par exemple) permet de déporter le capteur du lieu de mesure vers une centrale de traitement de l'information[I.4], s'affranchissant ainsi de tout problème lié aux capteurs électroniques utilisés dans ce type de conditions (Figure I 5). Les principes de fonctionnement des capteurs optiques sont très variés. Quelques exemples sont : la mesure par variation d'amplitude[I.5], par fluorescence[I.6], ou par variation de phase[I.7].

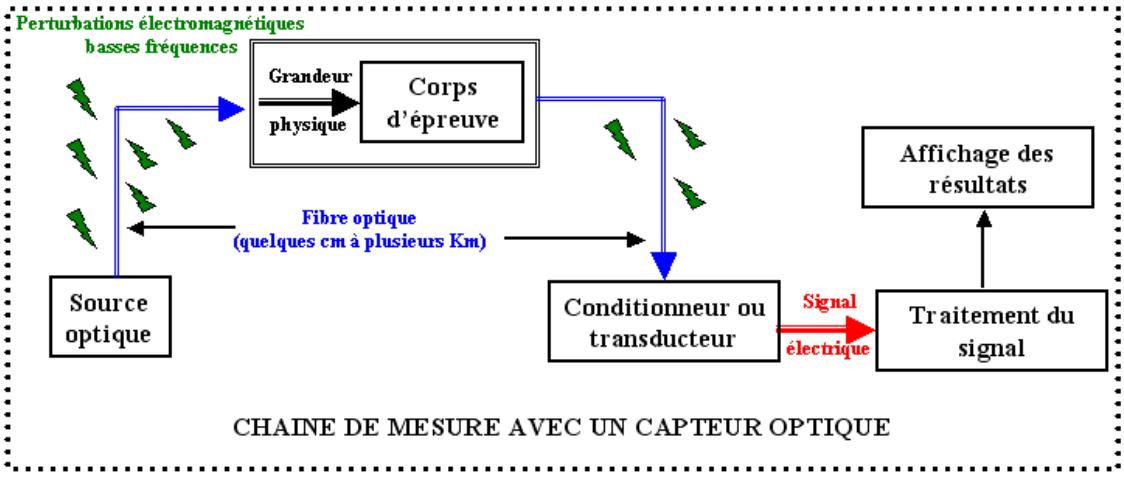


Figure I 5 : Chaîne de mesure avec capteur optique.

4- Différents types de capteurs optiques

L'utilisation de composants optiques, comme la fibre optique standard ou sous-marine dans les domaines des télécommunications optiques[I.8, I.9, I.10], a conduit à s'affranchir des perturbations électromagnétiques basses fréquences et à limiter les pertes optiques par propagation. Cette limitation a donc permis de mieux étudier le comportement des dispositifs optiques vis-à-vis des perturbations environnementales. Ainsi, le développement de capteurs optiques performants est rendu possible en s'intéressant aux différents mécanismes d'interactions physiques extérieurs que l'on souhaite caractériser (Figure I 6). Il existe actuellement plusieurs capteurs optiques comme les capteurs de pression, de température, de vitesse, de position, d'humidité, mais aussi des capteurs biologiques.

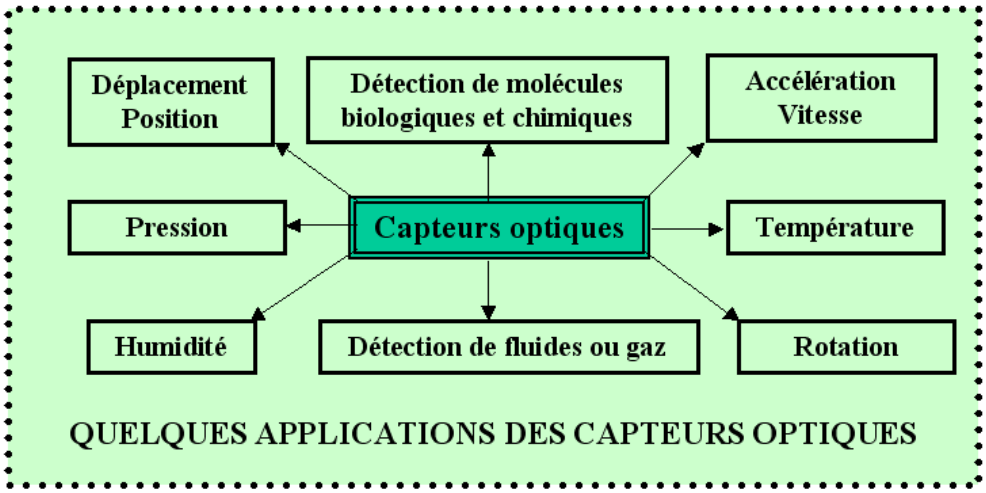


Figure I 6 : Quelques exemples de grandeurs physiques détectables par des moyens optiques.

Les diverses techniques de détection associées à ces capteurs sont basées sur la variation d'une information caractérisant l'onde lumineuse comme :

- ***La variation de l'intensité lumineuse***[I.5, I.11, I.12], basée sur la détection de la lumière transmise à la sortie d'un dispositif comparée à la lumière injectée dans ce dernier, l'amplitude de l'onde étant modifiée relativement à l'action d'une perturbation du milieu dans lequel le capteur est plongé.
- ***La variation de cohérence temporelle***[I.13], reposant sur des techniques interférométriques dont le principe consiste à introduire une différence de chemin optique, donc un retard, entre les deux bras de l'interféromètre inférieure à la longueur de cohérence de la source utilisée.
- ***La variation de phase,*** fonctionnant sur le principe d'altération de la phase de l'onde se propageant dans le capteur de type interférométrique par exemple[I.12, I.14, I.15, I.16, I.17].

Parmi tous ces principes fondamentaux, les biocapteurs optiques constitués de guides d'ondes optiques et associés à une technique d'interrogation interférométrique nous intéressent tout particulièrement. En effet, cette association correspondant à celle des microrésonateurs optiques et d'un interféromètre de Michelson utilisée comme biocapteur, sera développée dans les prochains chapitres.
Dans les paragraphes suivants, une étude des paramètres de propagation de l'onde optique dans un guide diélectrique, permettant de mieux cerner le principe de l'optique guidée, suivi d'un état de l'art des biocapteurs optiques, en particulier à base de microrésonateurs optiques, est présentée.

II- Rappel de quelques notions théoriques d'optique guidée

Un guide d'onde optique, comme son nom l'indique, est un support de transport de l'énergie lumineuse d'un point vers un autre point. Il est actuellement utilisé dans divers domaines, comme les communications optiques, le traitement optique du signal et peut servir à des fonctions de couplage, de modulation, de multiplexage, d'amplification, etc. Dans ce paragraphe, seront définies quelques notions utiles à la compréhension du phénomène de guidage de la lumière.

1- Guide d'onde optique

Un guide d'onde optique peut être défini comme une structure physique permettant de confiner et de guider de la lumière. Il existe une approche géométrique très "simpliste", basée sur la théorie des rayons lumineux[I.9, I.18, I.19, I.20], et une méthode plus rigoureuse, basée sur la résolution des équations de Maxwell[I.21 à I.30], qui permettent d'étudier la propagation de la lumière dans un guide d'onde optique. Les deux approches montrent que, moyennant la réalisation de certaines conditions, la lumière peut se propager dans un guide, grâce au phénomène de réflexion totale.
Il existe deux types de géométries de guides optiques[I.30, I.31], à savoir, les guides d'ondes à confinement unidimensionnel dits planaires et les guides d'ondes à confinement bidimensionnel. Ces deux catégories de guides d'ondes seront étudiées en détail dans le chapitre 2. Néanmoins, nous allons utiliser la structure planaire pour introduire brièvement quelques propriétés caractéristiques de l'optique guidée. Une description détaillée de ces propriétés est faite dans la littérature comme « Cours de physique général : optique » de G. Bruhat[I.32].

2- Longueur d'onde

La longueur d'onde peut être définie comme la distance séparant deux crêtes successives d'une onde périodique. Elle est communément noté par la lettre grecque λ (lambda) et représente l'équivalent spatial de la période temporelle. Ainsi pour une onde périodique de fréquence v, se propageant dans le vide avec une vitesse correspondant à la célérité c en m/s (valeur approximative $c \sim 3.10^8$ m/s), sa longueur d'onde dans le vide est définie par :

$$\lambda = \frac{c}{v} \qquad \textit{Eq.I 6}$$

3- Indice de réfraction

L'indice de réfraction est défini comme étant le rapport entre la vitesse de la lumière dans le vide et la vitesse de la lumière dans le matériau considéré. Il dépend de la longueur d'onde du faisceau lumineux. La valeur de cet indice pour une radiation électromagnétique de fréquence v ou de longueur d'onde λ est donnée par la relation suivante :

$$n = \frac{c}{v_\varphi} \qquad \textit{Eq.I 7}$$

où v_φ représente la vitesse de phase de l'onde optique dans le milieu considéré.
La vitesse de phase peut être déterminée à partir de la théorie de Maxwell, elle peut s'exprimer par :

$$v_\varphi = \frac{c}{\sqrt{\mu_r \varepsilon_r}} \qquad \textit{Eq.I 8}$$

où ε_r et μ_r représentent respectivement la permittivité électrique relative et la perméabilité magnétique relative du milieu. Dans le cas des matériaux diélectriques, comme ceux que nous allons étudier, la perméabilité magnétique est proche de 1, par conséquent :

$$n^2 = \varepsilon_r \qquad \textit{Eq.I 9}$$

4- Dispersion de matériau

La dispersion traduit le fait que le matériau utilisé possède un indice de réfraction optique qui varie en fonction de la fréquence ou de la longueur d'onde d'excitation. Cette dépendance de l'indice de réfraction en fonction de la longueur d'onde induit une modification de la vitesse de phase propre au milieu et doit être incluse dans les lois de propagation de la lumière dans un guide. Selon le matériau utilisé la loi de dispersion du matériau peut être calculée à l'aide de la formule de Cauchy :

$$n(\lambda) = \sum_{k=0} \frac{A_k}{\lambda^{2k}} \qquad \textit{Eq.I 10}$$

où A_k représente le $k^{\text{ième}}$ coefficient de la série d'ordre k.
Les constantes A_k sont calculées par ajustement numérique (méthode des moindres carrés).

5- Propriétés caractéristiques de propagation de l'onde optique : cas d'un guide d'onde planaire

a- Structure d'un guide d'onde planaire

La configuration la plus simple d'un guide d'onde plan correspond à un empilement de trois couches de matériaux diélectriques tel que l'indice de réfraction de la couche centrale soit supérieur à celui des deux autres couches[I.30, I.31]. La lumière se propage préférentiellement dans la zone centrale, appelée aussi cœur, d'indice n_f. Cette zone centrale est entourée de deux couches : une couche de confinement inférieure appelée aussi substrat d'indice de réfraction n_s et une couche de confinement supérieure, appelée superstrat, d'indice de réfraction n_c (Figure I 7). L'onde lumineuse est confinée selon l'axe vertical (ox) et se propage dans la direction (oz). Du fait de l'invariance du profil d'indice du guide dans la direction (oy), la lumière ne peut y être confinée.

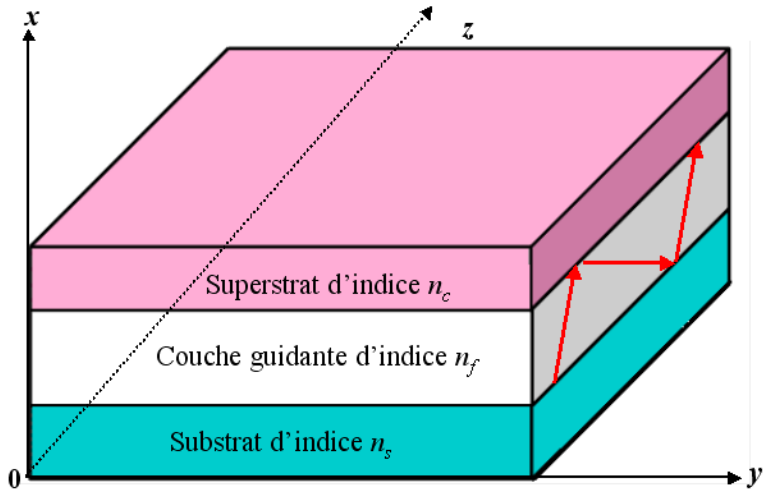


Figure I 7: Représentation graphique de guide planaire à couches diélectriques (n_c, $n_s < n_f$).

b- Notion de mode

L'expérience la plus simple qui permet de comprendre la notion de mode consiste à injecter une lumière monochromatique dans un guide d'onde et observer le nombre de spots ou de taches à la sortie du guide à l'aide d'une caméra. Les différentes taches observées représentent des profils d'intensité stables qui se propagent dans le guide sans déformation. Un mode guidé peut donc être défini comme une distribution transverse de l'onde optique dont le profil

d'amplitude et de polarisation restent constants le long de la direction de propagation. Il est caractérisé par une constante de propagation β qui représente le module du vecteur d'onde.

c- Approche d'optique géométrique

La description de l'optique géométrique est certes approximative mais elle permet une bonne compréhension du phénomène de guidage de la lumière dans un milieu. Dans le cas d'un guide diélectrique planaire, la lumière est confinée par réflexion totale aux interfaces couche guidante et couche de confinement inférieure et aux interfaces couche guidante et couche de confinement supérieure. Sa propagation, dans la couche guidante, suit un trajet en forme de zigzag (Figure I 7). Ce trajet, défini par la réflexion et la réfraction aux interfaces, est expliqué par la loi de Snell-Descartes qui formule la dépendance entre l'angle de réflexion θ_1 et l'angle de réfraction θ_2 d'un rayon incident à l'interface de deux milieux d'indices de réfraction respectivement n_1 et n_2 (Figure I 8(a)) :

$$n_1 \sin(\theta_1) = n_2 \sin(\theta_2) \qquad \textit{Eq.I 11}$$

Cette realtion montre qu'il existe un angle incident pour lequel le rayon est réfracté à un angle de 90° dans le milieu 2 (Figure I 8 (b)) . Cet angle appelé angle critique est défini par :

$$\theta_{cr} = \left(\sin\left(\frac{n_2}{n_1} \right) \right)^{-1} \qquad \textit{Eq.I 12}$$

Pour tout rayon incident dont l'angle d'incidence sera supérieur à l'angle critique, il n'y a alors pas de rayon réfracté et seul subsiste le rayon réfléchi : c'est le phénomène de réflexion totale (Figure I 8 (c)) .

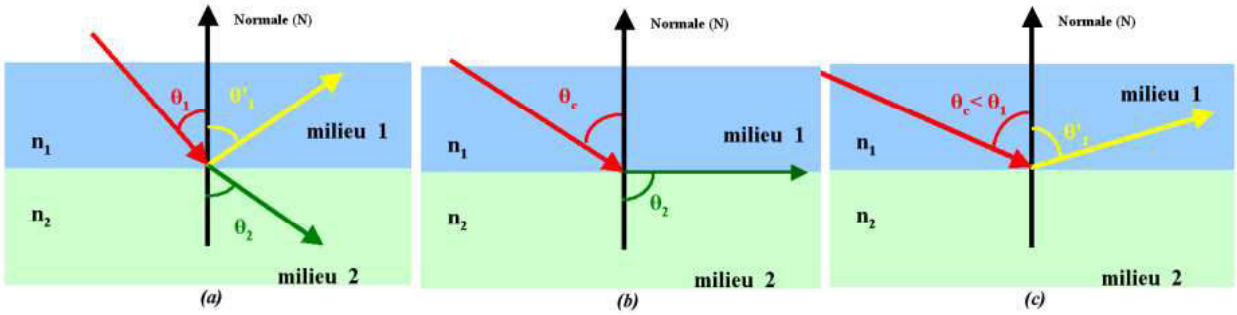


Figure I 8 : Réflexion et réfraction d'un rayon optique à l'interface de deux milieux d'indice de réfraction n_1 et n_2.

Dans le cas du modèle d'un guide planaire à trois couches (n_c et $n_s < n_f$), les angles critiques des interfaces couche guidante et couche de confinement inférieure et couche guidante et couche de confinement supérieure peuvent être définis comme suit :

$$\theta_c = \left(\sin\left(\frac{n_c}{n_f} \right) \right)^{-1} \qquad \textit{Eq.I 13}$$

$$\theta_s = \left(\sin\left(\frac{n_s}{n_f} \right) \right)^{-1} \qquad \textit{Eq.I 14}$$

A partir de ces deux angles critiques, trois configurations concernant l'angle d'incidence θ, sur les interfaces cœur-substrat et cœur-superstrat, peuvent exister :

- **Première configuration : θ < θs**

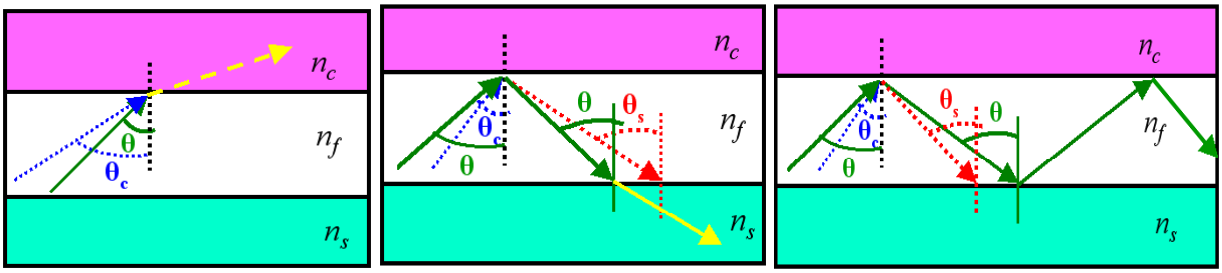
Le rayon lumineux incident est réfracté et s'échappe de la couche guidante vers la couche de confinement supérieure (Figure I 9 a). Dans ce cas, la lumière n'est pas confinée. De tels modes sont appelés des modes de rayonnement.

- **Deuxième configuration : $\theta_c < \theta < \theta_s$**

Le rayon lumineux incident est entièrement réfléchi à l'interface couche guidante et couche de confinement supérieure. Ensuite, il est réfracté et s'échappe de la couche guidante vers la couche de confinement inférieure (Figure I 9 b). Ce type de mode est appelé mode de substrat.

- **Troisième configuration : θ_s et $\theta_c < \theta$**

La lumière est confinée dans la couche guidante suite à des réflexions totales aux deux interfaces et se propage en forme de zigzag (Figure I 9 c). De tels modes sont appelés modes guidés et correspondent aux modes que nous allons étudier dans la suite des travaux.



(a) *(b)* *(c)*

Figure I 9 : Propagation de la lumière dans un guide en fonction de l'angle d'incidence θ : (a) θ < θs ; (b) θ_c < θ < θ_s ; (c) θ_s et θ_c < θ.

d- Notion d'indice effectif

Nous venons de voir qu'un guide d'onde optique est un système constitué de différents matériaux diélectrique dans lequel une onde optique peut être guidée par réflexion totale interne. Selon la structure d'un guide, il peut être monomode ou multimode, c'est-à-dire qu'il ne supporte qu'un seul mode ou plusieurs modes. En considérant l'approche géométrique, chaque mode peut être associé à des rayons lumineux dont l'angle d'incident respecte la condition de guidage.

Soit un guide d'onde plan dans lequel une onde optique de vecteur $\vec{K}$, de longueur d'onde λ_0 dans le vide, se propage dans la direction *oz* et est confinée dans la direction *ox* (Figure I 10). Les composantes du vecteur $\vec{K}$ dans les directions *oz* et *ox* ainsi que son module sont[I.30] :

$$K_z = \frac{2\pi}{\lambda_0} n_f \sin\theta \qquad \textit{Eq.I 15.}$$

$$K_x = \frac{2\pi}{\lambda_0} n_f \cos\theta \qquad \textit{Eq.I 16}$$

$$\left|\vec{K}\right| = \frac{2\pi}{\lambda_0} n_f \qquad \textit{Eq.I 17}$$

La constante de propagation étant définie comme le module du vecteur d'onde et la propagation s'effectuant dans la direction *oz*, la constante de propagation β, suivant *oz*, des modes guidés correspond donc à la projection de $\vec{K}$ dans cette direction ($\beta = K_z$).

L'indice effectif d'un mode guidé correspond au rapport entre la constante de propagation β de ce mode et la constante de propagation dans le vide ($k = 2\pi / \lambda_0$) :

$$n_{eff} = \frac{\lambda_0}{2\pi}\beta = n_f \sin\theta \qquad \textit{Eq.I 18}$$

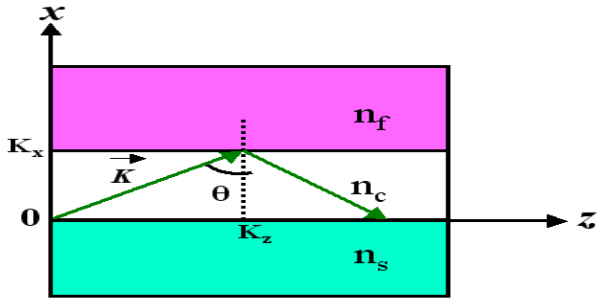


Figure I 10 : Principe de guidage de la lumière dans un guide planaire

e- Notion d'onde évanescente

Lorsqu'un faisceau lumineux se propage par réflexion totale aux interfaces formées par deux milieux 1 et 2, toute l'intensité de l'onde incidente se retrouve dans l'onde réfléchie dans le milieu 1. En revanche, dans le milieu 2, l'énergie de l'onde électromagnétique ne se propage pas dans la direction normale à la surface mais "s'évanouit" sous la couche de confinement que forme ce milieu, d'où le nom onde évanescente (Figure I 11). Plus précisément, il s'avère que la densité d'énergie de l'onde dans ce milieu décroît exponentiellement, suivant la direction *ox*. Cette onde de surface à caractère exponentiel décroissant est généralement produite suite à des réflexions totales de la lumière.

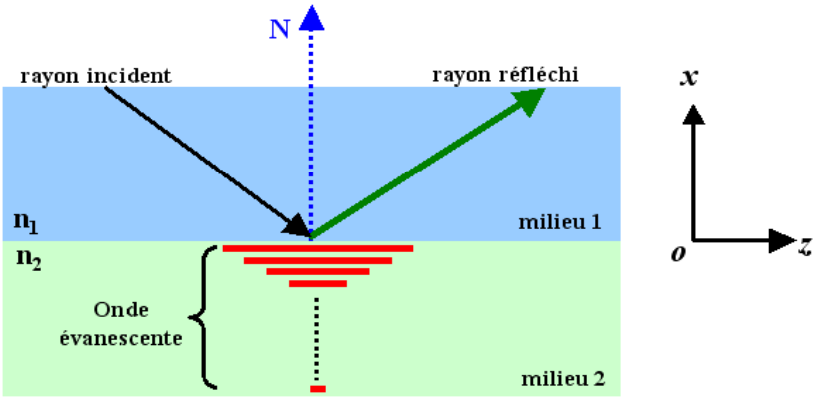


Figure I 11: Principe de guidage par réflexion totale : mise en évidence de l'onde évanescente.

Quelques paramètres de propagation de l'onde optique et le principe de guidage étant introduits, nous allons présenter les différentes techniques optiques de biodétection recensées dans la littérature.

III- Techniques optiques de biodétection actuelles

L'utilisation des capteurs optiques dans la détection de molécules biologiques ou d'espèces chimiques représente une technologie émergente, actuellement développée dans divers laboratoires au niveau mondial avec pour objectifs d'améliorer la sensibilité, la sélectivité, le temps de réponse et aussi la réalisation de capteurs à bas coût. Il existe aujourd'hui différents types de biocapteurs optiques fondés sur des principes de détection très variés et classés en deux grands groupes : avec marquage fluorescent et sans marquage fluorescent[I.33].

1- Biocapteurs avec marqueur fluorescent

Le principe de détection par fluorescence (Figure I 12) repose sur l'association de la molécule cible avec une autre molécule fluorescente, appelée alors "marqueur" fluorescent. En effet, une molécule fluorescente (fluorophore ou fluorochrome) possède la propriété d'absorber de l'énergie lumineuse (lumière d'excitation) et de la restituer rapidement sous forme de signal lumineux de fluorescence (lumière d'émission)[I.6]. Cette fluorescence permet de quantifier la présence des molécules étudiées. Les capteurs de fluorescence sont très sensibles, possédent des limites de détection atteignant quelques fg/ml et sont déjà disponibles commercialement[I.6, I.33]. Ils sont notamment utilisés pour la visualisation de tissus biologiques à l'aide de microscopes fluorescents ou des puces à ADN. Cependant, ils présentent plusieurs inconvénients limitant leur utilisation dans divers domaines. Quelques exemples de ces inconvénients sont[I.33] :

- la diminution progressive de la fluorescence avec le temps influe sur la réponse du capteur ;
- la nécessité d'utiliser un microscope coûteux, équipé de filtres permettant de séparer la lumière émise de la lumière d'excitation ;
- la présence relativement fréquente, au sein des tissus, de substances fluorescentes qui peuvent interagir avec le marqueur ;
- les risques d'interactions parasites entre le marqueur et la molécule à détecter, contribuent à la dénaturation de cette molécule .

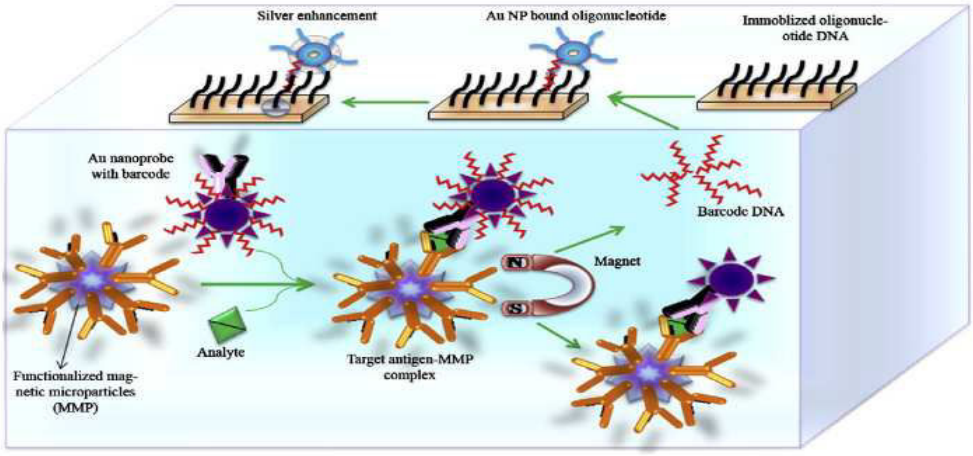


Figure I 12 : Principe des techniques par fluorescence[I.6].

2- Biocapteurs sans marqueur fluorescent

Contrairement aux capteurs par fluorescence, les techniques de biodétection sans marqueurs fluorescents présentent l'avantage d'étudier les molécules dans leur état naturel. Il existe plusieurs techniques optiques de biodétection sans marqueur[I.33]. Les plus courantes sont la

diffusion Raman par effet de surface (« Surface-Enhanced Raman Scattering » (SERS) en anglais) ; la méthode interférométrique (« Dual Polarization Interferometry » (DPI) en anglais) ou encore la résonance de plasmon de surface (ou « Surface Plasmon Resonance » (SPR) en anglais). Parmi ces techniques, la SPR et la DPI sont actuellement considérées comme les plus performantes avec des limites de détection, obtenues sur les protéines, de l'ordre de quelques pg/mm^2 [I.33, I.34, I.35].

a- Principe de la méthode SPR

Le principe général de la méthode SPR[I.33, I.36] consiste à générer une onde (Figure I 13), de polarisation transverse magnétique (TM), qui traverse d'abord un prisme d'indice de réfraction élevé et se réfléchit sur une interface recouverte de métal sous un angle d'incidence supérieur à l'angle critique (condition de réflexion totale). Pour un angle d'incidence précis θ, appelé angle de résonance, sont créées des oscillations résonantes dans le plasma constitué par les électrons libres dans la bande de conduction du métal. La résonance des plasmons de surface fait alors chuter le coefficient de réflexion du métal dû au pic d'absorption d'énergie du faisceau incident près de l'angle de résonance. L'onde électromagnétique dans le milieu, qui présente un caractère d'onde évanescente, va être modifiée lors de la fixation de molécules sur la surface. L'interrogation angulaire qui consiste à faire varier θ pour une longueur d'onde fixée, ou l'interrogation spectrale qui consiste à faire varier la longueur d'onde pour un angle θ fixé, permettant d'identifier cette résonance, va déterminer la présence des molécules fixées en surface du capteur (Figure I 13). Dans le secteur biomédical, les capteurs SPR sont aujourd'hui bien identifiés parmi les autres types de biocapteurs, avec une limite de détection de l'ordre du pg/mm^2. Ils sont commercialisés par plusieurs firmes internationales notamment la société suédoise Biacore.

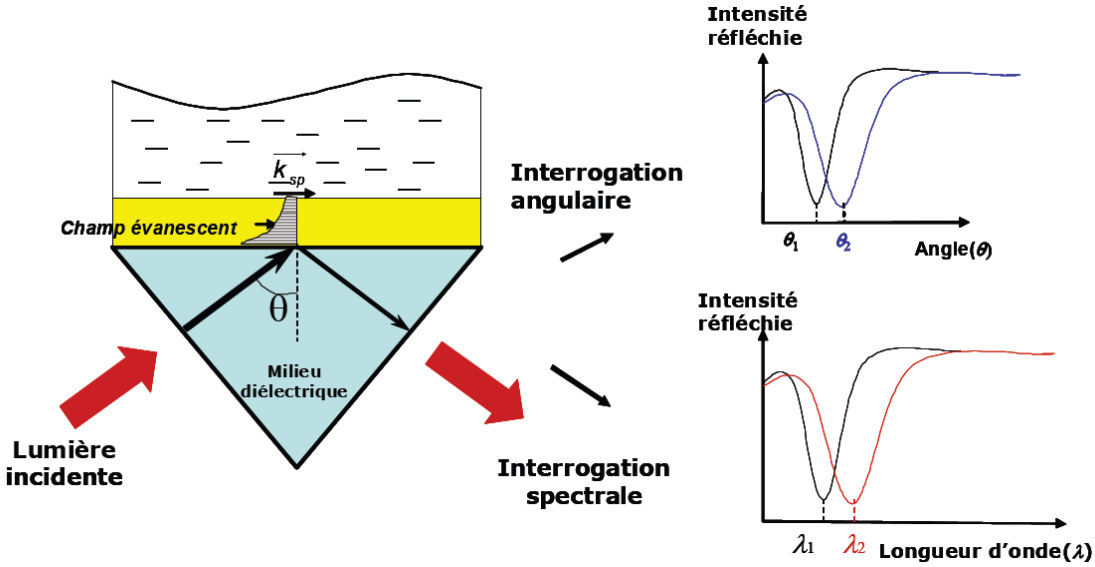


Figure I 13 : Schéma de principe de la méthode SPR [I.36].

b- Principe de la DPI

Le principe de fonctionnement physique des capteurs DPI, représenté en Figure I 14, est celui des fentes de Young. Le capteur est généralement consitué d'une source monochromatique comme un laser hélium-néon, d'un polariseur, de deux guides d'ondes optiques et d'une caméra[I.37]. Les deux guides d'onde montés l'un au dessus de l'autre sont séparés par un composant opaque, de sorte que la lumière issue de la source soit séparée en deux faisceaux et

que chaque faisceau se propage dans l'un des guides. Les deux faisceaux sortant de chacun des deux guides génèrent des interférences dont les franges sont visualisées à l'aide d'une caméra. L'accrochage de biomolécules sur la surface de l'un des deux guides, modifie l'indice effectif du mode guidé et introduit une variation de phase du système de franges observé sur la caméra. Un polariseur permet de sonder le capteur suivant les polarisations TE et TM (d'où le nom Dual Polarization de la technique). La différence de phase entre la réponse des deux polarisations sert à quantifier les molécules présentes sur la surface du capteur. Avec une limite de détection de l'ordre de quelques pg/mm^2, sa capacité à suivre en temps réel la cinétique d'accrochage des molécules sur la surface du capteur, l'utilisation des modes TE et TM (à l'inverse de la SPR qui n'exploite que le TM), cette technique est très utilisée dans l'industrie pharmaceutique[I.37, I.38, I.39].

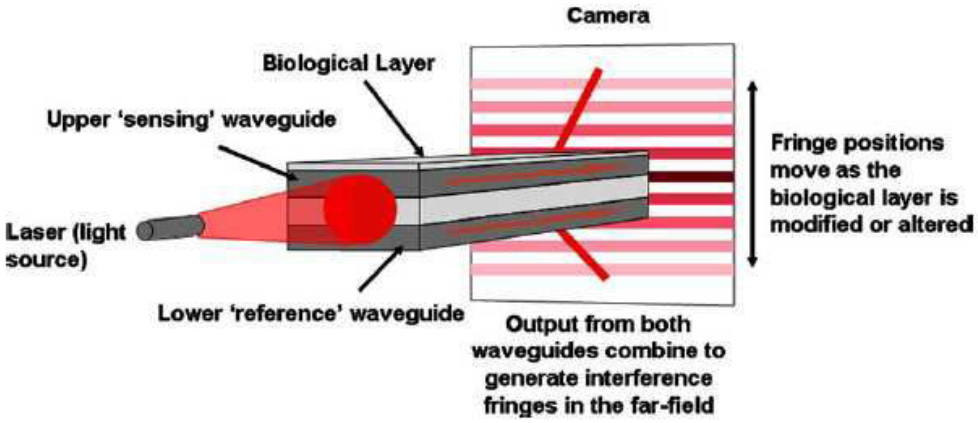


Figure I 14 : Schéma de principe de la méthode DPI [37].

Comme mentionné dans l'introduction générale, les capteurs SPR et DPI sont déjà disponibles commercialement et utilisés dans le domaine biomédical, néanmoins le coût des équipements et la nécessité de personnels qualifiés freinent encore leur développement dans les autres secteurs tels que l'environnement.
Pour palier cet état de fait, plusieurs études, visant à développer des capteurs optiques sans marqueur, très sensibles (limite de détection < 1 pg/mm²), rapides et bas coût, sont en cours dans divers laboratoires au niveau mondial.
Dans le large éventail de projets technologiques étudiés, les capteurs à base de microrésonateurs optiques se distinguent par leur facteur de qualité élevé. Cette propriété permet de détecter de très faibles quantités de biomolécules immobilisés sur la surface des microrésonateurs, par des liaisons covalentes, pour fournir une détection sélective. Dans la suite de ce chapitre sera présenté un état de l'art, mettant en évidence le potentiel des microrésonateurs dans divers domaines comme la biodétection.

IV- Capteurs utilisant des microrésonateurs optiques

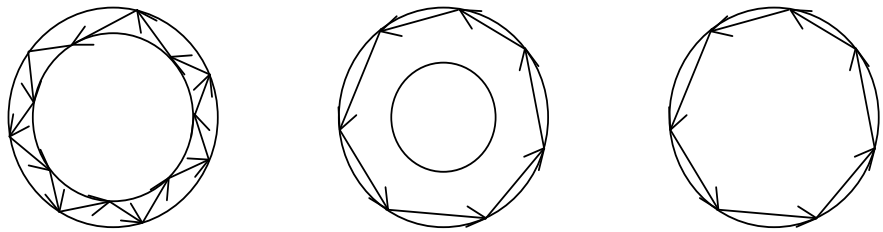
A- Introduction

Deux miroirs parallèles placés l'un en face de l'autre représente la forme la plus simple de résonateur optique, connu sous le nom de Fabry-Pérot. Dans ce type de résonateur, le stockage d'énergie se fait par l'établissement d'ondes stationnaires résonantes résultant d'interférences constructives entre les ondes aller et retour entre les deux miroirs. De tels résonateurs sont limités lorsque l'on recherche de hautes performances en termes de facteur de qualité (Q). En outre, le volume de ce type de résonateurs, la conception de miroirs de grande qualité optique et leur alignement ou encore leur fixation sont autant de problèmes

coûteux et délicats. Cependant, une alternative existe à travers les microrésonateurs constitués d'une cavité résonante, que l'on peut qualifier de cyclique car une seule onde progressive permet le stockage de l'énergie. Leur réalisation nécessite des technologies moins onéreuses. Les performances démontrées par ce type de microrésonateurs, en termes de haut facteur de qualité [I.33], leur facilité à être inclus dans des composants optiques intégrées sont autant d'avantages orientant de nombreuses thématiques de recherche autour de ce type de composant[I.40, I.41, I.42].

Le principe de fonctionnement de ces microrésonateurs cycliques repose sur le confinement de la lumière dans la cavité. Le facteur de qualité du microrésonateur représente le reflet du confinement temporel. La lumière est confinée par une succession de réflexions totales internes proches du périmètre de la cavité. Contrairement aux architectures de type Fabry-Pérot il n'y a pas d'onde contrapropagative nécessaire au stockage d'énergie, l'onde propagative interagissant avec elle même lorsqu'elle se reboucle au point qui lui a donné naissance.

Dans ces microrésonateurs cycliques, deux types de modes sont susceptibles de se propager : les modes guidés (Figure I 15 (a)) et un autre type de modes guidés appelé modes de galerie (Figure I 15 b et c) (en anglais « Whispering Gallery Modes (WGM) »). Les modes de galerie ont la particularité de se propager au voisinage de l'interface extérieure de la cavité, sans être perturbés par la présence d'une paroi intérieure. Cette propriété les distingue des modes guidés qui, eux sont influencés par les deux interfaces.



(a) (b) (c)

Figure I 15 : Schématisation du confinement de la lumière par réflexion interne totale dans trois types de microrésonateurs circulaires (a) micro-anneau en régime de modes guidés, (b) micro-anneau en régime de modes de galerie, (c) micro-disque en régime de modes de galerie.

B- Caractéristiques spectrales d'un microrésonateur

Les performances spectrales d'un microrésonateur sont déterminées à partir de sa réponse spectrale (Figure I 16). Cette réponse correspond à la transmission en fonction de la fréquence ou la longueur d'onde. Suivant les applications envisagées, plusieurs performances peuvent être distinguées. Les plus importantes pour les applications de capteurs, dont les raisons sont détaillées dans le paragraphe D.3 de ce chapitre, sont le facteur de qualité Q, la finesse F et le contraste de transmission C.

Le facteur de qualité Q représente le rapport entre l'énergie moyenne E emmagasinée dans le mode résonant et l'énergie ΔE dissipée sur une période d'oscillation optique à 2π près [I.43]. Son expression est de la forme :

$$Q = 2\pi \frac{E}{\Delta E} = \frac{v}{\Delta v} \qquad \textit{Eq.I 19}$$

avec Δv représentant la largeur à mi-hauteur d'une raie de la résonance à la fréquence de résonance v.

La finesse F représente le rapport entre la différence entre deux fréquences de résonance consécutives v_1 et v_2, c'est à dire l'intervalle spectral libre (ISL), et la largeur à mi-hauteur.

$$F = \frac{ISL}{\Delta v} \qquad Eq.I\ 20$$

Le contraste de transmission caractérisant la variation entre la maximale P_{max} et la puissance minimale P_{min} est définie par :

$$C = \frac{P_{\max} - P_{\min}}{P_{\max} + P_{\min}} \qquad Eq.I\ 21$$

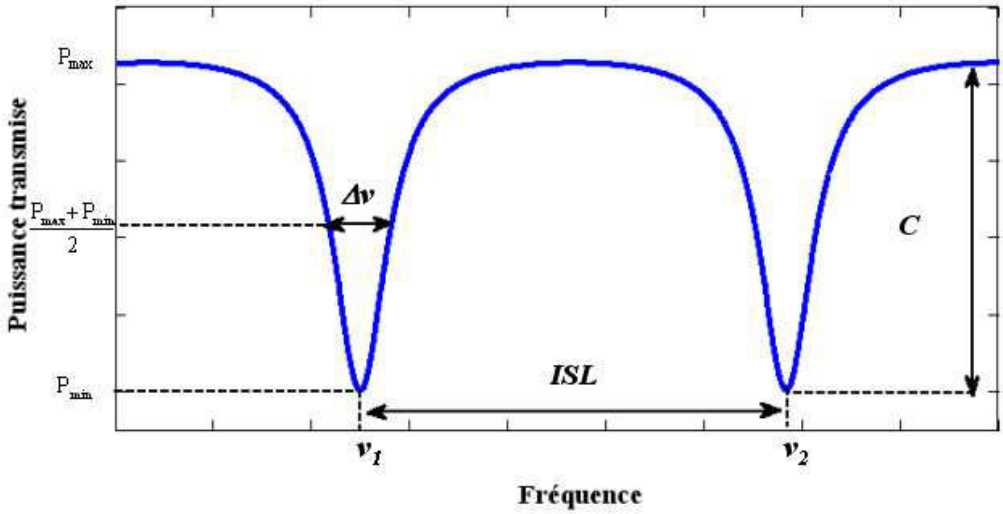


Figure I 16 : Réponse spectrale d'un microrésonateur.

C- Performances des biocapteurs à base de microrésonateurs optiques

Dans le paragraphe précédent, nous avons vu que l'intérêt des microrésonateurs était principalement lié à leur facteur de qualité élevé. Par contre, l'importance de l'ordre de grandeur du facteur de qualité est propre aux applications désirées. C'est d'ailleurs pour cette raison qu'il est difficile de comparer les résultats obtenus dans la littérature. Cette propriété fait des microrésonateurs, de candidats potentiels pour de nombreuses fonctions comme : laser[I.40,I.44,I.45,I.46,I.47], commutateur, modulateur, multiplexeur[41,48,49,50] et capteur[I.42, I.51, I.52, I.53 I.,54].

L'application de biocapteur faisant l'objet de notre étude, une présentation plus détaillée des performances des microrésonateurs dans ce domaine est faite dans la suite du chapitre.

1- Biocapteurs à base de microrésonateurs optiques

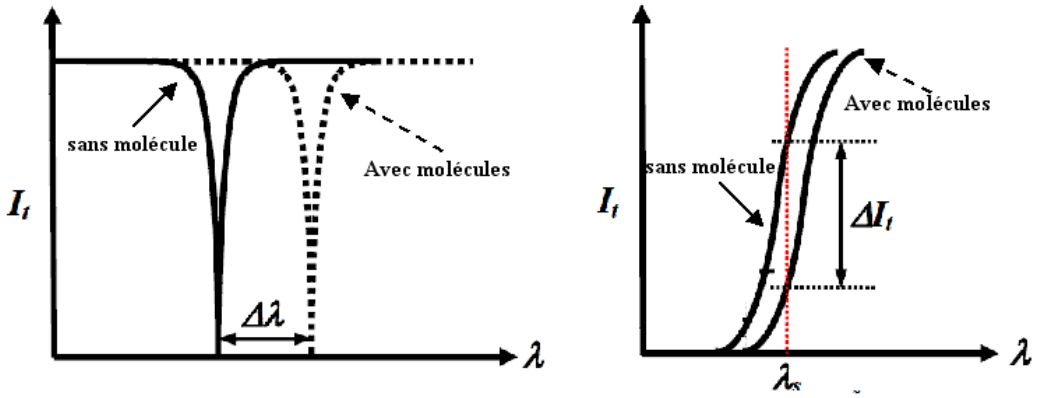
Les biocapteurs conçus à partir de microrésonateurs possèdent de nombreuses qualités. Ils sont utilisés pour détecter la présence de molécules réparties de façon homogène dans une solution ou immobilisées sur leur surface. En effet, leur sensibilité liée au haut facteur de qualité permet la détection de très faibles concentrations de molécules[I.33, I.54]. La présence de biomolécules immobilisées ou reparties dans une solution déposée sur la surface du microrésonateur modifie la propagation du mode guidé par l'interaction de l'onde évanescente sur la surface du capteur. Cette modification dépend de l'indice de réfraction et de l'anisotropie optique de biomolécules. Elle se traduit par un décalage spectral du pic de résonance et une déformation de la raie de résonance[I.54]. Elle permet non seulement d'obtenir des informations sur la quantité de biomolécules présentes sur la surface du microrésonateur mais aussi sur le changement d'indice de réfraction massif de la molécule. Plusieurs équipes ont démontré la capacité des microrésonateurs à détecter des biomolécules en faibles concentrations[I.33, I.54, I.55, I.56].

Une synthèse des biocapteurs à base de microrésonateurs tenant compte des paramètres optogéométriques est présentée dans les paragraphes suivants. Cette synthèse nous permet de mieux comprendre l'effet des ces paramètres sur les performances des capteurs à base de microrésonateurs, comme le facteur de qualité, afin d'optimiser notre cahier des charges.

2- Performances des microrésonateurs optiques

a- Technique d'interrogation de microrésonateurs

Dans le paragraphe précédent, nous avons vu que la modification de l'indice de réfraction d'une solution de biomolécules ou la présence de biomolécules sur la surface du microrésonateur se manifeste par un décalage spectral d'un pic de résonance ou une atténuation de l'intensité lumineuse transmise dans le microrésonateur. Pour des applications de biodétection, afin de quantifier les molécules présentes sur la surface du capteur, deux méthodes d'interrogation sont présentées dans la littérature[I.54] : balayage spectral en fréquence ou en longueur d'onde et variation de l'intensité à une longueur d'onde fixe.
Le principe de la méthode de balayage spectral (Figure I 17 (a)) consiste à suivre, à partir d'une solution de référence, l'évolution de la position d'un pic de résonance pour différente concentration de biomolécules. Cette technique est limitée par l'intervalle spectrale libre de la cavité qui représente la dynamique du capteur.
Le principe de la méthode de variation d'intensité est de mesurer l'intensité transmise à la sortie du microrésonateur à une longueur d'onde fixe, pour différentes concentrations de biomolécules (Figure I 17 (b)) [I.54]. Les travaux de Chao ont montré que la limite de détection obtenue à l'aide de cette méthode, utilisant une source monochromatique, est meilleure que celle de balayage spectral[I.54].



(a) *(b)*

Figure I 17 : Technique de mesure de la réponse d'un microrésonateur : (a) balayage spectral ; (b) mesure de l'intensité transmise[I.54].

Le point commun de ces deux méthodes repose sur la mesure de l'intensité transmise. Par conséquent, elles ne fournissent pas l'évolution de la phase du signal optique transmis.

b- Matériaux constituants un microrésonateur optique

Les microrésonateurs peuvent être fabriqués à partir de matériaux organiques[I.33, I.54, I.57, I.58] et inorganiques [I.33, I.59, I.60]. Une étude comparative des performances, en terme de facteur de qualité des microrésonateurs, proposée par Chao, a montré que les matériaux inorganiques présentent les facteurs de qualité les plus élévés (allant jusqu'à quelques 10^9). Cette étude a également montré que les matériaux polymères, appartenant à la famille des organiques, bien qu'ayant les facteurs de qualité plus faibles[I.54] offrent des avantages de faible coût de

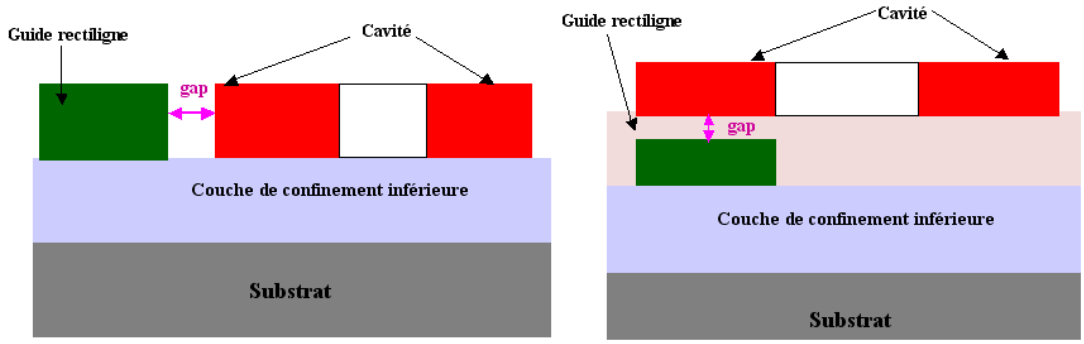
fabrication liés à différents procédés technologiques faciles à mettre en œuvre[I.54, I.57, I.58]. En outre, les surfaces des polymères peuvent être facilement fonctionnalisées via les méthodes de modification de surface afin d'accrocher des sites moléculaires biologiques pour la détection spécifique. Enfin, les polymères sont compatibles avec la microfluidique ce qui permet une excellente intégration optofluidique des biocapteurs. C. Y. Chao et ses coauteurs [I.54, I.61] ont obtenu dans l'air, en utilisant le polystyrène, un microrésonateur avec un facteur de qualité de 20 000. C. Delezoide améliore cette performance en obtenant dans l'eau déionisée, un facteur de qualité de 35 000 avec un microrésonateur en polymère SU-8[I.57].

c- Différentes formes du microrésonateur

Un microrésonateur peut avoir plusieurs formes[I.54, I.61, I.62] parmi lesquelles on peut citer les polygones, sphères, disques, bagues ou anneaux, hippodromes. Une étude comparative des performances de ces formes a été effectuée et présentée dans le mémoire de thèse de Chao[I.54].

Il résulte de cette comparaison que le meilleur facteur de qualité est obtenu pour les microrésonateurs en forme de sphère. Par contre, le meilleur compromis, en terme de procédure de réalisation et de couplage de la cavité avec un dispositif optique, comme un guide rectiligne pour la lumière d'excitation, est obtenu pour les microrésonateurs en forme d'anneau et d'hippodrome. Contrairement aux sphères, ils peuvent être réalisés par photolithographie en proche UV lorsqu'ils sont à base de matériaux polymères. Le meilleur facteur de qualité obtenu par C. Y. Chao a été mesuré sur un microrésonateur en forme d'hippodrome dont le guide présente un rayon de courbure de 30 µm, avec une longueur de couplage de 30 µm[I.54,61]. Celui obtenu par C. Delezoide[I.57], l'a également été sur un composant en forme d'hippodrome possédant un rayon de courbure de 180 µm et une longueur de couplage de 120 µm.

d- Différents types de couplage



(a) *(b)*

Figure I 18 : Structure d'un microrésonateur : (a) couplage latéral ; (b) couplage vertical.

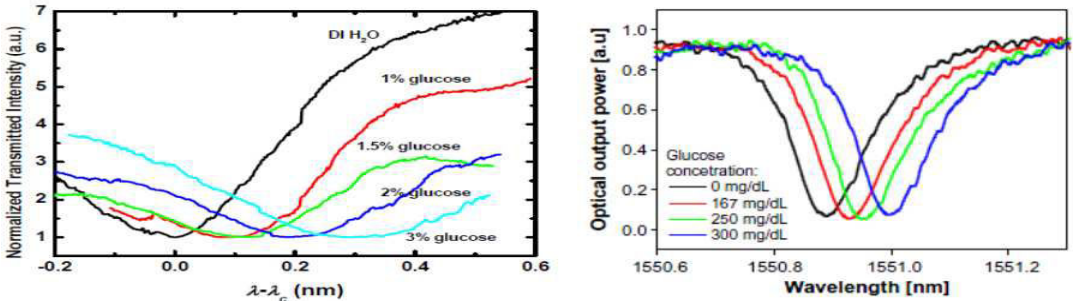
Comme décrit précédemment, les performances spectrales d'un microrésonateur sont déterminées à partir de sa réponse spectrale. L'obtention de cette réponse spectrale nécessite le couplage de la cavité avec un dispositif optique, comme un guide d'onde rectiligne, pour la lumière sonde. Il existe deux types de couplage du microrésonateur optique avec le guide rectiligne d'injection[I.54, I.63] : le couplage latéral (Figure I 18 (a)) et le couplage vertical (Figure I 18 (b)).

- Comparaison entre couplage latéral et couplage vertical

Dans le couplage latéral (Figure I 18 (a)), la cavité résonante et le guide rectiligne d'injection sont alignés latéralement dans un même plan, ce qui offre la possibilité de non seulement les

réaliser à partir du même matériau mais aussi en une seule opération technologique[I.54]. En revanche, cette configuration exige un contrôle sévère du gap entre le guide rectiligne et la cavité. Ce gap, d'une largeur de quelques centaines de nanomètres, exige une régularité de la distance latérale entre les deux guides et ne peut pas être réalisé par les technologies peu onéreuses comme la photolithographie traditionnelle (le principe de cette technique est détaillé dans le chapitre 2). Il peut être réalisé à partir des techniques très pointues et coûteuses comme la photolithographie électronique. Le composant sur lequel Chao a obtenu son meilleur facteur de qualité était en configuration latérale[I.54].

Dans le couplage vertical (Figure I 18 (b)), la cavité résonante et le guide rectiligne d'injection sont alignés verticalement dans deux plans distincts, ce qui nécessite l'utilisation de différents matériaux, empilés les uns sur les autres pour former les guides d'ondes. Par conséquent, la réalisation de composants en couplage vertical nécessite plusieurs opérations technologiques. Dans cette configuration, réalisable par photolithographie traditionnelle, la qualité du couplage dépend fortement de l'état de surface de la couche de confinement entre les deux guides et de leur alignement. Pour des applications de capteurs en régime optofluidique envisagées, cette configuration présente deux avantages majeurs. Le premier concerne l'intégration d'un circuit microfluidique sur le microrésonateur optique pour former un composant optofluidique. Contrairement au couplage latéral, la surface du composant optique ne contient que la cavité, ce qui facilite l'intégration du circuit microfluidique. En effet, les questions d'étanchéité liées à la présence du guide rectiligne sur la surface ne se pose pas dans cette configuration car le guide rectiligne d'injection est enterré. Le second avantage de la configuration du couplage vertical concerne l'insensibilité du guide rectiligne d'injection à la solution de biomolécules testée. Dans la configuration du couplage latéral le guide rectiligne et la cavité étant dans le même plan, leurs surfaces sont sensibles à tout changement d'indice de la solution cible. Cette sensibilité du guide rectiligne d'injection à l'indice de la solution de molécule se répercute sur la réponse du capteur à cause du couplage entre les deux guides. En revanche, dans la configuration du couplage vertical, le guide rectiligne est entièrement isolé de la solution à étudier, donc insensible à la présence de biomolécules. Par conséquent, seule la surface du microrésonateur est sensible à la présence de biomolécules. G. D. Kim[I.58] a obtenu, en utilisant un microrésonateur en polymère ZPU13-430 en couplage vertical, un facteur de qualité supérieur à 10 000 dans l'eau déionisé. La meilleure performance de C. Delezoide a été réalisée sur un composant en couplage vertical[I.57, I.63].
La Figure I 19 représente les spectres obtenus lors des expériences de détection homogène de glucose réalisées par Chao[I.54] et Kim[I.58] en utilisant, respectivement des microrésonateurs en couplage latéral et vertical. Sur cette figure, nous remarquons une forte dégradation de la réponse du capteur obtenue par Chao à l'aide d'une cavité en couplage latéral, alors les spectres obtenus par Kim en couplage vertical restent réguliers pour toutes les concentrations. Ces résultats corroborent d'avantage les biens fondés du couplage vertical pour les applications de biodétection décrits dans ce paragraphe.



(a) *(b)*

Figure I 19 : Influence du couplage sur la réponse du capteur : (a) couplage latéral[I.54] ; (b) couplage vertical[I.58].

➢ Influence du couplage sur le facteur de qualité

Nous venons de voir que la mesure des performances du microrésonateur nécessite son couplage avec un guide d'excitation des modes guidés. En fonction de la distance (gap) entre le microrésonateur et ce guide d'injection, trois principaux régimes de couplage peuvent être considérés[I.43]:

- Régime de sous-couplage :

Dans ce cas, le microrésonateur et le guide d'injection sont suffisamment éloignés. Par conséquent, l'onde évanescente du mode injecté n'influence pas suffisamment sur les modes de la cavité pour les exciter. Le facteur de qualité Q, dans ce cas, est limité par les pertes intrinsèques du microrésonateur.

- Régime de sur-couplage :

A l'opposé du régime de sous couplage, lorsque le microrésonateur est fortement à proximité du guide d'injection, le facteur de qualité Q est limité par les pertes par couplage.

- Régime de couplage critique :

Entre les deux premiers régimes, lorsque les pertes par couplage sont égales aux pertes intrinsèques de la cavité, le facteur de qualité Q est limité par la moyenne des deux pertes.

e- Principe de détection d'un capteur à base de microrésonateur

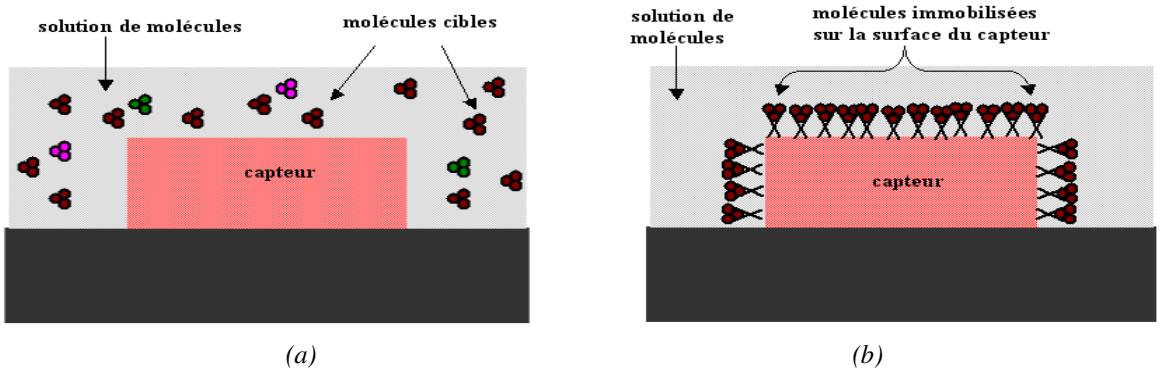


Figure I 20 : Mécanisme de détection des capteurs à base de microrésonateur : (a) détection homogène ; (b) détection surfacique.

Pour les capteurs à base de microrésonateurs, il existe deux mécanismes de détection de molécules : la détection homogène et la détection surfacique[I.54, I.57, I.61, I.63].

➢ Détection homogène

Dans la détection homogène, le microrésonateur est immergé dans une solution de molécules à étudier (Figure I 20 (a)). Ainsi, les molécules réparties de façon homogène dans la solution modifient l'indice de la couche de confinement supérieure du microrésonateur. Ce changement d'indice massif modifie l'indice effectif du mode guidé et donc la réponse du capteur.

En mesurant la concentration de glucose dans de l'eau déionisée, C. Y. Chao[I.54] a obtenu à l'aide de la méthode de balayage spectrale, une limite de détection d'indice de réfraction de 5×10^{-5} RIU avec un microrésonateur en anneau de rayon de 45 µm possédant un facteur de qualité supérieur à 5 000 dans l'eau. En termes de performance de détection de glucose, cette

limite de détection correspond à une concentration de 94 mg/dl. En démontrant l'intérêt du facteur de qualité sur les performances d'un microrésonateur, Chao a obtenu une limite de détection de 36 mg/dl à l'aide d'une cavité possédant un facteur de qualité supérieur à 10 000 dans l'eau. G. D. Kim[I.58] a fait mieux en utilisant un microrésonateur en anneau de rayon de 400 µm ayant un facteur de qualité supérieur à 10 000 pour détecter du glucose. Il a obtenu une limite de détection d'indice de réfraction de l'ordre de 10^{-5} RIU.
En utilisant le même composant (anneau de rayon 45 µm), Chao[I.54] a obtenu à l'aide de la méthode de variation d'intensité, une limite de détection de 0,915 mg/dl de glucose. Ce résultat montre que la méthode de variation d'intensité est plus sensible que celle de balayage spectral.
Ces différents résultats démontrent la capacité des microrésonateurs à détecter de faibles concentrations de molécules biologiques. D'autres travaux ont d'ailleurs démontré que ces performances prometteuses pouvaient être améliorées, en apportant la sélectivité, si la technique de détection surfacique est utilisée.

- Détection surfacique

Dans la détection de surfacique ou spécifique, la surface du microrésonateur est fonctionnalisée. Cette étape consiste à greffer à la surface du microrésonateur des entités de reconnaissance appropriées qui permettent d'immobiliser de façon sélective les biomolécules cibles sur la surface du microrésonateur (Figure I 20 (b)). Les molécules immobilisées et celles présentes en solution (détection homogène) modifient l'indice effectif du mode guidé. Comme l'immobilisation par liaison covalente est irréversible, l'effet de la détection homogène est supprimé en rinçant la surface du capteur. Par conséquent, cette opération rend le capteur plus sélectif.
Pour caractériser les molécules de protéines (streptavidine et biotine), C. Y. Chao [I.54, I.61] a utilisé un microrésonateur en forme d'hippodrome possédant un facteur de qualité l'ordre de 20 000 dans l'air. Il a obtenu, à l'aide de la méthode de balayage spectral, une limite de détection correspondant à une densité de 250 pg/mm^2 de streptavidine (protéine) accrochées. Barrios[I.42, I.64], en caractérisant l'avidine, fait encore mieux en obtenant une limite de détection de 28±16 pg/mm^2. C. Delezoide a utilisé la molécule de Tamra 5 cadavérine pour démontrer la détection surfacique avec des microrésonateurs en SU-8 [I.57, I.63]. Il a obtenu une limite de détection de 0,22 attogramme soit 0,02 fg/mm^2, correspondant à 250 molécules de Tamra cadavérine accrochées sur la surface du capteur.

D- Modélisation d'un microrésonateur

1- Principe physique

Comme décrit précédemment, un microrésonateur est constitué d'une cavité résonante couplée à un guide rectiligne servant d'entrée et de sortie pour la lumière d'excitation et d'extraction des modes guidés. A l'intérieur de la cavité, la lumière est confinée par réflexion totale interne. L'interrogation de l'onde optique guidée permet d'accéder à la réponse (intensité transmise) du microrésonateur. La Figure I 21 illustre la propagation des champs guidés dans le microrésonateur. Si un champ optique incident a_1 est injecté dans le guide rectiligne, une partie b_1 est directement transmise dans le guide rectiligne. L'autre partie b_2 est couplée dans la cavité. Après chaque tour de cavité, une partie du champ b_2 est couplée vers la sortie du guide rectiligne et l'autre partie a_2 transmise dans la cavité et continue d'y circuler. Théoriquement, dans un système sans perte, toute la puissance injectée en entrée peut être

complètement extraite en sortie du guide rectiligne. En pratique, les différentes pertes (radiation, diffusion, absorption, insertion, etc.) ne permettent jamais une extraction totale.

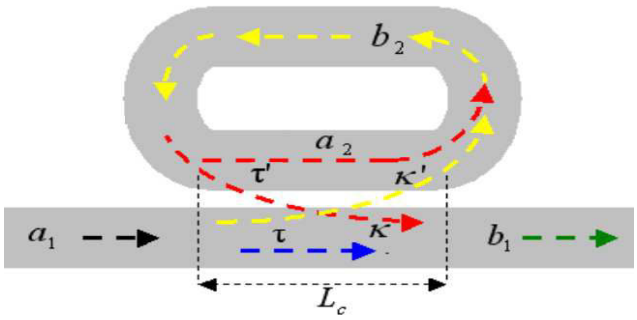


Figure I 21 : Schéma fonctionnel d'un microrésonateur en forme d'hippodrome.

Sur la Figure I 21, L_c représente la longueur de couplage, κ et κ' les coefficients de couplage guide rectiligne-cavité et cavité-guide rectiligne, respectivement, τ la transmission guide rectiligne-guide rectiligne et τ' la transmission cavité-cavité.

2- Modèle théorique d'un microrésonateur tenant compte des pertes

La méthode des matrices de diffusion utilisée par A. Yariv [I.65] pour développer le coefficient de transmission d'un microrésonateur sans pertes par couplage peut être adaptée pour généraliser le modèle en tenant compte de ces pertes. L'idée de cette approche est d'établir l'expression du champ total transmis b_1 en sortie du guide rectiligne en fonction du champ incident a_1, des coefficients de couplage (guide rectiligne-cavité κ et cavité-guide rectiligne κ'), des transmissions (guide rectiligne-guide rectiligne τ et cavité-cavité τ'), des pertes par tour de cavité a et des pertes totales par couplage α_i. La matrice de transfert définie au point de couplage cavité guide rectiligne est de la forme :

$$\begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} = \alpha_i \begin{pmatrix} \tau & j\kappa' \\ j\kappa & \tau' \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \end{pmatrix} \qquad \textit{Eq.I 22}$$

où j représente le nombre complexe tel que $\sqrt{j} = -1$.

Le développement de cette équation conduit à:

$$b_1 = \alpha_i(\tau a_1 + j\kappa' a_2) \qquad \textit{Eq.I 23}$$

$$b_2 = \alpha_i(j\kappa a_1 + \tau' a_2) \qquad \textit{Eq.I 24}$$

Le champs a_2 correspondant à la partie de b_2 ayant parcourue un tour de cavité, son expression tenant compte du retard accumulé pendant ce tour est :

$$a_2 = a b_2 \exp\left(j \frac{2\pi n_{eff}}{\lambda} L \right) \qquad \textit{Eq.I 25}$$

où n_{eff} représente l'indice effectif du mode guidé et L le périmètre de la cavité.

Le coefficient de transmission complexe $H(\lambda)$ du microrésonateur, correspondant au rapport entre le champ incident a_1 et le champ transmis b_1 obtenu en résolvant par substitution le système d'équation (Eq.I23, Eq.I24 et Eq.I25), est de la forme (Annexe 1.1) :

$$H(\lambda) = \frac{\alpha_i \tau - (\kappa\kappa' + \tau\tau')\alpha_i^2 a \exp\left(j \frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L \right)}{1 - \alpha_i a \tau' \exp\left(j \frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L \right)} \qquad \textit{Eq.I 26}$$

Le Tableau 1 représente une synthèse du modèle théorique d'un microrésonateur proposé par différents auteurs. Ce tableau montre bien que moyennant certaines hypothèses, les modèles

théoriques obtenus sont en bon accord. Dans la suite de ce paragraphe, nous allons utiliser le modèle dans lequel le couplage et la transmission sont considérés symétriques : c'est-à-dire un couplage et une transmission du guide rectiligne vers la cavité identique à ceux de la cavité vers le guide rectiligne : $\kappa = \kappa'$ et $\tau = \tau'$. Dans ces conditions, nous obtenons la loi de conservation de l'énergie[I.54, I.66]:

$$(\kappa^2 + \tau^2) = 1 \qquad \textit{Eq.I 27}$$

En introduisant cette loi de conservation de l'énergie dans l'Eq.I26, $H(\lambda)$ devient:

$$H(\lambda) = \frac{\alpha_i \tau - \alpha_i^{\,2} a \exp\left(j \frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L \right)}{1 - \alpha_i a \tau \exp\left(j \frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L \right)} \qquad \textit{Eq.I 28}$$

Auteurs	Suppositions	Coefficient de transmission	Références
Chao	$\kappa' = \kappa^*$, $\tau' = \tau^*$	$H = \dfrac{\alpha_i \tau - \alpha_i^{\,2} a \exp\left(j \frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L \right)}{1 - \alpha_i a \tau \exp\left(j \frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L \right)}$	[I.67]
Yariv et Gottesman	$\kappa' = \kappa^*$, $\tau' = \tau^*$ et $\alpha_i = 1$	$H = \dfrac{\tau - a \exp\left(j \frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L \right)}{1 - a \tau \exp\left(j \frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L \right)}$	[I.65,I.68]
Nagteaele Heebner, Darmawan, Vahala	$\kappa' = \kappa^*$, $\tau' = \tau^*$, $\alpha_i = 1$, et $a = \exp\left(-\frac{\alpha L}{2}\right)$; α :facteur des pertes	$H = \dfrac{\tau - \exp\left(-\frac{\alpha L}{2}\right) \exp\left(j \frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L \right)}{1 - \exp\left(-\frac{\alpha L}{2}\right) \tau \exp\left(j \frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L \right)}$	[I.66,I.69,I.70 ,]
Rabus	$\kappa' = \kappa^*$, $\tau' = \tau^*$, $\alpha_i = 1$, , $a = \exp\left(-\frac{\alpha L}{2}\right)$ et $\alpha_i = \sqrt{1-\gamma}$; γ: perte d'insertion en intensité	$H = \dfrac{\tau\sqrt{1-\gamma} - (1-\gamma) \exp\left(-\frac{\alpha L}{2}\right) \exp\left(j \frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L \right)}{1 - \sqrt{1-\gamma} \exp\left(-\frac{\alpha L}{2}\right) \tau \exp\left(j \frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L \right)}$	[I.71]

Tableau 1 : Coefficient de transmission d'un microrésonateur suivant différents auteurs.

En implémentant ce modèle simple, sous Matlab par exemple, il est possible de déduire les paramètres caractéristiques du microrésonateur (le facteur de qualité et la finesse par exemple). Il est également possible d'étudier l'influence des différents paramètres optogéométriques sur la réponse du microrésonateur : taille, profil d'indice, coefficients de couplage, pertes par couplage, pertes de propagation, etc.

3- Paramètres caractéristiques d'un microrésonateur

Les paramètres caractéristiques du microrésonateur peuvent être déterminés à partir de son spectre de transmission.

a- Transmission en intensité d'un microrésonateur

Si un champ optique a_1 est injecté dans le guide rectiligne, sa puissance lumineuse et celle associée au champ transmis b_1 sont respectivement définies par $P_{in} = |a_1|^2$ et $P_{out} = |b_1|^2$. La

transmission définie par le rapport entre la puissance lumineuse transmise et l'intensité incidente peut alors être exprimée par (Annexe 1.2) :

$$T = \frac{P_{out}}{P_{in}} = \left|\frac{b_1}{a_1}\right|^2 = \alpha_i^{\,2} \frac{\tau^2 + a^2\alpha_i^{\,2} - 2a\,\alpha_i\tau\cos\left(\frac{2\pi}{\lambda}n_{eff}L\right)}{1 + \tau^2 a^2\alpha_i^{\,2} - 2a\,\alpha_i\tau\cos\left(\frac{2\pi}{\lambda}n_{eff}L\right)} \qquad \textit{Eq.I 29}$$

Cette relation montre que la transmission dépend non seulement des paramètres de couplage, des pertes et du périmètre de la cavité mais aussi de l'indice effectif des modes guidés. Par conséquent, une variation ou une modification de l'indice effectif entraîne une modification de la transmission. Cette modification se manifestera par un décalage en longueur d'onde des raies de résonance et une modification du contraste de transmission.
La résonance est obtenue lorsque :

$$\cos\left(\frac{2\pi}{\lambda}n_{eff}L\right) = 1 \Leftrightarrow \frac{2\pi}{\lambda}n_{eff}L = 2\pi p \qquad \textit{Eq.I 30}$$

où p représente un nombre entier.
La longueur d'onde de résonance λ_c et la transmission déduites sont :

$$\lambda_c = \frac{n_{eff}L}{p} \qquad \textit{Eq.I 31}$$

$$T(\lambda_c) = \alpha_i^{\,2}\left(\frac{\tau - \alpha_i a}{1 - \alpha_i a\,\tau}\right)^2 \qquad \textit{Eq.I 32}$$

Les autres paramètres caractéristiques (*ISL*, $\delta\lambda$, λ_c) du microrésonateur peuvent être déduits à partir de la transmission spectrale (Figure I 22).

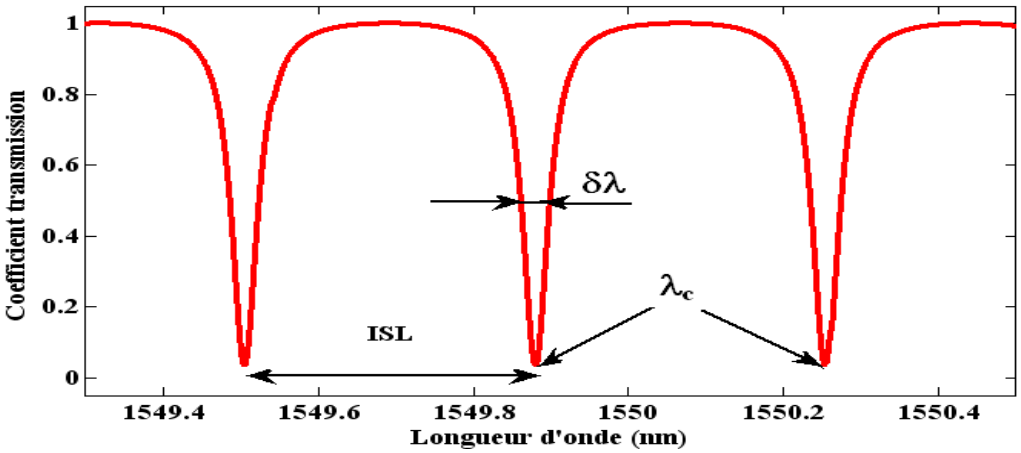


Figure I 22: Spectre en transmission de la réponse du microrésonateur.

b- L'intervalle spectral libre (ISL)

L'intervalle spectral libre (*ISL*) correspond à la différence entre deux longueurs d'onde de résonance consécutives (Figure I 22). Il peut être estimé par[I.54] :

$$ISL = \lambda_{C1} - \lambda_{C0} = \frac{\lambda_{C0}^{\;2}}{L\left(n_{eff}(\lambda) + \frac{\partial n_{eff}}{\partial\lambda}\lambda_{C0}\right)} = \frac{\lambda_{C0}^{\;2}}{L n_g(\lambda)} \qquad \textit{Eq.I 33}$$

où $n_g = n_{eff} + \frac{\partial n_{eff}}{\partial\lambda}\lambda_{C0}$ représente l'indice effectif de groupe[I.54].

L'équation 33 montre que l'*ISL* est inversement proportionnel à la circonférence du microrésonateur. Il est donc conditionné par le choix des paramètres géométriques de la cavité. Pour les applications de biocapteur, nous nous intéressons aux décalages des longueurs d'onde de résonance en présence de molécules. Ainsi, un grand *ISL* permettra d'avoir une grande étendue de mesure, donc une grande dynamique.

c- La largeur de raie de résonance δλ :

Elle correspond à la largeur à mi-hauteur d'une raie de résonance (Figure I 22). Ce paramètre est principalement lié aux pertes[I.54]. En effet, pour des cavités considérées en théorie sans perte, la raie de résonance est infiniment fine. Par conséquent, les pertes doivent être minimisées de manière à obtenir une largeur à mi-hauteur la plus faible possible, et donc de maximiser la sensibilité du capteur à base de microrésonateur [I.54]. En se basant sur sa définition, l'expression de la largeur à mi-hauteur exprimée en fonction des paramètres de pertes, de l'indice effectif et de la circonférence de la cavité est (annexe 1.3) :

$$\delta\lambda = \frac{\lambda_{C0}^{\ 2}}{\pi n_{eff} L}\cos^{-1}\left(\frac{Z\left(1+\alpha_i^{\ 2}\tau^2 a^2\right)-\left(\alpha_i^{\ 2}\tau^2+\alpha_i^{\ 4}a^2\right)}{2\alpha_i\tau a\left(Z-\alpha_i^{\ 2}\right)}\right) \qquad \textit{Eq.I 34}$$

$$Z = \frac{1}{2}\left(\left|\frac{\alpha_i\tau - a\alpha_i^{\ 2}}{(1-\alpha_i\tau a)}\right|^2 + \left|\frac{\alpha_i\tau + a\alpha_i^{\ 2}}{1+\alpha_i\tau a}\right|^2\right) \qquad \textit{Eq.I 35}$$

d- Le facteur de qualité *Q* :

Le facteur de qualité *Q* est défini comme étant le rapport entre la longueur d'onde de résonance λ_{C0} et la largeur de raie de résonance $\delta\lambda$. Ce paramètre, principalement lié à la sensibilité du capteur, est inversement proportionnel aux pertes[I.54].

$$Q = \frac{\lambda_{C0}}{\delta\lambda} \qquad \textit{Eq.I 36}$$

e- La finesse :

La finesse est définie par le rapport entre l'intervalle spectral libre et la largeur de raie de résonance. Nous avons vu que pour obtenir une grande dynamique et un grand facteur de qualité, il était important d'avoir respectivement un *ISL* élevé et une faible largeur à mi-hauteur (faible pertes). L'obtention simultanée de ces deux paramètres conduit à une finesse *F* élevée[I.54]. Elle est définie par :

$$F = \frac{ISL}{\delta\lambda} \qquad \textit{Eq.I 37}$$

f- Le contraste de transmission :

Comme décrit par l'équation I 21, le contraste de transmission est proportionnel à l'écart entre le maximum et le minimum de transmission et permet de distinguer le niveau du signal transmis par rapport à celui du bruit.

4- Influence du couplage sur la réponse d'un microrésonateur

L'implémentation, sous Matlab, du modèle théorique obtenu nous a permis d'étudier le comportement de la réponse d'un microrésonateur en fonction du régime de couplage. Pour effectuer ce calcul théorique, nous avons choisi la loi de dispersion (tenant compte de la dispersion de matériau, de polarisation et modale) d'un microrésonateur à guide rectangulaire (détaillé dans le chapitre 2). L'équation I 38 représente la loi de dispersion de l'indice effectif en polarisation TE du mode fondamental guidé dans un microrésonateur à guide rectangulaire de largeur 4 µm, de hauteur 2 µm, dont le coeur est en SU-8, le substrat en CYTOP et le superstrat de l'eau :

$$n_{eff_TE} = 1{,}5909 - 4{,}62\times10^{-5}\lambda_{nm} \qquad Eq.I\ 38$$

avec λ_{nm} la longueur d'onde en nm.

Le principe de détermination et la description détaillée du guide rectangulaire utilisé sont présentés dans le chapitre II consacré à la conception et réalisation des microrésonateurs.

Nous avons ensuite simulé la réponse d'un microrésonateur en forme d'hippodrome, dont le choix des paramètres géométriques est également présenté dans le chapitre suivant, de rayon de courbure R = 220 µm et longueur de couplage L_c = 120 µm (circonférence L = 1622 µm). Pour observer l'influence du coefficient de couplage sur la transmission, nous avons fait varier τ de 0 à 1 avec un pas de 0,05, par conséquent κ de 1 à 0 car $\tau^2+\kappa^2=1$. Pour chaque valeur de τ ou de κ, nous avons déterminé la transmission à la longueur d'onde de résonance de 1549,25 nm (le choix de cette longueur d'onde est arbitraire). Les Figure I 23 (a) et (b) représentent l'évolution du minimum de transmission en fonction de κ pour différente valeur de a et α_i. Ces Figures comportent trois parties fondamentales :

- sous couplage correspondant à une décroissance du minimum de transmission en fonction de κ;
- sur couplage, correspondant à une croissance du minimum de transmission en fonction de κ;
- couplage critique représentant l'intersection des deux premières parties, où la transmission est nulle.

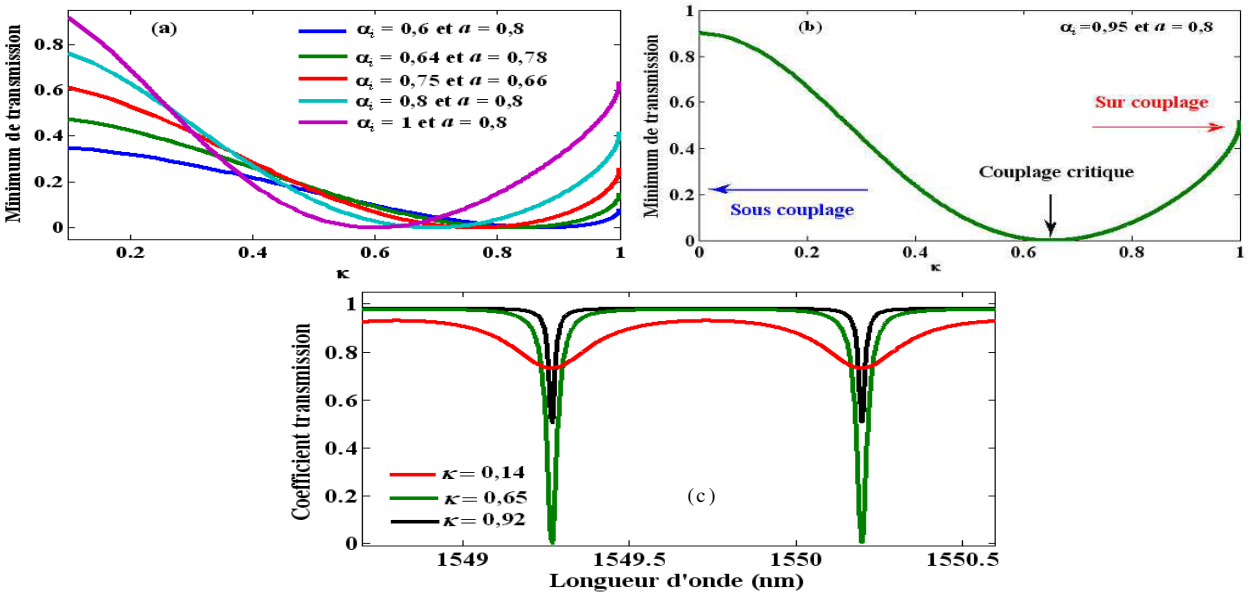


Figure I 23 : Influence du coefficient de couplage sur la réponse d'un microrésonateur : (a) et (b) Contraste en fonction de κ; (c) Coefficient de transmission pour différents κ.

En comparant le spectre de transmission des trois régimes, pour la configuration représentée en Figure I 23 (a), nous remarquons que le contraste du spectre de transmission est à 100% (Figure I 23 b) pour le régime de couplage critique.
Pour les paramètres de perte a = 0,8 et α_i = 0,95, nous remarquons que le régime couplage critique est obtenu lorsque τ est égal au produit de a et α_i ($\tau = a\alpha_i$ = 0,76 ou κ = 0,65). Pour généraliser ce constat, il suffit de s'intéresser de près à l'expression du coefficient de transmission à la résonance décrite par Eq.I32. En effet, le coefficient de couplage critique κ_c est obtenu lorsque cette équation s'annule. Son expression déduite est de la forme :

$$\kappa_c = \sqrt{1-\tau^2} = \sqrt{1-(\alpha_i a)^2} \qquad \textit{Eq.I 39}$$

Sur la Figure I 23 (c), nous remarquons que la raie de résonance correspondant au régime de couplage critique est plus fine que celle du régime de sous couplage mais moins fine que celle du régime sur couplage. Par conséquent, le facteur de qualité et la finesse du régime de couplage critique sont meilleurs que ceux du régime sous couplage mais plus faible que ceux du régime de sur couplage. Les paramètres optimaux du microrésonateur seront donc obtenus aux alentours du couplage critique car le compromis entre finesse, facteur de qualité et le contraste de transmission est meilleur dans cette configuration.

Conclusion

Dans ce chapitre, le principe de fonctionnement ainsi que les principales caractéristiques des capteurs optiques, permettant de les distinguer des autres types de transducteurs, ont d'abord été présentés. Ensuite un bref rappel sur quelques notions essentielles à la compréhension de l'optique guidée ainsi qu'un état de l'art relatif aux biocapteurs optiques à base de microrésonateurs, ont été exposés. Au vu des performances des biocapteurs optiques à base de microrésonateurs reportées dans ce chapitre, nous avons choisi de réaliser des microrésonateurs polymères, en forme d'hippodrome couplés verticalement à un guide rectiligne.
Enfin, à partir du modèle théorique d'un microrésonateur, une étude de l'influence du coefficient de couplage sur la réponse et les performances, comme le facteur de qualité, la finesse et le contraste de transmission du microrésonateur, a été proposée.
Le prochain chapitre est consacré à la conception et la réalisation de composants optofluidiques à base de microrésonateurs monomodes possédant un facteur de qualité supérieur à 20 000 dans l'eau en vu de leur utilisation comme biocapteur en régime microfluidique.

BIBLIOGRAPHIE

[I.1] Vocabulaire international de métrologie–Concepts fondamentaux et généraux et termes associés, JCGM 200:2012 (disponible sur le site du bipm), 3ième édition (2012).

[I.2] Gustavo Rafael Collere Possetti, Ricardo Canute Kamikawachi, Marcia Muller, and José Luís Fabris, "Metrological Evaluation of Optical Fiber Grating-Based Sensors: An Approach Towards the Standardization", J. L. Tech., vol. 30, NO. 8 (2012).

[I.3] B. Lee, "Review of the present status of optical fiber sensors", Opl. Fib. Tech., vol. 9, pp. 57-79 (2003).

[I.4] C. K. Kirkendall, A. Dandridge, "Overview of high performance fibre-optic sensing", Journal of Physics D: Applied Physics, vol. 37, pp. R197-R216 (2004).

[I.5] N. Lagakos, J. H. Cole, J. A. Bucaro, "Microbend fiber-optic sensor", Applied Optics, vol. 26, n°11, pp. 2171-2180 (1987).

[I.6] S.Ray, P. J. Reddy, S. Choudhary,D. Raghu, S. Srivastava, "Emerging nanoproteomics approaches for disease biomarkerdetection: A current perspective", J Jprot, (2011).

[I.7] B. T. Meggitt, C. J. Hall, K. Weir, "An all fibre white light interferometric strain measurement system", Sensors and Actuators A: Physical, vol. 79, pp. 1-7 (2000).

[I.8] T. Tamir, "Guided-wave optoelectronics", Ed. Academic press, New-York (1974).

[I.9] S. E. Miller, "Integrated optics : an introduction", Bell System Technical Journal, vol. 48, pp. 2059-2068 (1969).

[I.10] C. K. Kirkendall, A. Dandridge, "Overview of high performance fibre-optic sensing", Journal of Physics D: Applied Physics, vol. 37, pp. R197-R216 (2004).

[I.11] Y. Zhou, P. K. Rastogi, "Fourrier decomposition method for mode characterization in metal-clad fiber with complex index Profil", Optics Communications, vol. 237, pp. 325-332, 2004.

[I.12] W. Yunming, D. Jingcao, Z. Mingde, S. Xiaohan, "Theoretical and experimental study on multimode optical fiber grating", Optics Communications, vol. 250, pp. 54-62, 2005.

[I.13] D. Inaudi, S. Vurpillot, S. LLoret, "In-line coherence multiplexing of displacement sensors: a fiber optic extensometer", Proceedings of SPIE 'Smart Structures and Materials', San Diego, USA (1996).

[I.14] R. Suardet, "Physique Ondulatoire" , Ed. Tech. & Doc. Lavoisier, 1998.

[I.15] V. V. Ivanov, V. A. Markelov, M. A. Novikov, S. S. Ustavshchikov, "Differential low-coherence interferometry for in-situ diagnostics of transparent structures", Technical Physics Letters, vol. 30, n°5, pp. 389-391, 2004.

[I.16] S.Y. Wu, H.P. Ho, W. C. Law, C. Lin and S.K. Kong, "Highly sensitive differential phase-sensitive surface plasmon resonance biosensor based on the Mach–Zehnder configuration",Optics Letters, Vol. 29, Issue 20, pp. 2378-2380 (2004).

[I.17] A.-F Obaton, J Dubard, "New optical reference standard in the field of biology: Interrogation of micro-resonator based biosensor with a Phase Sensitive-Optical Low Coherence Interferometer", Proceedings of SPI, vol. 8073 (2011).

[I.18] T. Daoud, "Modélisation d'un filtre optique pour les télécommunications et éléments de sa réalisation" , Thèse n° 29-2000, Faculté des Sciences de Limoges (2000).

[I.18] C. Urlacher-Lecuyer, "Correlation entre microstructure, propriétés de guide optique de ZrO2 et couches de PbTiO3 ", Thèse de doctorat de l'Université de Lyon (1996).

[I.19] J. Q. Bartling, Journal of the Franklin Institue, vol. 287, 5, p. 389-387 (1967).

[I.20] J.A Stratton Electromagnetic Theory (1941).

[I.21] S. V. Boriskina, P. Sewell, T. M. Benson, and A. I. Nosich, "Accurate Simulation of Two-Dimensional Optical Microcavities with Uniquely Solvable Boundary Integral Equations and Trigonometric Galerkin Discretization", J. Opt. Soc.Am. B, vol 21, 393 (2004)

[I.22] S. V. Boriskina, T. M. Benson, P. Sewell, and A. I. Nosich, "Spectral Shift and Q Change of Circular and Square-Shaped Optical Microcavity Modes due to Periodic Sidewall Surface Roughness", J. Opt. Soc. Am. B, 21, pp. 1792 (2004)

[I.23] H. M. Nussenzveig, "Tunneling Effects in Diffractive Scattering and Resonances", Comments At. Mol. Phys., 23, 175 (1989)

[I.24] L. G. Guimaraes and H. M. Nussenzveig, "Theory of Mie Resonances and Ripple Fluctuations", Opt. Comm., 89, 363 (1992).

[I.25] B. R. Johnson, "Theory of Morphology-Dependent Resonances: Shape Resonances and Width Formulas", J. Opt. Soc. Am. A, 10, 343 (1993).

[I.26] I. Teraoka, S. Arnold, and F. Vollmer, "Perturbation Approach to Resonance Shifts of Whispering-Gallery Modes in a Dielectric Microsphere as a Probe of a Surrounding Medium", J. Opt. Soc. Am. B, vol. 20, pp. 1937 (2003)

[I.27] C. C. Lam, P. T. Leung, and K. Young, "Explicit Asymptotic Formulas for the Positions, Widths, and Strengths of Resonances in Mie Scattering", J. Opt. Soc.Am. B, vol. 9, pp. 1585 (1992).

[I.28] S. Schiller, “Asymptotic Expansion of Morphological Resonance Frequencies in Mie Scattering”, Appl. Opt., vol. 32, pp. 2181 (1993)
[I.29] K. Okamoto, Fundamenntals of optical wavegugides, 2nd ed., Academic Press, Elsevier, Amsterdam, (2006).
[I.30] H. G. Unger, “Planar optical waveguides and fibres”, Oxford Engineering Sciences Series,1977.
[I.31] G. Bruhat, Cours de physique générale, 6nd ed., A. Kastler, Masson, Paris, (1982).
[I.32] Fan X., White I.M., Shopova S. I., Zhu H., Suter J. D., Sun Y., “Sensitive optical biosensors for unlabeled targets: A review,” Anal. Chim. Acta., 620, 8-26 (2008).
[I.33] J. Homola, S. S. Yee, and G. Gauglitz, “Surface plasmon resonance sensors: Review,” Sens. Actuators B, Chem., vol. 54, pp. 3–15 (1999).
[I.34] J. Homola, “Surface Plasmon Resonance Sensors for Detection of Chemical and Biological Species”, Chem. Rev., vol 108, pp.462-493 (2008).
[I.35] M. KANSO, “Modélisation, réalisation et caractérisation d'un capteur plasmonique à fibre optique : Effets de la rugosité, des réactions de surface et de la cinétique dans un système microfluidique, Thése de Doctorat n° ED 0366-361, Université de Nantes, France (2008).
[I.36] M. J. Swann, L. L. Peel, S. Carrington, N.J. Freeman, “Dual-polarization interferometry: an analytical technique to measure changes in protein structure in real time, to determine the stoichiometry of binding events, and to differentiate between specific and nonspecific interactions”, Analytical Biochemistry, vol.329, pp. 190-198, (2004).
[I.37] D. Johnson BSc,PHD thesis, “Molecular level investigation of coiled-oil proteins”University of Nottingham, (2005).
[I.38] H. N. Daghestani and B.W. Day, “Theory and Applications of Surface Plasmon Resonance, Resonant Mirror, Resonant Waveguide Grating, and Dual Polarization Interferometry Biosensors”, Sensors, vol 10, pp. 9630-9646 (2010).
[I.39] P.Walsh and G. Kemeny, “Laser operation without spikes in a ruby ring,” J. Appl. Phys., vol. 34, pp. 956–957 (1963).
[I.40] F. C. Blom, D. R. van Dijk, H. J. W. M. Hoekstra, A. Driessen et Th. J. A. Popma, “Experimental Study of Integrated-Optics Microcavity Resonators : Toward an All-Optical Switching Device”. Applied Physics Letters, 71, 747–749 (1997).
[I.41] C.A. Barrios, M.J. Bañuls, V. Gonzalez-Pedro, K.B. Gylfason, B. Sánchez, A. Griol, A. Maquieira, H. Sohlström, M. Holgado, and R. Casquel. “Label-free optical sensing with slot-waveguides,” Optics Letters, 33(7), pp. 708-710 (2008).
[I.42] P-H. MERRER, “Élaboration de sources hyperfréquences à haute pureté spectrale à base de résonateurs optiques”, Thèse de Doctorat, Université de Toulouse, France (2009).
[I.43] T. Baer, “Continuous-wave laser oscillation in a Nd : Y AG sphere,” Optics Letters, vol. 12, p. 392 (1987).
[I.44] A. Ashkin and J. Dziedzic, “Optical levitation by radiation pressiure,” Applied Physics Letter, vol. 19, p. 283 (1971).
[I.45] A. Ashkin and J. Dziedzic, “Observation of resonances in radiation pressure on dielectric spheres,” Physical Review Letters, vol. 38, p. 1351 (1977).
[I.46] J. Snow, S. Qian, and R. Chang, “Stimulated raman scattering from individual water and ethanol droplets at Morphology Dependant Resonances,” Optics Letters, vol. 10, p. 37 (1985).
[I.47] S. Pereira, P. Chak et J. E. Sipe, “All-Optical AND Gate by Use of a Kerr Nonlinear Microresonator Structure”. Optics Letters, vol 28, pp. 444–446 (2003).
[I.48] M. T. Hill, H. J. S. Dorren, T. de Vries, X. J. M. Leijtens, J. H. den Besten, B. Smalbrugge, Y. S. Oei, H. Binsma, G. D. Khoe et M. K. Smit, “A Fast Low-Power Optical Memory Based on Coupled Micro-Ring Lasers”. Nature, 432, 206–209 (2004).
[I.49] D. A. Cohen, “Lithium Niobate Microphotonic modulators”, PHD thesis, Faculty of the Graduate School, University of Southern California (2001).
[I.50] P. K. Pattnaik, B. Vijayaaditya, T. Srinivas, A. Selvarajan, “Optical MEMS pressure and vibration sensors using integrated optical ring resonators”, Proceedings of IEEE Sensors 2005, Irvine, Californie, pp. 636- 639 (2005).
[I.51] I. A. Andronova et G. B. Malykin, “Physical Problems of Fiber Gyroscopy Based on the Sagnac Effect”. Physics Uspekhi, 45, 793–817 (2002).
[I.52] M. N. Armenise, V. M. N. Passaro, F. De Leonardis et M. Armenise, “Modeling and Design of a Novel Miniaturized Integrated Optical Sensor for Gyroscope Systems”. Journal of Lightwave Technology, 19, 1476–1494 (2001).
[I.53] C.-Y. Chao, “Polymer microring resonators for biochemical sensing applications, PhD Thesis, University of Michigan (2005).
[I.54] S. Arnold, M. Khoshsima, I. Teraoka, S. Holler et F. Vollmer, “Shift of Whispering-Gallery Modes in Microspheres by Protein Adsorption”. Optics Letters, 28, 272–274 (2003).

[I.55] A. M. Armani, R. P. Kulkarni, S. E. Fraser, R. C. Flagan, K. J. Vahala,“ Label-Free, Single-Molecule Detection with Optical Microcavities”, SCIENCE, vol 317 (2007).
[I.56] C. Delozoide, M. Salsac, J. Lautru, H. Leh, C. Nogues, J. Zyss, M. Buckle, I. Ledoux-Rak and C.T. Nguyen, “Vertically Coupled Polymer Microracetrack Resonator for Label-Free Biochemical Sensor”, IEEE Phot. Technol. Lett., vol. 34, no. 4, 270-272 (2012).
[I.57] G. D. Kim, G. S. Son, H. S. Lee, K. D. Kim, and S. S. Lee, “Integrated photonic glucose biosensor using a vertically coupled microring resonator in polymers”, Optics Communications 18, 4555-4806 (2008).
[I.58] M. L. Gorodetsky, A. A. Savchenkov and V. S. Ilchenko, Opt. Lett., “Ultimate Q of optical microsphere resonators,” 21, 453 (1996).
[I.59] A. Ksendzov, Y. Lin, “Integrated ring-resonator sensors for protein detection”, Opt. Lett., 30, 3344-3346 (2005).
[I.60] C.-Y. Chao, W. Fung, L. J. Guo, “Polymer microring resonators for biochemical sensing applications”, IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron., 12, pp.134-142 (2006).
[I.61] Thèse M. Lebental, " Chaos quantique et micro-lasers organiques", Thèse de Doctorat, Ecole Normale Supérieure de Chachan, France (2007).
[I.62] C. Delezoide; J Lautru; J. Zyss, I. Ledoux-Rak; C.T. Nguyen, “Vertically coupled polymer microresonators for optofluidic label-free biosensors”, SPIE Proceeding, vol 8264 (2012).
[I.63] C.A. Barrios, K.B. Gylfason, B. Sanchez, A. Griol, H. Sohlström, M. Holgado and R. Casquel, “Slot-waveguide biochemical sensor,” Optics Letters, 32(21), pp. 3080-3082 (2007).
[I.64] A. Yariv, “Universal relations for coupling of optical power between micro-resonators and dielectric waveguides”, Electron. Lett., 36, pp.321-322 (2000).
[I.65] P. Nagtegaele, “Micro-résonateurs circulaires à base de polymère pour fonctions d’insertion-extraction en telecommunications optiques”, Thèse de Doctorat, ENS Cachan, France (2005).
[I.66] C-Y. Chao, J. Guo, “Design and optimization of microring resonators in biochemical sensing applications,” J. Lightwave Technol., vol 24, no. 3, pp. 1395-1402 (2006).
[I.67] Y. Gottesman, E. V. K. Rao, and D. G. Rabus, “New Methodology to Evaluate the Performance of Ring Resonators Using Optical Low-Coherence Reflectometry”, JLT, vol. 22, no. 6 (2004).
[I.68] S. Darmawan, “Microring resonator based photonic devices using high-contrast waveguides”, Phd. Thesis, Nanyang Technological University, 2008.
[I.69] K. Vahala, “Optical microcavities”, World scientific publishing, Singapore, 2004.
[I.70] D. G. Rabus, “Realization of optical filters using ring resonators with integrated semiconductor optical amplifiers in GaInAsp/Inp”, Berlin, 2002.

SOMMAIRE

Chapitre II 46

Conception, réalisation et caractérisation de microrésonateurs polymères en couplage vertical 46

Introduction : 46

A- Conception de microrésonateurs monomodes à base de matériaux polymères en couplage vertical 46

I- Intérêts des matériaux polymères 46

1- Structure d'un microrésonateur en couplage vertical 46
2- Généralité sur les matériaux polymères 47
2.1- Le matériau SU-8 48
2.2- Le matériau polymère fluoré CYTOP 49
2.3- Conditions de guidage : configuration de microrésonateur 50

II- Conception de microrésonateurs monomodes 52

1- Configuration d'un microrésonateur en couplage vertical 52
2- Propagation des ondes optiques dans un guide d'onde optique diélectrique rectangulaire 53
3- Méthode de l'indice effectif 54
3.1- Propagation dans un guide plan 54
3.2- Méthode de l'indice effectif : cas d'un guide rectangulaire 57
4- Modélisation du guidage monomode 60
4.1- Guidage optique dans les structures SiO_2/SU-8/CYTOP et CYTOP /SU-8/eau : cas d'un guide plan 60
4.2- Guidage optique dans les structures SiO_2/SU-8/CYTOP et CYTOP /SU-8/eau : cas d'un guide rectangulaire 61
4.2.1- Conception du guide 61
4.2.2- Conception d'un microrésonateur monomode à guides rectangulaires 63

B- Réalisation de microrésonateurs 65

I- Présentation des outils technologiques nécessaires aux procédures de fabrications 65

1- Procédés de photolithographie traditionnelle 66
2- La gravure ionique réactive (RIE) 69
3- Outils d'observation 69

II- Développement d'une procédure de réalisation de microrésonateurs à guides rectangulaires 71

1- Etapes de fabrication de guides rectilignes en SU-8 de hauteur 1,9 µm 71
2- Élaboration des étapes de fabrication du gap de 100 nm en CYTOP 74
3- Élaboration des étapes de fabrication des cavités en SU-8 76

C- Caractérisation des microrésonateurs 78

I- Description du banc de mesure 78

II- Caractérisation des microrésonateurs de première génération 78

1- Quelques résultats de caractérisation 78
2- Reproductibilité de la procédure de fabrication 80

III- Réalisation et caractérisation de microrésonateurs de deuxième génération 81

1- Paramètres caractéristiques des composants réalisés 81
2- Caractérisation des microrésonateurs 81

D- Fabrication et intégration de capots microfluidiques en polymère 82

1- Réalisation du canal microfluidique 83
2- Intégration du capot sur les microrésonateurs 84

Conclusion 85

BIBLIOGRAPHIE 86

Chapitre II
Conception, réalisation et caractérisation de microrésonateurs polymères en couplage vertical

Introduction :

Ce chapitre présente une étude relative à la conception, à la fabrication et à la caractérisation par la méthode de balayage spectral de microrésonateurs en polymère monomodes possédant un facteur de qualité supérieur à 20 000 dans l'eau. Les microrésonateurs conçus et réalisés ont été intégrés dans un circuit microfluidique en vue de leur utilisation comme capteurs chimiques ou biologiques en régime optofluidique.
Ce chapitre est structuré en quatre parties. La première partie présente la conception de microrésonateurs monomodes à guides rectangulaires. Elle rappelle d'abord les avantages des matériaux polymères SU-8 et CYTOP choisis pour réaliser les microrésonateurs. Ensuite, elle décrit brièvement la propagation d'une onde optique dans un guide d'onde diélectrique, en utilisant les équations de Maxwell. Enfin, elle présente une modélisation du guidage monomode dans un guide d'onde à confinement bidimensionnel, à l'aide de la méthode de l'indice effectif.
La deuxième partie du chapitre est consacrée à la présentation des différentes étapes de fabrication d'un microrésonateur à guides rectangulaires en couplage vertical. Cette partie met en évidence en énumérant les avantages des outils technologiques mis à profit lors de la procédure de réalisation.
La troisième partie concerne la caractérisation des composants réalisés sur le banc de mesure en transmission du LPQM de l'ENS Cachan. Les résultats de cette caractérisation sont par la suite exploités pour valider les objectifs de départ.
Enfin dans la dernière partie du chapitre sont exposées la procédure de réalisation de circuits microfluidiques utilisés pour introduire la solution de biomolécules sur la surface du microrésonateur et celle de leur intégration sur les composants.

A- Conception de microrésonateurs monomodes à base de matériaux polymères en couplage vertical

I- Intérêts des matériaux polymères

1- Structure d'un microrésonateur en couplage vertical

La structure du microrésonateur en couplage vertical que nous souhaitons réalisé est représentée sur la figure II 1. Elle est constituée de plusieurs couches de différents matériaux empilées les unes sur les autres pour former deux guides d'onde optiques diélectriques en couplage vertical. En effet, nous souhaitons réaliser des microrésonateurs sur un substrat de silicium sur lequel est oxydée chimiquement une couche de 5 µm de silice. La couche de silice sert de couche de confinement inférieure du guide rectiligne. Le cœur et la couche de confinement supérieure du guide rectiligne sont constitués de matériaux polymères, appelés respectivement polymère (1) et (2) sur la figure II 1. Le matériau polymère (2) sert également de couche de confinement inférieure de la cavité dont le cœur sera réalisé à partir d'un autre polymère, appelé polymère (3).
Afin d'assurer une bonne adhérence entre ces différentes couches et de respecter la condition de guidage, une étude physico-chimique des matériaux polymères est indispensable.

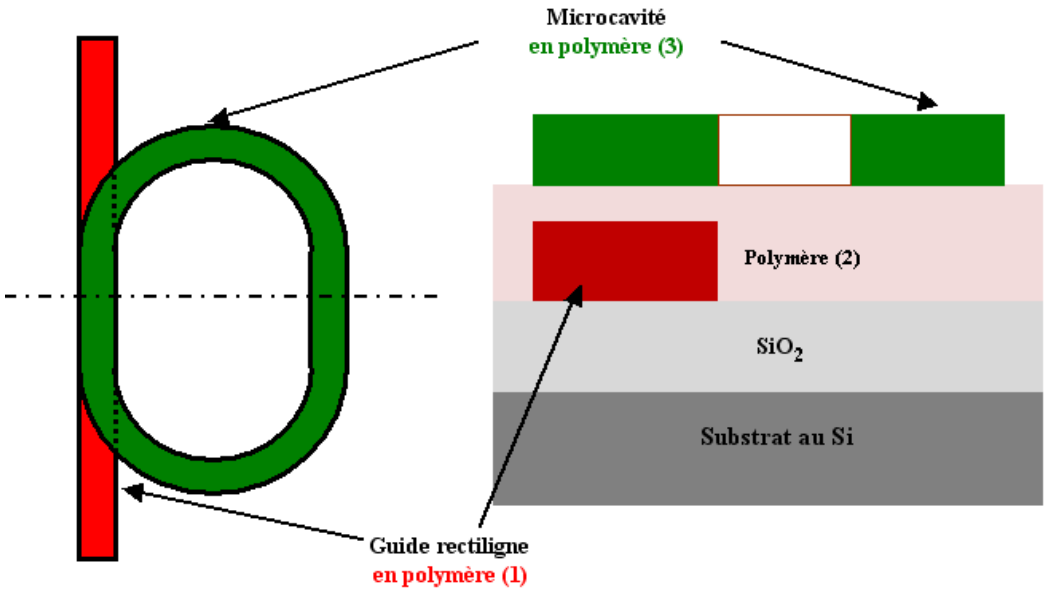


Figure II 1: Structure d'un microrésonateur en couplage vertical.

2- Généralité sur les matériaux polymères

Les matériaux polymères, aussi appelés matières plastiques, sont des matériaux organiques composés généralement d'atomes de carbone et d'hydrogène. En fonction de leurs propriétés thermiques, les polymères peuvent être classés en deux groupes : les thermodurcissables et les thermoplastiques[II.1].

Les thermoplastiques comme les polyéthylènes, les polypropylènes, les polyamides ou encore certains polyesters, dont la température de fusion est comprise entre 80°C à 300°C, fondent lorsqu'ils sont chauffés. Leur avantage est qu'en étant fondus, ils peuvent être moulés pour obtenir les formes souhaitées. Dans cet état, ils sont très malléables, très plastiques, d'où leur nom « matière plastique ». Cette plasticité varie dans une large gamme, des plus rigides, durs et cassants, aux plus mous (pâtes) ou élastiques. Ils sont fort utilisés en micro-technologies pour la réalisation des circuits microfluidiques par exemple[II.2].

Les thermodurcissables comme les résines polyépoxydes, certains polyuréthanes ou encore certains polyesters durcissent quand on les chauffe. Ils sont très employés comme pièces de structure thermostables. Ces polymères sont mis en forme lorsqu'ils sont encore dans leur état mou avant qu'ils ne durcissent sous l'effet de la chaleur et d'additifs chimiques qui induisent des réactions de réticulation. Ils sont également photosensibles et sont très utilisés pour réaliser des composants destinés aux fonctions de l'optique intégrée[II.2]. Leur usinage est de faible coût, dus à différents procédés technologiques faciles à mettre en œuvre et un équipement requis moins onéreux comme la photolithographie traditionnelle[II.3], très utilisée en technologie polymère.

Les thermoplastiques et thermodurcissables peuvent être soumis au phénomène de vitrification. En dessous de leur température de vitrification (ou température de transition vitreuse), ils deviennent durs. Au-dessus, ils sont plus souples ou plastiques. A l'extrême, ils deviennent élastiques. Les propriétés thermiques et mécaniques, englobant diverses caractéristiques comme l'imperméabilité aux liquides et aux gaz, la résistance chimique à plusieurs types de solvants et la résistance aux rayons ultraviolets, associées aux propriétés optiques telles que la transparence font de ces matériaux de potentiels candidats pour des applications dans des domaines comme la thermique, l'optique ou encore la biologie[II.4, II.5, II.6].

Pour nos travaux, deux matériaux polymères spécifiques nous ont apparus très intéressants : le biphénol A d'éther glycidyle, dont le nom commercial est SU-8 et le poly perfluoro butenyl vinyl ether, commercialisé sous le nom de CYTOP. Une étude des propriétés de ces deux matériaux est présentée dans la suite de cette première partie.

2.1- Le matériau SU-8

a- Généralité

Compte tenu des avantages des matériaux polymères face aux matières inorganiques, comme l'utilisation de technologies de fabrication relativement simples, notre étude s'est portée sur le biphénol A d'éther glycidyle brièvement appelé SU-8. La figure II 2 représente la structure chimique du monomère constituant ce matériau qui se présente sous forme liquide avant polymérisation.

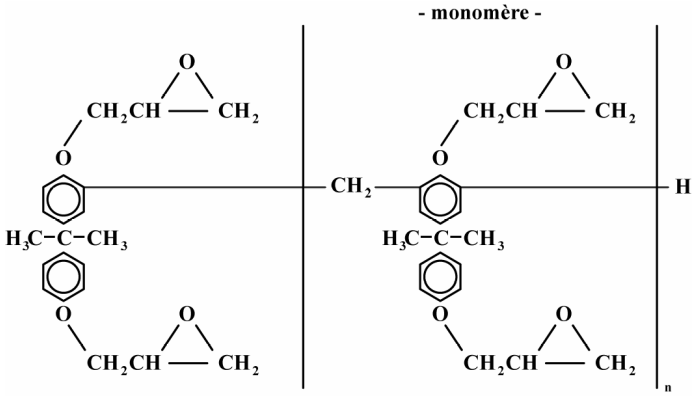


Figure II 2: Structure chimique du 'biphénol A d'éther glycidyle' (SU-8).

La SU-8 est une résine photosensible négative de type époxy, appartenant à la famille des thermodurcissables, inventée en 1974 et améliorée à la fin des années 80 par la société IBM[II.7]. Cette résine, actuellement commercialisée par MicroChem. Corp, est principalement à base de trois composants [II.8, II.9] :

- une résine époxy EPON® SU-8 (ou EPIKOTE®157), disponible sous forme de granulés et fabriquée par Shell Chemical,
- un solvant organique qui permet de solubiliser la résine et d'ajuster la viscosité des solutions,
- un photo-amorceur, un sel de triarylsulfonium, qui amorce la réaction de polymérisation.

La SU-8, comme d'ailleurs la majorité des résines, se décline en plusieurs séries telles que la SU-8 2000, la SU-8 2000 Flex ou encore la SU-8 3000. Ces séries, se distinguant les unes des autres par leur viscosité, sont utilisées pour réaliser des couches minces (films) d'épaisseur allant de quelques centaines de nanomètres jusqu'au millimètre. Le choix d'une résine dépend donc de l'épaisseur des films à réaliser. Cette résine SU-8 est fort utilisé en micro-technologies pour des applications microfluidiques[II.10] et optiques[II.11]. En effet, l'engouement pour ce matériau provient de sa capacité à être utilisée en photolithographie traditionnelle, de sa grande absorption optique dans le proche ultraviolet et sa bonne transparence optique pour les longueurs d'onde supérieures à 400 nm[II.9]. Sa compatibilité physico-chimique et biologique ont permis à A.P. Gadre d'associer plusieurs technologies telles que la microfluidique et la thermique, pour concevoir et réaliser des bio-capteurs. Le capteur réalisé par A.P. Gadre est destiné aux mesures de concentration de biomolécules telle que le glucose dans le corps humain[II.6]. Ces nombreux avantages de la SU-8, énumérés dans

ce paragraphe, nous ont conduits à les utiliser comme matériau constituant notre capteur. Dans le but de l'associer à d'autres matériaux pour former une structure guidante, une bonne connaissance de ses propriétés optiques linéaires, notamment son indice de réfraction et sa dispersion en longueur d'onde, s'avère nécessaire.

b- Loi de dispersion de la SU-8

Comme mentionné dans le paragraphe précédent, la SU-8 est un matériau organique déjà fort utilisé et privilégié dans les domaines technologiques, notamment en biotechnologie et microfluidique[II.12, II.13]. Afin de déterminer la loi de dispersion de ce polymère dans le domaine spectral de nos sources lumineuses (1500-1600 nm), des mesures ellipsométriques ont été effectuées au LPQM-ENS Cachan. Le modèle de Cauchy ainsi obtenu, pour des longueurs d'onde $\lambda_{\mu m}$ en µm est de la forme :

$$n_{SU-8}(\lambda_{\mu m}) = 1{,}5582 + \frac{6{,}0166 \times 10^{-3}}{\lambda_{\mu m}^2} \qquad \textit{Eq.II 1}$$

La figure II 3 illustre les résultats de cette caractérisation basée sur la mesure ellipsométrique d'une couche mince de SU-8 préalablement déposée sur un substrat au silicium.

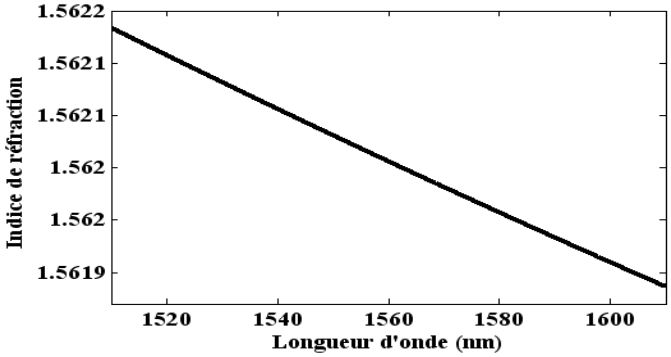


Figure II 3: Loi de dispersion de la SU-8 entre 1510 et 1610 nm.

c- Procédé de polymérisation de la SU-8

Les étapes du procédé de polymérisation de la SU-8[II.8, II.9, II.14, II.15, II.16] commencent d'abord par l'étalement de la résine sur un substrat, par centrifugation (spin-coating), suivit d'un recuit à basse température, par rapport à la température de transition vitreuse Tg de 210 °C, pour évaporer le solvant (soft-bake). Ensuite la couche étalée est exposée aux rayons UV (exposure), à travers un masque optique, qui entraîne un début de polymérisation, achevée par un deuxième recuit (post exposure bake). Enfin, une attaque par un solvant approprié pour éliminer les zones non exposées, lors d'un développement (development), et un dernier recuit à haute température (proche de Tg) sont nécessaires pour terminer la polymérisation et densifier le réseau (hard-bake). Ces différentes étapes seront détaillées dans la deuxième partie de ce chapitre consacrée à la fabrication des microrésonateurs.

2.2- Le matériau polymère fluoré CYTOP

a- Généralité

Les polymères fluorés forment une classe bien à part dans le large éventail des matériaux organiques [II.17]. D'une manière générale, ils sont obtenus en substituant par le fluor des atomes d'hydrogène présents dans la chaîne macromoléculaire. Cette substitution améliore la tenue thermique, la résistance chimique et exalte les caractéristiques diélectriques, rendant ces

matériaux très transparent notamment dans la fenêtre spectrale autour de 1500 nm. Le CYTOP est un polymère fluoré appartenant à la famille des résines amorphes, ce qui lui permet d'être très soluble dans des solvants appropriés. Il peut ainsi être utilisé pour réaliser des films minces de différentes épaisseurs[II.18, II.19]. Sa transparence atteignant 90% dans le visible, son faible indice de réfraction et la faible dispersion de son indice de réfraction sont des atouts dans la réalisation de guides d'onde optique. Sa température de transition vitreuse est de 108 °C. Ces différentes propriétés associées aux caractéristiques thermoplastiques font de ce matériau, un bon choix pour représenter l'une des couches constituant notre composant.

b- Loi de dispersion du CYTOP

Comme la SU-8, des mesures ellipsométrieques permettant de déterminer la loi de dispersion du CYTOP, ont été effectuées au LPQM-ENS Cachan. Le modèle de Cauchy obtenu et représenté en figure II 4 est de la forme :

$$n_{CYTOP}(\lambda_{\mu m}) = 1{,}3279 + \frac{1{,}2046\times10^{-2}}{\lambda_{\mu m}^2} \qquad \textit{Eq.II 2}$$

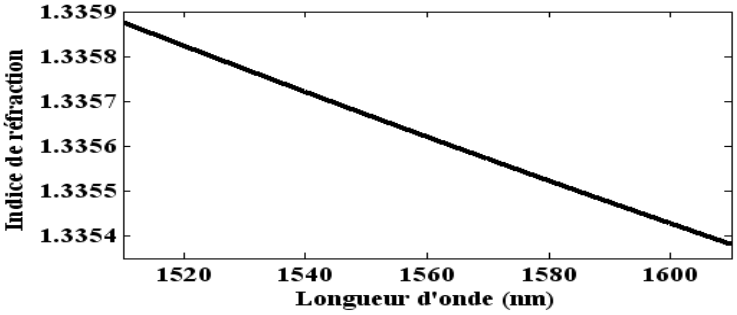


Figure II 4 : Loi de dispersion de CYTOP entre 1510 et 1610 nm.

2.3- Conditions de guidage : configuration de microrésonateur

Afin de former une structure guidande à partir des différents matériaux choisis, nous avons comparé leur indice de réfraction dans le domaine 1510-1610 nm. Nous rappelons que notre microrésonateur en couplage vertical sera réalisé sur une couche de 5 µm de silice déjà déposée sur les substrats utilisés. Par conséquent ce matériau est imposé comme couche de confinement inférieure du guide rectiligne. Sa loi de dispersion mesurée par ellipsométrie au LPQM-ENS Cachan est donnée par :

$$n_{SiO_2}(\lambda_{\mu m}) = 1{,}4449 + \frac{9{,}6444\times10^{-3}}{\lambda_{\mu m}^2} \qquad \textit{Eq.II 3}$$

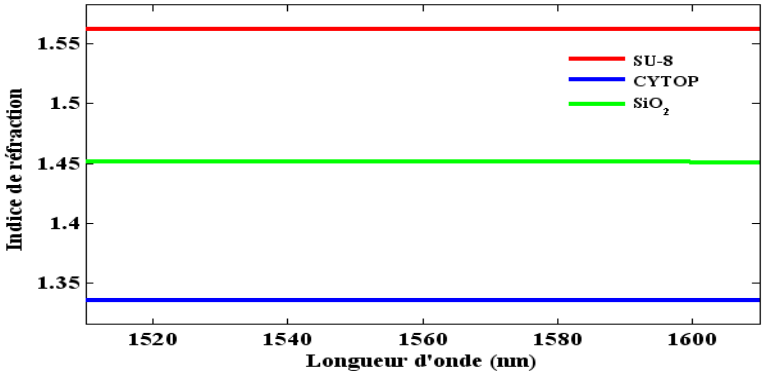


Figure II.5 : Comparaison des indices de réfraction de CYTOP, SU-8 et SiO_2.

Dans le chapitre précédent, il a été présenté qu'un empilement de trois matériaux peut former une structure guidante lorsque l'indice de réfraction de la couche centrale (coeur) est supérieur à celui des deux autres couches (couches de confinement) : n_s et $n_c < n_f$.
La figure II 5 représente la comparaison entre les lois de dispersion de CYTOP, SU-8 et la silice. Sur cette figure, nous remarquons qu'entre 1510 et 1610 nm, l'indice optique du CYTOP et celui de la silice restent inférieurs à l'indice de la SU-8. Les empilements SiO_2/SU-8/CYTOP, respectant la condition de guidage, le cœur du guide rectiligne sera réalisé en SU-8 et sa couche de confinement supérieure en CYTOP.
Les indices de réfraction optiques ainsi que l'absorption à 1550 nm, de ces matériaux obtenus par des mesures ellipsométriques sont présentés dans le tableau II 1. L'indice de réfraction et l'absorption de l'eau pure représentés dans ce tableau, ont été calculés, en utilisant les équations détaillées dans le paragraphe II-5. Le faible contraste d'indice entre le CYTOP et de l'eau montre que leur utilisation comme couche de confinement peut permettre la réalisation d'un guide presque symétrique, comme supposé dans le chapitre 1. La biocompatibilité de la SU-8 mais aussi la supériorité de son indice de réfraction au regard de ceux de CYTOP et de l'eau nous ont conduit à l'utilisé comme le cœur du guide formant la cavité. Les cavités seront donc formées par les empilements CYTOP/SU-8/eau. La structure finale du microrésonateur est représentée par la figure II 6, mettant en évidence les matériaux choisis. Le grand contraste d'indice entre le cœur des guides et les couches de confinement offre la possibilité d'améliorer le confinement des modes optiques dans les guides.

Matériaux	**Indice de réfraction @ 1550 nm**	**Coefficient d'absorption @ 1550 nm**	**Différence d'indice Δn @ 1550 nm**
SU-8	1,564	0	Δn (SU8-CYTOP) = 0,231
CYTOP	1,333	0	Δn (CYTOP- SiO_2) = 0,231
SiO_2	1,442	0	Δn (SU-8- SiO_2) = 0,122
Eau	1,315	0	Δn (CYTOP-Eau) = 0,023

Tableau II 1 : Indice de réfraction optique, coefficient d'absorption et l'écart d'indices des matériaux à 1550 nm.

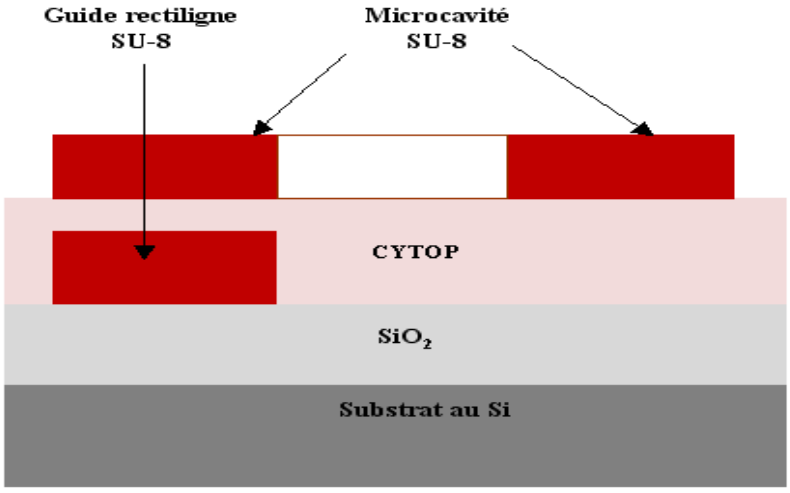


Figure II 6 : Structure d'un microrésonateur en couplage vertical.

II- Conception de microrésonateurs monomodes

Bien que l'étape de conception ne permette pas d'optimiser totalement la structure réelle du microrésonateur, elle permet néanmoins de prédire la propagation de l'onde optique dans ce composant. La conception est également utilisée pour déterminer les paramètres géométriques optimaux pour un guidage monomode. Les étapes de conception de microrésonateurs, permettant de définir les paramètres géométriques de la cavité comme le rayon de courbure et la longueur de couplage, ont été effectuées par C. Delozoide au LPQM. Ces travaux ont abouti à la conception et à la réalisation de masques optiques utilisés pour la fabrication des composants. Pour la conception d'un composant monomode, nous avons optimisé la procédure de conception initiale développée par C. Delezoide en ajustant les paramètres comme la hauteur des guides.
Les différentes étapes de conception d'un composant formé de guides monomodes tenant compte des paramètres opto-géométriques des deux familles de guides, SiO_2/SU-8/CYTOP et CYTOP/ SU-8/eau, respectivement sont présentées dans la suite.

1- Configuration d'un microrésonateur en couplage vertical

Dans le chapitre 1, nous avons vu que le confinement de l'onde optique dans un guide plan s'effectuait selon une seule direction (suivant o*x* lorsque la direction *oz* est considérée comme direction de propagation). Par contre, dans le cadre d'un guidage bidimensionnel tel que le guide ruban, la dimension o*y* s'avère très importante pour que l'ensemble du dispositif présente l'avantage de piéger de manière optimale les modes optiques.
Selon la technologie de réalisation de microrésonateurs, plusieurs profils de guides d'onde, à confinement bidimensionnel, en couplage vertical peuvent être distingués, entre autres : guide rectiligne et cavité en arête (figure II 7a), guide rectiligne et cavité rectangulaires (figure II 7b), guide rectiligne en arête et cavité rectangulaire (figure II 7c), etc.
Parmi toutes les configurations de profils de guides en couplage vertical, celle qui combine les guides rectangulaires nous intéresse particulièrement. En effet, la réalisation technologique d'une telle structure demande un faible nombre d'opérations. La réalisation d'un guide en arête, par exemple, demande des opérations de photolithographie proche UV et de gravure ionique réactive (RIE de l'anglais Reactive Ionic Etching)[II.20, II.21]. Alors que seule la photolithographie est utilisée pour réaliser les guides rectangulaires en SU-8, [II.22, II.23].

Figure II 7 : Quelques exemples de profils de guides en couplage vertical : (a) couplage vertical entre guides en arêtes ; (b) couplage vertical entre guides rectangulaires ; (c) couplage vertical entre guide en arête et guide rectangulaire.

Contrairement aux guides plans, la propagation de l'onde optique dans des structures bidimensionnelles n'admet généralement pas de solutions analytiques. Les structures bidimensionnelles font l'objet d'analyse approximative par des méthodes analytiques et numériques, notamment par la méthode des différences finies [II.24, II.25], par la méthode de Marcatili[II.26] ou par encore la méthode de l'indice effectif[II.27, II.28].
Le principe de ces méthodes consiste à réduire le problème bidimensionnel en deux problèmes unidimensionnels. Le guide d'onde rectangulaire étant l'élément principal de la

structure de notre microrésonateur, sa conception et modélisation sont présentées dans la suite de ce chapitre.

2- Propagation des ondes optiques dans un guide d'onde optique diélectrique rectangulaire

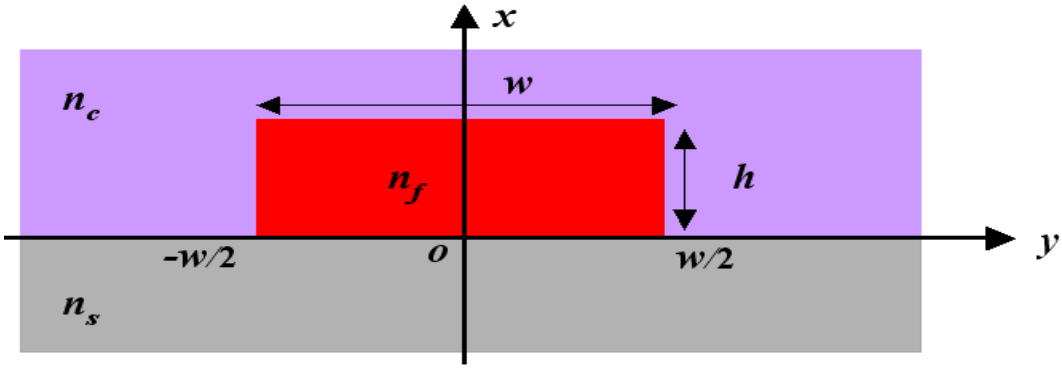


Figure II 8 : Structure d'un guide diélectrique rectangulaire.

Pour rigoureusement étudier la propagation d'une onde électromagnétique dans une guide d'onde rectangulaire (Figure II 8), il est indispensable de recourir aux équations de Maxwell. La résolution de ces équations se ramène à une équation aux valeurs propres dite de dispersion[II.27]. Dans le cas général, les équations de Maxwell s'écrivent comme suit[II.27, II.29, II.30, II.31, II.32, II.33] :

$$\begin{cases} \overrightarrow{rot}\vec{E} = -\mu_0 \dfrac{\partial \vec{H}}{\partial t} \\ div(\varepsilon \vec{E}) = \rho \\ \overrightarrow{rot}\vec{H} = \vec{J} + \dfrac{\partial(\varepsilon \vec{E})}{\partial t} \\ div\vec{H} = 0 \end{cases} \qquad \textit{Eq.II 4}$$

avec $\vec{E}$ et $\vec{H}$ représentant respectivement le champ électrique et le champ magnétique associés à l'onde électromagnétique, ε la permittivité du milieu, μ_0 la perméabilité du vide, $\vec{J}$ la densité de courant induit et ρ la densité de charges volumiques libres.
Les guides d'onde optiques que nous étudions sont diélectriques non magnétiques, par conséquent les équations de Maxwell deviennent[II.27, II.28] :

$$\begin{cases} \overrightarrow{rot}\vec{E} = -\mu_0 \dfrac{\partial \vec{H}}{\partial t} \\ div(\varepsilon \vec{E}) = 0 \\ \overrightarrow{rot}\vec{H} = \dfrac{\partial(\varepsilon \vec{E})}{\partial t} \\ div\vec{H} = 0 \end{cases} \qquad \textit{Eq.II 5}$$

La résolution de ce système d'équation dans un repère cartésien que l'on note (o,x, y, z), avec z la direction de propagation, permet d'obtenir les équations d'onde ou de propagation relatives aux champs électrique et magnétique. Les solutions recherchées dans le repère cartésien, correspondant aux champs se propageant dans la direction oz, se présentent sous la forme suivante :

$$\begin{cases} \vec{E}(x,y,z,t) = \vec{E}(x,y,z)\exp\big(j(\omega t - \beta z)\big) \\ \vec{H}(x,y,z,t) = \vec{H}(x,y,z)\exp\big(j(\omega t - \beta z)\big) \end{cases} \qquad \textit{Eq.II 6}$$

où ω représente la fréquence angulaire et β la constante de propagation suivant *oz*.
Nous laissons volontairement à la littérature[II.27, II.28] une description plus complète, plus précise et mieux élaborée de la résolution des équations de Maxwell aboutissant aux équations d'onde dites de Helmholtz :

$$\begin{cases} \dfrac{\partial^2 \vec{E}}{\partial x^2} + \dfrac{\partial^2 \vec{E}}{\partial y^2} + [k^2 n^2(x,y) - \beta^2]\vec{E} = 0 \\ \dfrac{\partial^2 \vec{H}}{\partial x^2} + \dfrac{\partial^2 \vec{H}}{\partial y^2} + [k^2 n^2(x,y) - \beta^2]\vec{H} = 0 \end{cases} \qquad \textit{Eq.II 7}$$

où $k = 2\pi/\lambda$ représente la constante de propagation dans le vide, λ la longueur d'onde dans le vide et $n(x,y)$ le Profil d'indice du guide rectangulaire étudié.

Compte tenu de l'aspect bidimensionnel, ces équations d'onde n'admettent pas de solutions analytiques exactes. Par contre, il existe des méthodes approximatives analytiques et numériques capables de donner des solutions relativement correctes. La méthode analytique la plus simple d'utilisation est celle de l'indice effectif.

3- Méthode de l'indice effectif

La méthode de l'indice effectif[II.27, II.28] permet de ramener le problème analytique de résolution d'une équation à deux dimensions (*x* et *y*) à la résolution de deux équations à une dimension (guide plan dans la direction o*x* et guide plan dans la direction o*y*). Par conséquent l'étude d'un guide plan s'avère d'abord nécessaire.

3.1- Propagation dans un guide plan

La figure II 9 représente la structure et le profil d'indice d'un guide plan constitué de trois couches de différents matériaux (cœur d'indice n_f, substrat d'indice n_s, superstrat d'indice n_c) dont la couche guidante possède un épaisseur *h*.

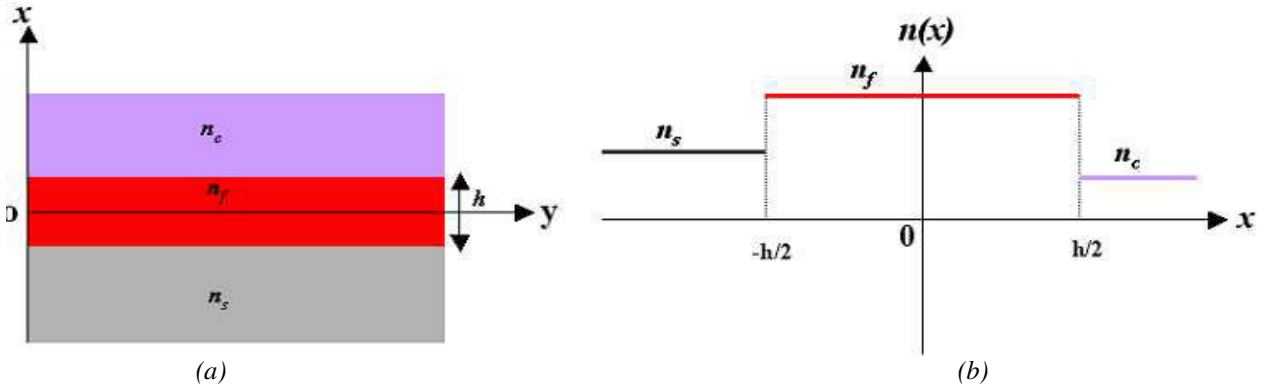


Figure II 9 : Structure et profil d'indice d'un guide plan : (a) structure d'un guide plan ; (b) Profil d'indice d'un guide plan.

Comme le montre la figure II 9 (b), le Profil d'indice d'un guide plan est invariante dans la direction *oy*, il n'ya donc pas de confinement de l'onde optique dans cette direction. Dans ces conditions, l'équation d'onde devient :

$$\begin{cases} \dfrac{\partial^2 \vec{E}}{\partial x^2} + [k^2 n^2(x) - \beta^2]\vec{E} = 0 \\ \dfrac{\partial^2 \vec{H}}{\partial x^2} + [k^2 n^2(x) - \beta^2]\vec{H} = 0 \end{cases} \qquad \textit{Eq.II 8}$$

Pour simplifier la résolution de cette équation, deux types de solutions indépendantes sont distinguées : la solution dite transverse électrique (TE) et une autre dite transverse magnétique (TM).

a- Définition des modes TE et TM

Le mode transverse électrique (TE) caractérise la propagation d'une onde électromagnétique dont le champ électrique ne présente qu'une seule composante selon l'axe Oy, $\vec{E} = (0, E_y, 0)$ et le champ magnétique associé est défini par $\vec{H} = (H_x, 0, H_z)$.
Quant au mode transverse magnétique (TM), il caractérise la propagation d'une onde électromagnétique dont le champ magnétique ne présente qu'une seule composante selon l'axe Oy, $\vec{H} = (0, H_y, 0)$ et le champ électrique associé est défini par $\vec{E} = (E_x, 0, E_z)$.
L'équation d'onde des modes TE et TM peut donc être généralisée et s'écrire sous la forme suivante :

$$\frac{\partial^2 \psi}{\partial x^2} + k^2[n^2(x) - n_{eff}{}^2]\psi = 0 \qquad \textit{Eq.II 9}$$

où n_{eff} représente l'indice effectif des modes propagés, $\psi = E_y$ dans le cas des modes TE et $\psi = H_y$ dans celui des modes TM.
Suivant les valeurs de n_{eff}, les solutions de cette équation correspondent soit à des modes de rayonnement, soit à des modes guidés ($n_s < n_{eff} < n_f$). Parmi les modes de rayonnement, l'on peut distinguer :

- les modes de substrat : $n_c \le n_{eff} \le n_s$,
- les modes d'air : $0 \le n_{eff} \le n_c$

b- Répartition du champ électromagnétique

Les solutions de l'équation différentielle homogène de second degré (*Eq.II 9*) peuvent s'écrire, dans les couches de confinement et dans le cœur guidant, comme suit :

$$\psi = S_0 \begin{cases} \cos\left(\dfrac{k\sqrt{n_f^2 - n_{eff}^2}\,h}{2} + \varphi\right)\exp\left(k\sqrt{n_{eff}^2 - n_c^2}\left[\dfrac{h}{2} + x\right]\right) & \text{si } x \le -\dfrac{h}{2} \\ \cos\left(k\sqrt{n_f^2 - n_{eff}^2}\,x - \varphi\right) & \text{si } -\dfrac{h}{2} < x \le \dfrac{h}{2} \\ \cos\left(\dfrac{k\sqrt{n_f^2 - n_{eff}^2}\,h}{2} - \varphi\right)\exp\left(k\sqrt{n_{eff}^2 - n_s^2}\left[\dfrac{h}{2} - x\right]\right) & \text{si } x > \dfrac{h}{2} \end{cases} \qquad \textit{Eq.II 10}$$

où S_0 est une constante à déterminer et φ le déphase accumulé par l'onde optique pendant la propagation.
L'étude de la continuité du champ électromagnétique aux interfaces couche guidante couches de confinement, appelée conditions aux limites, conduit à l'équation de dispersion qui met en relation l'indice effectif du mode guidé et les paramètres opto-géométriques du guide.

c- Equation de dispersion

La relation de dispersion des modes TE et TM pour un guide plan est donnée par[II.27, II.28] :

$$\kappa h\sqrt{n_f^2 - n_{eff}^2} = \tan^{-1}\left[\left(\frac{n_f}{n_c}\right)^{2\xi}\sqrt{\frac{n_{eff}^2 - n_c^2}{n_f^2 - n_{eff}^2}}\right] + \tan^{-1}\left[\left(\frac{n_f}{n_s}\right)^{2\xi}\sqrt{\frac{n_{eff}^2 - n_s^2}{n_f^2 - n_{eff}^2}}\right] + m\pi \qquad \textit{Eq.II 11}$$

$$\varphi = \frac{1}{2}\tan^{-1}\left[\left(\frac{n_f}{n_c}\right)^{2\xi}\sqrt{\frac{n_{eff}^2 - n_c^2}{n_f^2 - n_{eff}^2}}\right] - \frac{1}{2}\tan^{-1}\left[\left(\frac{n_f}{n_s}\right)^{2\xi}\sqrt{\frac{n_{eff}^2 - n_s^2}{n_f^2 - n_{eff}^2}}\right] + \frac{1}{2}m\pi \qquad \textit{Eq.II 12}$$

avec ξ égal 0 pour le mode TE et 1 pour le mode TM et m l'ordre du mode.

En introduisant les paramètres réduits comme la fréquence réduite $V = \frac{2\pi}{\lambda}h\sqrt{n_f^2 - n_s^2}$, la constante de propagation réduite $b = \frac{n_{eff}^2 - n_s^2}{n_f^2 - n_s^2}$ et le facteur d'asymétrie du mode TE $a_{TE} = \frac{n_s^2 - n_c^2}{n_f^2 - n_s^2}$, les équations de dispersion (Eq.II 11 et Eq.II12) deviennent :

$$V\sqrt{1-b} = \tan^{-1}\left[\left(\frac{n_f}{n_s}\right)^{2\xi}\sqrt{\frac{b}{1-b}}\right] + \tan^{-1}\left[\left(\frac{n_f}{n_c}\right)^{2\xi}\sqrt{\frac{a_{TE} - b}{1-b}}\right] + m\pi \qquad \textit{Eq.II 13}$$

$$\varphi = \frac{1}{2}\tan^{-1}\left[\left(\frac{n_f}{n_s}\right)^{2\xi}\sqrt{\frac{b}{1-b}}\right] - \frac{1}{2}\tan^{-1}\left[\left(\frac{n_f}{n_c}\right)^{2\xi}\sqrt{\frac{a_{TE} - b}{1-b}}\right] + \frac{1}{2}m\pi \qquad \textit{Eq.II 14}$$

L'indice effectif du mode guidé est déduit à partir de la constante de propagation réduite $b_{solution}$ vérifiant l'équation de dispersion :

$$n_{eff} = \sqrt{b_{solution}(n_f^2 - n_s^2) + n_s^2} \qquad \textit{Eq.II 15}$$

d- Coupure du mode

La fréquence réduite de coupure V_c, représente la fréquence réduite en dessous de laquelle il n'y a plus de guidage de la lumière. D'une façon générale, son expression obtenue à partir de la relation de dispersion est :

$$V_c = \tan^{-1}\left[\left(\frac{n_f}{n_c}\right)^{2\xi}\sqrt{\frac{n_s^2 - n_c^2}{n_f^2 - n_s^2}}\right] + m\pi \qquad \textit{Eq.II 16}$$

Comme la fréquence réduite de coupure, l'épaisseur limite, notée h_c, en dessous de laquelle il n'y a plus de guidage de la lumière, pour une longueur λ_0 donnée, est l'épaisseur de coupure. D'une façon générale, l'épaisseur minimale du guide nécessaire pour qu'un mode d'ordre m soit guidé est donnée par la relation suivante :

$$h_c = \frac{\tan^{-1}\left[\left(\frac{n_f}{n_c}\right)^{2\xi}\sqrt{\frac{n_s^2 - n_c^2}{n_f^2 - n_s^2}}\right] + m\pi}{\frac{2\pi}{\lambda_0}k\sqrt{n_f^2 - n_s^2}} \qquad \textit{Eq.II 17}$$

e- Nombre de modes guidés

L'expression du nombre total de modes guidés, pour une longueur λ_0 donnée, dans un guide d'onde d'épaisseur h, obtenue à partir l'équation de dispersion est de la forme :

$$M = 1 + Partie\ entière\left\{\frac{V}{\pi} - \frac{1}{\pi}\tan^{-1}\left[\left(\frac{n_f}{n_c}\right)^{\xi}\sqrt{a_{TE}}\right]\right\} \qquad Eq.II\ 18$$

Le nombre de mode M, pour une hauteur h_0 donnée, peut également être déterminé graphiquement à partir de la représentation de l'indice effectif des modes guidés en fonction de la hauteur h (Figure II 10). Sur la Figure , représentant l'indice effectif des modes guidées à 1566 nm, nous remarquons que pour une hauteur h_0 = 5 µm, 4 modes sont susceptibles de se propager car il existe 4 points d'intersection entre les caractéristiques de l'indice effectif des modes guidés et la droite $h = h_0$ (m=0, 1, 2 et 3).

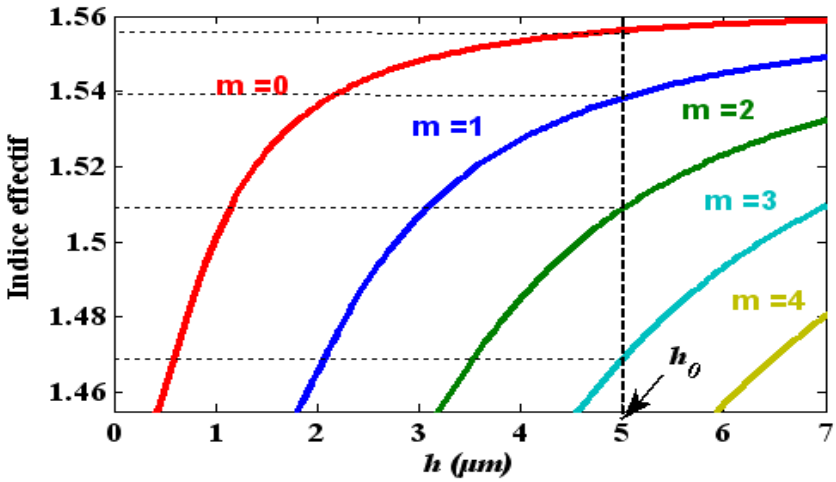


Figure II 10 : Exemple d'évolution de l'indice effectif en fonction de la hauteur d'un guide plan à 1566 nm.

Le principe de détermination des paramètres de propagation comme l'indice effectif, l'épaisseur de coupure ou encore le nombre de modes propagés dans un guide plan a été présenté. Ce principe est exploité dans la suite pour étudier la propagation dans un guide rectangulaire.

3.2- Méthode de l'indice effectif : cas d'un guide rectangulaire

La méthode de l'indice effectif, exploitée pour modéliser la propagation de l'onde dans des guides à confinement bidimensionnels, comme un guide rectangulaire, est basée sur une approche approximative valide lorsque[II.28] :

- la largeur w du guide est plus grande que la hauteur h ;
- le confinement de l'onde dans la direction ox (suivant la hauteur h) est plus important que celui dans la direction oy (suivant la largeur w).

Cette méthode est bâtie autour d'un outil mathématique simplificateur ; la séparation des variables (x et y) permettant d'exprimer le champ électromagnétique sous la forme suivante[II.27,28] :

$$\psi = X(x)Y(y) \qquad Eq.II\ 19$$

Le modèle général de l'équation d'onde dans le cas d'un guide rectangulaire est :

$$\frac{\partial^2\psi}{\partial x^2}+\frac{\partial^2\psi}{\partial y^2}+[k^2n^2(x,y)-\beta^2]\psi=0 \qquad \textit{Eq.II 20}$$

où $\psi = E$ dans le cas du champs électrique et $\psi = H$ dans le cas du champs magnétique.

En remplaçant *Eq.II19* dans l'équation d'onde *Eq.II 20*, nous obtenons :

$$Y\frac{\partial^2 X}{\partial x^2}+X\frac{\partial^2 Y}{\partial y^2}+[k^2n^2(x,y)-\beta^2]XY=0 \qquad \textit{Eq.II 21}$$

Cette équation peut être réécrite en la divisant par XY :

$$\frac{1}{X}\frac{\partial^2 X}{\partial x^2}+\frac{1}{Y}\frac{\partial^2 Y}{\partial y^2}+[k^2n^2(x,y)-\beta^2]=0 \qquad \textit{Eq.II 22}$$

En introduisant une variable supplémentaire $kn_{eff}(y)$ dans Eq II 22, elle devient :

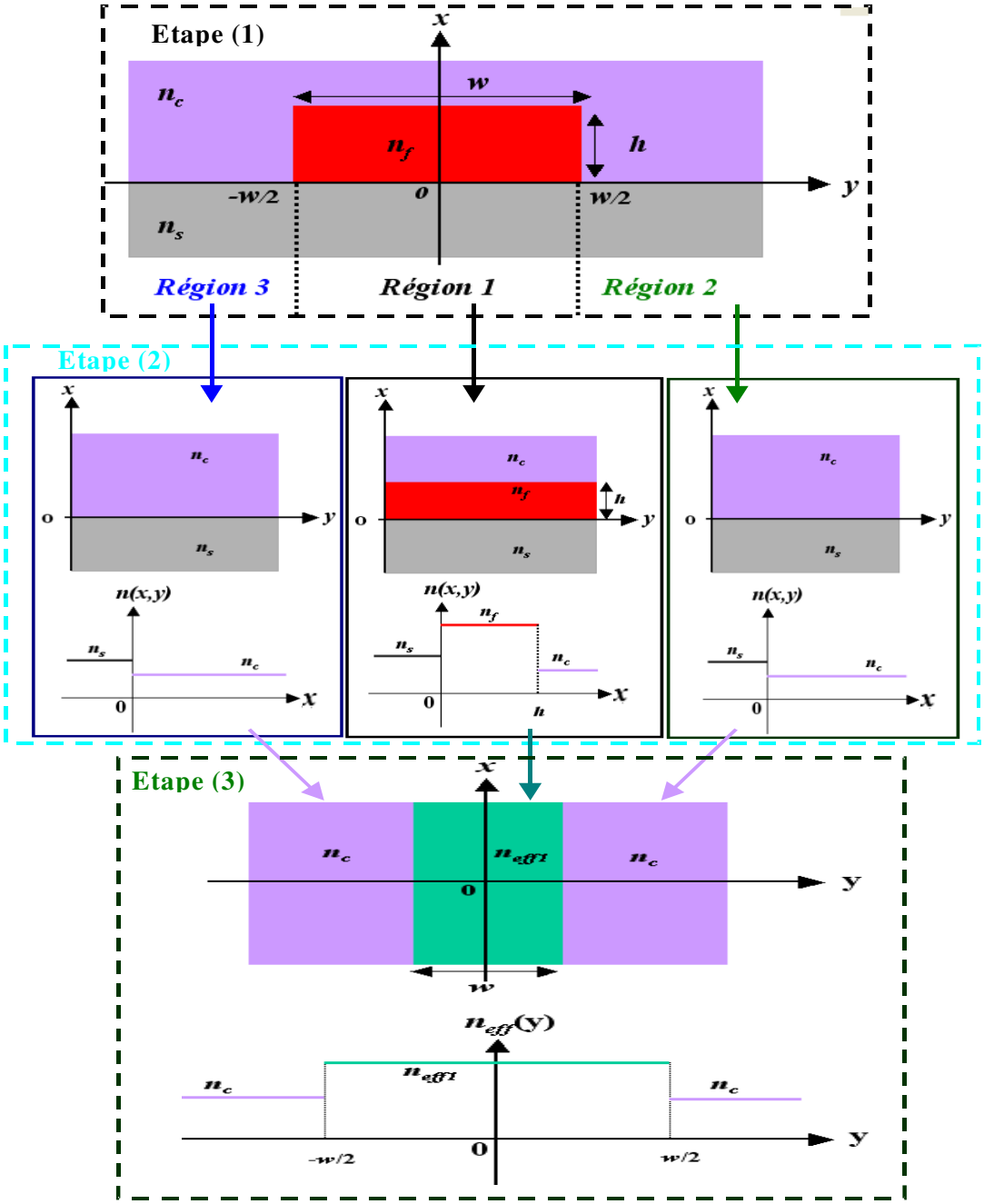
$$\frac{1}{X}\frac{\partial^2 X}{\partial x^2}+\frac{1}{Y}\frac{\partial^2 Y}{\partial y^2}+[k^2n^2(x,y)-\beta^2+k^2{n_{eff}}^2(y)-k^2{n_{eff}}^2(y)]=0 \qquad \textit{Eq.II 23}$$

La relation Eq.II 23 montre que l'équation d'onde peut être séparée en deux équations indépendantes :

$$\begin{cases}\dfrac{\partial^2 X}{\partial x^2}+[k^2n^2(x,y)-k^2{n_{eff}}^2(y)]X=0\\[2ex] \dfrac{\partial^2 Y}{\partial y^2}+[k^2{n_{eff}}^2(y)-\beta^2]Y=0\end{cases} \qquad \textit{Eq.II 24}$$

La variable supplémentaire $n_{eff}(y)$, introduite pour permettre la décomposition, s'interprète comme la distribution de l'indice effectif du guide rectangulaire original. La première équation de Eq.II 24, représente l'équation d'onde dans le guide plan formé dans la direction *ox*. La constante de propagation des modes guidés dans ce guide plan est donnée par $kn_{eff}(y)$. La seconde équation de Eq.II 24 représente l'équation d'onde du guide plan formé dans la direction *oy* dont le profil d'indice est représenté par $n_{eff}(y)$ et la constante de propagation des modes guidés est β. Cette constante de propagation β représente également celle des modes guidées dans le guide rectangulaire d'origine. Ainsi, le calcul de l'indice effectif dans un guide à confinement deux dimensions est rendu possible, grâce à la méthode de l'indice effectif qui s'effectue en deux étapes.

La distribution d'indice $n_{eff}(y)$ correspondant aux indices effectifs des modes guidés dans la direction *ox* sont d'abord déterminés à partir de la première équation de Eq.II 24. Ensuite, les indices effectifs n_{eff} du guide à confinement bidimensionnel étudié sont calculés à partir de la seconde équation de Eq.II 24.



FigureII 11 : Schéma représentatif des étapes de la méthode de l'indice effectif.

En pratique, la méthode de l'indice effectif se résume à une décomposition du guide étudié en deux guides plans : l'un dans la direction *ox* et l'autre dans la direction *oy* (Figure II 11). La première étape de cette méthode consiste à décomposer le guide étudié en plusieurs régions (Figure II 11) Etape (1)) selon sa géométrie. La deuxième étape (Figure II 11) Etape (2)) consiste à résoudre l'équation de dispersion dans chacune des régions (régions 1, 2 et 3 dans notre cas). Dans le cas d'un guide rectangulaire, les régions 2 et 3 ne formant pas de guide d'onde, l'indice effectif dans ces régions reste identique à l'indice de la couche de confinement supérieure ($n_{eff2} = n_{eff3} = n_c$). En revanche, dans la région 1 ou région centrale, l'indice effectif n_{eff1} des modes guidés est obtenu en résolvant l'équation de dispersion du guide plan formé par les empilements d'indice n_c, n_f et n_s.
Dans la troisième et dernière partie de cette méthode, l'indice effectif des modes guidés n_{eff} est calculé, à partir de la constante de propagation, en considérant un guide plan dont le

confinement optique est suivant la direction *oy*. Ce nouveau guide plan est constitué d'un cœur de largeur *w* et d'indice n_{eff1}, d'une couche de confinement supérieure d'indice n_{eff2} et d'une couche de confinement inférieur n_{eff3}.
Les composantes des modes TM dans le guide rectangulaire d'origine sont obtenues à partir de la composante des modes TE du guide d'onde plan considéré dans la direction *oy* et ceux des modes TE a partir des mode TM. En effet, les composantes des modes TE et TM du guide rectangulaire d'origine se comportent comme des ondes polarisées en TM et TE, respectivement dans le guide plan formé dans la direction *oy*[II.28].

Dans les paragraphes précédents, nous avons montré que l'équation de dispersion qui permet de déduire les paramètres de propagation, notamment le nombre de modes guidés, est fonction des paramètres géométriques (hauteur et largeur) du guide, des paramètres optiques (profil d'indice du guide) et de la longueur d'onde. Or, dans notre étude, la longueur d'onde est fixée par la source lumineuse et la dispersion par les différents matériaux choisis pour réaliser ces microrésonateurs. Donc, seules la largeur (*w*) et la hauteur (*h*) des guides peuvent être optimisées pour obtenir un guidage monomode.

4- Modélisation du guidage monomode

Dans le cadre de notre étude, le polymère SU-8 constitue le cœur guidant de la structure, alors que la couche de confinement inférieure est à base de silice pour le guide rectiligne et de CYTOP pour la cavité. La couche de confinement supérieure est à base de CYTOP pour le guide rectiligne et assimilée à l'eau pour la cavité. Ainsi, la méthode de modélisation, basée sur la méthode de l'indice effectif précédemment présentée, est mise à profit pour concevoir un microrésonateur monomode.

4.1- Guidage optique dans les structures SiO_2/SU-8/CYTOP et CYTOP /SU-8/eau : cas d'un guide plan

Les longueurs d'ondes choisies dans cette étape de conception sont comprises entre 1510 et 1610 nm, néanmoins l'accent sera mis sur la longueur centrale (1566 nm) de la source lumineuse du dispositif de caractérisation (PS-OLCI décrit dans le chapitre III). Les lois de dispersion de matériau de la SU-8, du CYTOP et de la SiO_2 utilisées dans cette étude correspondent à celles décrites dans les paragraphes précédents (mesures ellipsométriques réalisées au LPQM). La loi de dispersion de l'eau, à la pression atmosphérique est décrite par la relation suivante[II.34]:

$$n_{eau}(\lambda_{\mu m}) = \sqrt{\frac{1+2\times(A+B+C+D)}{1-(A+B+C+D)}} \qquad \textit{Eq.II 25}$$

avec $A = 0{,}24425773 + 9{,}74634476\times10^{-3} - 3{,}73234996\times10^{-3}\dfrac{T}{273{,}15}$,

$$B = 2{,}66678472\times10^{-4}\frac{T}{273{,}15}\times\frac{\lambda_{\mu m}}{0{,}589},\ C = -1{,}6662619\times10^{-2} + 1{,}5892057\times10^{-3}\frac{0{,}589^2}{\lambda_{\mu m}^{\ 2}}$$

$$D = \frac{2{,}45934259\times10^{-3}}{\dfrac{\lambda_{\mu m}^{\ 2}}{0{,}589^2} - 0{,}229202^2} + \frac{0{,}90070492}{\dfrac{\lambda_{\mu m}^{\ 2}}{0{,}589^2} - 5{,}432937^2}$$ et *T* la température en °Kelvin.

Pour observer l'influence de la hauteur *h* du guide sur l'indice effectif et le nombre de modes guidés, nous avons calculé à λ = 1566 nm et représenté en Figure II 12 l'indice effectif des

modes guidés en fonction de *h*. Ce calcul a été obtenu par la résolution de l'équation de dispersion dans un guide plan.

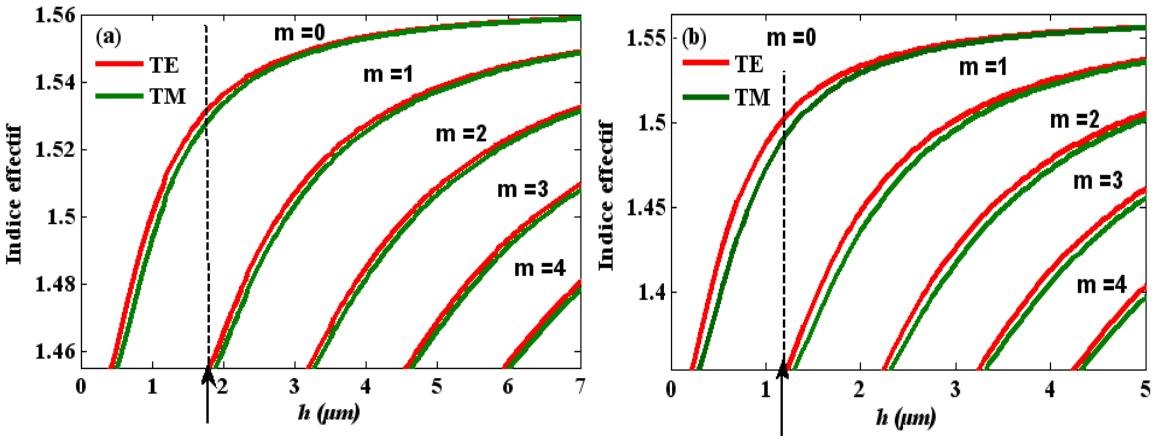


Figure II 12 : Evolution de l'indice effectif en fonction de la hauteur d'un guide rectiligne à 1566 nm : (a) SiO_2/SU-8/CYTOP ; (b) CYTOP /SU-8/eau.

A partir des résultats du calcul, il convient d'attacher une importance particulière au choix de hauteur des guides. Afin de conserver une propagation monomode de l'onde à cette longueur d'onde, la hauteur maximale de coupure s'avère essentiellement. Cette hauteur se détermine en recherchant l'origine de la courbe de dispersion du mode $m = 1$. Sur la
Figure nous obtenons une hauteur de coupure, pour le régime monomode, inférieure à 2 µm pour les structures SiO_2/SU-8/CYTOP et de 1,2 µm pour les structures CYTOP /SU-8/eau.
La réalisation technologique d'un guide de hauteur 1,2 µm est coûteuse liée à un grand nombre de procédés technologiques. En effet, l'épaisseur minimale de SU-8 qui peut être déposée à l'aide de l'instrument de dépôt dont nous disposons est supérieure à 1,5 µm. Par conséquent, une opération technologique permettant d'amincir la couche déposée est nécessaire. Ces résultats sont exploités dans la suite pour choisir les paramètres géométriques du guide rectangulaire.

4.2- Guidage optique dans les structures SiO_2/SU-8/CYTOP et CYTOP /SU-8/eau : cas d'un guide rectangulaire

4.2.1- Conception du guide

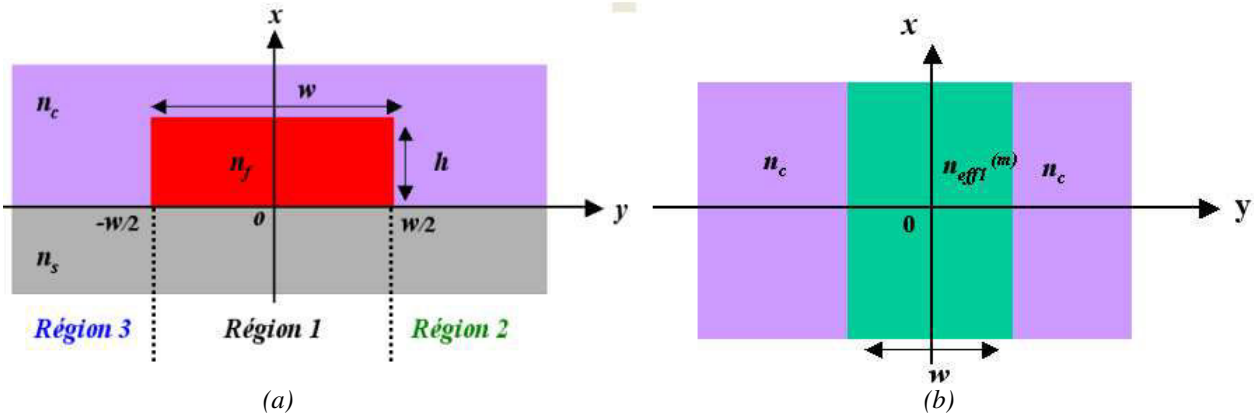


Figure II 13 : Structure des guides formés dans les directions x et y : (a) Structure dans la direction ox ; (b) Structure dans la direction oy.

Il a été montré précédemment que dans un guide d'ondes rectangulaire, le confinement optique selon *ox* était réalisé par un empilement multicouche et le confinement optique selon *oy* obtenu par un profil d'indice effectif. Par conséquent, un mode peut se propager dans une structure bidimensionnelle lorsque le confinement dans ces deux directions sont réalisés :

$$n_c, n_s < n_f \qquad \textit{Eq.II 26}$$

$$n_c < n_{eff}^{(m)} \qquad \textit{Eq.II 27}$$

Ce qui signifie qu'un mode peut se propager dans une telle structure si la condition de guidage est à la fois respectée dans les directions o*x* et o*y* (Figure II 13).
De plus, un mode du guide rectiligne ne peut exciter un autre mode dans la cavité que si la condition d'accord de phase entre ces deux modes est respectée et la distance (gap) entre ces deux guides est adaptée.
La condition d'accord de phase entre deux guides parallèles *a* et *b* (Figure II 14) est définie par[II.28] :

$$2\delta = (\beta_a - \beta_b) + (\kappa_{aa} - \kappa_{bb}) = 0 \qquad \textit{Eq.II 28}$$

avec β_a la constante de propagation initiale avant couplage du guide *a*, β_b celle du guide *b*, κ_{ab} le coefficient de couplage du guide *a* vers *b*, κ_{ba} celui du guide *b* vers le guide *a*, κ_{aa} le coefficient d'auto-couplage des modes du guide *a* et κ_{bb} celui du guide *b*.

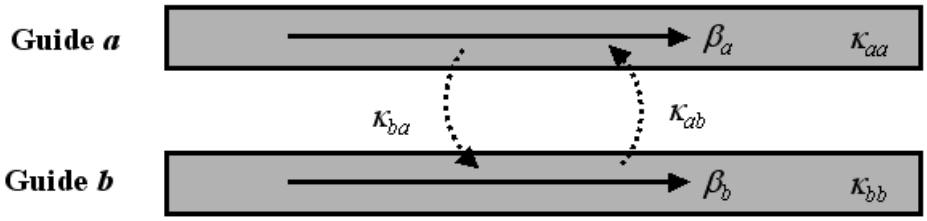


Figure II 14: Schéma de principe de couplage de modes entre deux guides parallèles[II.27, II 28].

Dans le paragraphe I, nous avons présenté que l'obtention d'un couplage symétrique entre le guide rectiligne et la cavité dans l'eau est réalisable, par conséquent $\beta_a = \beta_b$.
Pour simplifier l'exploitation de la condition d'accord de phase, nous supposons que les coefficients d'auto-couplage des deux guides sont négligeable devant le coefficient de couplages du guide *a* vers le guide *b* et inversement (κ_{aa}et κ_{bb} << κ_{ab}et κ_{ba}). Cette supposition n'est d'ailleurs pas utopique car, en pratique, nous souhaitons minimiser les pertes par couplage de sorte à obtenir un couplage optimal entre les deux guides. Dans ces conditions l'accord de phase entre ces deux guides peut s'écrire sous la forme :

$$2\delta = \beta_{cavité} - \beta_{guide_rectiligne} = 0 \qquad \textit{Eq.II 29}$$

avec $\beta_{cavité}$ la constante de propagation du guide constituant la cavité et $\beta_{guide_rectiligne}$ celle du guide rectiligne.
Cette équation peut également être interprétée par l'écart d'indice effectif des modes guidés entre les deux guides :

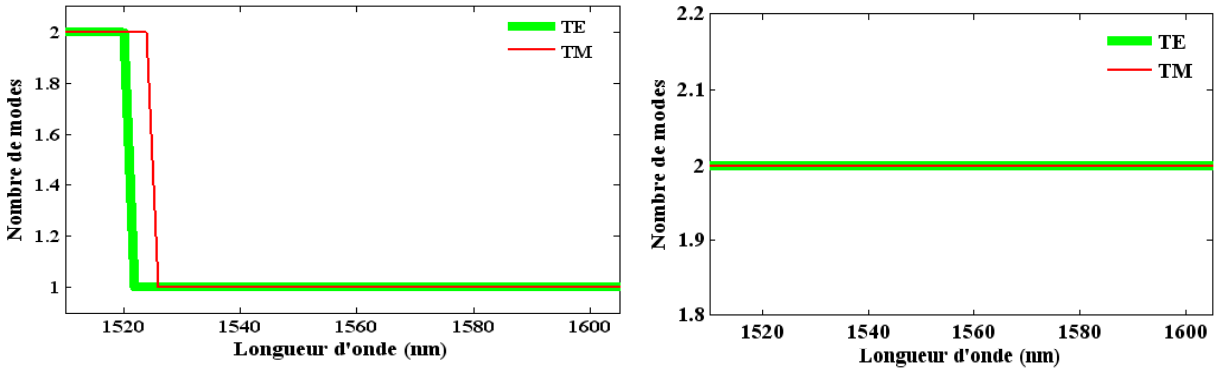
$$n_{eff_1} - n_{eff_2} = 0 \qquad \textit{Eq.II 30}$$

où n_{eff_1} représente l'indice effectif des modes guidés de la cavité et n_{eff_2} celui des modes guidées du guide rectiligne.

4.2.2- Conception d'un microrésonateur monomode à guides rectangulaires

a- Choix de la hauteur du guide

Nous rappelons que la structure d'un guide rectangulaire ne possède pas de guide d'onde optique dans les régions 2 et 3 (Figure II 13(a)). Dans ce cas, seule la région 1 formalisée par un guide plan, permet de définir la hauteur *h* du guide. Comme montré lors de l'étude d'un guide plan, en fixant *h* à 1,9 µm nous obtenons à 1566 nm un guidage monomode dans la direction o*x* des guides rectilignes et bimode dans les cavités (microrésonateurs). Ensuite, nous avons déterminé le nombre de modes dans le domaine spectral de notre source lumineuse. La Figure II 15 représente le nombre de modes en fonction de la longueur d'onde (entre 1510-1610 nm) pour un guide plan de hauteur *h* =1,9 µm. Comme le montre cette figure, nous obtenons un confinement transverse bimode entre 1510 et 1522 nm, monomode entre 1522 et 1610 nm pour le guide rectiligne et bimode pour la cavité dans le domaine spectral utilisé.



(a) *(b)*

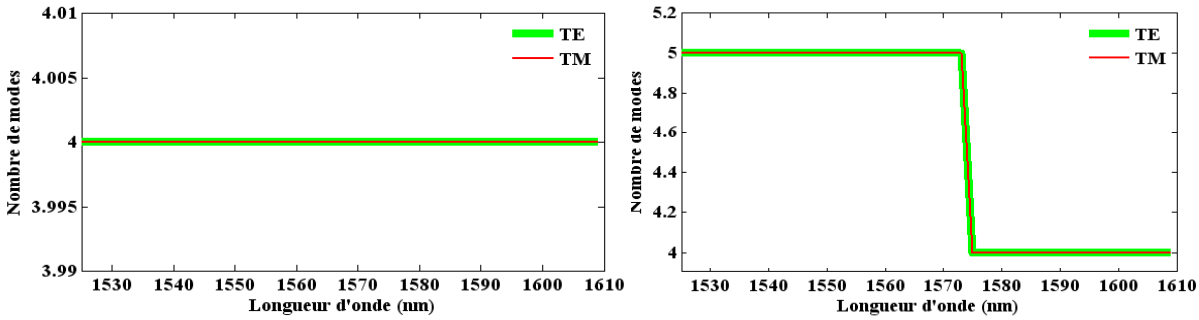
Figure II 15 : Nombre de modes en fonction de la longueur d'onde pour un guide plan de hauteur h =1,9 µm : (a) guide rectiligne (SiO2/SU-8/CYTOP) ; (b) Cavité (CYTOP /SU-8/eau).

Le Tableau II 2 présente le résumé du calcul de l'indice effectif des modes guidés à la longueur d'onde de 1566 nm. Ce tableau montre que le contraste d'indice effectif entre le mode fondamental de la cavité et celui du guide rectiligne, en polarisation TE et TM, est 28 fois meilleur que celui entre le mode fondamental du guide rectiligne et le mode de premier ordre de la cavité. Ceci permet de prévoir un guidage monomode dans la direction o*x*.

Ordre de mode *m*	**n_{eff} guide rectiligne**		**n_{eff} cavité**		**Différence d'indice effectif Δn_{eff} (guide rectiligne-Cavité)**	
	TE	**TM**	**TE**	**TM**	**TE**	**TM**
0	1,5318	1,5273	1,5283	1,5219	$3{,}5\times10^{-3}$	$5{,}4\times10^{-3}$
1			1,4277	1,4069	0,1	0,12

Tableau II 2 : Indice de effectif des modes guidés et écart d'indices effectifs des modes guidés à 1566 nm.

b- Choix de la largeur *w* du guide



(a) *(b)*

Figure II 16 : Nombre de modes en fonction de la longueur d'onde pour un guide plan de hauteur w =4 µm : (a) guide rectiligne (SiO2/SU-8/CYTOP) ; (b) Cavité (CYTOP /SU-8/eau).

Pour la réalisation de microrésonateurs, nous avons utilisé des masques conçus par Camille Delezoide lors de ses travaux de thèse. Ces masques contiennent des guides de différentes largeurs (allant de 3 à 6 µm). Pour vérifier que la hauteur *h* de 1,9 µm choisie permet d'obtenir un guide monomode, nous avons calculé, entre 1522 et 1610 nm, par la méthode d'indice effectif le nombre de modes et l'indice effectif des modes guidés à 1566 nm d'un microrésonateur à guides rectangulaires de hauteur 1,9 µm et de largeur 4 µm. Le calcul du nombre de mode, représenté en Figure II 16, montre que 4 modes sont susceptibles de se propager dans le guide rectiligne d'excitation sur tout le domaine spectral. Dans la cavité, 5 modes sont susceptibles de se propager entre 1522 et 1575 nm et 4 entre 1575 et 1610 nm. Quant au calcul de l'indice effectif à la longueur d'onde centrale de notre source 1566 nm (Tableau II 3), il montre que la différence de l'indice effectif entre les modes de la cavité et ceux du guide rectiligne est faible lorsque les deux modes sont de même ordre. Ceci prévoit que l'accord de phase entre les modes de la cavité et le guide rectiligne de même ordre est meilleur. En nous intéressant de près à la différence d'indice effectif entre les modes de la cavité et ceux du guide rectiligne de même ordre, nous remarquons que celle concernant le mode fondamental est 10 fois plus faible que celle pour les autres modes. Donc, la condition d'accord de phase entre le mode fondamental du guide rectiligne et celui de la cavité peut être réalisable. Ceci permet d'envisager la réalisation de microrésonateurs monomodes en polymère SU-8.

Ordre de mode m	**n_{eff} guide rectiligne**		**n_{eff} cavité**		**Δn_{eff} (guide rectiligne - Cavité) pour les modes de même ordre m**	
	TE	**TM**	**TE**	**TM**	**TE**	**TM**
0	1,5216	1,5181	1,5159	1,5106	$5,6\times10^{-3}$	$7,5\times10^{-3}$
1	1,4906	1,4871	1,4815	1,4762	$1,11\times10^{-2}$	$1,08\times10^{-2}$
2	1,4379	1,4343	1,4228	1,4177	$1,51\times10^{-2}$	$1,66\times10^{-2}$
3	1,3617	1,3579	1,3382	1,3332	$2,35\times10^{-2}$	$2,47\times10^{-2}$
4			1,1281	1,0883		

Tableau II 3 : Indice de effectif des modes guidés et écart d'indices effectifs des modes guidés à 1566 nm.

B- Réalisation de microrésonateurs

Suite à l'étape de conception, nous avons choisi de réaliser des guides rectangulaires (pour les guides rectilignes et les cavités) de hauteur *h* de l'ordre de 1,9 µm. La procédure de fabrication de ces microrésonateurs repose principalement sur 3 étapes technologiques que sont le dépôt de résine, la photolithographie proche UV et la gravure sèche. L'agencement, la combinaison ainsi que les matériels mis en jeu lors de ces différentes étapes définissent la procédure de fabrication de microrésonateurs. Nous nous focalisons ici plus particulièrement sur la description des étapes ayant nécessité un développement lors de notre étude; à savoir, l'étape de photolithographie et celle de gravure sèche. Nous allons répertorier les outils technologiques susceptibles de répondre à nos besoins pour la réalisation de chacune de ces étapes de fabrication.

Figure II 17 : Photographie de la salle blanche de l'ENS Cachan.

De par leurs dimensions micrométriques, les microrésonateurs sont fabriqués au sein d'un environnement propre, appelé salle blanche (Figure II 17). Cette salle est composée d'une atmosphère filtrée à très faible densité de particules et régulée en température (21 ± 1 °C) et en humidité (50 ± 2 %). La salle blanche utilisée dans ce travail de thèse fait partie intégrante de la plate-forme micro-technologique développée par l'institut d'Alembert de l'ENS Cachan. Elle est référencée, sous la norme traditionnelle **US FED STD 209E**, par une classe 10 000. La classe représente le nombre moyen de particules de diamètre supérieur à 0,5 µm dans un pied-cube d'air (1 pied = 0,305 m). La norme internationale **ISO 14644-1** classifie cette salle blanche en **ISO6**[II.35].

I- Présentation des outils technologiques nécessaires aux procédures de fabrications

Dans le cadre de cette étude, la technique principale employée dans la réalisation des microrésonateurs est la photolithographie. Elle permet de former à la surface d'un substrat les motifs à partir desquels les composants vont être réalisés. Il existe plusieurs méthodes de photolithographie[II.36] dont la photolithographie traditionnelle et la photolithographie électronique. Notre salle blanche ne dispose que de la photolithographie classique ou traditionnelle.

1- Procédés de photolithographie traditionnelle

Les étapes du procédé de photolithographie traditionnelle commencent par l'application d'une photorésine sous forme d'un film fin sur la surface d'un substrat. Elle est ensuite exposée à une radiation UV. Lors de cette étape, l'utilisation d'un masque, formé de zones opaques et transparentes vis à vis de ce rayonnement, permet de définir les motifs que l'on souhaite reproduire sur le substrat. Après le développement, les motifs présents sur le masque physique sont reportés, de manière positive ou négative suivant le type de photorésine sur le substrat.

a- Dépôt de résine

Figure II 18 : Photographie de la tournette Suss Microtec RC8 utilisée en salle blanche de l'ENS Cachan.

Le film de résine est obtenu par un procédé d'enduction centrifuge ("spin-coating"). Le principe consiste à étaler à l'aide de forces centrifuges une petite quantité de résine sur un substrat à l'aide d'une tournette (Figure II 18). Le procédé comprend cinq étapes principales :

(a) dépôt de la résine sur le substrat,
(b) répartition de la résine sur toute la surface du substrat par une mise en rotation,
(c) augmentation de la vitesse de rotation afin d'éliminer le surplus de résine,
(d) rotation à vitesse constante afin d'établir l'épaisseur de la résine.

Durant la première étape (a) une petite quantité de résine, est déposée sur le substrat. Une forte accélération (b) est ensuite appliquée au substrat pour favoriser la formation d'une couche uniforme sur toute la surface. L'évaporation du solvant diminue sensiblement la viscosité de la résine dont dépend directement l'épaisseur du film. L'évaporation étant rapide, il est par conséquent nécessaire de veiller à ce que le délai d'étalement de la résine soit court. L'accélération est cependant limitée par la capacité des moteurs et la résistance mécanique du substrat. Lors de l'étape (c), le film atteint son épaisseur finale. La rotation s'effectue à vitesse constante car l'épaisseur est assujettie à la vitesse de rotation. Pendant cette étape, la plus grande partie du solvant s'évapore pour finir par produire un film solide. La qualité du film dépend essentiellement de la présence ou non de défauts (impuretés, trou, etc.) et de l'uniformité de son épaisseur.
La Figure II 18 représente la photographie de la tournette Suss Microtec RC8 disponible dans notre salle blanche. Elle est totalement programmable, permettant ainsi d'adapter les paramètres de la résine photosensible fournis par le constructeur aux exigences de nos objectifs de réalisation. Les grandeurs à ajuster pour obtenir l'épaisseur souhaitée sont :

- taille de substrat : 1 à 8 pouces,
- vitesse de rotation de la RC8 : 50 à 6000 tr/min,
- accélération de la RC8 : 100 à 5000 tr/min/s,
- temps de rotation : 1 à 999 s

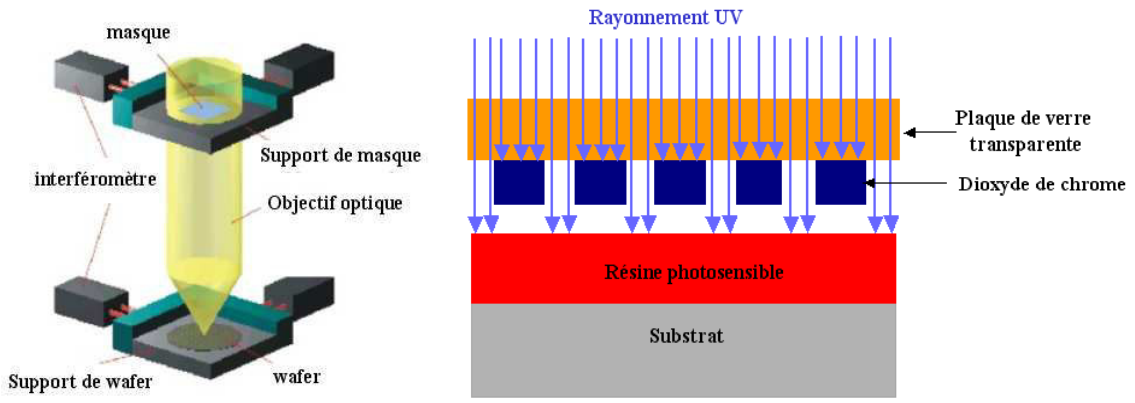
b- Recuit après dépôt (soft bake)

Figure II 19 : Photographie des plaques chauffantes de marque Plazitherm de la salle blanche de l'ENS Cachan.

Des recuits successifs sur plaques chauffantes succèdent immédiatement au dépôt de la résine. Cette étape assure l'élimination rapide des solvants et améliore ainsi l'adhérence de la photorésine déposée. La durée du recuit est fonction de l'épaisseur de la couche déposée. Afin d'éviter un choc thermique, pouvant engendré des problèmes d'adhérence entre deux couches réalisée l'une sur l'autre, toute opération de recuit est suivie par un refroidissement. Notre salle blanche est équipée de deux plaques chauffantes régulées en température (Figure II 19)

c- L'insolation

L'insolation consiste en l'exposition de certaines zones de la photorésine (Figure II 20), par le biais d'un système de masquage, à un rayonnement ultraviolet. Il se crée alors, par réaction photochimique, une image latente dans l'épaisseur de la résine photosensible. Le degré d'exposition dépend essentiellement de l'intensité de la source et du temps d'exposition. Il est mesuré par une énergie surfacique ($J.m^{-2}$) et conditionne le degré d'avancement de la réaction photochimique qui dépend de la sensibilité de la photorésine.
L'exposition de la photorésine est une étape critique du procédé de photolithographie pour plusieurs raisons. En effet, la durée d'exposition est un paramètre offrant relativement peu de marge car une résine sous-exposée ou surexposée entraîne une dégradation sensible de la résolution des motifs. Un soin important doit être consacré à l'alignement des plaquettes (masque et substrat) afin de reproduire le plus fidèlement possible les motifs sur le subtrat, en particulier pour les structures multicouches verticales.



(a) *(b)*

Figure II 20 : Montage de photolithographie classique : (a) Schéma de principe du dispositif d'insolation[II.37], (b) Principe d'insolation d'une résine photosensible.

La machine utilisée pour effectuer l'insolation est la MJB4 (Figure II 21) de marque Suss Microtec. Cet appareil, utilisé pour photo-inscrire les guides sur un substrat, permet également d'ajuster les superpositions de couches. En effet, la réalisation parfaite d'un composant multicouches nécessite un alignement correct des différentes couches empilées. La MJB4 dispose de lampes à vapeur de mercure de type Xénon dont la raie d'émission est à 365 nm pour une puissance de 350 W.

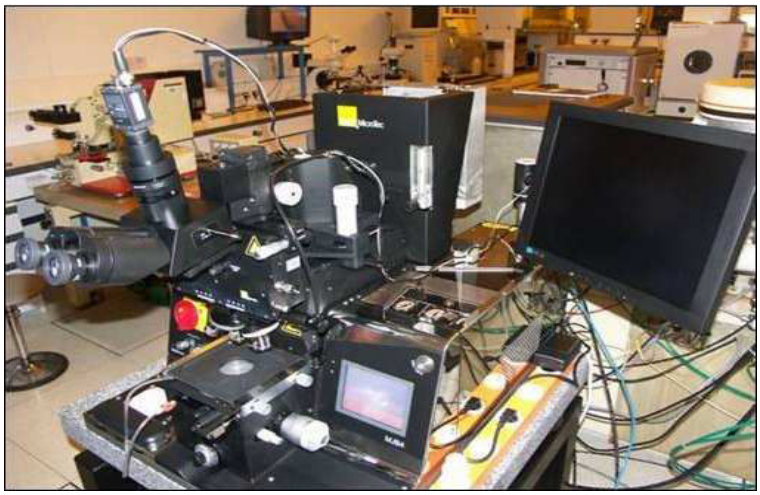


Figure II 21 : Aligneurs de masque (Süss Microtech MJB4) de la salle blanche de l'ENS Cachan utilisée pour photo-inscrire des guides sur un substrat.

Dans le cadre de nos applications, les motifs à inscrire sur le substrat sont de tailles micrométriques. Les masques utilisés lors de cette étape de photolithographie sont des plaques en quartz de verre de haute qualité recouvertes d'une couche de chrome où sont gravés ces motifs. Les motifs chromés sont opaques aux rayons ultraviolets de la source UV, alors que les zones gravées sont transparentes. Lors de cette étape, le temps d'exposition est la principale variable à optimiser afin d'apporter l'énergie nécessaire à la photorésine pour modifier ses caractéristiques intrinsèques. L'intégration de la puissance pendant toute la durée d'insolation constitue le paramètre principal à prendre en compte. Le temps d'exposition de la MJB4 est ajustable entre 1s et 10 min.

d- Développement

La dernière étape de photolithographie se caractérise par le développement de la résine photosensible insolée par un solvant qui lui est propre. Les mécanismes mis en oeuvre dépendent du type de résine. Dans une résine positive, les éléments photosensibles de la résine sont transformés sous l'action du flux lumineux et permettent la dissolution de cette dernière lors du développement. Dans une résine négative, les éléments photosensibles transformés chimiquement par le flux lumineux favorisent la réticulation des composantes polymères de la résine qui n'est plus dissous lors de l'étape de développement. Les parties exposées d'une résine positive sont donc éliminées lors du développement alors qu'elles deviennent insolubles dans le cas d'une résine négative.

2- La gravure ionique réactive (RIE)

La gravure ionique réactive abusivement appelée parfois par son acronyme anglophone, RIE (pour Reactive-Ionic Etching), est une technique de gravure sèche au plasma[II.38]. Dans cette technique, le plasma réagit, non seulement physiquement par des bombardements ioniques, mais aussi chimiquement par des réactions avec la surface de la couche du film déposé. Cette réaction physico-chimique élimine une partie ou certaines parties des substances se trouvant sur la surface du composant. Le plasma nécessaire pour réaliser cette attaque est généré sous basse pression (10^{-2} à 10^{-1} torr) par un champ électromagnétique haute fréquence. Les systèmes RIE les plus courants, dit à plaques parallèles, comportent une chambre à vide, de forme cylindrique et deux plaques métalliques parallèles, qui représentent des électrodes. Les gaz réactifs entrent par de petites ouvertures dans la chambre, et sortent par un système de pompe à vide afin d'évacuer les espèces volatile enlevées sur le substrat. La chimie du plasma dépend fortement des matériaux à graver. Dans le cas de la gravure des polymères, on utilise un plasma à oxygène. Lors des étapes de gravure RIE, la puissance de plasma, le débit des gaz, la pression résiduelle en chambre, le temps de gravure sont des paramètres à optimiser afin d'obtenir un motif se rapprochant le plus possible de celui désiré. La Figure II 22 représente la photographie du dispositif de gravure de notre salle blanche.

Figure II 22 : Bati RIE de la salle blanche de l'ENS Cachan.

3- Outils d'observation

Tout au long du processus de fabrication d'un composant, il est nécessaire de contrôler son état (épaisseur réalisée, bonne formation des guides, état de surface, etc) après une

photolithographie ou une gravure. Différents matériels optiques et mécaniques sont utilisés pour vérifier le bon déroulement de chaque étape de réalisation. Les mesures dimensionnelles sont réalisées à l'aide d'une station de mesure sous pointe pour la mesure des épaisseurs, et à l'aide de microscopes optiques pour le contrôle de la formation correcte des composants. La station de mesure sous pointe équipée d'un profilomètre (Figure II 23) de type Dektak 3 (marque : VEECO) est entièrement pilotée par un ordinateur de commande. Ce profilomètre possède une pointe en diamant, de largeur 2 µm, qui évalue l'altitude lorsqu'elle se déplace sur la surface du composant. Il permet ainsi de tracer un graphique propre au profil de la surface du substrat. Quelques caractéristiques métrologiques de cet appareil sont :

- résolution de 10 nm,
- étendue de mesure allant jusqu'à 1 mm,
- taille de substrats allant jusqu'à 6 pouces,
- surface de balayage maximale : 100 ×100 mm.

Une autre station d'imagerie permettant de visualiser l'état de surface des guides, et surtout de s'assurer de la bonne formation des composants est également utilisée après chaque étape de réalisation (Figure II 24). Cette station est composée d'un microscope optique, pouvant atteindre un grossissement ×1500 et d'une caméra d'acquisition d'images. Le traitement des images est réalisé via un système informatique spécifique qui permet d'observer et de sauvegarder les images des composants réalisés.

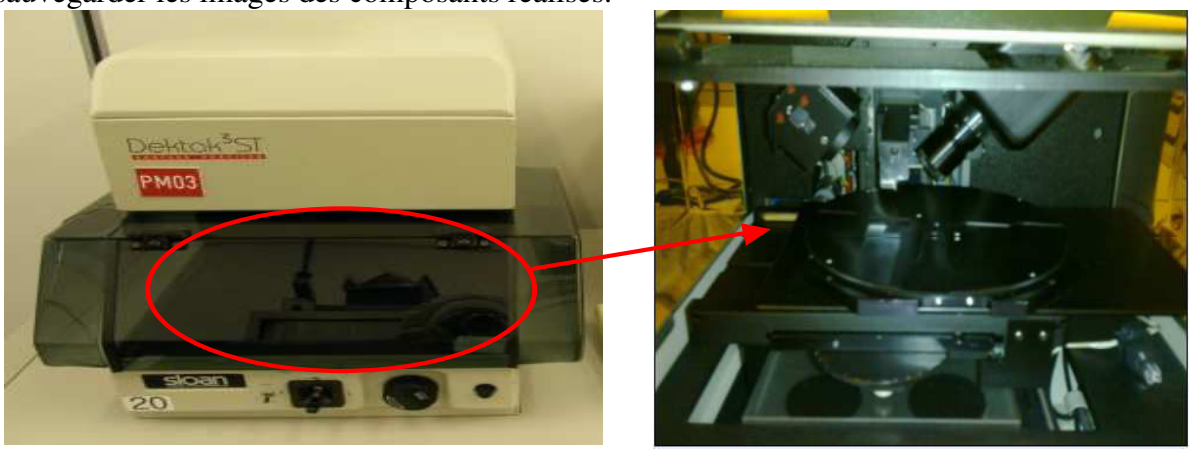


Figure II 23 : Station de mesure sous pointe équipée d'un profilomètre Dektak 3 de la salle blanche de l'ENS Cachan.

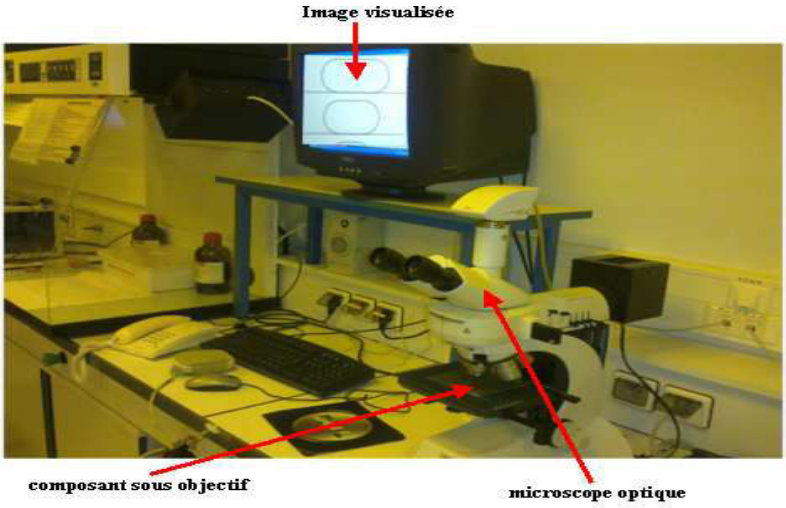


Figure II 24 : Station d'image équipée d'un microscope optique de marque Leica de la salle blanche de l'ENS Cachan.

II- Développement d'une procédure de réalisation de microrésonateurs à guides rectangulaires

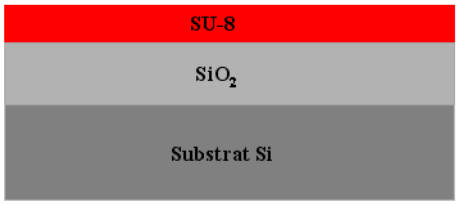
La première étape de fabrication consiste à définir la géométrie des microrésonateurs. Cette définition se fait par la réalisation de masques de transfert des motifs. Dans notre étude, nous avons utilisé les masques conçus par Camille Delezoide pendant ses travaux de thèse au LPQM et réalisés par la société Optimask. Les masques réalisés, à cet effet, contiennent plusieurs motifs de différentes largeurs de guides et de géométries différentes permettant d'étudier l'influence des paramètres géométriques sur la réponse des microrésonateurs.
La réalisation de microrésonateurs, constituant la seconde partie de fabrication, se fait en trois étapes fondamentales : réalisation de guides rectilignes par photolithographie proche UV, de gap par gravure sèche RIE et de cavités par photolithographie UV. Les travaux de C. Delezoide ont montré que le gap optimal était autour de 100 nm[II.39]. Cette valeur sera alors ciblée pendant toutes nos réalisations.
La procédure de fabrication des deux familles de guides constituant le microrésonateur est détaillée dans la suite. A cet effet, les éléments matériels introduits dans la partie précédente sont mis à profit pour réaliser de tels guides d'ondes.

1- Etapes de fabrication de guides rectilignes en SU-8 de hauteur 1,9 µm

Le choix de la série de SU-8 dépend fortement de l'épaisseur souhaitée. Pour nos applications, nous avons choisi la SU-8 2002[II.40] qui selon le document technique permet de réaliser des films d'épaisseur proche de 2 µm.

a- Dépôt par centrifugation du polymère SU-8 (spin-coating)

La première étape consiste à déposer une couche de résine photosensible SU-8 sur un substrat au silicium sur lequel est oxydé de la silice, à l'aide de la tournette (Figure II 25). Le processus se déroule suivant deux phases distinctives dont les paramètres (accélération *a*, vitesse *v* et temps *t*) définissent l'épaisseur de la couche déposée. Les paramètres choisis, pour déposer une épaisseur de SU-8 2002[II.40] inférieure à 2 µm, sont résumés dans le Tableau II 4.



FigureII 25 : Spin-coating de SU-8.

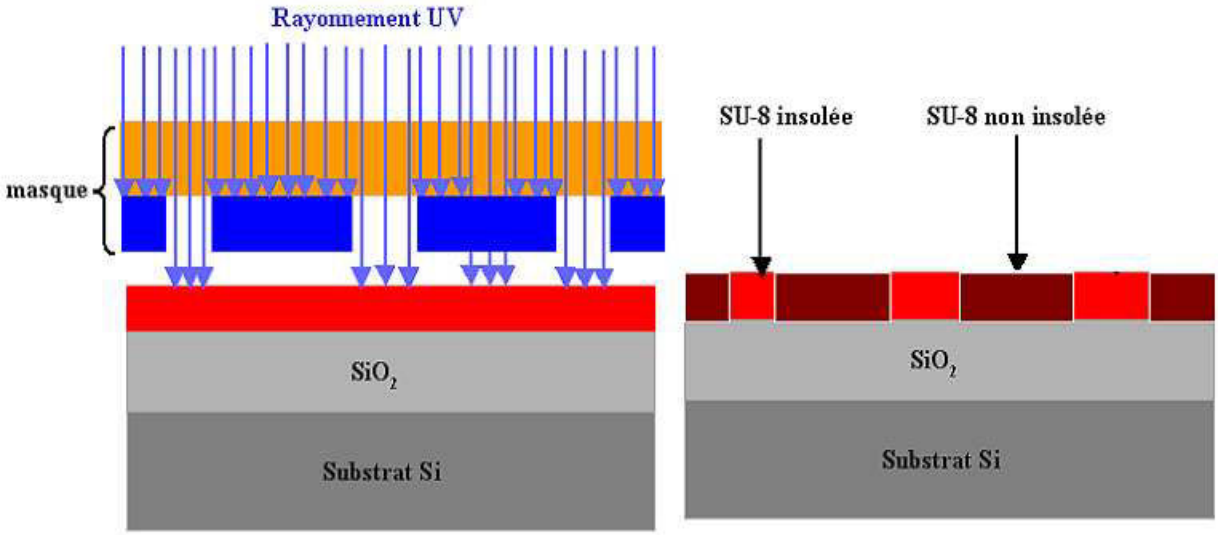
b- Premier recuit (softbake)

Afin de libérer le polymère déposé de toutes traces de solvant, pour améliorer son adhérence avec le substrat, le constructeur de la SU-8 recommande un processus de recuit suivant deux étapes. La première à 65 °C pendant 1 mn puis l'autre à 95 °C pendant 2 mn. Les deux plaques chauffantes de notre salle blanche ont été utilisées pour réaliser ces recuits.

c- Insolation UV

Après un alignement du masque avec le substrat, nous avons procédé à une insolation par lampe à vapeur de mercure (Figure II 26). D'après le constructeur du polymère SU-8, au vu

d'un développement spécifique ultérieur, l'énergie à apporter à cette dernière pour modifier ses liaisons internes est comprise entre 95 et 115 mJ.cm^{-2}. Les paramètres d'exposition optimaux utilisées sont présentés dans le Tableau II 4.



(a) *(b)*

Figure II 26 : Insolation UV du SU-8 : (a) Pendant l'insolation ; (b) Après l'insolation.

d- Deuxième recuit (post exposure bake)

Pour favoriser la photo-réaction induite par l'insolation précédente, un nouveau chauffage est requis sur plaque chauffante : un premier à 65 °C pendant 1 mn puis un autre à 95 °C pendant 1 mn. Ce recuit permet de stabiliser la solubilité de la résine, modifiée par le rayonnement ultraviolet pendant l'insolation.

e- Développement

Le développement ou la révélation représente la dernière étape d'un procédé de photolithographie au cours de laquelle les motifs de résine sont révélés par immersion dans un liquide appelé développeur. Dans notre cas, le composant est plongé pendant 1 minute dans une solution alcaline (développeur SU-8), spécifiquement élaborée pour le traitement du polymère SU-8. La SU-8 étant une résine négative, les parties soumises aux rayonnements UV deviennent insolubles dans la solution de développement, alors que les zones non exposées sont dissoutes dans le développeur (Figure II 27). Cette étape se termine par un rinçage à l'isopropanol, servant à nettoyer toute trace de SU-8 résiduelle.

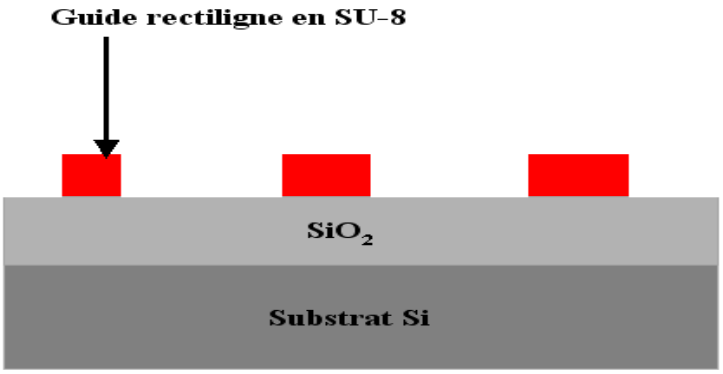


Figure II 27 : Développement du SU-8.

f- Troisième recuit (hard bake)

Afin d'éviter l'endommagement des guides rectilignes lors des étapes futures de réalisation, un dernier recuit à haute température est nécessaire. Ce recuit à haute température polymérise totalement les guides formés. La température de chauffe doit être inférieure à la température de transition vitreuse de la SU-8 qui est de 210 °C. Nous avons donc réalisé un recuit, dans un four, à 180°C pendant 2 heures. La Figure II 28 illustre, grâce à un microscope optique, le résultat de réalisation de trois guides rectilignes de largeur 4, 5, 6 µm, respectivement.

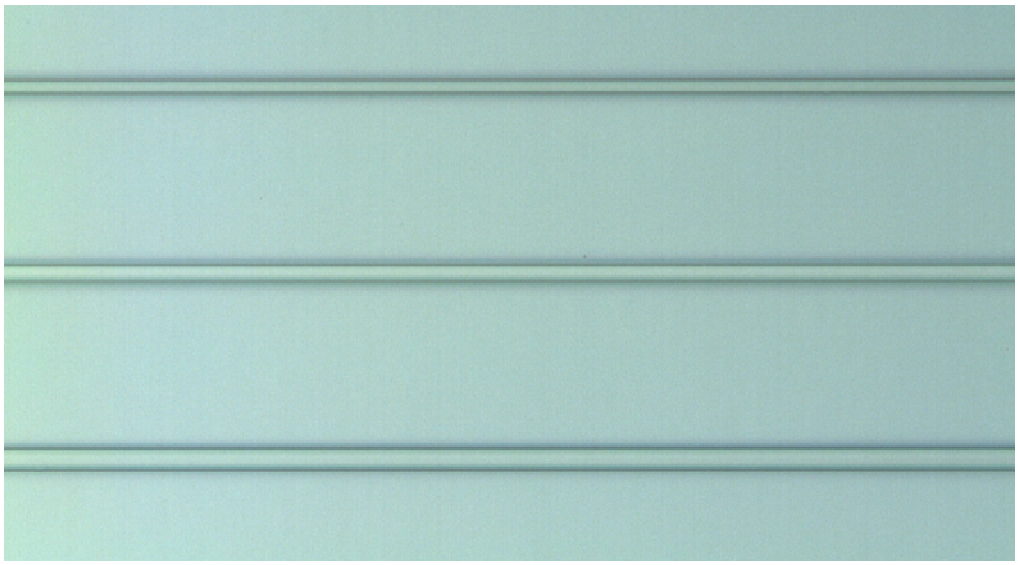


Figure II 28 : Image, par microscope optique, des guides rectilignes en SU-8.

g- Mesures d'épaisseur des guides

La mesure d'épaisseur des guides rectilignes a été réalisée à l'aide de la station de mesure sous pointe décrite précédemment. Le profilomètre de cette station est doté d'une pointe très fine en diamant qui lit l'altitude lorsqu'elle se déplace le long de la surface. La Figure II 29 représente l'altitude lue par la pointe en fonction de son déplacement. Cette figure représente la valeur moyenne de 4 mesures d'épaisseur effectuées à 4 positions distinctes sur le substrat (Figure II 29). Pour les paramètres de dépôt choisis, l'épaisseur moyenne typique que nous avons obtenue est de 1,83 µm avec un écart-type de 50 nm. En tenant compte de cet écart type, nous remarquons que la hauteur des guides réalisés est bien l'ordre de grandeur souhaitée. La différence observée est probablement liée à la précision de dépôt de la tournette et à la résolution du profilomètre.

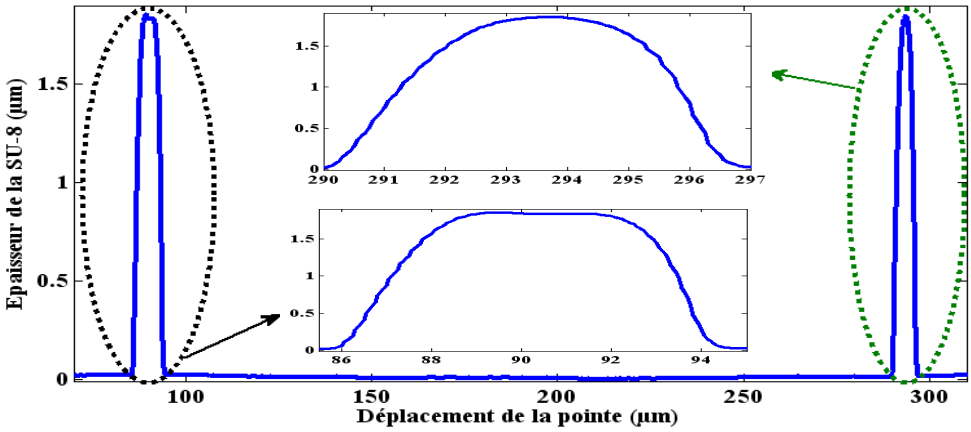


Figure II 29. Mesure d'épaisseur à l'aide du profilomètre Dektak 3 des guides rectilignes réalisés.

Etapes de fabrication des guides rectilignes et cavités	Etapes technologiques	Paramètres	Temps
Réalisation des guides rectilignes en SU-8	Dépôt par centrifugation de SU-8	- accélérations : 100 à 300 tr $mn^{-1}s^{-1}$ - vitesse : 500 à 3000 tr mn^{-1}	30s
	Premier recuit	65 à 95 °C	3 min
	Insolation UV	95 à 115 $mJcm^{-2}$	4 à 10 s
	Deuxième recuit	65 à 95 °C	
	Développement	solution alcaline (développeur SU-8)	60 s
	Troisième recuit	120 à 180 °C	2 à 3h
Réalisation du gap en CYTOP	Dépôt par centrifugation de CYTOP	- accélérations : 100 à 300 tr $mn^{-1}s^{-1}$ - vitesse : 300 à 1000 tr mn^{-1}	20s
	Recuit	100 °C	3 h
	Gravure à la RIE	- puissance RF : 50 à 70 mw - pression : 4 à 8 mTorr	
Réalisation des cavités en SU-8	Identique à la procédure de réalisation des guide rectiligne	Identique à la procédure de réalisation des guide rectiligne	
Recuit final du composant		100 °C	3h

Tableau II 4 : Résumé des paramètres utilisés lors des différentes étapes de réalisation technologiques des guides rectilignes, du gap et des cavités.

2- Élaboration des étapes de fabrication du gap de 100 nm en CYTOP

L'étape de réalisation du gap est cruciale puisque le gap conditionne la qualité du couplage. Comme mentionné dans le chapitre précédent, la qualité du couplage vertical dépend fortement de l'état de surface de la couche de confinement entre le guide rectiligne d'injection et la cavité. La difficulté de cette étape concerne la réalisation d'une couche plane de CYTOP d'une centaine de nanomètres. La procédure de réalisation d'une telle couche se déroule en plusieurs étapes.

a- Dépôt par centrifugation du polymère CYTOP suivi d'un recuit

Afin d'obtenir l'épaisseur nécessaire du gap, nous avons déposé, à l'aide de la tournette RC8, une couche très épaisse de CYTOP (environ 2 µm) de manière à obtenir une surface bien

plane malgré la présence des guides rectilignes. Les paramètres typiques utilisés pour déposer cette couche de CYTOP à l'aide de notre tournette sont présentés dans le Tableau 4.
Ensuite, un recuit à la température de 100 °C (inférieure à la température vitreuse de CYTOP de 108°C) servant à polymériser totalement la couche déposée a été effectué. La Figure II 30 représente le Profil de surface obtenu après le dépôt et recuit de CYTOP. Sur cette figure nous observons une couche plane de hauteur *ECSG* (Epaisseur de CYTOP Sans Guide) dans les zones sans guides et une couche rebondie d'environ *PCSG* (Profil de CYTOP Sur les Guides). La détermination de ces deux épaisseurs permet de déduire l'épaisseur de CYTOP nécessaire à graver pour obtenir le gap souhaité.

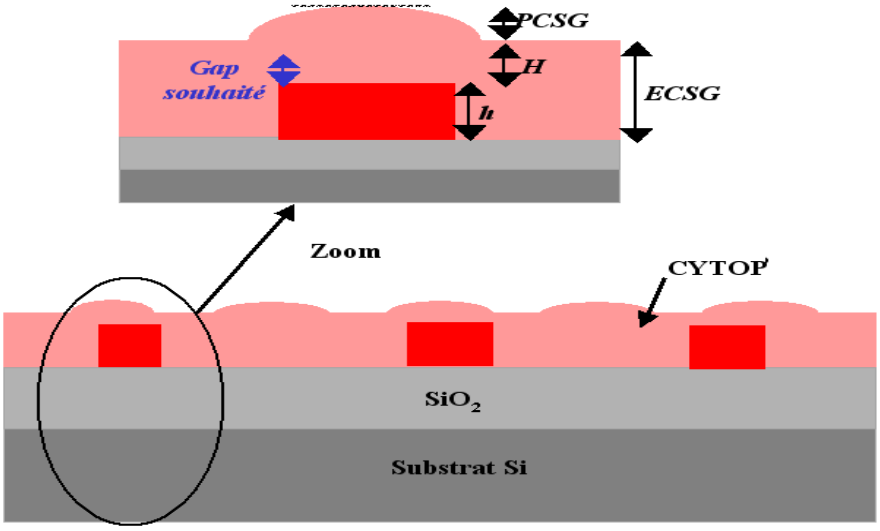


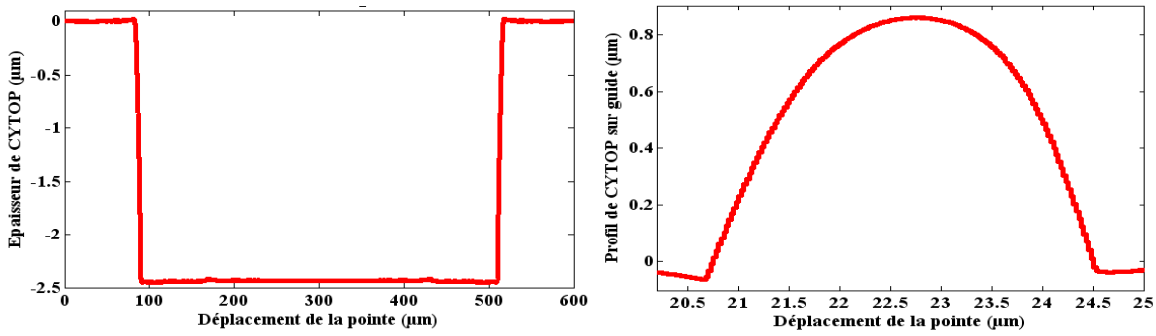
Figure II 30 : Profil des guides après le dépôt de CYTOP.

b- Mesures de l'épaisseur de la couche de CYTOP déposée

Les hauteurs *ECSG* et *PCSG*, nécessaires pour l'estimation de l'épaisseur à graver sont déterminées à l'aide du profilomètre. Pour cela, une rayure a été réalisée à un endroit du substrat ne possédant pas de guide (au centre du substrat). Ensuite, la profondeur de la rayure, utilisée comme référence de l'altitude, et le profil au dessus des guides sont mesurés en déplaçant la pointe du profilomètre (Figure II 31). Pour les paramètres de dépôt choisis, les valeurs moyennes typiques de *PCSG* et *ECSG* obtenues sont de 0,85 µm et 2,47µm avec un écart type sur 4 mesures distinctes de 30 et 90 nm, respectivement. L'épaisseur de CYTOP à graver (*ECG*) en fonction de *PCSG*, *ECSG*, *h* et du gap souhaité est de la forme :

$$ECG = ECSG + PCSG + \text{gap souhaité} - h \qquad \textit{Eq.II 31}$$

Pour les valeurs de *PCSG*, *ECSG*, *h* obtenues et pour un gap souhaité de 100 nm, l'*ECG* est de 1,55 µm.

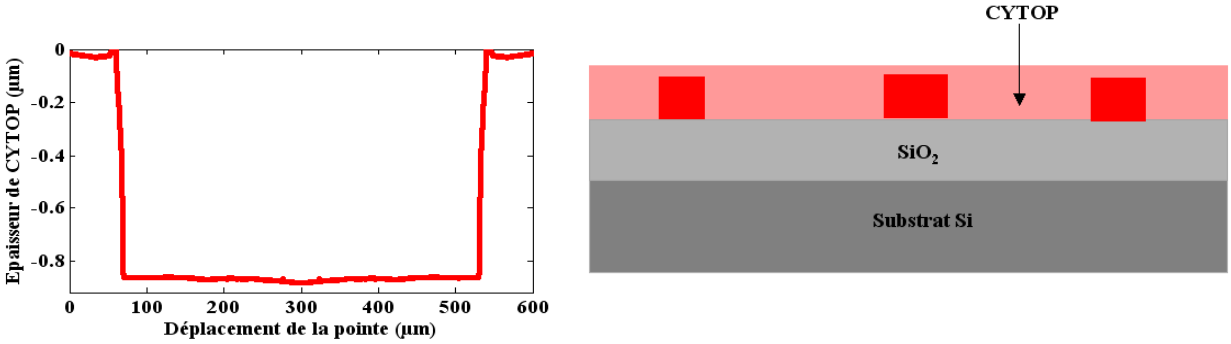


(a) (b)

Figure II 31 : Epaisseur de la couche de CYTOP : (a) Profondeur d'une rayure centrale, (b) Profil de cytop sur un guide rectiligne.

c- Gravure sèche à la RIE de la couche de CYTOP

Une fois la couche épaisse de CYTOP déposée et l'épaisseur à graver déterminée une attaque RIE à plasma d'oxygène, permettant d'obtenir la valeur du gap souhaitée, est réalisée. L'expérience du LPQM a montré que la vitesse moyenne de gravure de CYTOP, pour une puissance de plasma de 55mW et une pression en chambre de 5mTorr, est de 385 nm/mn. Le temps de gravure estimé en considérant cette vitesse est d'environ 4mn. La profondeur de la rayure centrale obtenue après 4 mn de gravure est de 0,9 µm (Figure II 32 a), ce qui correspond à une épaisseur gravée de 1,57 µm et donc un gap réalisé de 102 nm. Le très bon accord entre le gap réalisé et celui souhaité permet non seulement de confirmer la vitesse de gravure de CYTOP estimée par l'équipe du LPQM mais aussi de valider notre objectif, à savoir la réalisation d'une couche plane de CYTOP de 100 nm (Figure II 32b).

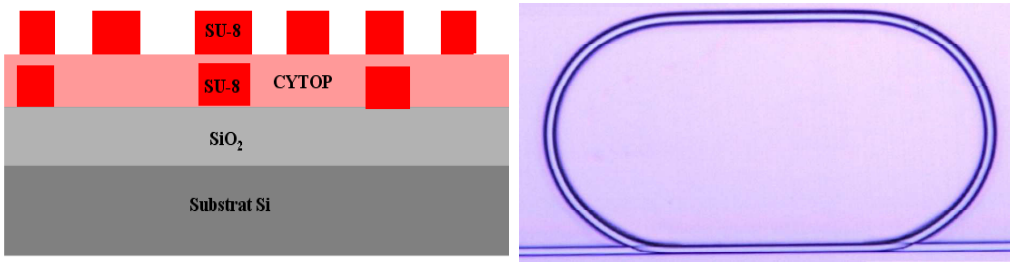


(a) *(b)*

Figure II 32 : Epaisseur de CYTOP après gravure : (a) Profondeur d'une rayure centrale, (b) Etat de surface après gravure.

3- Élaboration des étapes de fabrication des cavités en SU-8

Les cavités en polymère SU-8 sont réalisées sur la couche de 102 nm de CYTOP. La procédure de réalisation est identique à celle utilisée pour fabriquer les guides rectilignes. Après l'étape de développement servant à révéler les cavités (Figure II 33 a), un dernier recuit tenant compte de la température de transition vitreuse de CYTOP, de 108 °C, et celle de la SU-8, est effectué. Nous avons donc réalisé un recuit à 100°C pendant 3 heures. La mesure d'épaisseur de la SU-8 effectuée après ce recuit a donné une hauteur moyenne de 1,81 µm avec un écart-type de 80 nm. Cette hauteur est bien de l'ordre de grandeur souhaitée. La photographie d'un microrésonateur en forme d'hippodrome représentée en Figure II 33 b illustre le résultat final. Sur cette photographie, prise à l'aide du microscope optique, nous observons très bien la structure verticale du composant mais aussi un alignement parfait des deux guides.



(a) *(b)*

Figure II 33 : Structure du composant final : (a) Vue en coupe des composant sur un substrat, (b) Image sous microscope optique d'un microrésonateur en forme d'hippodrome.

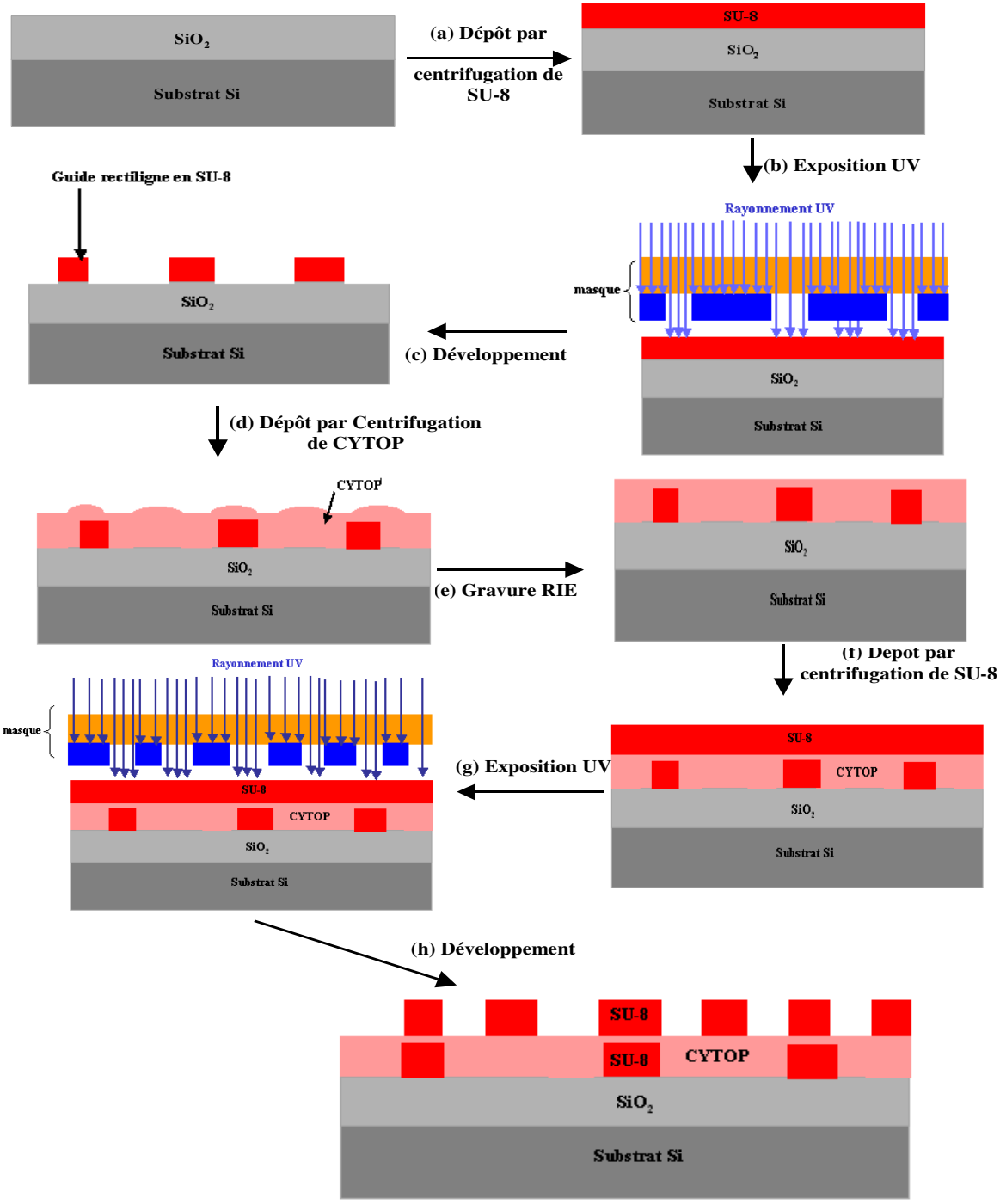


Figure II 34 : Différentes étapes technologiques de réalisation de microrésonateurs en couplage vertical[II.39].

La Figure II 34 présente un résumé des principales étapes de réalisation de microrésonateurs en couplage vertical.

C- Caractérisation des microrésonateurs

La caractérisation des microrésonateurs permet de valider et d'optimiser la procédure technologique de fabrication afin d'établir une procédure de fabrication reproductible.

I- Description du banc de mesure

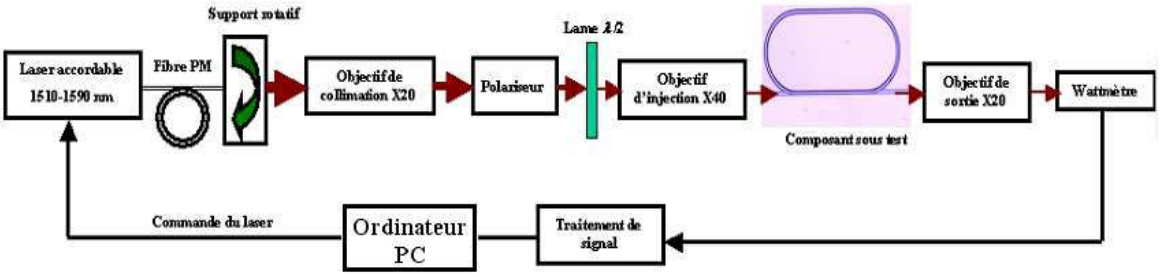


Figure 35 : Schéma fonctionnel du banc de caractérisation spectrale du microrésonateur au LPQM.

Les composants fabriqués ont été testés sur le banc de mesure en transmission du LPQM de l'ENS Cachan (Figure II 35). Ce banc est composé d'un laser accordable dans la bande spectrale 1490-1640 nm, d'un ensemble de polariseurs et d'une lame demi-onde large bande, permettant d'étudier de façon séparée les polarisations TE et TM. L'injection dans le microrésonateur est assurée par un objectif de microscope X40 et la collection du faisceau de sortie par un objectif de microscope X20. Une caméra infra rouge est utilisée pour optimiser l'injection dans le microrésonateur. Le signal de sortie du composant, collimaté par l'objectif de sortie et est mesuré par un wattmètre. La commande du laser accordable et l'acquisition des données sont assurées par un ordinateur équipé d'un logiciel de pilotage de l'expérience.

II- Caractérisation des microrésonateurs de première génération

Pour étudier l'influence des paramètres géométriques (longueur de couplage L_c et rayon de courbure R) des cavités circulaires et des cavités en forme d'hippodrome, nous avons réalisé des composants tests que nous qualifions de première génération. Le masque utilisé à cet effet comporte des cavités circulaires de rayon R variant de 20 à 100 µm et des cavités en forme d'hippodrome de R variant de 20 à 250 µm et de longueur de couplage L_c de 20 à 300 nm[II.39]. Dans l'optique de comparer les réponses obtenues sur le dispositif de mesure en transmission du LPQM et le dispositif interférométrique du LNE (présenté dans le chapitre suivant), tous les spectres ont été normalisés par rapport à leur maximum. Ces deux dispositifs n'ayant pas le même principe de mesure, la même puissance incidente, cette normalisation s'est donc avérée nécessaire.

1- Quelques résultats de caractérisation

Tous les composants de première génération réalisés ont été caractérisés sur le banc de mesure en transmission du LPQM décrit précédemment. La meilleure performance a été obtenue pour un microrésonateur en forme d'hippodrome de rayon de courbure 100 µm, de longueur de couplage de 120 µm et de largeur de guide de 4 µm. La Figure II 36 représente les réponses spectrales en polarisation TE et TM.

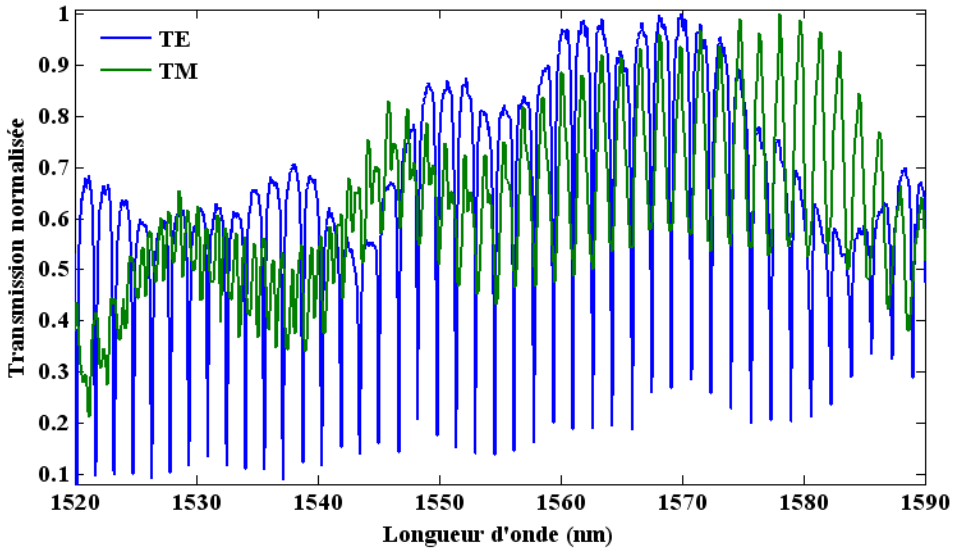


Figure 24 : Réponse spectrale d'une cavité de rayon de courbure R = 100 µm, de longueur de couplage L_c = 120 µm et de largeur w = 4 µm.

Sur cette figure, nous observons d'abord un régime quasi monomode en polarisation TE, ce qui n'est pas le cas en polarisation TM. Cela peut s'expliquer par le fait que les caractéristiques de propagations modales (constante de propagation, indice effectif, fréquence réduite de coupure) en polarisation TE et TM sont différentes. Ensuite, nous observons également une biréfringence modale liée à la hauteur importante du guide rectangulaire. Cela a été vérifié en caractérisant un guide rectiligne de même géométrie que le guide rectiligne couplé à cette cavité. Les réponses spectrales en polarisation TE et TM, représentées en Figure II 37, montrent ce caractère biréfringent.

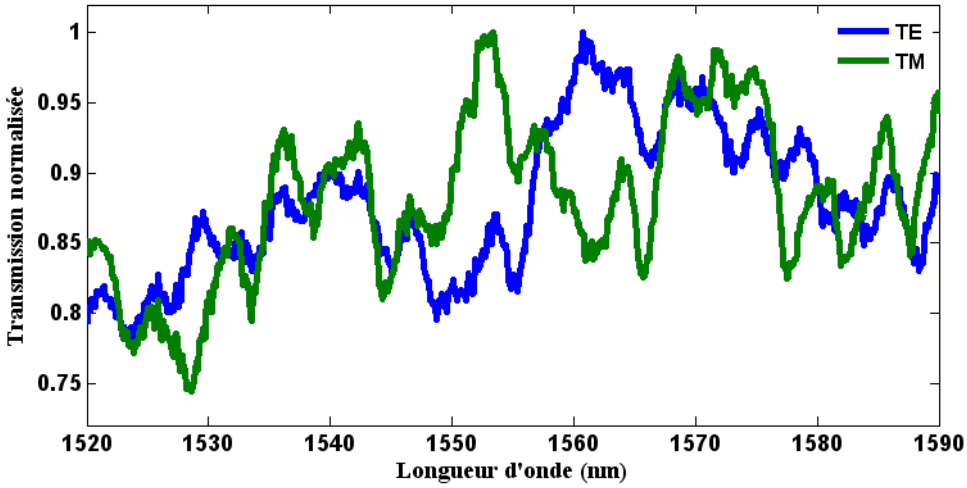


Figure 37 : Réponse spectrale en polarisation TE et TM d'un guide rectiligne de largeur w = 4 µm.

Sur la fenêtre spectrale (Figure II 38) 1567-1571 nm de résolution spectrale de 5 pm, est représentée la réponse spectrale en polarisation TE de ce microrésonateur. Elle présente en moyenne, un intervalle spectral libre (*ISL*) de 1,69 nm, une largeur à mi-hauteur ($\delta\lambda$) de 187 pm, une finesse (*F*) de 9,03 et un facteur de qualité (*Q*) de 8382. Les données expérimentales obtenues sont en très bon accord avec le calcul théorique de la transmission tenant compte de la dispersion matérielle et modale. Bien que le facteur de qualité de ce composant soit

inférieur à 20 000[II.41], il est tout même important de préciser que sa réponse spectrale permet de valider l'objectif de réalisation d'un microrésonateur monomode.

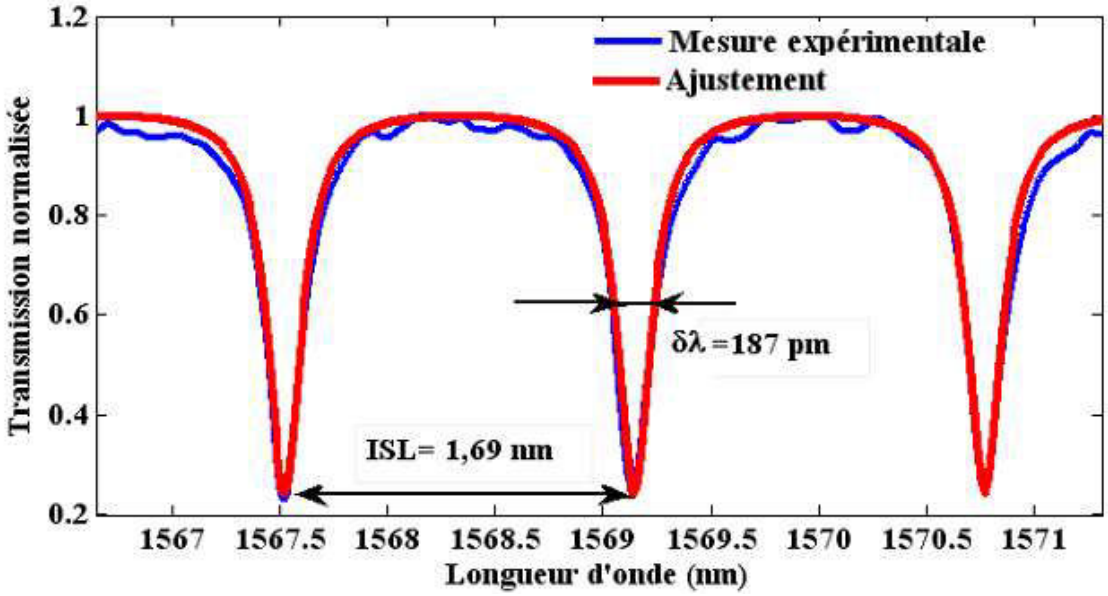


Figure 38 : Réponse spectrale d'une cavité de rayon de courbureR = 100 µm, de longueur de couplage L_c = 120 µm et de largeur w = 4 µm entre 1567 et 1571 nm.

2- Reproductibilité de la procédure de fabrication

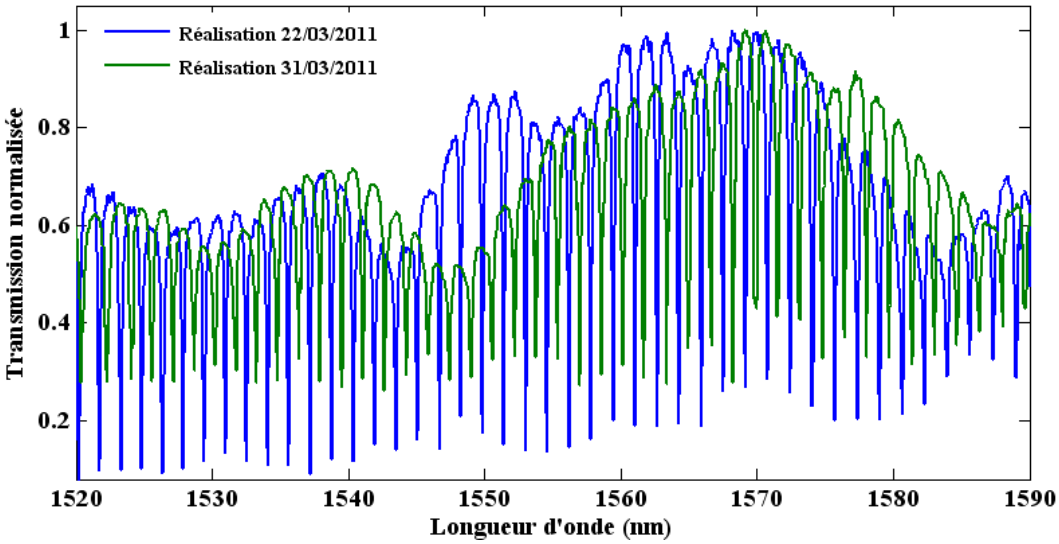


Figure 39 : Réponse spectrale en TE d'une cavité de rayon de courbure R = 100 µm, de longueur de couplage L_c = 120µm et de largeur w = 4 µm.

Pour vérifier la reproductibilité de la procédure de fabrication mise en place, de nouveaux composants ont été réalisés en utilisant la même procédure et le même masque. Ces composants présentent les caractéristiques suivantes :

- hauteur du guide rectiligne enterré h = 1,92µm,
- hauteur de la cavité h = 1,91 µm,
- épaisseur du gap entre les deux guides de 92 nm.

La Figure II 39 représente les réponses spectrales de la première et seconde réalisations. En comparant ces deux spectres, un décalage spectral des longueurs d'onde de résonance est tout

d'abord observé. Ce décalage s'explique par le fait que ces deux composants ne possèdent pas exactement la même hauteur de guides, donc pas les mêmes paramètres de propagation étant donné que l'indice effectif dépend de la longueur d'onde. Ensuite, un contraste de transmission différent, probablement lié à la différence des valeurs du gap entre les deux réalisations, est observé. Malgré ces différences, il est intéressant d'observer que les deux spectres sont monomodes et possèdent le même intervalle spectral libre.

Les résultats obtenus sur ces composants nous ont permis de valider une partie de notre objectif, à savoir la mise en place d'une procédure reproductible de réalisation de composants monomodes. Pour atteindre l'autre partie de notre objectif, la réalisation de composants possédant un facteur de qualité supérieur à 20 000 dans l'eau, nous avons fabriqué des nouveaux composants. Ces nouveaux composants qualifiés de deuxième génération ont été réalisés en utilisant un nouveau masque. Ce nouveau masque conçu par C. Delezoide, au LPQM, comporte des cavités dont les paramètres géométriques (R et L_c) ont été choisis au voisinage des multiples de ceux de la cavité fonctionnelles obtenue précédemment (R = 100 et L_c = 120 µm). Le rayon R varie ainsi de 80 à 220 µm et la longueur de couplage L_c de 80 à 490 nm[II.39].

III- Réalisation et caractérisation de microrésonateurs de deuxième génération

1- Paramètres caractéristiques des composants réalisés

Lors de l'étape de réalisation de cette nouvelle génération de microrésonateurs, nous ne disposions plus de la SU-8 2002 utilisée pour fabriquer les composants de première génération. Après l'achat d'une nouvelle SU-8 2002, nous avons constaté qu'elle est plus visqueuse que l'ancienne. Le dépôt avec les mêmes paramètres de procédure (vitesse, accélération et temps) a donné une couche plus épaisse que l'ancienne SU-8. Le composant ainsi réalisé présente les caractéristiques suivantes :

- hauteur du guide rectiligne enterré h = 2,09 µm,
- hauteur de la cavité h = 1,9 µm,
- épaisseur du gap entre les deux guides de 120 nm.

La hauteur du guide rectiligne est supérieure à la valeur prévue par le calcul pour obtenir un guidage monomode. Ceci prévoit une réponse bimodale des composants réalisés.

2- Caractérisation des microrésonateurs

Tous les microrésonateurs de seconde génération réalisés ont été caractérisés dans l'air et dans l'eau. La meilleure performance a été obtenue dans l'eau pour un microrésonateur en forme d'hippodrome dont le guide présente une largeur de 4 µm, un rayon de courbure de 220 µm et une longueur de couplage de 120 µm. Sur la fenêtre spectrale (Figure II 40 a) 1563-1570 nm est représentée la réponse spectrale en polarisation TE de ce microrésonateur. Comme prédit par le calcul, cette réponse est légèrement bimodale mais présente des performances très intéressantes à 1565,6 nm (Figure II 40 b). A cette longueur d'onde, nous avons obtenu un intervalle spectral libre de 0,92 nm, une largeur à mi-hauteur de 50 pm, une finesse de 18,4 et un facteur de qualité de 31 312 dans l'eau. Ce facteur de qualité est meilleur que celui obtenu par Chao[II.41] en 2005, à savoir 20 000. En plus, la technologie utilisée (photolithographie classique) pour réaliser ces composants est moins coûteuse et moins complexe que la

photolithographie à faisceaux électronique utilisée par Chao[II.41]. Notre procédure de réalisation doit certes être optimisée afin d'obtenir une réponse strictement monomode, néanmoins ces résultats permettent de valider les objectifs de réalisation fixés.

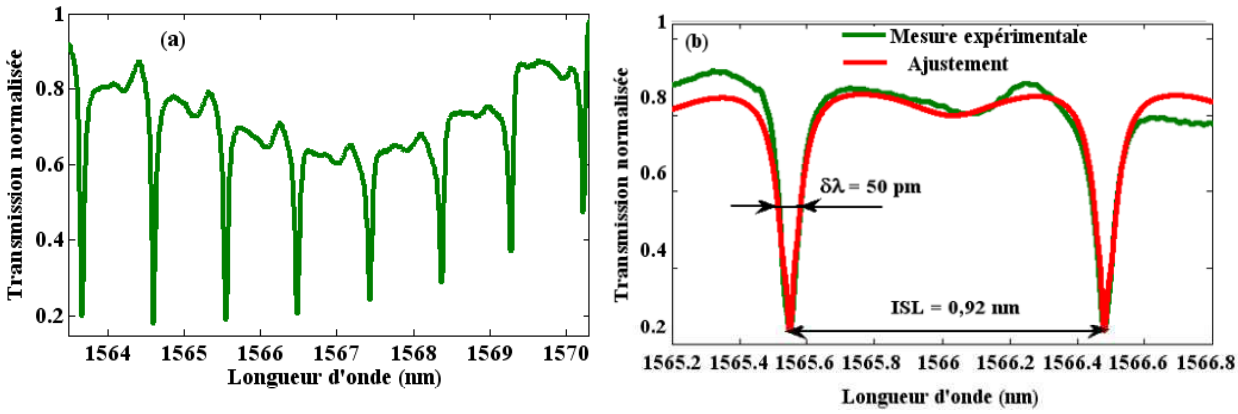


Figure II 40 : Réponse spectrale dans l'eau d'une cavité de rayon de courbure R = 220 µm, de longueur de couplage L_c = 120 µm et de largeur w = 4 µm : (a) Mesure expérimentale entre 1563 et 1570 nm ; (b) Comparaison entre la mesure expérimentale et le calcul théorique entre 1565,2 et 1566,8 nm.

D- Fabrication et intégration de capots microfluidiques en polymère

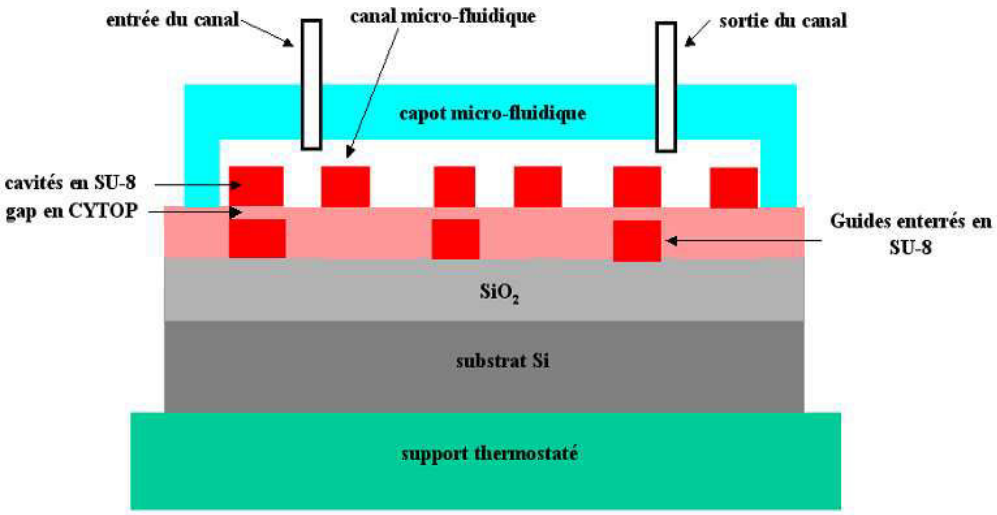


Figure 41 : Structure d'une cellule optofluidique thermostatée.

Une fois la procédure de réalisation de microrésonateurs performants bien maitrisée, nous avons abordé la fabrication de capots microfluidiques dans lesquels les microrésonateurs seront intégrés pour former un composant optofluidique. La Figure II 41 représente la structure de la cellule optofluidique. Le capot contenant un canal microfluidique est utilisé pour introduire et contrôler la quantité de la solution de biomolécules à étudier. Il est collé sur la couche de CYTOP aux extrémités du composant ne contenant pas les cavités à l'aide d'une colle époxy polymère. Afin de réduire la dépendance, voir même d'étudier l'influence de la température sur la réponse du capteur, la cellule optofluidique est monté sur un support thermostaté (Figure II 42). Le support thermostaté réalisé intègre une thermistance de type K de 10 KΩ (avec une tolérance de 0,88% correspondant à 0,2°C au alentour de 25°C) et d'un

régulateur de température (modèle 350 B de Newport) équipé d'un correcteur PID pouvant asservir la température avec une résolution de 0,01°C.

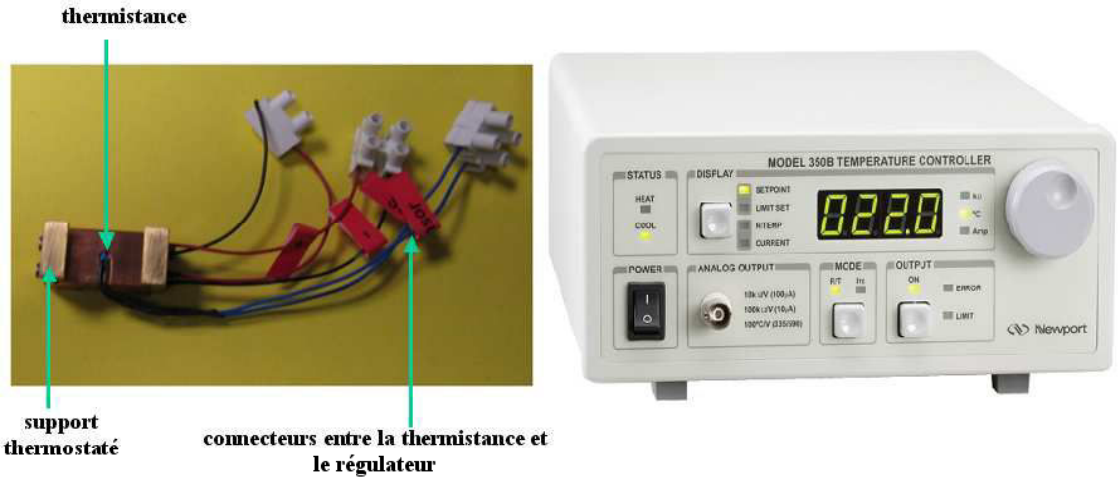


Figure 42 : Photographie du support thermostaté.

1- Réalisation du canal microfluidique

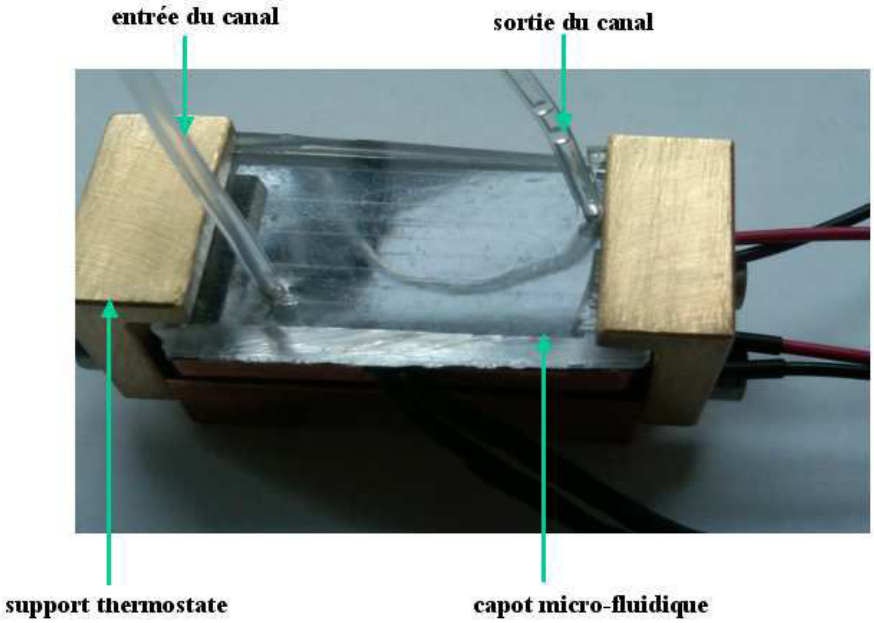


Figure 43 : Photographie du support thermostaté.

Les circuits microfluidiques sont fabriqués à base d'un matériau polymère adapté à la microfluidique, le polydiméthylsiloxane (PDMS). Ils sont réalisés, à la plateforme microfluidique de l'Institut d'Alembert de l'ENS Cachan, selon la méthode de lithographie douce basée sur le coulage de la résine (PDMS dans notre cas) puis la réticulation sur un moule réalisé par photolithographie. La procédure détaillée de réalisation des circuits microfluidiques avec le PDMS est la suivante :

- mettre la vapeur de hexaméthyl-dichloro-silane (HMDS) et le moule en résine dans une chambre fermée. Cette étape permet de déposer une couche moléculaire de HMDS qui facilitera le démoulage du PDMS,
- mélanger du PDMS et un agent réticulant,

- placer le mélange dans une cloche à vide jusqu'à disparition totale des bulles d'air,
- verser le mélange sur la face avant du moule,
- placer la solution dans une étuve à 75 °C pendant 2h,
- démouler puis percer le capot aux deux extrémités afin de réaliser l'entrée et la sortie du circuit.

2- Intégration du capot sur les microrésonateurs

La procedure de collage du PDMS sur des matériaux inorganiques comme du verre ou de la silice est d'utiliser un traitement de surface par plasma. Or dans notre cas, le PDMS est collé sur le matériau polymère CYTOP qui représente la couche de confinement inférieure des microrésonateurs. Un traitement de surface par plasma seul ne permet pas le collage du PDMS sur du CYTOP. Pour remédier à ce problème nous proposons d'utiliser une colle époxy. Le choix de cette colle est très important car non seulement elle doit être très adhésive mais aussi présenter un faible indice de réfraction afin de minimiser les pertes. En effet, si l'indice de la colle choisie est supérieur à l'indice du PDMS (capot) et à l'indice de CYTOP, l'empilement CYTOP/colle/PDSM forme un guide plan. Ceci entraîne une perte d'énergie dans la capot microfluidique car une partie de la lumière incidente sera couplé dans le capot microfluidique. Après plusieurs tests, nous avons choisi la colle polymère époxy Norland Optical Adhésif 84 (NOA84). Ce photopolymère liquide, affiche une faible viscosité et est très utilisé pour le collage des matériaux polymères. La procédure de collage du PDMS sur du CYTOP, développée et utilisée avec succès pour intégrer plusieurs capots, est la suivante :

- ✓ mettre une très fine couche (quelques micromètres) de colle NOA 84 sur une lame de verre,
- ✓ étaler la couche de colle sur la lame de verre,
- ✓ poser la face du capot contenant le canal dans la couche de colle étalée,
- ✓ poser délicatement le capot sur le substrat comportant les microrésonateurs de sorte que toutes les cavités soient dans le canal microfluidique,
- ✓ mettre le substrat au four UV pendant 1h afin de réticuler la colle.

Après cette procédure de collage, l'étanchéité a été vérifiée avec succès pour tous les composants réalisés, en faisant circuler de l'eau sous pression dans le canal.
La Figure II 43 représente la photographie d'un circuit microfludique réalisé en utilisant cette procédure. Ce circuit est collé sur les microrésonateurs et monté sur un support thermostaté.

Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre les différentes étapes de conception et de réalisation de microrésonateurs monomodes à base de matériaux polymères. Dans la première partie consacrée à la conception, une étude de quelques caractéristiques de deux matériaux polymères spécifiques, à savoir la SU-8 et le CYTOP, choisis pour réaliser ces composants a d'abord été effectuée. Ensuite, nous avons étudié une propagation monomode de l'onde optique dans un microrésonateur à guides rectangulaires, à l'aide de la méthode de l'indice effectif. La procédure reproductible de réalisation des microrésonateurs a fait l'objet de la deuxième partie de ce chapitre. Nous y avons détaillé les trois principales étapes de fabrication de microrésonateurs à guides rectangulaires en salle blanche : la réalisation des guides rectilignes et des cavités par photolithographie proche UV et la réalisation du gap par gravure sèche RIE. Les différentes étapes de réalisation et d'intégration de capots microfluidiques sur les microrésonateurs, afin de former un composant optofluidique, ont également été présentées. Enfin la caractérisation, sur le banc de mesure en transmission du LPQM, des microrésonateurs conçus et réalisés nous a permis de valider la procédure de fabrication développée. En effet, la mesure de la réponse spectrale des microrésonateurs a non seulement permis d'observer une transmission quasi-monomode entre 1520 et 1590 nm mais aussi d'obtenir un facteur de qualité supérieure à 31 000 dans l'eau déionisée. Ces résultats nous ont, par conséquent, permis de valider nos objectif de conception et de réalisation.

Cependant, deux phénomènes suscitant des interrogations ont été observés lors de la comparaison des spectres de différentes réalisations (même masque et même procédure utilisés) pour évaluer la reproductibilité de la procédure de fabrication.

La première observation concerne le changement de contraste de transmission entre ces deux réalisations, lié à la différence des valeurs de gap. La question qui découle de cette observation est de savoir comment peut on différencier le régime de sous-couplage du régime de sur-couplage à partir de la réponse du microrésonateur. Cette distinction peut permettre d'optimiser la procédure de conception et de réalisation afin de se rapprocher du régime de couplage critique.

La seconde observation se situe au niveau du décalage spectral des longueurs d'onde de résonance, lié au fait que les deux composants ne possèdent pas exactement les mêmes paramètres de propagation comme l'indice effectif. Si la variation de l'indice effectif se manifeste par un décalage spectral de l'intensité, la phase de la réponse spectrale est elle sensible à cette variation ? Si oui, qui de la phase ou de l'amplitude de la transmission spectrale est plus sensible à la variation de l'indice effectif ?

Les réponses à ces questions permettront de définir la grandeur à mesurer pour la détection de très faible concentration de biomolécules.

Les mesures en transmission ne permettant pas de répondre à ces différentes questions, nous proposons d'utiliser une technique alternative d'interrogation des microrésonateurs : l'interféromètre optique à faible cohérence sensible à la phase. Le prochain chapitre est consacré à la théorie de l'interférométrie optique à faible cohérence et à la description de l'interféromètre optique à faible cohérence sensible à la phase développé au LNE.

BIBLIOGRAPHIE

[II.1] D. Gridaine, “Cours plasturgie”, Université de Troyes (2009-2010).

[II.2] I. Stoyanov, M. Tewes, M. Koch, M. Lohndorf, “Microfluidic devices with integrated active valves based on thermoplastic elastomers”,Microelectronic Engineering, vol 83, pp 1681–1683 (2006).

[II.3] A. D. Campo and C. Greiner, “SU-8: a photoresist for high-aspect-ratio and 3D submicron lithography J. Micromech. Microeng, vol. 17, pp. R81–R95 (2007).

[II.4] Y. Shuto, S. Tomaru, M. Hikita, M. Amano, “Optical intensity modulators using diazo-dye substituted polymer channel waveguides”, IEEE Journal of Quantum Electronics, vol. 31, n°8, pp. 1451-1460 (1995).

[II.5] M. Despont, H. Lorenz, N.Fahrni, J. Brugger. P. Renaud, and P. Vettiger, “High aspect ratio ultrathick, negative-tone near-UV photoresist for MEMS applications”, in Proc. MEMS'97, IEEE, Nagoya, pp 518-522 (1997).

[II.6] A. P. Gadre, A. J. Nijdam, J. A. Garra, A. H. Monica, M. C. Cheng, C. Luo, Y. N. Srivastava, T. W. Schneider, T. J. Long, R. C. White, M. Paranjape, J. F. Currie, “Fabrication of a fluid encapsulated dermal patch using multilayered SU-8”, Sensors and Actuators A: Physical, vol. 114, pp. 478-485 (2004).

[II.7] J. D. Gelorme, R. J. Cox, S. A. R. Gutierrez, “Photoresist composition and printed circuit boards andpackages made therewith”, Patent N° US4882245, IBM Corporation (1989).

[II.8] S. Jiguet, “Microfabrication d’objets composites fonctionnels en 3D et à haut facteur de forme, par procédés UV-LIGA et microstéréolithographie” Thèse de Doctorat de EPFL (2004).

[II.9] http://www.microchem.com/products/su_eight.htm, consulté en octobre 2012.

[II.10] J. Zhang, K. L. Tan, G. D. Hong, L. J. Yang et H. Q. Gong, “Polymerization optimization of SU-8 photoresist and its applications in microfluidic systems and MEMS”, J. Micromech. Microeng., vol 11, pp 20 (2001).

[II.11] S. M. Garner, S-S. Lee, V. Chuyanov, A. Chen, A. Yacoubian, W. H. Steier, L. R. Dalton, “Three-Dimensional integrated optics using polymers”, IEEE Journal of Quantum Electronics, vol. 35, pp. 1146-1155 (1999).

[II.12] N. Giordani, L. Camberlein, E. Gaviot, F. Polet, N. Pelletier, B. Bêche, “New approach to designing psychrometers as SU-8 based micro-systems”, ISA 51st International Instrumentation Symposium, Knoxville, USA (2005).

[II.13] N. Giordani, L. Camberlein, E. Gaviot, F. Polet, N. Pelletier, B. Bêche, “Conception et réalisation d'un micro-psychromètre thermoélectrique basé sur une structure polymère SU-8”, 17e Congrès Français de Mécanique,Troyes, France (2005).

[II.14] P. M. Dentinger, W. M. Clift et S. H. Goods, “Removal of SU-8 photoresist for thick applications”, Microelectronic Engineering, vol 993, pp 61-62 (2002).

[II.15] R. Feng et R. J. Farris, “Influence of processing conditions on the thermal and mechanical properties of SU8 negative photoresist coatings”, J. Micromech. Microeng., vol 13 (2003).

[II.16] J M. Shaw, D. Nawrocki, R. Hurditch et D. Johnson “Improving SU8 process capability of SU8” Microsystem Technologies, vol 10 (2003).

[II.17] H Tieshi, Z. Zhengfa, X. Weibing, R. Fengmei, M. Haihong, W. Jin, “Preparation and photocatalysis of TiO2–fluoropolymer electrospun fiber nanocomposites”, Polymer, vol 50, pp 3031–3036 (2009).

[II.18] B. Agnarsson, J. Halldorsson, N. Arnfinnsdottir, S. Ingthorsson, T. Gudjonsson, K. Leosson, “Fabrication of planar polymer waveguides for evanescent-wave sensing in aqueous environments”, Microelectronic Engineering, vol 87, pp 56-61 (2010).

[II.19] http://www.agcce.com/Cytop.asp, consulté en octobre 2012.

[II.20] M. Wang, J. Hiltunen, S. Uusitalo, J. Puustinen, J. Lappalainen, P. Karioja, R. Myllyla, “Fabrication of optical inverted-rib waveguides using UV-imprinting”, Microelectronic Engineering, vol 88, pp 175-178, 2011.

[II.21] S. Wei, J. D.Yujie, F. Changshui, P. Qiwei, G. Qingtian, “Single-mode rib polymer waveguides and electro-optic polymer waveguide switches”, Optics and Lasers in Engineering, vol 38, pp 361–371 (2002).

[II.22] G. D. Kim, G. S. Son, H. S. Lee, K. D. Kim, and S. S. Lee, “Integrated photonic glucose biosensor using a vertically coupled microring resonator in polymers”, Optics Communications 18, 4555-4806 (2008).

[II.23] C. Delozoide, M. Salsac, J. Lautru, H. Leh, C. Nogues, J. Zyss, M. Buckle, I. Ledoux-Rak and C.T. Nguyen, “Vertically Coupled Polymer Microracetrack Resonator for Label-Free Biochemical Sensor”, IEEE Phot. Technol. Lett., vol. 34, pp 270-272 (2011).

[II.24] X. Jin-Biao, Z. Ming-De, S. Xiao-Han, “Full vectorial analysis of optical waveguides by the finite difference method based on polynomial interpolation”, Chinese Physics, vol. 15, pp. 143-148 (2006).

[II.25] K. Bierwith, N. Schulz, F. Arndt, “Finite-difference analysis of rectangular dielectric waveguide structures”, IEEE Transactions on Microwave theory and techniques, vol. 34, pp. 1104-1113 (1986).
[II.26] E. A. J. Marcatili, “Dielectric rectangular waveguide and directional coupler for integrated optics”, Bell System Technical Journal, vol. 48, pp. 2071-2102 (1969).
[II.27] K. Okamoto, “Fundamenntals of optical wavegugides”, 2nd ed., Academic Press, Elsevier, Amsterdam (2006).
[II.28] J. M. Liu, Photonic Devices, Cambridge University Press (2005).
[II.29] M. J. Adams, “An introduction to optical waveguides”, Ed. John Wiley & Sons (1981).
[II.30] D. L. Lee, “Electromagnetic principles of integrated optics”, Ed. John Wiley & Sons (1981).
[II.31] B. Bennamane, “Réalisation de guides optiques dans un polymère CR39 par faisceau d'ions”, Thèse de doctorat de l’Université de Limoges, N° 47-1988 (1988).
[II.32] R. E. Collin, “Field theory of guided waves", Mac Graw Hill, New York (1960).
[II.33] J. P. Meunier, “A numerical technique for the determination of propagation characteristics of inhomogeneous planar optical waveguides”, Opt. Quantum electron, vol 15, pp. 77-85 (1983).
[II.34] P. Schiebener, J. Straub, J.M.H. Levelt Sengers and J.S. Gallagher, “Refractive Index of Water and Steam as Function of Wavelength, Temperature and Density”, International Association for the Properties of Water and Steam (1997).
[II.35] R. G. Hunsperger, “Integrated optics”, 4th Ed. Springer-Verlag (1995).
[II.36] T. Batté, “Optique intégrée en polymère à base de photoresist, deux voies possibles : photolithographie directe et photoinscription”, JNOG, pp. 164-166 (2002).
[II.37] H. Bosse, “Precision engineering”, PTB, annual report, division 5 (2002).
[II.38] L.F. Thompson, C.G Willson, M.J Bowden, “Introduction to Microlithography, Chapter 5: Plasma etching”, ACS Symposium Series (1983)
[II.39] C. Delezoide; J Lautru; J. Zyss, I. Ledoux-Rak; C.T. Nguyen, “Vertically coupled polymer microresonators for optofluidic label-free biosensors”, SPIE Proceeding, vol 8264 (2012).
[II.40] http://www.microchem.com/pdf/SU-82000DataSheet2000_5thru2015Ver4.pdf.
[II.41] C.-Y. Chao, “Polymer microring resonators for biochemical sensing applications, PhD Thesis (2005).

SOMMAIRE

Chapitre III 90

Nouvelle technique de caractérisation des microrésonateurs : PS-OLCI 90

Introduction : 90

A- Présentation générale 91

I- Réflectométre de Michelson 91

1- Principe d'un réflectomètre de Michelson 91
2- Influence de la source sur la résolution de l'interférogramme 92
2.1- Réflectomètre de Michelson en lumière cohérente 92
2.2- Réflectomètre de Michelson en lumière incohérente 93
3- Distinction entre réflectomètre et interféromètre en lumière incohérente 93
3.1- Mode réflexion : OLCR 93
3.2- Mode transmission : OLCI 94
4- Interféromètre en lumière incohérente sensible à la phase 95

II- Interféromètre optique en lumière incohérente sensible à la phase du LNE : PS-OLCI 97

1- Description détaillée du montage PS-OLCI 97
1.1- Schéma du montage PS-OLCI 97
1.2- Source lumineuse de l'interféromètre en lumière incohérente 98
1.3- Différence de chemin optique entre les deux bras de l'interféromètre en lumière incohérente 99
1.4- Echantillonnage spatial 99
1.5- Etage de détection et acquisition des données 100
2- Analyse et exploitation des mesures PS-OLCI 100
2.1- Interférogrammes brutes mesurés avec le dispositif PS-OLCI et distances optiques 100
2.2- Extraction de la réflectivité ou de la transmissivité complexe dans le domaine spectral 101

B- Adaptation du dispositif PS-OLCI à la caractérisation de microrésonateurs optiques 103

I- Système d'injection dans le microrésonateur 103

II- Configuration du dispositif 104

III- contrôle de la polarisation de la lumière injectée dans le composant 105

1- Fibre biréfringente à maintien de polarisation (PM) 106
2- Séparateur de polarisation 107

IV- Augmentation de la cadence d'acquisition 109

CONCLUSION 111

BIBLIOGRAPHIE 112

Chapitre III
Nouvelle technique de caractérisation des microrésonateurs : PS-OLCI

Introduction :

Le besoin croissant de composants optiques dans le domaine des télécommunications optiques et l'intégration progressive de l'optique dans l'électronique traditionnelle ont engendré une émergence de solutions technologiques très variées imposant une évolution des composants photoniques. Des techniques de caractérisation fiables et précises sont alors indispensables pour mener une analyse approfondie des performances et déterminer les caractéristiques de ces composants. Généralement, ces performances sont évaluées en introduisant la mesure du composant dans un outil de simulation numérique. Cependant, la simulation numérique, bien que nécessaire pour la compréhension des phénomènes physiques, ne permet pas de prévoir le comportement exact du signal optique à l'intérieur du composant lorsqu'il y a des imperfections de la structure du composant ou encore des inhomogénéités dans les matériaux utilisés pour le réaliser. Une analyse non destructive des composants s'avère, par conséquent, fondamentale pour l'appréciation de leurs performances et de leurs défauts. Plusieurs outils d'investigation, basés sur le principe de la réflectométrie, ont été à ce jour proposés. Parmi ces outils, les réflectomètres dans les domaines du temps, de la fréquence et de la cohérence présentent les caractéristiques les plus intéressantes.

La réflectométrie optique dans le domaine temporel (OTDR, de l'anglais Optical Time Domain Reflectometer), est une technique de mesure très utilisée pour analyser les lignes de transmission optiques à grande distance. Son principe consiste à enregistrer la puissance optique réfléchie le long de la ligne en fonction du temps, répertoriant ainsi les caractéristiques des événements optiques produits lors de la propagation. Cet enregistrement inclus les pertes linéiques ou atténuations d'une extrémité à une autre de la fibre, les réflexions de Rayleigh, les imperfections de soudure, les connexions, les épissures et les courbures. Malgré ce large éventail de paramètres mesurables avec cette technique, la limitation de sa résolution spatiale à quelques centimètres et sa faible dynamique de détection (inférieure à 60 dB)[III.1,III.2] entravent suffisamment son exactitude en vue de l'analyse des composants photoniques.

L'utilisation de la réflectométrie optique dans le domaine fréquentiel (OFDR, de l'anglais Optical Frequency Domain Reflectometer)[III.3,III.4] représente une solution alternative pour palier la résolution spatiale et la dynamique limitées des techniques OTDR. Dans cette technique, le signal détecté, correspond aux réponses spectrales des réflections localisées le long du composant testé. La réponse temporelle est par conséquent obtenue au moyen d'un algorithme de Fourier. Contrairement aux techniques OTDR, les techniques OFDR possèdent une grande dynamique de mesure, allant jusqu'à plus de 150 dB[III.5], liée au fait que les signaux réfléchis sont mesurés autour d'une bande spectrale étroite. Cette caractéristique permet ainsi d'améliorer l'incertitude de mesure.

Quant à la réflectométrie optique dans le domaine de la cohérence ou à faible cohérence (OLCR, de l'anglais Optical Low Coherence Reflectometer), décrite dans ce chapitre, elle a significativement amélioré la résolution spatiale et la dynamique des mesures. Des réflexions séparées d'environ 10 µm peuvent être identifiées et quantifiées[III.6]. Son application à l'étude des composants photoniques est donc possible et des résultats prometteurs ont déjà été publiés[III.6,III.7,III.8,III.9,III.10], confirmant ainsi la pertinence de cette technique parmi les outils d'investigation connus.

Dans ce chapitre est d'abord présenté le principe de fonctionnement de l'OLCR conventionnel. Le montage OLCR sensible à la phase (PS-OLCR pour Phase Sensitive OLCR) développé par le LNE est ensuite présenté et ses avantages par rapport à l'OLCR conventionnel sont mis en évidence, ainsi que les outils mathématiques nécessaires pour l'exploitation des données expérimentales. Enfin, la seconde partie de ce chapitre décrit les différentes évolutions de notre banc expérimental de caractérisation. Ces évolutions tiennent compte des problèmes expérimentaux rencontrés tout au long de cette étude destinée à adapter le dispositif PS-OLCR pour caractériser les microrésonateurs. Une brève description des différentes améliorations apportées au système d'injection du dispositif PS-OLCI est reportée. Puis, sont présentés les avantages et inconvénients des différentes configurations du banc PS-OLCRou PS-OLCI (pour Phase Sensitive Optical Low Coherence Interferometry) utilisées.

A- Présentation générale

I- Réflectométre de Michelson

La réflectométrie optique à faible cohérence est basée sur une technique d'interférométrie dont le principe réside dans l'interféromètre développé par Albert Abraham Michelson en 1887, abusivement appelé parfois le Michelson. Dans les paragraphes suivants seront présentés en détail le principe de cet interféromètre et l'influence du profil spectral de la source lumineuse utilisée (introduisant la notion de résolution spatiale).

1- Principe d'un réflectomètre de Michelson

Le réflectomètre ou l'interféromètre **de Michelson** est un dispositif optique qui produit des interférences par division d'amplitude. Il est essentiellement constitué d'une source lumineuse, d'une lame séparatrice, de deux miroirs, l'un fixe et l'autre mobile, et d'un détecteur. Le montage le plus simple de ce réflectomètre est représenté sur la Figure III 1. Le bras de ce dispositif que l'on appelle bras de test ou de mesure est celui dans lequel est inséré le composant sous test (DUT, de l'anglais Device Under Test). Dans l'autre bras, appelé bras de référence, se trouve un miroir mobile dont le rôle est de varier la différence de chemin optique entre les deux bras de l'interféromètre afin de sonder les réflexions dans le DUT.

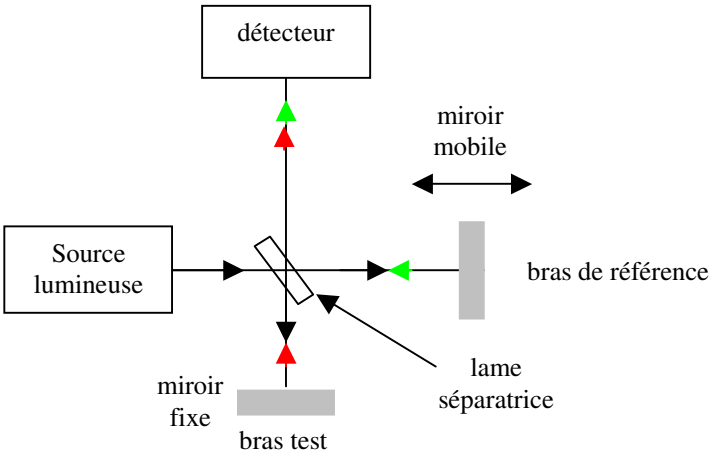


Figure III 1: Représentation schématique d'un réflectomètre de Michelson.

L'onde lumineuse issue de la source est divisée en deux par la lame séparatrice. Les deux faisceaux ainsi créés se réfléchissent respectivement sur le miroir fixe et sur le miroir mobile, puis viennent interférer sur le détecteur. On enregistre un interférogramme, résultant de cette

recombinaison, en faisant varier la longueur du bras de référence modifiant ainsi la différence de chemin optique entre les deux bras c'est à dire la différence de marche entre les deux faisceaux. En fait, il n'y a des interférences constructives que lorsque cette différence de marche est inférieure à la longueur de cohérence l_c de la source.

2- Influence de la source sur la résolution de l'interférogramme

D'une manière générale, la longueur de cohérence l_c d'une source est inversement proportionnelle à la largeur à mi-hauteur $\Delta\lambda$ de son spectre. Elle est définie par :

$$l_c = k\frac{\lambda_0^2}{\Delta\lambda} \qquad \textit{Eq.III 1}$$

où k représente le coefficient de proportionnalité et λ_0 la longueur d'onde centrale de la source.
Dans le cas d'une source à profil rectangulaire et gaussienne, le coefficient de proportionnalité est égal à l'unité et 4log(2)/π, respectivement.
Un point réflecteur dans un DUT engendre un interférogramme de largeur à mi-hauteur l_r. Par conséquent, en l'absence d'effets dispersifs, deux points réflecteurs successifs ne seront résolus par l'OLCR que si leur séparation, définie par la largeur à mi-hauteur de l'interférogramme en fonction de la différence de marche entre les deux bras de l'interféromètre dans le vide, est supérieure à l_r. On définie ainsi la résolution spatiale. Cette résolution spatiale dépend principalement de la longueur de cohérence de la source utilisée. Comme la résolution spatiale tient compte du trajet aller-retour de la lumière dans les bras du réflectomètre, elle correspond à la moitié de la longueur de cohérence l_c de la source, corrigée par l'indice de groupe n_g du DUT. Ainsi, la valeur théorique de l_r est donnée par :

$$l_r = \frac{l_c}{2n_g} \qquad \textit{Eq.III 2}$$

Il est alors évident que la résolution spatiale s'affine lorsque la longueur de cohérence de la source diminue d'où l'intérêt de l'OLCR du fait de la largeur de sa source. En effet, une source à spectre large permet à la fois de résoudre spatialement des réflectogrammes et de couvrir une plage spectrale suffisamment étendue pour analyser les composants photoniques actuels.

2.1- Réflectomètre de Michelson en lumière cohérente

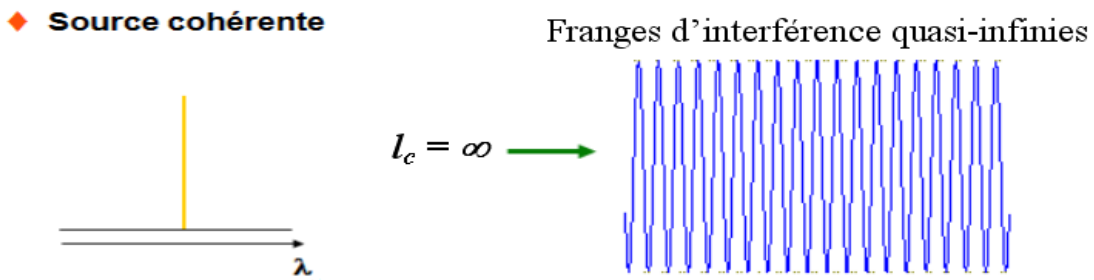


Figure III 2 : Représentation schématique de la relation entre la largeur du spectre de la source, sa longueur de cohérence et la résolution des interférogrammes.

Si le réflectomètre de Michelson est éclairé par une source ponctuelle (source monochromatique ou cohérente caractérisée par une grande longueur de cohérence : théoriquement $l_c = \infty$), comme par exemple un laser hélium-néon, les interférences sont

visibles dans toute la zone de recouvrement des faisceaux : on dit que **les interférences ne sont pas localisées** (Figure III 2).

2.2- Réflectomètre de Michelson en lumière incohérente

Si le réflectomètre de Michelson est éclairé par une source large (source faiblement cohérente caractérisée par une faible longueur de cohérence), comme par exemple une source blanche, les interférences ne sont pas brouillées mais **très localisées** (Figure III 3).

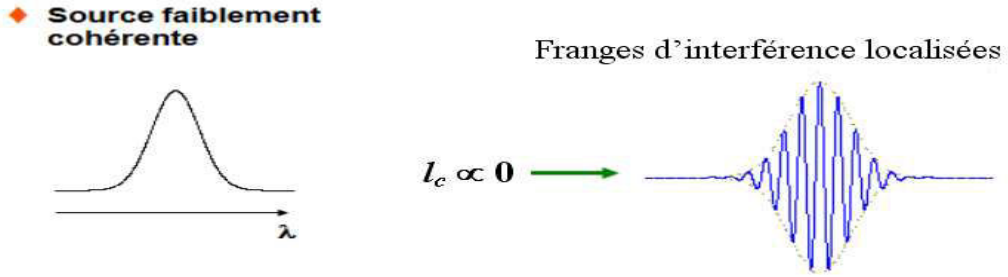


Figure III 3 : Représentation schématique de la relation entre la largeur du spectre de la source, sa longueur de cohérence et la résolution des interférogrammes.

Le réflectomètre optique à faible cohérence est une technique de mesure non destructive utilisée pour étudier les propriétés des composants optiques. Cette technique, possédant une très bonne résolution et une grande sensibilité, a été proposée à la fin des années 80 par Takada et al[III.7], Youngquist et al. [III.8] et Gilgen et al.[III.9]. Des résultats expérimentaux encourageants, obtenus à l'aide de ce dispositif, sont régulièrement publiées[III.6,III.,8,III.9,III.10,III.11,III.12], positionnant l'OLCR comme un outil de caractérisation et d'investigation très avantageux à tous les niveaux du développement des composants photoniques, de la conception jusqu'à la mise en oeuvre. De ce fait, la pertinence des phénomènes mis en évidence avec cet outil révèle son importance incontestable dans la conception, la réalisation et la caractérisation de composants.

3- Distinction entre réflectomètre et interféromètre en lumière incohérente

Certains interféromètres de Michelson présentent l'avantage de fonctionner en mode réflexion ou et en mode transmission. Ce qui leurs vaut l'appellation générale interféromètre optique à faible cohérence (OLCI, de l'anglais Optical Low Coherence Interferometer).

3.1- Mode réflexion : OLCR

La Figure III 4 représente le schéma de principe de l'OLCR en mode réflexion. Le champ électromagnétique $E(t)$ issu de la source est divisé en deux parties par le coupleur. Une partie du champ, $E_1(t)$, parcourt le bras de référence puis est réfléchie par le miroir mobile. L'autre partie du champ, $E_2(t)$, traverse le bras test pour être ensuite réfléchie par les points réflecteurs du composant sous test. Les deux champs réfléchis se recombinent sur le détecteur et l'on enregistre des interférogrammes $I(x)$ en fonction du déplacement x du miroir mobile.

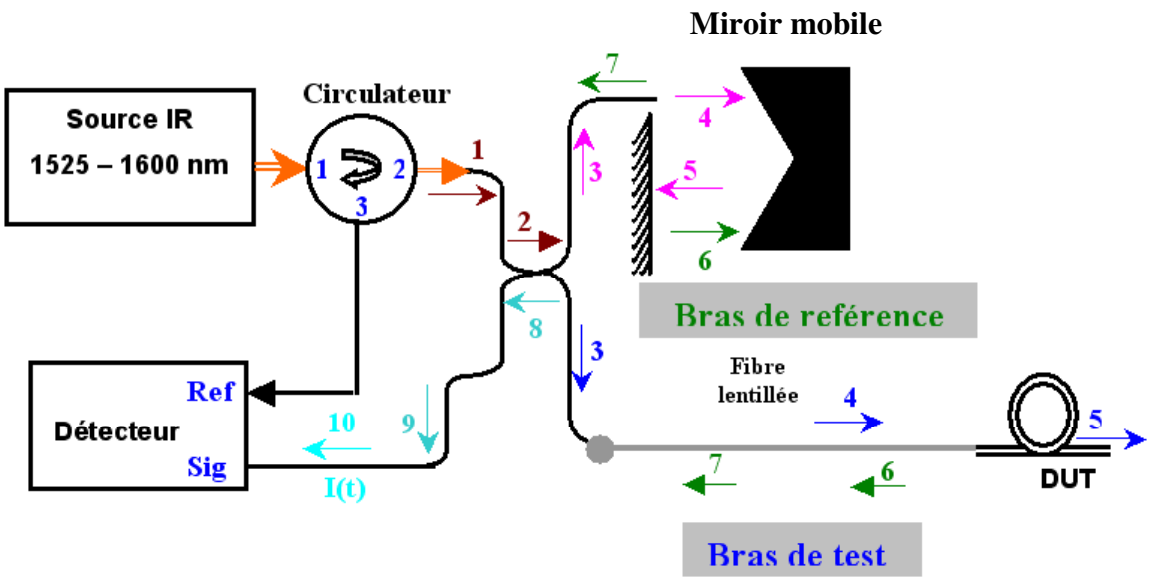


Figure III 4 : Schéma de principe de l'interféromètre de Michelson en lumière incohérente du LNE, en mode réflexion.

3.2- Mode transmission : OLCI

La Figure III 5 représente le schéma de principe de l'OLCR en mode transmission. Dans cette configuration, le trajet du bras de référence reste identique à celui du mode réflexion. En revanche, dans le bras test, on ne considère plus le champ réfléchi par les points réflecteurs du composant mais celui transmis dans le composant. Ainsi, on considère l'interférence, sur le détecteur, entre le champ réfléchi par le miroir mobile et celui transmis $E_2(t)$ dans le composant.

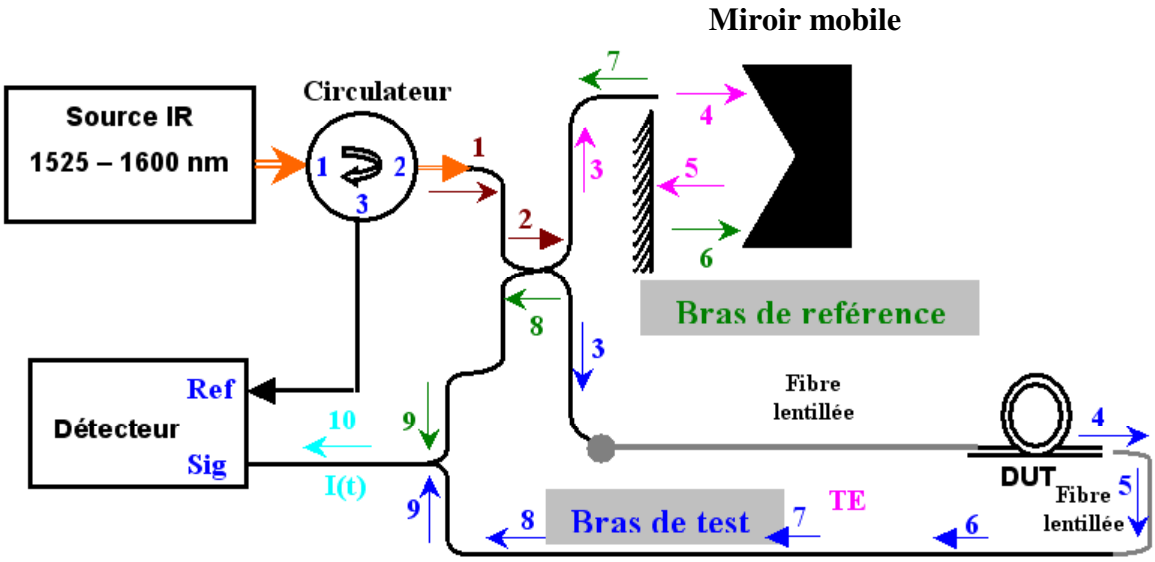


Figure III 5: Schéma de principe de l'interféromètre de Michelson en lumière incohérente du LNE en mode transmission.

4- Interféromètre en lumière incohérente sensible à la phase

Dans la littérature scientifique, deux types d'interféromètres optiques à faible cohérence sont identifiés : l'interféromètre dit conventionnel où seule l'enveloppe de l'interférogramme est mesurée, et l'interféromètre sensible à la phase. Le premier est un cas particulier du deuxième. La majorité des interféromètres à faible cohérence disponibles sur le marché ne permettent que la détection de l'enveloppe de l'interférogramme, limitant ainsi la gamme des paramètres mesurables d'un composant. Voici quelques exemples typiques de mesures accessibles avec un réflectomètre ou interféromètre conventionnel :

- pertes d'insertion dans des composants utilisés dans le multiplexage en longueur d'onde[III.10],
- mesure d'un courant de fuite dans un composant actif[III.11,III.12],
- amplitude de la modulation d'indice dans un réseau de Bragg[III.6],
- réflectivité des facettes et pertes dans un guide d'onde[III.13,III.14],
- etc.

Des études théorique visant à généraliser le principe de l'interféromètre à faible cohérence ont déjà été proposées, surtout la mise en évidence de la relation par transformée de Fourier existant entre l'interférogramme obtenu avec ce dispositif et la réflectivité complexe ou le coefficient de transmission complexe du composant[III.15,III.16]. Il en résulte que dans un montage OLCI, le champ optique émis par la source peut être écrit de façon générale sous la forme suivante :

$$E(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} \sqrt{S(v)} \exp[j(2\pi vt + \varphi(v))]dv \qquad \textit{Eq.III 3}$$

où v représente la fréquence, $S(v)$ la densité spectrale de puissance de la source et $\varphi(v)$ la phase.

En absence d'effets dispersifs et après avoir parcouru le bras de référence, un retard t_1 s'ajoute au champ $E_1(t)$, qui s'écrit alors :

$$E_1(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} \sqrt{S(v)} \exp(j\{2\pi v[t - t_1] + \varphi(v)\})dv \qquad \textit{Eq.III 4}$$

Dans le bras de test, le champ optique $E_2(t)$ est soumis à la réflectivité $r(v)$ ou au coefficient de transmission $T(v)$ du composant sous test et un retard t_2 égal au temps de parcourt dans le bras de test est introduit dans l'expression des champs :

- ✓ En mode réflexion, le champ réfléchi par le DUT est de la forme :

$$E_2(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} \sqrt{S(v)} r(v) \exp(j\{2\pi v[t - t_2] + \varphi(v)\})dv \qquad \textit{Eq.III 5}$$

- ✓ En mode transmission, le champ transmis dans le DUT est de la forme :

$$E_2(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} \sqrt{S(v)} T(v) \exp(j\{2\pi v[t - t_2] + \varphi(v)\})dv \qquad \textit{Eq.III 6}$$

L'interférogramme détecté, correspondant à la recombinaison des champs du bras de test et de celui du bras de référence, est donné par :

$$I(t) = \left\langle \left(E_1(t) + E_2(t)\right)^2 \right\rangle = \left\langle E_1(t)E_1(t)^* \right\rangle + \left\langle E_2(t)E_2(t)^* \right\rangle + 2\,\mathrm{Re}\left\langle E_1(t)^* E_2(t) \right\rangle \qquad \textit{Eq.III 7}$$

Les termes $E_1(t)E_1(t)^*$ et $E_2(t)E_2(t)^*$, indépendants de la différence de marche, représentent la composante continue de l'intensité détectée. Ils seront négligés dans la suite du calcul.

Cependant, en pratique, ils contribuent au niveau de bruit. L'intensité $I(t)$, filtrée de la composante continue, est donc définie par :

$$I(t) = 2\,\mathrm{Re}\left\langle E_1(t)^* E_2(t)\right\rangle \qquad \textit{Eq.III 8}$$

où Re représente la fonction partie réelle.
En remplaçant $E_1(t)$ et $E_2(t)$ par leur expression, et la différence de marche entre les deux bras de l'interféromètre par $x = c(t_2 - t_1)$, on exprime $I(t)$ en fonction du déplacement par :

$$I(x) = 2\,\mathrm{Re}\left\{\int_{-\infty}^{+\infty} S(v)X(v)\exp\left(-j2\pi v\frac{x}{c}\right)dv\right\} \qquad \textit{Eq.III 9}$$

avec $X(v) = r(v)$ pour une mesure en mode réflexion ou $X(v) = T(v)$ pour une mesure en mode transmission et c la célérité ou la vitesse de la lumière dans le vide.

Cette relation montre clairement que l'interférogramme mesuré, correspond à la partie réelle de la transformée de Fourier du produit du spectre de la source par le coefficient de réflexion ou de transmission complexe du composant testé. La recombinaison des deux champs produit des interférences constructives lorsque la différence de marche x est inférieure à la longueur de cohérence l_c de la source.
De l'expression de l'interférogramme obtenu à l'aide d'un dispositif PS-OLCI, peut être déduite celle de l'OLCI conventionnel dans lequel seule l'enveloppe de l'interférogramme est mesurée :

$$I(x) = \left|\int_{-\infty}^{+\infty} S(v)X(v)\exp\left(-j2\pi v\frac{x}{c}\right)dv\right| \qquad \textit{Eq.III 10}$$

De façon générale, pour un composant ayant un indice de réfraction n, la différence de marche x est de : $x = \dfrac{c(t_2 - t_1)}{n}$. De cette relation sont déduites les expressions de la différence de marche d'un OLCI conventionnel et d'un PS-OLCI :

- ✓ Un PS-OLCI donnant accès à l'indice de phase n_{eff} des modes guidés, il est utilisé pour déterminer la différence de marche : $x = \dfrac{c(t_2 - t_1)}{n_{eff}}$
- ✓ Un OLCI conventionnel ne donnant pas accès à l'indice de phase n_{eff}, l'on considère l'indice effectif de groupe n_g du mode guidé, pour exprimer la différence de marche : $x = \dfrac{c(t_2 - t_1)}{n_g}$.

Dans le dispositif expérimental d'un interféromètre conventionnel, seule l'enveloppe de $I(x)$ est obtenue car uniquement la puissance en sortie du composant en fonction de la distance optique est mesurée. Or, d'après l'équation 9, l'interférogramme comprend également des informations dans le domaine spectral : le module et la phase[III.17,III.18] par transformée de Fourier. Afin d'avoir accès à ces informations, le montage d'un interféromètre sensible à la phase doit comprend un étage supplémentaire de comptage du système de frange d'interférence contenu dans $I(x)$ lui permettant de procéder à une transformée de Fourier.

II- Interféromètre optique en lumière incohérente sensible à la phase du LNE : PS-OLCI

Le dispositif développé par le LNE est fondamentalement un réflectomètre de Michelson, en grande partie fibré, illuminé par une source blanche (BBS, pour Broad Band Source). Il est constitué d'un coupleur remplaçant la lame séparatrice, d'un miroir mobile dans l'un des bras et le composant sous test dans l'autre[III.19].

1- Description détaillée du montage PS-OLCI

1.1- Schéma du montage PS-OLCI

Le schéma fonctionnel de l'interféromètre optique à faible cohérence sensible à la phase développé au LNE est représenté en Figure III 6 et sa photographie en Figure III 7. Ce dispositif est constitué de deux interféromètres de Michelson ayant en commun le miroir mobile du bras de référence se déplaçant sur coussin d'air : un en lumière incohérente et l'autre en lumière cohérente. Le signal périodique, correspondant à des interférences quasi-infinie, obtenu à la sortie de l'interféromètre en lumière cohérente est utilisé comme horloge spatiale pour effectuer un échantillonnage spatial très régulier du signal issu de l'interféromètre en lumière incohérente. Cet échantillonnage spatial permet de réaliser une transformée de Fourier sur les données spatiales obtenues à la sortie de l'interféromètre en lumière incohérente afin d'obtenir des informations dans le domaine spectral et notamment sur la phase du signal.

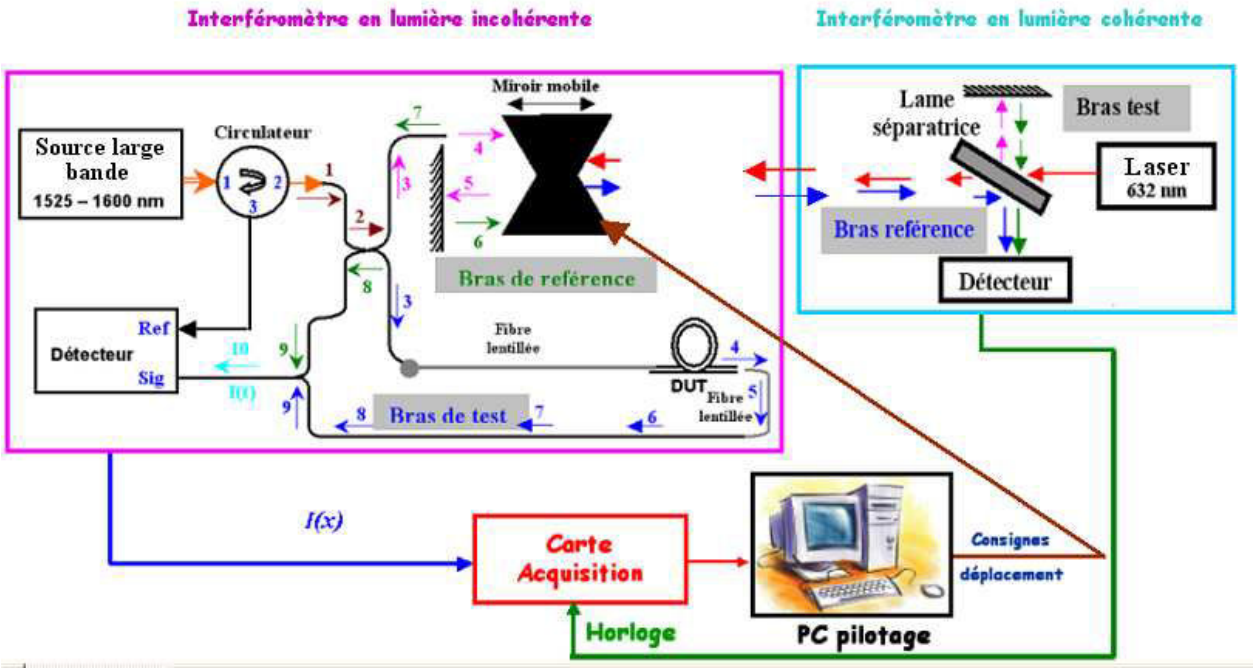


Figure III 6 : Schéma de principe de l'interféromètre de Michelson en lumière incohérente sensible à la phase du LNE : PS-OLCI (mode transmission).

Figure III 7 : Photographie du dispositif expérimental PS-OLCI développé au LNE.

1.2- Source lumineuse de l'interféromètre en lumière incohérente

Comme le montre la Figure III 8, la source large spectralement (BBS pour « Broad Band Source ») utilisée au LNE est de type ASE (Amplified Spontaneous Emission). Elle est centrée autour de la longueur d'onde moyenne λ_{moy} = 1566 nm (v_0 = 191.434 THz ou σ_{moy} = 6,386x10^{-4} nm^{-1}) et sa largeur à mi-hauteur est estimée à $\Delta\lambda$ =80,5 nm (Δv = 9,85 THz ou $\Delta\sigma$= 3,285x10^{-5} nm^{-1}). Sa densité spectrale de puissance (DSP), $S(v)$, se rapproche d'un spectre rectangulaire définie par[III.20] :

$$S(v) = \frac{1}{\Delta v}\begin{cases} K, & v_0 - \frac{\Delta v}{2} \le v \le v_0 + \frac{\Delta v}{2} \\ 0, & v < v_0 - \frac{\Delta v}{2} \;\&\; v > v_0 + \frac{\Delta v}{2} \end{cases} \qquad \textit{Eq.III 11}$$

où σ est le nombre d'onde, K la puissance centrale de la source.
La résolution spatiale de ce montage dans l'air peut donc être estimée à $l_r \approx 15$ µm.

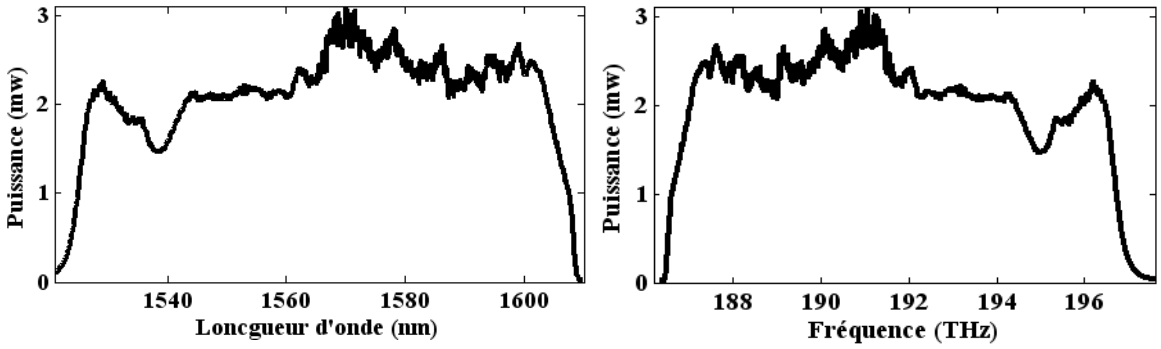


Figure III 8: Spectres de la source ASE large bande composant l'OLCR du LNE.

1.3- Différence de chemin optique

Déterminer la différence de chemin optique ou différence de marche δ entre les deux bras de l'OLCI revient à établir les expressions des différents retards ajoutés aux différents champs après avoir parcouru chaque bras.
Dans le bras de référence, un retard de $2n_{air_BBS}L_{air}/c$ s'ajoute après avoir parcouru une distance L_{air} dans l'air, avec n_{air_BBS} l'indice de l'air à la longueur d'onde de la source. Dans le bras de test, le retard est de $2(n_{DUT}L_{DUT}+n_fL_f)/c$ en mode réflexion et de $(n_{DUT}L_{DUT}+n_fL_f)/c$ en mode transmission. L_{DUT} et L_f représentent les distances physiques parcourues par la lumière dans l'échantillon testé et dans la fibre respectivement.
La différence de chemin optique ainsi obtenue est définie par :

- ✓ En mode réflexion :

$$\delta = 2\left(n_{air_BBS}L_{air_BBS} - (n_{DUT}L_{DUT} + n_f L_f)\right) \qquad \textit{Eq.III 12}$$

- ✓ En mode transmission :

$$\delta = 2n_{air_BBS}L_{air_BBS} - (n_{DUT}L_{DUT} + n_f L_f) \qquad \textit{Eq.III 13}$$

Dans ces équations, le facteur 2 représente l'aller-retour du faisceau dans un bras de l'interféromètre. Le montage du bras de référence comprend un miroir plan face à un coin de cube mobile, permettant de replier le faisceau de sorte que :

$$L_{air_BBS} = 2L_{chariot} \qquad \textit{Eq.III 14}$$

où $L_{chariot}$ est le déplacement du chariot sur coussin d'air i.e. du miroir mobile du bras de référence. Autour de la position de différence de marche nulle, dans un mode comme dans l'autre, on a donc:

$$\delta = 4n_{air_BBS}\delta x \qquad \textit{Eq.III 15}$$

où δx est un petit déplacement du chariot autour de la position de différence de marche nulle.

1.4- Echantillonnage spatial

La réalisation d'un OLCI sensible à la phase impose un contrôle très précis de la position du miroir mobile et du pas d'échantillonnage. Pour ce faire, le signal issu de l'interféromètre en lumière cohérente est utilisé comme horloge spatiale pour échantillonner de façon régulière le signal issu de l'OLCI. Afin d'assurer une fréquence d'échantillonnage fixe tout le long de l'acquisition, le laser hélium-néon (He-Ne) de l'interféromètre en lumière cohérente doit être stabilisé en fréquence. Cela permet de discrétiser de façon très régulière les données issues de l'OLCI. Par ailleurs, l'utilisation d'un moteur sur coussin d'air permet de réduire au maximum les vibrations.
De plus, le respect du théorème de Shannon est nécessaire. Ce théorème s'énonce ainsi : afin d'éviter tout problème de repliement spectral et de chevauchement, la fréquence d'échantillonnage doit être supérieure ou égale au double de la fréquence maximale du signal à échantillonner. Ceci implique que la période d'échantillonnage spatiale Δx soit limitée par $\Delta x \leq \lambda_{BBS}/2$. La fréquence maximale de la source blanche utilisée correspond à la longueur d'onde de 1525 nm, soit $\Delta x \leq 762{,}5$ nm dans le cas du montage développé au LNE. Le faisceau lumineux issu du laser He-Ne utilisé, dont la longueur d'onde est égale à $\lambda_{He\text{-}Ne}$ = 632,8 nm, est replié 8 fois. Ceci fixe la période spatiale d'échantillonnage Δx à $\lambda_{He\text{-}Ne}$ /8 soit 79,1 nm. La période d'échantillonnage obtenue est donc en très bon accord avec le théorème de Shannon.

1.5- Etage de détection et acquisition des données

Le signal d'interférence issu de la recombinaison des deux bras de l'OLCI, étant faible par rapport au niveau du bruit, il est mesuré à l'aide d'un détecteur différentiel qui permet non seulement d'atténuer le bruit d'intensité relatif et d'éliminer la composante continue mais aussi de filtrer toutes fréquences parasites ne résultant pas de l'interférence.
L'acquisition du signal par un ordinateur se fait avec une carte d'acquisition disposant d'un convertisseur analogique-numérique dont la résolution est de 12 bits, ce qui veut dire que le convertisseur discrétise le signal d'entrée en 2^{12} divisions, quantification largement suffisante pour fournir une représentation précise du signal analogique. La fréquence d'échantillonnage est fournie par une horloge externe provenant de l'interféromètre en lumière cohérente décrit ci-dessus. Le banc de mesure PS-OLCI est entièrement contrôlé par ordinateur au moyen d'un programme réalisé sous LabView ou LINUX temps réel. Ce programme permet de configurer le déplacement du miroir mobile, de lancer l'acquisition, de tracer et d'afficher l'interférogramme et de sauvegarder les données.

2- Analyse et exploitation des mesures PS-OLCI

Le module et la phase de l'interférogramme étant contenus dans le système de franges d'interférence, leur extraction requiert l'utilisation de certains outils mathématiques comme la transformée la transformée de Fourier.
Les mesures PS-OLCI, en mode réflexion, effectuées sur un guide rectiligne en SU-8 de longueur physique $L_{physique}$ = 15,5 mm, de largeur w = 4 µm et de hauteur h = 2 µm présentant un défaut de réalisation (Figure III 9), sont exploitées pour détailler le principe d'extraction des performances spatiales et spectrales.

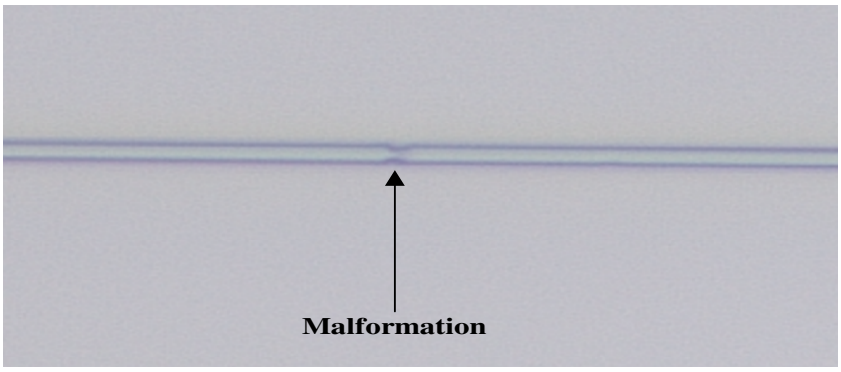


Figure III 9 : Photographie détaillée d'un guide rectiligne en SU8 (zoom sur la zone de défaut dans le guide).

2.1- Interférogrammes brutes mesurés avec le dispositif PS-OLCI et distances optiques

La Figure III 10 représente les interférogrammes expérimentaux obtenus par PS-OLCI avec le guide rectiligne décrit précédemment. Le premier interférogramme correspond à la réflexion sur la face d'entrée du guide, le second à la réflexion engendrée par le défaut de fabrication et le dernier interférogramme à la réflexion sur la face de sortie. La distance entre le premier pic et le dernier pic correspond au double de la longueur optique $L_{optique}$ (aller-retour) du guide, soit le double du produit $n_g L_{physique}$ où n_g représente l'indice de groupe du mode fondamental guidé à la longueur d'onde centrale de la source (1566 nm dans notre cas).

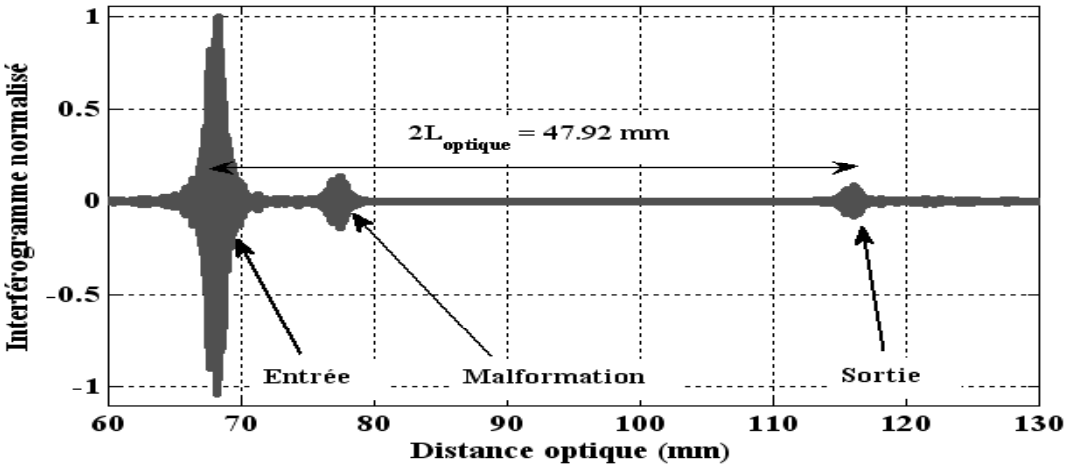


Figure III 10 : Réponse spatiale d'un guide rectiligne en SU8.

En mesurant $L_{physique}$, l'indice de groupe du mode guidé peut être déduit :

$$n_g = \frac{L_{optique}}{L_{physique}} \qquad \textit{Eq.III 16}$$

La valeur de l'indice de groupe obtenue est égale à 1,55. Cette valeur est en accord avec le calcul théorique qui prévoit un indice de groupe de l'ordre de 1,56 à 1566 nm.
La détermination de l'indice de groupe permet par la suite de localiser la position physique du défaut de fabrication, par rapport à l'entrée du guide. Cette position correspond au rapport D/n_g où D représente la distance optique entre l'interférogramme d'entrée et celui de la malformation. La malformation, pour D = 6,2 mm, se situe physiquement à 4 mm de la face d'entrée du guide.
Les amplitudes des interférogrammes peuvent par ailleurs être exploitées pour évaluer les pertes par propagation comme les pertes linéiques qui se manifestent par une décroissance exponentielle de l'amplitude en fonction de la distance (cette évaluation sera détaillée dans le chapitre 5 consacré à la caractérisation des microrésonateurs).
De plus, un traitement numérique de ces mesures, permettant d'extraire des informations dans le domaine spectral, comme la dispersion, est possible. Pour cela, l'utilisation des outils mathématiques comme la transformée de Fourier s'avère nécessaire.

2.2- Extraction de la réflectivité ou de la transmissivité complexe dans le domaine spectral

Dans le paragraphe consacré à la théorie du PS-OLCI, nous avons montré que l'interférograme et la réponse spectrale du composant sont liés par une transformée de Fourier (Eq.III 9). Ainsi, des mesures PS-OLCI peuvent être extraites la réflectivité ou le coefficient de transmission complexe (module $T(v)$ et phase $\varphi(v)$) au moyen d'une transformée de Fourier rapide, permettant de déduire les performances spectrales du composant. Les informations spectrales comme le temps de groupe et la dispersion chromatique, sont obtenues à partir de la dérivée de la phase spectrale $\varphi(v)$.
Le temps de groupe relatif (*GD*, de l'anglais group delay) du composant est calculé en dérivant la phase $\varphi(v)$ de la réflectivité ou du coefficient transmission par rapport à la fréquence :

$$GD = \frac{1}{2\pi}\frac{\partial\varphi(v)}{\partial v} \qquad \textit{Eq.III 17}$$

Ce temps représente la durée de propagation des composantes spectrales du signal optique dans le composant. Quant à la dispersion chromatique (*GVD*, de l'anglais *group velocity*

dispersion), aussi nommée dispersion de vitesse du groupe, elle représente la variation du temps de groupe en fonction de la fréquence ou de la longueur d'onde :

$$GVD = -\frac{v^2}{c}\frac{\partial GD(v)}{\partial v} \qquad \textit{Eq.III 18}$$

Le principe de détermination de la réflectivité ou de la transmission complexe du guide rectiligne testé précédemment, est présenté en Figure III 11. Comme dans le domaine spatial, la détermination des performances spectrales devra prendre en compte les effets de dispersion.

L'enveloppe des interférogrammes est obtenue en appliquant la démarche suivant :

- ✓ calcul de la transformée de Fourier des mesures brutes PS-OLCI
- ✓ sélection du signal utile à partir du module de la transformée de Fourier, à l'aide d'une fenêtre rectangulaire
- ✓ calcul de la transformée de Fourier inverse du spectre filtré.

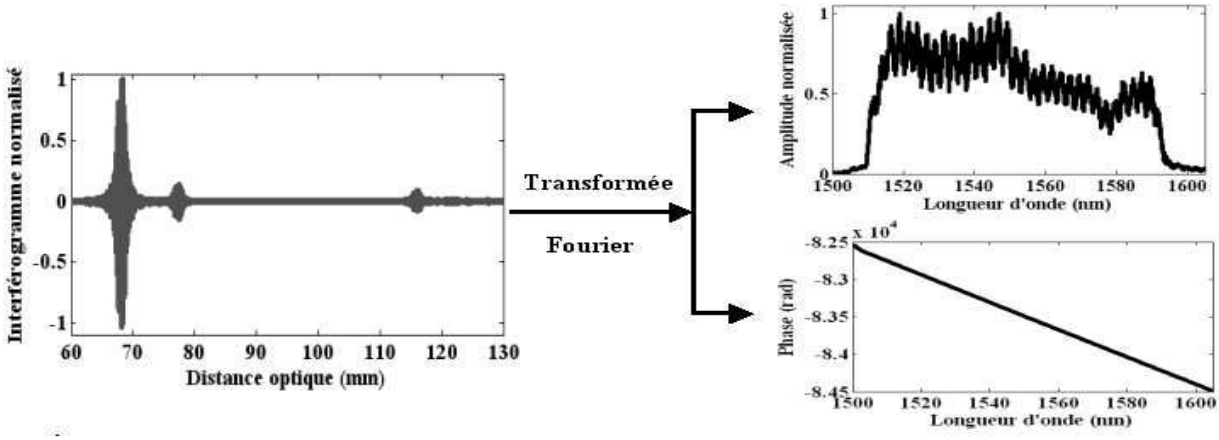


Figure III 11 : Principe d'extraction du module et de la phase des mesures PS-OLCI, dans le domaine spectral, par transformation de Fourier.

Finalement, les mesures PS-OLCI permettent d'évaluer, à partir des mesures spatiales et spectrales, les paramètres de guidage tels que les pertes de propagation, l'indice de groupe, la dispersion, etc.

B- Adaptation du dispositif PS-OLCI à la caractérisation de microrésonateurs optiques

Après avoir présenté le principe de fonctionnement du dispositif interférométrique PS-OLCI, la deuxième partie de ce chapitre décrit les différentes évolutions du banc expérimental du LNE. Ces évolutions tiennent compte des problèmes expérimentaux rencontrés tout au long de cette étude destinée à adapter le dispositif PS-OLCI pour caractériser les microrésonateurs.

I- Système d'injection dans le microrésonateur

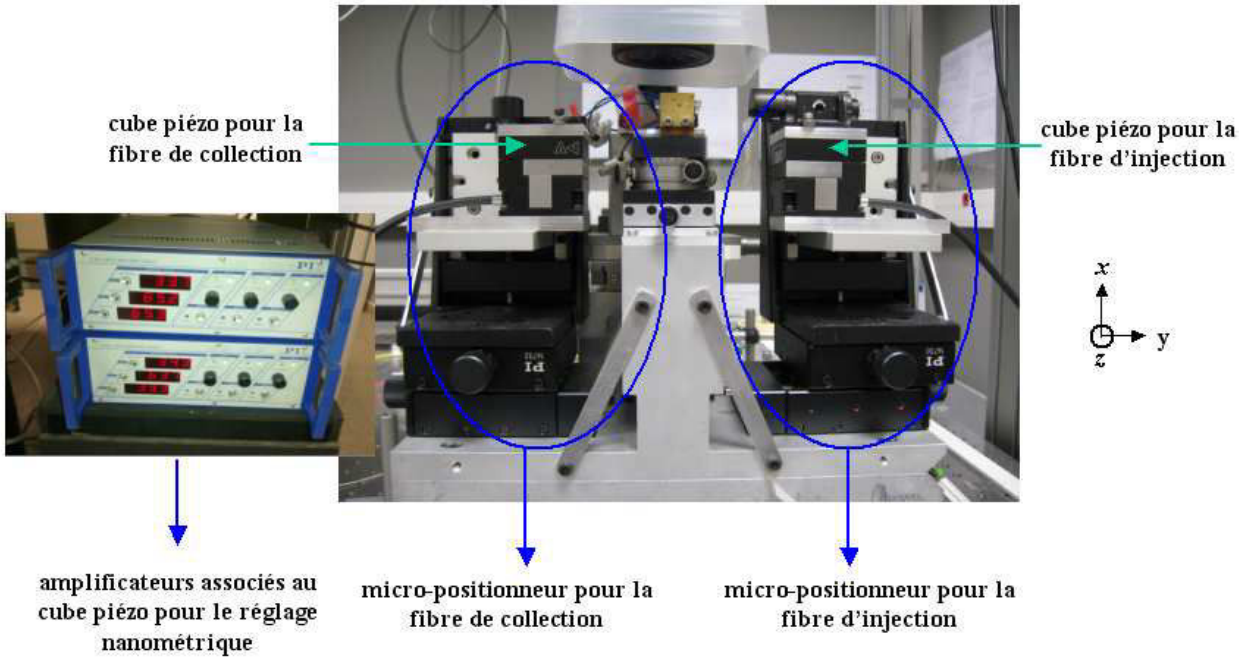


Figure III 12 : Photographie du nouveau système d'injection.

Un montage expérimental destiné à caractériser des composants de taille micrométrique (largeur allant de 1 à 6 µm) doit permettre des réglages très fins pour faciliter le couplage de la lumière dans le composant. Pour injecter la lumière sonde dans le DUT, des études préalables ont montré que la puissance transmise dans le composant en utilisant des fibres lentillées d'injection est 10 fois supérieure à celle obtenue à l'aide d'objectifs de microscope (x20, x40). En plus, un objectif étant constitué de différents dioptres, chacun d'entre eux contribue au signal détecté, perturbant ainsi les mesures. Pour ces différentes raisons, l'injection dans le composant et la collection du faisceau de sortie sont assurées par des fibres lentillées. Des outils d'observations comme une loupe binoculaire de grossissement maximale x450 combinée à une caméra sont utilisées pour faciliter l'injection. Afin d'optimiser l'injection dans le composant, les fibres lentillées sont montées sur un système de nano-positionnement piézo-électrique. Ce système est constitué de micro-positionneurs pour le réglage micrométrique, de cubes piézo-électriques équipés d'un régulateur de position nanométrique, pour le réglage fin. Avec une résolution de 2 nm, ce dispositif (Figure III 12) est largement suffisant pour assurer une injection optimale dans des guides de largeur allant de 1 à 6 µm.

II- Configuration du dispositif

Les premières mesures, effectuées en vue d'adapter notre dispositif PS-OLCI à la caractérisation de microrésonateurs, ont été réalisées en configuration réflexion. Aucun résultat significatif n'a été obtenu car le rapport signal sur bruit dans cette configuration est trop faible, lié à la faible largeur des guides. Nous avons donc décidé de réaliser les expériences en mode transmission[III.21,III.22] puisque le signal transmis est supérieur à celui réfléchi. La Figure III 13 représente le schéma fonctionnel du montage PS-OLCI en transmission initial. Pour permettre la recombinaison des signaux provenant des deux bras de ce montage, nous avons réalisé dans le bras de test un système bouclé, contenant le DUT, à l'aide d'un coupleur 1×2. Afin d'étudier de façon séparée les polarisations TE et TM, un ensemble de polariseurs et de contrôleurs de polarisation ont été introduits dans le montage. Un isolateur évitant que la lumière incidente arrive par les deux extrémités du composant a été inséré dans le bras de test. Un circulateur placé avant la fibre lentillée d'injection, dont la sortie 3 est connectée à un analyseur de polarisation, sert à contrôler l'état de polarisation de la lumière réfléchie par le DUT et les réflexions parasites vers le détecteur (connecteur APC en extrémité de la fibre en sortie 3).

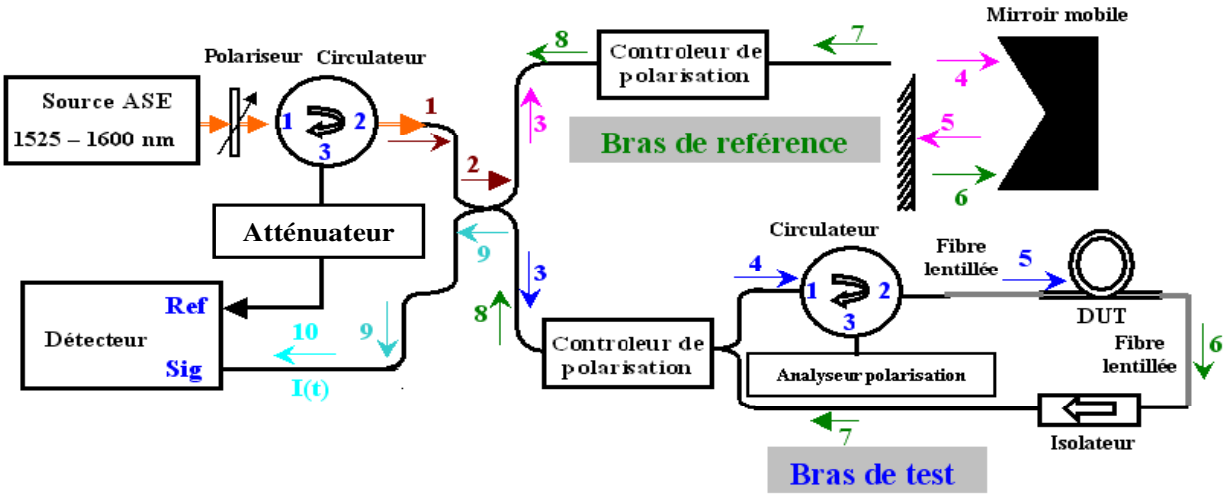


Figure III 13 : Schéma de principe de l'interféromètre en lumière incohérente en mode transmission.

L'étude de l'influence du bon fonctionnement de l'isolateur, réalisé en déconnectant la fibre lentillée d'injection, a montré qu'il laisse passer une partie du signal incident. Celle du circulateur placé avant la fibre d'injection a été effectuée en déconnectant la fibre lentillée de transmission. Elle a montré qu'une partie du signal incident est transmis du bras 2 du circulateur vers le bras 1, ce qui se manifeste par l'observation d'interférogrammes parasites. En conséquence, les performances de l'isolateur et du circulateur ne sont pas suffisantes pour caractériser un microrésonateur, nous avons donc modifier le montage. Le challenge du nouveau montage a été de réaliser une nouvelle boucle permettant la recombinaison des signaux provenant du bras de test et du bras de référence de l'interféromètre sans l'isolateur et le circulateur. Nous avons testé différents montages. Celui qui nous a paru le plus adapté, représenté en Figure III 14, consiste à utiliser un coupleur 1×2 entre les deux bras de l'interféromètre. L'une des sorties du coupleur est connectée au bras de référence et l'autre à la fibre lentillée de collection. Dans cette nouvelle boucle, le signal transmis dans le composant interfère directement avec celui réfléchi dans le bras de référence. Ceci représente un gain de puissance car cette transmission directe évite l'atténuation du signal transmis dans le composant par un passage dans le contrôleur de polarisation placé précédemment avant la boucle. Ce montage nous a permis de visualiser la transmission directe dans le

microrésonateur (premier interférogramme) ainsi que celle après différents tours de cavité (deuxième, troisième,… interférogramme) comme le montre la Figure III 15.

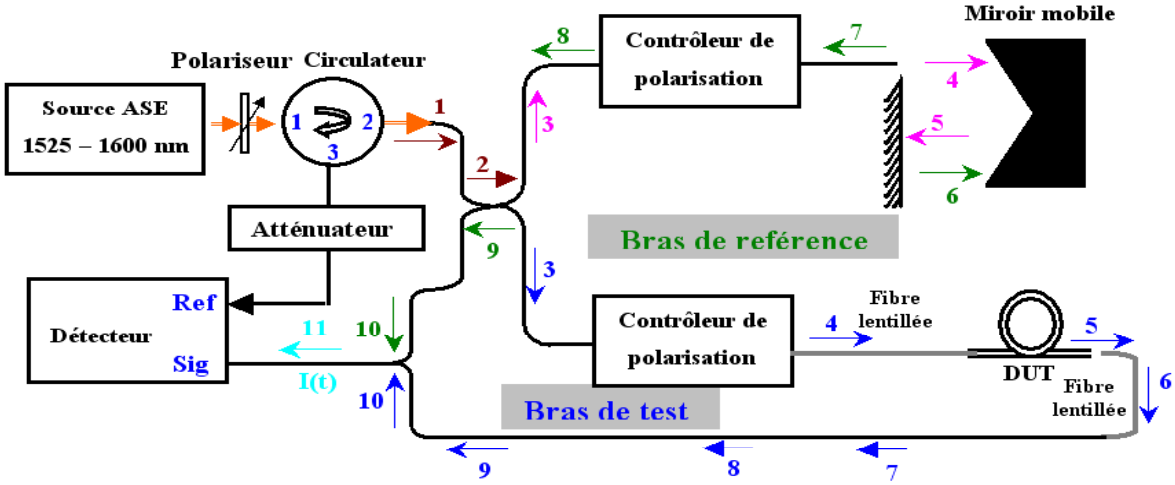


Figure III 14 : Schéma fonctionnel du nouvel interféromètre de Michelson en lumière incohérente du LNE, en transmission.

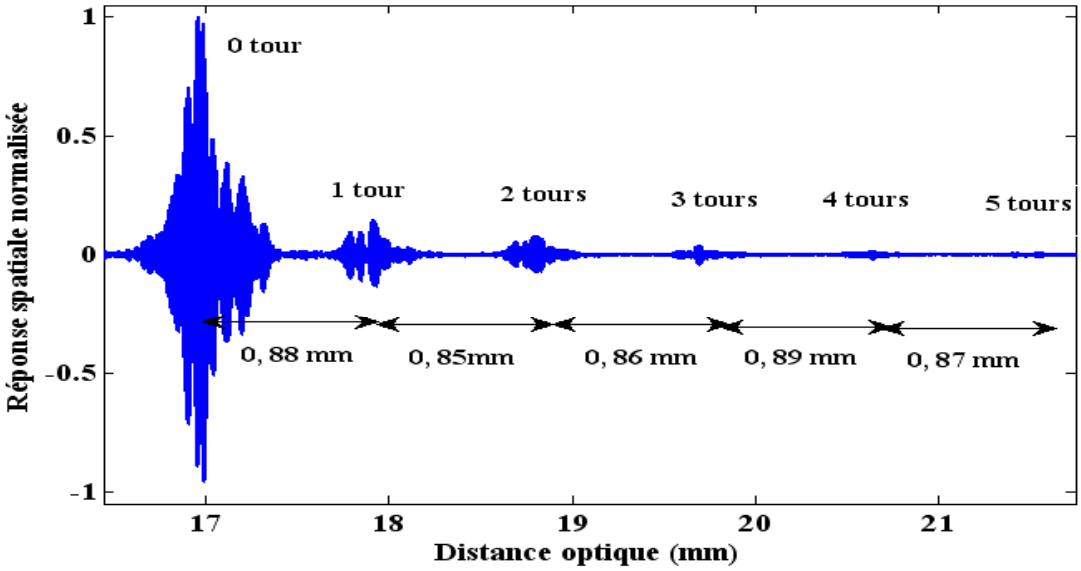


Figure III 15 : Réponse spatiale d'un microrésonateur en forme d'hippodrome de périmètre 566,65 µm.

III- contrôle de la polarisation de la lumière injectée dans le composant

L'observation des interférogrammes ayant effectué des tours de cavité nous a permis de valider la capacité du dispositif PS-OLCI proposé à mesurer la réponse spatiale d'un microrésonateur. Cette étape validée représente la première partie de notre objectif d'adaptation du dispositif PS-OLCI en vue d'étudier les performances spatiales comme la circonférence optique de la cavité ou l'indice de groupe. Afin d'évaluer le niveau de satisfaction de la deuxième partie de notre objectif d'adaptation, représentant l'extraction des performances spectrales, l'amplitude de la réponse spectrale des mesures PS-OLCI, obtenues précédemment, a été comparée avec les mesures spectrales réalisée au LPQM sur le même composant. A ce stade de l'étude, nous nous contentions de régler la polarisation de sorte à injecter une polarisation linéaire dans le composant. Ce qui ne nous permettait pas de distinguer la polarisation TE du TM. La Figure III 16 représente la comparaison entre l'amplitude de la réponse spectrale de la mesure PS-OLCI et les mesures spectrales TE et TM du LPQM. Cette figure montre que les longueurs d'ondes de résonance (les minima des

courbes) ainsi que le contraste de transmission des mesures spectrales (réponses TE et TM) sont bien identifiés. Ce qui n'est pas le cas pour la réponse spectrale de la mesure PS-OLCI. Cette différence est liée à une injection simultanée des modes TE et TM dans le composant. Pour y remédier deux solutions nous ont stratégiquement apparues adaptées :

- Utilisation d'un composant très biréfringent pour introduire un déphase conséquent entre les réponses TE et TM,
- Utilisation d'un séparateur de polarisation TE et TM.

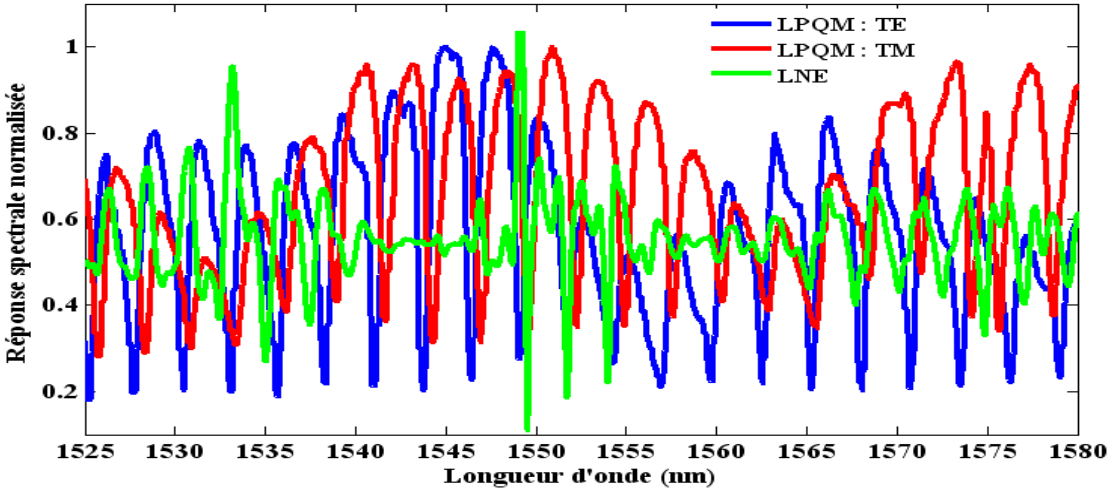


Figure III 16 : Comparaison des mesure PS-OLCI et des mesures en transmission : réponse spectrale d'un microrésonateur en forme d'hippodrome de périmètre 566,65 µm.

1- Fibre biréfringente à maintien de polarisation (PM)

Une fibre à maintien de polarisation est une fibre optique biréfringente dans laquelle lorsqu'une lumière polarisée est injectée, elle se divise suivant les deux axes de la fibre. Les deux composantes ainsi formées se propagent avec des vitesses différentes[III.23]. L'utilisation d'une telle fibre dans le bras de test permet d'introduire un déphasage entre les réponses en polarisation TE et TM[III.21]. Or la résolution spatiale d'un dispositif PS-OLCI dépend fortement de la qualité de compensation de la dispersion chromatique différentielle entre les deux bras. L'une des solutions obtenue après plusieurs essais a été de positionner la fibre à maintien de polarisation juste avant le coupleur 50/50 (Figure III 17).

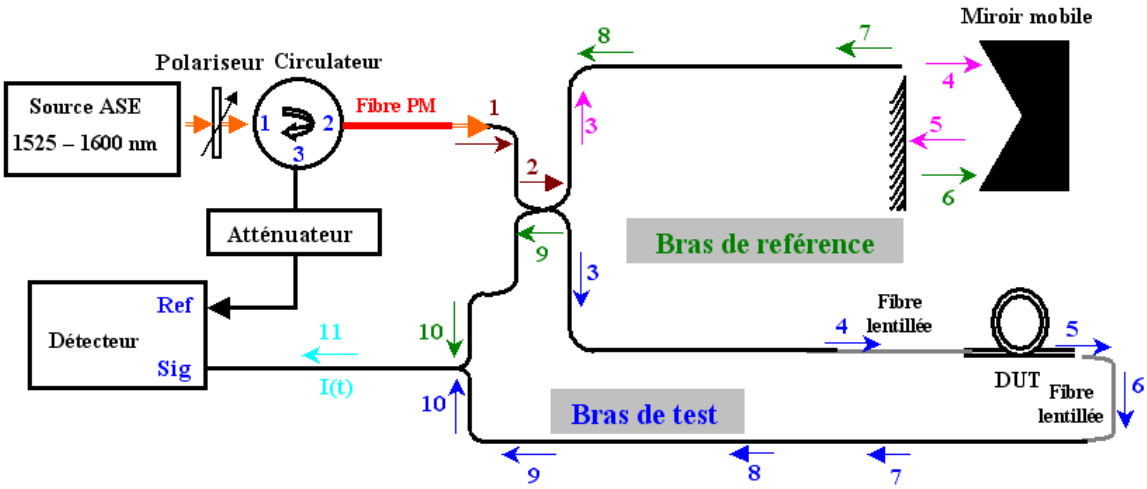


Figure III 17 : Séparation des polarisations TE et TM à l'aide d'une fibre PM.

Sur la Figure III 18, représentant les réponses spatiales obtenues pour différentes longueurs de fibre PM, nous observons un élargissement de la distance entre deux interférogrammes. Or, les performances spectrales d'un microrésonateur (intervalle spectral libre, largeur à mi-hauteur, facteur de qualité, finesse) dépendent fortement de la circonférence de la cavité, donc de la distance optique entre deux interférogrammes. Cet élargissement (lié à la dispersion induite par la fibre PM) ayant une influence directe sur les performances de la cavité, il peut être une source d'erreur pour les applications de biodétection envisagées. Cette solution n'a par conséquent pas été retenue.

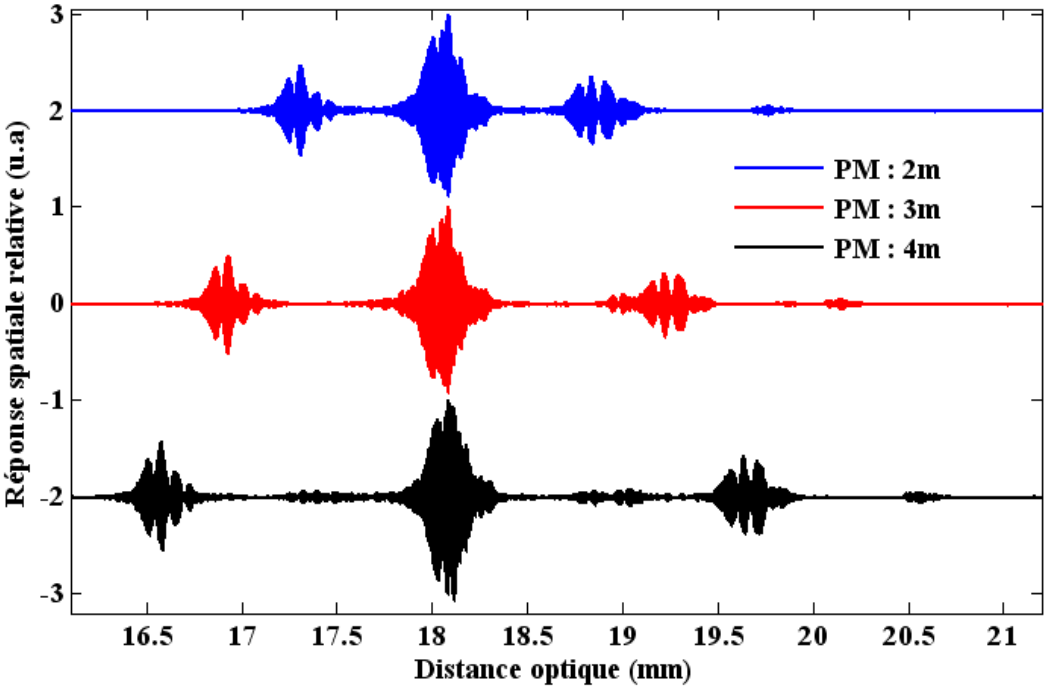
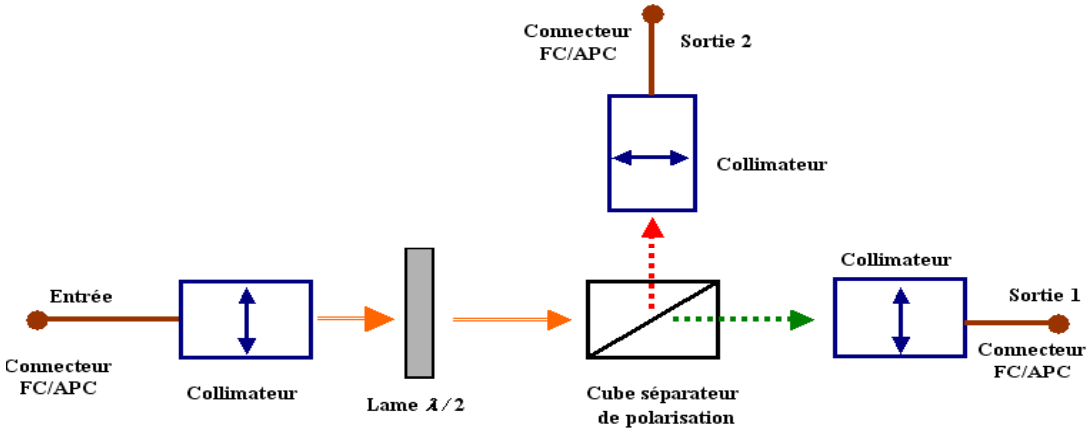


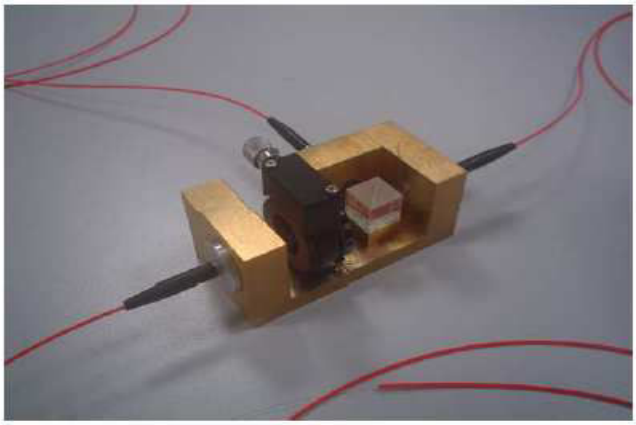
Figure III 18 : Influence de la longueur de la fibre PM sur réponse spatiale d'un microrésonateur.

2- Séparateur de polarisation

Les expériences avec la fibre biréfringente n'ayant pas été satisfaisantes, nous avons proposé une autre méthode de séparation de polarisation. La Figure III 19 représente le schéma de principe du dispositif de séparation de polarisation réalisé. Ce dispositif est constitué d'un ensemble collimateur en sortie de fibre pour assurer le parallélisme des faisceaux, d'une lame demi-onde pour faire tourner la polarisation rectiligne incidente et d'un cube séparateur de polarisation. Ainsi, un faisceau incident de lumière naturelle est transformé par ce dispositif en deux faisceaux de directions différentes, de polarisations linéaires et orthogonales. Ces deux faisceaux ne peuvent donc pas interférer directement entre eux.



(a)



(b)

Figure III 19 : Dispositif de séparation des polarisations TE et TM réalisé pour le banc PS-OLCI : (a) Schéma de principe ; (b) photographie.

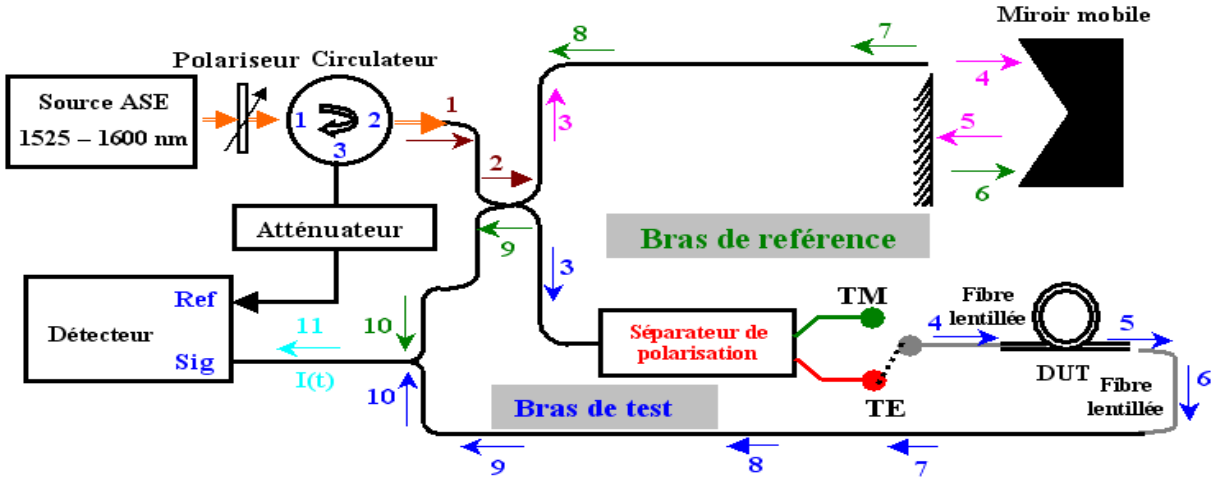


Figure III 20: Dispositif PS-OLCI contenant un séparateur de polarisation.

La Figure III 20 représente le schéma fonctionnel du montage PS-OLCI intégrant un séparateur de polarisation. La Figure III 21 représente la comparaison entre les réponses spectrales en polarisation TE obtenues sur le nouveau dispositif PS-OLCI et sur le banc de mesure spectrale du LPQM. Contrairement à la réponse PS-OLCI sans séparation de polarisation, cette figure montre que les longueurs d'ondes de résonance ainsi que le contraste de transmission sont bien identifiables, validant ainsi le bon fonctionnement du séparateur de polarisation réalisé. La différence entre les mesures PS-OLCI et spectrales sont liées aux

conditions de mesure telles que l'injection ou encore à la température dont l'influence sur la réponse du capteur est détaillée dans le chapitres 5.

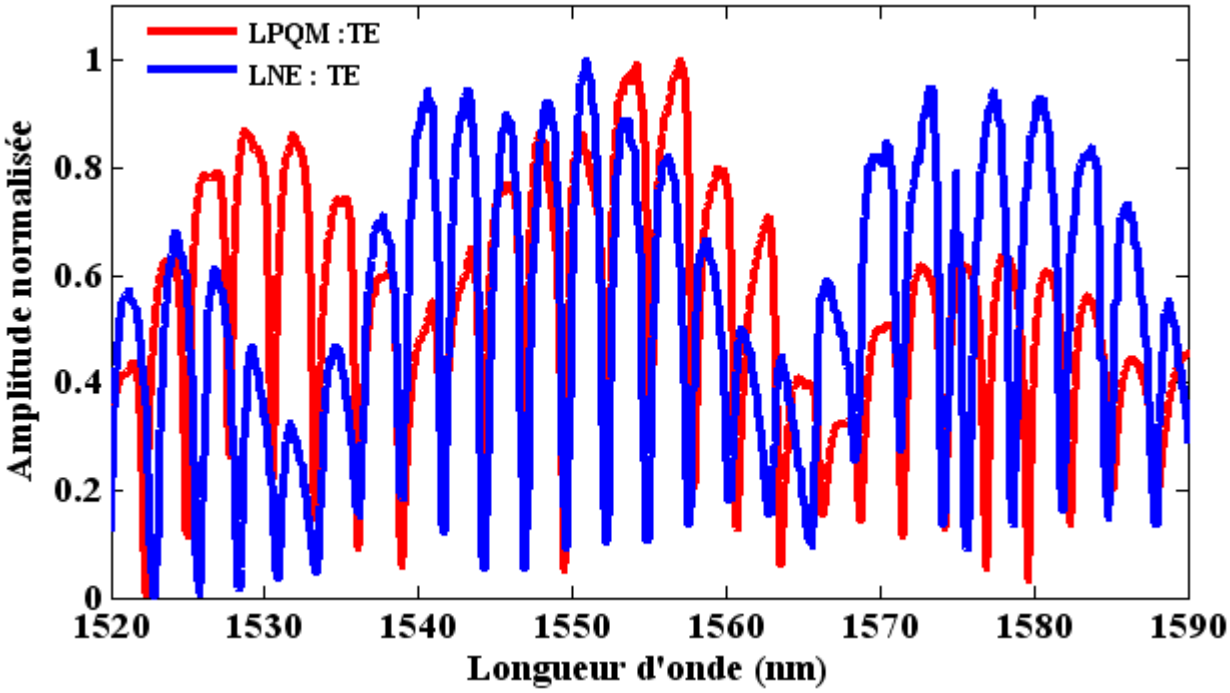


Figure III 21: Comparaison des mesures PS-OLCI et des mesure en transmissiondu LPQM : réponse spectrale en polarisation TE d'un microrésonateur en forme d'hippodrome de périmètre 566,65 µm.

IV- Augmentation de la cadence d'acquisition

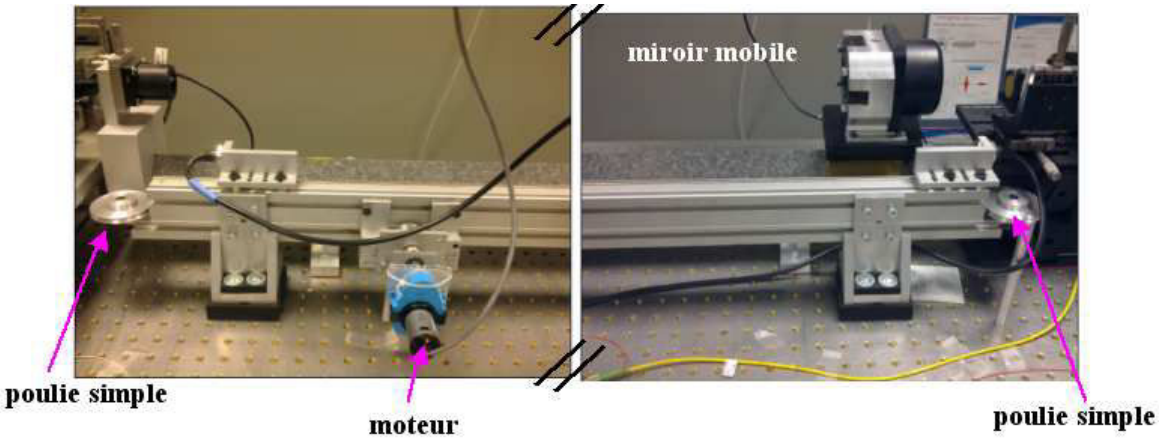


Figure III 22: Photographie du système initial de translation du miroir mobile.

La configuration du banc PS-OLCI, destinée à la caractérisation de composants de télécommunications optiques de longueur pouvant atteindre 120 cm, nécessitait une faible vitesse de déplacement du miroir mobile pour réduire l'influence des vibrations. A cet effet, un système de translation du miroir sur coussin d'air, comprenant deux poulies simples et un petit moteur à courant continu a été mis en place (Figure III 22). Dans cette configuration, la vitesse de déplacement du miroir mobile, synchronisé sur les franges du signal de l'interféromètre en lumière cohérente, est comprise entre 0,2 et 2,2 mm/s correspondant à des fréquences d'acquisition comprise entre 25 et 28 kHz.
L'un des objectifs de notre étude est de mesurer en dynamique la cinétique des biomolécules déposés sur des composants de taille allant jusqu'à 30 mm. Pour balayer une distance de 60

mm (trajet aller et retour correspondant au double de la taille du composant), le moteur à courant, utilisé à vitesse maximale, nécessite environ 20 s. Ce temps d'acquisition étant trop élevé pour observer de près l'interaction de biomolécules avec le capteur, nous nous sommes équipés d'une table de translation pilotée par un moteur piézo-électrique permettant d'atteindre une vitesse maximale de 350 mm/s et possédant une force d'entraînement de 7N. La platine de translation a été installée entre le coussin d'air et le miroir mobile afin de conserver les deux configurations de déplacement (Figure III 23).

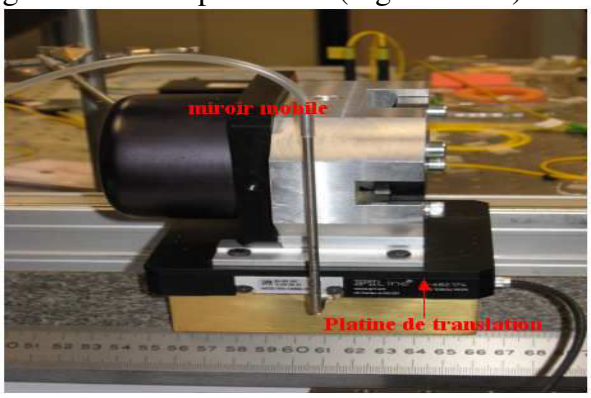


Figure III 23 : Photographie du miroir mobile sur coussin d'air et la platine de translation pour augmenter la cadence des acquisitions.

Compte tenu de la masse (5 kg) du miroir fixé sur la platine, sa vitesse maximale de déplacement est de 170 mm/s. Cette vitesse correspondant à une fréquence d'acquisition de 2,2 MHz, augmente la cadence d'acquisition d'un facteur 80. Par contre, cette augmentation possède un coût matériel car la bande passante de 125 kHz du détecteur actuel est insuffisante. En conséquence, le dispositif PS-OLCI a été équipé d'un nouveau détecteur de bande passante 15 MHz et d'une carte d'acquisition pour cette configuration. Avec une durée de mesure 80 fois inférieure à celle de la configuration précédente, nous avons largement augmenté la rapidité de notre système d'acquisition. Cela permet d'envisager des mesures dynamiques avec le dispositif PS-OLCI.

Un programme de pilotage de la nouvelle configuration du banc PS-OLCI a été réalisé sous Labview. Ce programme permet de configurer le déplacement de la platine de translation, de lancer une acquisition ou plusieurs acquisitions pour tester la répétabilité, de tracer et d'afficher l'interférogramme, de sauvegarder les données et de surveiller les conditions de mesures comme la température de la salle.

CONCLUSION

Les avantages d'un interféromètre en lumière incohérente sensible à la phase pour la caractérisation de composants à base de guides d'ondes optiques ont été présentés dans ce chapitre. Cette technique de caractérisation, non destructive, permet de mesurer, avec une grande dynamique et une très bonne résolution, la réflectivité et ou le coefficient de transmission complexe d'un composant photonique. A partir des mesures spatiales et de leurs réponses spectrales, sont évalués les paramètres de guidage tels que les pertes de propagation, l'indice de groupe, la dispersion, mais aussi les performances spectrales comme le facteur de qualité et la finesse d'une cavité résonante.

Dans la première partie de ce chapitre, nous avons présenté le principe de fonctionnement général d'un dispositif OLCI et les outils mathématiques nécessaires à l'interprétation des interférogrammes. Les différentes modifications apportées au dispositif PS-OLCI pour la caractérisation des microrésonateurs ont été exposées dans la seconde partie de ce chapitre. En effet, le remplacement du système micrométrique d'injection initial par un nano-positionneur de résolution 2 nm a facilité l'injection dans les microrésonateurs de tailles micro-métriques. Cela représente un gain considérable de temps lors des différents réglages comme l'alignement de l'axe du DUT avec ceux des fibres d'injection et de collection. L'utilisation d'une configuration en mode transmission couplé avec un séparateur de polarisation, à la place de la configuration en mode réflexion limité par la puissance réfléchie dans le DUT, a permis de mesurer les signatures spatiale et spectrale des microrésonateurs.

Il sera montré dans le chapitre suivant une approche théorique de l'association d'un microrésonateur et d'un PS-OLCI. Cette approche permettra non seulement d'étudier l'influence de la dispersion sur la réponse de cette association mais représentera également un outil théorique d'ajustement de mesures expérimentales.

BIBLIOGRAPHIE

[III.1] E. Brinkmeyer, “Analysis of the backscattering method for single-mode optical fibers”, J. Opt. Soc. Amer., vol. 70, pp. 1010-1012 (1980).

[III.2] D. L. Philen, I. A. White, J. F. Kuhl et S. C. Mettler, “Single-mode fiber OTDR: experiment and theory”, IEEE J. Quantum Electron., vol. QE-18, pp. 1499-1508 (1982).

[III.3] W. Eickhoff et R. Ulrich, “Optical frequency domain reflectometry in single-mode fiber”, Appl. Phys. Lett., vol. 39, pp. 693-695 (1981).

[III.4] S. A. Newton, “Novel approaches to optical reflectometry”, Proc. 7th Instrum. Meas. Technol. Conf. (IMTC), pp. 329-333 (1990).

[III.5] B. Schlemmer, «A Simple and Very Effective Method with Improved Sensitivity for Fault Location in Optical Fibers », IEEE Trans. Photonics Tech. Lett., vol. 3, no. 11, pp. 1037-1039 (1991).

[III.6] Y. Gottesman, E. V. K. Rao, H. Sillard et J. Jacquet, “Modeling of optical low coherence reflectometry recorded Bragg reflectogr Bragg spectral selectivity”, J. Lightwave Technol., vol. 20, pp. 489-493 (2002).

[III.7] K. Takada, I. Yokohama, K. Chida et J. Noda, “New measurement system for fault location in optical waveguide devices based on an interferometric technique”, Appl. Opt., vol. 26, pp. 1603-1606 (1987).

[III.8] R. C. Youngquist, S. Carr et D. E. N. Davies, “Optical coherence-domain reflectometry:a new optical evaluation technique”, Opt. Let., vol. 12, pp. 158-160 (1987).

[III.9] H. Gilgen, R. P. Novàk, R. P. Salathé, W. Hodel et P. Beaud, “Submillimeter optical reflectometry”, J. Lightwave Technol., vol. 7, pp. 1225-1233 (1989).

[III.10] K. Takada et K. Okamoto, “Optical low-coherence reflectometry using a Gaussian bandpass filter for measuring WDM components”, IEEE Photon. Technol. Letters, vol.11, pp. 1021-1023 (1998).

[III.11] U. Wiedmann et P. Gallion, “Leakage current measurement in multielectrode lasers using optical low-coherence reflectometry”, IEEE Photon. Technol. Letters, vol. 9, pp.1134-1136 (1997).

[III.12] U. Wiedmann, P. Gallion, Y. Jaouën et C. Chabran, “Analysis of distributed feedback lasers using optical low-coherence reflectometry”, J. Lightwave Technol., vol. 16, pp.864-869 (1998).

[III.13] J. F. Lucas, L. F. DeChiaro, C. Salla et C. Y. Boisrobert, “Low coherence reflectometry and spectral analysis for detection of gain anomalies in semiconductor lasers”, Electron. Lett., vol. 28, pp. 2085-2087 (1992).

[III.14] K. Kasaya, Y. Yoshikuni et H. Ishii, “Measurements of a semiconductor waveguide using a low-coherence interferometric reflectometer”, IEEE Photon. Technol. Let 8, pp. 251-253 (1995).

[III.15] Y. Gottesman, E. V. K. Rao et B. Dagens, “A Novel Design Proposal to Minimize Reflections in Deep-Ridge Multimode Interference Couplers”, IEEE Photon. Technol. Letters, vol. 12 pp. 1662-1664 (2000).

[III.16] U. Wiedmann, P. Gallion et G.-H. Duan, “A generalized approach to optical low- coherence reflectometry including spectral filtering effects”, J. Lightwave Technol., vol.16, pp. 1343-1347 (1998).

[III.17] J. G. Proakis, Digital communications, New York : McGraw-Hill, (2000).

[III.18] P. Lambelet, P. Y. Fonjallaz, H. G. Limberger, R. P. Salathé, Ch. Zimmer et H. H.Gilgen, “Bragg grating characterization by optical low-coherence reflectometry”, IEEE Photon. Technol. Lett., vol. 5, pp. 565-567 (1995).

[III.19] A-F. Obaton, “Développement au LNE d'un interféromètre en lumière incohérente sensible à la phase”, Revue française de métrologie, vol 16, pp. 21-35 (2008).

[III.20] X. Chapelau, D. Leduc, C. Lupi, R. LE NY, M. Douay, P. Niay, C. Boisrobert, “Experimental synthese of fiber bragg gratings using Optical Low Coherence Reflectometry ”, App. Phys. Lett. 82,24 (2003).

[III.21] A. Melloni, C. Canavesi, F. Persia, « Phase-sensitive low-coherence interferometry apparatus", pending patent WO2008035389 (2008).

[III.22] C. Canavesi, F. Morichetti, A. Canciamilla, F. Persia, A. Melloni, “Polarization-and phase-sensitive low-coherence interferometry setup for the characterization of integrated optical component”, J. Ligthwave Technol., vol. 27, no. 15, pp. 3062-3074 (2009).

[III.23] K. Zhou, N.Q. Ngo, S.C. Tjin, J.L. Yang, “A simple Sagnac interferometric technique for measuring the beat length of linearly birefringent fibers”, Optics Communications, vol 231, pp 187-190 (2004).

SOMMAIRE

Chapitre IV : 114

Approche théorique de l'association d'un PS-OLCI et d'un microrésonateur optique 114

Introduction : 114

I- Modèle théorique de l'indice effectif des modes guidés pour des guides rectilignes et des microrésonateurs optiques 114

II- Réponse PS-OLCI d'un guide rectiligne 115

1- Approche mathématique 115
2- Validation du modèle mathématique avec un guide droit 117

III- Réponse PS-OLCI d'un microrésonateur optique 119

1- Adaptation du modèle mathématique d'un guide rectiligne à un microrésonateur... 119
2- Simulation de la réponse PS-OLCI d'un microrésonateur : influence de la loi de dispersion 121

CONCLUSION 125

BIBLIOGRAPHIE 126

Chapitre IV :
Approche théorique de l'association d'un PS-OLCI et d'un microrésonateur optique

Introduction :

Dans le chapitre précédent, nous avons présenté le principe de fonctionnement d'un dispositif PS-OLCI et l'adaptation du montage expérimental du LNE[IV.1,IV.2] pour la caractérisation de microrésonateurs optiques. Afin d'interpréter les interférogrammes expérimentaux, mesurés à l'aide de ce dispositif et d'avoir accès aux paramètres opto-géométriques du composant testé, il apparaît nécessaire de développer un outil de modélisation. Suivant le type de composant testé, cet outil permettra d'appréhender les interférogrammes expérimentaux en les comparant aux interférogrammes théoriques.
Ce chapitre décrit l'approche théorique de l'association d'un PS-OLCI et d'un microrésonateur optique, mettant en évidence la relation existant entre l'interférogramme et l'intégrale de Fresnel. Il est structuré en trois parties. La première introduit brièvement le comportement théorique des lois de dispersions des modes guidés dans les guides rectilignes et les cavités constituant les microrésonateurs. La seconde partie du chapitre présente l'approche théorique de la réponse PS-OLCI d'un guide rectiligne validé par l'ajustement des mesures expérimentales. Dans la troisième partie, l'adaptation du modèle PS-OLCI d'un guide rectiligne à un microrésonateur ainsi que la validation de ce modèle sont présentées.
Dans cette dernière partie sont également exposées l'influence et l'importance de la loi de dispersion sur la signature PS-OLCI d'un microrésonateur. Pour des applications de biodétection, l'étude de cette influence permet de prédire le comportement de la réponse d'un microrésonateur en présence de différentes concentrations de biolémolécules sur sa surface.

I- Modèle théorique de l'indice effectif des modes guidés pour des guides rectilignes et des microrésonateurs optiques

Dans le chapitre 2, consacré à la conception et à la réalisation de microrésonateurs, nous avons montré que selon la hauteur et la largeur des guides composant le microrésonateur plusieurs modes étaient susceptibles de se propager. Ces modes se différentient par leur constante de propagation et donc par leur indice effectif n_{eff}. La Figure IV 1 représente l'évolution, prédite par la méthode de l'indice effectif[IV.3], des indices effectifs des modes guidés dans un guide rectiligne et dans une cavité de largeur 4 µm et hauteur 1,9 µm, dans le domaine spectral de la source lumineuse du dispositif PS-OLCI. Cette figure montre qu'un ajustement polynomial d'ordre 1 de l'indice effectif d'un mode d'ordre m, en fonction de la fréquence v, est suffisant car n_{eff} évolue linéairement avec v dans le domaine spectral de notre source. Soit :

$$n_{eff}^{(m)}(v) = \sum_{k=0}^{\infty} C_k v^k = C_0 + C_1 v \qquad \textit{Eq.IV 1}$$

où C_k représente le coefficient d'ajustement du polynôme d'ordre k.

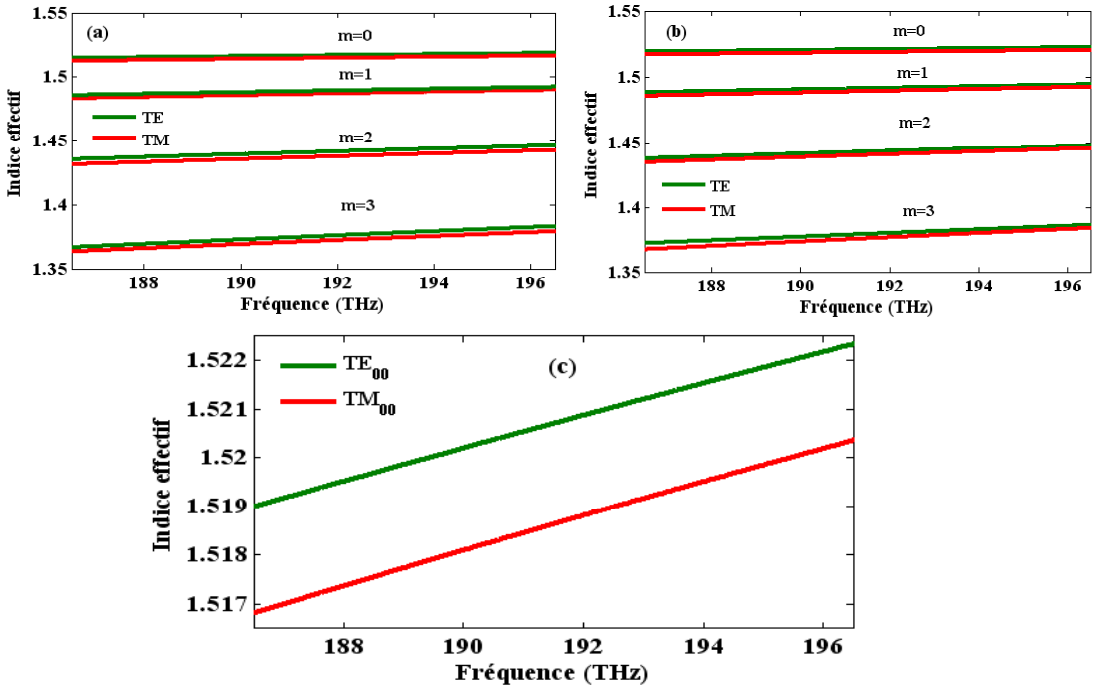


Figure IV 1 : Loi de dispersion théorique des modes guidés : (a) guide rectiligne ; (b) microrésonateur ; (c) mode fondamental dans le microrésonateur.

II- Réponse PS-OLCI d'un guide rectiligne

1- Approche mathématique

Les interférogrammes d'un composant multimode peuvent s'écrire sous la forme d'une somme des intensités de tous les modes guidés. Ainsi, l'expression général des interférogrammes d'un composant multimode, déduite de Eq.III 9 du chapitre 3, peut s'écrire :

$$I(x) = I_0 + I_1 + I_2 + ... + I_m \qquad \textit{Eq.IV 2}$$

$$I_m = 2\,\mathrm{Re}\left\{ \int_{-\infty}^{+\infty} S(v) X(v, n_{eff}^{(m)}) \exp\left(-j2\pi v \frac{x}{c} \right) dv \right\} \qquad \textit{Eq.IV 3}$$

avec $X(v,n_{eff}^{(m)})$ le coefficient de réflexion ou de transmission complexe du DUT, $S(v)$ le spectre de la source, x la différence de marche entre les deux bras du dispositif PS-OLCI et dépend de l'indice de phase $n_{eff}^{(m)}$ des modes guidés dans le DUT.

Les éléments de la série I_m étant semblables, la détermination de l'un d'entre eux permet de déduire la réponse d'un composant multimode si nécessaire. Par conséquent, le développement des calculs effectuées dans la suite de ce chapitre a été limité au mode fondamental.

Comme décrit par Eq.IV 3, il est possible d'établir une expression générale des mesures PS-OLCI dès lors que le coefficient de réflexion ou de transmission complexe $X(v)$ du composant testé et le spectre $S(v)$ de la source sont connus. Dans notre démarche de détermination d'un modèle analytique des mesures PS-OLCI, nous allons profiter du fait que les composants étudiés exploitent pleinement la théorie de la propagation en optique guidée.

De façon générale, nous considérons le coefficient de réflexion ou de transmission complexe $X(v)$ du DUT sous la forme d'une somme de coefficients complexes :

$$X(v) = \sum_{p=0} X_p \exp\left(j2\pi p L n_{eff} \frac{v}{c} \right) \qquad \textit{Eq.IV 4}$$

où X_p représente le module de $X(v)$, n_{eff} la dispersion de l'indice effective du mode guidé et L la longueur physique du guide.
En introduisant *Eq.IV 1*, *Eq.IV 4* et le spectre de la source large bande de type rectangulaire (exprimé par *Eq.III 11* dans le chapitre 3) dans *Eq.IV 3* pour le mode fondamental, l'expression de $I(x)$ devient :

$$I(x) = \frac{2K}{\Delta v}\mathrm{Re}\left\{\sum_{p=0}\int_{v_0-\frac{\Delta v}{2}}^{v_0+\frac{\Delta v}{2}} X_p \exp\left[j\frac{2\pi}{c}\left(LC_1 v^2 + (LC_0 - x)v\right)\right]dv\right\} \qquad \textit{Eq.IV 5}$$

En considérant la propriété mathématique, définie par $\mathrm{Re}\{\exp(j\phi)\} = \cos(\phi)$, cette équation peut être réécrite sous la forme :

$$I(x) = \frac{2K}{\Delta v}\sum_{p=0} X_p \int_{v_0-\frac{\Delta v}{2}}^{v_0+\frac{\Delta v}{2}} \cos\left[2\pi\frac{1}{c}\left(LC_1 v^2 + (LC_0 - x)v\right)\right]dv \qquad \textit{Eq.IV 6}$$

En posant $A = \frac{LC_1}{c}$ et $B(x) = \frac{LC_0 - x}{c}$, $I(x)$ devient :

$$I(x) = \frac{2K}{\Delta v}\sum_{p=0} X_p \int_{v_0-\frac{\Delta v}{2}}^{v_0+\frac{\Delta v}{2}} \cos\left[2\pi\left(Av^2 + B(x)v\right)\right]dv \qquad \textit{Eq.IV 7}$$

L'expression de $I(x)$ peut être exprimée en fonction des intégrales de Fresnel définies par[IV.4, IV.5] :

$$FresnelC(w) = \int_0^w \cos\left(\frac{\pi}{2}t^2\right)dt \qquad \textit{Eq.IV 8}$$

$$FresnelS(w) = \int_0^w \sin\left(\frac{\pi}{2}t^2\right)dt \qquad \textit{Eq.IV 9}$$

Pour cela, $I(x)$ est réécrite en utilisant la forme canonique d'un produit remarquable définie par $Av^2 + B(x)v = \left(\sqrt{A}v + \frac{B(x)}{2\sqrt{A}}\right)^2 - \frac{B(x)^2}{4A}$:

$$I(x) = \frac{2K}{\Delta v}\sum_{p=0} X_p \int_{v_0-\frac{\Delta v}{2}}^{v_0+\frac{\Delta v}{2}} \cos\left(2\pi\left(\sqrt{A}v + \frac{B(x)}{2\sqrt{A}}\right)^2 - 2\pi\frac{B(x)^2}{4A}\right)dv \qquad \textit{Eq.IV 10}$$

En utilisant la relation trigonométrique *cos(a-b) = cos a cos b + sin a sin b*, $I(x)$ devient :

$$I(x) = \frac{2K}{\Delta v}\sum_{p=0} X_p \int_{v_0-\frac{\Delta v}{2}}^{v_0+\frac{\Delta v}{2}} \left[\begin{array}{l} \cos\left(2\pi\left(\sqrt{A}v + \frac{B(x)}{2\sqrt{A}}\right)^2\right)\cos\left(\pi\frac{B(x)^2}{2A}\right)dv + \\ \sin\left(2\pi\left(\sqrt{A}v + \frac{B(x)}{2\sqrt{A}}\right)^2\right)\sin\left(\pi\frac{B(x)^2}{2A}\right)dv \end{array}\right] \qquad \textit{Eq.IV 11}$$

Lorsque nous effectuons le changement de variable $t = 2\left(\sqrt{A}v + \frac{B(x)}{2\sqrt{A}}\right)$ nous obtenons :

$$I(x) = \frac{K}{\Delta v\sqrt{A}}\sum_{p=0} X_p \int_{2\sqrt{A}(v_0-\frac{\Delta v}{2})+\frac{B(x)}{\sqrt{A}}}^{2\sqrt{A}(v_0+\frac{\Delta v}{2})+\frac{B(x)}{\sqrt{A}}} \left[\cos\left(\frac{\pi}{2}t^2\right)\cos\left(\pi\frac{B(x)^2}{2A}\right)dt + \sin\left(\frac{\pi}{2}t^2\right)\sin\left(\pi\frac{B(x)^2}{2A}\right)dt\right]$$

Eq.IV 12

$$I(x) = \frac{K}{\Delta v\sqrt{A}}\sum_{p=0} X_p\left[I_{Int_1} + I_{Int_2}\right] \qquad \textit{Eq.IV 13}$$

$$I_{Int_1} = \int_{2\sqrt{A}(v_0-\frac{\Delta v}{2})+\frac{B(x)}{\sqrt{A}}}^{2\sqrt{A}(v_0+\frac{\Delta v}{2})+\frac{B(x)}{\sqrt{A}}} \left[\cos\left(\frac{\pi}{2}t^2\right)\cos\left(\pi\frac{B(x)^2}{2A}\right)dt \right] \qquad \textit{Eq.IV 14}$$

$$I_{Int_2} = \int_{2\sqrt{A}(v_0-\frac{\Delta v}{2})+\frac{B(x)}{\sqrt{A}}}^{2\sqrt{A}(v_0+\frac{\Delta v}{2})+\frac{B(x)}{\sqrt{A}}} \left[\sin\left(\frac{\pi}{2}t^2\right)\sin\left(\pi\frac{B(x)^2}{2A}\right)dt \right] \qquad \textit{Eq.IV 15}$$

Le développement I_{Int_1} et I_{Int_2} donne :

$$I_{Int_1} = \left\{ \begin{array}{l} -\int_0^{2\sqrt{A}(v_0-\frac{\Delta v}{2})+\frac{B(x)}{\sqrt{A}}} \left[\cos\left(\frac{\pi}{2}t^2\right)\cos\left(\pi\frac{B(x)^2}{2A}\right)dt \right] + \\ \int_0^{2\sqrt{A}(v_0+\frac{\Delta v}{2})+\frac{B(x)}{\sqrt{A}}} \left[\cos\left(\frac{\pi}{2}t^2\right)\cos\left(\pi\frac{B(x)^2}{2A}\right)dt \right] \end{array} \right\}$$

$$I_{Int_1} = \cos\left(\pi\frac{B(x)^2}{2A}\right) \left[\begin{array}{l} FresnelC\left(\frac{2Av_0 + A\Delta v + B(x)}{\sqrt{A}}\right) - \\ FresnelC\left(\frac{2Av_0 - A\Delta v + B(x)}{\sqrt{A}}\right) \end{array} \right] \qquad \textit{Eq.IV 16}$$

De la même façon : $I_{Int_2} = \left\{ \begin{array}{l} -\int_0^{2\sqrt{A}(v_0-\frac{\Delta v}{2})+\frac{B(x)}{\sqrt{A}}} \left[\sin\left(\frac{\pi}{2}t^2\right)\sin\left(\pi\frac{B(x)^2}{2A}\right)dt \right] + \\ \int_0^{2\sqrt{A}(v_0+\frac{\Delta v}{2})+\frac{B(x)}{\sqrt{A}}} \left[\sin\left(\frac{\pi}{2}t^2\right)\sin\left(\pi\frac{B(x)^2}{2A}\right)dt \right] \end{array} \right\}$

$$I_{Int_2} = \sin\left(\pi\frac{B(x)^2}{2A}\right) \left[\begin{array}{l} FresnelS\left(\frac{2Av_0 - A\Delta v + B(x)}{\sqrt{A}}\right) + \\ FresnelS\left(\frac{2Av_0 + A\Delta v + B(x)}{\sqrt{A}}\right) \end{array} \right] \qquad \textit{Eq.IV 17}$$

Le modèle analytique final de l'interférogramme $I(x)$, obtenu en remplaçant I_{Int_1} et I_{Int_2} par leurs expressions, est donc de la forme :

$$I(x) = \frac{K}{\Delta v\sqrt{A}} \sum_{p=0} T_p \left[\cos\left(\pi\frac{B(x)^2}{2A}\right)\{M-N\} + \sin\left(\pi\frac{B(x)^2}{2A}\right)\{P-Q\} \right] \qquad \textit{Eq.IV 18}$$

où $M = FresnelC\left[\sqrt{\frac{1}{A}}(2Av_0 + A\Delta v + B(x)\right]$, $N = FresnelC\left[\sqrt{\frac{1}{A}}(2Av_0 - A\Delta v + B(x))\right]$,

$P = FresnelS\left[\sqrt{\frac{1}{A}}(2Av_0 + A\Delta v + B(x))\right]$, $Q = FresnelS\left[\sqrt{\frac{1}{A}}(2Av_0 - A\Delta v + B(x))\right]$.

L'implantation de ces équations, dans un outil de simulation numérique, permet de simuler la réponse du DUT ou d'ajuster une mesure expérimentale.

2- Validation du modèle mathématique avec un guide droit

Pour valider ce modèle mathématique, des mesures PS-OLCR, en mode réflexion, ont été réalisées sur un guide rectiligne en SU-8 de longueur physique $L_{physique}$ = 19,5 mm, de largeur

w = 4 µm et de hauteur h = 1,9 µm. La réflectivité complexe d'un tel guide peut s'exprimer sous la forme suivante :

$$X(\nu) = X_0 \exp\left(j2\pi L_{physique} n_{eff} \frac{\nu}{c} \right) \qquad \textit{Eq.IV 19}$$

La Figure IV 2 représente les interférogrammes brutes obtenus à l'aide du dispositif PS-OLCI en polarisation TE et TM. Le premier pic correspond à la réflexion sur la face d'entrée et le second à la réflexion sur la face de sortie du guide rectiligne.

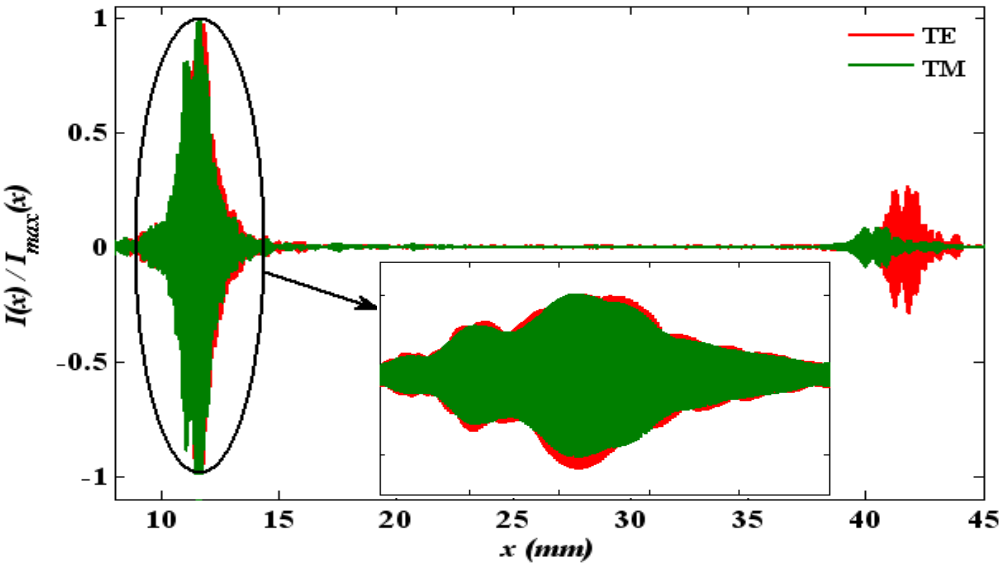


Figure IV 2: Réponses spatiales I(x) d'un guide rectiligne en polarisation TE et TM.

En utilisant la réflectivité complexe donnée par l'*Eq.IV 19*, l'*Eq.IV 18* a servi à effectuer un ajustement des réponses expérimentales obtenues. Pour cela, un programme d'ajustement basé sur la recherche d'un minimum local entre le modèle théorique et les données expérimentales a été réalisé sous Matlab. A partir des valeurs expérimentales de la différence de marche x, $I(x)$ et *Eq.IV 18*, la fonction "fminsearch" de Matlab détermine les valeurs des variables C_0 et C_1. Cette fonction débute l'estimation à partir de valeurs initiales de C_0 et C_1 et retourne les valeurs optimales correspondant à un minimum local de la fonction d'ajustement. Les paramètres d'ajustement optimaux ainsi obtenus sont réintroduits dans *Eq.IV 18* pour générer les interférogrammes théoriques en polarisation TE et TM. Les paramètres d'ajustements initiaux utilisés, correspondent à ceux obtenus à partir de la méthode de l'indice effectif (tenant compte des dispersions du matériau, modales et de polarisations). Les lois de dispersions initiales du mode fondamental sont :

$$n_{eff_TE}(\nu_{THz}) = 1{,}4677 + 3{,}0599\times10^{-4}\,\nu_{THz} \qquad \textit{Eq.IV 20}$$

$$n_{eff_TM}(\nu_{THz}) = 1{,}4621 + 3{,}2509\times10^{-4}\,\nu_{THz} \qquad \textit{Eq.IV 21}$$

Les lois de dispersions optimales du mode fondamental données par la fonction d'ajustement sont :

$$n_{eff_TE}(\nu_{THz}) = 1{,}4696 + 4{,}21749\times10^{-4}\,\nu_{THz} \qquad \textit{Eq.IV 22}$$

$$n_{eff_TM}(\nu_{THz}) = 1{,}4604 + 4{,}07138\times10^{-4}\,\nu_{THz} \qquad \textit{Eq.IV 23}$$

Sur la Figure IV 3 sont représentés les données (interférogrammes et enveloppes) expérimentales et théoriques en polarisation TE et TM. Sur cette figure nous pouvons observer un très bon accord entre les mesures expérimentales et le calcul théorique. Cet accord permet ainsi de valider le modèle théorique, des mesures PS-OLCI pour un guide rectiligne proposé.

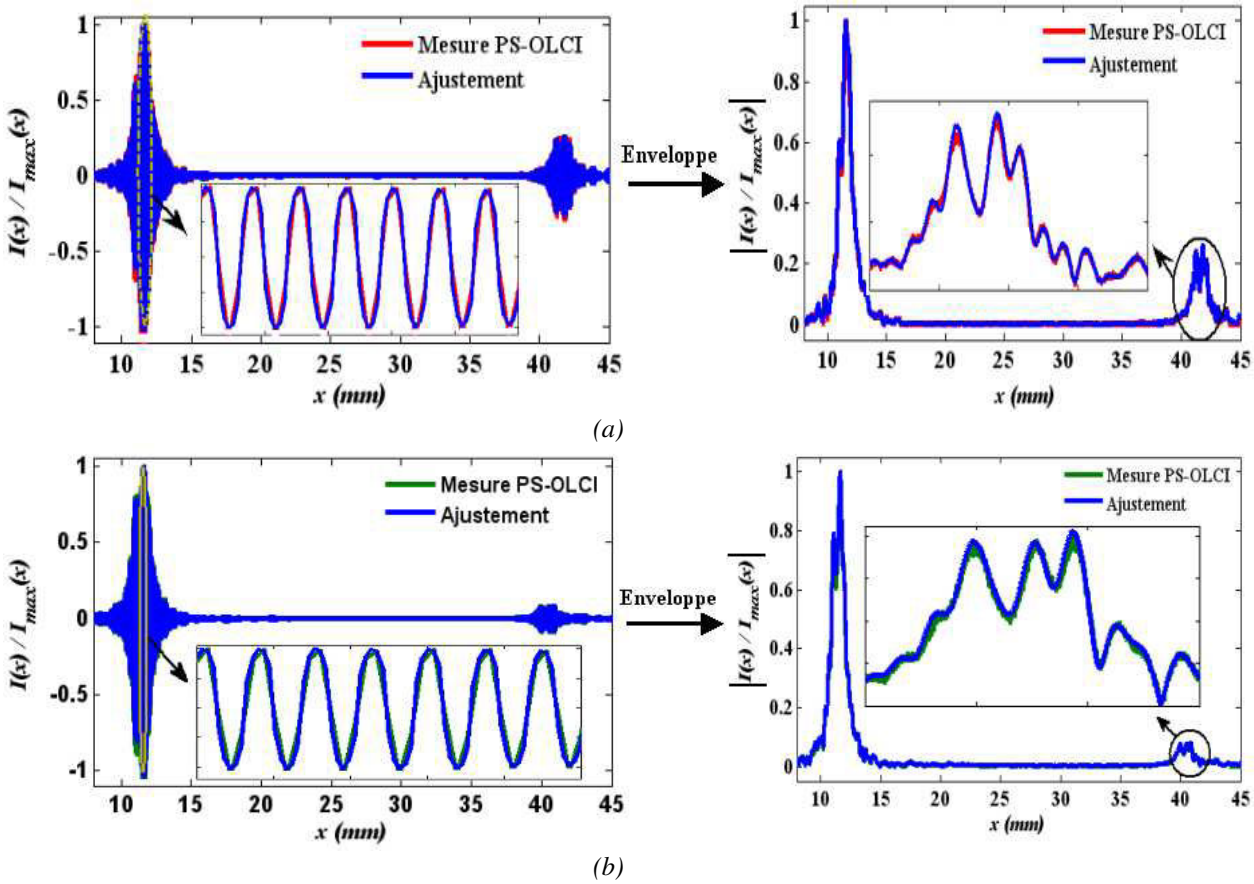


Figure IV 3 : Comparaison des mesures PS-OLCI et du calcul théorique : (a) en TE et (b) en TM.

III- Réponse PS-OLCI d'un microrésonateur optique

1- Adaptation du modèle mathématique d'un guide rectiligne à un microrésonateur

L'étude d'un guide rectiligne a montré que le modèle analytique des mesures PS-OLCI permettait d'obtenir des résultats en très bon accord avec la mesure expérimentale. Ce modèle analytique, tenant compte de la dispersion, a été obtenu en exprimant $X(v)$ sous la forme d'une somme de coefficients complexes (Eq.IV 4). Or, le coefficient de transmission d'un microrésonateur (Eq.I 28 dans le chapitre 1), se présentant sous forme rationnelle, peut également s'exprimer sous cette forme. En effet, en utilisant la série mathématique définie par $\frac{1}{1-Z}=\sum_{p=0}^{\infty} Z^p$, pour $|Z|<1$, le coefficient de transmission $X(v)$ peut s'écrire sous la forme d'une somme :

$$X(v)=\left(\alpha_i|\tau|-a\alpha_i^2\exp\left(j2\pi L\frac{n_{eff}}{c}v\right)\right)\sum_{p=0}^{\infty}\left(\alpha_i a|\tau|\right)^p\exp\left(j2\pi pL\frac{n_{eff}}{c}v\right) \qquad \textit{Eq.IV 24}$$

Cette équation montre que le coefficient de transmission $X(v)$ d'un microrésonateur représente une différence entre deux séries se présentant chacune sous la forme d'une somme de coefficients complexes comme Eq.IV 4. L'expression de l'interférogramme obtenue dans le cas d'un microrésonateur, par analogie avec l'Eq.IV 6, peut donc s'écrire sous la forme :

$$I(x)=\frac{2K}{\Delta v}\left[\begin{array}{l}\alpha_i|\tau|\sum_{p=0}^{\infty}\left(\alpha_i a|\tau|\right)^p\int_{v_0-\frac{\Delta v}{2}}^{v_0+\frac{\Delta v}{2}}\cos\left[\frac{2\pi}{c}\left\{LpC_1v^2+\left(LpC_0-x\right)v\right\}\right]dv-\\ a\alpha_i^{\,2}\sum_{p=0}^{\infty}\left(\alpha_i a|\tau|\right)^p\int_{v_0-\frac{\Delta v}{2}}^{v_0+\frac{\Delta v}{2}}\cos\left[\frac{2\pi}{c}\left\{(p+1)LC_1v^2+\left((p+1)LC_0-x\right)v\right\}\right]dv\end{array}\right] \quad \textit{Eq.IV 25}$$

En considérant les séries définies par $Y_p=\int_{v_0-\frac{\Delta v}{2}}^{v_0+\frac{\Delta v}{2}}\cos\left[\frac{2\pi}{c}\left(pLC_1v^2+\left(pLC_0-x\right)v\right)\right]dv$ et

$Y_{p+1}=\int_{v_0-\frac{\Delta v}{2}}^{v_0+\frac{\Delta v}{2}}\cos\left[\frac{2\pi}{c}\left((p+1)LC_1v^2+\left((p+1)LC_0-x\right)v\right)\right]dv$ dans Eq.IV(25), $I(x)$ devient :

$$I(x)=\frac{2K}{\Delta v}\sum_{p=0}^{\infty}\left(\alpha_i a|\tau|\right)^p\left[\alpha_i|\tau|Y_p-a\alpha_i^{\,2}Y_{p+1}\right] \quad \textit{Eq.IV 26}$$

Les séries Y_p et Y_{p+1} sont exactement de même type, par conséquent la détermination de l'une permet d'en déduire l'autre. Y_p est analogue à Eq.IV 7 qui permet d'écrire $I(x)$ en fonction des intégrales de Fresnel décrite par l'Eq.IV 12. Par analogie, en remplaçant A par $\frac{pLC_1}{c}$ et $B(x)$ par $\frac{pLC_0-x}{c}$ dans Eq.IV 18, Y_p peut s'exprimer sous la forme suivante :

$$Y_p=\sqrt{\frac{1}{\frac{pLC_1}{c}}}\left[\cos\left(\pi\frac{\left(\frac{pLC_0-x}{c}\right)^2}{2\frac{pLC_1}{c}}\right)\{M'-N'\}+\sin\left(\pi\frac{\left(\frac{pLC_0-x}{c}\right)^2}{2\frac{pLC_1}{c}}\right)\{P'-Q'\}\right] \quad \textit{Eq.IV 40}$$

$$\text{avec } M'=F_{resnelC}\left[\sqrt{\frac{1}{\frac{pLC_1}{c}}}\left(2\frac{pLC_1}{c}v_0+\frac{pLC_1}{c}\Delta v+\frac{pLC_0-x}{c}\right)\right],$$

$$N'=F_{resnelC}\left[\sqrt{\frac{1}{\frac{pLC_1}{c}}}\left(2\frac{pLC_1}{c}v_0-\frac{pLC_1}{c}\Delta v+\frac{pLC_0-x}{c}\right)\right],$$

$$P'=F_{resnelS}\left[\sqrt{\frac{1}{\frac{pLC_1}{c}}}\left(2\frac{pLC_1}{c}v_0+\frac{pLC_1}{c}\Delta v+\frac{pLC_0-x}{c}\right)\right] \text{ et}$$

$$Q'=F_{resnelS}\left[\sqrt{\frac{1}{\frac{pLC_1}{c}}}\left(2\frac{pLC_1}{c}v_0-\frac{pLC_1}{c}\Delta v+\frac{pLC_0-x}{c}\right)\right]$$

Comme pour le guide rectiligne, l'implantation de ces équations sur un outil de calcul numérique permet de simuler la signature théorique ou encore d'ajuster la réponse expérimentale PS-OLCI d'un microrésonateur.

2- Simulation de la réponse PS-OLCI d'un microrésonateur : influence de la loi de dispersion

Afin d'observer l'impact de la dispersion sur le modèle théorique de la réponse spatiale d'un microrésonateur, nous avons développé un programme de simulation sous Matlab, dans lequel sont implantées les *Eq.IV 26* et *Eq.IV 27*.
Dans les paragraphes suivants, nous allons présenter quelques résultats de simulation sur un microrésonateur en forme d'hippodrome de rayon de courbure R = 100 µm, de longueur de couplage L_c = 120 µm et de largeur de guide w = 4 µm. Nous rappelons que ce composant, dont la conception et la réalisation ont été présentées dans le chapitre 2, est à guides rectangulaires. Sa couche de confinement inférieure est en CYTOP, son cœur en SU-8 et sa couche de confinement supérieure est ici représentée par l'air.
Afin d'obtenir des résultats théoriques se rapprochant de la réalité, nous avons choisi les paramètres du microrésonateur correspondant aux valeurs obtenues en effectuant un ajustement, tenant compte de la dispersion du matériau et modale, des données expérimentales mesurées sur le banc de mesure en transmission du LPQM ($\alpha_i = 0{,}878$, $\tau = 0{,}88$, $a = 0{,}874$, C_0 = 1,43323 et $C_1 = 4{,}24\times10^{-4}$) (Figure IV 4).

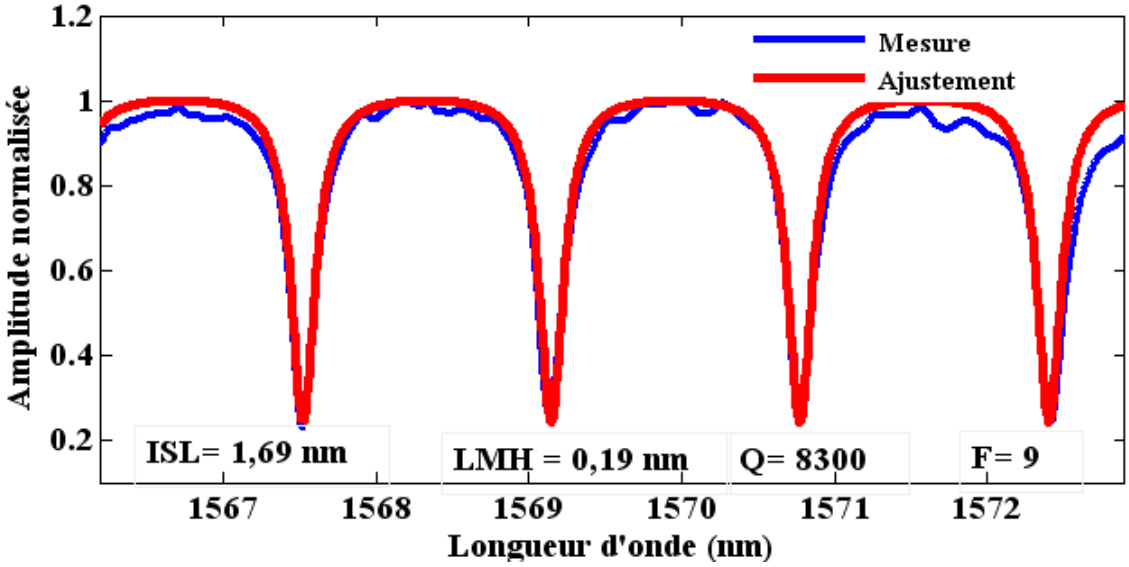


Figure IV 4 : Réponse spectrale d'une cavité de rayon de courbure R = 100 µm, de longueur de couplage L_C = 120 µm et de largeur w = 4 µm, obtenue sur le banc de mesure en transmission du LPQM et ajustement théorique permettant d'obtenir les paramètres optiques du microrésonateur.

a- Description du programme de simulation

La Figure IV 5 représente l'organigramme du programme de simulation que nous avons développé sous Matlab. Ce programme comporte quatre parties, à savoir un programme principal et trois sous programmes (méthode de l'indice effectif, interférogramme et réponse spectrale). Le programme principal permet de définir les paramètres géométriques du guide simulé, de définir la fenêtre spectrale utilisée et de déterminer les indices de réfraction des matériaux en utilisant la loi de dispersion des matériaux (CYTOP, SU-8 et air). Le sous programme « méthode de l'indice effectif » permet de déterminer la loi de dispersion à partir de la résolution de l'équation de dispersion. Le sous programme « interférogramme » permet de calculer le signal spatial OLCI (*Eq.IV 26* et *Eq.IV 27*) avec ou sans dispersion. Enfin, le sous programme « réponse spectrale » permet de calculer la transformée de Fourier de la réponse spatiale servant à déduire les performances spectrales.

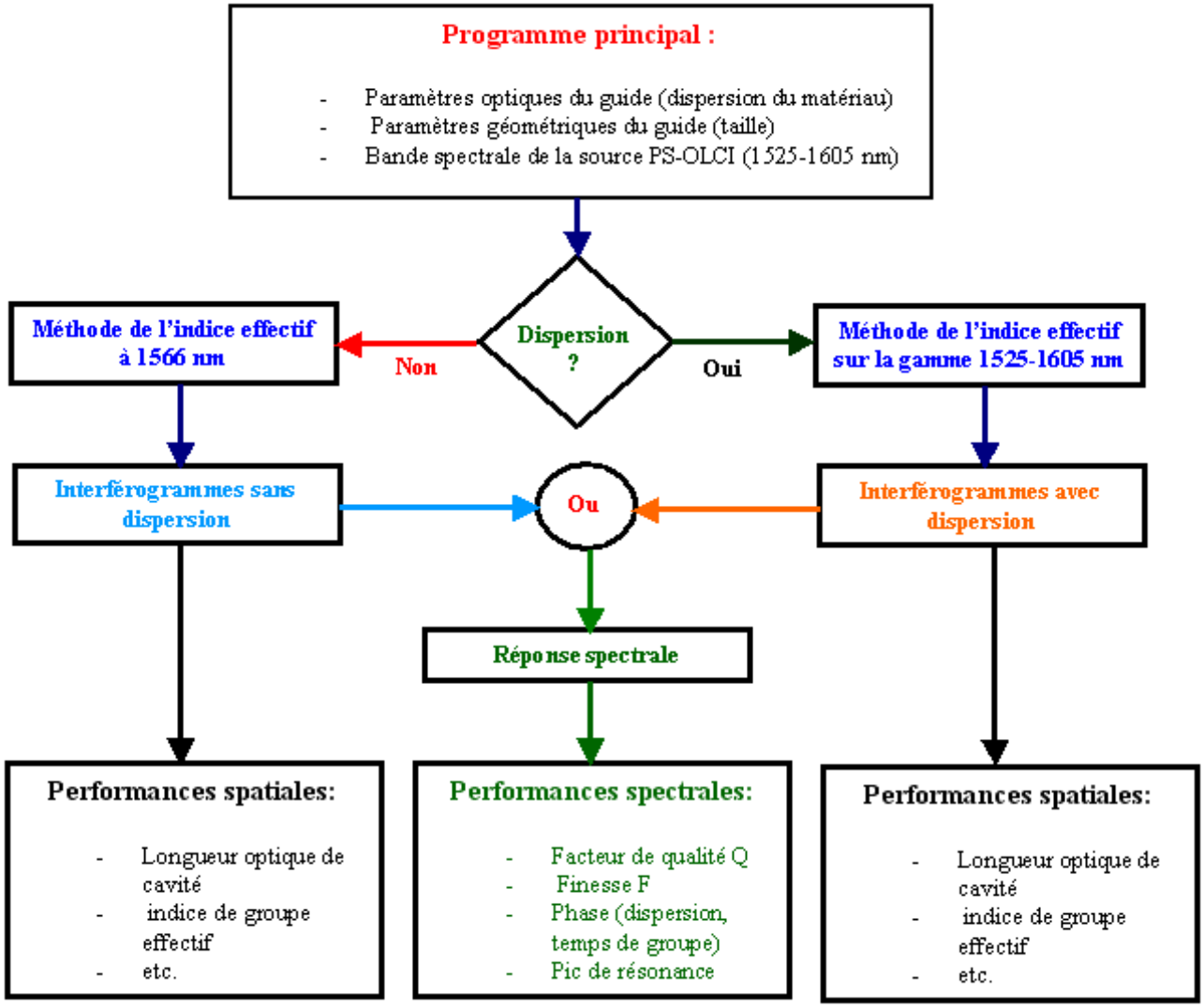


Figure IV 5 : Organigramme du programme de simulation Matlab du signal PS-OLCI.

b- Simulations sans et avec dispersion

Comme mentionné dans le chapitre 1, la présence de biomolécules sur la surface d'un microrésonateur modifie l'indice effectif du mode guidé et donc la loi de dispersion de ce mode. Afin de mieux comprendre, l'influence de la variation de l'indice effectif sur la réponse du capteur, une étude comparative des simulations avec et sans dispersion a été effectuée. Pour cela, nous avons d'abord exécuté le programme, de simulation développé, en tenant compte de la dispersion, c'est-à-dire en déterminant l'indice effectif en fonction de la longueur d'onde entre 1525 et 1605 nm. La loi de dispersion ainsi obtenue est utilisée dans le programme de simulation pour calculer l'interférogramme. Ensuite, le programme a été ré-exécuté, en ne déterminant qu'à 1566 nm (longueur d'onde centrale de notre source) l'indice effectif du mode guidé. Cet indice est utilisé dans le programme de simulation pour calculer l'interférogramme sans dispersion. Nous avons obtenu des résultats similaires pour les polarisations TE et TM. En conséquence, nous ne présenterons que les résultats obtenus en polarisation TE (Figure IV 6) avec et sans dispersion. Sur les réponses spatiales de la Figure IV 6, nous observons un élargissement de la distance entre deux interférogrammes successifs (distance qui correspond à la circonférence optique de la cavité) en tenant compte de la dispersion. Cet élargissement résulte naturellement de la variation de l'indice effectif pendant la propagation (*Eq.IV 16* du chapitre 3). Nous notons par ailleurs, que le module de la réponse

spectrale calculé en tenant compte de la dispersion est en très bon accord avec la mesure expérimentale réalisée au LPQM, alors que les positions des pics de résonance obtenues sans dispersion sont décalées de celles de la mesure. Cet accord permet de valider le modèle mathématique, incluant la dispersion, décrivant les mesures PS-OLCI.

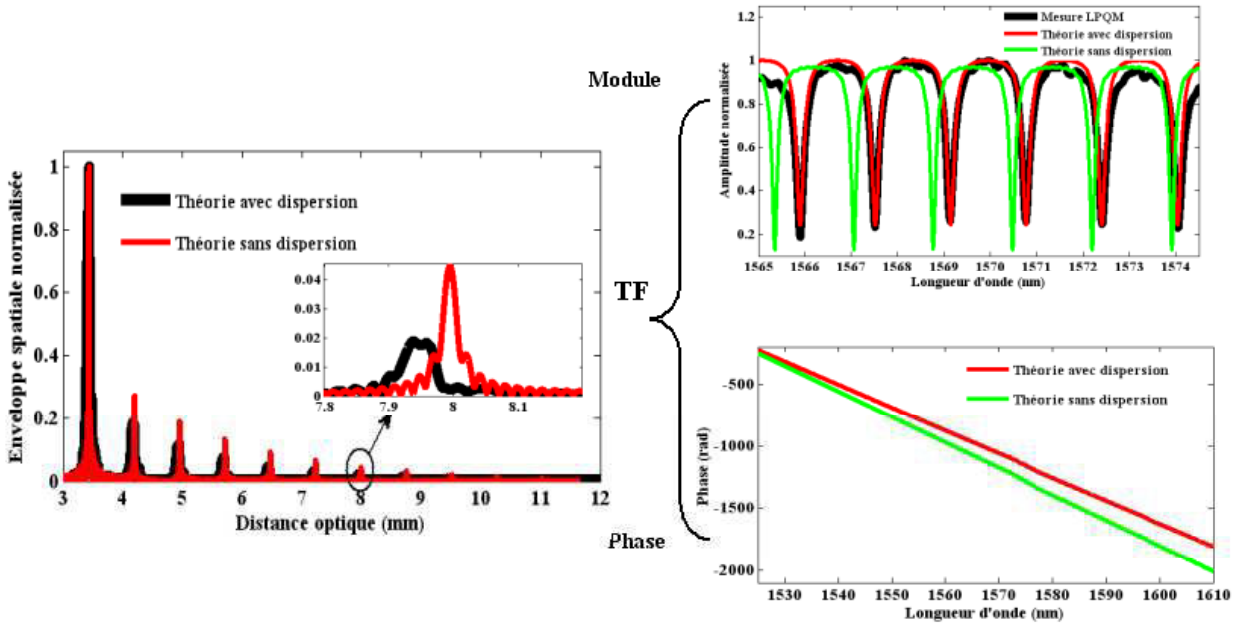


Figure IV 6 : Simulation de la réponse d'un microrésonateur en forme d'hippodrome de rayon de courbure R = 100 µm et de longueur de couplage L_C = 160 µm.

Nous allons maintenant nous intéresser à l'évolution de l'élargissement de la distance entre deux interférogrammes successifs, à la variation de la position des pics de résonance et à la variation de la pente de la phase en fonction de l'indice effectif (en tenant compte de la dispersion). Cette étude nous permettra une bonne compréhension et interprétation des mesures PS-OLCI pour des applications en biodétection car la présence de biomolécules sur la surface du microrésonateur modifie l'indice effectif du mode guidé[IV.6].

c- Influence de la dispersion

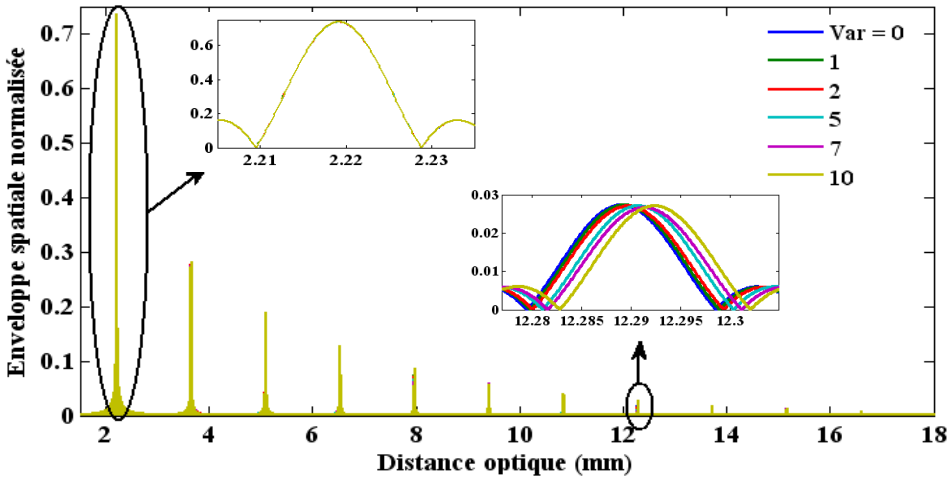
Pour étudier l'influence de la variation de l'indice effectif sur le modèle théorique des mesures PS-OLCI, nous avons simulé plusieurs réponses en faisant varier l'indice effectif suivant la loi linéaire suivante :

$$n_{eff}(v) = n_{eff\,0}(v) + 2{,}53\times10^{-5}\,Var \qquad \textit{Eq.IV 28}$$

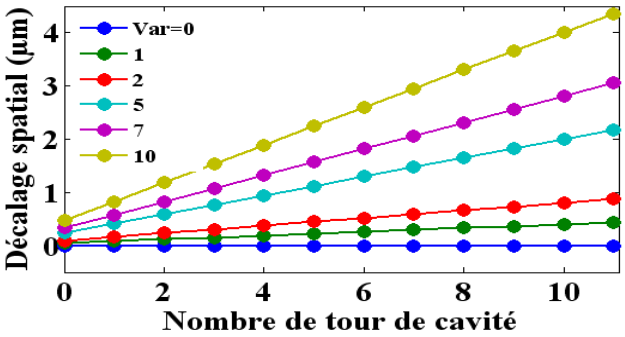
où $n_{eff\,0}(v) = C_0 + C_1 v$ et *Var* est un entier naturel variable.

La Figure IV 7 (a) représente le module de la réponse spatiale simulée en faisant varier *Var*. Sur cette figure, nous observons une variation croissante de la distance entre deux interférogrammes successifs lorsque la variable *Var* augmente. En effet, une augmentation de *Var* entraîne une augmentation de l'indice effectif vu par le mode guidé, donc de l'indice de groupe, ce qui se traduit par un élargissement de la distance optique (Eq.IV 16 du chapitre 3). Toutes les réponses spatiales, pour différentes valeurs de *Var*, ont été recadrées par rapport au pic correspondant à la transmission après zéro tour de cavité. Par conséquent les premiers interférogrammes sont tous à la même position. En revanche, malgré ce recadrage, nous observons un décalage de la position des interférogrammes après plusieurs tours de cavités (voir zoom sur 7 tours de cavité Figure IV 7 (a)). En représentant la variation de la position des interférogrammes, pour différentes valeurs de *Var*, par rapport à la position des interférogrammes correspondant à *Var = 0*, nous obtenons une évolution linéaire (Figure IV 7

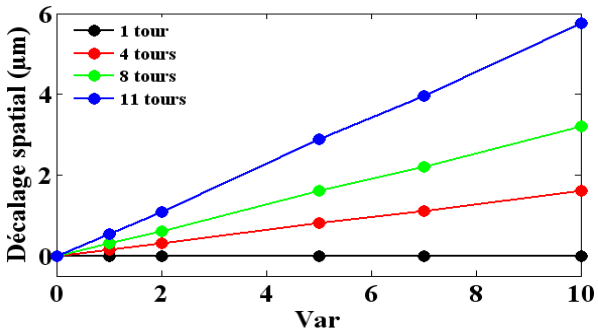
(b)). En représentant cette variation en fonction de la variable *Var*, nous obtenons également une évolution linéaire (Figure IV (c)). De ces deux représentations, nous pouvons déduire qu'une bonne exploitation de l'influence de la dispersion sur la réponse spatiale d'un microrésonateur, nécessite la réalisation d'une cavité dans laquelle l'on peut observer plusieurs tours de cavité.



(a) Module de la transmission spatiale



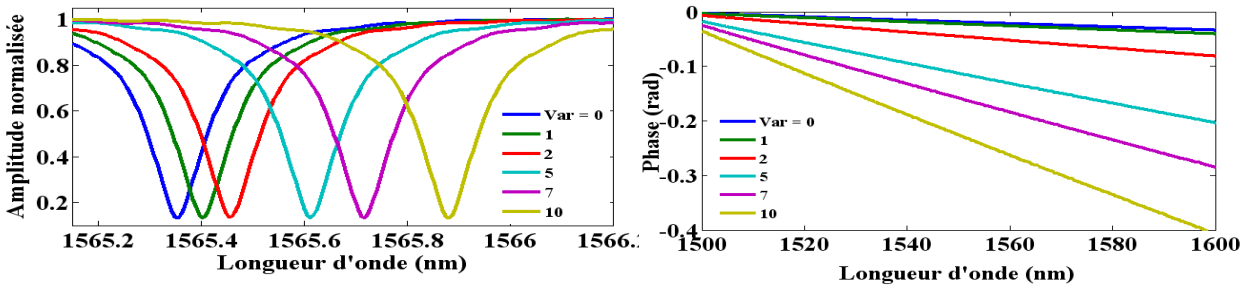
(b) Décalage spatial par tour de cavité



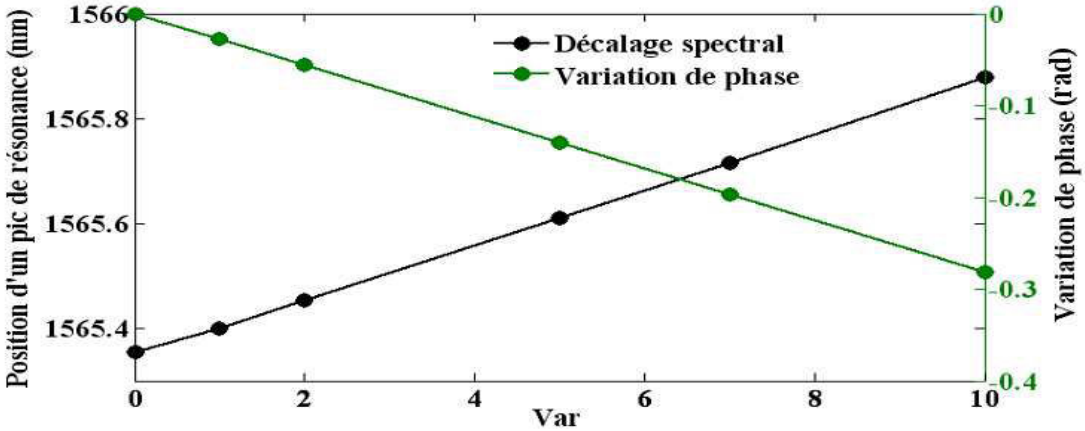
(c) Décalage spatial en fonction de *Var*

Figure IV 7 : Etude détaillée de l'influence de la dispersion sur la réponse spatiale d'un microrésonateur

Lorsque nous nous intéressons de près à la réponse spectrale obtenue à partir de la transformée de Fourier des données spatiales, nous observons une variation linéaire de la position d'un pic de résonance et de la phase spectrale en fonction de *Var* (Figure IV 8). Si de telles évolutions sont obtenues expérimentalement, lors de la détection de différentes concentrations de biomolécules, elles peuvent être exploitées pour estimer la sensibilité et la limite de détection du dispositif de mesure[IV.6].



(a) Module de la réponse spectrale (b) Phase de la réponse spectrale



(c) Variation de la longueur d'onde de résonance et de la phase en fonction de Var

Figure IV 8 : Etude détaillée de l'influence de la dispersion sur la réponse spectrale d'un microrésonateur.

CONCLUSION

Au cours de ces travaux, nous avons été amené à proposer un modèle analytique de l'association d'un PS-OLCI et d'un microrésonateur afin de prédire le comportement de cette association et d'expliquer certains phénomènes mis en évidence par les mesures PS-OLCI (dispersion par exemple). Pour cela, nous avons d'abord réalisé une étude théorique de la réponse PS-OLCI d'un composant simple comme un guide rectiligne. Cette étude a montré que l'interférogramme PS-OLCI pouvait s'écrire sous la forme d'intégrales de Fresnel. En utilisant le modèle analytique obtenu pour effectuer un ajustement des mesures expérimentales, réalisées sur un guide rectiligne en SU-8, nous avons obtenu des résultats en très bon accord, validant ainsi le modèle proposé.

Ensuite, ce modèle a été adapté à la réponse d'un microrésonateur. Le modèle analytique de l'association d'un PS-OLCI et d'un microrésonateur a été validé par le bon accord obtenu en comparant la réponse spectrale d'un interférogramme simulé, en tenant compte de la dispersion, et de celle obtenue sur le banc de mesure en transmission.

Enfin, l'étude de l'influence de la dispersion sur les performances spatiales (distance optique, indice de groupe) et spectrales (longueur d'onde de résonance et pente de la phase) a montré une évolution linéaire de ces paramètres en fonction de l'indice effectif du mode guidé. Pour les applications de biocapteurs envisagées, cette étude prévoit donc une variation linéaire de la réponse du capteur en fonction de la concentration de biomolécules si cette dernière évolue linéairement avec l'indice effectif. Ce modèle analytique sera utilisé dans le chapitre suivant, consacré à la caractérisation des microrésonateurs, pour ajuster les mesures expérimentales afin d'en extraire les performances spatiales et spectrales.

BIBLIOGRAPHIE

[IV.1] A-F. Obaton, C. Palavicini, Y. Jaouën, E. Kerrinckx, Y. Quiquempois, and M. Lièvre, "Characterization of Fiber Bragg Gratings by Phase-Sensitive Optical-Low Coherence Reflectometry", IEEE Trans I. Meas, vol. 55, no. 5, pp. 1696-1703 (2006).

[IV.2] A-F. Obaton, A. Quoix, and J. Dubard, "Uncertainties on distance and chromatic dispersion measurement using optical low coherence reflectometry", Metrologia, vol. 45, no. 1, pp. 83-92 (2008).

[IV.3] Okamoto K., Fundamentals of Optical Waveguides, 2nd edition, Elsevier, Academic Press, Amsterdam, 197-200 (2006).

[IV.4] L. Korkut, D.j Vlah, D.Z. ubrinic, V.Z upanovic, "Generalized Fresnel integrals and fractal properties of related spirals", Applied Mathematics and Computation, vol. 206, pp.236 – 244 (2008).

[IV.5] K.M. Abedin, S.M. Mujibur Rahman, "Computer simulation of Fresnel diffraction from double rectangular apertures in one and two dimensions using the iterative Fresnel integrals method", Opt. Laser Technology, vol 44, pp. 394–402 (2012).

[IV.6] C.-Y. Chao, W. Fung, L. J. Guo, "Polymer microring resonators for biochemical sensing applications," IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron., vol 12, pp. 134-142 (2006).

SOMMAIRE

Chapitre V : 128

Dispositif PS-OLCI : outil de caractérisation et d'aide à la conception de microrésonateurs optiques 128

Introduction : 128

I- Dispositif PS-OLCI : outil de caractérisation de microrésonateurs 128

1- Caractérisation de microrésonateurs de première génération..... 128
2- Caractérisation de microrésonateurs de deuxième génération 131
3- Influence de la température sur la réponse de l'association PS-OLCI - microrésonateur 132
4- Répétabilité et reproductibilité de la méthode..... 133

II- Dispositif PS-OLCI : outil d'aide à la conception 134

1- Calcul des paramètres opto-géométriques d'un microrésonateur..... 134
2- Régime de couplage d'un microrésonateur..... 135

Conclusion..... 137

BIBLIOGRAPHIE 138

Chapitre V :
Dispositif PS-OLCI : outil de caractérisation et d'aide à la conception de microrésonateurs optiques

Introduction :

Après avoir introduit le principe de fonctionnement et proposé une approche théorique du dispositif PS-OLCI, nous présentons dans ce chapitre son utilisation comme outils de caractérisation et d'aide à la conception de microrésonateurs optiques. La première partie de ce chapitre est consacrée aux différentes expériences de caractérisation de microrésonateurs. Ces expériences englobent l'extraction des performances spectrales, l'étude de la sensibilité thermique de l'association PS-OLCI - microrésonateurs et l'évaluation de la répétablité et de la reproductibilité de la méthode sur la mesure de la position d'un pic de résonance et sur la mesure du temps de groupe. La comparaison des performances spectrales des microrésonateurs, obtenues sur le dispositif PS-OLCI et sur celui de mesure spectrale du LPQM, est également reportée.
La deuxième partie du chapitre est dédiée à l'exploitation de l'amplitude des réponses spatiales du signal pour calculer les paramètres opto-géométriques d'un microrésonateur et pour discerner les différents régimes de couplage entre le guide d'injection et la cavité résonante.

I- Dispositif PS-OLCI : outil de caractérisation de microrésonateurs

1- Caractérisation de microrésonateurs de première génération

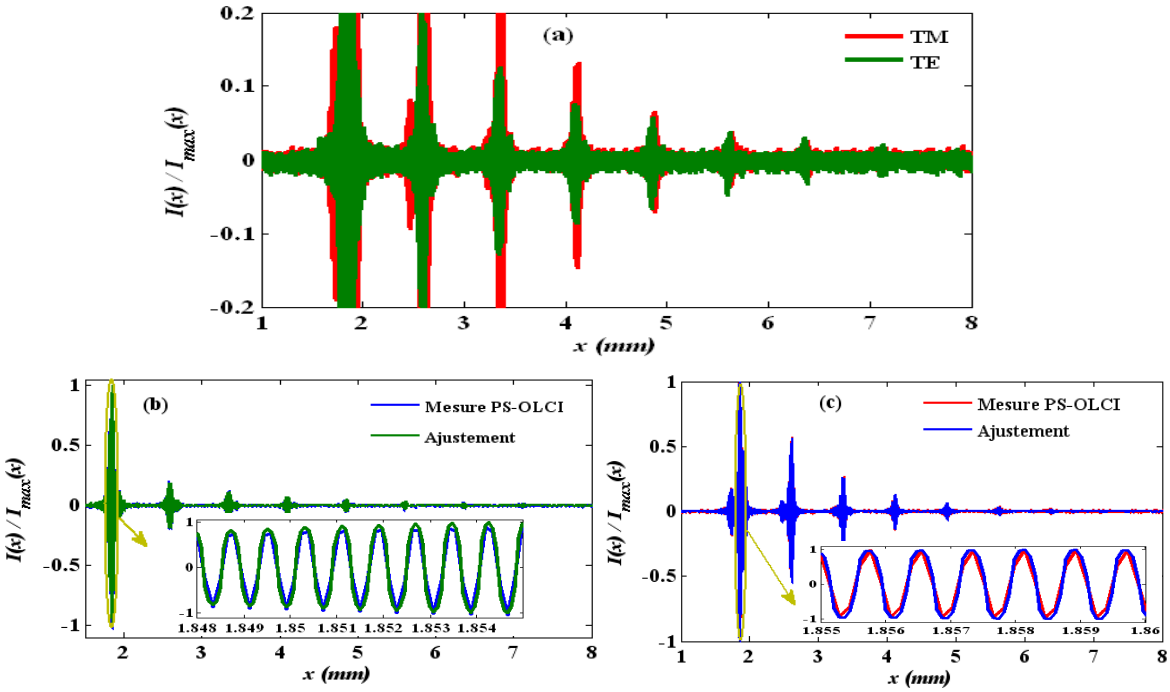


Figure V 1 : Réponse spatiale d'un microrésonateur en forme d'hippodrome de rayon R = 100 µm, de longueur de couplage L_c = 120 µm et de largeur de guide w = 4 µm : (a) Réponse en polarisation TE et TM ; (b) Ajustement de la réponse en polarisation TE ; (c) Ajustement de la réponse en polarisation TM .

Tous les microrésonateurs de première génération, dont la conception et la réalisation on été décrites dans le chapitre 2, ont été caractérisés sur le dispositif PS-OLCI intégrant le séparateur de polarisation (Figure III 20, chapitre 3). Les meilleures performances ont été obtenues sur un microrésonateur en forme d'hippodrome de rayon de courbure R = 100 µm, de longueur de couplage L_c = 120 µm et de largeur de guide w = 4 µm. La Figure V 1 (a) représente les réponses spatiales en polarisation TE et TM de ce composant. Sur cette figure, nous observons 9 interférogrammes correspondant à différents tours de cavité. La réponse de ce composant obtenue sur la banc de mesure en transmission du LPQM étant monomode en TE et bimode en TM, nous avons utilisé les équations 27 et 28 du chapitre 4 pour effectuer un ajustement des mesures PS-OLCI dans ces conditions. Les résultats expérimentaux sont en bon accord avec le calcul théorique (Figure V 1 (c) et (d)).

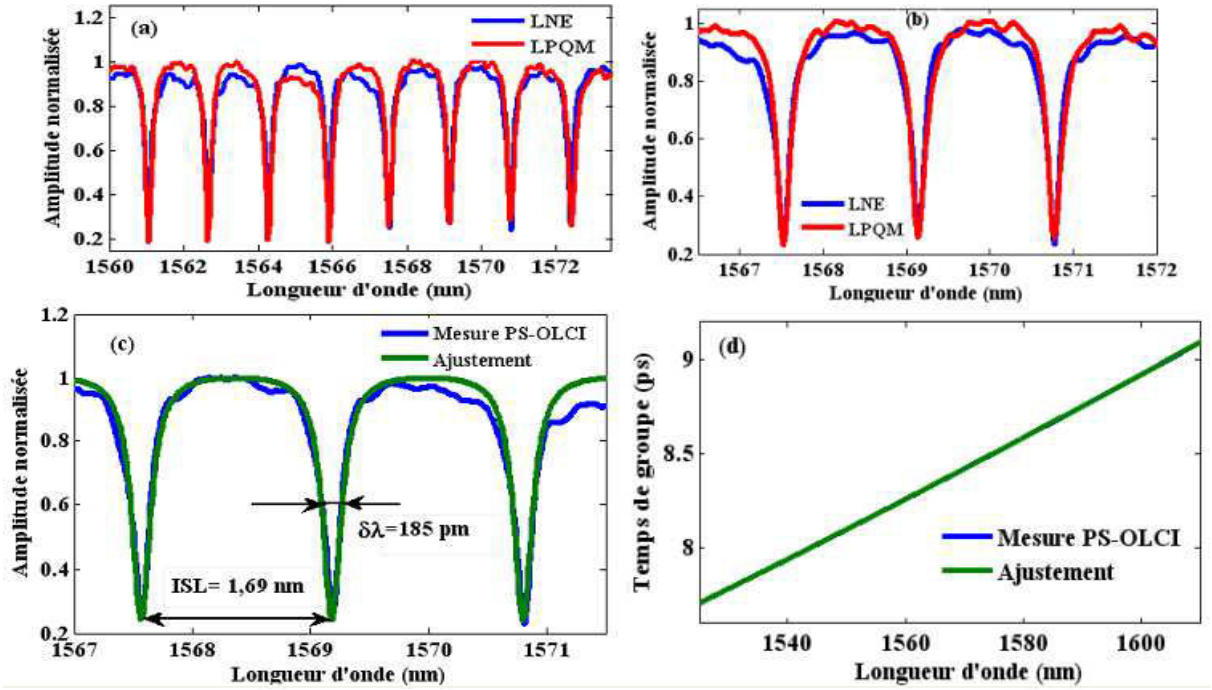


Figure V 2 : Réponse spectrale en polarisation TE d'un microrésonateur en forme d'hippodrome de rayon R = 100 µm, de longueur de couplage Lc = 120 µm et de largeur de guide w = 4 µm : (a) & (b) comparaison des mesure PS-OLCI et mesure en transmission du LPQM ; (c) & (d) ajustement des mesures PS-OLCI.

Les deux premiers graphes ((a) et (b)) de la Figure V 2 représentent une comparaison de l'amplitude des réponses spectrales, en polarisation TE, de ce composant obtenues sur les dispositifs PS-OLCI et de mesure en transmission du LPQM. Quant aux deux derniers graphes ((c) e (d)) de la Figure V 2, ils représentent une comparaison des réponses spectrales complexes théoriques et expérimentales (PS-OLCI) en polarisation TE. En analysant de près cette figure, nous remarquons que non seulement la réponse spectrale en polarisation TE du composant concorde parfaitement avec les mesures spectrales réalisées au LPQM (Figure V 2 (a) et (b)) mais également avec le calcul théorique (Figure V 2 (c) et (d)). Cette réponse spectrale présente en moyenne à 1569,2 nm, un intervalle spectral libre (*ISL*) de 1,69 nm, une largeur à mi-hauteur ($\delta\lambda$) de 190 pm, une finesse (F) de 8,89 et un facteur de qualité (Q) de 8358,91. La variation relative de 0,27% sur Q et de 0,17 % sur F entre ces deux mesures (voir chapitre 2 pour les performances obtenues au LPQM) est liée à l'injection dans le composant. En effet, l'injection dans le composant est assurée, au LPQM, par des objectifs de microscope et au LNE par des fibres lentillées. Ces deux dispositifs n'ayant pas le même système d'injection, il est impossible d'obtenir exactement les mêmes conditions d'injection. Ce qui se répercute sur la réponse du composant. Le très bon accord entre les mesures PS-OLCI et

celles de la méthode de balayage spectral permet de valider le bon fonctionnement de la configuration du dispositif PS-OLCI intégrant un séparateur de polarisation. Cependant, pour des applications de biodétection, où la mesure de cinétique d'une molécule cible est primordiale, ce montage sera limité dès lors qu'une comparaison entre les mesures TE et TM voudra être effectuée. En effet, dans la configuration actuelle du dispositif PS-OLCI, les réponses TE et TM sont mesurées l'une après l'autre. Par conséquent, pour une mesure de cinétique (mesure en temps réel) les deux réponses ne peuvent pas être comparées. En plus, si le régime de saturation est atteint avant la mesure de la réponse de la deuxième polarisation, elle ne sera pas exploitable. Pour remédier à ce problème, l'utilisation d'un coupleur dans le bras de test a été proposée comme solution. Comme le montre la Figure V 3, l'introduction d'un coupleur 1×2, de longueur de bras en sortie différentes, engendre un décalage entre les réponses TE et TM. Les deux séries d'interférogrammes, espacées de la différence de chemin optique entre les bras du coupleur, sont mesurées en une seule acquisition (Figure V 4). Non seulement cette opération permet d'envisager la mesure simultanée des réponses TE et TM mais elle réduit aussi le temps de mesure.

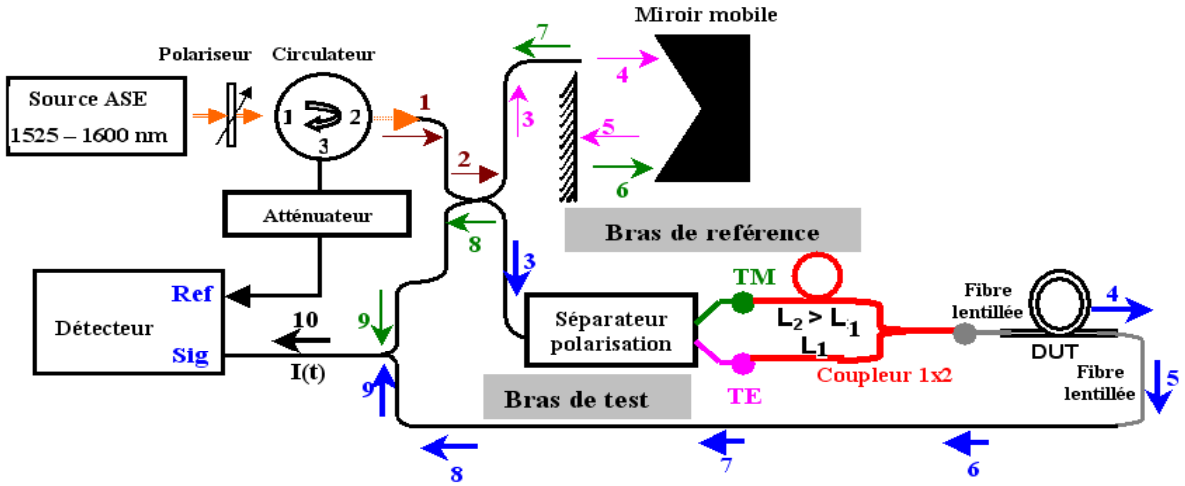


Figure V 3: Dispositif PS-OLCI servant à mesurer simultanément les réponses TE et TM.

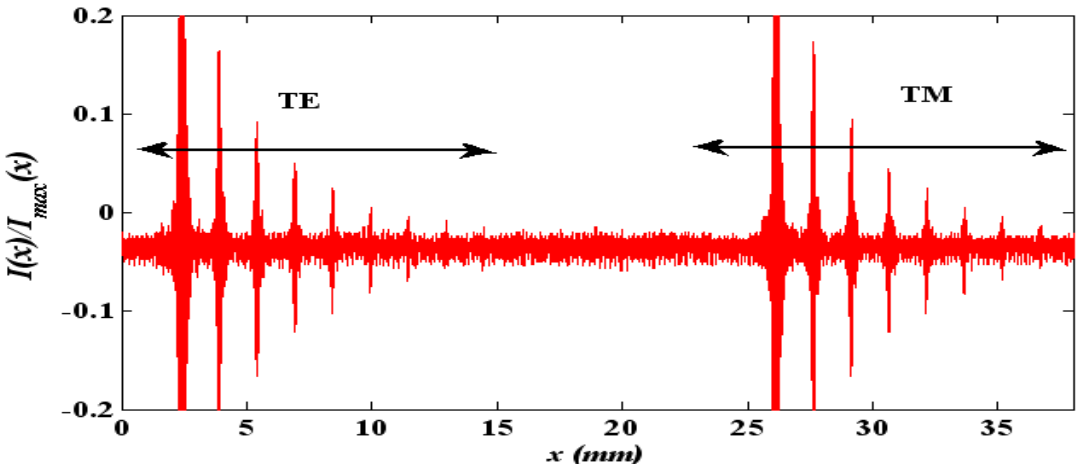


Figure V 4 : Réponse spatiale en polarisation TE et TM d'un microrésonateur en forme d'hippodrome de rayon R = 100 µm, de longueur de couplage L_c = 120 µm et de largeur de guide w = 4 µm obtenue simultanément.

La première série d'interférogrammes de la Figure V 4, représente la réponse en polarisation TE et la seconde en polarisation TM. Nous observons un décalage d'environs 12 mm entre les réponses TE et TM. Pour un indice de groupe d'environ 1,6 et une vitesse maximale de déplacement de notre miroir mobile de 2,2 mm/s pour le moteur à courant continu et de 170 mm/s pour la platine de translation, ce dispositif peut mesurer la cinétique des molécules en

polarisation TE et TM avec un retard de 3000 ms et 44 ms en utilisant respectivement le moteur et la platine.

2- Caractérisation de microrésonateurs de deuxième génération

Le nouveau dispositif PS-OLCI, fournissant en une seule acquisition les réponses TE et TM, a été utilisé pour caractériser les composants de deuxième génération dont la conception et la réalisation ont été reportées dans le chapitre 2. La Figure V 5 représente l'amplitude de la réponse spatiale d'un microrésonateur en forme d'hippodrome de rayon de courbure R = 200 µm, de longueur de couplage L_c = 120 µm et de largeur de guide w = 4 µm. L'utilisation d'une fenêtre rectangulaire sert à sélectionner la réponse de chaque polarisation.

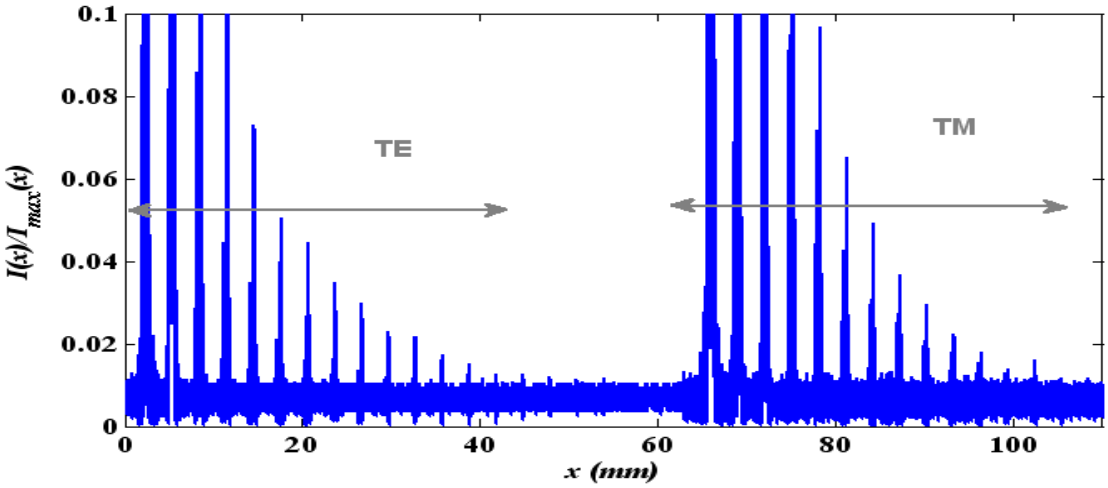


Figure V 5 : Amplitude de la réponse spatiale en polarisation TE et TM d'un microrésonateur en forme d'hippodrome de rayon R = 200 µm, de longueur de couplage L_c = 120 µm et de largeur de guide w = 4 µm.

La Figure V 6 représente l'amplitude de la réponse spectrale en polarisation TE obtenue en calculant la transformée de Fourier de la réponse spatiale. Elle possède à 1527,7 nm un *ISL* de 0,83 nm, une $\delta\lambda$ de 40 pm, une F de 21 et un Q de 38193. Ces performances, représentant les meilleures à ce jour publiées dans la littérature pour des microrésonateurs polymères dans l'eau, sont en très bon accord avec celles obtenues par le LPQM à l'aide du banc de mesure en transmission[V.1] sur le même type de composant.

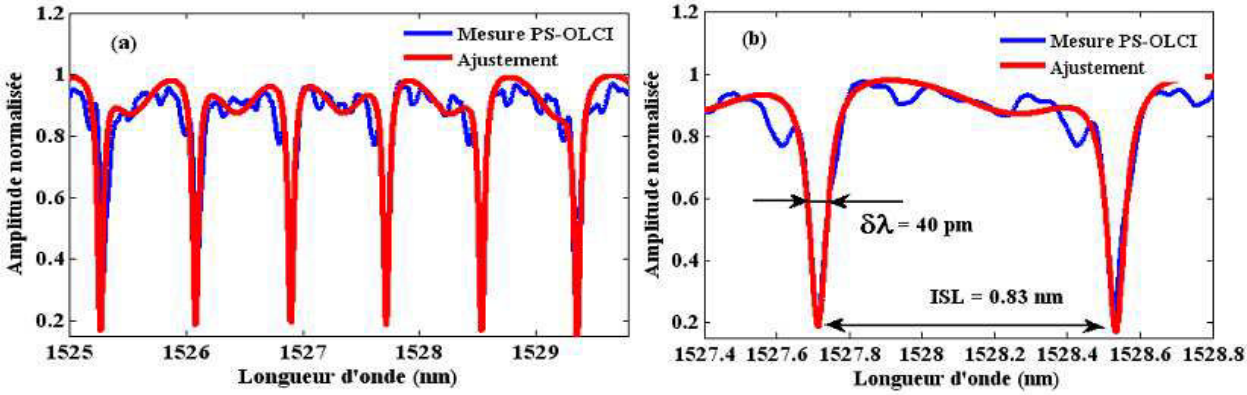


Figure V 6 : Réponse spectrale en polarisation TE d'un microrésonateur en forme d'hippodrome de rayon R = 200 µm, de longueur de couplage L_c = 120 µm et de largeur de guide w = 4 µm.

Le très bon accord entre les performances extraites des mesures PS-OLCI et celles déduites de la méthode de balayage spectral permet de valider le dispositif PS-OLCI comme outil de caractérisation de microrésonateurs.

3- Influence de la température sur la réponse de l'association PS-OLCI - microrésonateur

Le support thermostaté réalisé et présenté dans le chapitre 2 a été mis à profit pour étudier l'influence de la température sur la réponse PS-OLCI d'un microrésonateur. Nous rappelons que ce support est composé d'une thermistance de type K de 10 kΩ et d'un régulateur de température équipé d'un régulateur PID pouvant asservir la température avec une résolution de 0,01 °C. Le microrésonateur intégré dans une cellule microfluidique a d'abord été monté sur le support thermostaté. Après l'introduction d'eau déionisée dans le canal microfluidique, à l'aide d'une seringue, nous avons mesuré la réponse du capteur en faisant varier la température par palier de 18 à 25 °C. Pour chaque palier, un temps de stabilisation de 10 min a été choisi, garantissant ainsi une stabilité de régulation de quelques 10^{-2}°C.

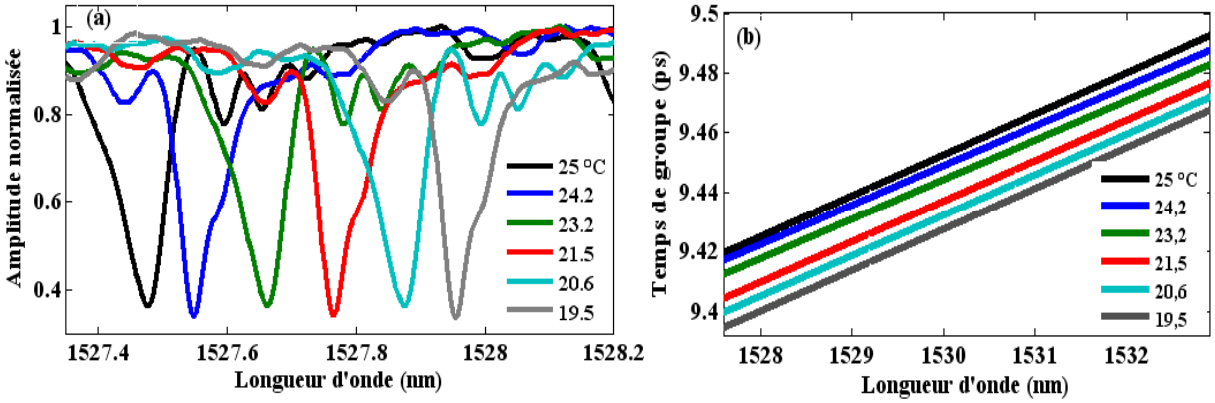


Figure V 7: Réponse spectrale en fonction de la température : (a) module de la réponse spectrale ; (b) temps de groupe (obtenu à partir de la dérivée de la phase spectrale).

Sur la Figure V 7, représentant la réponse spectrale dans l'eau d'un microrésonateur en forme d'hippodrome (R = 220 µm et L_c = 120 µm et le largeur du guide w = 4 µm), nous observons une variation de la position d'un pic de résonance et du temps de groupe en fonction de la température. Cette variation est liée à la dépendance de l'indice optique de l'eau à la température[V.2,3,4] mais aussi à la modification de l'indice de la SU-8, de la silice et du CYTOP (déformation de la structure du capteur) en fonction de la température[V.4]. En effet, pour des températures positives, une augmentation de la température entraîne une diminution de l'indice optique de l'eau (voir Eq.II 22 du chapitre 2), par conséquent une baisse de l'indice effectif du mode guidé dans le microrésonateur.

Les représentations de la position d'un pic de résonance et du temps de groupe à 1528 nm, extraits de l'amplitude et de la phase des mesures PS-OLCI, en fonction de la température suivent des évolutions linéaires (Figure V 8). A partir de la première de ces droites, on définit la sensibilité thermique $S_{T°C}$ comme la pente de la droite représentant la longueur d'onde de résonance en fonction de la température. La valeur de $S_{T°C}$, déduite de ces données, de l'ordre de –110 pm/°C est bien en accord avec les grandeurs publiées dans la littérature pour des microrésonateurs en SU-8[V.3]. Celle obtenue en exploitant le temps de groupe à 1528 nm est de 3,6 fs/°C. Le résultat de ces expériences montre la nécessité d'un dispositif thermostaté afin de maintenir le capteur à température fixe lors des expériences.

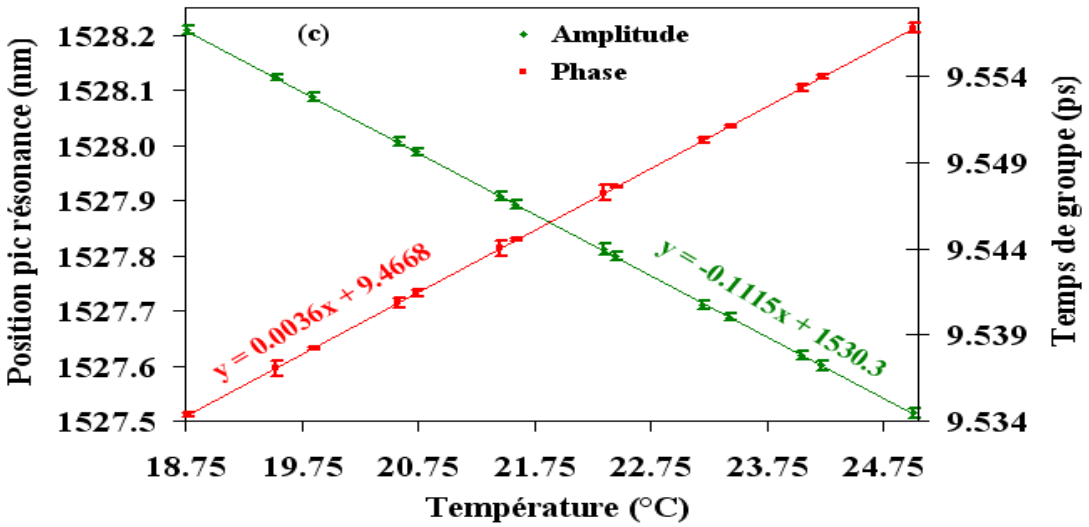


Figure V 8 : Décalage spectral et variation du temps de groupe en fonction de la température.

4- Répétabilité et reproductibilité de la méthode

Après l'étude de l'influence de la température, nous avons évalué la répétabilité et la reproductibilité des mesures PS-OLCI à température constante. Pour cela, cinq mesures successives, de la réponse du microrésonateur testé précédemment, ont été réalisées dans l'eau à 23,1°C pour tester la répétabilité. Et cinq mesures ont été réalisées, dans les mêmes conditions, à différentes heures de la journée sur plusieurs jours, après des opérations de « montage et démontage » du composant, pour tester la reproductibilité.

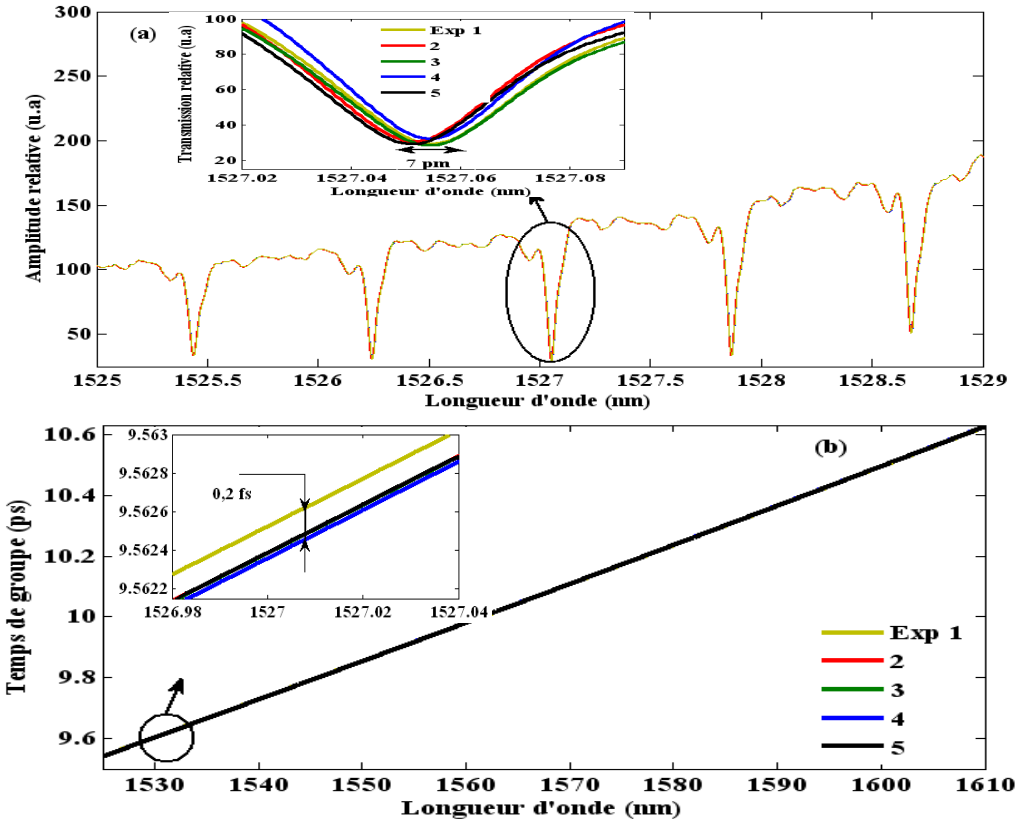


Figure V 9 : Répétabilité des mesures PS-OLCI à 23,1°C : (a) module de la réponse spectrale ; (b) temps de groupe.

Sur les Figure V 8 et 10, représentant respectivement la répétabilité et la reproductibilité sur la mesure de la position d'un pic de résonance et du temps de groupe, nous observons d'une acquisition à une autre, une variation de la position d'un pic de résonance et du temps de groupe. Les écart-types de répétabilité obtenus, à partir des cinq mesures dont les moyennes sont représentées en Figure V 10, sont respectivement de 7,4 pm et 0,2 fs sur la mesure de la position d'un pic de résonance et du temps de groupe (avec une résolution de calcul de 3,7 pm). Les écart-types de reproductibilité estimés avec la norme NF ISO 5725-2 [V.4], en tenant compte des écart-types de répétabilité, sont respectivement de 12 pm et de 0,3 fs sur le module et le temps de groupe.

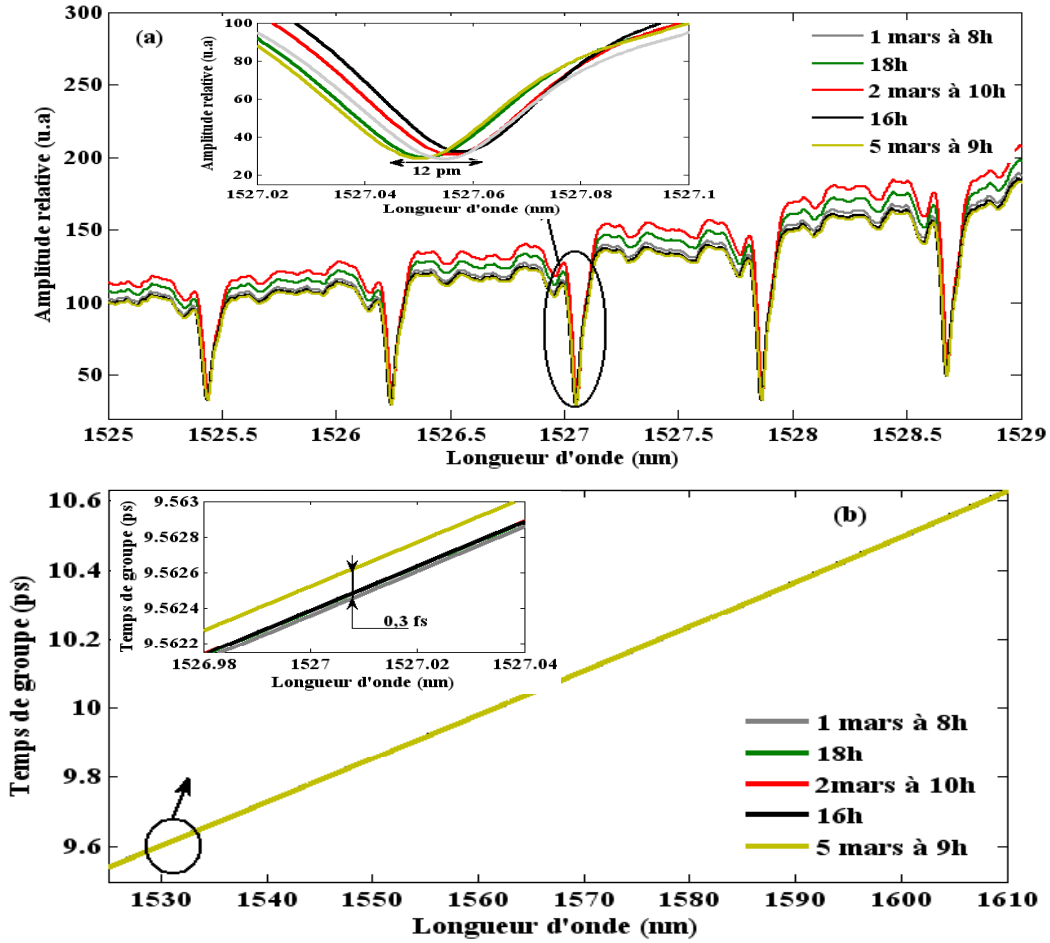


Figure V 10 : Reproductibilité des mesures PS-OLCI : (a) module de la réponse spectrale ; (b) temps de groupe.

II- Dispositif PS-OLCI : outil d'aide à la conception

1- Calcul des paramètres opto-géométriques d'un microrésonateur

Les résultats obtenus et présentés dans ce chapitre ont montré que la réponse spatiale d'un microrésonateur se caractérise par une série d'interférogrammes d'amplitude P_i et espacés de la circonférence optique de la cavité. Y. Gottesman[V.5] a déjà démontré, à partir du coefficient de transmission d'un microrésonateur et de sa transformée de Fourier, que les intensités lumineuses associées à la transmission directe et au $j^{\text{ième}}$ interférogramme peuvent s'écrire, respectivement, sous les formes suivantes[V.5] :

$$\begin{cases} P_0 = \gamma\alpha_i^2\left(1-\kappa^2\right)P_{in} \\ P_{j>0} = \gamma\kappa^2 a^{2j}\left(1-\kappa^2\right)^{j-1}\alpha_i^{2(j+1)}P_{in} \end{cases} \qquad \textit{Eq.V 1}$$

les paramètres a, α_i, κ, γ et P_{in} représentent respectivement les pertes par tour de cavité, les pertes par couplage, le coefficient de couplage, les pertes d'insertion et l'intensité incidente dans le microrésonateur.
En effectuant les rapports P_1/P_0 et P_{j+1}/P_j nous obtenons :

$$\begin{cases} (a\alpha_i)^2 = \dfrac{1-\kappa^2}{\kappa^2}\dfrac{P_1}{P_0} \\ \dfrac{P_{j+1}}{P_j} = a^2\left(1-\kappa^2\right)\alpha_i^2 \end{cases} \qquad \textit{Eq.V 2}$$

La résolution de ce système d'équations, par la méthode de substitution, permet de déduire l'expression du coefficient de couplage en fonction de l'intensité des différents interférogrammes :

$$\kappa = \sqrt{\frac{P_1 P_j}{P_1 P_j + P_{j+1} P_0}} \qquad \textit{Eq.V 3}$$

De cette solution, peuvent être déduits les autres paramètres tels que le produit $a\alpha_i$ et le coefficient de transmission τ :

$$\begin{cases} \tau = \sqrt{1-\kappa^2} = \sqrt{\dfrac{P_0 P_{j+1}}{P_1 P_j + P_{j+1} P_0}} \\ a\alpha_i = \sqrt{\dfrac{P_{j+1}}{\left(1-\kappa^2\right)P_j}} = \sqrt{\dfrac{P_1 P_j + P_{j+1} P_0}{P_j P_0}} \\ \alpha_i = \dfrac{1}{a}\sqrt{\dfrac{P_1 P_j + P_{j+1} P_0}{P_j P_0}} \end{cases} \qquad \textit{Eq.V 4}$$

Ces relations montrent que les paramètres a et α_i ne sont pas séparables. Or, l'autre avantage du dispositif PS-OLCI, consistant à déterminer les pertes par propagation a dans un guide d'onde en fonction de la distance optique x entre deux interférogrammes successifs et du coefficient de pertes α_D du matériau formant le guide, peut être exploité pour effectuer cette séparation :

$$a = \exp\left(-\alpha_D x\right) \qquad \textit{Eq.V 5}$$

Quelques valeurs typiques de α_D en dB/cm pour des guides en SU-8 sont publiées dans les papiers suivants[V.6,V.7]. Ainsi les mesures PS-OLCI permettent de déterminer tous les paramètres opto-géométriques caractéristiques d'un microrésonateur. L'intérêt de déterminer ces paramètres est, notamment, de les utiliser comme valeurs initiales pour effectuer un ajustement des mesures expérimentales.

2- Régime de couplage d'un microrésonateur

Nous nous intéressons maintenant au coefficient de couplage critique κ_c et au coefficient de couplage κ, entre le guide rectiligne et la cavité résonante. Ces deux coefficients de couplages peuvent être directement déterminés à partir de l'Eq.V6 dès lors que la réponse spatiale du microrésonateur est connue :

$$\begin{cases} \kappa = \sqrt{\dfrac{P_1 P_j}{P_1 P_j + P_{j+1} P_0}} \\ \kappa_c = \sqrt{1-(a\alpha_i)^2} = \sqrt{\dfrac{P_1 P_j + P_0(P_{j+1} - P_1)}{P_j P_0}} \end{cases} \qquad \textit{Eq.V 6}$$

Le dispositif PS-OLCI prend toute sa pertinence dans la détermination de ces deux paramètres du fait qu'ils permettent de distinguer les différents régimes de couplage entre le guide rectiligne et la cavité.

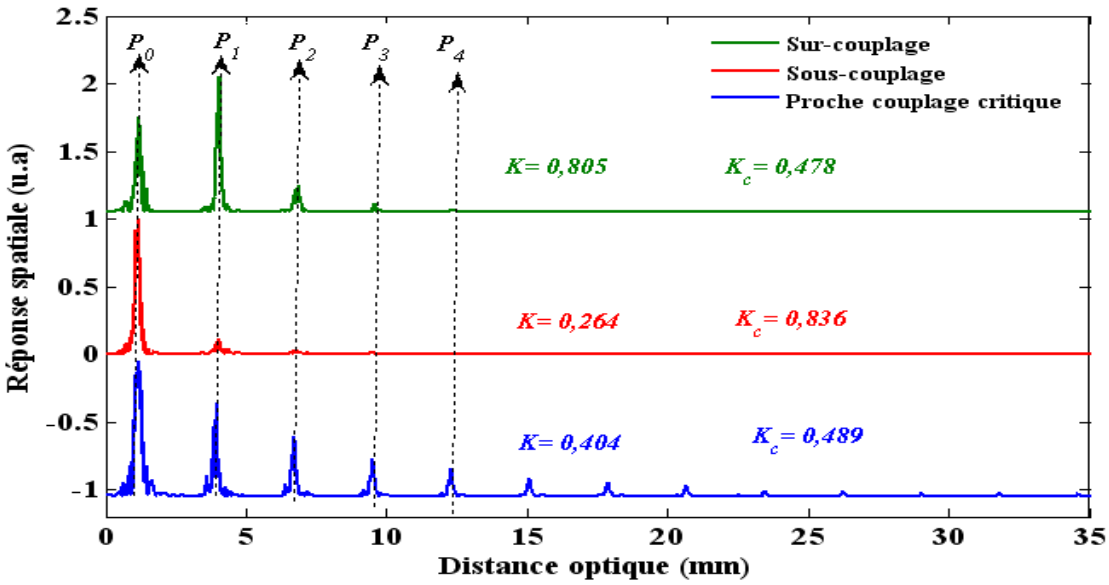


Figure V 11: Amplitude de la réponse spatiale de microrésonateurs : distinction des différents régimes de couplage.

En effet, lors des travaux d'adaptation du banc PS-OLCI, dont la synthèse a été présentée dans le chapitre 4 et ce chapitre, nous avons caractérisé plusieurs microrésonateurs. Les réponses spatiales obtenues sur différents composants, dont les enveloppes sont représentées en Figure V 11, symbolisent les trois régimes de couplage entre le guide rectiligne et la cavité : couplage critique, sous-couplage et sur-couplage.

Sur la première courbe (en vert) de la Figure V 11, nous observons que le premier interférogramme, correspondant à la transmission dans le guide droit, est plus faible que la transmission après un tour de cavité. Cette configuration correspond au régime de sur-couplage dans lequel le coefficient de couplage est très supérieur à celui du couplage critique. La deuxième courbe (en rouge), présente le cas inverse, où le coefficient de couplage est très inférieur à celui du couplage critique. C'est le régime de sous-couplage. Enfin, la dernière courbe (en bleue), bien qu'elle ne corresponde pas exactement au couplage critique, représente un régime intermédiaire qui se caractérise par une décroissance progressive des interférogrammes. Pour des applications de détection, le régime de couplage optimal est le couplage critique car il permet d'obtenir à la fois un facteur de qualité et un contraste de transmission élevés, nécessaires pour une meilleure sensibilité du capteur. Ces paramètres ne pouvant pas être fournis par les techniques de caractérisation traditionnelles, les mesures PS-OLCI peuvent ainsi permettre au concepteur d'optimiser la procédure de conception et de fabrication des microrésonateurs afin de se rapprocher du régime de couplage souhaité.

Conclusion

Les différents résultats obtenus et présentés dans la première partie de ce chapitre nous ont d'abord permis de valider le dispositif PS-OLCI comme un outil de caractérisation des microrésonateurs. A cet effet, nous avons comparé les performances spectrales extraites des mesures PS-OLCI à celles obtenues à l'aide du dispositif de mesure spectrale du LPQM. Il résulte de cette comparaison une différence relative d'environ 0,2% sur les performances spectrales obtenues, due aux différentes conditions de mesure des deux dispositifs tel que l'injection. L'étude de l'influence de la température sur les mesures de la position d'un pic de résonance et du temps de groupe, démontrant l'intérêt des mesures à température fixe et donc du support thermostaté réalisé, a également été présentée. Nous avons obtenu une sensibilité thermique de –110 pm/°C et 3,6 fs/°C, en exploitant respectivement l'amplitude et la phase des mesures PS-OLCI, sur un microrésonateur possédant un facteur de qualité supérieur à 38000. Les dernières expériences de caractérisation de microrésonateurs sur le dispositif PS-OLCI ont été l'évaluation de la répétablité et de la reproductibilité sur la mesure de la position d'un pic de résonance et du temps de groupe à température fixe. A partir de différentes séries de mesures réalisées, nous avons obtenu des écart-types de répétablité de 7 pm et 0,2 fs et de reproductibilité de 12 pm et de 0,3 fs, pour la mesure de la position d'un pic de résonance et du temps de groupe, respectivement.

Dans la dernière partie de ce chapitre, nous avons montré que les mesures PS-OLCI permettaient de calculer les paramètres opto-géométriques d'un microrésonateur. Ensuite, nous avons exploité l'amplitude des mesures PS-OLCI pour distinguer les différents régimes de couplage entre le guide d'injection et la cavité. La distinction des régimes de couplage permet d'optimiser la procédure de conception et de fabrication des microrésonateurs pour obtenir le régime de couplage optimal. Cette performance montre bien que le dispositif PS-OLCI n'est pas seulement un outil de caractérisation de microrésonateurs mais aussi un véritable outil d'aide à la conception. Ces différents avantages du dispositif PS-OLCI seront mis à profit dans le prochain chapitre consacré aux applications de biodétection.

BIBLIOGRAPHIE

[V.1] C. Delozoide, M. Salsac, J. Lautru, H. Leh, C. Nogues, J. Zyss, M. Buckle, I. Ledoux-Rak and C.T. Nguyen, "Vertically Coupled Polymer Microracetrack Resonator for Label-Free Biochemical Sensor," IEEE Phot. Technol. Lett., vol. 34, no. 4, 270-272 (2011).

[V.2] P. Schiebener, J. Straub, J.M.H. Levelt Sengers and J.S. Gallagher "Refractive Index of Water and Steam as Function of Wavelength, Temperature and Density", International Association for the Properties of Water and Steam (1997).

[V.3] Min-Suk Kwon, and William H. Steier, "Microring-resonator-based sensor measuring both the concentration and temperature of a solution", OPTICS EXPRESS,Vol. 16, No. 13 (2008).

[V.4] ISO 5725-2: 1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results: II. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (Geneva).

[V.5] Y. Gottesman, E. V. K. Rao, and D. G. Rabus, "New methodology to evaluate the performance of ring resonators using Optical Low-Coherence Reflectometry," J. Lightwave Technol., vol. 22, no.6, pp. 1566-1572 (2004).

[V.6] A. Borreman, S. Musa, A.A.M. Kok, M. B. J. Diemeer and A. Driessen, "Fabrication of Polymeric Multimode Waveguides and Devices in SU-8 Photoresist Using Selective Polymerization", Proceedings Symposium IEEE/LEOS Benelux Chapter, Amsterdam (2002).

[V.7] K .B. Mogensen, J. El-Ali, A. Wolff, and J.R.G.P. Kutter, "Integration of polymer waveguides for optical detection in microfabricated chemical analysis systems", Applied OPTICS, Vol. 42, pp. 4072-4079 (2003).

SOMMAIRE

Chapitre VI 140

Association d'un PS-OLCI et d'un composant optofluidique à base de microrésonateurs polymères comme nouveau protocole de biodétection 140

Introduction : 140

I- Détection homogène 140

1- Mesure de solution de glucose 140
2- Répétabilité et reproductibilité 142
a- Sensibilité de la méthode 143
b- Incertitude type sur la sensibilité 145
c- Estimation des limites de détection 146
d- Validation de l'estimation de la limite de détection. 147
3- Amélioration de la sensibilité 147

II- Détection surfacique 150

A. Procédure de fonctionnalisation de la SU-8 150

1- Principe de fonctionnalisation d'une surface en SU-8 150
2- Caractérisation de surface fonctionnalisée 151

B. Détection surfacique de TAMRA cadavérine 152

1- Cinétique d'accrochage de la TAMRA cadavérine en régime statique 152
2- Cinétique d'accrochage de la TAMRA cadavérine en régime dynamique 154

C. Détection surfacique de la streptavidine-biotine 156

1- Présentation du couple streptavidine-biotine 157
2- Détection de la streptavidine 157
a- Mesure de cinétique d'accrochage de la streptavidine 157
b- Comparaison de la sensibilité de la détection homogène et surfacique 162
c- Evaluation de la limite de détection en unité de densité surfacique 163
3- Détection de la biotine en régime statique 167

Conclusion 170

BIBLIOGRAPHIE 171

Chapitre VI
Association d'un PS-OLCI et d'un composant optofluidique à base de microrésonateurs polymères comme nouveau protocole de biodétection

Introduction :

L'étude bibliographique sur les microrésonateurs, présentée dans le chapitre 1, a montré que l'engouement pour ces composants provient principalement de leur facteur de qualité et de leur finesse élevés. Pour des applications de capteurs optiques, ces propriétés, proportionnelles à la sensibilité, sont des atouts indispensables pour détecter de très faibles variations d'indice de réfraction. Ces faibles variations d'indice de réfraction du milieu dans lequel est plongé le capteur se traduisent par une modification de sa réponse spectrale (amplitude et phase). Ainsi, la mesure de cette modification sert à quantifier les molécules présentes sur la surface du capteur. A cet effet, nous avons proposé et présenté, dans les chapitres 3, 4 et 5, une technique interférométrique d'interrogation et de caractérisation. Contrairement aux méthodes conventionnelles de caractérisation (ne fournissant que l'amplitude), cette technique alternative présente l'avantage de fournir non seulement la réponse spatiale, nécessaire pour l'étude des paramètres de propagation dans le composant, mais aussi la réponse spectrale complexe (module et phase), utilisée pour quantifier la présence de molécules sur la surface du capteur. Afin de profiter simultanément des avantages des microrésonateurs et de la technique PS-OLCI, nous proposons d'utiliser leur association comme nouveau protocole de biodétection sans marqueur.
Les travaux sur des biocapteurs sont présentées dans ce chapitre structuré en deux parties. La première partie est consacrée à l'étude de la détection homogène du glucose et la dernière à de détection surfacique de biomolécules présentant un groupement fonctionnel réactif (5-TAMRA cadavérine, avidine et biotine).

I- Détection homogène

Notre première expérience de biodétection, avec l'association PS-OLCI et microrésonateur, a concerné la mise en œuvre de la détection homogène. Le principe de fonctionnement physique de ce protocole réside dans la détection du changement d'indice d'une solution aqueuse dans laquelle sont reparties de façon homogène les biomolécules cibles.

1- Mesure de solution de glucose

La molécule de glucose dans l'eau déionisée a été choisie pour réaliser les expériences de détection homogène. Pour cela, nous avons d'abord préparé des solutions de concentrations différentes (0, 1, 2, 5 et 10 mg/ml) dans de l'eau déionisée. Notre salle de mesure étant équipée d'un régulateur de température dont la consigne est de l'ordre de 23 °C, nous avons fixé à 23,1 °C la température du microrésonateur, à l'aide du support thermostaté. Le microrésonateur utilisé est en forme d'hippodrome (de rayon R = 200 µm et longueur de couplage L_C = 120 µm). L'expérience de détection homogène s'est déroulée en deux étapes : caractérisation du microrésonateur dans une solution de référence (l'eau pure) et la caractérisation dans les solution de glucose.
Dans la première étape, la réponse du capteur a été mesurée en faisant circuler de l'eau dans un circuit microfluidique (Figure VI 1) contenant le capteur. L'amplitude de la réponse

spectrale en polarisation TM, de ce composant possède à 1565,8 nm, un facteur de qualité de l'ordre de 12 000, une finesse de 8 et un contraste de transmission de 52% (Figure VI 2). Cette réponse obtenue dans de l'eau déionisée pure sert de référence.
Dans la deuxième étapes, les solutions de glucose ont successivement été injectées, via le circuit microfluidique (Figure VI 1) sur la surface du microrésonateur et la réponse du capteur mesurée lorsqu'il est immergé dans chaque solution. Le passage d'une solution de concentration plus faible à une plus forte s'effectue après avoir rincé à l'eau déionisée la surface du microrésonateur.

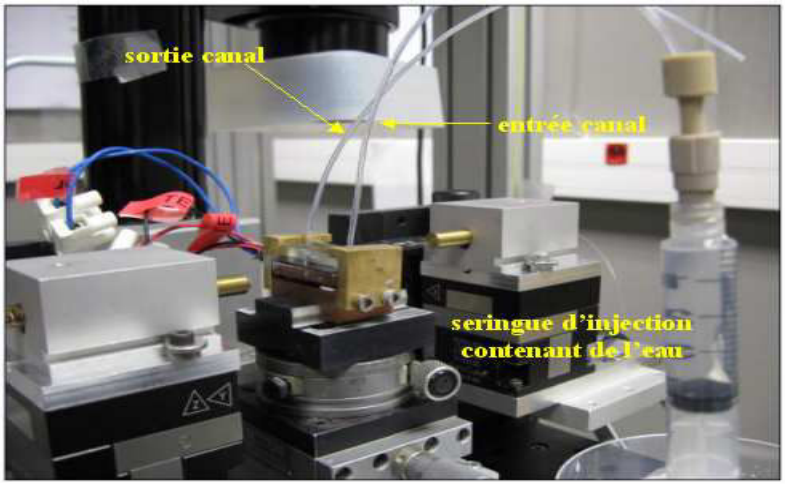


Figure VI 1: Dispositif d'injection de la solution de glucose.

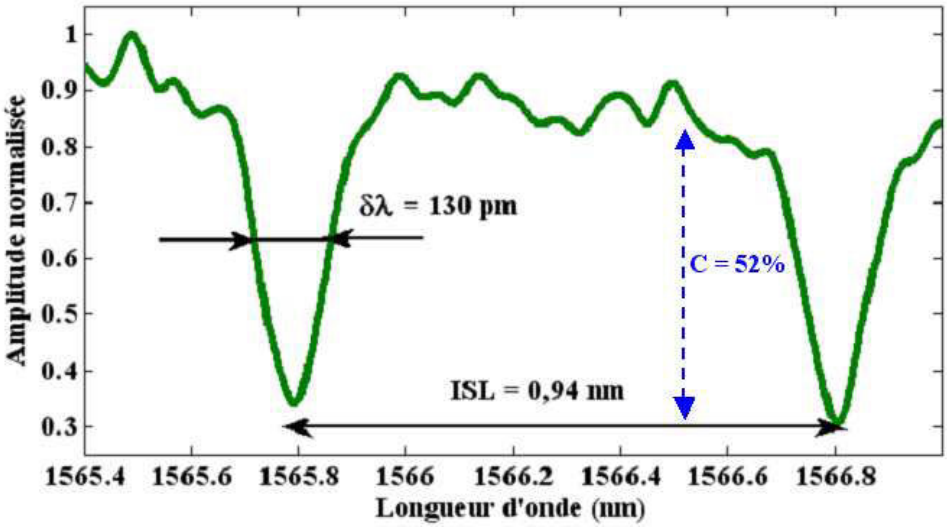


Figure VI 2: Réponse spectrale en polarisation TM d'un microrésonateur en forme d'hippodrome de rayon 200 µm et de longueur de couplage 120 µm.

Pour chaque solution 5 acquisitions ont été réalisées afin d'évaluer les incertitudes liées à la répétabilité des mesures. La Figure VI 3 représente les réponses spectrales correspondant à la moyenne des 5 acquisitions par solution. Sur cette figure, nous observons un décalage spectral croissant de la position d'un pic de résonance et une décroissance du temps de groupe (après un tours de cavité) à 1566 nm en fonction de la concentration. Ces variations résultent du fait qu'une augmentation de la concentration engendre une augmentation de l'indice optique de la solution de glucose et donc une croissance de l'indice effectif du mode guidé.

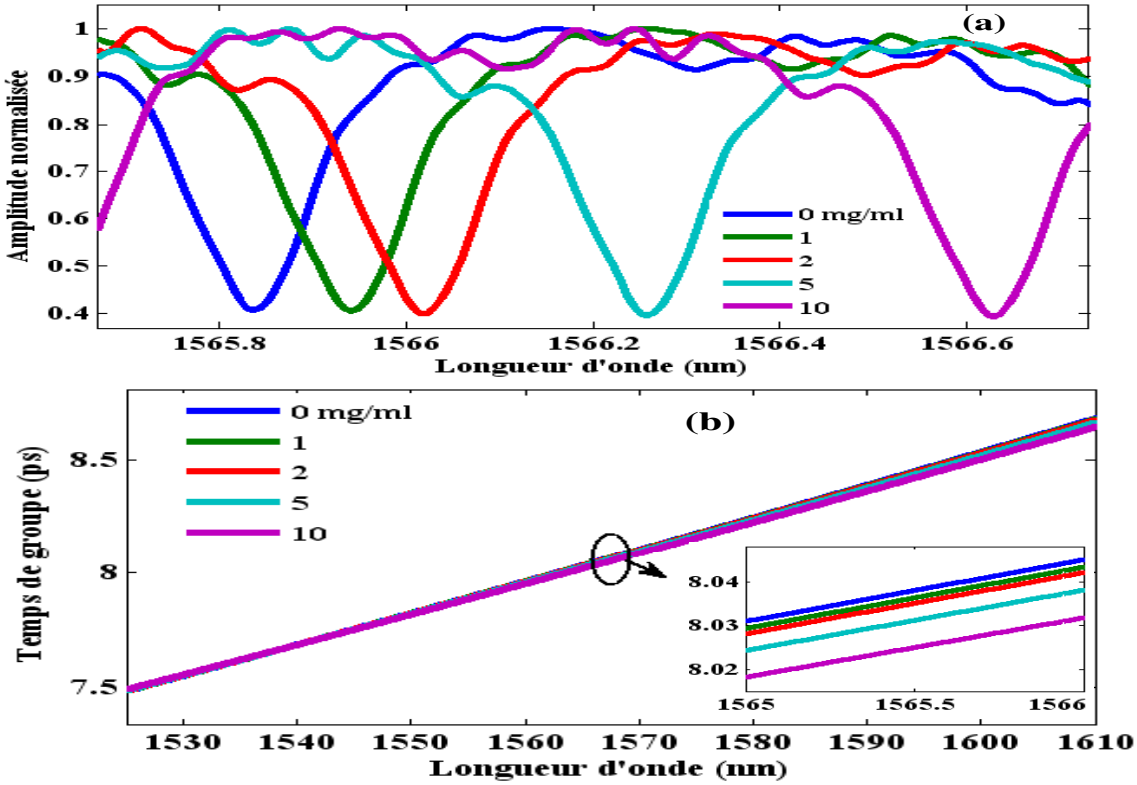
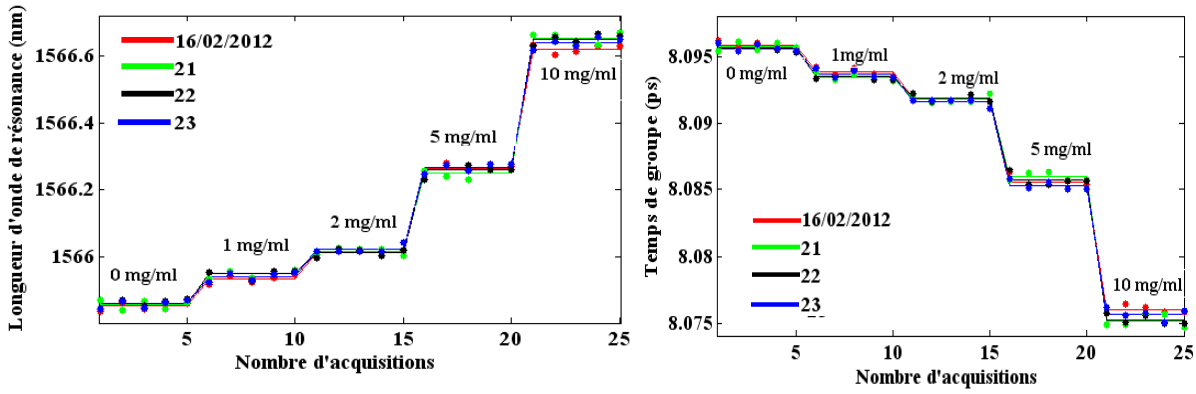


Figure VI 2 : Réponse spectrale en polarisation TM en présence de glucose : (a) amplitude de la réponse spectrale ; (b) temps de groupe (dérivée de la phase).

2- Répétabilité et reproductibilité



(a) (b)

Figure VI 4: Etude de répétabilité et de reproductibilité en présence de glucose : (a) variation de la position d'un pic de résonance d'une mesure à une autre ; (b) variation du temps de groupe d'une mesure à une autre.

Dans le but d'évaluer l'incertitude de répétabilité et de reproductibilité des mesures PS-OLCI, nous avons effectué 5 acquisitions successives par solution de glucose et répété l'expérience sur 4 jours différents. Les mesures d'un jour à un autre ont été réalisées après des opérations de « montage et de démontage » de l'ensemble support thermostaté et composant optofluidique, des fibres d'injection et de collection, et du séparateur de polarisation. La Figure VI 4 représente la variation de la longueur d'onde de résonance et du temps de groupe à 1566 nm suivant les acquisitions. Les écart-types de reproductibilité obtenus à partir de ces séries de mesures (20 acquisitions×5 solutions) en utilisant la norme NF ISO 5725-2[VI.1] sont respectivement de 12 pm et 0,32 fs sur le module et la phase. Ces résultats sont de l'ordre de grandeur de ceux obtenus et présentés dans le chapitre précédent. Dans la suite de ce chapitre,

nous allons considérer le double de l'écart type de reproductibilité obtenu comme la résolution ou bruit de mesure du dispositif PS-OLCI.

a- Sensibilité de la méthode

La représentation de la valeur moyenne par solution de la longueur d'onde de résonance et du temps de groupe (après un tour de cavité), à 1566 nm, en fonction de la concentration suit une loi linéaire (Figure VI 5). Les sensibilités de détection de glucose S_{DG}, correspondant aux pentes de ces droites, obtenues en exploitant l'amplitude et la phase sont de 78,34 (pm/mg/ml) et –4,02 fs/(mg/ml), respectivement.

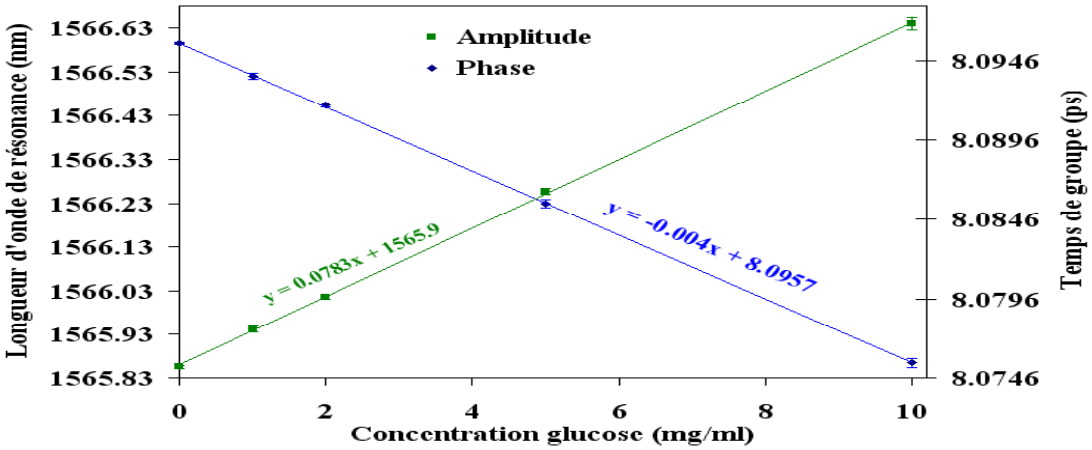


Figure VI 5: Evolution de la réponse spectrale complexe en fonction de la concentration de glucose.

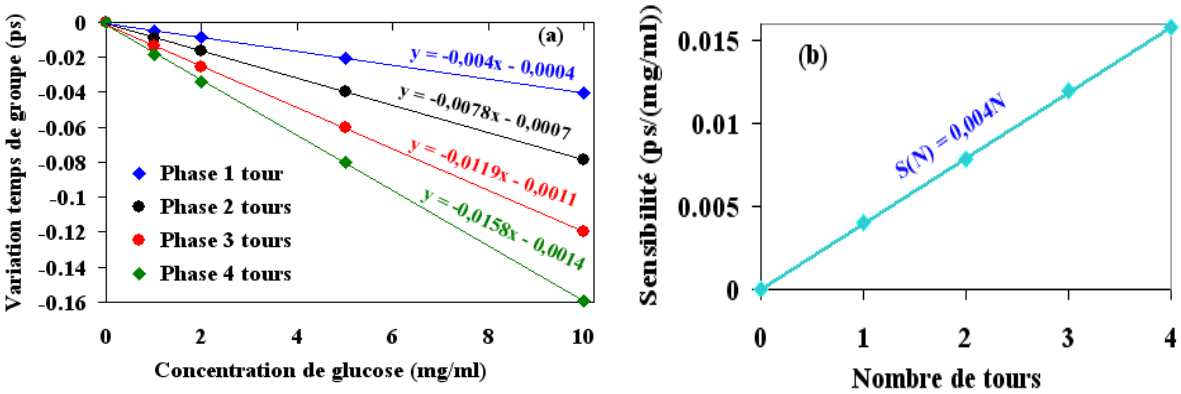


Figure VI 6 : Exploitation de la phase des mesures PS-OLCI: (a) Variation du temps de groupe en fonction de la concentration de glucose.; (b) Variation de la sensibilité en fonction du nombre de tour de cavité..

Dans l'optique d'évaluer l'influence des différents tours de cavité sur la sensibilité en phase, nous avons déterminé l'évolution du temps de groupe après chaque tour de cavité en utilisant la relation suivante :

$$GD(\lambda) = -\frac{\lambda^2}{2\pi c}\frac{\partial\left(\phi_0(\lambda) - \phi_j(\lambda)\right)}{\partial\lambda} \qquad \textit{Eq.VI 1}$$

où $\phi_0(\lambda)$ représente la phase de la transformée de Fourier de la transmission directe dans le guide d'injection et $\phi_j(\lambda)$ celle correspondant au *j*ième tour de cavité.

La Figure VI 6 (a) représente la variation du temps de groupe à 1566 nm en fonction de la concentration pour différents tours. Sur cette figure, nous remarquons que la sensibilité de la phase augmente après chaque tour de cavité. En représentant la sensibilité (pente de la droite) en fonction du nombre de tours, nous obtenons une relation affine dont la pente est égale à la sensibilité après un tour de cavité S_{1T} (Figure VI 6 (b)). Le nombre de tour de cavité, observé

dans ces travaux, étant du même ordre de grandeur que la finesse F de la cavité, nous déduisons la sensibilité totale S_{FT} en phase par :

$$S_{FT} = S_{1T} F \qquad \textit{Eq.VI 2}$$

Dans la suite de ce chapitre, nous présentons la sensibilité en phase après un tour de cavité et déduisons celle après F tours à partir de cette relation. La sensibilité totale en phase obtenue pour les expériences précédentes est de –32,16 fs/(mg/ml).

Pour d'éventuelles comparaisons, les sensibilités, en amplitude et phase, peuvent être exprimées en nm/RIU et en ps/RIU (RIU de l'anglais Refractive Index Unit) dès lors que l'évolution de l'indice de réfraction en fonction de la concentration de glucose est connue à la longueur d'onde de 1566 nm et à la température de 23,1°C. Or, la loi de dispersion de la solution de glucose n'est pas donnée dans la littérature pour nos conditions de mesure. En conséquence, nous l'avons déterminée en comparant la réponse du capteur dans une solution de glucose avec celle obtenue dans une solution de chlorure de sodium (NaCl) dans l'eau. En effet, l'étude de la conception d'un microrésonateur, présentée dans le chapitre 2, a montré que l'indice effectif d'un mode guidé évolue linéairement avec la longueur d'onde. Nous avons également présenté dans le chapitre 3 une relation de linéarité entre la longueur d'onde de résonance d'un microrésonateur et l'indice effectif d'un mode guidé. En détection homogène, le capteur est sensible qu'à la variation de l'indice massif de la solution de molécules. Par conséquent, l'indice de réfraction d'une solution connue (NaCl dans l'eau par exemple) peut servir d'étalon pour évaluer celui du glucose dans l'eau.
Pour cela nous avons d'abord préparé une solution de 10 mg/ml de NaCl dans de l'eau pure. L'indice de réfraction de ce mélange, dépendant des propriétés de l'eau pure et du NaCl, a été déterminé en utilisant la loi de Lorentz–Lorenz[VI.2] :

$$\frac{n_{Eau/NaCl}^{2}-1}{n_{Eau/NaCl}^{2}+2} = \eta_1 \frac{n_{Eau}^{2}-1}{n_{Eau}^{2}+2} + \eta_2 \frac{n_{NaCl}^{2}-1}{n_{NaCl}^{2}+2} \qquad \textit{Eq.VI 3}$$

où $n_{Eau/NaCl}$ représente l'indice de réfraction du mélange d'eau de fraction molaire N_1 et de NaCl de fraction molaire N_2. n_{Eau}, η_1, n_{NaCl}, et η_2 sont respectivement les indices de réfraction et les fractions volumiques de l'eau et du NaCl purs. La fraction volumique η ($\eta_i = N_i\, v_i / \sum N_i\, v_i$) est déterminée à partir des fractions et volumes molaires de chaque matériau i présent dans le mélange.
L'expression de l'indice de réfraction du mélange eau-NaCl obtenu en résolvant Eq.VI3 est de la forme :

$$n_{Eau/NaCl} = \sqrt{\frac{1+2\left(\eta_1 \frac{n_{Eau}^{2}-1}{n_{Eau}^{2}+2} + \eta_2 \frac{n_{NaCl}^{2}-1}{n_{NaCl}^{2}+2}\right)}{1-\left(\eta_1 \frac{n_{Eau}^{2}-1}{n_{Eau}^{2}+2} + \eta_2 \frac{n_{NaCl}^{2}-1}{n_{NaCl}^{2}+2}\right)}} \qquad \textit{Eq.VI 4}$$

En implantant, sur un outil de calcul numérique comme Matlab, cette équation dans laquelle nous utilisons l'indice de réfraction de l'eau[VI.3,VI.4] et celui du NaCl[VI.5] en fonction de la longueur d'onde et de la température, nous avons déterminé la loi de dispersion de différentes concentrations de NaCl dans l'eau à 1566 nm et à 23,1 °C (Figure VI 7 a). L'indice de réfraction de l'eau estimé dans ces conditions est de l'ordre de 1,3132 et celui correspondant à la concentration de 10 mg/ml de NaCl dans l'eau est de l'ordre de 1,3138. Cela correspond à une variation Δn de $5{,}38\times10^{-4}$ RIU. Ensuite, la réponse PS-OLCI du capteur a été mesurée dans l'eau déionisée et dans la solution de 10 mg/ml de NaCl. Le décalage spectral $\Delta\lambda$ observé entre ces deux solutions (Figure VI 7 b) est d'environ 640 pm. A partir de ce décalage spectral et de la variation d'indice pour ces mêmes concentrations nous en déduisons la sensibilité étalon $S_{et} = \Delta\lambda/\Delta n$ de $1{,}189\times10^{6}$ pm/RIU.

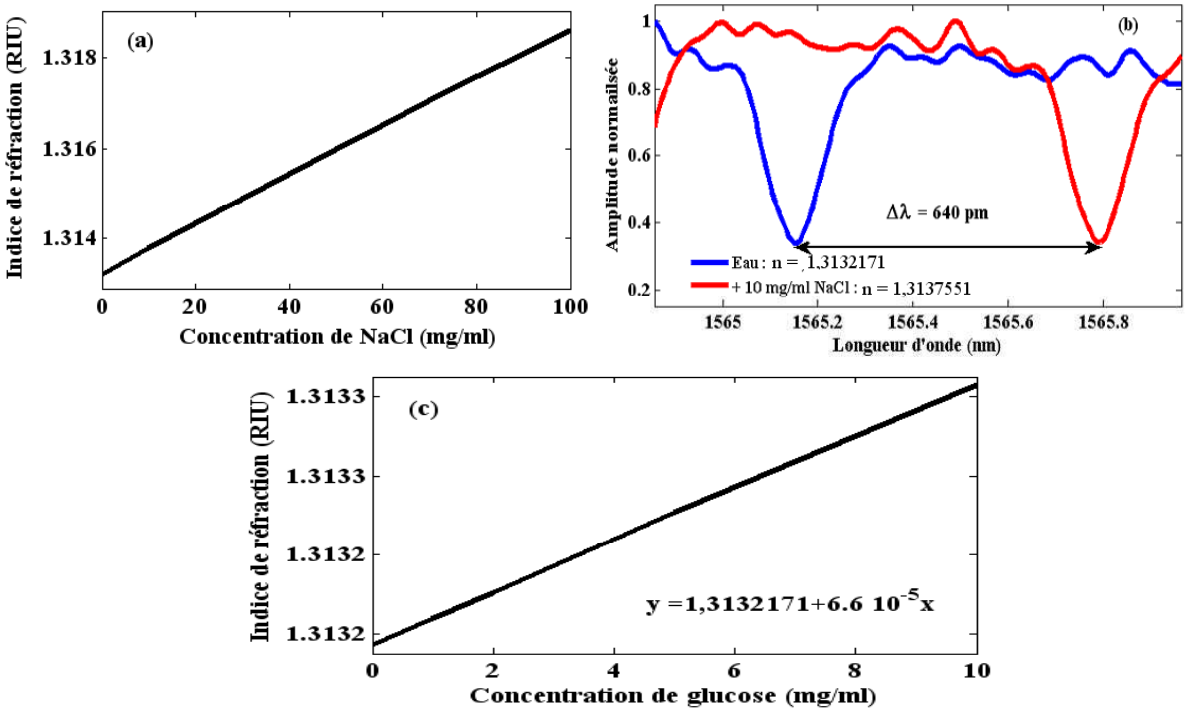


Figure VI 7 : Mesure de l'indice de glucose à 1566 nm à 23,1 °C : (a) loi de dispersion de NaCl ; (b) décalage spectral entre l'eau et 10 mg/ml de NaCl dans l'eau ; (c) loi de dispersion de glucose.

La variation d'indice de réfraction de chaque concentration de glucose par rapport à celui de l'eau Δn_g, est déduite à partir du décalage spectral $\Delta\lambda_g$ (en pm) introduit par la concentration et de la sensibilité étalon S_{et} :

$$\Delta n_g = n_{glucose} - n_{Eau} = \frac{\Delta\lambda_g}{S_{et}} \qquad \textit{Eq.VI 5}$$

L'indice de réfraction du glucose en fonction de la concentration (Figure VI 7 c), à 1566 nm et à la température de 23,1°C, déduite à partir de ces données est donc de :

$$n_{glucose} = \frac{\Delta\lambda_g}{S_{et}} + n_{Eau} \qquad \textit{Eq.VI 6}$$

$$n_{glucose} = 6{,}61\times10^{-5} C_{mg/ml} + n_{Eau} \qquad \textit{Eq.VI 7}$$

où $C_{mg}/_{ml}$ représente la concentration de glucose en mg/ml.
En effectuant la conversion de la sensibilité de détection de glucose, à partir de l'expression de l'indice de glucose, nous obtenons 1200 nm/RIU sur le module des mesures PS-OLCI et -60 ps/RIU sur la phase après un tour de cavité (soit -480 ps/RIU après F = 8 tours de cavité).

b- Incertitude type sur la sensibilité

D'une façon générale, la sensibilité intrinsèque S_I en un point M d'une fonction ou d'une courbe d'étalonnage est définie comme la dérivée de la fonction ou de la courbe en ce point. Pour les expériences précédentes, nous avons observé une évolution linéaire de la variation spectrale (longueur d'onde de résonance et temps de groupe) en fonction de la concentration de glucose, ce qui signifie que la sensibilité est constante. Elle peut alors s'écrire sous la forme :

$$S_I = \frac{\partial\psi_i}{\partial C_{mg/ml}} = \frac{\Delta\psi_i}{\Delta C_{mg/ml}} \qquad \textit{Eq.VI 8}$$

où ψ_i représente soit la longueur d'onde de résonance λ_c, soit le temps de groupe T_g.
L'estimation d'une incertitude sur S_I est donc conditionnée par la connaissance de chaque solution de glucose (concentration+incertitude) et des incertitudes liées à la mesure de la longueur d'onde de résonance et du temps de groupe.
Selon le certificat d'étalonnage de la balance utilisée pour préparer les solutions de glucose, pour des concentrations comprises entres 0 et 20 mg/ml, l'incertitude type associée est définie par :

$$u(C_{mg/ml}) = \frac{1}{2}\left(0{,}064 + 0{,}0042 C_{mg/ml}\right) \qquad \textit{Eq.VI 9}$$

$$u(\Delta C_{mg/ml}) = \frac{1}{2}\sqrt{\left(0{,}064 + 0{,}0042 C_{mg/ml}\right)^2 + 0{,}064^2} \qquad \textit{Eq.VI 10}$$

L'étude de la sensibilité à la température et à la concentration de glucose du microrésonateur a été présentée dans le chapitre précédent. On en déduit que la variation spectrale mesurée peut être exprimée par :

$$\Delta\psi_i = \frac{\partial\psi_i}{\partial T}\Delta T + \frac{\partial\psi_i}{\partial C_{mg/ml}}\Delta C_{mg/ml} = \mathrm{S}_{\mathrm{T°C}}\Delta T + \mathrm{S}_{DG}\Delta C_{mg/ml} \qquad \textit{Eq.VI 11}$$

avec $\mathrm{S}_{\mathrm{T°C}}$ la sensibilité thermique, ΔT l'écart en température.
L'incertitude associée à cette variation spectrale peut s'écrire sous la forme[VI.1] :

$$u(\Delta\psi_i) = \sqrt{\left(\mathrm{S}_{\mathrm{T°C}} u(T)\right)^2 + \left(\mathrm{S}_{DG} u(\Delta C_{mg/ml})\right)^2} \qquad \textit{Eq.VI 12}$$

L'expression de l'incertitude globale sur S_I obtenue en utilisant la loi de propagation des incertitudes est[VI.1] :

$$u(S_i) = S_i\sqrt{\left(\frac{u(\Delta\psi_i)}{\Delta\psi_i}\right)^2 + \left(\frac{u(\Delta C_{mg/ml})}{\Delta C_{mg/ml}}\right)^2} \qquad \textit{Eq.VI 13}$$

Les sensibilités de détection du glucose, extraites de l'amplitude et de la phase après un tour de cavité des mesures PS-OLCI, en tenant compte des incertitudes sont donc de 78,34 ± 5,04 pm/(mg/ml) (1200±36 nm/RIU) et –4,02 ± 0,12 fs/(mg/ml) (-60 ± 1 ps/RIU), respectivement. La sensibilité en phase après F = 8 tours de cavité serait de –32,16 ± 0,96 fs/(mg/ml) (-480 ± 8 ps/RIU).

c- Estimation des limites de détection

Nous rappelons que la limite de détection (*LD*) représente la variation minimale du mesurande (concentration de glucose dans ce cas) que l'association PS-OLCI et microrésonateur est capable de déceler. Elle dépend donc de la sensibilité S_I du microrésonateur et de la résolution ou bruit de mesure B_m du dispositif PS-OLCI et peut, par exemple, être definie par :

$$LD_i = \frac{B_m}{S_I} \qquad \textit{Eq.VI 14}$$

L' incertitude type associée à la limite de détection est de la forme[VI.1] :

$$u(LD_i) = \frac{B_m}{S_I}\sqrt{\left(\frac{u(B_m)}{B_m}\right)^2 + \left(\frac{u(S_I)}{S_I}\right)^2} \qquad \textit{Eq.VI}$$

15

Les limites de détection, en termes de concentration de glucose, sont estimée à partir de Eq.14, en considérant le bruit de mesure B_m et l'incertitude de B_m comme étant le double de l'écart-type de reproductibilité des mesures PS-OLCI et B_m l'incertitude sur la mesure de la variation spectrale $u(\Delta\psi_i)$. Les limites de détection obtenues dans ces conditions sont de 316 ±

110 µg/ml sur le module et de 150 ± 50 µg/ml sur la phase après un tour de cavité, ce qui devrait de 20 ± 5 µg/ml après F = 8 tours, en considérant le bruit de mesure inchangé.

d- Validation de l'estimation de la limite de détection.

Afin de valider la limite de détection estimée précédemment, nous avons préparé et testé de nouvelles concentrations variant autour de la valeur de *LD* estimée : 0, 75, 85, 100, 170, 200, 230, 320 et 460 µg/ml. La Figure VI 8 représente le décalage spectral et la variation du temps de groupe à 1566 nm obtenus en fonction de ces nouvelles concentrations de glucose.
Sur cette figure nous avons défini deux zones : une correspondant aux bruits de mesure (grisée sur la figure) et l'autre aux valeurs significatives c'est à dire supérieures aux bruits. A l'intersection des deux zones, correspondant au niveau de bruit maximum considéré, nous obtenons une limite de détection d'environ 230 µg/ml en exploitant l'amplitude et 100 µg/ml en exploitant la phase après un tour de cavité (soit 15 µg/ml après 8 tours de cavité) . Les limites de détection expérimentales sont en accord avec celles estimées à partir de l'équation 12 dès lors que les incertitudes sont prises en compte. Elles peuvent être améliorées si le facteur Q, la finesse F, le contraste de transmission C et le bruit de mesure B_m sont améliorées : augmentation de Q, F et C, et réduction de B_m. Des expériences d'évaluation de l'écart type de reproductibilité des mesures PS-OLCI réalisées sur plusieurs composants de géométries différentes ont donné le même ordre de grandeur. Par conséquent, seules Q, F et C peuvent améliorer *LD* car B_m est considéré constant dans la configuration actuelle du dispositif PS-OLCI.

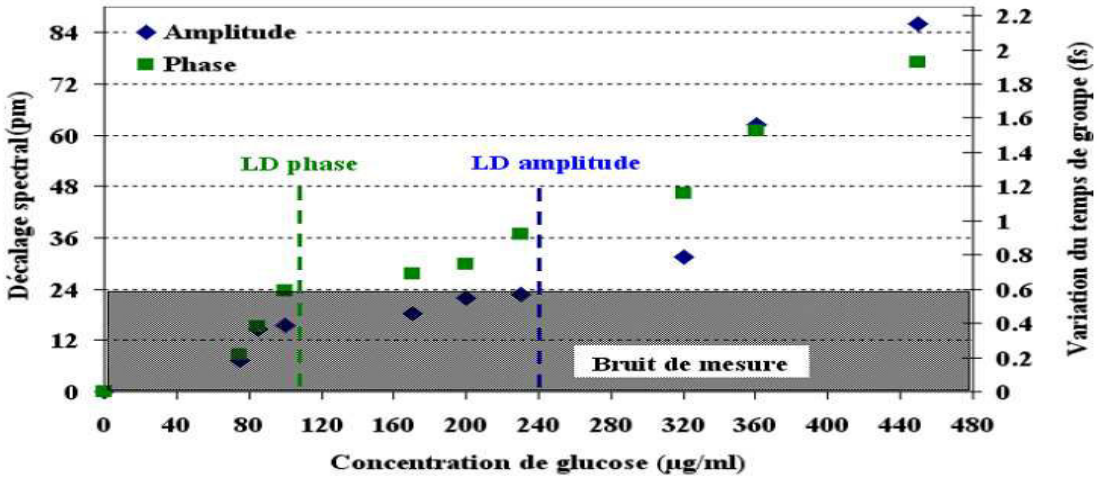


Figure VI 8 : Evaluation expérimentale de la limite de détection : évolution de la réponse spectrale complexe en fonction des basses concentrations de glucose.

Cette courbe peut sembler indiquer une meilleure LD sur la phase après un tour de cavité. Elle doit cependant être considérée avec précaution compte tenu des hypothèses faites sur le niveau de bruit et des incertitudes obtenues.

3- Amélioration de la sensibilité

Dans le but d'étudier l'influence du facteur de qualité, la finesse et du contraste de transmission sur la sensibilité du capteur, un autre microrésonateur en forme d'hippodrome de rayon R = 220 µm et longueur de couplage L_C = 120 µm a été utilisé. L'amplitude de la réponse spectrale en polarisation TM, obtenue à 23,1°C, de ce composant possède dans l'eau déionisée, à 1527,7 nm, un facteur de qualité de l'ordre de 38 200, une finesse de 21 et un contraste de 70% (Figure VI 9).

En termes de performance, le facteur de qualité de ce nouveau composant présente une amélioration d'un facteur 3 par rapport au composant utilisé précédemment. Afin de nous assurer que le décalage spectral introduit par les concentrations est inférieur à l'*ISL* (dynamique) de cette cavité, des concentrations commençants par l'ordre de la limite de détection précédente ont été réalisées : 0, 100, 230, 1000 et 1350 µg/ml.

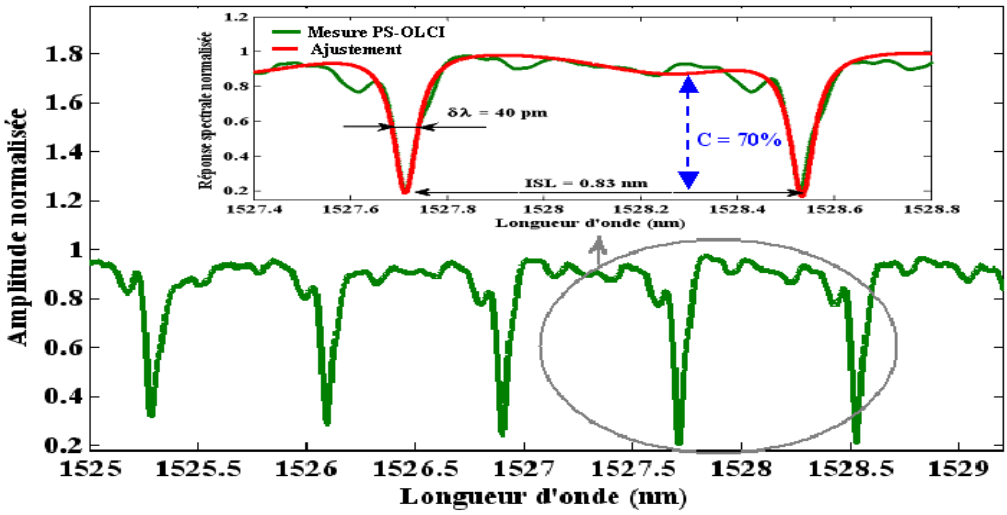


Figure VI 9 : Réponse spectrale en polarisation TM d'un microrésonateur en forme d'hippodrome de rayon R = 220 µm et de longueur de couplage L_c = 120 µm.

Ensuite, nous avons réalisé des mesures à 23,1 °C, en faisant circuler ces différentes solutions de glucose dans le canal microfluidique. Pour chaque solution, cinq acquisitions successives ont été réalisées. Sur la Figure VI 10, correspondant à la moyenne de 5 acquisitions successives par solution, nous observons un décalage spectral croissant de la position d'un pic de résonance et une décroissance du temps de groupe à 1528 nm en fonction de la concentration.

En représentant la valeur moyenne de la longueur d'onde de résonance et du temps de groupe ,après un tour de cavité, des 5 acquisitions par solution, à 1528 nm, en fonction de la concentration, nous obtenons une évolution linéaire (Figure VI 11).

Les sensibilités obtenues en exploitant l'amplitude et la phase sont de 565,5 ± 25 pm/(mg/ml) et –24,3 ±1,6 fs/(mg/ml) respectivement. Les limites de détection obtenues à l'aide de cette nouvelle cavité sont de 43,3±15,7 µg/ml sur le module et de 25,8±8,5 µg/ml sur la phase après un tour de cavité soit 1,2±0,2 µg/ml après F = 21 tours. Ces résultats présentent une amélioration d'au moins un facteur 6 par rapport à celles obtenues avec un Q de l'ordre de 12 000. Ceci montre l'intérêt de réaliser des cavités avec un facteur de qualité, une finesse et un contraste de transmission élevés.

En comparant les résultats obtenus en exploitant la phase après un tour de cavité (temps de groupe) avec ceux obtenus en exploitant l'amplitude des mesures PS-OLCI, nous remarquons que la phase, après un tour de cavité, semble présenter une amélioration d'un facteur 2. Ceci augure bien de l'intérêt de la mesure de la phase, donc du dispositif PS-OLCI. Cependant, les donnés expérimentales aujourd'hui disponibles ne permettent pas de conclure définitivement sur ce point.

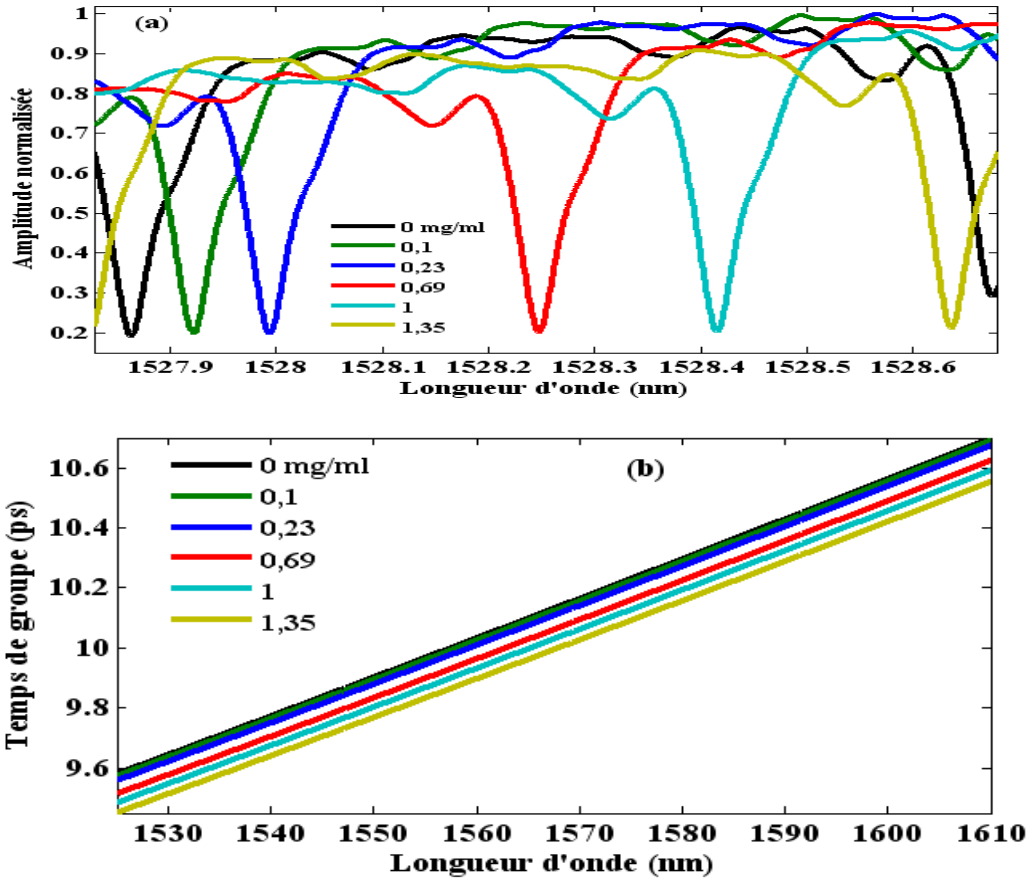


Figure VI 10 : Réponse spectrale en polarisation TM en présence de glucose : (a) amplitude de la réponse spectrale ; (b) temps de groupe .

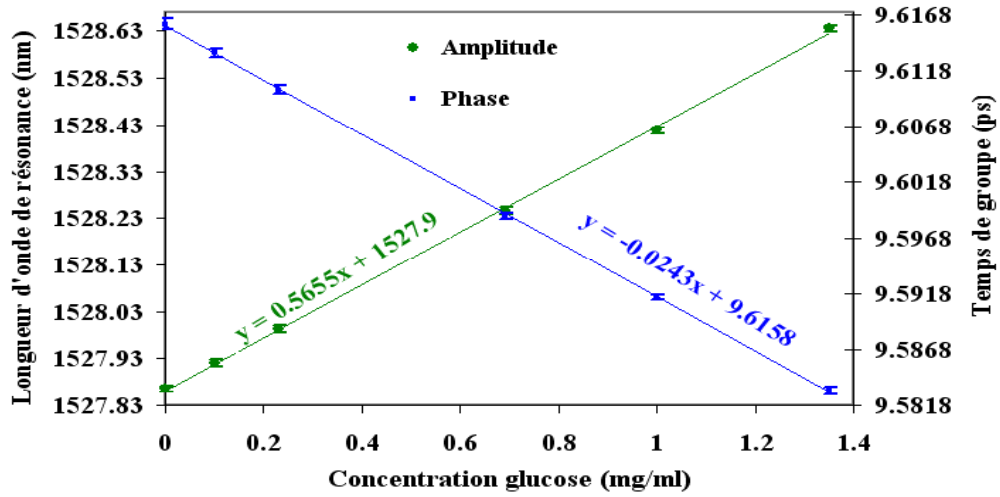


Figure VI 11 : Evolution de la réponse spectrale complexe en fonction de la concentration de glucose.

Le Tableau VI 1 représente une comparaison des résultats PS-OLCI, obtenus en exploitant le module, avec quelques résultats de détection de glucose en solution aqueuse publiés dans la littérature. Dans ce tableau, nous remarquons que notre meilleure sensibilité, obtenue avec un microrésonateur possédant un Q supérieur à 38 000 et C de l'ordre de 70%, présente une amélioration d'au moins un facteur 13 par rapport aux microrésonateurs polymères de plus faibles facteurs de qualité et d'un facteur 3 par rapport aux autres types de capteurs. Cette comparaison confirme l'intérêt de réaliser des microrésonateurs possédant un haut facteur de qualité, une finesse et un contraste de transmission élevés.

Capteurs		Performances			Références
		Facteur qualité	Sensibilité (pm/mg/ml)	Limite de détection (µg/ml)	
Microresonateurs polymères	**Micro-hippodrome en SU-8**	**38 200**	**565±25**	**45±20**	LNE
	Micro-hippodrome en polystyrène	10 000	11	950	[VI.6]
	Micro-hippodrome en polystyrène	20 000	42	240	[VI.6]
	Micro-anneau en ZPU 13-430	10 000	28		[VI.7]
Autres types de capteurs	Micro-disque en silicium	33 000	10	800	[VI.8]
	Fibre optique			10 000	[VI.9]
	Interféromètre laser			50	[VI.10]
	Onde de surface		160	25	[VI.3]

Tableau VI 1 : Comparaison des performances de détection de glucose en solution aqueuse

Les résultats obtenus et présentés dans ce paragraphe nous ont certes permis de démontrer la haute sensibilité de notre capteur, mais le protocole de détection utilisé souffre de la sélectivité. En effet, toutes les molécules présentes dans la solution participent à la modification de l'indice de réfraction de la solution et donc à la variation spectrale observée dans ces expériences. Par conséquent, ce protocole ne peut être utilisé pour quantifier avec certitude les molécules cibles dans une solution. Pour y remédier, l'utilisation de la détection surfacique, dans laquelle une étape de chimie de surface permet d'obtenir une sélectivité, s'avère nécessaire.

II- Détection surfacique

A. Procédure de fonctionnalisation de la SU-8

1- Principe de fonctionnalisation d'une surface en SU-8

L'intérêt principal de la détection surfacique est de rendre sensible la surface du capteur afin de fournir une détection sélective. Cette opération, appelée fonctionnalisation, s'effectue en accrochant des entités de reconnaissance appropriées, capables d'immobiliser des biomolécules cibles sur la surface du capteur. Parmi toutes les techniques d'immobilisation, celle choisie pour des raisons d'irréversibilité du greffage, est le couplage covalent. Cette technique nécessite la présence de groupements fonctionnels réactifs sur la surface du capteur à fonctionnaliser. Généralement ces groupements sont de type carboxylique (-COOH), amine (-NH2), hydroxyle (-OH) ou encore thiol (-SH).
La procédure de greffage décrite par la Figure VI 12 et la quantification des molécules immobilisées sur la surface des microrésonateurs en SU-8 ont été mises en place par l'équipe de Malcolm Buckle du Laboratoire de Biologie et Pharmacologie Appliquée (LBPA) de l'ENS Cachan[VI.11]. Le protocole de fonctionnalisation proposé a été optimisé et utilisé avec succès pour réaliser diverses expériences d'immobilisation de biomolécules sur la surface de SU-8.
La première étape de cette procédure de fonctionnalisation consiste à nettoyer et oxyder la surface du capteur par rayonnement UV sous atmosphère d'ozone pendant une durée allant de

30 s à 15 min. Le but de cette étape est d'activer la surface de la SU-8 par oxydation afin de créer des groupements fonctionnels réactifs. En effet, l'oxydation de SU-8, crée des groupements carboxyliques (-COOH) et des groupements hydroxyles (-OH). Seuls les premiers interviendront ensuite dans le processus de fonctionnalisation.
Directement après l'oxydation de surface, le composant est plongé dans un mélange à volume égal de N-HydroxySuccinimide (NHS) et N-Ethyl-N'-3-Dimethylaminopropyl-Carbodiimide (EDC) pendant 20 minutes. Cette opération a pour but d'activer les groupements –COOH de sorte qu'ils réagissent efficacement avec les groupements amines. Après cette étape, la procédure de fonctionnalisation s'achève par un rinçage à l'eau pure et séchage avec de l'azote de la surface du composant afin d'éliminer les traces résiduelles de NHS/EDC. Les biomolécules à analyser possédant des groupements réactifs amines, symbolisées par (R~~●) sur la Figure VI 12, sont déposées sur la surface du capteur.

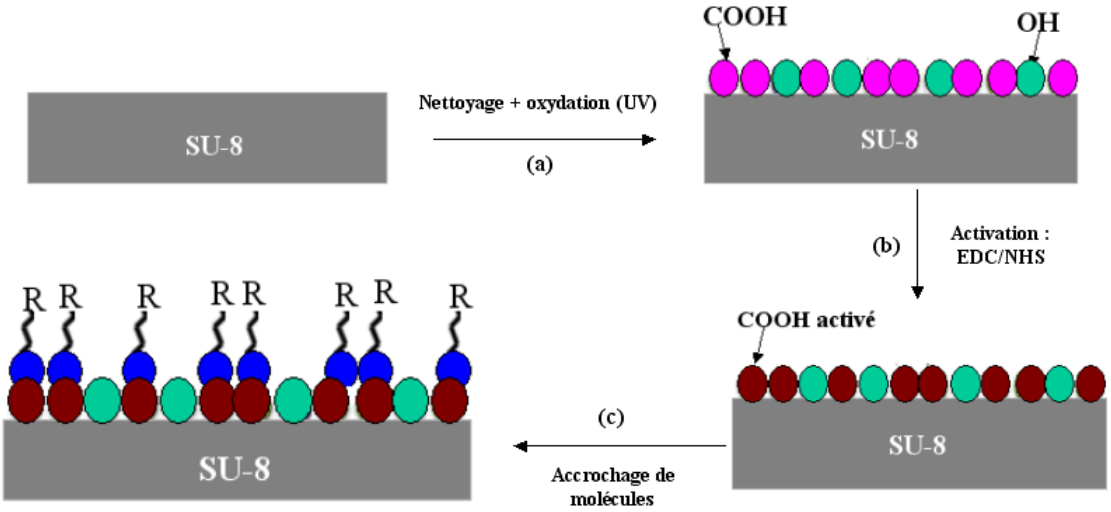


Figure VI 12 : Procédure de fonctionnalisation de la SU-8.

2- Caractérisation de surface fonctionnalisée

Pour valider la procédure de fonctionnalisation, décrite dans le paragraphe précédent, des mesures par spectroscopie infrarouge ont été réalisées sur une surface plane de SU-8 déposée sur un substrat au silicium. Ces expériences ont été effectuées sur plusieurs composants fonctionnalisés en faisant varier le temps d'exposition au rayonnement UV. La Figure VI 13 (a) représente le spectre infrarouge obtenu pour ces différentes expériences. Sur cette figure, un pic est observé à 1726 cm^{-1}. Cette position correspondant au nombre d'onde des groupements -COOH, confirme la présence et donc l'activation de groupement fonctionnel sur la surface de SU-8. Nous remarquons également que l'amplitude de ce pic augmente avec le temps d'exposition de la surface de SU-8 au rayonnement UV. Ce qui signifie que le nombre de molécules activées est fonction du temps d'exposition.
Après avoir validé l'étape d'activation des groupements carboxyliques sur la surface de SU-8, des expériences servant à tester l'accrochages et la quantification de molécules cibles ont été réalisées. Pour cela la molécule de 5-TAMRA cadavérine (présentée en détail dans le paragraphe suivant) a été choisie. Cette molécule possède un fluorophore attaché à un groupement amine qui permet la quantification par une analyse de fluorescence de la quantité de molécules. Pour un temps d'exposition UV et d'incubation à la Tamra cadavérine constants, différentes concentrations de cette molécule test ont été évaluées par fluorescence. La Figure VI 13 (b) représente l'évolution du signal de fluorescence en fonction du nombre de mole de Tamra cadavérine contenu dans les différentes concentrations. La quantification de la densité

de molécules par unité de surface, utilisant le signal de fluorescence, est une méthode approximative avec une marge d'erreur de l'ordre de 30%. Dans cette expérience, la densité de molécules accrochées sur une surface de SU-8 après 20 min d'incubation de 10 µM de TAMRA cadaverine activée avec de l'EDC/NHS, correspond à $3{,}2\times10^{9}$ molécules/cm^2 ± 30%[VI.11].

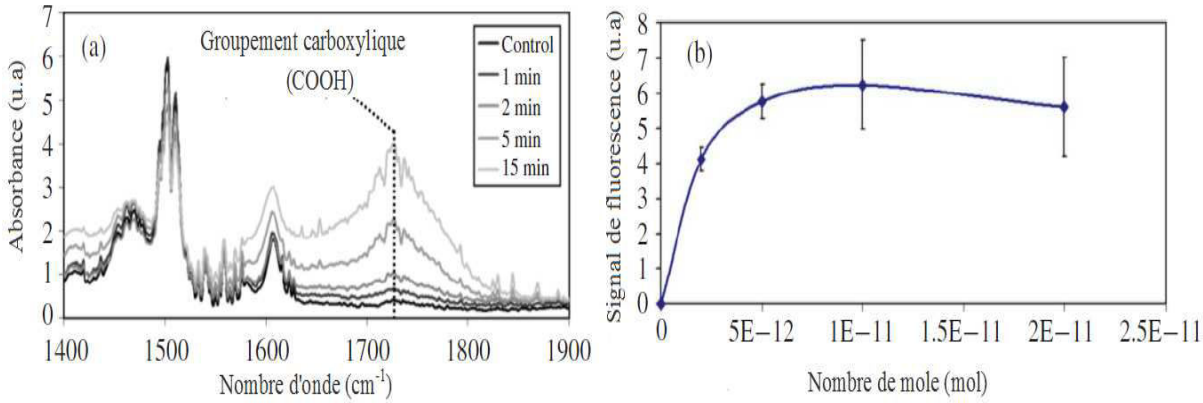


Figure VI 13 : Caractérisation de SU-8 fonctionnalisée : (a) Spectre infrarouge d'absorption; (b) signal de fluorescence en fonction du nombre de mole de Tamra cadavérine[VI.11].

B. Détection surfacique de TAMRA cadavérine

Avant de nous intéresser à la détection de protéines, ce qui représente notre objectif, nous avons étudié par PS-OLCI le greffage des molécules de TAMRA cadavérine sur une surface de SU-8. Le tétraméthyrodamine-5-carboxamide (5-TAMRA cadavérine) est une molécule organique fluorescente appartenant à la famille des amines (-NH2) et de masse molaire M= 517 g/mol.
Afin de valider la procédure de fonctionnalisation de surface de microrésonateur en SU-8 mais aussi de tester la capacité de l'association PS-OLCI et microrésonateur à la détection surfacique, nous avons effectué des mesures en régime statique.

1- Cinétique d'accrochage de la TAMRA cadavérine en régime statique

Pour réaliser cette expérience, la surface du microrésonateur a d'abord été fonctionnalisée en suivant intégralement la procédure décrite précédemment. Une fois la fonctionnalisation achevée, la réponse du microrésonateur est mesurée lorsqu'il est immergé dans une solution d'acétate de sodium servant de référence. Ensuite, la réponse du composant est mesurée lorsqu'il est immergé dans une solution d'acétate de sodium contenant 10 µM de TAMRA cadavérine. Afin d'obtenir la cinétique de la TAMRA cadavérine en régime statique, l'expérience a été répétée en ajoutant entre chaque mesure une goutte (de volume constant) de la solution d'acétate de sodium contenant 10 µM de TAMRA cadavérine. La réponse du composant a été mesurée 20 min après l'ajout de chaque goutte, ce qui permet d'accrocher le plus grand nombre de molécules possibles. Toutes les mesures ont été effectuées à 23,1 °C. La Figure VI 14 représente la réponse spectrale du capteur, mesurée toutes les 20 min. Chaque courbe correspond à la moyenne de 5 acquisitions successives par solutions. Sur ces figures, nous observons une variation croissante de la réponse du capteur en fonction du temps jusqu'à ce que cette variation soit de moins en moins forte. La Figure VI 15 représente la variation de la position d'un pic de résonance et du temps de groupe (après un tour de cavité) à 1529 nm (longueur d'onde correspondant à la position des pics de résonance) en fonction du temps. Sur cette figure, nous remarquons qu'à partir de 100 min, la variation spectrale est quasi-constante malgré l'ajout de nouvelles molécules. Ceci s'explique par le fait

qu'après 100 min tous les groupements réactifs COOH activés sur la surface du capteur ont reçu une molécule de TAMRA cadavérine, donc par la saturation de la surface du capteur.
L'ajout de nouvelles molécules dans la solution après l'obtention du régime de saturation représente l'effet de la détection homogène. La non évolution (ou la faible évolution) de la réponse du capteur après l'obtention du régime de saturation, malgré cet ajout met donc en évidence l'aspect prépondérant de la détection surfacique devant la détection homogène.

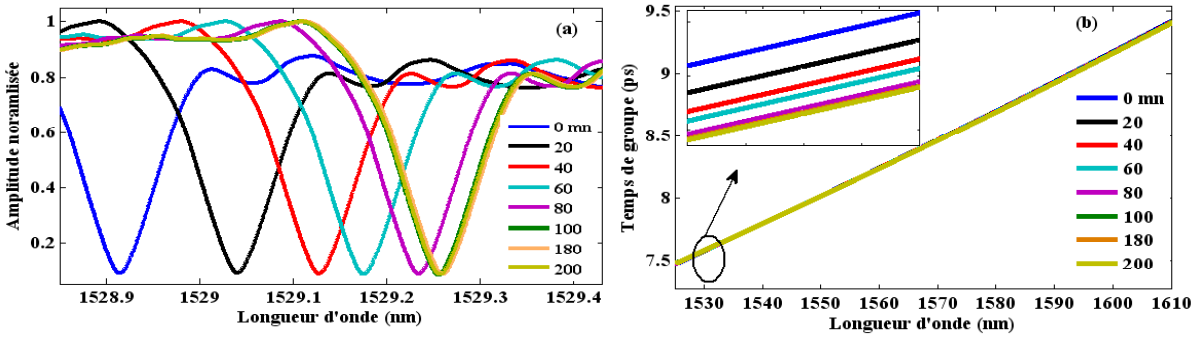


Figure VI 14 : Performances spectrales en présence de différentes concentrations de solution d'acétate de sodium contenant 10 µM de TAMRA cadavérine : (a) module de la réponse spectrale, (b) dérivée de la phase spectrale.

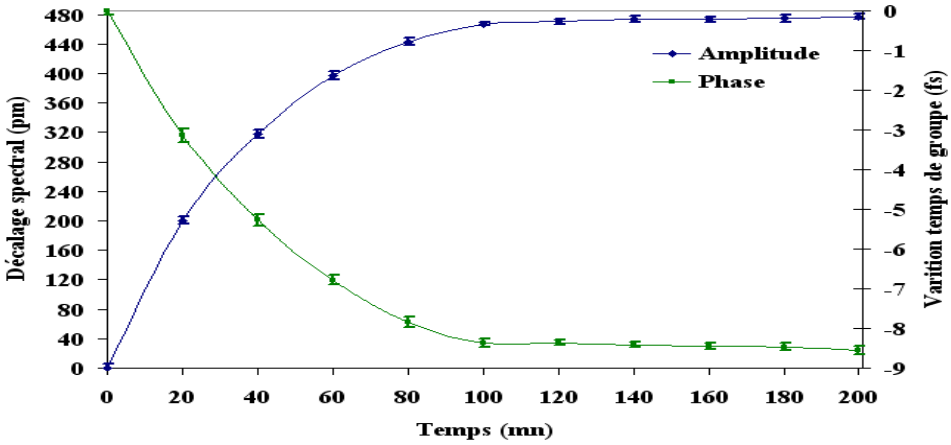


Figure VI 15 : Décalage spectral et variation du temps de groupe en fonction du temps.

La variation spectrale obtenue, à partir de ces expériences n'étant pas linéaire, elle ne peut pas être utilisée pour estimer avec précision la sensibilité du capteur au point de la courbe correspondant à une faible variation spectrale. Une dilution successive d'une solution de 10 µM a donc été réalisée pour obtenir des solutions de faibles concentrations (0/0,5/1/2/5 et 10 µM) de TAMRA cadavérine, afin de mieux évaluer la sensibilité et la limite de détection. Les densités surfaciques de masse, correspondant à ces concentrations, estimées par le LBPA, sont respectivement de 0/0,25/0,5/1/2,5 et 5 fg/mm^2 avec une incertitude relative de 30%. En appliquant exactement la même procédure de mesure décrite dans l'expérience précédente, la réponse du microrésonateur a été mesurée pour ces nouvelles concentrations (Figure VI 16 a et b).
Dans cette expérience, un décalage spectral de 56 pm et une variation de temps de groupe de -1,41 fs correspondent à une densité de 0,25 fg/mm^2. En considérant le double des écart-types de reproductibilité des mesures PS-OLCI, comme étant le plus petit décalage spectral et la plus petite variation de temps de groupe détectables, nous obtenons une sensibilité de 290 ± 110 nm/(pg/mm^2) et 12 ± 4 ps/ (pg/mm^2), en exploitant respectivement le module et la phase après un tour de cavité des mesures PS-OLCI. La sensibilité obtenue en exploitant le module des mesures PS-OLCI est en très bon accord avec celle obtenue par C. Delozoide[VI.11]. Il a

obtenu sur un microrésonateur en SU-8, dont la procédure de réalisation et de fonctionnalisation est la même que la notre, une sensibilité de 300 nm/(pg/mm^2). Ces résultats confirment non seulement le bon fonctionnement de la procédure de fonctionnalisation du capteur, mais aussi valident le dispositif PS-OLCI comme outil d'interrogation et de caractérisation des microrésonateurs. La limite de détection obtenue, en termes de densité de molécules accrochées en surface, correspond à 63± 30 ag/mm^2 sur le module et à 29,1± 16 ag/mm^2 sur la phase après un tour (soit 3 ± 0.5 ag/mm^2 après *F* tours). Encore une fois, ces performances confirment l'intérêt de la mesure de la phase qui présente une amélioration d'un facteur 20.

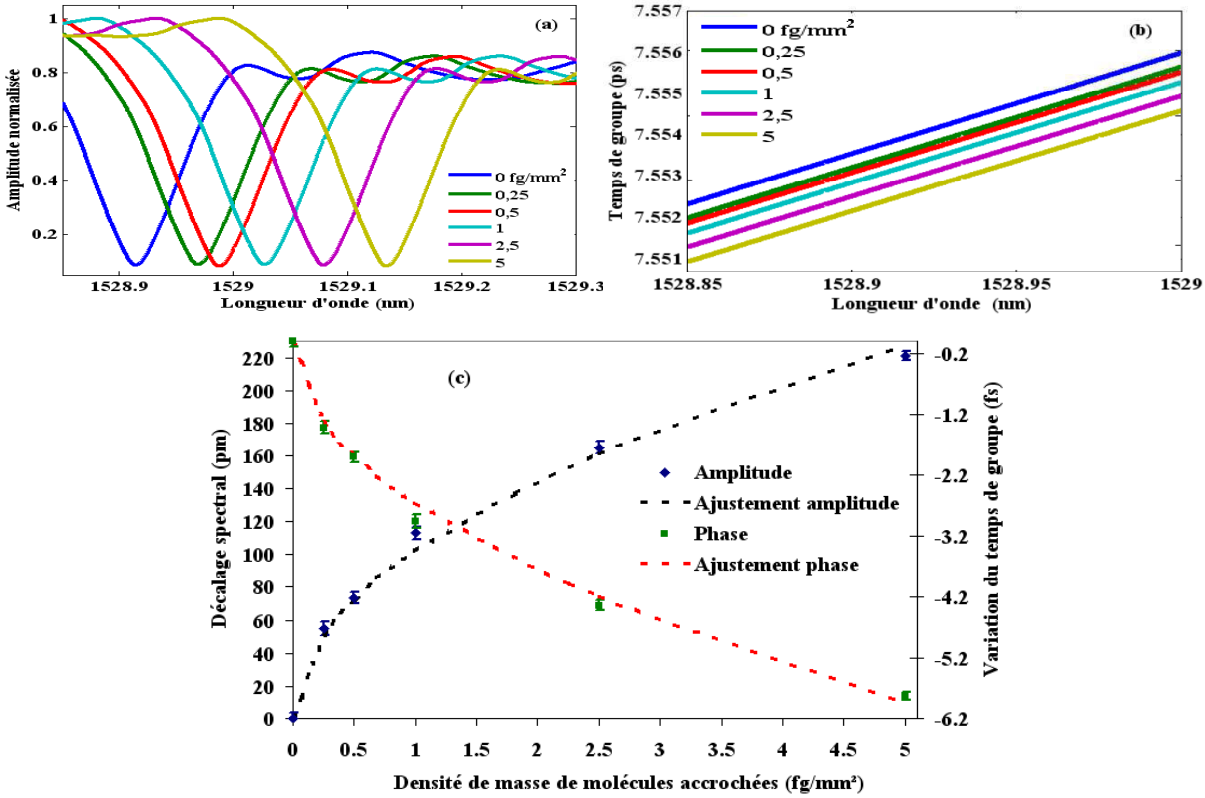


Figure VI 16 : Décalage spectral et variation de la pende de la phase en fonction de la densité surfacique .

2- Cinétique d'accrochage de la TAMRA cadavérine en régime dynamique

L'objectif des expériences en régime dynamique est de suivre en temps réel la cinétique d'accrochage de la TAMRA cadavérine sur la surface du microrésonateur. Le dispositif de déplacement du miroir mobile du PS-OLCI comprenant la platine de translation présentée dans le chapitre précédent, a été utilisé pour réaliser cette expérience afin d'effectuer des acquisitions à une cadence plus élevée. La platine a été positionnée de sorte que sa course totale (déplacement aller et retour) nécessaire pour scanner le composant soit de 100 mm. Sa vitesse de déplacement a été fixée à 50 mm/s, ce qui nous permet d'évaluer la réponse du capteur toutes les 2 s. Une mesure de référence est réalisée en effectuant 5 acquisitions successives lorsque le capteur est immergé dans une solution d'acétate de sodium. La Figure VI 17 représente les amplitudes des réponses spatiales obtenues dans la solution de référence, en utilisant respectivement le moteur à courant continu et la platine de translation pour faire déplacer le miroir mobile. En comparant ces deux réponses, nous remarquons une évolution aléatoire des amplitudes correspondant aux différents tours de cavité lorsque l'on utilise la platine de translation ($P_1<P_2$, $P_3<P_4$). Ce phénomène est lié à une forte vibration introduite par le moteur piézoélectrique de pilotage de la platine.

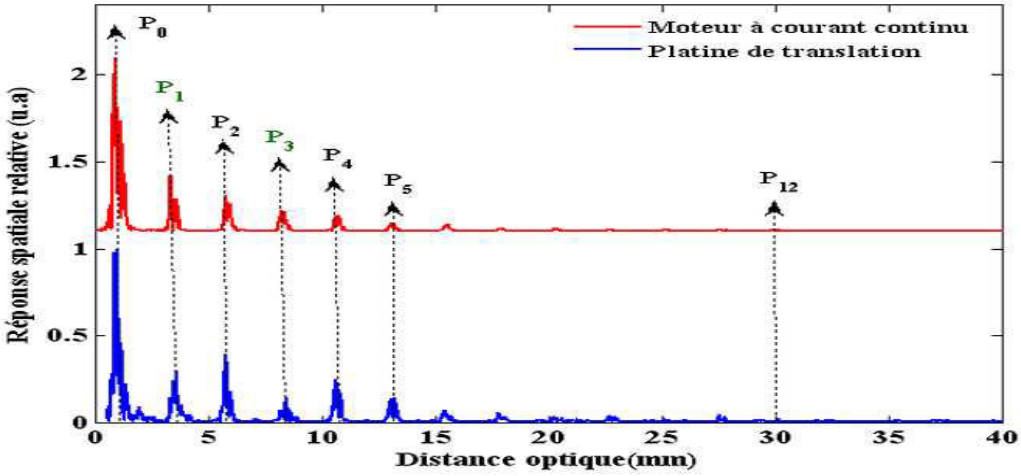


Figure VI 17 : Influence de la platine de translation sur la réponse spatiale du microrésonateur.

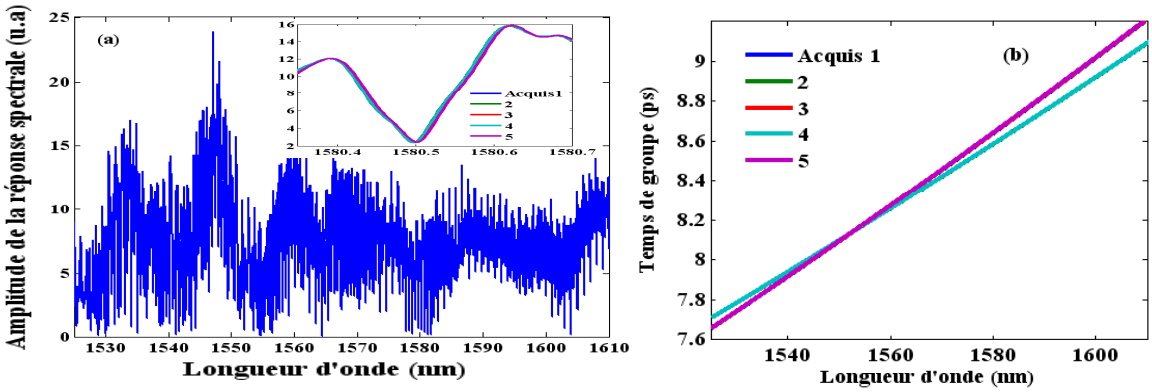


Figure VI 18 : Influence de la platine de translation sur la réponse spectrale du microrésonateur.

Cette vibration parasite, introduite par la platine, a de très fortes répercussions sur la réponse spectrale du composant. L'amplitude de cette réponse est très bruitée et la phase est inexploitable due à une très forte dégradation de la répétabilité (Figure VI 18). Malgré cette dégradation, les longueurs d'onde de résonance, obtenues à partir de l'amplitude des mesures PS-OLCI, peuvent être localisées. Par conséquent, seule l'amplitude de la réponse spectrale sera exploitée dans la suite de ce paragraphe pour évaluer la cinétique d'accrochage de la cadavérine sur la surface du microrésonateur.

Pour réaliser ces expériences, nous avons immergé le capteur dans une solution d'acétate de sodium contenant 10 µM de TAMRA cadavérine et mesuré sa réponse toutes les 2s jusqu'à obtention du régime de saturation (Figure VI 19 a). Le décalage spectral d'environ 350 pm, correspondant à la différence entre le plateau de saturation et celui de NaAc, résulte de la mesure simultanée de la détection homogène et surfacique. En effet, la saturation du capteur, qui se manifeste par l'obtention de ce plateau, est certes expliquée par le fait que tous les groupements fonctionnels activés ont reçu une molécule cible (détection surfacique) mais aussi par les molécules cibles non-accrochées (détection homogène) dans la solution.

Pour éliminer l'effet des molécules non accrochées (détection homogène), nous avons mesuré la réponse du capteur en rinçant avec du NaAc pur (solution de référence) la surface du capteur. Ce rinçage sert à évacuer toutes les molécules non accrochés de la surface, donc supprimer la détection homogène. Il a pour effet de réduire la variation de l'indice effectif du mode guidé et donc le décalage spectral car la variation de l'indice effectif par rapport à l'indice de réfraction massif de la solution de référence (NaAc) est supprimée. Après plusieurs rinçage, l'effet de la détection homogène est totalement supprimée dès lors que nous obtenons un plateau malgré la dilution (Figure VI 19 b). La différence entre le plateau final (obtenu

après dilution) et celui de la solution de référence correspond au décalage spectral introduit par les molécules accrochées. L'immobilisation par liaison covalente étant irréversible, le décalage spectral de 210 pm obtenu correspond bien au décalage spectral induit par la présence de 10 µM de Tamra cadavérine. Cela est d'ailleurs justifié par le bon accord entre le décalage spectral obtenu en régime dynamique et statique. Cette expérience a été répétée sur plusieurs jours. Le bon accord entre les différents résultats permet non seulement de confirmer le bon fonctionnement de la procédure de greffage sur la surface de la SU-8 pour fournir une détection spécifique, mais aussi de valider la reproductibilité des mesures PS-OLCI.

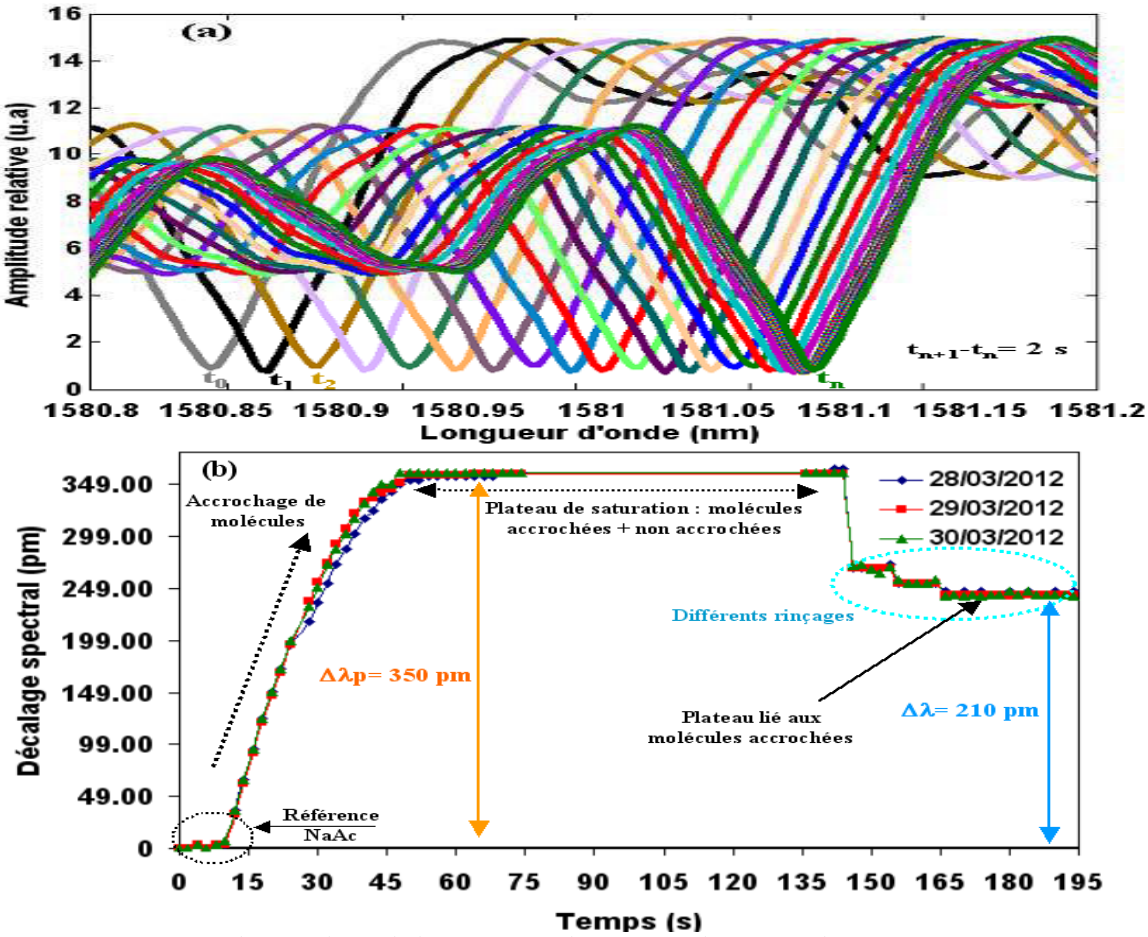


Figure VI 19 : Cinétique d'accrochage de la TAMRA cadavérine sur la surface d'un microrésonateur en SU-8 : (a) réponse spectrale en amplitude ; (b) décalage spectrale en amplitude en fonction du temps.

C. Détection surfacique de la streptavidine-biotine

Après la validation de la procédure de fonctionnalisation, nous nous sommes intéressés à la détection de protéines. Dans cette partie du chapitre, nous présentons une étude de détection de la biotine fonctionnalisée par la molécule de streptavidine. Le choix du système streptavidine-biotine est très intéressant car il comprend deux types de détection surfacique :

- traitement de surface du microrésonateur (même principe que celui de la TAMRA cadavérine) pour immobiliser les molécules de streptavidine,
- détection des molécules de biotine à l'aide de la couche de streptavidine déposée.

Une brève présentation du système streptavidine-biotine est d'abord effectuée. Ensuite, nous présentons une étude relative à l'accrochage de la streptavidine sur la surface du

microrésonateur en SU-8, nécessaire pour la détection de la biotine. Enfin, nous exposons les résultats de détection de la biotine.

1- Présentation du couple streptavidine-biotine

La streptavidine est une protéine produite par la bactérie Streptomyces avidinii. Sa masse molaire est d'environ 66 000 g/mol et ses dimensions sont de 5,6×4,2×4,2 nm soit une densité (ou masse volumique) ρ de 1,093 g/cm^3[VI.12]. Cette molécule possède un complexe stable (une interaction forte), non covalente, avec la biotine de masse molaire 244 g/mol, connue sous le nom de vitamine B8 ou vitamine H. C'est d'ailleurs l'une des raisons pour laquelle les systèmes streptavidine-biotine sont souvent utilisés comme systèmes d'assemblage par affinité pour le développement de biocapteurs. En plus, une molécule de streptavidine comporte 4 sites de liaison à la biotine, ce qui lui confère une fonction d'amplificateur pour les applications de détection de la biotine. Au vue de toutes ces propriétés, ce système peut facilement être utilisé pour détecter des molécules biotinylées dès lors qu'elles possèdent un groupement biotine situé en position terminale sur un groupement fonctionnel (biotine-NH_2, biotine-COOH, biotine-OH, etc).

2- Détection de la streptavidine

a- Mesure de cinétique d'accrochage de la streptavidine

Avant de nous intéresser à la détection de la biotine, nous avons d'abord étudié la cinétique d'accrochage de la streptavidine sur la surface du microrésonateur (hippodrome de rayon R = 180 µm et de longueur L_c = 120 µm). Pour cela, la surface du capteur a d'abord été fonctionnalisée en suivant intégralement la procédure décrite dans le paragraphe II. A.1. Ensuite, la solution mère de streptavidine de concentration 0,63g/l, de référence S9059, a été diluée dans une solution d'acétate de sodium (NaAc) pure pour préparer une nouvelle solution de concentration 0,5 µM. Une fois cette solution préparée, la réponse du microrésonateur servant de référence, a été mesurée dans une solution d'acétate de sodium pure. Cette réponse (Figure VI 20 (a) et (b)) possède à 1580 nm, un facteur de qualité de l'ordre de 18 000, une finesse de 14 et un contraste de 65%. Les performances spectrales, Q, F et C, de ce composant sont certes inférieures à celles du composant utilisé précédemment. En revanche, ce composant présente l'avantage d'avoir une réponse exploitable en polarisation TE et TM. Ce qui représente une condition très importante pour d'éventuelle étude d'orientation des biomolécules sur la surface du capteur. Dans l'optique d'exploiter l'indice effectif du mode guidé pour évaluer la sensibilité du capteur à la fin des expériences, un ajustement (tenant compte de la dispersion de matériau, modale et de polarisation) des réponses a été effectué (Figure VI 20 (c) et (d)). Les lois de dispersion (indice effectif n_{eff} en fonction de la longueur d'onde λ_{nm} en nm) du mode fondamental obtenues sont :

$$n_{eff_TM} = 1{,}63056 - 6{,}12\times10^{-5}\,\lambda_{nm} \qquad \textit{Eq.VI 16}$$

$$n_{eff_TE} = 1{,}61592 - 5{,}23\times10^{-5}\,\lambda_{nm} \qquad \textit{Eq.VI 17}$$

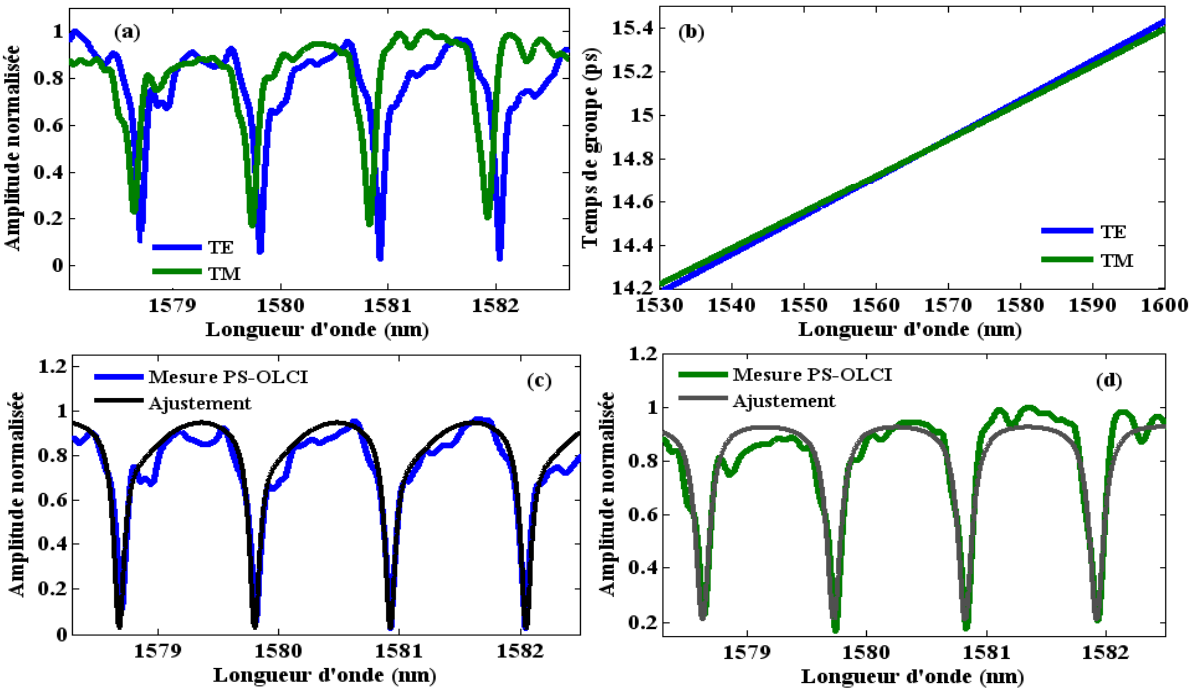


Figure VI 20 : Réponse spectrale en polarisation TE et TM : (a) amplitude de la réponse spectrale ; (b) temps de groupe ; (c) Ajustement de l'amplitude en polarisation TE ; (d) Ajustement de l'amplitude en polarisation TM.

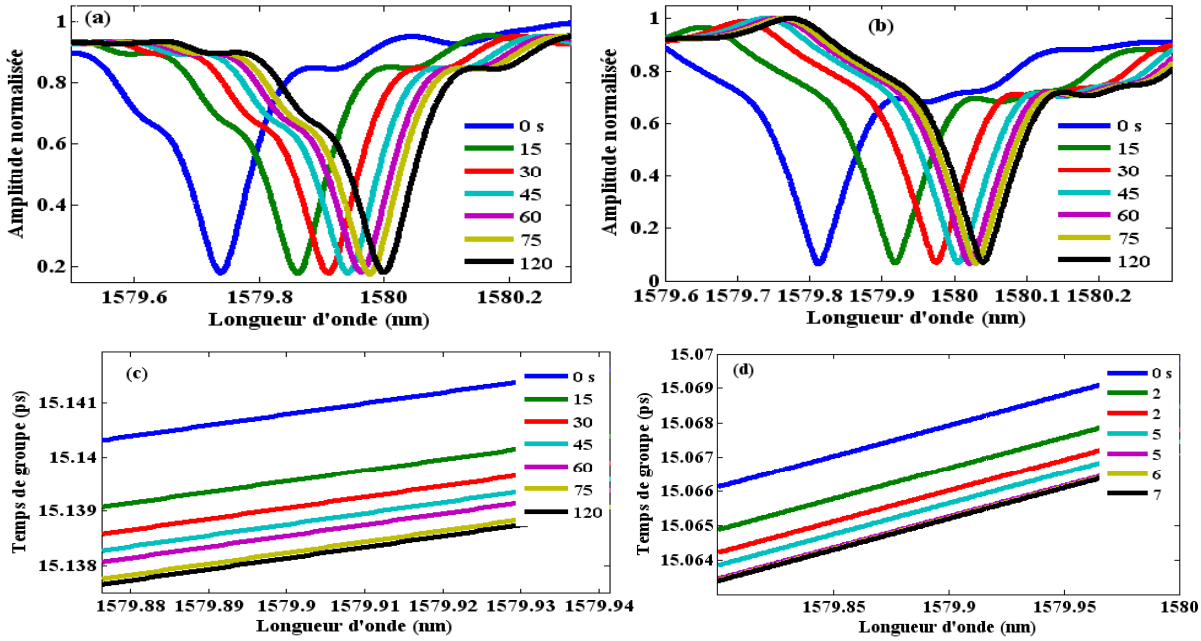


Figure VI 21 : Cinétique d'accrochage de la streptavidine sur la surface du microrésonateur : (a) amplitude réponse spectrale en polarisation TE ; (b) amplitude réponse spectrale en polarisation TM ; (d) temps de groupe. en polarisation TE ; (c) temps de groupe. en polarisation TM

Une fois l'étude de la solution de référence terminée, la cinétique d'immobilisation de la streptavidine sur la surface du capteur a été mesurée. Afin de comparer la sensibilité en phase et en amplitude, nous avons utilisé le moteur à courant continu (présenté dans le chapitre 3) pour faire déplacer le miroir mobile. La vitesse de déplacement a été fixée à 1,2 mm/s. Pour une distance totale de 18 mm (trajet aller retour du miroir), nous mesurons la réponse du capteur toutes les 15 s.

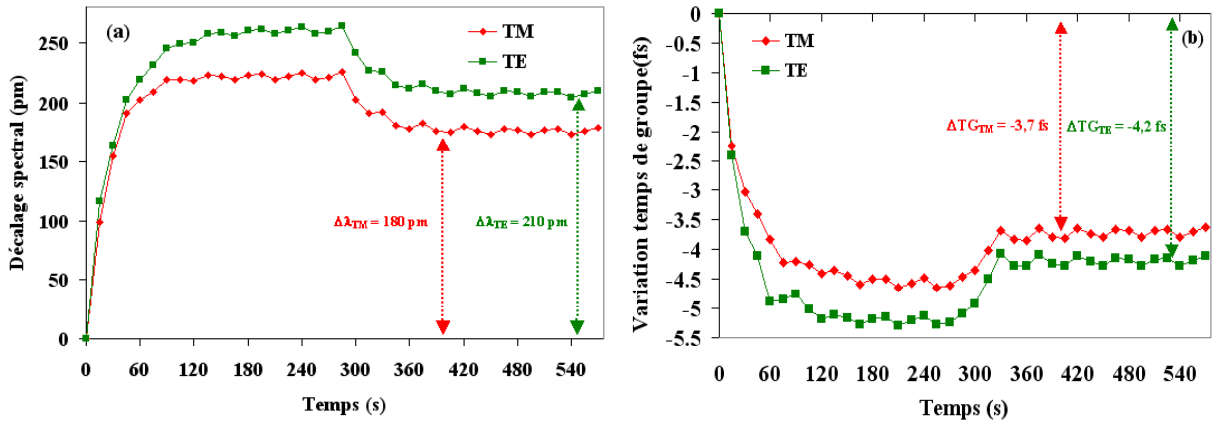


Figure VI 22 : Variation de la réponse spectrale en présence de 0,5 µM de streptavidine : (a) décalage spectral en longueur d'onde en fonction du temps ; (b) variation du temps de groupe en fonction du temps.

Sur la Figure VI 21 (a, b, c et d), représentant la réponse spectrale du capteur en fonction du temps, nous observons une évolution croissante jusqu'à la saturation liée simultanément à la détection homogène et à la détection surfacique. Pour éliminer l'influence de la détection homogène, nous avons mesuré la réponse du capteur en rinçant sa surface.

La Figure VI 22 représente la variation spectrale en fonction du temps. Les deux graphes de cette figure comportent 3 parties expliquant les différentes évolutions de la réponse du capteur :

- Entre 0 et 100 s : accrochage de la streptavidine sur les groupements fonctionnels COOH activés après la fonctionnalisation de la surface du capteur ;
- De 100 à 300 s : obtention du plateau de saturation du aux molécules immobilisée sur la surface du capteur et celles présentes dans la solution;
- De 300 à 540 s : élimination, par rinçage, des molécules non-accrochées présentes dans la solution (300 à 400 s) jusqu'à l'obtention du plateau (400 à 540 s) où seules les molécules fixées sur la surface du capteur participent à la variation spectrale.

Sur cette figure, nous observons également que les variations spectrales introduites par les 0,5 µM de streptavidine en polarisation TE (210 pm pour l'amplitude et 4,2 fs pour le temps de groupe après un tour de cavité) sont supérieures à celles de la polarisation TM (180 pm en amplitude et 3,7 fs en temps de groupe après un tour de cavité). Ce qui permet de prédire que ce composant est plus sensible en polarisation TE qu'en TM. Pour d'éventuelle étude d'orientation des biomolécules, la polarisation TE doit par conséquent être choisie comme l'orientation préférentielle.

Afin d'estimer la concentration de saturation et la sensibilité de détection, des solutions de différentes concentrations de streptavidine (0/0,1/0,5/1/2/4 et 6 µM) ont été préparées et analysées en suivant la même procédure de traitement de surface et de mesure que précédemment. Le greffage étant irréversible, différents composants, présentant les mêmes paramètres géométriques, ont été utilisés pour étudier ces solutions. Pour chaque solution un volume de 10 µL a été déposé sur la surface du capteur à l'aide d'une micro-pipette. La Figure VI 23 présente la variation spectrale (décalage en longueur d'onde et variation du temps de groupe) en fonction du temps pour les différences concentrations. En (a) et (b), nous présentons respectivement le décalage spectral en longueur d'onde, obtenu en exploitant l'amplitude des mesures PS-OLCI, en polarisation TE et TM. En (c) et (d) nous présentons respectivement la variation du temps de groupe, obtenue en exploitant la phase des mesures PS-OLCI, en polarisation TE et TM. Nous déduisons de ces résultats, non seulement que la densité d'accrochage sur la surface du capteur dépend de la concentration de streptavidine

mais également que la variation spectrale introduite par chaque concentration correspond au plateau obtenu après l'élimination, par rinçage, de l'effet de la détection homogène. Nous rappelons que l'obtention des plateaux finaux obtenus dans ces différentes expériences, après rinçage, est lié à l'irréversibilité de l'immobilisation par liaison covalente.

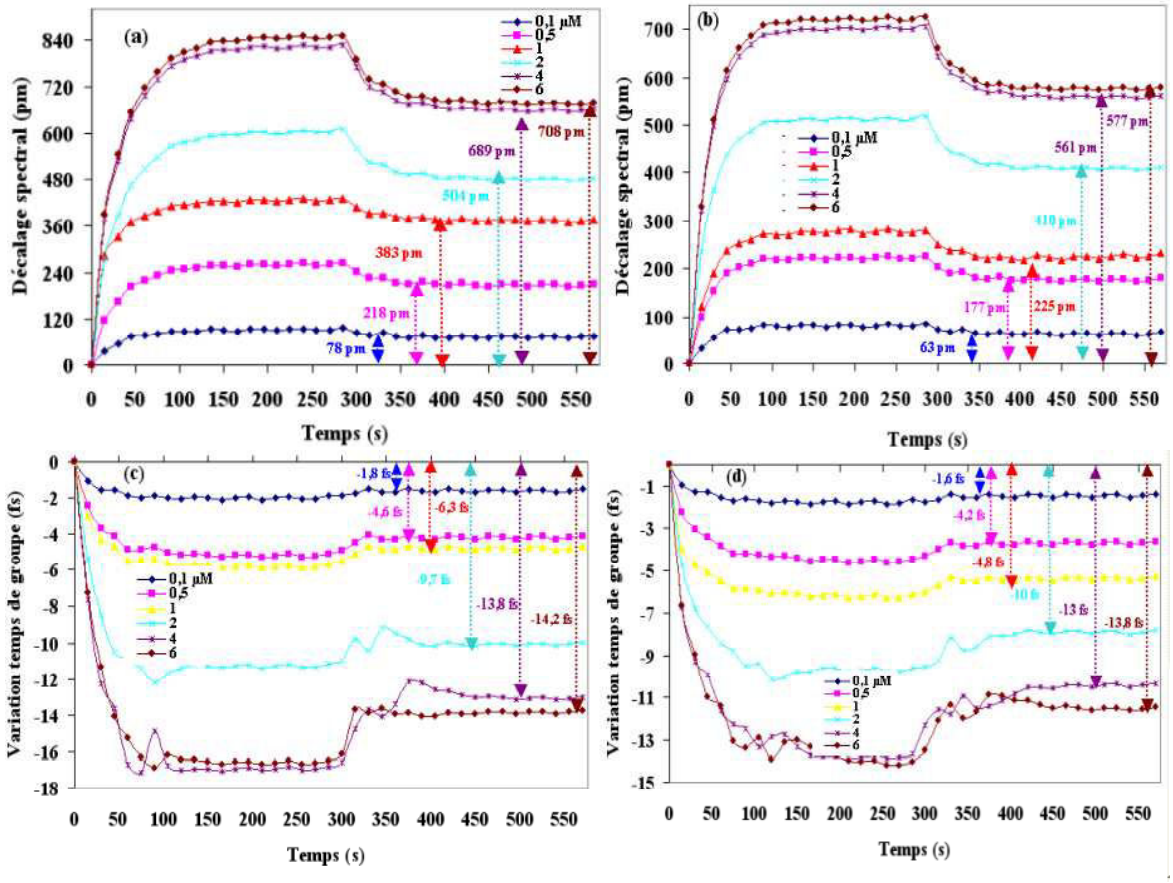


Figure VI 23: Cinétique d'accrochage de la streptavidine sur la surface du microrésonateur : (a) décalage spectral en polarisation TE ; (b) décalage spectral en polarisation TM ; (c) variation du temps de groupe en polarisation TE ; (c) variation du temps de groupe en polarisation TM

La Figure VI 24 présente le décalage spectral et la variation du temps de groupe en fonction de la concentration de streptavidine. Ces courbes montrent que la saturation du capteur est atteinte au alentour de 4 µM de streptavidine. En se basant sur les points expérimentaux et les barres d'erreur, nous avons interpolé la variation spectrale ΔVS (décalage spectral $\Delta\lambda$ en pm ou variation du temps de groupe ΔGV en fs) en fonction de la concentration C en µM, selon une loi exponentielle. Le choix du modèle exponentiel s'explique par le respect des conditions de Langmuir (annexe 2).

$$\Delta VS_z(C) = \Delta VS_{0z}\left[1 - \exp\left(-\frac{C}{C_{0z}}\right)\right] \qquad \textit{Eq.VI 18}$$

où z est un indice représentant le mode TE ou TM, ΔVS_{0z} et C_{0z} des paramètres d'ajustement déterminés par régression.

Pour ces différents résultats, les paramètres d'ajustement obtenus sont représentés dans le Tableau VI 2 :

Paramètres d'ajustement Qualité de couplage	Décalage spectral		Variation temps de groupe	
	TE	TM	TE	TM
ΔVS_0 (pm ou fs)	690,5	595,6	-14,2	-11,8
C_0 (µM)	1,45	1,43	1,45	1,48

Tableau VI 2 : Paramètres d'ajustement des résultats expérimentaux sur la streptavidine.

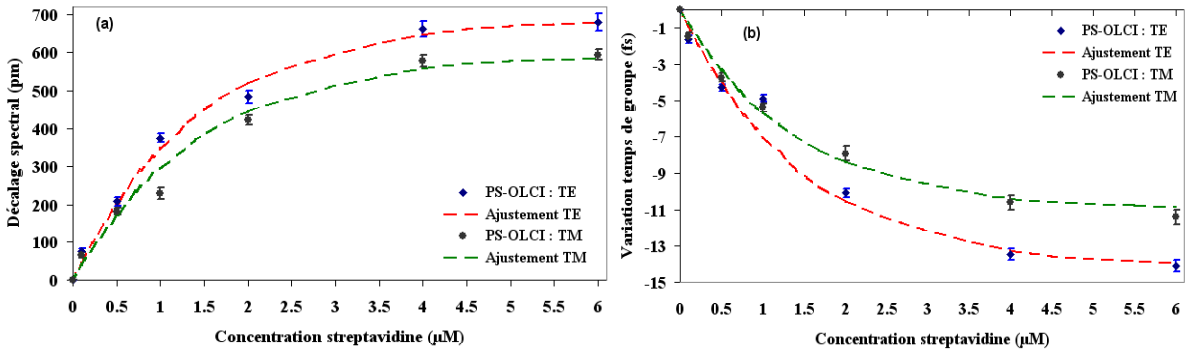


Figure VI 24: Variation spectrale en fonction de la concentration de streptavidine : (a) décalage spectral en longueur d'onde; (b) variation du temps de groupe.

Le modèle d'ajustement de la variation spectrale en fonction de la concentration de streptavidine obtenu est ensuite utilisé comme courbe d'étalonnage pour estimer la sensibilité et la limite de détection du capteur. La sensibilité intrinsèque S_I en un point M d'abscisse C_0 et d'ordonnée $\Delta VS_z(C_0)$ est définie comme la dérivée de la courbe en ce point. Pour notre modèle, elle est définie par :

$$S_{Iz}(C_0) = \frac{\partial \Delta VS_z}{\partial C}(C_0) = \frac{\Delta VS_{0z}}{C_{0z}} \exp\left(-\frac{C_0}{C_z}\right) = \frac{\Delta VS_{0z} - \Delta VS_j(C_0)}{C_{0z}} \qquad \textit{Eq.VI 19}$$

La limite de détection *DL*, en termes de concentration de streptavidine, définie comme étant le rapport entre le bruit de mesure et la sensibilité intrinsèque est de la forme :

$$DL = \frac{bm}{S_{Iz}(C_0)} = \frac{\partial \Delta VS_z}{\partial C}(C_0) = bm \frac{C_{0z}}{\Delta VS_{0z} - \Delta VS_z(C_0)} \qquad \textit{Eq.VI 20}$$

Les performances obtenues en considérant le double des écart-types de reproductibilité des mesures PS-OLCI comme étant la plus petite variation spectrale détectable sont résumées dans le Tableau VI 3 :

Performances	**Décalage spectral**		**Variation temps de groupe**			
			1 tour		**F tours**	
	TE	**TM**	**TE**	**TM**	**TE**	**TM**
Sensibilité (pm/µM ou fs/µM)	464,33	392,41	-9,39	-7,64	-0,67	-0,54
Limite de détection (nM)	55,99	66,26	31,94	39,25	2,28	2,81

Tableau VI 3 : Performance de détection de streptavidine.

Ce tableau récapitulatif des performances de détection de la streptavidine montre que la sensibilité en polarisation TE est supérieure à celle en TM. Ceci confirme l'intérêt de privilégier la polarisation TE. Afin de comparer les performances de détection surfacique de la streptavidine avec celles publiées dans la littérature, une conversion en densité surfacique

est nécessaire. Pour cela une comparaison entre l'effet de la détection homogène et celui de la détection surfacique, permettant de mieux modéliser le comportement physique du capteur a été effectuée.

b- Comparaison de la sensibilité de la détection homogène et surfacique

Pour comparer la sensibilité des mécanismes de détection, homogène et surfacique, nous avons préparé des solutions de streptavidine dans du NaAc, de concentrations différentes (0, 1, 6, 10, 200, 400, 550 et 700 µM). Ensuite, des expériences de détection homogène ont été réalisées en mesurant la réponse du capteur lorsqu'il est immergé dans chaque solution de streptavidine. Le passage d'une solution de faible concentration à une plus forte s'effectue après avoir rincé la surface du capteur avec du NaAc pure. Comme en détection surfacique, toutes les expériences ont été réalisées à 23,1°C. La Figure VI 25 (a, b, c et d), représente la réponse spectrale du capteur pour les différentes concentrations.

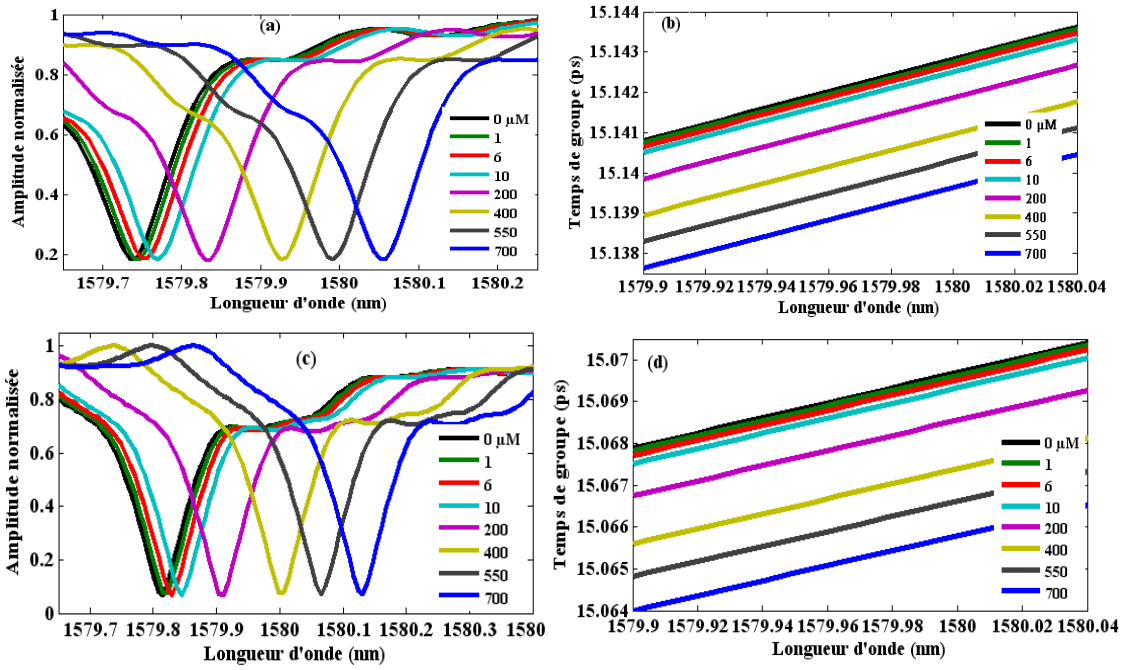


Figure VI 25 : Détection homogène de la streptavidine : (a) amplitude réponse spectrale en polarisation TE ; (b) temps de groupe. en polarisation TE ; (c) amplitude réponse spectrale en polarisation TM ; (d) temps de groupe. en polarisation TM.

En représentant le décalage spectral et la variation de temps de groupe à 1579 nm, en polarisation TE et TM, en fonction de la concentration, nous obtenons une évolution linéaire pour les concentration supérieures à 200 µM (Figure VI 26 (a et c)). Ce qui n'est pas le cas pour les concentrations inférieures à 10 µM (Figure VI 26 (b et d)). En nous intéressant de près aux basses concentrations (0, 1, 6 et 10 µM), nous remarquons que la non-linéarité de la variation spectrale est due à des niveaux de concentrations inférieurs à la résolution du dispositif PS-OLCI (double des écart types de reproductibilité). La limite de détection homogène de streptavidine, estimée en exploitant la zone de linéarité, est de l'ordre de 50 µM. En comparant cette performance avec celle obtenue précédemment en détection surfacique (50 nM), nous remarquons que la détection surfacique présente une amélioration d'un facteur 1000. Ces expériences démontrant l'aspect prépondérant de la détection surfacique, l'effet de la détection homogène peut être négligé lorsque ces deux types de détection sont simultanément mesurés.

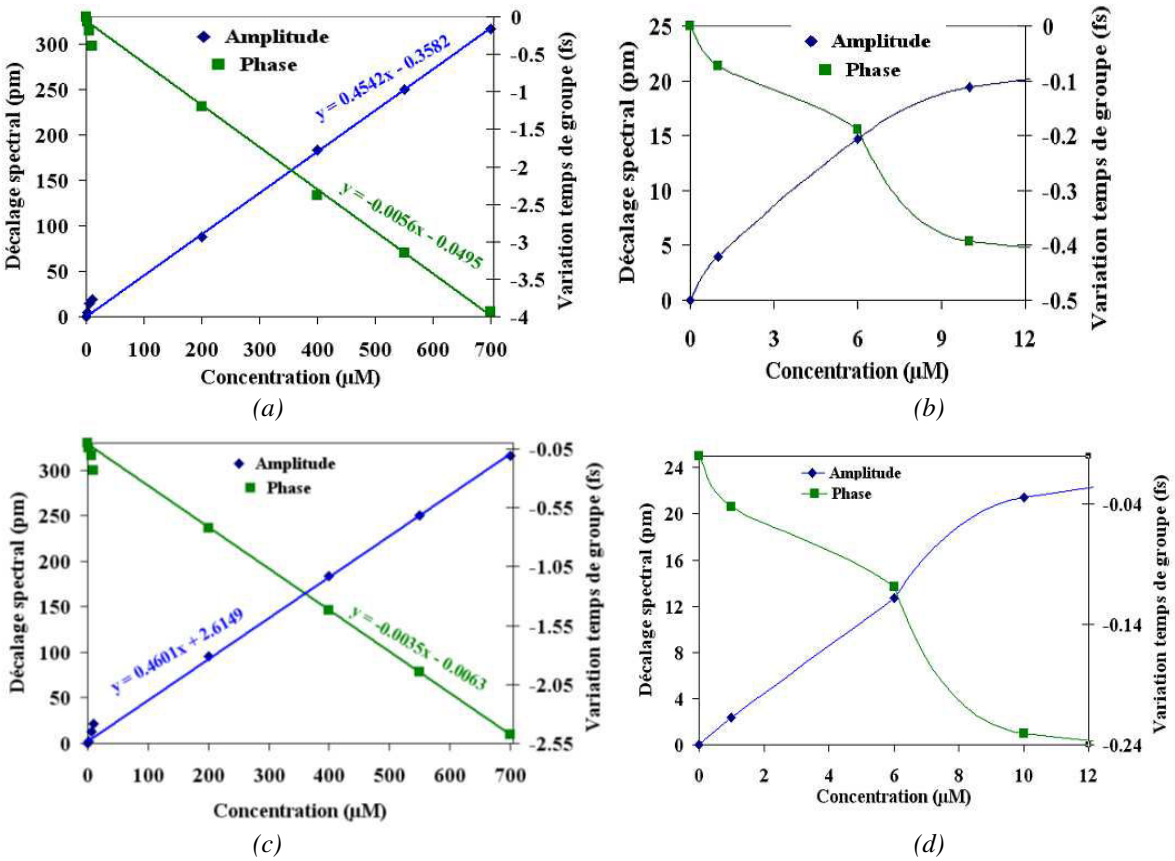


Figure VI 26 : Variation de la réponse spectrale en présence de streptavidine : (a) et (b) en polarisation TE ; (b) et (d) en polarisation TM.

c- Evaluation de la limite de détection en unité de densité surfacique

Comme montré dans les expériences précédentes, l'estimation de la limite de détection nécessite la connaissance de la sensibilité et de la résolution ou bruit de mesure.

- **Sensibilité**

En détection surfacique, la couche de confinement supérieure du capteur est représentée par les biomolécules cibles accrochées sur la zone sensible mais aussi par l'ensemble des molécules reparties dans la solution de référence. Pour simplifier la modélisation de ce protocole de détection, l'influence des molécules dans la solution de référence est généralement négligée. Pour notre capteur, cette supposition n'est d'ailleurs pas utopique car la comparaison entre la détection surfacique et la détection homogène a démontré l'aspect majoritaire de la détection surfacique. L'épaisseur e_s moyenne d'une molécule de streptavidine, annoncée par la fiche technique de la solution utilisée, est de 10 ± 2 nm, soit une incertitude relative de 20 %. La couche de biomolécules e formée sur la surface du capteur peut être considérée comme uniforme et possédant un indice de réfraction et une épaisseur constants (Figure VI 27). Si les molécules sont greffées sur toute la surface du capteur de manière dense et dans une direction perpendiculaire, c'est à dire la surface est saturée à 100%, l'épaisseur moyenne e de la couche de biomolécules peut être assimilée à l'épaisseur e_s de la streptavidine. Si les molécules sont greffées sur 50% de la surface du capteur, alors l'épaisseur moyenne e de biomolécules correspond à e_s /2, ainsi de suite. Par conséquent, la détermination de la limite de détection nécessite la connaissance de l'épaisseur de la couche de molécule déposée et de la sensibilité.

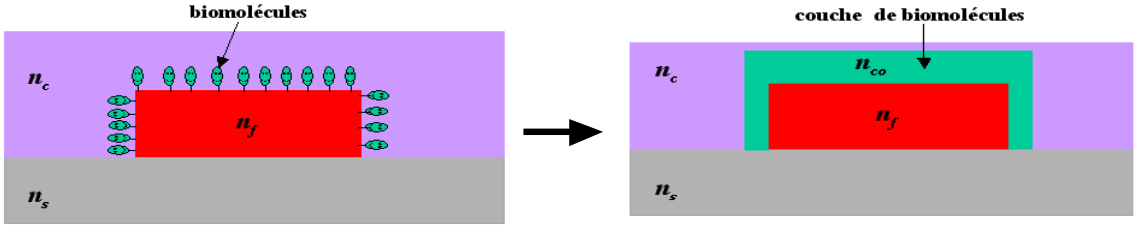


Figure VI 27 : Schéma de principe utilisé pour modéliser la détection surfacique.

Pour ce type de détection, la sensibilité intrinsèque du capteur correspond à la variation de la réponse spectrale (S_A pour l'amplitude et S_{GV} pour le temps de groupe) par rapport à l'épaisseur de biomolécules accrochées sur la surface :

$$S_A = \frac{\partial \lambda_c}{\partial e} \qquad Eq.VI\ 21$$

$$S_{GV} = \frac{\partial GD}{\partial e} \qquad Eq.VI\ 22$$

Une variation de l'épaisseur e engendre une variation de l'indice effectif du mode guidé et se manifeste par la modification de la réponse du capteur. Par conséquent, ces sensibilités peuvent être décomposées sous forme d'un produit de plusieurs sensibilités intermédiaires :

$$S_A = \frac{\partial \lambda_c}{\partial e} = \frac{\partial \lambda_c}{\partial n_{eff}} \frac{\partial n_{eff}}{\partial e} \qquad Eq.VI\ 23$$

$$S_{GV} = \frac{\partial GD}{\partial e} = \frac{\partial GD}{\partial n_{eff}} \frac{\partial n_{eff}}{\partial e} = \frac{\partial GD}{\partial \lambda_C} S_A \qquad Eq.VI\ 24$$

Selon le modèle du microrésonateur présenté dans le chapitre 1, la variation de la longueur d'onde de résonance et celle du temps de groupe après un tour de cavité par rapport à une solution de référence sont de la forme :

$$\lambda_c = \frac{\lambda_{\mathrm{Re}\,f}}{n_{eff_\mathrm{Re}\,f}} n_{eff} \qquad Eq.VI\ 25$$

$$GD = \frac{L}{c} n_{eff} = \frac{L}{c} \frac{\lambda_c}{\lambda_{\mathrm{Re}\,f}} n_{eff_\mathrm{Re}\,f} \qquad Eq.VI\ 26$$

n_{eff_Reff} et λ_{ref} représentent respectivement l'indice effectif et la longueur d'onde de résonance de la solution de référence.

La dérivée de la longueur d'onde de résonance par rapport à l'indice effectif, et celle du temps de groupe par rapport à la longueur d'onde, déduites de ces équations sont :

$$\frac{\partial \lambda_c}{\partial n_{eff}} = \frac{\lambda_{\mathrm{Re}\,f}}{n_{eff_\mathrm{Re}\,f}} \qquad Eq.VI\ 27$$

$$\frac{\partial GD}{\partial \lambda_c} = \frac{L}{c} \frac{n_{eff_\mathrm{Re}\,f}}{\lambda_{\mathrm{Re}\,f}} \qquad Eq.VI\ 28$$

En introduisant ces nouvelles équations dans les expressions de sensibilité, nous obtenons :

$$S_A = \frac{\lambda_{\mathrm{Re}\,f}}{n_{eff_\mathrm{Re}\,f}} \frac{\partial n_{eff}}{\partial e} = \frac{\lambda_{\mathrm{Re}\,f}}{n_{eff_\mathrm{Re}\,f}} S_e \qquad Eq.VI\ 29$$

$$S_{TG} = \frac{L}{c} \frac{n_{eff_\mathrm{Re}\,f}}{\lambda_{\mathrm{Re}\,f}} S_A \qquad Eq.VI\ 30$$

Ces expressions montrent clairement que la connaissance de la variation de l'indice effectif par rapport à l'épaisseur de la couche de biomolécules déposée (S_e) permet de déduire la

sensibilité intrinsèque du capteur. Les travaux de thèse de Chao[VI.12], basés sur la résolution de l'équation d'onde dans la structure représentée en Figure VI 27,ont montré que l'épaisseur e de la couche de biomolécules vue par les modes TE et TM sont de la forme :

$$e_{TE} = \frac{1}{\frac{2\pi\left(n_c^2 - n_s^2\right)}{\lambda}}\left[\sqrt{n_{eff}^2 - n_c^2} - \sqrt{n_f^2 - n_{eff}^2}\,\tan\left\{\frac{2\pi}{\lambda}\sqrt{n_f^2 - n_{eff}^2}\,\frac{w}{2}\right\}\right] \qquad \textit{Eq.VI 31}$$

$$e_{TM} = \frac{1}{\frac{2\pi\left(n_c^2 - n_s^2\right)}{\lambda}\left(n_{eff}^2\left[\frac{1}{n_s^2} + \frac{1}{n_c^2}\right] - 1\right)}\left[\sqrt{n_{eff}^2 - n_c^2} - \left(\frac{n_s}{n_f}\right)^2\sqrt{n_f^2 - n_{eff}^2}\,\tan\left\{\frac{2\pi}{\lambda}\sqrt{n_f^2 - n_{eff}^2}\,\frac{w}{2}\right\}\right]$$

Eq.VI 32

L'inverse de S_e déduit de ces expressions est :

$$\left(S_{e_TE}\right)^{-1} = \frac{\partial e_{TE}}{\partial n_{eff}} = \frac{n_{eff}}{n_c^2 - n_s^2}\left[\begin{array}{l}\frac{\lambda}{2\pi\sqrt{n_{eff}^2 - n_c^2}} + \frac{\lambda}{2\pi\sqrt{n_f^2 - n_{eff}^2}}\tan\left\{\frac{2\pi}{\lambda}\sqrt{n_f^2 - n_{eff}^2}\,\frac{w}{2}\right\} + \\ \frac{w}{2\left(\cos\left\{\frac{2\pi}{\lambda}\sqrt{n_f^2 - n_{eff}^2}\,\frac{w}{2}\right\}\right)^2}\end{array}\right] \qquad \textit{Eq.VI 33}$$

$$\left(S_{e_TM}\right)^{-1} = \frac{\partial e_{TM}}{\partial n_{eff}} = \frac{n_{eff}^2}{\left(n_c^2 - n_s^2\right)\left(n_{eff}^2\left[\frac{1}{n_s^2} + \frac{1}{n_c^2}\right] - 1\right)^2}\left\{\begin{array}{l}-\frac{\lambda}{\pi}\left(\frac{1}{n_s^2} + \frac{1}{n_c^2}\right)\left[\begin{array}{l}\sqrt{n_{eff}^2 - n_c^2} - \left(\frac{n_s}{n_f}\right)^2 \times \\ \sqrt{n_f^2 - n_{eff}^2}\,\tan\left\{\frac{2\pi}{\lambda}\sqrt{n_f^2 - n_{eff}^2}\,\frac{w}{2}\right\}\end{array}\right] + \\ \left(n_{eff}^2\left[\frac{1}{n_s^2} + \frac{1}{n_c^2}\right] - 1\right)\left[A \times B + \frac{w}{2}\left(\frac{n_s}{n_f}\right)^2\left(1 + B^2\right)\right]\end{array}\right\}$$

Eq.VI 34

avec $A = \frac{\lambda}{2\pi}\left(\frac{1}{\sqrt{n_{eff}^2 - n_c^2}} + \left(\frac{n_s}{n_f}\right)^2\frac{1}{\sqrt{n_f^2 - n_{eff}^2}}\right)$ et $B = \tan\left\{\frac{2\pi}{\lambda}\sqrt{n_f^2 - n_{eff}^2}\,\frac{w}{2}\right\}$

Les sensibilités globales ou intrinsèques obtenues en exploitant simultanément les données expérimentales et les équations 29, 30, 33 et 34 sont représentées en Figure VI 28. Ces sensibilités seront par la suite exploitées pour évaluer la limite de détection.

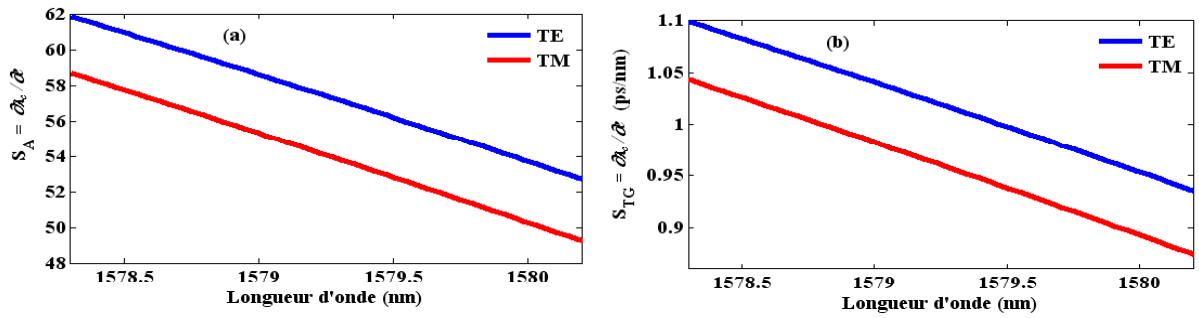


Figure VI 28: Variation spectrale en fonction de l'épaisseur de streptavidine : (a) décalage spectral en longueur d'onde; (b) variation du temps de groupe.

- **Limite de détection**

A partir de la sensibilité intrinsèque déterminée à la longueur d'onde de travail (longueur d'onde de résonance utilisée de 1578,8 nm), nous avons estimé l'épaisseur minimale e_{min} de la couche de biomolécules détectable et déduit la limite de détection *LD* en terme de densité surfacique de masse (fg/mm^2) en utilisant les relations suivantes:

$$e_{\min_z} = \frac{b_m}{S_z} \qquad \textit{Eq.VI 35}$$

$$LD_z = e_{\min_z}\rho \qquad \textit{Eq.VI 36}$$

l'indice *z* représente soit le paramètre du temps de groupe *GD* ou soit celui de l'amplitude *A*. Les performances obtenues en termes de sensibilité, d'épaisseur minimale de biomolécules, de limite de détection en fg/mm^{2}et en fg pour une surface sensible du capteur de 0,0056 mm^2 sont données dans le Tableau VI 4. Pour estimer ces performances, nous avons d'abord déterminé la sensibilité à partir de la Figure VI 28. Ensuite l'épaisseur minimale de biomolécules est calculée à partir de Eq.VI 35, en utilisant la sensibilité précédemment évaluée. L'épaisseur obtenue est enfin utilisée pour calculer LD à partir de Eq.VI 36.

Performances	**Décalage spectral**		**Variation temps de groupe**			
			1 tour		**F tours**	
	TE	**TM**	**TE**	**TM**	**TE**	**TM**
Sensibilité (pm/pm ou ps/nm)	60 ± 20	55 ± 20	1,13 ± 0,39	1,05 ± 0,39	**15,82 ± 5,5**	**14,7 ± 5,5**
Epaisseur de biomolécules (pm)	0,56 ± 0,30	0,59 ± 0,30	0,27 ± 0,14	0,29 ± 0,14	**3,78 ± 1,96**	**4,07 ± 1,96**
Limite de détection (fg/mm^2)	610 ± 310	650 ± 310	290 ± 150	310 ± 150	**20 ± 10**	**25 ± 10**
Limite de détection (fg)	3,38 ± 1,85	3,56 ± 1,85	1,63 ± 0,87	1,72 ± 0,87	**0,11 ± 0,06**	**0,12 ± 0,06**

Tableau VI 4 : Performances de détection en terme de densité de surface de la streptavidine.

Dans le Tableau VI 5 sont répertoriés quelques résultats de détection surfacique de la streptavidine obtenus par différentes équipes. Il est très difficile de comparer les performances annoncées par diverses équipes car les conditions d'évaluation sont généralement différentes. En effet, pour évaluer la limite de détection du capteur, certaines équipes, comme celle de Chao [VI.12], considèrent le dixième de la largeur à mi-hauteur de la raie de résonance comme bruit de mesure (Chao considère b_m = 7 pm) tandis que d'autres équipes choisissent la résolution spectrale de leur source, typiquement de 1 pm. Pour évaluer ces performances, nous avons choisi l'un des cas le plus défavorable qui considère le double de l'écart-type de reproductibilité soit 24 pm comme étant le bruit de mesure. Malgré cette surévaluation des bruits de mesure, le Tableau VI 5 montre que nos performances de détection de streptavidine obtenues à partir du module des mesures PS-OLCI :

- sont du même ordre de grandeur que celles obtenues avec les capteurs SPR et les microrésonateurs capillaires ;
- présentent une amélioration d'un facteur 400 et 30, respectivement, par rapport aux microrésonateurs en polystyrène et silicium ;
- sont moins bonnes que celles obtenues avec les capteur à bases de cristaux photoniques.

En revanche, celles obtenues en exploitant la phase, après un tour de cavité, des mesures PS-OLCI sont du même ordre de grandeur que les performances des capteurs à base de cristaux photoniques.
Lorsque nous nous intéressons de près aux performances des capteurs SPR, considérée comme la technologie de référence avec une limite de détection de l'ordre du pg/mm^2, nous remarquons que notre dispositif est capable de suivre la cinétique d'accrochage des molécules sur la surface du capteur. Contrairement aux techniques SPR qui n'exploitent que la polarisation TM, notre dispositif est capable de fournir des informations en polarisation TE et TM. Ce qui permet d'envisager des études de l'orientation des molécules sur la surface du capteur, en favorisant la polarisation TE car elle est plus sensible que la polarisation TM. En plus, nos premiers résultats en termes de limite de détection présentent une amélioration d'un facteur 4 par rapport au capteur SPR. Cette facteur est multiplié par 8 lorsque nous considérons la phase ayant fait F = 14 tours de cavité. Ces résultats peuvent être largement améliorés si un composant possédant un Q, F et un contraste C élevés est utilisé mais aussi si la reproductibilité des mesures PS-OLCI est améliorée.

Techniques	Limite de détection (fg/mm^2)	Références
SPR	**910**	[VI.13,VI.16]
Mach-zehnder	20 000	[VI.15]
Micro-hipodromme en polystyrène	250 000	[VI.12]
microrésonateur en silicium	20 000	[VI.16]
microrésonateur capillaire	500	[VI.17]
Cristaux photoniques	400	[VI.18,19]

Tableau VI 5 : Comparaison des performance de détection de la streptavidine.

3- Détection de la biotine en régime statique

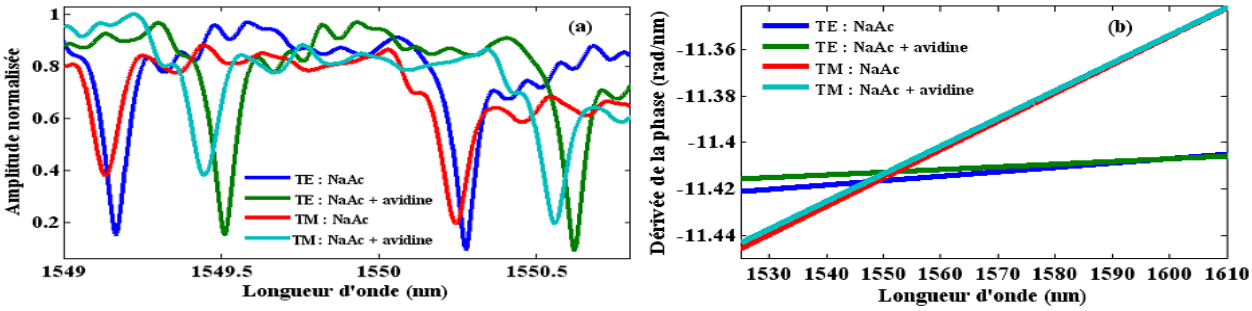


Figure VI 29 : Réponse spectrale en polarisation TE et TM dans NaAc et NaAc + 1 µM de streptavidine : (a) amplitude de la réponse spectrale ; (b) dérivée de la phase.

Après l'étude de la streptavidine, nous avons souhaité étudier la sensibilité de notre dispositif à détecter le couple streptavidine-biotine. Pour cela, la surface du microrésonateur a d'abord été fonctionnalisée pour accrocher les molécules de streptavidine nécessaires au greffage de la biotine. Pour réaliser cette expérience, un autre microrésonateur en forme d'hippodrome de rayon 220 µm et de longueur 120 µm a été traité. A la fin de la fonctionnalisation, la réponse de ce capteur a été mesurée lorsqu'il est immergé dans une solution de NaAc pure. Ensuite, il a été immergé dans une solution de NaAc contenant 1 µM de streptavidine. Dix minutes (temps supérieurs à celui nécessaire pour l'accrochage des molécules) après le dépôt de la

solution de streptavidine, la surface du capteur a été rincée avec du NaAc pure pour éliminer l'effet de la détection homogène (molécules non-accrochées). Après le rinçage, les réponses en polarisation TE et TM ont été mesurées. Ce nouveau composant possède à 1549,5 nm un facteur de qualité de 25 000 et 20 000 et une finesse de 18 et 14, respectivement en polarisation TE et TM. Sur la Figure VI 29, représentant la réponse spectrale de ce composant dans une solution de NaAc pure et une solution de NaAc contenant 1 µM de streptavidine, nous observons une variation de la réponse spectrale. Afin de conserver la dynamique (ISL = 1,1 nm) du capteur pour la détection de la molécule de biotine, nous prenons comme référence la réponse dans la solution de streptavidine.

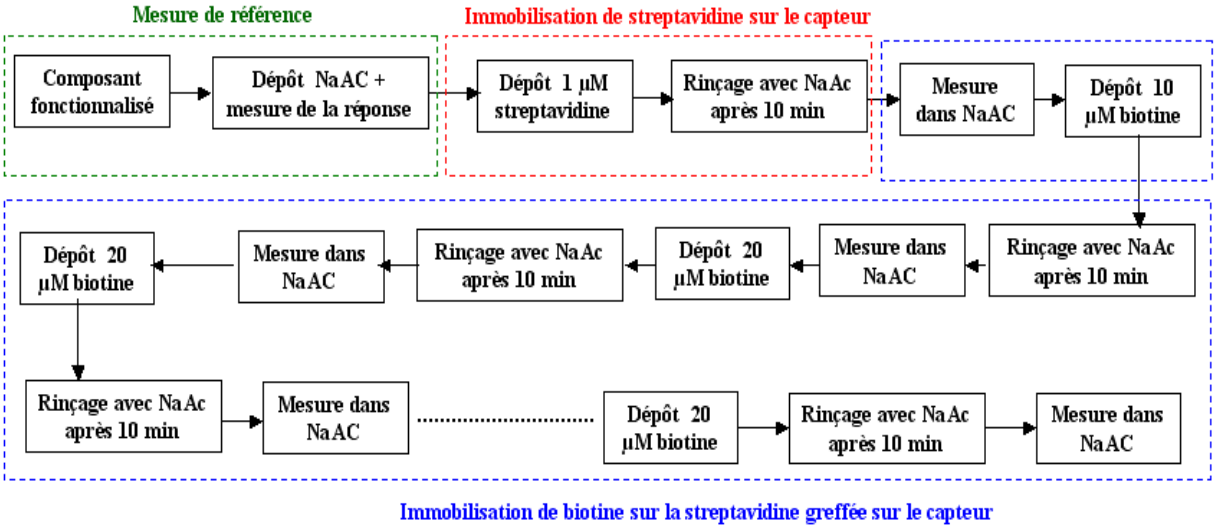


Figure VI 30 : Schéma fonctionnel du principe de mesure en régime statique de biotine.

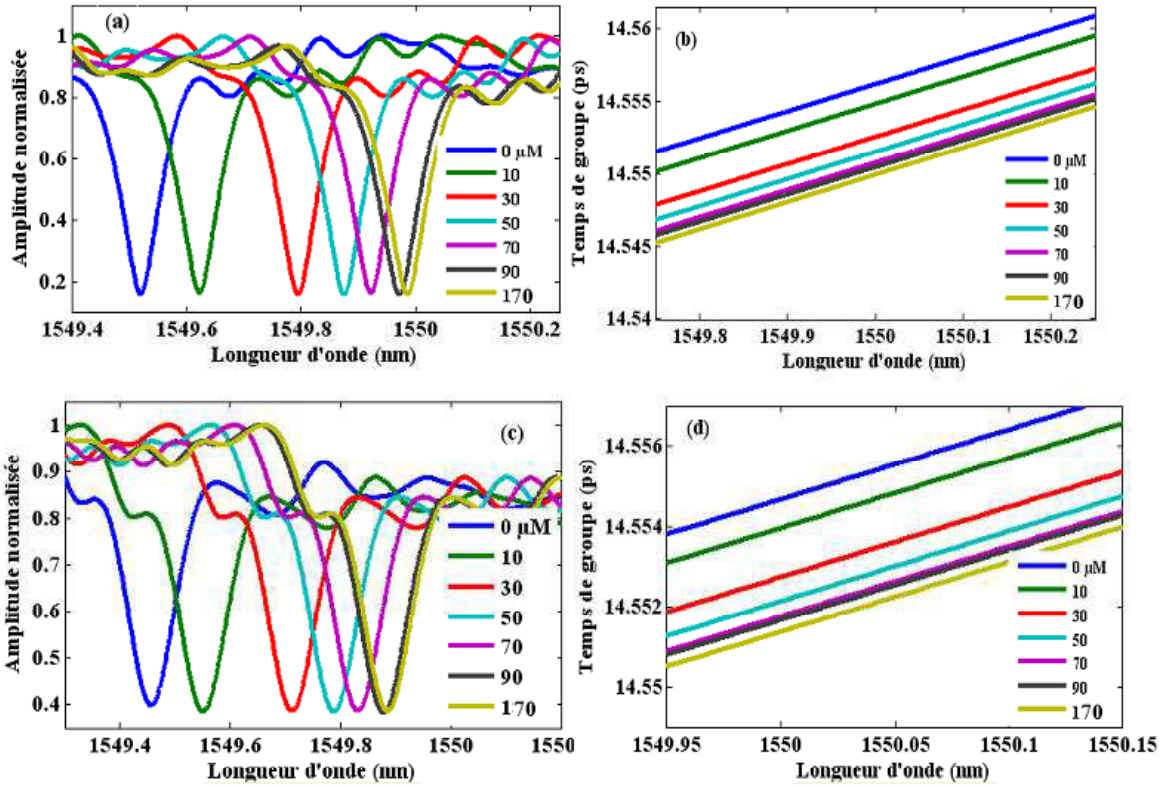


Figure VI 31: Réponse spectrale en présence de biotine : (a) décalage spectral en polarisation TE ; (b) variation du temps de groupe en polarisation TE ; (c) décalage spectral en polarisation TM ; (d) variation du temps de groupe en polarisation TM

Enfin, le capteur a été recouvert d'une solution de biotine de 10 µM. Après 10 min, la surface du capteur a été rincée et sa réponse a été mesurée. L'expérience a été répétée, jusqu'à la saturation, en rajoutant à chaque fois, à l'aide d'une micro-pipette, un volume de 15 µL d'une solution de biotine de concentration 20µM. La Figure VI 30 représente le schéma fonctionnel de la procédure de mesure de la biotine.
La Figure VI 31 représente les réponses spectrales du capteur en polarisation TE et TM pour différentes concentrations de biotine. Cette figure montre une évolution croissante de la réponse jusqu'à la saturation. La Figure VI 32 représente le décalage spectral en longueur d'onde et la variation du temps de groupe à 1550 nm en fonction de la concentration. Comme dans le cas de la détection de streptavidine, en se basant sur les points expérimentaux et les barres d'erreur, nous avons interpolé la variation spectrale ΔVS en fonction de la concentration C en µM, selon une loi exponentielle. Les paramètres d'ajustement obtenus sont donnés dans le Tableau VI 6 :

Paramètres d'ajustement Qualité de couplage	Décalage spectral		Variation temps de groupe	
	TE	TM	TE	TM
ΔVS_0 (pm ou fs)	461,7	431,2	-6,1	-3,2
C_0 (µM)	35,5	35,7	34,64	35

Tableau VI 6 : Paramètres d'ajustement des résultats expérimentaux sur la biotine.

Les performances obtenues en considérant le double des écart-types de reproductibilité des mesures PS-OLCI comme étant la plus petite variation spectrale détectable sont résumées dans le Tableau VI 7 :

Performances	**Décalage spectral**		**Variation temps de groupe**			
			1 tour		**F tours**	
	TE	**TM**	**TE**	**TM**	**TE**	**TM**
Sensibilité (pm/µM ou fs/µM)	12,2	11,1	-0,16	-0,11	**-2,88**	**-1,54**
Limite de détection (µM)	2,8	3,6	1,9	2,6	**0,11**	**0,18**

Tableau VI 7: Performance de détection de streptavidine.

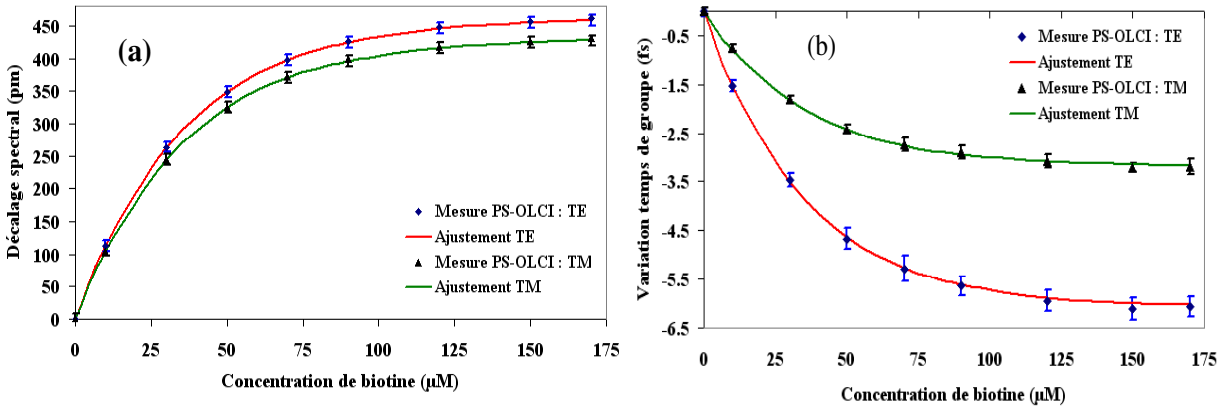


Figure VI 32: Variation spectrale en fonction de la concentration de biotine : (a) décalage spectral en longueur d'onde; (b) variation du temps de groupe à 1550 nm.

Les performances de détection de biotine en polarisation TE sont légèrement supérieures à celles en polarisation TM. Ces nouvelles performances démontrent non seulement la capacité du dispositif PS-OLCI et microrésonateur à la détection surfacique, mais aussi à la détection

des interactions moléculaires de biomolécules pouvant servir à l'évaluation de l'association et la dissociation entre deux molécules dans une solutions.

Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié la réponse optique de l'association d'un PS-OLCI et d'un capteur à base de microrésonateur lorsque ce dernier est immergé dans une solution de biomolécules. A cet effet, deux protocoles de détection ont été étudiés : la détection homogène (lorsque les molécules cibles sont reparties de façon homogène dans la solution) et la détection surfacique (lorsque les molécules cibles sont fixées sur la surface du capteur).
Dans la mise en oeuvre de la détection homogène, nous avons fait circuler de l'eau déionisée contenant de très faibles concentrations de glucose dans un circuit optofluidique intégrant le capteur. Pour chaque concentration, nous avons mesuré à l'aide du dispositif PS-OLCI, le décalage spectral en longueur d'onde de résonance et la variation du temps de groupe. Les limites de détection obtenues, sur un composant possédant un Q de l'ordre de 38 2000, en exploitant ces deux grandeurs sont respectivement de 50 ± 20 µg/ml et 25 ± 10 µg/ml, ce qui peut suggérer la mesure de la phase possèdant une limite de détection meilleure que celle de l'amplitude. Toutefois ces résultats doivent être approfondis pour conforter cette conclusion. Comme démontré dans ce chapitre, ces performances prometteuses peuvent être améliorées lorsqu'un microrésonateur possédant un Q élevé est utilisé ou encore lorsque les incertitudes liées à la reproductibilité des mesures sont améliorées. L'inconvénient majeur du protocole de détection homogène est sa non-sélectivité. Pour y remédier des expériences de détection surfacique ont été mises en oeuvre. Dans ce cas de figure, une étape de chimie de surface permettant d'accrocher des entités de reconnaissance des molécules cibles sur la surface du capteur, i. e. la fonctionnalisation, a été réalisée par le LBPA. La molécule de TAMRA cadavérine a d'abord été étudiée dans ces conditions de détection. L'expérience a été réalisée en suivant la cinétique d'accrochage en régime statique et dynamique de la molécule sur la surface. La limite de détection estimée pour cette molécule est de l'ordre de 25 ± 16 ag/mm^2. Ensuite, la protéine streptavidine a été étudiées. La limite de détection de la streptavidine obtenue est de l'ordre de 300 fg/mm^2. Il a également été démontré que la limite de détection obtenue en détection surfacique de streptavidine présente une amélioration d'un facteur 1000 par rapport à celle obtenue en détection homogène. Après l'étude de la streptavidine, nous avons évalué la capacité de ces capteur à détecter plusieurs couche de biomolécules. Pour cela la molécule de biotine, fonctionnalisée par la streptavidine a été évaluée. La limite de détection de la biotine ainsi obtenue est de l'ordre de 2 µM soit environ 500 µg/l.
Ces différentes expériences ont non seulement démontré le protocole de détection surfacique, mais aussi la capacité de notre dispositif à détecter les molécules de petites tailles, de faibles masses molaires (TAMRA cadavérine et biotine) et des molécules de grandes tailles (streptavidine). Cela démontre la possibilité de réaliser un biocapteur sans marqueurs performant basé sur l'association microrésonateur -PS-OLCI.
Les premières performances de détection de streptavidine seraient 4 fois meilleures que celles obtenues à l'aide de la technique SPR considérée à ce jour comme la technique de biodétection sans marqueur de référence, ce qui fait de ces capteurs à base de microrésonateur des candidats potentiels pour la détection de très faibles concentrations de biomolécules. Ils pouvent être utilisés dans de nombreux domaines tels que la santé pour effectuer des diagnostics précoces des maladies ou encore dans le domaine de l'environnement pour l'analyse chimique (niveau de pollution de l'eau, de l'air, du sol, etc).

BIBLIOGRAPHIE

[VI.1] Guid to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM), BIPM.

[VI.2] M. RITA, “Application of refractive index mixing rules in binary systems of hexadecane and heptadecane with n-alkanols at different temperatures”, Chem. Sci, Vol. 115, No. 2, pp 147–154, (2003).

[VI.3] G.Fabrizio, D.Emiliano, S.Caterina, D.Lorenzo and M.Francesco, “Experimental determination of the sensitivity of Bloch Surface Waves based sensors”,Opt. Exp., Vol. 18, No. 8, p. 8087 (2010).

[VI.4] CRC Handbook of Chemistry and Physics, 70th ed., R. C. Weast, ed. (CRC, 1989).

[VI.5] Handbook of Optics, 3rd edition, Vol. 4. McGraw-Hill (2009).

[VI.6] C.-Y Chao. and J.L. Guo., “Polymer Microring Resonators for Biochemical Sensing Applications”, IEEE J. Sel. Top. Quant. Electron, 12-1, 148-155 (2006).

[VI.7] G. D. Kim, G.-S.Son, H.-S.Lee, K.D.Kim and S. Lee, “Integrated photonic glucose biosensor using a vertically coupled microring resonator in polymers”, Optics Communications, vol 281, pp.4644-4647 (2008).

[VI.8] C. Ciminelli, C. M. Campanella, M. N. Armenise, “Simulation and Fabrication of a New Photonic Biosensor”, ICTON 2010, P16.

[VI.9] A. Leung, P. M. Shankar, R. Mutharasan, “Model protein detection using antibody-immobilized tapered fiber optic biosensors (TFOBS) in a flow cell at 1310 nm and 1550 nm”, Sensors and Actuators B, vol 129, pp. 716–725 (2008).

[VI.10] Y. Yeh, “Real-time measurement of glucose concentration and average refractive index using a laser interferometer”, Optics and Lasers in Engineering, vol 46, pp.666– 670 (2008).

[VI.11] C. Delozoide, M. Salsac, J. Lautru, H. Leh, C. Nogues, J. Zyss, M. Buckle, I. Ledoux-Rak and C.T. Nguyen, “Vertically Coupled Polymer Microracetrack Resonator for Label-Free Biochemical Sensor,” IEEE Phot. Technol. Lett., vol. 34, no. 4, 270-272 (2011).

[VI.12] C.-Y. Chao, “Polymer microring resonators for biochemical sensing applications, PhD Thesis 2005.

[VI.13] J. Homola, S. S. Yee, and G. Gauglitz, “Surface plasmon resonance sensors: Review,” Sens. Actuators B, Chem., vol. 54, pp. 3–15 (1999).

[VI.14] J. Homola, “Surface Plasmon Resonance Sensors for Detection of Chemical and Biological Species”, Chem. Rev., vol 108, pp.462-493 (2008).

[VI.15] M. Weisser, G. Tovar, S. Mittler-Neher, W. Knoll, F. Brosinger, H. Freimuth, M. Lacher, W. Ehrfeld, Biosens. Bioelectron. 14 405 (1999).

[VI.16] C.A. Barrios, M.J. Ban˜ uls, V. Gonza’ lez-Pedro, K.B. Gylfason, B. S’ anchez, A. Griol, A. Maquieira, H. Sohlstrom, M. Holgado, R. Casquel, Opt. Lett., vol 33, (708 2008).

[VI.17] H. Zhu, I.M. White, J.D. Suter, P.S. Dale, X. Fan, Opt. Express, vol 15, 9139 (2007).

[VI.18] B. Cunningham, P. Li, B. Lin, J. Pepper, Sens. Actuators B Chem. 81- 316 (2002).

[VI.19] P.Y. Li, B. Lin, J. Gerstenmaier, B.T. Cunningham, Sens. Actuators B Chem. 99 6(2004).

Conclusion générale

Cette thèse présente l'association d'un interféromètre en lumière incohérente sensible à la phase (PS-OLCI) et d'un capteur à base de microrésonateurs optiques comme nouveau protocole de biodétection sans marqueurs fluorescents. Les travaux réalisés à cet effet, dont la synthèse est présentée dans ce mémoire, peuvent être groupés en trois parties principales : conception et fabrication de microrésonateurs optiques, adaptation du PS-OLCI comme nouvelle technique d'interrogation et de caractérisation des microrésonateurs, démonstration de l'association PS-OLCI et microrésonateur comme biocapteur.

Dans ce manuscrit, nous avons de prime abord fait un rappel du principe de fonctionnement et de quelques caractéristiques d'un capteur, rappelé des notions de base de l'optique guidée et présenté un état de l'art des performances et des limites des techniques optiques de biodétections actuelles notamment des capteurs à base de microrésonateurs optiques. Cet état de l'art, nous permet de mieux comprendre l'influence des paramètres opto-géométriques et celle de la configuration du couplage sur les performances des capteurs optiques à base de microrésonateurs. Ceci a abouti à l'établissement du cahier des charges de notre étude : conception et réalisation de microrésonateurs (en forme d'hippodrome) polymères en couplage vertical possédant un facteur de qualité supérieur à 20 000 dans l'eau.

Pour répondre aux exigences de ce cahier des charges, nous avons conçu, à l'aide de la méthode de l'indice effectif, et réalisé, à l'aide de la photolithographie traditionnelle, des microrésonateurs à guides rectangulaires monomodes en matériaux SU-8. Les différentes étapes de conception et de réalisation sont décrits dans le chapitre II de ce mémoire. Les résultats de caractérisation, à l'aide de la méthode de balayage spectral du LPQM, nous ont non seulement permis de valider la procédure de fabrication des composants élaborée mais aussi d'atteindre notre objectif. En effet, nous avons obtenu réalisé des microrésonateurs possédant un facteur de qualité supérieur à 30 000 dans l'eau.

Compte-tenu des limitations des techniques actuelles de caractérisation de microrésonateurs, comme leur incapacité à fournir les pertes optiques et l'évolution de la phase du signal optique propagé dans le composant, nous avons proposé une technique alternative. La mise en place de la technique interférométrique, proposée pour fournir ces informations, a fait l'objet de la deuxième partie de nos travaux (présenté dans le chapitre III). Une description du principe de fonctionnement d'un dispositif PS-OLCI, basé sur un interféromètre de Michelson, a d'abord été présentée. Ensuite, nous avons exposé une synthèse des différentes modifications apportées au dispositif PS-OLCI du LNE, initialement développé pour caractériser des composants utilisés dans les télécommunications optiques, pour interroger les microrésonateurs.

Afin de prédire la réponse PS-OLCI d'un capteur à base de microrésonateur, nous avons proposé un modèle analytique de cette association, tenant compte de la dispersion de l'indice effectif des modes guidés. Le modèle théorique développé, mettant en évidence la relation existant entre l'interférogramme et les intégrales de Fresnel, a été validé par l'ajustement des mesures expérimentales.

Cet ajustement nous a permis d'extraire les paramètres optogéométriques comme les pertes de propagation et l'indice effectif des modes guidés. Le bon accord entre le calcul théorique et les mesures PS-OLCI et celui entre les paramètres extraits des mesures PS-OLCI et les mesures spectrales réalisées au LPQM, ont permis de valider ce dispositif comme outil de caractérisation des microrésonateurs. Ce dispositif a également été utilisé pour discerner les différents régimes de couplage entre le microrésonateur et le guide d'injection. Ceci montre que le dispositif PS-OLCI n'est pas seulement un outil de caractérisation mais aussi un véritable outil d'aide à la conception de microrésonateurs.

Après cette validation, nous avons démontré la capacité de l'association d'un PS-OLCI et d'un capteur à base de microrésonateur à détecter de très faible concentration de biomolécules. Pour cela, nous avons d'abord mis en évidence la détection homogène de glucose dans l'eau déionisée. Ces expériences ont démontré que cette association est capable de déceler en solution aqueuse des concentrations de l'ordre de 50 µg/ml et 25 µg/ml de glucose dans l'eau, en exploitant respectivement l'amplitude et la phase des mesures PS-OLCI. Les premiers résultats semble indiquer qu'on peut obtenir une meilleure limite de détection en exploitant la phase, ce que permet en particulier le dispositif PS-OLCI.
La méthode de détection homogène n'étant pas sélective, nous avons réalisé des expériences de détection surfacique ou spécifique. Cette méthode de détection, apportant la sélectivité, permet de tester le capteur dans un environnement réel (mélange de différentes molécules). Cela nécessite la fonctionnalisation de la surface du capteur. Cette opération consiste à accrocher des récepteurs appropriés afin d'immobiliser les molécules cibles sur sa surface. A cet effet, nous nous sommes intéressés à la détection des molécules possédant un groupement fonctionnel de type amine. Une procédure optimisée de greffage et de quantification de biomolécules, présentant un groupement amine, sur la surface de microrésonateur en SU-8 a été développée par le LBPA. Cette procédure a été mise à profit pour étudier la cinétique d'accrochage des biomolécules sur la surface du capteur à base de microrésonateur. La cinétique d'accrochage en régime statique et en régime dynamique de la molécule de TAMRA cadavérine, choisie comme molécule test, a été étudiée. La limite de détection estimée pour cette molécule est de l'ordre de 30 ± 10 ag/mm^2 (à ± une incertitude type). Le bon accord entre les sensibilités obtenu en régime dynamique et statique a permis de valider la procédure de greffage de biomolécules sur la surface des microrésonateurs en SU-8.
Les expériences de détection de la protéine streptavidine, réalisées après cette validation, ont fourni une limite de détection de l'ordre de 300 ± 150 fg/mm^2. La différence entre cette performance et celle obtenue sur la TAMRA cadavérine est expliquée par la taille de ces molécules. En effet, la TAMRA cadavérine est une molécule de faible taille caractérissée par sa faible masse molaire (M = 517 g/mol) alors que la streptavidine, comme d'ailleurs les protéines de façon générale, est une molécule de grande taille (M = 66 000 g/mol). Ces performances démontrent la capacité de notre capteur (microrésonateur+PS-OLCI) à détecter des molécules de faibles et grandes masses molaires ou tailles.
Une comparaison entre les méthodes de détection homogène et surfacique de streptavidine a montré que la limite de détection en détection surfacique présente une amélioration d'un facteur 1000 par rapport à celle obtenue en détection homogène. Ceci montre qu'en plus de la sélectivité, la détection surfacique est plus sensible et représente donc la méthode retenue pour évaluer avec précision les faibles concentrations de biomolécules.
Après l'étude de la streptavidine, nous avons évalué la capacité de ces capteurs à détecter plusieurs couches de biomolécules. Pour cela la molécule de biotine, fonctionnalisée par la streptavidine a été évaluée. La limite de détection de la biotine ainsi obtenue est de l'ordre de 2 µM soit environ 500 µg/l.
Les premiers résultats obtenus et présentés dans ce chapitre peuvent être améliorés si un composant possédant un facteur de qualité Q et un contraste de transmission C élevés est utilisé ou encore si la résolution du dispositif PS-OLCI est améliorée.
Ces résultats ont été comparés avec les performances obtenues à l'aide de la technique SPR, considérée à ce jour comme la technique de biodétection sans marqueur de référence. Deux conclusions pertinentes découlent de cette comparaisons. Tout d'abord nous remarquons qu'à l'inverse des capteurs SPR, nos capteurs exploitent simultanément les réponses en polarisation TE et TM. Ceci est nécessaire en biologie pour d'éventuelles études d'orientation de la molécule sur la surface du capteur. En plus, les limites de détection obtenues en surévaluant le bruit de mesures de notre dispositif sont meilleures que celles fournies par les capteurs SPR.

Ces résultats font de ces composants de potentiels candidats pour la détection de très faibles concentrations de biomolécules. Ces composants peuvent être utilisés dans de nombreux domaines tels que la santé pour effectuer des diagnostics précoces des maladies ou encore dans le domaine de l'environnement pour l'analyse chimique (niveau de pollution de l'eau, de l'air, etc).

Pour élargir ce sujet, il serait d'abord très intéressant de remplacer la platine de translation piézoélectrique du dispositif PS-OLCI par une nouvelle produisant moins de vibration afin de suivre l'évolution de la phase en temps réelle. Ensuite, il serait également important de se pencher sur l'étude de l'orientation des biomolécules sur la surface du capteur afin de mettre à profit l'exploitation simultanée des polarisations TE et TM. Enfin, des études supplémentaires permettant d'évaluer la sensibilité du capteur à détecter des molécules présentant un groupement réactif autres que amine, comme les groupements OH, COOH, SH, permettront de confirmer les potentiels de l'association PS-OLCI-microrésonateur pour des applications de biocapteurs. Ces perspectives de travail représentent aussi une ouverture de collaboration avec des biologistes ou des biochimistes, afin de mener à bien ces applications expérimentales de biodétection.

Annexe 1

1- Coefficient de transmission complexe

Soit a_1 un champ optique incident injecté dans le guide rectiligne, une partie b_1 du champs incident est directement transmise dans le guide rectiligne et l'autre partie b_2 est couplée dans la cavité. Après chaque tour de cavité, une partie du champ b_2 est couplée dans le guide rectiligne et l'autre partie a_2 transmise dans la cavité et continue à circuler. Les variables κ et κ' représentent, respectivement, les coefficients de couplage guide rectiligne-cavité et cavité-guide rectiligne. τ et τ' représentent le coefficient de transmission guide rectiligne-guide rectiligne et cavité-cavité τ', respectivement.

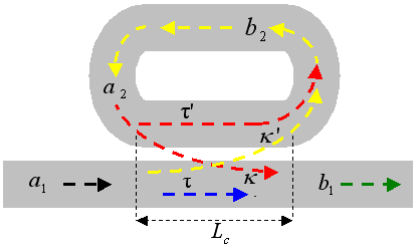


Figure 25: Schéma fonctionnel d'un microrésonateur en forme d'hippodrome.

La fonction de transfert de microrésonateur, représentant le rapport entre le champ transmis b_1 et le champ incident a_1, peut être déterminée à partir de la méthode des matrices de diffusion utilisée par A. Yariv. La matrice de diffusion ou de transfert définie au point de couplage cavité guide rectiligne est de la forme:

$$\begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} = \alpha_i \begin{pmatrix} \tau & j\kappa' \\ j\kappa & \tau' \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \end{pmatrix} \qquad A1.1\ 1$$

où j représente le nombre complexe tel que $\sqrt{j} = -1$ et α_i les pertes par couplage.

Le développement de la matrice de transfert conduit à:

$$b_1 = \alpha_i(\tau a_1 + j\kappa' a_2) \qquad A1.1\ 2$$

$$b_2 = \alpha_i(j\kappa a_1 + \tau' a_2) \qquad A1.1\ 3$$

Le champs a_2 correspondant à la partie de b_2 ayant parcouru un tour de cavité, son expression tenant compte des pertes de propagation a dans la cavité et du retard accumulé pendant de ce tour est :

$$a_2 = ab_2 \exp\left(j\frac{2\pi n_{eff}}{\lambda} L \right) \qquad A1.1\ 4$$

Le coefficient de transmission complexe $H(\lambda)$ du microrésonateur, correspondant au rapport entre le champ transmis b_1 et le champ incident a_1, obtenu à partir de A1.1 2 est de la forme :

$$H(\lambda) = \frac{b_1}{a_1} = \alpha_i(\tau + j\kappa' \frac{a_2}{a_1}) \qquad A1.1\ 5$$

Le rapport $\frac{a_2}{a_1}$ est obtenu à partir de l'équation A1.1 4 et celui de $\frac{b_2}{a_1}$ est obtenu à partir de l'équation A1.1 3 :

$$\frac{a_2}{a_1} = a\frac{b_2}{a_1}\exp\left(j\frac{2\pi n_{eff}}{\lambda}L\right) \qquad A1.1\ 6$$

$$\frac{b_2}{a_1} = \alpha_i\left(j\kappa + \tau'\frac{a_2}{a_1}\right) \qquad A1.1\ 7$$

En substituant le rapport $\frac{b_2}{a_1}$ de A.1.1 6 par l'expression de A.1.1 7 on obtient :

$$\frac{a_2}{a_1} = \frac{j\alpha_i\kappa a\exp\left(j\frac{2\pi n_{eff}}{\lambda}L\right)}{1-\alpha_i a\tau'\exp\left(j\frac{2\pi n_{eff}}{\lambda}L\right)} \qquad A1.1\ 8$$

En substituant également le rapport $\frac{a_2}{a_1}$ dans A.1.1 5 on aboutit à l'expression du coefficient de transmission complexe d'un microrésonateur.

$$H(\lambda) = \frac{\alpha_i\tau - (\kappa\kappa'+\tau\tau')\alpha_i^{\,2}a\exp\left(j\frac{2\pi}{\lambda}n_{eff}L\right)}{1-\alpha_i a\tau'\exp\left(j\frac{2\pi}{\lambda}n_{eff}L\right)} \qquad A1.1\ 9$$

Dans le cas d'un modèle symétrique, c'est-à-dire κ=κ' et τ=τ', $H(\lambda)$ devient : .

$$H(\lambda) = \frac{\alpha_i\tau - (\kappa^2+\tau^2)\alpha_i^{\,2}a\exp\left(j\frac{2\pi}{\lambda}n_{eff}L\right)}{1-\alpha_i a\tau\exp\left(j\frac{2\pi}{\lambda}n_{eff}L\right)} \qquad A1.1\ 10$$

En utilisant la loi de conservation de l'énergie définie par :

$$(\kappa^2+\tau^2) = 1 \qquad A1.1\ 11$$

L'expression de H(λ) devient:

$$H(\lambda) = \frac{\alpha_i\tau - \alpha_i^{\,2}a\exp\left(j\frac{2\pi}{\lambda}n_{eff}L\right)}{1-\alpha_i a\tau\exp\left(j\frac{2\pi}{\lambda}n_{eff}L\right)} \qquad A1.1\ 12$$

2- Coefficient de transmission en intensité

La transmission en intensité pour un microrésonateur symétrique définie par le rapport entre l'intensité lumineuse transmise et l'intensité incidente peut s'écrire sous la forme suivante :

$$T = \left|\frac{b_1}{a_1}\right|^2 = \left|H(\lambda)\right|^2 = \left|\frac{\alpha_i\tau - \alpha_i^{\,2}a\exp\left(j\frac{2\pi}{\lambda}n_{eff}L\right)}{1-\alpha_i a\tau\exp\left(j\frac{2\pi}{\lambda}n_{eff}L\right)}\right|^2 \qquad A1.2\ 1$$

Cette équation peut être réécrite par :

$$T = \frac{\left|\alpha_i \tau - \alpha_i^{\,2} a \exp\left(j \frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L \right)\right|^2}{\left|1 - \alpha_i a \tau \exp\left(j \frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L \right)\right|^2} \qquad A1.2\ 2$$

$$T = \frac{\left(\alpha_i \tau - \alpha_i^{\,2} a \cos\left(\frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L\right)\right)^2 + \left(\alpha_i^{\,2} a \sin\left(\frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L\right)\right)^2}{\left(1 - \alpha_i a \tau \cos\left(\frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L\right)\right)^2 + \left(\alpha_i a \tau \sin\left(\frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L\right)\right)^2} \qquad A1.2\ 3$$

$$T = \frac{P_{out}}{P_{in}} = \left|\frac{b_1}{a_1}\right|^2 = \alpha_i^{\,2} \frac{\tau^2 + a^2 \alpha_i^{\,2} - 2a\alpha_i \tau \cos\left(\frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L\right)}{1 + \tau^2 a^2 \alpha_i^{\,2} - 2a\alpha_i \tau \cos\left(\frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L\right)} \qquad A1.2\ 4$$

3- Largeur à mi-hauteur d'une raie de résonance

La largeur à mi-hauteur d'une raie de résonance est obtenue lorsque :

$$T = \alpha_i^{\,2} \frac{\tau^2 + a^2 \alpha_i^{\,2} - 2a\alpha_i \tau \cos(\phi)}{1 + \tau^2 a^2 \alpha_i^{\,2} - 2a\alpha_i \tau \cos(\phi)} = Z \qquad A1.3\ 1$$

$$\phi = \frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L \qquad A1.3\ 2$$

$$Z = \frac{T_{\max} + T_{\min}}{2} \qquad A1.3\ 3$$

T_{max} et T_{min} représentant, respectivement le maximum et le minimum de transmission. Ces extréma sont obtenus lorsque la dérivée de T par rapport à λ s'annule, à savoir $\cos\left(\frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L\right) = 1$ et $\cos\left(\frac{2\pi}{\lambda} n_{eff} L\right) = -1$. Les valeurs de T_{max}, T_{min} et Z déduites sont de la forme :

$$T_{\max} = \left(\frac{\alpha_i \tau + a\alpha_i^{\,2}}{1 + \tau a \alpha_i}\right)^2 \; et \; T_{\min} = \left(\frac{\alpha_i \tau - a\alpha_i^{\,2}}{1 - \tau a \alpha_i}\right)^2 \qquad A1.3\ 4$$

$$Z = \frac{1}{2}\left[\left(\frac{\alpha_i \tau + a\alpha_i^{\,2}}{1 + \tau a \alpha_i}\right)^2 + \left(\frac{\alpha_i \tau - a\alpha_i^{\,2}}{1 - \tau a \alpha_i}\right)^2\right] \qquad A1.3\ 5$$

En résolvant A1.3 1 sur une période (l'intervalle spectral libre), nous obtenons les deux solutions et la différence de phase suivantes :

$$\phi_1 = \cos^{-1}\left(\frac{Z\left(1 + \alpha_i^{\,2}\tau^2 a^2\right) - \left(\alpha_i^{\,2}\tau^2 + \alpha_i^{\,4} a^2\right)}{2\alpha_i \tau a\left(Z - \alpha_i^{\,2}\right)}\right) \qquad A1.3\ 6$$

$$\phi_2 = -\cos^{-1}\left(\frac{Z\left(1 + \alpha_i^{\,2}\tau^2 a^2\right) - \left(\alpha_i^{\,2}\tau^2 + \alpha_i^{\,4} a^2\right)}{2\alpha_i \tau a\left(Z - \alpha_i^{\,2}\right)}\right) \qquad A1.3\ 7$$

$$\Delta\phi = \phi_1 - \phi_2 = 2\cos^{-1}\left(\frac{Z\left(1 + \alpha_i^{\,2}\tau^2 a^2\right) - \left(\alpha_i^{\,2}\tau^2 + \alpha_i^{\,4} a^2\right)}{2\alpha_i \tau a\left(Z - \alpha_i^{\,2}\right)}\right) \qquad A1.3\ 8$$

En exprimant la largeur à mi-hauteur $\delta\lambda$ en fonction de $\Delta\phi$, nous obtenons :

$$\delta\lambda = \lambda_2 - \lambda_1 = \lambda_2\lambda_1 \frac{\Delta\phi}{2\pi n_{eff} L} = \frac{\lambda_2\lambda_1}{\pi n_{eff} L}\cos^{-1}\left(\frac{Z\left(1+\alpha_i^{\,2}\tau^2 a^2\right)-\left(\alpha_i^{\,2}\tau^2+\alpha_i^{\,4}a^2\right)}{2\alpha_i\tau a\left(Z-\alpha_i^{\,2}\right)}\right) \qquad A1.3\ 9$$

λ_1 et λ_2 représentent les longueurs d'onde à mi-hauteur définies respectivement autour de la longueur d'onde de résonance λ_{C0} par, λ_{C0}-$\delta\lambda$ /2 et λ_{C0}+$\delta\lambda$ /2.
Lorsque λ_{C0}>>$\delta\lambda$ /2, l'expression de la largeur à mi-hauteur devient :

$$\delta\lambda = \frac{\lambda^2{}_{C0}}{\pi n_{eff} L}\cos^{-1}\left(\frac{Z\left(1+\alpha_i^{\,2}\tau^2 a^2\right)-\left(\alpha_i^{\,2}\tau^2+\alpha_i^{\,4}a^2\right)}{2\alpha_i\tau a\left(Z-\alpha_i^{\,2}\right)}\right) \qquad A1.3\ 10$$

Annexe 2 :modèle de Langmuir

Le modèle de Langmuir est très utilisée en chimie de surface pour décrire des phénomènes d'adsorption de particules dans le cas où le nombre de sites d'adsorption sur la surface est fixe, c'est à dire que chaque site ne peut adsorber qu'une seule particule et que les interactions entre les particules sont négligées.
Ce modèle suppose que les réactions mettent en jeu un Ligand (ou récepteur) L et un analyte (ou cible) monovalent A qui vont réagir exclusivement entre eux pour former une couche organique LA (Figure A 2).

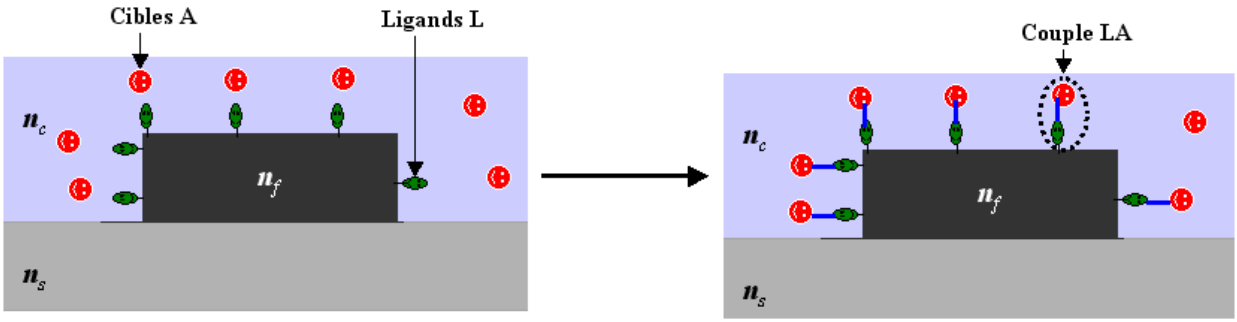


Figure A 2 : Schéma de principe de l'interaction moléculaire suivant le modèle de Langmuir.

La réaction chimique entre ces deux molécules peut s'écrire sous la forme suivante :

$$L+A \underset{K_{diss}}{\overset{K_{ass}}{\rightleftharpoons}} LA \qquad A\ 2.1$$

K_{ass} correspond à la constante d'association et K_{ass} celle de dissociation.
Le taux de formation des complexes LA en fonction du temps t suit la loi suivante :

$$\frac{\partial[LA]}{\partial t} = K_{ass}[A][L] - K_{diss}[LA] \qquad A\ 2.2$$

où [A], [L] et [LA] représentent respectivement la concentration de A, L et LA.
Cette équation se présente sous la forme d'une équation différentielle inhomogène de premier ordre. Sa solution est de la forme :

$$[LA] = [L]\frac{[A]K_{ass}}{[A]K_{ass}+K_{diss}}\left(1-\exp\left(-\left[K_{ass}[A]+K_{diss}\right]t\right)\right) \qquad A\ 2.3$$

Annexe 3 : Publications et conférences relatives à ce travail de thèse

1) Articles publiés dans une revue à comité de lecture

[1] A-F. Obaton, Y. Sanogo, J. Dubard, " Développement d'un moyen d'interrogation de biocapteurs photoniques sur la base d'un interféromètre en lumière incohérente", *Revue Française de métrologie*, vol 2, n 26, 2011.

[2] Y. Sanogo, A-F. Obaton, C. Delezoide, J. Lautru, M. Lièvre, J. Dubard, I. Ledoux-Rak and C. T. Nguyen, "Phase sensitive-optical low coherence interferometer: A new protocol to evaluate the performance of optical micro-resonators", *Journal of Lightwave Technology*, 2012 (accepté en septembre 2012).

[3] A-F. Obaton, Y. Sanogo, J. Lautru, M. Lièvre, J-N. Durocher, J. Dubard, "Development of a new optical reference technique in the field of biology", *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement,* 2012 (accepté en septembre 2012).

2) Articles soumis ou en cours de soumission dans une revue à comité de lecture

[1] Y. Sanogo, A-F Obaton, J. Lautru, G. Ebrard, B. Rougié, J. Dubard, "Association of vertically coupled polymer micro-resonator and phase sensitive-optical low coherence interferometer for label-free biosensing applications ", *biosensors and bioelectronics*, en cours de finalisation.

[2] Y. Sanogo, A-F Obaton, C. Delezoide, C. Yardin, J. Lautru, J. Dubard, "Phase sensitive-optical low coherence interferometer: A new protocol to evaluate the performance of optical micro-resonators", Journal of Biomedical Optics, en cours de finalisation.

[3] Y. Sanogo, C. Nogues, A-F. Obaton, J. Lautru, M. Buckle I. Ledoux-Rak, C. T. Nguyen, J. Dubard, "Label free biosensor based on micro-resonator and phase sensitive-optical low coherence interferometer", Journal of Biophotonics, en cours de finalisation.

[4] Y. Sanogo, C. Nogues, A-F. Obaton, C. Delezoide, J. Lautru, M. Buckle I. Ledoux-Rak, C. T. Nguyen, J. Dubard, "New label-free biosensing protocol: association of polymer micro-resonators and phase sensitive optical low coherence interferometer", *biosensors and bioelectronics*, en cours de finalisation.

3) Communications internationales

[1] Y. Sanogo, A-F. Obaton, C. Delezoide, J. Lautru, M. Lièvre, I. Ledoux-Rak, C. T. Nguyen, J. Dubard, "Interrogation of micro-resonator sensor with phase sensitive optical low coherence interferometer for chemical and biological applications", International congress of metrology, Paris, France, 4-6 October 2011.

[2] A-F. Obaton, Y. Sanogo, J. Lautru, M. Lièvre, J-N. Durocher, J. Dubard, " Phase Sensitive-Optical Low Coherence Reflectometry for bio-sensing applications", Photon 12: Institute of Physics' premier event in optics and photonics, Durham, United Kingdom, 3-6 September 2012.

4) Communications nationales

[1] Y. Sanogo, A-F. Obaton, J. Dubard, "Interrogation de micro-résonateurs par interférométrie en lumière incohérente sensible à la phase" *Journée Nationales d'Optiques Guidées, JNOG'10*; Besançon ; France ; 20-22 octobre 2010.

[2] Y. Sanogo, C. Delezoide, J. Lautru, A.-F. Obaton, M. Lièvre, J. Dubard, I. Ledoux-Rak, C. T. Nguyen, " Interrogation de micro-résonateurs par interféromètrie en lumière incohérente sensible à la phase pour des applications de biocapteur ", *Journées GO2S Capteurs à fibre optique ou guide planaire*, Saint-Étienne, 6 et 7 février 2012.

[3] Y. Sanogo, C. Delezoide, J. Lautru, A.-F. Obaton, M. Lièvre, J. Dubard, I. Ledoux-Rak, C. T. Nguyen, " Association d'un microrésonator et d'un interferomètre en lumière incohérente sensible à la phase comme nouvel outil de biodétection ", *Huitième colloque national de Diagnostic et Imagerie Optique en Médecine et Biologie*, *OPT-DIAG 2012*, Paris, 9-11 mai 2012.

[4] Y. Sanogo, A.-F. Obaton, C. Delezoide, J. Lautru, M. Lièvre, J. Dubard, I. Ledoux-Rak, C. T. Nguyen, " Nouveau protocole de biodétection sans marqueuer fluorescent : association d'un interféromètre en lumière incohérente sensible à la phase et d'un microrésonateur", *Journée Nationales d'Optiques Guidées*, *JNOG'12,* Lyon, France, 10-12 juillet 2012.

[5] Y. Sanogo, A.-F. Obaton, C. Delezoide, J. Lautru, M. Lièvre, J. Dubard, I. Ledoux-Rak, C. T. Nguyen, " Association d'un micro résonateur et d'un interféromètre en lumière incohérente sensible à la phase comme nouvel outil de biodétection sans marqueur fluorescent", *GL events Exhibitions*, *Premier congrès francophone des pplication de la fibre optique,* Paris, France, 24-26 Octobre 2012.